

UNIVERSITE BLIDA 1
Faculté des Sciences de la Nature
et de la Vie

Département des Sciences
Alimentaires

THÈSE DE DOCTORAT

Par

ALILECHE KHOUKHA

**CONTRIBUTION A L'ETUDE DES MECANISMES DE
TRANSFERT DE MATIERE ENTRE LES FIGUES SECHES ET
L'HUILE D'OLIVE EN MELANGE : CARACTERISATION ET
EVALUATION DES INTERETS NUTRITIONNELS ET
THERAPEUTIQUES**

Devant le jury composé de :

EL HADI.D	Professeur	USDBLIDA	Président
HANINI.S	Professeur	UYFMEDEA	Examineur
BENRACHEDI.K	Professeur	UBOUMERDES	Examineur
AIDOU.D.A	MCA	UBOUMERDES	Examineur
MEGATLI.S	Professeur	USDBLIDA	Co directeur de thèse
HADJZIANE.A	Professeur	USDBLIDA	Directrice de thèse

Blida 2020/2021

RESUME

La méthodologie dans la première partie consiste à évaluer les paramètres physicochimiques, quantification des composés phénoliques, évaluation des activités anti-oxydante et anti-inflammatoire de deux variétés des figes sèches (*Abrikane et Taamrioute*), de l'huile d'olive extra vierge de la variété Sigoise avec un rapport (150mg/80ml). Les résultats ont permis de classer l'huile témoin, les deux huiles restantes dans la catégorie extra vierge, les figes sèches ont présentés de bonnes qualités physicochimiques et biochimiques avant et après la macération. Une augmentation hautement significative en PPT ($p \leq 0,001$) jusqu'à 605.63 ± 0.42 et 479.29 ± 0.68 mg/100g des MFN et MFB respectivement par contre une diminution significative ($p \leq 0,05$) avec un taux de 312.19 ± 0.95 et 410.92 ± 0.71 mg /100 g de MSHRFN et HRFB respectivement. Les macérâtes des figes noires ont présenté le meilleur pouvoir réducteur et une bonne activité anti-radicalaire avec diminution hautement significative ($p < 0,001$) de l'œdème des souris albinos a la dose (200 mg/kg) par rapport à l'huile témoin et les figes seules (74,62%) à la 4^{ème} heure.

Le deuxième objectif des travaux entrepris au cours de cette thèse visait à établir un modèle représentatif de la conservation des figes sèches dans l'huile d'olive. Il se base essentiellement sur des masses différentes des figes sèches (1, 3, 5, 7,9 figes) dans des volumes différents de l'huile d'olive (10, 25, 50, 100, 150 ml). L'évolution des teneurs en AG de l'huile d'olive indique une augmentation significative ($p < 0,05$) des concentrations des AGS et AGPI (entre 0,5 à 8%) par contre une diminution significative ($p < 0,05$) des concentrations des AGS et AGPI (entre 0,5 à 7%), tous les extraits analysés sont riche en composés phénoliques et nous avons pu identifier dix-sept composés par HPLC. Les meilleurs coefficients de diffusion ont été enregistrés par les macérâtes dans le rapport (9F/50ml) avec une valeur de $k = 18,5 \times 10^{-7}$ g/s. Par contre les faibles coefficients de diffusion ont été enregistrés par les macérâtes dans le rapport (1F*100 et 150ml) avec une valeur de $k = 1,497 \times 10^{-13}$ g/s.

Mots-clés : Transfert de masse, Figes, huile d'olive, paramètres physicochimiques, composés phénoliques, activité antioxydante, activité anti inflammatoire.

ABSTRACT

The methodology in the first part is to evaluate the physicochemical parameters, quantification of phenolic compounds, evaluation of antioxidant and anti-inflammatory activities of two varieties of dried figs (Abrkane and Taamrioute), extra virgin olive oil of the variety Sigoise with a ratio (150mg/80ml). The results allowed to classify the control oil, the two remaining oils in the extra virgin category, the dried figs presented good physicochemical and biochemical qualities before and after maceration. A highly significant increase in PPT ($p \leq 0.001$) up to 605.63 ± 0.42 and 479.29 ± 0.68 mg/100g of MFN and MFB respectively on the other hand a significant decrease ($p \leq 0.05$) with a level of 312.19 ± 0.95 and 410.92 ± 0.71 mg /100 g of MSHRFN and HRFB respectively. Black fig macerates showed the best reducing power and good antiradical activity with highly significant ($p < 0.001$) decrease in edema of albino mice at dose (200 mg/kg) compared to control oil and figs alone (74.62%) at 4th hour.

The second objective of the work undertaken during this thesis was to establish a representative model of the conservation of dry figs in olive oil. It is essentially based on different masses of dry figs (1, 3, 5, 7, 9 figs) in different volumes of olive oil (10, 25, 50, 100, 150 ml). The evolution of GA contents in olive oil indicates a significant increase ($p < 0.05$) in the concentrations of SFA and PUFA (between 0.5 to 8%) on the other hand a significant decrease ($p < 0.05$) in the concentrations of SFA and PUFA (between 0.5 to 7%), all the extracts analysed are rich in phenolic compounds and we were able to identify seventeen compounds by HPLC The best diffusion coefficients were recorded by the macerates in the ratio (9F/50ml) with a value of $k = 18.5 \times 10^{-7}$ g/s. On the other hand the low diffusion coefficients were recorded by macerates in the ratio (1F*100 and 150ml) with a value of $k = 1.497 \times 10^{-13}$ g/s

Keywords : Mass transfer, dried figs, olive oil, physicochemical parameters, phenolic compounds, antioxidant activity, anti inflammatory activity

ملخص

تتكون المنهجية في الجزء الأول من تقييم المعلمات الفيزيائية والكيميائية، وتقدير المركبات الفينولية، و (Abrkane و Sigoise) وتقييم الأنشطة المضادة للأكسدة والمضادة للالتهابات لنوعين من التين المجفف بنسبة (150 مجم / 80 مل). زيت الزيتون البكر الممتاز من صنف (Taamrioute) استخدمت النتائج لتصنيف زيت التحكم وهما الزيتان المتبقيان في فئة البكر الممتاز، حيث أظهر التين المجفف صفات فيزيائية وكيميائية حيوية جيدة قبل النقع وبعده. زيادة ملحوظة للغاية في MFN و MFB حتى 0.42 ± 605.63 و 0.68 ± 479.29 / 100 جم من ($p \leq 0.001$) بمعدل 0.95 ± 312.19 و $410.92 \pm$ ($p \leq 0.05$) على التوالي، ومن ناحية أخرى انخفاض كبير على التوالي. أظهرت حبات التين الأسود أفضل HRFB و MSHRFN 0.71 / 100 جرام من في الودمة في الفئران ($P < 0.001$) قوة مخفضة ونشاط جيد ضد الجذور الحرة مع انخفاض معنوي البيضاء بجرعة (200 مجم / كجم) مقارنة بزيت التحكم والتين وحده (74.62٪) في الساعة الرابعة

الهدف الثاني من العمل الذي تم خلال هذه الأطروحة هو إنشاء نموذج تمثيلي لحفظ التين المجفف في زيت الزيتون. يعتمد بشكل أساسي على كتل مختلفة من التين المجفف (1 ، 3 ، 5 ، 7.9 تين) بأحجام من زيت FA مختلفة من زيت الزيتون (10 ، 25 ، 50 ، 100 ، 150 مل). يشير تطور محتوى (بين 0.5 إلى 8 ٪) من PUFA و AGS) في تركيزات $p < 0.05$ الزيتون إلى زيادة معنوية (بين 0.5 إلى 7 ٪) ، PUFA و AGS) في تركيزات 05 ، $p < 0$ ناحية أخرى إلى انخفاض كبير (جميع المستخلصات التي تم تحليلها غنية بالمركبات الفينولية وتمكنا من تحديد سبعة عشر مركبًا (k بقيمة F / 50ml. تم تسجيل أفضل معاملات الانتشار المنخفضة بواسطة النواع بنسبة (HPLC9 بواسطة من ناحية أخرى ، تم تسجيل معاملات الانتشار المنخفضة بواسطة النقع $18.5 \times 10^{-7} \text{ g / s}$ جم / ثانية. $k = 1.497 \times 10^{-13}$ و 150 مل) بقيمة $F * 100$ في النسبة (1)

الكلمات المفتاحية: نقل الكتلة، التين المجفف، زيت الزيتون، العوامل الفيزيائية والكيميائية، المركبات الفينولية، النشاط المضاد للأكسدة، النشاط المضاد للالتهابات.

REMERCIEMENTS

C'est avec une grande joie que j'ai débuté cette thèse, et une grande fierté que j'arrive aujourd'hui à écrire mes remerciements car ils sont la conclusion finale de toutes ces années de travail assidu. Ainsi, une page importante de ma vie se tourne.

Au terme de ce travail, il m'est agréable d'adresser mes remerciements les plus sincères à : Dieu, tout Puissant de m'avoir ouvert les portes du savoir et de m'avoir donné la force de survivre et l'audace nécessaire pour dépasser toutes les difficultés pour mener à terme mon travail.

J'adresse ma plus grande gratitude et mes plus chaleureux remerciements à ma directrice de thèse, Professeuse **Hadj-Ziane A.**, enseignante à l'université de Blida, pour m'avoir accueillie au sein de son laboratoire et pour m'avoir permis de mener mon travail expérimental dans les meilleures conditions. Je la remercie pour son encadrement, pour ses conseils qu'elle m'a prodigués, ses encouragements et pour sa disponibilité pour m'écouter. Je lui suis reconnaissante pour la liberté qu'elle m'a laissée quant à l'orientation et la conduite de cette thèse. Je lui dis que c'était un immense plaisir de travailler avec vous depuis la graduation (mémoire de magistère) jusqu'à cette importante étape de préparation de ma thèse.

Je tiens à remercier vivement et chaleureusement Monsieur le Professeur. **MEGATLI Smain.**, Doyen de la Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie et enseignant à l'université de Blida 1 d'avoir accepté sans hésitation de Co-encadrer et guidé ce travail avec beaucoup de patience, pour sa compréhension ainsi que pour ses perpétuels conseils et encouragements, malgré ses nombreuses préoccupations.

Je tiens à remercier chacun des membres du jury, de me faire bénéficier de leur expertise en acceptant de juger ce travail et de consacrer du temps à l'examen de ce manuscrit. **Pr. EL HADI.D** (Université de Blida 1) de m'avoir accordé l'honneur de présider ce jury.

J'exprime ma profonde gratitude au **Pr. HANINI.S** (Université de Médéa) d'avoir accepté sans hésitation de faire partie du jury pour l'examen de ce travail.

Je prie Monsieur **Pr. BENRACHEDI. K.** (Université de Boumerdès) d'accepter mes plus vifs remerciements pour l'honneur qu'il me fait en acceptant de faire

partie

Mes remerciements vont également au **Dr. AIDOU. A** (Université de Boumèrdes) d'avoir accepté sans hésitation de faire partie des jurys de soutenance de ce travail

Je tiens à remercier **Pr. BECHARI Khaldoun** Directeur du Centre de recherches et Techniques en Analyses physicochimiques (C.R.A.P.C.), et **Dr. BOUDRICHE Lylia** (Directrice de la Division Produits Naturels et Sciences Alimentaires) pour ces contributions à la réalisation du travail. Je tiens à remercier aussi tous les membres des laboratoires de CRAPC, pour leurs conseils, leurs soutiens, leurs suivis et les passionnantes discussions.

Je voudrais aussi exprimer mes remerciements à **Mme BAKHTI F.**, Chef de service au niveau du laboratoire contrôle physicochimique de SAIDAL et aussi Melle **IMANE** au niveau de laboratoire toxico de Médéa pour leur aide précieuse.

Mes remerciements vont également à tous les membres du personnel de Département de Génie Des Procédés et Département des Sciences Alimentaires Université de Blida 1 - pour leur accueil, leur aide et leur sympathie en particulier.

Je tiens à remercier vivement mon mari **Mr OUALI A.**, qui a contribué efficacement à la réussite de ce travail et consenti d'énormes sacrifices, merci pour tes encouragements et ta compréhension, merci pour ton soutien quotidien indéfectible, pour ta patience et pour m'avoir toujours épaulée pendant toutes ces années de thèse. Merci de m'avoir fait confiance et cru en moi.

Un merci tout spécial à mes chers enfants, la lumière de ma vie, mon espoir de vie pour leur présence et leur amour, **Mélissa, Maria et Wael**. Sans vous, je n'y serai jamais arrivée. J'adresse mes remerciements particuliers à mes parents pour leur amour et leur soutien inconditionnel tout au long de cette thèse et durant toutes mes années d'études. Leurs encouragements étaient pour moi une force qui m'aidait à avancer et progresser. Je leur dis infiniment merci et je ne les remercierai jamais assez. Un grand merci aussi à mes sœurs (Aicha, Nabila et Ouafia) et à mon frère (Mohamed Amine).

TABLE DES MATIERES

RESUME	2
REMERCIEMENTS	5
TABLE DE MATIERE	6
LISTE DES ILLUSTRATION GRAPHIQUES ET TABLEAUX	11
LISTE DES SYMBOLES ET DES ABREVIATIONS	14
INTRODUCTION	17
CHAPITRE 1 : GENERALITES SUR L'OLIVIER ET L'HUILE D'OLIVE	20
1.1 Généralités sur l'olivier	20
1.1.1 Origine de l'olivier	20
1.1.2 Systématique de l'olivier	21
1.1.3 Caractéristiques biologiques et morphologiques	21
1.1.4 Répartition géographique	23
1.1.4.1 Dans le monde	23
1.1.4.2 En Algérie	23
1.1.5 Le profil variétal	24
1.1.5.1. Les principales variétés d'olivier dans le monde	24
1.1.5.2 Les principales variétés d'oliviers en Algérie	25
1.1.6 Conditions de stockage des olives	26
1.2. Généralités sur l'huile d'olive	26
1.2.1. Technologie d'élaboration de l'huile d'olive	27
1.2.2. Classification des huiles d'olive	30
1.2.2.1 Les catégories d'huiles d'olive	31
1.2.2.1.1 Huiles d'olives vierges	31
1.2.2.1.2 Huile d'olive raffinée	31
1.2.2.1.3 Huile d'olive usuelle	31
1.2.3. Composition de l'huile d'olive	32
1.2.3.1. Fraction saponifiable	32
1.2.3.2 Fraction insaponifiables	33
1.2.3.2 1. Composés aromatiques	33
1.2.3.2 2. Composés phénoliques	33
1.2.3.2 3. Tocophérols	34
1.2.3.2 4. Stérols	36
1.2.3.2 .5. Les hydrocarbures	37
1.2.3.2.6 Les pigments (chlorophylles et caroténoïdes)	37
1.2.4 Conditions de stockage de l'huile	38
1.2.5 Intérêt diététique et nutritionnel de l'huile d'olive	38
1.3 Enrichissement de l'huile d'olive	39
1.3.1 Introduction	39
1.3.2. Procédure d'enrichissement d'huile d'olive	40
1.3.3. Les bienfaits d'enrichissement de l'huile d'olive vierge	41

CHAPITRE 2 : GENERALITES SUR LE FIGUIER (*FICUS CARICA* L.) ET LA FIGUE SECHE

2.1. Origine du figuier	42
2.2. Systématique du figuier	42
2.3. Description botanique	43
2.4. La technologie du séchage de la figue	45
2.4.1. Récolte	45
2.4.2. Triage et calibrage	45
2.4.3. Séchage	46
2.4.3.1. Séchage traditionnel	46
2.4.3.2. Séchage artificiel	47
2.4.3.3. Déshydratation osmotique	48
2.5. Composition chimique et valeur énergétique	49
2.5.1. Glucides et fibres	49
2.5.2. Protéines et lipides	50
2.5.3. Micronutriments	51
2.5.4. Acides organiques	51
2.6. Antioxydants de la figue	52
2.6.1. Composés phénoliques	52
2.6.1.1. Flavonoïdes	53
2.6.1.2. Acides phénoliques	53
2.6.2. Caroténoïdes	54
2.6.3. Vitamine C	54
2.6.4. Vitamine E	55
2.6.5. Oligoéléments antioxydants	55
2.7. Intérêt diététique et nutritionnel des figues sèches	56
CHAPITRE 3 : TRANSFERT DE MATIERE FIGUE SECHE /HUILE D'OLIVE	58
3.1. Introduction	58
3.2 Extraction	58
3.3 Technique d'extraction par solvant	60
3.3.1 Principe	60
3.3.2 Différents types d'extraction	60
3.3.2.1. Extraction liquide-liquide	60
3.3.2.2. Extraction solide-liquide	61
3.4 Facteurs influents le transfert et la cinétique	62
3.4.1. Influence du solide	62
3.4.2. Influence du soluté	62
3.4.3. Influence du solvant	63
3.4.4. Influence de la température	63
3.4.5. Influence de l'agitation	64
3.4.6. Influence de l'humidité	64
3.5. Mécanismes de transfert de matière en extraction solide-liquide	64
3.6 Loi de Fick	65

3.7. Modélisation	66
3.7.1. Modèle de Mafarat et Béliard	66
3.7.2. Modèle de Sovova	67
3.7.3. Modèle cinétique du pseudo-second ordre	68
CHAPITRE 3 : MATERIEL ET METHODES	70
3.1 Contexte et démarche	70
3.2 Lieux de travail	72
3.3 Matériel	72
3.3.1 Matériel végétal	72
3.3.1.1 Huile d'olive	72
3.3.1.2 figues sèches	72
3.3.2 Matériel biologique	72
3.3.3 Réactifs, solvants et appareillage	73
3.3.5 Procédures de macération	73
a) Première mélange	73
b) Deuxième mélange	74
3.3 Méthodologies	76
3.3.1 Analyse nutritionnelle et photochimique	76
3.4.1.1 Détermination de l'acidité titrable de l'huile d'olive	77
3.4.1.2 Détermination de l'acidité titrable des figues	78
3.4.1.3 Détermination de la teneur en humidité	78
3.4.1.4 Indice de peroxyde	78
3.4.1.5 L'extinction spécifique	79
3.4.1.7 Dimensions des figues	79
3.4.1.8 Dosage des sucres totaux	79
3.4.1.9 Dosage des lipides	80
3.4.1.10 Dosage des protéines	81
3.4.1.11 Extraction des poly phénols	82
3.4.1.12 Analyse quantitative des polyphénols	84
3.4.1.12 Etude de l'activité antioxydante	84
3.4.1.13 Activité antioxydante par le test FRAP	85
3.4.1.14 Etude cinétique de la diffusion	86
3.4.1.15 Techniques d'identification des composés chimiques	86
a) Chromatographie en phase gazeuse (GC/FID)	86
a) Analyse de la microstructure par MEB	87
b) Analyse des polyphénols par chromatographie liquide à haute performance (HPLC) des extraits méthanoliques	88
c) Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)	89
3.4.1.16 Evaluation de l'activité anti-inflammatoire	89
3.4.1.16 Analyses statistiques	90
Chapitre 4 : RESULTATS ET DISCUSSION	91
4.1. Caractérisation du mélange figues sèche/ huile d'olive	91
4.1.1. Résultats des analyses physico chimiques des huiles	91

a) Acidité	91
b) Indice de peroxyde	93
d) Extinction spécifique (K232 et K270)	94
4.1.2 Caractérisation physico-chimique de la figue sèche et des macérâtes des figues sèches	95
a) Acidité titrable	95
b) Taux d'humidité	96
c) Teneur en sucres totaux	97
d) Teneurs en protéines	98
e) Teneurs en Lipides	99
4.1.3 Evaluation de la teneur en composés phénoliques	100
a) Teneur en composés phénoliques totaux	100
b) Teneur en Flavonoïdes	102
c) Teneur en Tanins	103
d) Teneur en caroténoïdes	105
4.1.4. Activités biologiques in vitro	106
4.1.4.1. a. Piégeage des radicaux libres par le test DPPH	106
4.1.4.1. b. Activité antioxydante par le test FRAP	110
4.1.5. Activité biologique in vivo : effet anti- inflammatoire	112
4.1.5. Analyse des corrélations	116
4.1.6 Conclusion	119
4.2. Identification des composés phénoliques et les acides gras	121
4.2.1. Résultats du profil des acides gras dans l'huile avant et après la macération	125
4.2.2. Identification des composés polyphénoliques par HPLC des extraits phénoliques de figues avant et après la macération	125
4.3 Résultats de Spectroscopie Infrarouge a transformé de Fourier (IRTF)	128
4.3. Etude des transferts de matières dans un système Figues sèches/Huile	130
4.3.1 Etude de la cinétique de transfert de matière	130
4.4. Résultats des observations par microscope électronique à balayage (MEB)	137
4.5. Conclusion	140
CONCLUSION GENERALES	141
APPENDICES	154
REFERENCES	181

LISTE DES ILLUSTRATIONS, GRAPHIQUE ET TABLEAUX

Figure1.1 : Morphologie du l'olivier : (A) Arbre de l'olivier, (B) système racinaire de l'arbre, (C) Le tronc de l'arbre, (D) les feuilles et les fleurs et (E) les olives noires et vert.	22
Figure1. 2 : Composition de l'olive.	23
Figure1.3 : Les principales étapes d'extraction de l'huile d'olive : (A) Récolte à la main, (B) Trie au crible statique, (C) Effeuilage et lavage des olives, (D) Pate d'huile en mélange a l'intérieur d'un malaxeur , (E) phases liquides séparée par le décanteur , (F) les grignons des olives.	27
Figure 1.4 : Systèmes d'extraction de l'huile d'olive : (a) Systèmes d'extraction traditionnelle. (b) Systèmes d'extraction moderne.	29
Figure 2.1 : Morphologie du figuier : (A) Arbre de figuier, (B) les feuilles (E) les fruits de figuier.	44
Figure 2.2 : Coupe transversale d'une figue.	44
Figure 3.1 : Principe d'extraction liquide-liquide.	61
Figure 3.2 : Principe d'extraction solide-liquide.	61
Figure 3.4 : Différentes étapes du transfert de matière en extraction solide-liquide.	65
Figure 3.1 : Représentation schématique des étapes de l'étude réalisée A : figues sèches Taamrioute B : mélange figue Taamrioute /huile C : figues sèche Abrekane, D : mélange figue Abrekane/huile.	73
Figure 3.2 : Organigramme des étapes de la première étude réalisée.	74
Figure 3.3 : Représentation schématique des étapes de l'étude, A : mélange figues sèches huile d'olive B : huile restante de mélange C : lyophilisation des macérâtes.	75
Figure 3.4 : Organigramme des étapes opératoires de l'étude.	92
Figure 3.7 : Protocole expérimental du principe de l'activité anti-inflammatoire. A : 9 lots de 5 souris B : Lot de témoin, Lot standard, Les lots de 3 au 9 sont traités par nos extraits méthanoliques B : administration des extraits methanoliques et du diclofenac sodique C : Injection de la caragénine D : mesure du gonflement de la patte.	98
Figure 4.1 : Teneurs moyennes de l'acidité (A), de l'indice de saponification(B), K_{232} (C) et K_{270} (D), de l'huile d'olive avant et après la macération.	102
Figure 4.2. Evolution des teneurs moyens en acidité (A), humidité(B), en protéines(C), en sucre(D), et en lipides(D), des figues sèches avant et après la macération.	103
Figure 4.3. Evolution de la teneur moyen en polyphénols totaux des extraits phénoliques de l'huile d'olives (A) et des figues sèches (B) avant et après la macération.	104

Figure 4.4. Evolution de la teneur moyen en flavonoïdes de l'huile d'olive (A) et des figes sèches (B) avant et après la macération.	106
Figure 4.5. Evolution de la teneur moyen en Tanins hydrosoluble de l'huile d'olive (A) et des figes sèches(B) avant et après la macération.	107
Figure 4.6. Evolution de la teneur moyen en caroténoïdes de l'huile d'olive(A) et des figes sèches(B) avant et après la macération.	108
Figure 4.7. Evolution de pourcentage moyen d'inhibition DPPH des antioxydants et des extraits phénoliques des huiles avant et après la macération en fonction de la concentration.	110
Figure 4.8. Evolution de pourcentage moyen d'inhibition DPPH des antioxydants et des extraits phénoliques des figes avant et après la macération en fonction de la concentration.	111
Figure 4.9. Evolution de pouvoir réducteur des antioxydants et des extraits phénoliques de l'huile d'olive avant et après la macération en fonction de la concentration.	115
Figure 4.10. Evolution de pouvoir réducteur des antioxydants et des extraits phénoliques des huiles étudiées en fonction de la concentration.	115
Figure 4.11. Evolution moyen de l'œdème de la patte arrière induit par la carragénine en fonction du temps des extraits phénoliques étudiés.	129
Figure 4.12. Evolution moyen de pourcentage d'inhibition de l'œdème des extraits phénoliques étudiés.	131
Figure 4.19 : Spectres d'absorption dans IR de l'huile restante des macérâtes figes sèches noires avec différentes concentration.	131
Figure 4.20 : Evolutions moyennes des concentrations des macérâtes figes noires en fonction du temps.	131
Figure 4.21 : les coefficients de diffusions des macérâtes figes sèches en fonction de la concentration.	132
Figure 4.22. Moyennes des gains du poids de la fige sèche en huile en fonction du temps.	133
Figure 4.23. Moyennes des épaisseurs de la fige sèche en fonction du temps.	134
Figure 4.24. Moyennes des largeurs des figes sèches en fonction du temps.	135
Figure 4.25. Moyennes des longueurs des figes sèches en fonction du temps.	136
Figure 4.26. Moyennes des pertes du volume du mélange des macérâtes figes sèches en fonction du temps.	136
Figure 4.26 : Observations par microscope électronique à balayage (MEB) des cellules des figes sèches avant et après la macération avec différentes concentrations observés avec le MEB.	138
Figure 4.27 : Observation par microscope électronique à balayage (MEB) des cellules des figes sèches avant et après la macération avec différentes concentration observés avec le MEB.	139
Tableau 1.1 : principales variétés d'olivier cultivées dans le monde.	24
Tableau 1. 2 : Les principales variétés d'oliviers cultivées en Algérie.	25

Tableau 1.3 : Composition en acides gras d'une huile d'olive.	35
Tableau 1.4 : Les classes majeures des composés phénoliques de l'huile d'olive vierge.	41
Tableau 1.5. Résumé des travaux récents sur l'effet d'enrichissement de l'huile d'olive.	50
Tableau 2. 1 : Composition et valeur nutritionnelle de 100 g de la figue.	75
Tableau 3.1 Les compositions du mélange pour la partie 2.	76
Tableau 3.2 : Gradient de solvants utilisé pour le dosage des polyphénols totaux des deux extraits méthanoliques.	89
Table 4.4 : Matrice de corrélation des paramètres physico chimiques des figes avant et après la macération.	118
Table 4.5 : Matrice de corrélation des paramètres physico chimiques de l'huile d'olive avant et après la macération.	118
Tableau 4.6 : Composition en acides gras de l'huile d'olive avant et après la macération au pourcentage (1F, 3F, 5F, 7F et 9F) +25ml de l'huile d'olive	122
Tableau 4.7 : Composition en acides gras de l'huile d'olive avant et après la macération au pourcentage (1F, 3F, 5F, 7F et 9F) +50 ml de l'huile d'olive.	122
Tableau 4.8 : Composition en acides gras de l'huile d'olive avant et après la macération au pourcentage (1F, 3F, 5F, 7F et 9F) +100 ml de l'huile d'olive.	123
Tableau 4.9 : Composition en acides gras de l'huile d'olive avant la macération et l'huile après la macération au pourcentage (1F, 3F, 5F, 7F et 9F) +150ml de l'huile d'olive.	123
Tableau 4.10 : Identification des composés polyphénoliques par l'analyse de HPLC des extraits bruts méthanoliques de figes avant et après la macération avec le rapport (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*25ml.	125
Tableau 4.11 : Identification des composés polyphénoliques par l'analyse de HPLC des extraits bruts méthanoliques de figes avant et après la macération avec le rapport (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*50 ml.	126
Tableau 4.12 : Identification des composés polyphénoliques par l'analyse de HPLC des extraits bruts méthanoliques de figes avant et après la macération avec le rapport (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*100 ml.	127
Tableau 4.13 : Identification des composés polyphénoliques par l'analyse de HPLC des extraits bruts méthanoliques de figes avant et après la macération avec le rapport (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*150 ml.	128
Tableau 4.14 : les coefficients de diffusions des macérates figes sèches en fonction de la concentration.	132

LISTE DES SYMBOLES ET DES ABREVIATIONS

FB: figes blanches

FN: Figes noires

HRFB: huile restante demacérates figes noires

HRFN: huile restante macérates figes noires

MFB: macérates figes noires

MFN: macérates figes noires

EG : Équivalent glucose

IA : Indice d'acidité

min : minute

ml : Millilitre

Ppm : Partie par million

UV : Ultra-Violet

% : Pourcentage

°C : degré Celsius

AG : Acide Gras

C : Concentration

CE : Commission Européenne

CEE : Communauté Economique Européenne

CO₂ : Dioxyde de carbone

COI : Conseil Oléicole International

EAG : Équivalent acide gallique

Ech: echantillon

FAO : Organisation national des Nations Unis pour
l'agriculture et l'alimentation

FRAP: Ferric Reducing Antioxydant Power

g : Gramme

g/l : Gramme par litre.

H (%) : Taux d'humidité exprimé en pourcentage

h : Heure

H₂O₂ : hydroperoxyde d'hydorgène, L: ligand,

HCl : Acide chlorhydrique

HDL : Hight density lipoprotein

He : Hectare

I% : Pourcentage d'inhibition

IP : Indice de peroxyde

ISO : International Standard Organisation.

J : jour

J-C : Jésus-Christ

K232 : Coefficient d'extinction spécifique a 232 nanomètre

K270 : Coefficient d'extinction spécifique a 270 nanomètre

Kcal : Kilocalories

Kg : Kilogramme

KJ : Kilojoule.

L : Litre.

LDL : Low density lipoprotein

m : masse

m : Mètre

mEQ : Milliéquivalent

MF: matière fraîche

mg : milligramme

Mg: Magnesium.

min : Minute

ml : mililitre

MS : matière sèche

n : nombre

N : Normalité

nm : Nanomètre

SAU : Surface Agricole Utilisée

UE : l'Union Européenne

V : Volume

INTRODUCTION GENERALE

Depuis des siècles, l'olivier (*Olea Europaea*) et le figuier (*Ficus Carica*) sont compagnons de la vie des Hommes. L'huile d'olive et la figue sont les plus anciennes huile alimentaire et fruit connues. De nos jours, de nombreuses études scientifiques confirment l'importance d'une alimentation saine sur la santé. C'est pourquoi, ces deux matrices alimentaires, piliers du régime Méditerranéen, font l'objet de nombreuses recherches pour confirmer les vertus ancestrales qui leur sont attribuées [1]

L'huile d'olive représente la principale source de matière grasse dans la cuisine des pays du bassin Méditerranéen [2]. Elle est largement appréciée pour ses avantages nutritionnels liés à l'équilibre optimal entre les acides gras. Elle se compose de 72% d'acides gras mono- insaturés (AGMI), 14% d'acides gras polyinsaturés (AGPI) et 14% d'acides gras saturés (AGS) [3,4], ainsi qu'à leur richesse en antioxydants (jusqu'à 16g/kg) représentée par les actéosides, hydroxytyrosol, tyrosol et les acides phénilpropioniques [5,6] et d'autres composés importants dans la prévention et le traitement du cancer, des maladies inflammatoires et cardiovasculaires [7,8]. Ils sont également utilisés comme additifs dans les différentes industries : Agroalimentaires, pharmaceutique et cosmétique [9,10]. C'est l'une des huiles végétales les plus anciennes et la seule qui peut être consommée sous sa forme brute sans traitement préalable [11,12].

La figue est un fruit typique des pays Méditerranéens, consommée fraîche ou sèche, elle offre un éventail de substances qui renforcent la santé humaine et à valeur nutritionnelle élevée selon sa composition riche en micronutriments divers. Elle représente une grande richesse en glucides, [13,14] un faible apport en lipides et une absence de cholestérol [15]. C'est un fruit très riche en minéraux qui rétablit efficacement l'équilibre alimentaire et joue un rôle laxatif dû à sa teneur en fibres [16,17].

De par leurs activités antioxydantes, les substances bioactives de la figue interviennent dans la protection de la santé contre diverses pathologies telles que le cancer, les maladies cardiovasculaires et neurologiques qui sont liées

généralement au stress oxydatif [18,19]. Elle est utilisée comme un antipyrétique et calmant des douleurs, soigner l'anémie et les hémorroïdes grâce à sa richesse en fer [20]. Le concentré présente un effet sur le diabète et la clarification des reins et du foie [21]. Elles sont également utilisées pour traiter l'ictère [22]. Le latex de figuier est utilisé comme un calmant et anthelminthique [23]. Les racines sont utilisées dans le traitement de leucodermie et les inflammations fongiques tel que l'herpès [24,25].

De nombreux travaux scientifiques ont déjà montré les effets bénéfiques de l'ajout des métabolites secondaires dans l'huile d'olive et pourraient contribuer de manière significative à la stabilisation du produit lui-même et à la santé des consommateurs ; nous pouvons citer le travail de Valle Prieto et al [26] qui ont ajouté des coronoides extraites des épinards, l'étude de Rubio et al [27] qui ont incorporé l'huile de graines de lin pour augmenter le taux des acides gras polyinsaturés. Achat et al [28] ont également testé la stabilisation de l'huile d'olive en ajoutant des antioxydants naturels issus des feuilles d'olivier.

La macération de figes sèches dans l'huile d'olive constitue et symbolise un aliment ancestral assez connu dans notre pays et particulièrement en région de Kabylie (Béjaia, Bouira, Tizi-ouzou...) et qui est consommé depuis la nuit des temps. Cet aliment est commercialisé par plusieurs producteurs en se basant sur une macération conventionnelle. Peu de travaux ont été réalisés sur les activités biologiques de l'ajout des figes sèches à huile d'olive. A notre connaissance, aucune étude n'a été signalée dans la littérature concernant : l'étude de cinétiques de transferts de matière entre la figue sèche et l'huile d'olive en mélange, étude de l'activité anti-inflammatoire, activité anti oxydante et études des caractéristiques physico chimiques de macérâtes des figes sèches et de l'huile restante de macérâtes.

A cet effet, nous avons entrepris une étude sur deux variétés de figes sèches (*Aberkane* de couleur noire , *Taamrioute* de couleur blanche) séchées traditionnellement et sur l'huile d'olive extra vierge de la variété (Sigoise) obtenue par système d'extraction artisanale et l'effet de leur macération en

utilisant le fruit entier et coupé en morceaux. Nous avons tenté de contribuer à sa valorisation en établissant une relation entre sa composition chimique et ses activités biologiques (anti-oxydante et anti-inflammatoire) et relativement à leur teneur en métabolites primaires et secondaires (polyphénols) des figes sèches et l'huile d'olive seules et après 90 jours de macération.

Le premier objectif de ce travail était d'étudier les mécanismes de transfert de matière entre la fige et l'huile d'olive et vise à mettre au point un modèle global de conservation des figes sèches dans l'huile d'olive qui se base essentiellement sur le nombre des figes sèches (1, 3, 5, 7, 9 figes) dans des volumes différents de l'huile d'olive (10, 25, 50, 100, 150 ml). Donc au total, 20 expériences ont été réalisées pour faire une étude comparative en vue de proposer un produit conditionné riche en métabolites secondaires destiné directement aux consommateurs. Pour répondre aux objectifs fixés à ce travail, nous l'avons structuré comme suit :

La première partie de cette thèse concerne une synthèse bibliographique qui est subdivisée en trois chapitres :

- Le premier couvre des généralités sur l'olivier, l'huile d'olive et l'enrichissement de l'huile d'olive.
- Le deuxième engendre des généralités sur le figuier et la fige sèche.
- Le troisième traite le transfert de matière entre deux phases solide et liquide.

La deuxième partie de cette thèse s'étend sur trois axes majeurs.

- Le premier axe est consacré à une caractérisation photochimique, nutritionnelle et thérapeutique (activité anti oxydante et anti inflammatoire) des figes sèches, ainsi L'évaluation de la qualité de l'huile d'olive de la variété « *Sigoise* ». avant et après la macération.
- Le deuxième axe englobe une Comparaison de la composition phénolique et acide de l'huile avant et après la macération.
- Le troisième axe consiste à valider un modèle de transfert de matière depuis l'huile d'olive aux figes sèches et vice versa et donc de proposer un modèle de diffusion moyennant les lois de Fick avec les variations de nombre des figes et le volume de l'huile.

Enfin une conclusion générale regroupe les principaux résultats auxquels cette étude a abouti avec des recommandations et perspectives pour sa continuité.

CHAPITRE 1

GENERALITES SUR L'OLIVIER ET L'HUILE D'OLIVE

1.2 Généralités sur l'olivier

1.1.1. Origine de l'olivier

L'olivier est l'arbre le plus atypique du bassin Méditerranéen de la famille des Oléacées, il est considéré comme étant l'un des plus anciens produits de l'agriculture et cultivé depuis près de 3500 ans. Dans les régions de climat Méditerranéen, il produit des fruits comestibles dont on extrait une huile spéciale appelée « l'huile d'olive » [29].

Le berceau de l'olivier fut vraisemblablement l'Asie Mineure ou la Crète. Les premières traces que l'on a de cet arbre datent de 37 000 ans avant J. C, sur des feuilles fossilisées découvertes dans les îles de Santorin, en Grèce. Bien que les historiens et les archéologues ne soient pas unanimes sur le pays d'origine de l'olivier, cet arbre a incontestablement trouvé en Méditerranée des conditions naturelles, principalement climatiques, auxquelles il s'est parfaitement adapté [30].

Dès 3000 avant J-C, l'olivier fût cultivé dans le croissant fertile, aire englobant l'Égypte, la Syrie, la Palestine et la Phénicie. Des fouilles archéologiques confirment, par la découverte de stèles, de fresques et de jarres une intense activité née de la culture de l'olivier et du commerce de l'huile en Crète, sur les îles et les rivages égéens dès ce 3^{ème} millénaire [31].

Vers 1600 avant J-C, les Phéniciens diffusent l'olivier dans toute la Grèce. A partir du 5^{ème} siècle avant J-C, sa culture s'est étendue à tout le bassin méditerranéen en passant par la Lybie, la Tunisie, la Sicile puis en Italie [32]. Les Romains, lors de leurs conquêtes, poursuivent la propagation de l'olivier dans tous les pays côtiers de la méditerranée [32]. En Algérie, la culture de l'olivier remonte à la plus haute antiquité. En effet, l'huile d'olive faisait l'objet d'un commerce intense entre l'Algérie et Rome, durant l'époque romaine et constituait l'une des bases essentielles des activités économiques des populations rurales. Des historiens et géographes, tels que Polybe au 1er siècle avant J.-C, Idrissi au Xe siècle et Marmole au XVIe siècle, décrivaient avec admiration les olivettes qui assuraient la prospérité de l'Algérie. [33].

1.1.2 Systématique de l'olivier

L'olivier (*Olea europaea L*) est une variété domestique de l'oléastre qui appartient à la famille des Oléacées. Il comporte 30 espèces différentes, l'espèce (*Olea europea L*) est la seule espèce dont les fruits sont comestibles.

Systématiquement selon Breton et al [29]. . l'olivier est classé comme suit:

L'Embranchement	<i>permaphytes</i>
S/embranchement	<i>Angiospermes</i>
Classe	<i>Eudicotyledones</i>
S/classe	<i>Astèridées</i>
Ordre	<i>Lamiales</i>
Famille	<i>Oleaceae</i>
Genre	<i>Olea</i>
Espèces	<i>Olea europea L.</i>

1.1.3 Caractéristiques biologiques et morphologiques

L'olivier est un arbre qui peut atteindre non taillé une longueur de 10 à 15 m de haut. Des branches tortueuses aux nombreux rameaux arrondis à feuilles oblongues, lancéolées (Figure 1.1). Fleurit entre mai et juillet suivant la variété en grappes terminales ou auxiliaires donnant des fruits pendants, gros, à formes variées. Sa très longue culture le rend plus adapté

Les racines de l'olivier présentent une importante capacité d'exploitation du sol. Leur développement est étroitement lié aux caractéristiques physico-chimiques de ce dernier, au climat et au mode de conduite de l'arbre [34].

La structure du port de l'olivier varie avec la variété et les conditions du milieu. A maturité, le tronc au départ verdoyant, régulier et lisse devient irrégulier, noueux, tortueux et marqué de reliefs longitudinaux. Les branches sont insérées dans le tronc, elles portent les rameaux sur lesquels naissent les bourgeons (ramification de l'année) [34].



Figure 1.1 : Morphologie de l'olivier : (A) Arbre de l'olivier, (B) système racinaire de l'arbre, (C) Le tronc de l'arbre, (D) les feuilles et les fleurs et (E) les olives noires et vert

Les feuilles portées sur les rameaux présentent une position opposée, elles sont de petite taille (de 3 à 8 cm de long et de 1 à 2,5 cm de large), de durée de vie moyenne de deux années et demie.

Les fleurs sont petites avec une symétrie régulière et un calice constitué d'un ensemble de sépales, la couronne est composée de quatre pétales blancs ou blancs jaunâtres unies à la base. Les étamines sont en nombre de deux. Au centre de la fleur, existe le pistil qui est composé par un ovaire, le style et le stigmate. L'ovaire est composé de deux locules ou cavités ; chacune constituée de six ovules dont chacune forme un sac embryonnaire après la division cellulaire [36].

Le fruit de l'olive est une drupe, dont la peau (épicarpe) est recouverte d'une matière cireuse imperméable à l'eau (la pruine), avec une pulpe (mésocarpe) charnue riche en matière grasse stockée durant la lipogenèse, de la fin août jusqu'à la véraison. D'abord vert, il devient noir à maturité complète. Le noyau très dur, osseux, est formé d'une enveloppe (endocarpe) qui se sclérifie l'été à partir de la fin juillet, et contient une amande avec deux ovaires, dont l'un est généralement stérile et non-fonctionnel [37].

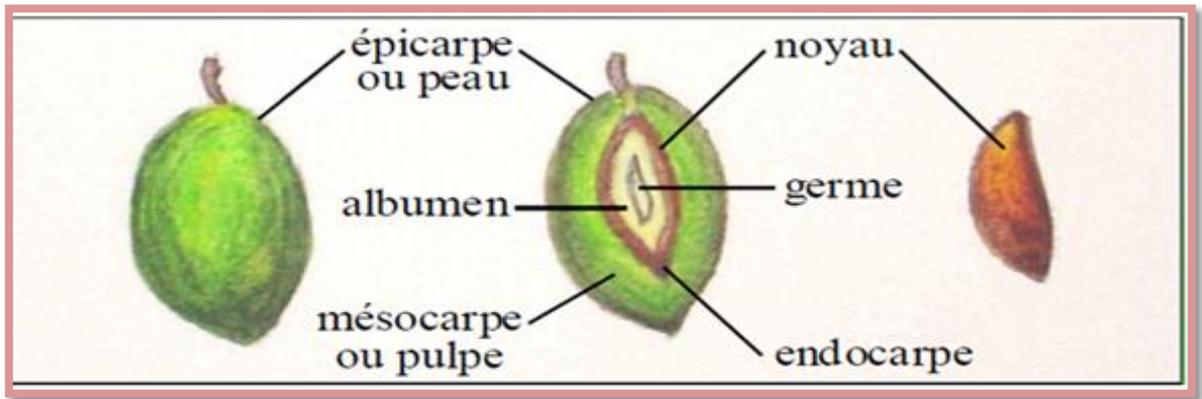


Figure1. 2 : Composition de l'olive [23]

I.1.4 Répartition géographique

I.1.4.1 Dans le monde

L'olivier est aujourd'hui cultivé dans toutes les régions du globe se situant entre les latitudes 30° et 45° des deux hémisphères, des Amériques (Californie, Mexique, Brésil, Argentine, Chili), en Australie et jusqu'en Chine, en passant par le Japon et l'Afrique du Sud.

On compte actuellement plus de 900 millions d'oliviers cultivés à travers le monde, mais le bassin méditerranéen est resté sa terre de prédilection, avec près de 95% des oliveraies mondiales [38].

I.1.4.2 En Algérie

En Algérie, l'huile d'olive joue un rôle économique et social majeur. Le potentiel oléicole est concentré dans les régions montagneuses et se répartit typiquement dans trois régions : le Centre Nord, principalement Tizi-ouzou, Bouira et Bejaia avec 54,3 % de la surface totale, l'Est (Jijel, Guelma, Skikda, et Mila) avec 28,3 % et l'Ouest qui occupe à peine 17% de la production oléicole (Tlemcen, Sig et Mascara) [39]. L'Algérie dispose de 32 millions d'arbres d'oliviers, dont 80% sont destinés à la production d'huile d'olive. Mendil et al [39], ont estimé 55.000 à 70.000 tonnes/an . Aujourd'hui le verger oléicole Algérien, couvre plus de 450 mille hectares de la superficie avec un nombre d'oliviers atteignant les 6200000 arbres [39].

1.1.5 Le profil variétal

1.1.5.1. Les principales variétés d'olivier dans le monde

À l'heure actuelle, on compte des centaines de variétés (Tableau 1.1) dans chacun des principaux pays oléicoles méditerranéens où sont encore cultivées de très anciennes variétés [40]. Elles se répartissent en trois catégories : Les variétés à l'huile qui sont principalement destinées à l'extraction de l'huile et sont caractérisées par un rendement variable 12 - 18 %. Les variétés, dont les fruits, sont destinées à la consommation directe, olives de table. Les variétés à double aptitude sont celles qui peuvent être utilisées soit pour l'extraction de l'huile soit pour la production d'olives de table.

Tableau 1.1 : principales variétés d'olivier cultivées dans le monde [40].

Pays	Variétés	Utilisation	Pays	Variétés	Utilisation
Argentine	Arauco	Huile+Table	Maroc	Picholine marocaine	
	Arbequina	Huile			
Espagne	Picual	Huile	Italie	Frontoio Moraiolo	Huile
	Hojiblanca	Huile+Table Huile		Leccino	Huile
	Cornicabra	Huile		Coratina	Huile
	Lechin	Table+Table		Carolea Noccellara	Huile
	Manzanilla	Huile		Belice	Huile
	Verdalde Badajoz	Huile		Itrana	Huile +Table
	Empeltre	Huile		Ascolana tenera	Huile +Table
	Arbequina	Huile +Table			
États-Unis	Manzanilla	Huile de Table	Liban	Soury	Huile +Table
	Mission	Huile de Table			
France	Picholine	Huile de Table	Syrie	Al-Zeiti	
	Tanche	Huile de Table		Al-Sorani	
	Aglandau	Huile		Al - Doebly	
Grèce	Koroneik	Huile	Turquie	Ayvalik	Huile
	Conservolia	Huile de Table		Cakir	Huile
	Kalamata	Huile de Table		Gemlik	Huile de Table
	Mastoidis	Huile		Memecik	Huile de Table
Portugal	Galega	Huile+Table	Tunisie	Dornat	Huile de Table
	Carrasquenha	Huile+Table		Chemlali	Huile
	Redondil	Huile +Table		Chetoui	Huile
				Meski	Huile de Table

1.1.5.2 Les principales variétés d'oliviers en Algérie

Les travaux sur la caractérisation réalisés par [39].ont permis de classier 72 variétés autochtones dont 36 sont homologuées, le reste est en cours de réalisation (tableau 1.2). L'activité compte près de 1650 huileries, dont seulement 165 huileries modernes [39]. Dans ce contexte, l'Algérie vise à moderniser et développer le secteur oléicole dans le but d'améliorer la qualité et la quantité d'huile d'olive produite.

Tableau 1.2: Les principales variétés d'oliviers cultivées en Algérie [40].

Variétés	Aire de culture	Importance	Destination	Observations
Sigoise	Ouest Algérien	25%	Table + Huile	la conservation et l'huilerie, rendement élevé en huile, variété autofertile
Cornicabra	Ouest Algérien	5% e	Table + Huile	Très bon pollinisateur de Sigoise Originaire d'Espagne
Sevillane	Ouest Algérien	3%	Huile de Table	Très intéressante par le gros calibre des fruits
Chemlal	Centre Algérien	10%	Huile	Résiste en culture sèche. Inconvénients : autostérile, floraison tardive
Azeradj	Centre Algérien	15%	Table + Huile	Très bon pollinisateur de Chemlal
Bouchouk la Fayette	Centre Algérien	2%	Table +Huile	Intéressante pour la région de Bougaâ
Boukhenfas	Centre Algérien	2%	Huile	la station de Sidi-Aich
Limli	Est Algérien	8%	Huile	Conseillée dans la région de jjel à Sidi-Aich
Blanquette	Est Algérien	20 %	Table +Huile	la région de jjel à Sidi-Aich
Rouette	Est Algérien	12%	Huile	la région de jjel à Sidi-Aich
Neb Djmel	Sud Est Algérien	5%	Table + Huile	Variété des régions présaharienne
Frontoio	Centre et Est	1%	Huile	Bon pollinisateur de Chemlal
Coratina	Centre et Est	1%	Huile	très rigoureuse et très productive
Longue de Miliana	Centre et Ouest	5%	Table +Huile	Très localisée dans la région de Miliana
Ronde de Miliana	Centre et Ouest	5%	Table +Huile	Très localisée dans la région de Miliana
Picholine Marocaine	Ouest du pays	30 %	Huile	commune avec la Sigoise
Ascolana	Ouest	-	Huile de Table	excellente et régulière. Résiste au froid. Pourrait avoir un grand avenir en Algérie
Hamma de Constantine.	Est Algérien	-	Huile de Table	la conservation, nécessite des irrigations.
Bouricha	Est Algérien (Collo-Oued El Kebir)	5 à 6 % -	-	Huile Cultivée dans les régions à forte pluviométrie

L'Algérie dispose d'un patrimoine constitué de 164 cultivars autochtones et introduits dans toute la méditerranée, représentés majoritairement par des vieux arbres. Son profil variétal est constitué particulièrement de deux variétés plus dominantes, «*Chemlal*» et «*Sigoise*» avec des variétés populaires «*Aberkane*», «*Limli*» et «*Azeradj*» [39].

1.1.6 Conditions de stockage des olives

Il est recommandé de conserver les olives en couches fines dans des locaux frais et bien aérés et de les triturer dans un délai de deux à trois jours après la récolte [40], afin de retarder leur processus de fermentation qui provoque à son tour l'augmentation de l'acidité libre, la diminution du contenu phénolique et l'augmentation de la teneur en alcool total, ce qui détériore la qualité des huiles produites [41].

Les changements de température de conservation des olives favorisent la dégradation de l'huile. En effet, une huile provenant de fruits stockés à 5°C plus de 28 jours conserve les mêmes qualités sensorielles et chimiques initiales qu'une huile extraite immédiatement après la récolte [42]. En revanche, la qualité de l'huile extraite de fruits stockés pendant sept jours à température ambiante s'avère très inférieure [43].

1.2. Généralités sur l'huile d'olive

L'huile d'olive est un jus de fruit de l'olivier (*Olea Europaea*), elle a bien acquis une place primordiale dans le régime alimentaire méditerranéen. Elle est très connue par ses vertus et ses effets bénéfiques sur la santé humaine. Elle possède une dimension patrimoniale, une valeur marchande et une valeur d'usage strictement liée à la domestication et aux modèles de développement économique [44]. Le secteur de l'huile d'olive est donc un secteur économique stratégique qui joue un rôle important sur le plan international.

Au cours de ces dernières années, l'Algérie a fait beaucoup de progrès dans le but d'améliorer et de préserver la qualité des huiles d'olives Algériennes. Contrairement aux autres huiles végétales, l'huile d'olive ne requête aucune étape de raffinage ni aucune transformation chimique.

1.2.1. Technologie d'élaboration de l'huile d'olive

La qualité de l'huile d'olive vierge est tributaire de nombreux facteurs, allant du stade de la culture de l'olivier, aux étapes successives de récolte, de stockage et de transformation des olives [45]. Les principales étapes d'extraction sont décrites comme suit :

➤ Cueillette des olives

Les olives destinées à l'huilerie sont cueillies à pleine maturité, assurant un meilleur rendement en huile. Toutefois, elles doivent être cueillies avant que la coloration n'atteigne le noyau, afin d'éviter une acidité de l'huile trop élevée [49]. La récolte peut s'effectuer manuellement ou mécaniquement. La cueillette à la main est l'opération qui convient le mieux pour obtenir la meilleure qualité de l'huile vierge car les olives sont cueillies sélectivement selon leur degré de maturité [46].

➤ Effeillage

Quel que soit le mode de cueillette, les olives sont ensuite triées et débarrassées grossièrement des feuilles, brindilles, lichens et de la terre [46]. L'entraînement des feuilles dans les étapes ultérieures communique à l'huile une forte saveur astringente et une teneur plus élevée en chlorophylle ce qui la rendrait plus sensible à l'oxydation [47]. L'effeuillage des olives peut être effectué manuellement ou à l'aide d'un système rectangulaire en fils de fer ou encore par des machines effeuilleuses-laveuses en même temps [46].



Figure1.3 : Les principales étapes d'extraction de l'huile d'olive

(A) Récolte à la main, (B) Trie au crible statique, (C) Effeillage et lavage des olives, (D) Pâte d'huile en mélange à l'intérieur d'un malaxeur, (E) phases liquides séparées par le decanteur, (F) les grignons des olives

➤ Lavage

Il s'agit d'une opération fondamentale pour éviter les problèmes suivants : une interférence des terres avec la couleur et les autres propriétés organoleptiques de l'huile (goût terreux). Une baisse du rendement d'extraction, sachant que l'argile accompagnant les olives absorbe près du quart (25%) de leur poids en huile. A défaut de disposer de laveuses appropriées pour leur lavage, ce dernier peut être effectué de manière statique sur une aire cimentée [47].

➤ Broyage

Le broyage est une opération importante lors de l'extraction de l'huile d'olive vierge, il permet de dilacérer les cellules et libérer la plus grande quantité de l'huile existante dans l'olive [6]. Beaucoup de concasseurs sont disponibles :

- Broyeur à meule en pierre : c'est un système discontinu habituellement ouvert à l'air, il tourne à une vitesse de rotation très lente (15 r.p.m). Par conséquent, donnera une huile d'olive plus oxydée [48].
- Broyeur métallique : il est utilisé dans le système continu, il tourne à une vitesse de rotation élevée (2800 r.p.m). On distingue des broyeurs métalliques à marteaux, à dents ou à disques, à rouleaux. Ce système

est fiable pour l'extraction de l'huile d'olive. Il permet une extraction haute des composés amers et des substances astringentes [49].

➤ Malaxage

Le malaxage est conçu pour favoriser la coalescence des gouttelettes d'huile en des gouttes plus grosses en les rendant facilement séparables à un stade ultérieur. Il est réalisé dans des malaxeurs à vis ou à pâle pendant une durée de 15 à 40 min, à environ de 28°C. La pâte malaxée est additionnée d'eau tiède (50%). Si la température de la pâte dépasse 28°C pour une durée maximale de 45 minutes, il en résulte la dégradation des composés phénoliques. En effet, l'huile sera faiblement fruitée [50].

➤ Séparation de la phase huileuse

Une fois la pâte d'olive homogénéisée et la coalescence effectuée, l'étape suivante consiste en la séparation de la phase solide de la phase liquide. Deux

systèmes de séparation des phases sont utilisés : un système de presse et un système de centrifugation horizontale [51].

1. Procédé discontinu ou système à presse

L'extraction de l'huile est effectuée par des presses hydrauliques où la pâte est placée dans des doubles disques appelés « scourtins » puis pressée. La séparation des deux phases se fait par une simple décantation. Les sous-produits de cette opération sont le grignon brut et le moût [52].

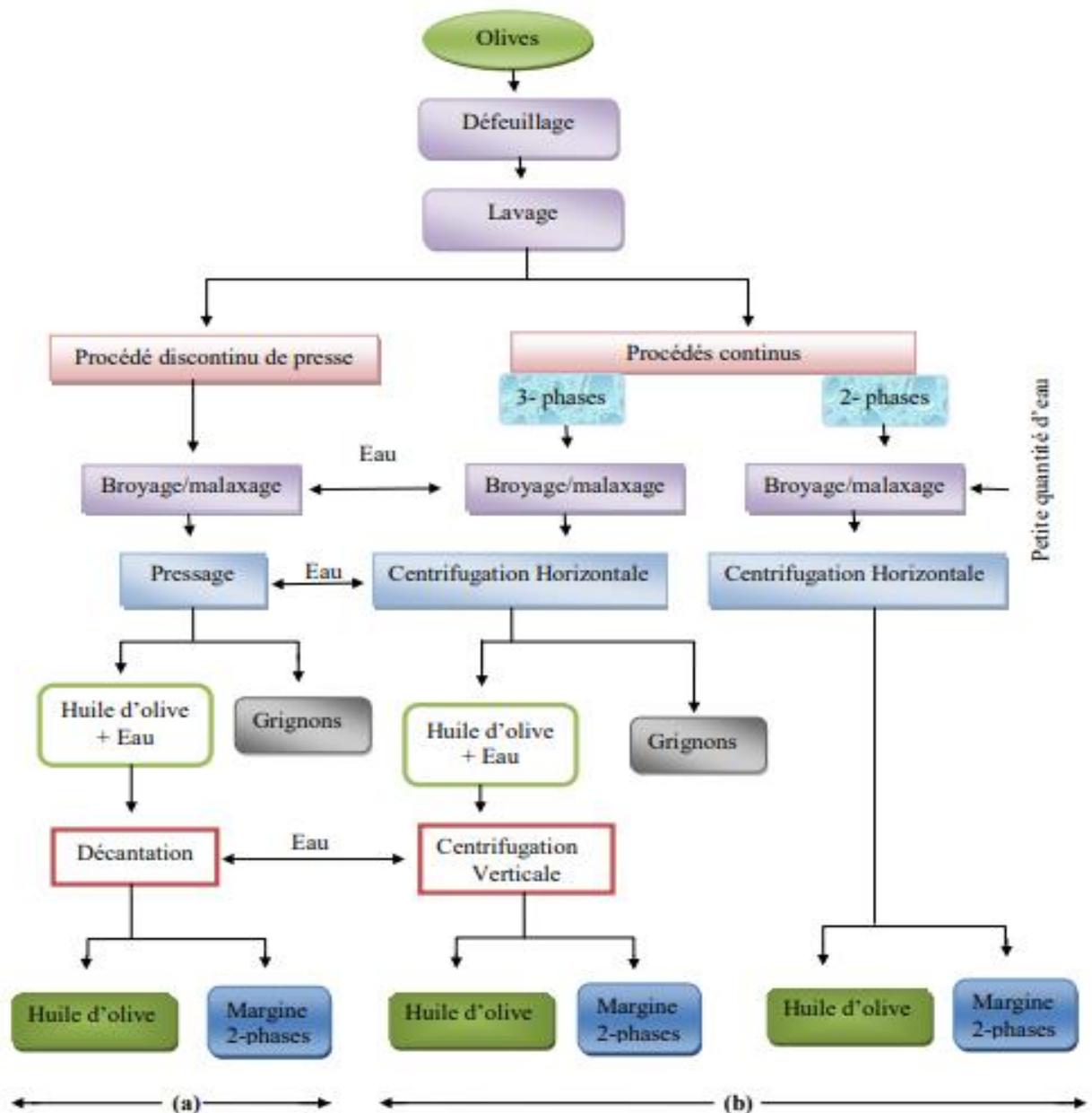


Figure 1.4 : Procédés d'extraction de l'huile d'olive : (a) Systèmes d'extraction traditionnelle. (b) Systèmes d'extraction moderne [56].

2. Procédé continu ou système à centrifugation

Ce procédé est différent du système précédant, l'extraction de l'huile d'olive se fait à travers des phases successives contrairement au procédé discontinu. Les phases liquides et solides sont séparées par centrifugation donnant le grignon et le moût. Ce dernier subit à son tour une centrifugation pour séparer l'huile des effluents d'huileries d'olive [53]. On distingue deux types de procédés continus :

- Procédé continu à deux phases

L'extraction est réalisée en une seule étape à l'aide d'un décanteur horizontal à force centrifuge. Le décanteur sépare l'huile et mélange le grignon et les eaux de végétation en une unique phase de consistance pâteuse appelée grignon humide ou grignon à deux phases [54].

- Procédé continu à trois phases

L'extraction se réalise à deux temps, elle consiste en une séparation des phases solide/ liquide (grignon/huile et margine) qui est réalisée par centrifugation à axe horizontal, puis une séparation des phases liquide/liquide (huile/margine) par centrifugation à axe vertical. Les produits résultant de ce processus sont l'huile (93% d'huile, 6% d'eau et 1% de solide), margine (89% d'eau, 10% de solide et 1% d'huile) et grignon (53% d'eau, 3% d'huile et 44% de solide). Ce système a besoin d'avoir une couche d'eau libre pour faciliter l'extraction de l'huile contenant le moins d'antioxydants [55].

1.2.2. Classification des huiles d'olive

Différents paramètres à savoir l'acidité, l'indice de peroxyde, l'absorbance dans l'UV l'huile et les caractéristiques organoleptiques caractérisent la qualité et distinguent différentes catégories des huiles d'olive [56].

1.2.2.1 Les catégories d'huiles d'olive

1.2.2.1.1 Huiles d'olives vierges

Ce sont des huiles obtenues uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans les conditions thermiques n'entraînent pas une altération de leurs propriétés, et n'ayant subi aucun autre traitement autre que le

lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration. On distingue :

1. Huile d'olive vierge extra : C'est une huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,8g pour 100g [56].
2. Huile d'olive vierge : C'est une huile d'olive vierge mais sans le qualificatif "Extra", dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est un peu plus élevée, au maximum 2 g pour 100g avec des défauts organoleptiques [56].
3. Huile d'olive vierge courante : C'est une huile d'olive dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum 3,3 grammes pour 100 grammes et dont les autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie [56].
4. Huile d'olive lampante : C'est une huile non conforme en termes de qualité et de pureté et non propre à la consommation. Elle est obtenue soit par un raffinage partiel ou total (huile de grignon d'olive). L'acidité libre exprimée en acide oléique est supérieure à 3,3 g pour 100 g, cette huile est destinée aux industries de raffinage ou des usages techniques [56].

1.2.2.1.2 Huile d'olive raffinée

C'est une l'huile d'olive obtenue des huiles d'olive vierges par des techniques de raffinage qui permet de garder la structure initiale glycéridique [64].

1.2.2.1.3 Huile d'olive usuelle

Cette huile est un coupage d'huiles d'olive raffinées et d'huiles d'olive vierges propres à la consommation en l'état. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 1 gramme pour 100 grammes et ses autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie [56]. Une autre catégorie d'huiles peut être mise en évidence ; il s'agit des huiles de grignons d'olive. Cette huile est obtenue à l'aide d'un traitement par solvants ou d'autres procédés physiques des grignons d'olive. Elle est commercialisée selon les appellations et définition ci-après :

- 1- Huile de grignons d'olive brute : C'est une huile destinée au raffinage en vue de son utilisation dans l'alimentation humaine ou destinée à des usages techniques.
- 2- Huile de grignons d'olive raffinée : C'est une huile obtenue à partir de l'huile de grignons d'olive brute par des techniques de raffinage n'emportant pas de modifications sur la structure glycérique initiale.

- 3- Huile de grignons d'olive : C'est une huile constituée par le coupage d'huile de grignons d'olive raffinée et d'huile d'olive vierge propre à la consommation en l'état; un coupage ne peut, en aucun cas, être dénommé « huile d'olive » [56].

1.2.3. Composition de l'huile d'olive

L'huile d'olive vierge est un système chimique complexe constitué de plus de 250 composés. La composition de l'huile d'olive change selon la variété, les conditions climatiques et l'origine géographique. Les constituants de l'huile d'olive sont souvent classés en deux catégories :

- substances saponifiables (triglycérides, acides gras,) (de 96 à 98% de l'huile).
- substances insaponifiables (de 2 à 4% de l'huile).

1.2.3.1. Fraction saponifiable

La fraction saponifiable est constituée d'acides gras et de leurs dérivés. Elle représente environ 99% de l'huile et lui confère la plupart de ses caractéristiques physiques, chimiques et métaboliques [57].

a) Acides gras

L'huile d'olive vierge se compose de 14% d'acides gras saturés (AGS), 72% d'acides gras monoinsaturés (AGMI), et 14% d'acides gras polyinsaturés (AGPI) [58]. Des normes telles que celle du Conseil Oléicole International régulent cette variabilité en plaçant des limites hautes et basses sur les proportions de chacun des acides gras (tableau I.3).

Le principal constituant lipidique de l'huile d'olive est un acide gras monoinsaturé de la famille oméga-9: l'acide oléique représente à lui seul près de 55 à 80% des acide gras de cette huile [60].

Les acides gras polyinsaturés représentent une fraction non négligeable de l'huile et sont majoritairement représentés par l'acide linoléique oméga-6 et des traces de l'acide α -linoléique oméga-3, acides gras essentiels, indispensables pour l'organisme. Les acides gras insaturés sont généralement de configuration cis mais certains acides gras peuvent présenter une configuration spatiale trans, notamment dans les produits issus des transformations industrielles [61].

Tableau 1.3 : Composition en acides gras d'une huile d'olive [59].

Acide gras	Formule brute	Codex Alimentarius (2003)	COI (2019)
Myristique	C14 :0	0,1	0,05
Palmitique	C16 :0	0 7,5 - 20	7,5 - 20
Palmitoléique	C16 :1n-7	0,3 -3,5	0,3 -3,5
Heptadécanoïque	C17 :0	0,5	≤ 0,3
Heptadécenoïque	C17 :1	0,6	≤ 0,3
Stéarique	C18 :0	0,5 - 5,0	0,5 - 5,0
Oléique	C18 :1n-9	55 - 83	55 - 83
Linoléique	C18 :2n-6	3,5 - 21	3,5 - 21
α -Linoléique	C18 :3n-3	Non spécifier	1
Arachidique	C20 :0	0,8	0,6
Ecosanoïque	C20 :1	Non spécifier	0,4
Béhénique	C22 :0	0,3	≤ 0,2
Gadoléique	C22 :1n-9	Non spécifier	Non spécifier
Lignocérique	C24 :0	≤ 1,0	≤ 0,2

b) Les Triglycérides

Les triglycérides sont les composants majoritaires de l'huile d'olive (95,4 %), les diglycérides ne représentent qu'environ 1-2,8 % [62]. Les principaux triglycérides de l'huile d'olive sont : la trioléine « OOO » (40 à 60 %), la dioléopalmitine « POO » (10 à 20 %), la dioléolinoléine « OOL » (10 à 20 %), la palmitooléolinoléine « POL » (5 à 7 %) et la dioléostéarine « SOO » (3 à 7 %) [63].

1.2.3.2 Fraction insaponifiables

Les substances insaponifiables représentent l'ensemble des constituants (naturels) qui ne réagissent pas avec un hydroxyde alcalin pour donner des savons et qui, après saponification restent solubles dans des solvants classiques des corps gras (hydrocarbures saturés, éthers diéthylique ou diisopropylique, solvants chlorés, etc.). Ces substances représentent de 2 à 4% de l'huile et constituent un mélange complexe de composés appartenant à des familles chimiques diverses : Les hydrocarbures, les tocophérols (vitamine E), Les alcools

triterpéniques et aliphatiques, les stérols, les composés phénoliques (antioxydants), les chlorophylles et carotène. Les constituants mineurs de l'huile d'olive sont des indicateurs de son authenticité, de même que ses caractéristiques sensorielles [64].

1.2.3.2 1. Composés aromatiques

L'arôme distinctif de l'huile d'olive vierge est attribué à un large nombre de composés de faible poids moléculaire, possédant une volatilité à température ambiante, développés durant et après l'extraction de l'huile du fruit d'olive [65]. Ces composés sont majoritairement des produits d'oxydation des acides gras.

D'une manière générale, les enzymes endogènes présentes dans l'olive, dégradent les acides gras par des voies de lipoxygénases et ces produits de dégradation sont associés aux perceptions positives des arômes de l'huile d'olive [66]. Cependant, les produits de conversion de certains acides aminés, d'oxydation chimique ou dus à des enzymes exogènes (activité microbienne) sont généralement associés à des sensations défectueuses telles que la rancidité [66].

Plus de 120 composés volatils contribuent aux propriétés sensorielles positives ou négatives de l'huile d'olive ont été identifiés [57]. On estime que plus de 70 composés contribuent au parfum et au goût particulier de l'huile d'olive. Ils sont répartis en aldéhydes, alcools, esters, hydrocarbures, cétones et furanes.

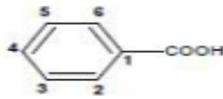
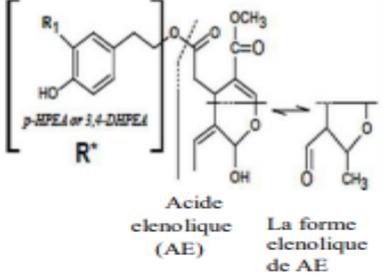
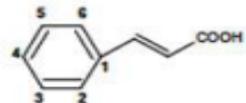
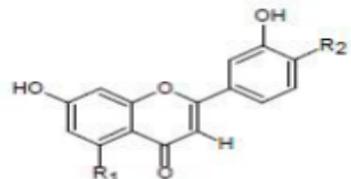
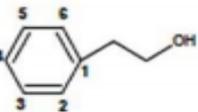
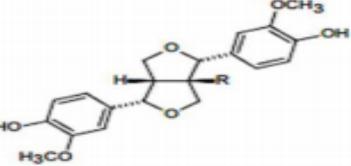
1.2.3.2 2. Composés phénoliques

L'huile d'olive vierge renferme particulièrement une quantité assez remarquable en composés phénoliques appartenant à plusieurs classes [68]. Avec une teneur qui varie de 50 à 1000 mg /Kg [68]. où les polyphénols complexes représentent 90% [69]. La fraction phénolique de l'huile d'olive vierge (tableau1,4) dérive principalement de l'hydrolyse de l'oleuropéine et de ligstroside [70]. La famille des secoiridoïdes est la principale fraction phénolique caractérisant les plantes oléacées [71], tandis que les acides phénoliques, les alcools phénoliques, les hydroxy-isochromans et les flavonoides constituent la fraction mineure des composés phénoliques de l'huile d'olive vierge [72].

Les polyphénols confèrent une grande stabilité oxydative de l'huile durant le stockage [73]. L'hydroxytyrosol et l'oleuropéine sont les principaux composés phénoliques exerçant une activité antioxydante. L'acétate d'hydroxytyrosol montre une capacité plus puissante que celle d'oleuropéine et d'oleuropéine aglycone [74].

En plus de l'activité antioxydante des polyphénols, il est bien connu que les composés phénoliques non volatiles contribuent aux propriétés organoleptiques des huiles d'olive vierges qualifiées d'être amères, piquantes et astringentes [75]. Des études antérieures indiquent que l'intensité de l'amertume de l'huile d'olive vierge est fortement liée à la présence des formes dialdéhydriques et aldéhydiques d'oleuropéine aglycone et de ligstroside [76]. Le deacetoxy-ligstroside aglycone est responsable de la sensation piquante perçue dans plusieurs huiles d'olive, en revanche le deacetoxy-oleuropéine aglycone occasionne une sensation piquante très faible [77].

Tableau 1.4 : Les classes majeures des composés phénoliques de l'huile d'olive vierge [77].

Composé	Structure générale	Composé	Structure générale
Acides benzoïques acides vanillique acides syringique acides galliques Acide hydroxybenzoïque		Secoiridoïdes Oleuropéine aglycone Ligstroside aglycone Oleuropéine Forme dialdéhydrique d'oleuropéine aglycone	
Acides cinnamiques Acide coumarique Acide coumarique acide caféique acide férulique		Flavonoïdes Apigénine Lutéoline	
Alcools phénoliques Hydroxytyrosol Tyrosol (3,4-Dihydroxyphenyl) Éthanol-glucoside		Lignanes (+)-1-Acétoxypinoresinol (+)-Pinoresinol	

1.2.3.2 3. Tocophérols

Les tocophérols sont prédominants dans l'huile d'olive. Ils jouent un rôle d'antioxydants naturels, ce qui contribue à la stabilité dans la qualité nutritionnelle de l'huile d'olive [78]. Dans une huile d'olive de bonne qualité, les tocophérols se trouvent sous forme libre, non estérifiée avec une concentration supérieure à 100 ppm, dont 95% des tocophérols totaux sont présentés par le α -tocophérol [79]. Une partie de ces composés phénoliques disparaît au cours du raffinage surtout lors de la désodorisation [80].

Les tocophérols collectifs d'huile d'olive sont : α , β , γ et δ tocophérols [81]. La teneur totale en tocophérols dans les huiles d'olive est très variable, elle dépend de plusieurs facteurs tels que la variété d'olives [82], le degré de maturité du fruit [83], les conditions climatiques [84] et le procédé d'extraction de l'huile [85]. La teneur en tocophérols a été reportée dans une gamme allant de quelques mg à 450 mg/kg d'huile d'olive [86]. En association avec d'autres composés phénoliques, Les tocophérols entraînent un effet antioxydant qui attribue à l'huile d'olive sa stabilité oxydative [87]

1.2.3.2 4. Stérols

Les stérols sont des constituants essentiels des membranes cellulaires, ils se trouvent aussi bien chez les animaux que chez les végétaux. La détermination de la composition et la teneur en stérols servent à déterminer le type et l'authenticité de l'huile d'olive [87]. La quantité totale de stérols dans l'huile d'olive extra vierge varie de 1,13 à 2,65 mg/g. Ils sont rencontrés dans l'huile d'olive sous forme libre et estérifiée avec les acides gras. Le bêta-sitostérol est le stérol prédominant dans l'huile d'olive avec un taux variant de 90 à 95% du total.

Le campestérol et le stigmastérol comptent respectivement 3% et 1% du total [86]. La fraction mineure des stérols regroupe le Δ 5-avénastérol, stigmastérol et le cholestérol. Le triterpène dialcool erythrodiol et l'uvaol sont aussi présents dans l'huile d'olive avec des concentrations allant de 0,01 à 0,2 mg/g [87]. Les stérols confèrent une certaine stabilité à l'huile [88].

1.2.3.2 .5. Les hydrocarbures

Le principal hydrocarbure de l'huile d'olive est le squalène ($C_{30}H_{50}$), un triterpène qui apparaît dans la voie de la biosynthèse du cholestérol. Il représente de 30 à 50 % des constituants mineurs de l'huile d'olive avec une teneur de 3 à 7 mg/g [89]. C'est un régénérateur probable de l' α -tocopherol, ce qui implique ainsi une activité antioxydante de cet hydrocarbure polyinsaturé [90].

Outre le squalène, l'huile d'olive contient aussi d'autres hydrocarbures, mais en moindres quantités tels que le β -carotène et d'autres à l'état volatil, il s'agit entre autres de phénanthrène, pyrène, fluoranthrène, 1,2 benzanthracène, chrysène et périlène [91].

1.2.3.2.6 Les pigments (chlorophylles et caroténoïdes)

La couleur allant du vert-jaunâtre à l'or de l'huile d'olive est due essentiellement aux chlorophylles et caroténoïdes présents dans le fruit [90]. La composition et la teneur totale en pigments naturellement présents dans l'huile sont des paramètres importants puisqu'ils sont corrélés à la couleur qui est un attribut de base pour évaluer la qualité d'huile d'olive. Leur contenu dans l'huile d'olive s'étend entre 1 et 20 ppm [91].

La fraction des chlorophylles (1 à 10 ppm) responsable de la couleur verte de l'huile englobe la chlorophylle a et b et les phéophytines [92]. La chlorophylle est un chlorine (quatre noyaux pyrroles en cercle), chélatant un atome de magnésium au centre ainsi qu'un alcool à longue chaîne ; le phytol. C'est la présence dans sa structure de nombreuses doubles liaisons conjuguées qui permet une absorption du rayonnement lumineux.

Les chaînes latérales de chlorine sont variables et ceci entraîne une modification du spectre d'absorption entre les différentes familles de chlorophylles [93]. Le β -carotène et la lutéine sont les caroténoïdes les plus importants dans l'huile d'olive à raison de 1,0 à 2,7 ppm et 0,9 à 2,3 ppm respectivement [94]. Les chlorophylles et les caroténoïdes sont des composés considérés également importants pour la conservation de la qualité des huiles comestibles, vu qu'ils sont impliqués dans les mécanismes de l'auto-oxydation et de la photo-oxydation [95].

1.2.4 Conditions de stockage de l'huile

L'huile d'olive est sujette à des modifications au cours de la période de stockage. Une fois l'huile est obtenue, il est important de la stocker à l'abri de la lumière et dans un endroit frais à une température idéale se situant entre 15 et 25°C avec un minimum de contacts avec l'air. [96]. Comme il est préférable de conditionner l'huile dans des récipients en acier inoxydable ou en verre et non en matière en plastique qui peut lui communiquer un mauvais goût [97].

Le stockage et la conservation constituent des facteurs importants pour la qualité de l'huile destinée à la consommation. Les mauvaises conditions de stockage occasionnent une augmentation significative de l'acidité, du K232 et du K270 [98] et accélèrent la photo-oxydation et l'auto-oxydation de l'huile en réduisant significativement sa teneur en chlorophylles et son contenu phénolique en fin de stockage [100].

1.2.5 Intérêt diététique et nutritionnel de l'huile d'olive

L'huile d'olive présente un impact sur le plan nutritionnel par la présence dans sa composition d'un acide gras mono-insaturé : l'acide oléique et de composants mineurs qui sont présents à des teneurs plus élevées dans une huile vierge.

Les auteurs Gomez-Rico A. et al [102]. et Kratz M. et al [101] ont montré qu'un régime riche en acides gras mono-insaturés, réduisait le cholestérol total et le cholestérol des lipoprotéines de basse densité (LDL,) sans affecter le cholestérol des lipoprotéines de haute densité (HDL) par rapport à un régime riche en acides gras polyinsaturés. Le régime riche en acides gras mono-insaturés augmente le cholestérol des lipoprotéines de haute densité, le régime riche en acides gras mono-insaturé réduit le cholestérol total et les triglycérides.

En fait, les principaux effets digestifs de l'huile d'olive portent sur le fonctionnement biliaire : stimulation de la sécrétion hépatique de la bile par le foie (cholérétique) et des propriétés cholagogues (stimulant la vésicule biliaire à se contracter et à déverser dans le duodénum la bile indispensable à la digestion des lipides [103]. De part sa teneur élevée en acide oléique, l'huile d'olive semble être selon Charbonier. A et al, la mieux tolérée par l'estomac, il diminue la pression du sphincter inférieur de l'œsophage et s'élimine-le plus rapidement de l'estomac,

c'est donc la matière grasse qui entraîne le moins de phénomènes de reflux gastroœsophagien et de stase gastrique.

L'huile d'olive est aussi très conseillée pour la friture à cause de sa composition en acides gras mono insaturés qui la rendent plus résistante à la chaleur. C'est pourquoi elle peut être réutilisée pour la friture sans subir d'hydrogénation ou d'isomérisation, processus qui annulent les effets positifs sur le métabolisme des lipides. C'est l'huile la plus légère et la plus savoureuse pour la friture des aliments [104].

1.3 Enrichissement de l'huile d'olive

1.3.1 Introduction

Les aliments traditionnels ont joué un rôle majeur dans les traditions de différentes cultures et régions depuis des milliers d'années. Ils comprennent des aliments qui ont été consommés localement et régionalement pendant une période prolongée [105]. Sur le plan économique, les aliments traditionnels sont plus consommés par comparaison aux coûts élevés des aliments magasiniers, surtout dans les endroits éloignés. Les aliments traditionnels sont de riches sources d'éléments nutritifs répondant bien aux besoins alimentaires des populations.

En Algérie, les figes sèches et l'huile d'olive sont les principaux produits traditionnels. Malheureusement, dans la plupart des pays dans le monde, certains aliments traditionnels risquent de disparaître en raison des modes de vie modifiés. Par conséquent, il est important de les étudier pour préserver leurs cultures.

L'huile d'olive, principale source de matières grasses dans l'alimentation méditerranéenne, est une bonne matrice pour les processus d'enrichissement, non seulement en tant que produit de la consommation directe, mais aussi en tant qu'ingrédient dans les nouveaux aliments [106].

Afin d'assurer un apport optimal en polyphénols par l'alimentation habituelle et la production de l'huile d'olive enrichie en polyphénols bioactifs bien connus, différentes sources de substances bioactives naturelles peuvent être potentiellement utilisées pour enrichir l'huile d'olive principalement des feuilles d'olivier et des grignons d'olives, ou d'autres composés de plantes et de légumes,

principalement des herbes et les épices [107]. Le développement de ces huiles d'olive fonctionnelles peut aider à prévenir les maladies chroniques et améliorer la qualité de vie de nombreux consommateurs réduisant les coûts des soins de santé [108].

1.3.2. Procédure d'enrichissement d'huile d'olive

L'enrichissement de l'huile d'olive avec d'autres substances est assuré par différents procédés dont on peut distinguer :

a. Enrichissement par infusion (macération)

Une méthode de macération traditionnelle pour enrichir l'huile d'olive et qui consiste à dissoudre des matériaux naturels contenant des antioxydants et des composés aromatiques tels que les herbes, les épices et les fruits , dans la phase huileuse, requérant une durée de temps prolongée et une température ambiante . Également connue sous le nom de macération et d'extraction solide- liquide. Ce type d'enrichissement requiert beaucoup de temps pour permettre l'extraction des composés d'intérêt, à la fois saveurs et / ou bioactifs dans la phase huileuse dépendamment de la solubilité de chaque composé.

b. Co-traitement

Il consiste au rajout d'herbes ou d'autres matières végétales à la pâte d'olive avant l'étape de malaxage et cela peut être favorisé par l'utilisation des ultrasons avant le malaxage de la pâte d'olive [118].

c. Enrichissement assistée par ultrasons

L'application des ultrasons dans le processus de la diffusion des composés fonctionnels dans l'huile d'olive accélère l'extraction de composés aromatiques ou bioactifs dans l'huile d'olive. Le temps de traitement est donc réduit avec un rendement meilleur [119]. Ces dernières années différentes études utilisent l'huile d'olive comme un solvant d'extraction des substances d'intérêt à partir de différents matrices végétales et cette extraction est favorisé et accélérée par l'application des ultrasons [120].

Tableau 1.5. Résumé des travaux récents sur l'effet d'enrichissement de l'huile d'olive

Type d'huile d'olive	Procédure appliqué	Matière brute	Caractéristique ajouté	références
Huile d'olive raffinée	Extraction liquide-liquide	Feuilles d'olive	la capacité antioxydante de l'huile enrichie est presque 2,5 fois supérieure à celle de l'huile non traitée. Amélioration des teneurs en tocophérol, en caroténoïde en chlorophylle et en peroxyde.	Sahin et al. [109].
Huile d'olive	Macération assisté par ultrason	Basilique	Amélioration de la qualité sensorielle	Veillet et al. [110].
Huile d'olive raffinée	Extraction liquideliquide	Feuilles et grignon d'olive	Amélioration de la composition en composés phénoliques	Sanchez de Medina et al. [111].
Huile d'olive vierge	Liquide liquide Extraction et ultrason	Olive cake Thyme (thymus zygis)	Teneur plus élevé en flavonoïdes, activité antioxydant et la stabilité oxydative. Diminution de l'indice amer Améliorer l'acceptation du consommateur improuve.	Rubio et al. [28].
Huile d'olive extra vierge	Macération assisté par ultrason	Feuilles d'olive	Radical de balayage à plus grande capacité. Une stabilité amélioré la dégradation thermique. Concentration plus élevé de l'oleuropein et a-tocophérol.	Achat et al. [26].
Huile d'olive	Extraction solide liquide	aïl,piments, laurier, origan et poivre	Teneur plus élevé en vitamine E. La quantité des polyphénols reste constante.	Sousa et al et al. [112].
Huile d'olive	Liquide - liquide	Thymbra capitata	Améliore la stabilité oxydative	Miguel et al. [113].
Huile d'olive vierge	Liquide liquide Et macro onde	Myrte Myrtus communis	Améliore la composition antioxydant et la stabilité à l'oxydation	Dairi et al. [114].
Huile d'olive vierge	Agitation vertical	Feuilles d'origan	Améliorer l'enrichissement en vert de l'huile d'olive vierge par l'origan. Teneur plus élevé en antioxydant naturel. Augmenté la capacité antioxydant	Peñalvo et al. [115].
Huile d'olive vierge	Macération par micro-ondes	la pâte d'olive	augmenté de manière significative le contenu phénolique total	Leone et al.. [116].

1.3.3. Les bienfaits d'enrichissement de l'huile d'olive vierge

L'enrichissement de l'huile d'olive par des composés phénoliques, l'europeïne et ces métabolites (tyrosol et hydroxytyrosol), qui sont des inhibiteurs puissants des radicaux générés lors de l'oxydation [121] ainsi que l'enrichissement par les flavonoïdes, les chlorophylles et les composés aromatiques qui possèdent souvent des activités antioxydantes non négligeables assurent la stabilité antioxydante et améliorent la qualité de l'huile d'olive [122]. Le développement de ces huiles d'olive fonctionnelles peut aider à améliorer la qualité de vie, sa richesse en antioxydants, comme les polyphénols, en particulier et d'autres constituants permettent de prévenir et de traiter les maladies neuro-dégénératives. Ils sont dotés d'une activité antimicrobienne et jouent aussi un rôle important dans le renforcement du système immunitaire et la protection de certains tissus et organes contre les dommages oxydatifs [123].

CHAPITRE 2

GENERALITES SUR LE FIGUIER (*FICUS CARICA* L.) ET LA FIGUE SECHE

2.1. Origine du figuier

Le figuier est un arbre sacré très connu depuis l'antiquité dans différentes civilisations et religions [124]. Cet arbre, appartient à l'ordre des urticales, famille des *moracées*, et fait partie du genre *Ficus*. Les botanistes font remonter l'origine du figuier domestique au caprifiguier, son ancêtre sauvage. Au II^{ème} siècle av. J.C., Caton l'Ancien en dénombrait cinq espèces, la figue *Marisque*, *l'Africaine*, *l'Herculanum*, *la Sagonte* et *la Tellane* noir. Ces variétés n'ont pas cessé de se multiplier en d'autres espèces grâce à l'opération du greffage. Aujourd'hui les spécialistes dénombrent plus de 800 espèces de figuiers réparties dans les zones chaudes, tropicales et humides [125].

Dans l'état actuel des connaissances, le centre d'origine et de diversité du figuier semble se situer dans la partie orientale du Bassin Méditerranéen, de la Syrie au Maroc et de la Turquie au Portugal. C'est d'ailleurs le Moyen Orient qui est le premier producteur mondial (notamment la Turquie). Au fil des siècles, le figuier a été introduit sur tous les continents (Afrique du Sud, Australie, et surtout Amérique du Nord et du Sud par les colons espagnols) [126].

2.2. Systématique du figuier

Le nom scientifique de la figue donné par Carl Von Linné depuis 1753, *Ficus carica*, signifie verrue pour *Ficus* (le latex du figuier est connu pour traiter les verrues) et *carica* fait allusion à la région de «*Carie*», dénommée actuellement «*Bodrum*», située au sud-ouest de la Turquie connue pour sa production abondante de figues [127].

Le figuier est caractérisé par une très large diversité génétique regroupant plus de 800 espèces et chaque espèce renferme une multitude de variétés [127]. La classification de l'espèce *Ficus carica* (figuier ou figuier commun) est donnée par *Guha Bakshi et al* [128].

Règne : *Plantae* ; Sous-règne : *Tracheobionta* ; Super-division : *Spermatophyta*
 Division : *Magnoliophyta* ; Classe : *Magnoliopsida* ; Sous-classe : *Hamamelidae*
 Ordre : *Urticales* ; Famille : *Moraceae* ; Genre : *Ficus* ; Espèce : *Ficus carica*.

2.3. Description botanique

Le figuier est un arbre rameux de 1,5 à 5 mètres de haut, mais qui peut atteindre 10 mètres ; son tronc est souvent tortueux avec une écorce grisâtre et un bois blanc, spongieux et moelleux (Figure 2.1). Le figuier porte de grandes feuilles caduques (4 à 20 cm de long et 3,5 à 18 cm de large), de couleur vert foncé, palmatilobées et découpées assez profondément en 3 à 5 lobes obtus. Les feuilles présentent un aspect rude au toucher, surtout en dessous où se trouvent des poils courts un peu roides. Les limbes sont supportés par des pétioles longs de 5 à 12 cm [129]. Une sève blanche laiteuse, le latex, circule dans les différentes parties du figuier. Ce latex contient des enzymes principalement la fiscine, un mélange de protéases à cystéine [130].

Le figuier est naturellement peu exigeant et s'accommode à tout type de sol. Il se développe tout de même mieux dans des milieux sablonneux et riches avec une préférence pour les sols calcaires. Cette espèce s'adapte à la sécheresse, mais un apport supplémentaire en eau, induit un développement rapide des rameaux. Le principal facteur naturel limitant la croissance du figuier est le froid ; la température critique de sa résistance semblerait se situer autour de -15°C. De ce fait, son aire d'implantation se limite aux zones bien ensoleillées et dépasse rarement les 1500m d'altitude [131].

Le fruit du figuier, la figue, pédonculée ou sessile pousse sur la branche à l'aisselle des feuilles [132]. Bien qu'elle soit considérée comme un fruit, la figue en réalité n'est qu'un syconium, bourse creuse tapissée de plusieurs centaines parfois de plusieurs milliers de fleurs minuscules. Cette structure renferme une ouverture étroite apicale ou ostiole fermée par des bractées qui ne s'écartent qu'à maturité [132].

A la maturation, le syconium se transforme en une structure charnue, qui renferme de quelques dizaines à plusieurs milliers de petites graines ou akènes, qui sont les vrais fruits [133]. La figue est composée d'une pellicule (peau ou épiderme), d'un réceptacle contenant la pulpe qui peut renfermer les akènes, un

ostiole (œil ou opercule) et un pédoncule (Figure 2.2) [134].

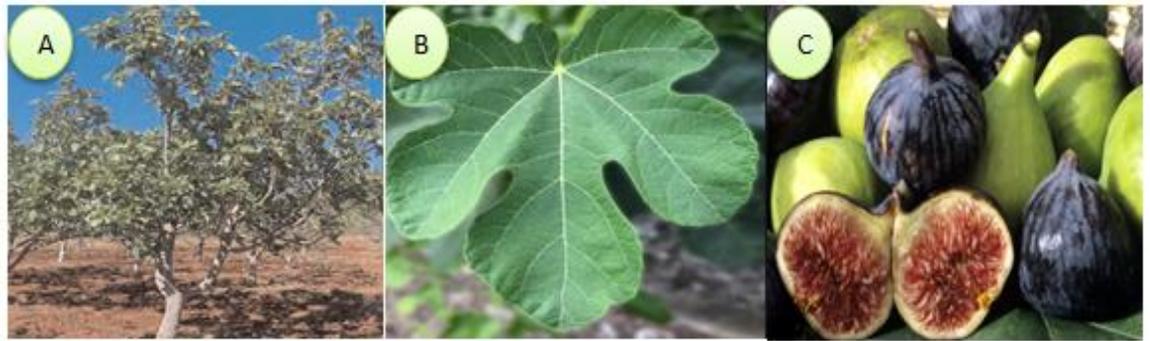


Figure 2.1 : Morphologie du figuier : (A) Arbre de figuier, (B) les feuilles (E) les fruits de figuier

Deux types de productions peuvent être distingués : les figes de la première récolte (juin) ou figes fleurs (El-bacor) qui sont peu nombreuses et les figes de la deuxième récolte (août à octobre) ou figes d'automne (Karmouce). Les premières se forment sur les rameaux défeuillés de l'année précédente. Elles passent l'hiver au stade « grain de poivre » pour reprendre leur développement au printemps [135].

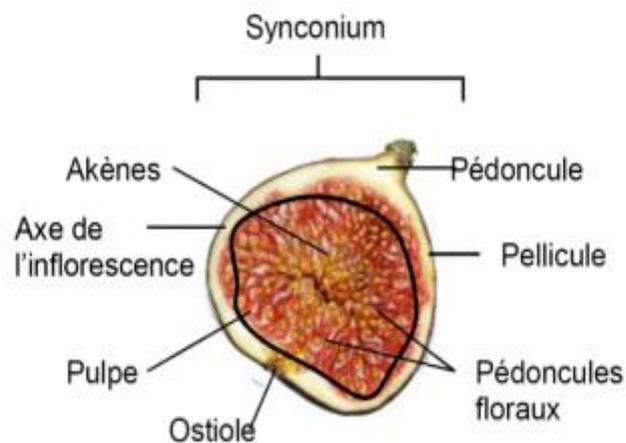


Figure 2.2 : Coupe transversale d'une figue [136]

L'évolution des figes fleurs ne nécessite pas de pollinisation et se fait d'une manière parthénocarpique. Ce type de figes se caractérise par des fruits sans akène, plus aqueux et moins sucrés que les figes d'automne et convenant moins bien au séchage [136]. Les figes d'automne se développent à l'aisselle des feuilles des rameaux en croissance (de l'année en cours). Ces fruits sont produits par les figuiers domestiques (figuier femelle) qui nécessitent la pollinisation. Cette dernière est réalisée par l'intervention de blastophages (*Blastophaga psenes*) qui

transportent le pollen depuis le figuier mâle (*caprifiguiier ou Dokkar*). Les fruits de ce type de figues se caractérisent par la présence d'akènes. La plupart des variétés ne produisent que les figues d'automne et sont unifères. D'autres variétés produisent en plus des figues d'automne, une récolte de figues fleurs ; elles sont de type bifère [137].

Il existe plus de 700 variétés de figues « comestibles » dans le monde [138], qui se distinguent par des critères morphologiques, dont la taille, la forme, la couleur de l'épiderme. Deux groupes de variétés peuvent être distingués, les figues blanches (claires) avec un épiderme jaune à vert et une chaire rouge, et les figues colorées (sombres) avec un épiderme rouge, violet et noir et une pulpe plus ou moins foncée [138].

2.4. La technologie du séchage de la figue

2.4.1. Récolte

La maturité des figues est un paramètre déterminant sur la qualité du fruit sec, la couleur et la fermeté du fruit étant les critères généralement employés pour déterminer la date optimale de récolte, un fruit trop ferme est pas assez riche en sucre et n'a pas encore acquis les caractéristiques organoleptiques souhaitées. Un fruit trop mur est très riche en sucre mais se ramollit et s'altère très rapidement, ce qui rend son transport et sa conservation très délicats [137]. La figue fraîche doit être cueillie à un stade végétatif très proche de la maturité, la cueillette doit être faite très tôt le matin et le produit est livré immédiatement. Il doit s'écouler moins d'une journée entre la cueillette et le séchage pour empêcher le début d'éventuelles fermentations [139].

2.4. 2. Triage et calibrage

Après la récolte, les fruits sont triés afin d'éliminer ceux dont la peau est abimée. Ensuite, les figues sont calibrées pour obtenir des fruits de même calibre [140].

2.4.3. Séchage

Le séchage est la plus ancienne méthode utilisée pour la conservation des aliments. Par définition, le séchage est l'opération ayant pour but d'évaporer l'eau libre d'une denrée alimentaire afin de minimiser le développement microbien et les réactions chimiques et enzymatiques [141]. Le séchage est un procédé qui peut contourner la surproduction saisonnière des récoltes agricoles et étaler leur disponibilité le long de l'année.

2.4.3.1. Séchage traditionnel

Le séchage traditionnel ou naturel, connu depuis l'antiquité, est la méthode la plus utilisée pour la conservation des productions agricoles dans la plupart des pays en particulier ceux de l'Afrique. Cette méthode de séchage est basée sur l'exposition du produit en monocouches directement au soleil ou à l'ombre sur un terrain bien aéré ; la convection de l'air chaud environnant permet d'évaporer l'eau de la surface du fruit, ce qui crée un gradient à l'intérieur du fruit induisant le déplacement de l'eau par diffusion de l'intérieur vers la surface [142]

Les figues doivent être récoltées après mûrissement total. Les fruits sont disposés sur des claies de roseaux et doivent être retournés de temps à autre pour assurer un séchage uniforme ; les fruits suffisamment séchés sont retirés au fur et à mesure. Le séchage est considéré terminé lorsque le fruit est bien souple, les pulpes sont fines et à consistance mielleuse [143]. Le principal avantage du séchage au soleil est son faible coût d'investissement en plus du peu d'expertise nécessaire.

Malheureusement, cette méthode présente de nombreux inconvénients tels que son application réduite juste pour certaines zones ou pendant une période de l'année, risques de contaminations et d'intrusion des ravageurs, insectes et animaux. Le séchage est lent et intermittent à cause de la protection contre la pluie et/ou la rosée qui favorisent la croissance des moisissures et qui augmentent la teneur en humidité finale [144]

2.4.3.2. Séchage artificiel

La nécessité d'accroître la production alimentaire dans les pays en développement incite à y introduire de pratiques agricoles modernes : variétés à haut rendement, engrais, pesticides, irrigation, récolte double ou hors saison. Cela pourrait causer des problèmes de séchage et de stockage des récoltes, opérations qui sont intimement liées et qui ne pourront être assurées par les moyens traditionnels [145]. Le séchage artificiel de la figue est réalisé par des séchoirs solaires passifs ou actifs.

B.1 Séchoirs solaires passifs

Ce type de séchoirs est également appelé séchoirs à circulation naturelle ou système de convection naturelle. Pour leur fonctionnement, ces séchoirs dépendent entièrement de l'énergie solaire [146]. Les claies sont placées dans une structure laissant les rayons solaires pénétrer à travers une paroi en verre retenant la chaleur. Ce système permet de faire monter la température jusqu'à 60-75°C et pour éviter la surchauffe, une bonne ventilation est installée.

La méthode de séchage directe cause certaines modifications dues à l'exposition directe des denrées avec les radiations solaires. Cela pourrait être pallié par la méthode de séchage indirect, qui opère par le chauffage de l'air par le soleil et qui circule à travers des boîtes prévues à cet effet. Ces techniques accélèrent le séchage, ce qui améliore la qualité du produit et permet également de procéder au séchage de produits dans des régions très humides, du fait que l'humidité relative diminue lorsque la température augmente [147]. Comme le séchage dépend uniquement du soleil, ces séchoirs restent saisonniers et le séchage est interrompu durant la nuit.

b.2. Séchoirs solaires actifs

Les séchoirs solaires actifs utilisent la convection forcée pour le chauffage de l'air. Ce type de séchoirs utilise soit des chaudières fonctionnant avec un carburant soit combiné avec de l'énergie solaire (séchoirs hybrides). Le débit de l'air peut être réglé dans le séchoir pendant le processus de séchage pour

contrôler la température et l'humidité, indépendamment des conditions météorologiques [148].

Le séchage est réalisé dans des séchoirs équipés d'une enceinte fermée, permettant de maîtriser les paramètres de séchage, d'optimiser l'énergie et d'assurer aux produits les normes d'innocuité et de qualité requises. Le courant d'air est propulsé dans la chambre de séchage à l'aide d'un ventilateur. Les figues sont étalées en monocouches sur des claies superposées dans l'enceinte du séchoir. La température de séchage est fixée entre 60 et 65°C. L'opération dure environ 3 heures, après quoi les figues acquièrent la déshydratation requise. Toutes les larves sont également éliminées lors de cette opération. La cherté des séchoirs et de leur installation, ainsi que les quantités importantes d'énergie nécessaires au chauffage sont les principaux inconvénients de la méthode de séchage artificielle [149]

2.4.3.3. Déshydratation osmotique

La déshydratation osmotique dans le domaine de la transformation des fruits est un procédé de réduction de la teneur en eau obtenue par immersion des fruits, entiers ou en morceaux, dans des solutions hypertoniques de sucres. Dans ces conditions, une partie de l'eau s'échappe du fruit et une fraction des matières sèches solubles du sirop pénètre dans le fruit, mais aussi une partie des matières sèches du fruit (acides organiques et sels minéraux en particulier) se déplace vers la solution de sucre. Le séchage de la figue, suivant cette méthode, a été déjà testé par [150].

Les figues sont d'abord traitées à la vapeur pendant environ 5 minutes, puis immergées dans différents sirops de sucres (saccharose, glucose, fructose et sucre inverti) à 50°Brix durant 24 heures. Pour réduire d'avantage le taux d'humidité, le séchage est poursuivi à 50-55°C durant 18-20 heures. Après stockage à température ambiante (27°C) pendant 6 mois, les auteurs ont constaté que les figues séchées en utilisant le sucre inverti, en particulier, conservent mieux leurs qualités sensorielles et hygiéniques comparées à un lot témoin de figues sèches.

2.5. Composition chimique et valeur énergétique

En plus de son rôle énergétique, grâce à sa richesse en sucres, la figue contient également de faibles teneurs en lipides et en protéines (Tableau 2.1) La figue est considérée comme une source de nombreux minéraux, en particulier le potassium et le calcium, et en vitamines du groupe B.

2.5.1. Glucides et fibres

Il s'agit des sucres simples, directement assimilables et des autres sucres (oligosaccharides) et des polysaccharides qui doivent être préalablement fragmentés par les enzymes digestives pour pouvoir franchir la barrière intestinale. Ceux qui sont rencontrés le plus fréquemment et en quantité importante dans les figues sont le glucose, le fructose et le saccharose. En plus, d'autres sucres qui ne sont pas assimilables par l'Homme comme la cellulose et les pectines [151]. Vu les teneurs faibles en protéines et lipides, la valeur énergétique de la figue est due à sa richesse en sucres. Les valeurs caloriques pour 100 grammes de figues fraîches et sèches sont 74 et 249kcal, respectivement. Les teneurs en sucres totaux de figues fraîches et sèches peuvent atteindre jusqu'à 80 et 90% de matière sèche, respectivement [14].

Les sucres disponibles représentent 45 à 65 g/100g MS pour la figue fraîche et entre 64 et 70 g/100g MS pour la figue séchée [152]. L'étude de fractionnement des glucides de quatre variétés de figues fraîches a montré que le glucose et le fructose constituent des proportions respectives de 45-49 et 42-46% des glucides totaux et le saccharose entre 4 et 12% [153].

La figue renferme des concentrations appréciables en fibres. Ces dernières sont un ensemble de substances de nature généralement glucidique, peu ou pas digestibles, car elles résistent à l'action des enzymes digestives de l'Homme. Elles comprennent les glucides complexes constitutifs des parois des cellules végétales (cellulose, pectines, etc.) et l'inuline (polymère de fructose), ainsi que la lignine (polymère phénolique) [154]. Les fibres ont une fonction modulatrice des intestins, favorisent la satiété, diminuent les risques des maladies coronariennes, le diabète, la constipation et l'obésité [155]. La teneur en fibres de la figue fraîche varie entre 2,0 et 2,8 g/100 g. Une fois séchée, cette teneur peut atteindre 7,5 à 16 g/100g

[156]. Avec une teneur en fibres totales de 12,21 g/100g dont 70% de fibres insolubles, la figue sèche est le fruit le plus riche comparativement à plusieurs autres fruits séchés, dont la pomme, l'abricot, la datte, la pêche, la poire et le raisin [157].

Tableau 2.1: Composition et valeur nutritionnelle de 100 g de la figue [152]

Valeur nutritionnelle		Fraîche	Sèche	
Calories		80	274	
Macroélément	Eau	77,5- 86,8 g	23,0 g	
	Protéines	1,2-1,3g	4,3g	
	Matière grasse	0,14-0,30g	1,3g	
	Glucides	17,1-20,3g	69,1g	
	Fibres	1,2-2,2g	5,6g	
Micro-éléments	Oligoéléments	Cendres	0,48-0,85g	2,3g
		Calcium	35-78,2mg	126mg
		Phosphore	22-32,9mg	77mg
		Fer	0,6 – 4,09 mg	3,0mg
		Sodium	2,0 mg	34mg
	Potassium	194 mg	640mg	
	Vitamines	Provitamine A	20-270 IU	80 IU
		Thiamine (vit B ₁)	0,034-0,06mg	0,10mg
		Riboflavine (vit B ₂)	0,053mg	0,10mg
		Acide nicotinique (vit B ₇)	0,32-0,412mg	0,7mg
Acide ascorbique		12,2-17,6 mg	0	
Acide citrique		0,10-0,44 mg	-----	

Les fibres de la figue sont constituées majoritairement par les pectines et la cellulose. L'analyse des pectines des extraits aqueux de quatre variétés de figues fraîches [158] a montré des concentrations allant de 3,95 à 5,39 g/100g de matière sèche, l'hydrolyse alcaline (hydroxyde de sodium à 18%) de la cellulose indique des teneurs comprises entre 1,97 et 3,07 g/100g.

2.5.2. Protéines et lipides

La figue renferme des quantités faibles en protéines ; des teneurs allant de 0,75 à 1,3 g/100g et de 2,7 à 4,2 g/100g sont rapportées dans la figue fraîche et la figue sèche, respectivement [159]. Selon Favier (1993), la figue présente une composition très diversifiée en acides aminés avec des teneurs de 934 et 2 270 mg pour les figues fraîche et sèche, respectivement

Les teneurs en lipides des figues fraîches et sèches sont de 0,5 et 1,5 g/100g

[160]. L'extraction de la fraction lipidique par un mélange chloroforme-méthanol a montré que la figue fraîche renferme en moyenne 0,55 g/100g. La séparation de cette fraction par chromatographie a montré la présence des différentes classes lipidiques, dont les glycérides, les stérols et les acides gras libres [161].

2.5.3. Micronutriments

Selon Vallejo et al. [14] et Marei et al. [162], la figue renferme une gamme variable de vitamines liposolubles et hydrosolubles, en particulier les vitamines du groupe B. Les minéraux, comme les vitamines, jouent de nombreux rôles dans l'organisme. De nombreux éléments, comme le sodium, le potassium, le calcium et le magnésium sont impliqués dans la régulation des fonctions de la cellule. Les minéraux assurent également la balance en électrolytes des fluides physiologiques en plus de leur rôle comme médiateur de l'influx nerveux (calcium). En outre, le phosphore et le calcium ont une fonction structurale, ils rentrent dans la constitution des os et des dents.

Les autres minéraux dont l'organisme a besoin en petites quantités, généralement en quantités inférieures à 20 µg/jour (oligoéléments), incluent le fer, le chrome, le cobalt, le cuivre, le fluor, l'iode, le manganèse, le molybdène, le sélénium et le zinc [163]. Les teneurs en minéraux des figues fraîches et sèches sont de 0,66 et 1,86 g/100g, respectivement [164]. La figue renferme des teneurs appréciables en potassium, calcium, phosphore et en magnésium.

2.5.4. Acides organiques

Les teneurs en acides organiques des figues fraîches et sèches sont de 0,20-0,26 et 0,52- 1,93 g/100g, respectivement. De nombreux acides organiques sont détectés dans la figue. Slatnar et al. [165] ont montré la présence de l'acide citrique et de l'acide malique, avec des teneurs respectives de 0,14-0,18 et 0,05-0,08 g/100g dans la figue fraîche et de 0,33-0,47 et 0,18-0,31 g/100g dans la figue sèche. L'étude menée par Ercisli et al. [167] a révélé que la figue fraîche contient, en plus des acides cités, les acides oxalique (17,9 mg/100g), ascorbique (14,2 mg/100g) et succinique (10,2 mg/100g). Une faible quantité d'acide phytique (9 mg/100g) et des traces d'acide acétique ont été aussi rapportées par Vandi et al. [168].

2.6. Antioxydants de la figue

Un antioxydant est toute substance présente à faible concentration comparée à celle du substrat oxydable, retarde ou prévient de manière significative l'oxydation de ce substrat. Les antioxydants sont des substances qui peuvent avoir une origine endogène comme les enzymes (la superoxyde dismutase, la catalase et glutathion peroxydases) et les protéines chélatrices de métaux de transition (la transferrine, la ferritine et la céruléoplasmine) et une origine exogène (molécules antioxydantes dont les composés phénoliques, les caroténoïdes, la vitamine C, et certains oligoéléments comme le cuivre, le zinc, le sélénium qui sont indispensables pour l'activité des enzymes antioxydantes). Ces différents antioxydants sont capables de neutraliser ou de réduire l'oxydation causée par les espèces réactives de l'oxygène [169]. Les espèces réactives de l'oxygène peuvent avoir une origine endogène suite à leur génération par les réactions métaboliques dans le cytosol, les membranes et les mitochondries ou bien exogène comme la pollution, l'ozone, le tabac, les radiations, les pesticides, et les médicaments [170].

Ces espèces réactives provoquent une action directe sur les molécules biologiques (lipides, protéines, ADN et glucides), mais aussi des dommages secondaires dus aux propriétés cytotoxiques et mutagènes des métabolites libérés notamment lors de l'oxydation des lipides [171]. Les figues renferment de nombreux antioxydants à concentrations variables, dont les composés phénoliques, les caroténoïdes, les vitamines et les éléments minéraux.

2.6.1. Composés phénoliques

Les composés phénoliques, communément appelés polyphénols, constituent le groupe de métabolites le plus large et le plus répandu du règne végétal et font partie intégrante de l'alimentation humaine et animale. Ce groupe de métabolites est constitué de molécules phénoliques simples de faible poids moléculaire (acides phénoliques) aux composés hautement polymérisés comme les tannins [172].

Les composés phénoliques de la figue sont majoritairement des flavonoïdes, mais les acides phénoliques sont également présents en quantités appréciables.

2.6.1.1. Flavonoïdes

Les flavonoïdes forment la classe de composés phénoliques la plus répandue dans la figue [173]. L'activité antioxydante des flavonoïdes est principalement due à leur propriété oxydo-réductrice, qui leur permet d'agir comme des agents donneurs d'électrons et de protons, chélateurs de métaux et piègeurs de l'oxygène Owino et al. [174]. Ces composés sont connus pour leur capacité inhibitrice de l'oxydation des lipides et des lipoprotéines de basse densité (LDL) [174]. La mesure des teneurs en composés phénoliques de six variétés de figues fraîches de couleurs différentes (noire, rouge, jaune et verte) a montré que la variété noire "mission" possède les concentrations les plus élevées en ces antioxydants [175]. Les auteurs ont indiqué que la cyanidine 3-o-rutinoside est l'anthocyanine la plus concentrée dans toutes les variétés analysées.

L'analyse de trois variétés de figues fraîches par Veberic et al. (2008) indique la présence de l'épicatéchine (0,34-0,97 mg/100g), de la catéchine (1,07-4,03 mg/100g) et de la quercétine 3-rutinoside ou rutine avec 4,89-28,7 mg/100g. Aljane et al. [176] ont rapporté dans leur investigation sur plusieurs variétés de figues, la présence de quatre flavonols (kaempférol rutinoside, quercétine acétylglucoside, quercétine rutinoside et quercétine glucoside), de deux flavones (lutéoline 6C-hexose-8C-pentose et apigénine rutinoside) et de deux anthocyanines (cyanidine 3-glucoside et cyanidine 3-rutinoside).

2.6.1.2. Acides phénoliques

Veberic et al. [177] ont identifié trois acides phénoliques dans trois cultivars de figues ; l'acide chlorogénique est le plus abondant (0,46-1,71 mg/100g), suivi par les acides gallique (0,03-0,38 mg/100g) et syringique (0,02-0,10 mg/100g). Slatnar et al. [167] n'ont détecté que l'acide chlorogénique comme acide phénolique dans les figues fraîches (1,33-4,91 mg/100g) et sèches (3,42-32,42 mg/100g). Sept acides phénoliques, quatre dérivés de l'acide hydroxy-benzoïque (acides gallique, protocatéchuïque, syringique et vanillique) et trois dérivés de l'acide cinnamique (acides chlorogénique, férulique, et p-coumarique) sont détectés dans la figue [178].

2.6.2. Caroténoïdes

Les caroténoïdes appartiennent à la famille des tétraterpènes et sont responsables des couleurs rouge, orange et jaune de plusieurs fruits et légumes. Plus de 600 caroténoïdes différents sont identifiés ; ils sont divisés en deux groupes, les carotènes, non polaires qui ne présentent que des chaînes hydrocarbonées et les xanthophylles qui sont plus polaires en raison de la présence de l'oxygène dans leur structure [179].

Les caroténoïdes particulièrement le β -carotène et le lycopène, jouent un rôle dans la protection contre les radicaux peroxydes et l'anion superoxyde. Ils sont impliqués dans l'inhibition et la prévention de nombreux cancers [180]. Les caroténoïdes réagissent avec les radicaux libres par plusieurs mécanismes, soit par le piégeage de l'oxygène singulet qui est dû à la présence de doubles liaisons conjuguées, transfert d'électrons et/ou de protons et par formation d'adduits à la suite de leur combinaison avec les radicaux libres en particulier les radicaux peroxydes lipidiques [181]. Les teneurs en caroténoïdes de la figue varient entre 1,59 et 4,32 mg/100g ; les composés majoritaires sont la lutéine (0,67 mg/100g), le γ -carotène (0,17 à 1,4 mg/100g), la violaxanthine (0,24 à 0,33 mg/100g), la neoxanthine (0,14 à 0,41 mg/100g), la rubixanthine (0,16 à 0,24 mg/100g) et la cryptoxanthine (0,09 à 0,39 mg/100g) [149]. Dans l'étude menée par Su et al. [181], cinq caroténoïdes sont identifiés dans la figue : le lycopène (0,32 mg/100g), la lutéine (0,08 mg/100g), le β -carotène (0,04 mg/100g), l' α -carotène (0,02 mg/100g) et des traces de cryptoxanthine. Alasalvar [182] a rapporté une teneur moyenne en caroténoïdes dans les figues fraîches de 0,47 mg/100g ; après séchage, cette teneur n'est que de 0,04 mg/100g.

II.6.3. Vitamine C

La vitamine C (acide ascorbique) est un cofacteur de plusieurs oxygénases et oxydases. Elle est responsable du maintien des ions métalliques des sites actifs des enzymes sous la forme réduite. De par sa capacité à piéger les radicaux libres, la vitamine C peut protéger diverses molécules biologiques (protéines, acides gras, ADN) de l'oxydation. Elle joue aussi un rôle fondamental, en régénérant la vitamine E à partir de sa forme radicalaire tocophéryl [183]. La

teneur en vitamine C dans la figue fraîche varie de 2 à 3,5g/100g [184]. Et peut atteindre 17,6 mg/100g [14]. Par contre, dans la figue sèche, la teneur en cette vitamine est faible [185]. , voire nulle [186].

2.6.4. Vitamine E

La vitamine E correspond à deux groupes de molécules de nature lipophile : quatre tocophérols et quatre tocotriénols. Les produits d'origine végétale constituent la source majeure de cette vitamine. Les aliments les plus riches étant les céréales et les huiles. Les fruits et légumes sont également des sources de vitamine E, mais dans une moindre mesure.

Vu sa réaction efficace avec les radicaux peroxydes, la vitamine E est douée de propriétés antioxydantes par son rôle stabilisateur des lipides des membranes cellulaires et subcellulaires. Cette vitamine protège contre l'athérosclérose par l'augmentation de la résistance des LDL à l'oxydation. La propriété antioxydante de la vitamine E est assurée par son aptitude à transférer des atomes d'hydrogène et par la formation d'adduits avec le radical lipidique [187].

L'analyse d'une variété de figue fraîche par Guvenc et al. [149] a montré la présence de γ , α et δ tocophérols avec des teneurs respectives de 0,90 ; 0,35 et 0,20 mg/100g.

Gibernau et al. [149] n'a rapporté qu'une quantité réduite de vitamine E (α -tocophérol) dans la figue fraîche (0,11 mg/100g), alors que la figue sèche possède une teneur plus élevée : γ (0,37 mg/100g), α (0,35 mg/100g), β et δ (0,01 mg/100g). Selon Jasmine et al. [188] , la teneur en vitamine E de la figue fraîche est de 0,75 mg/100g alors qu'elle atteint 2,25 mg/100g dans la figue sèche. Avec un apport journalier recommandé de 15 mg, 100g de figue sèche peuvent couvrir 15% des besoins.

2.6.5. Oligoéléments antioxydants

De nombreux oligoéléments dont le sélénium, le cuivre, le zinc et le manganèse ont un rôle antioxydant par leur implication comme cofacteurs des

enzymes antioxydantes telles que la glutathion peroxydase et la superoxyde dismutase. L'analyse minérale de dix variétés de figes fraîches a permis de détecter huit minéraux, dont le zinc, le manganèse et le cuivre avec les concentrations de 0,39-0,69; 0,21-0,41 et 0,17-0,43 mg/100g de matière sèche, respectivement [188]. Park et al. [189] rapporté la présence de ces trois éléments avec des teneurs respectives de 0,15, 0,13 et 0,07 mg/100g de figue fraîche et 0,55, 0,51 et 0,29 mg/100g de figue sèche. Avec un apport journalier recommandé de 2,3 mg (manganèse) et 0,9 mg (cuivre), 100g de figes peuvent couvrir 18 et 13%, respectivement. Avec un apport journalier conseillé en sélénium de 55µg, les figes fraîches et sèches, dont les teneurs sont de 0,2 et 0,6 µg/100g, ne sont pas de bonnes sources de cet élément [189].

2.7. Intérêt diététique et nutritionnel des figes sèches

La figue, en particulier la fraîche, est une bonne source de composés phénoliques, et de flavonoïdes. En outre, ce fruit contient des teneurs appréciables de certaines vitamines comme les vitamines A et E. L'ensemble de ces composés phytochimiques inhibent les radicaux libres et protègent ainsi l'organisme contre les cancers et les maladies dégénératives [190]. Ce fruit était traditionnellement utilisé par plusieurs populations pour le traitement de nombreuses pathologies.

Les figes fraîches et sèches sont indiquées contre plusieurs maladies telles que le cancer, les ulcères, l'hépatomégalie et la splénomégalie. La figue est également utilisée pour la dissolution des calculs urinaires. Le jus de figue mélangé avec du miel a été prescrit pour le contrôle des hémorragies. Ce fruit est recommandé pour traiter la lèpre, les inflammations, les douleurs thoraciques et les maladies du foie. Il présente un effet anti-pyrétique, hypo-cholestérolémiant, immuno-modulateur, émollient, adoucissant, diurétique, laxatif et nutritif pour les cheveux [190]

L'étude de Vinson et al. [191].réalisée sur dix individus (cinq hommes et cinq femmes) a montré que la consommation de 40g de figue sèche induit une augmentation de la capacité antioxydante du plasma sanguin durant quatre

heures. Cet effet antioxydant n'est pas limité au plasma, mais aussi, ces composés bioactifs s'accumulent dans les lipoprotéines de basse (LDL) et de très basse densité (VLDL) et provoquent une augmentation de la résistance de ces lipoprotéines à l'oxydation induite par les ions cupriques. La cyanidine 3-rutinoside est le composé phénolique le plus concentré dans la figue fraîche. Après extraction et purification de cette molécule à partir d'une variété de figue noire, elle est testée pour son aptitude à inhiber l'oxydation lipidique. Les résultats obtenus indiquent que ce composé prévient la peroxydation de l'acide linoléique et réduit significativement la formation du malondialdéhyde [182].

Les auteurs ont également constaté qu'une concentration de cyanidine 3-rutinoside de 10,2 $\mu\text{mol/l}$ réduit la formation des espèces réactives de l'oxygène dans les fibroblastes. Les antioxydants de la figue présentent aussi un effet protecteur de la membrane plasmique. Une suspension de fibroblastes est prétraitée par la cyanidine 3-rutinoside à une concentration de 20 $\mu\text{mol/l}$. Après 24h, les cellules sont exposées à un stress oxydant induit par le peroxyde d'hydrogène. Les résultats montrent une protection significative des membranes lysosomales [183].

D'autres études ont démontré que la figue possède des activités anthelminthiques et antimicrobiennes. Sharma, M al. [192] ont constaté que l'extrait aqueux de la figue présente une activité anthelminthique *in vitro* ; l'extrait induit des effets vermicide et vermifuge sur *Pheretima posthuma*. Les extraits méthanoliques de variétés de figues Taamriwth et Azandjar montrent un effet antimicrobien sur plusieurs espèces dont *Candida albicans* est la plus sensible [182].

La fonction principale d'un figuier est de produire de délicieux fruits, nourrissants à l'état frais ou sec, ou en faisant partie d'une préparation salée ou sucrée. Consommée crue, la figue a un effet laxatif, diurétique, anti-inflammatoire, hypo-cholestérolémique, antidiabétique, anticancéreuse et immuno-modulatrice [182]. La figue fraîche traite l'anémie et les troubles hépatiques, soigne la toux irritante et les bronchites [187]. La pulpe soulage la douleur, traite les aphtes et les

CHAPITRE 3

TRANSFERT DE MATIERE FIGUE SECHE /HUILE D'OLIVE

3.1. Introduction

Les substances organiques sont généralement présentes à de faibles concentrations dans la biomasse de l'aliment. Avant de pouvoir utiliser ou analyser de telles substances, il est nécessaire de les extraire de leur matrice. Plusieurs méthodes d'extraction des composés naturels ont été mises au point telles que l'hydrodistillation, l'entraînement à la vapeur, l'hydrodiffusion, par Soxhlet, la macération et la distillation-extraction simultanée. Cependant, ces composés naturels sont connus comme étant thermosensibles et vulnérables aux réactions chimiques, la perte de certains constituants, la dégradation de certains composés insaturés par effet thermique ou par hydrolyse, ainsi que la présence de résidus de solvants organiques plus ou moins toxiques peuvent être engendrés par ces techniques d'extraction.

Les connaissances sur les interactions entre les composants des produits végétaux et les ions présents en solution et surtout sur leur partage restent encore peu connues et demeurent importants pour la formulation de nouveaux produits et le développement des produits fonctionnels. L'Algérie, pays du bassin méditerranéen, est parmi les producteurs de figues et de l'huile d'olive, un patrimoine qui est représenté par de nombreuses variétés, et afin de tirer bénéfice de l'aspect thérapeutique de ces deux produits et pour une meilleure valorisation, des efforts considérables. Lors de ces dernières années, se sont orientés vers l'identification des substances anti-oxydantes naturelles par des processus spécifiques optimisés désignés pour leurs extractions, qui sont non seulement influencés par le choix du solvant mais aussi bien par d'autres paramètres à savoir le temps et la température.

3.2 Extraction

L'extraction est une opération ancienne utilisée pour retirer des plantes ou d'autres matrices des produits alimentaires, pharmaceutiques ou odoriférants, sous formes de breuvages, drogues ou parfums. Les solvants utilisés dans ces

procédés de séparation des produits végétaux sont généralement l'eau, les alcools, les solvants organiques, etc..... Les opérations d'extraction solide-liquide regroupent plusieurs méthodes différentes consistant toutes à faire interagir le solvant sur le matériau solide afin de dissoudre ses composants solubles :

- La percolation : consiste à laisser couler un solvant (généralement très chaud) sur un lit de solides finement divisés. La préparation du café relève de cette opération [194].
- La décoction : est l'opération dans laquelle le solide est plongé dans le solvant liquide mis en ébullition. Il s'agit d'une opération brutale qui doit être réservée à l'extraction de principes actifs non thermolabiles. Elle est cependant très rapide et parfois indispensable [195].
- L'infusion : est une décoction durant laquelle le solvant est chauffé sans être mis en ébullition, suivie d'un refroidissement du mélange. La préparation du thé est l'exemple type de cette opération [194].
- La macération : est une infusion dans un solvant à froid. L'opération bien que généralement longue et à rendement souvent médiocre, est la seule méthode utilisable dans le cas de l'extraction d'un ensemble de molécules fragiles. Pour être efficace, une macération, peut durer de 4 à 10 jours environs; ceci peut présenter quelques inconvénients, en termes de fermentation, ou de contamination bactérienne notamment si le solvant utilisé est l'eau. Ces phénomènes peuvent entraîner une dégradation rapide des molécules actives. En vue d'éviter ou de réduire ces inconvénients, la macération peut être opérée dans un récipient couvert, le tout à l'abri de la lumière et, dans certains cas, maintenue dans un réfrigérateur [196].
- La digestion : est une macération à chaud. Cette opération et la macération sont utilisées particulièrement en pharmacie et en parfumerie. Il s'agit là d'une opération plus rapide que la précédente, ne posant généralement aucun problème de conservation ni de contamination bactérienne [197].
- L'élution : consiste à enlever un soluté fixé à la surface d'un solide par simple contact avec un solvant. Elle est fréquemment utilisée dans les méthodes d'analyse [197].

3.3 Technique d'extraction par solvant

3.3.1 Principe

Elle consiste à faire passer la substance à extraire (soluté) dans un solvant par la méthode de solubilisation. Le solvant peut être de l'eau, mais souvent il s'agit d'un solvant organique obtenu de la pétrochimie tels que le cyclohexane, le toluène, l'éther de pétrole, etc.

3.3.2 Différents types d'extraction

Plusieurs types d'extraction existent selon les techniques appliquées telles que la macération, l'hydro-distillation, extraction par solvant, etc. En génie des procédés, deux types d'extraction existent, l'extraction solide-liquide et l'extraction liquide-liquide.

3.3.2.1. Extraction liquide-liquide

L'extraction liquide-liquide est une opération unitaire de séparation entre deux phases miscibles ou partiellement miscibles. Elle doit son origine à la chimie analytique. Plus précisément, l'extraction liquide-liquide est un procédé qui permet la séparation de deux ou plusieurs constituants d'un mélange en mettant à profit leur distribution inégale entre deux liquides pratiquement non miscibles. Généralement, une solution d'alimentation, contenant les constituants à séparer (solutés) est mise en contact intime avec une seconde phase liquide appelée solvant qui extrait préférentiellement un ou plusieurs des solutés. A la sortie du séparateur, le solvant qui contient alors le ou les solutés est désigné sous le terme d'extrait, la solution d'alimentation ayant perdu la majeure partie de ces mêmes constituants est appelée raffinat (figure 3.1) [195].

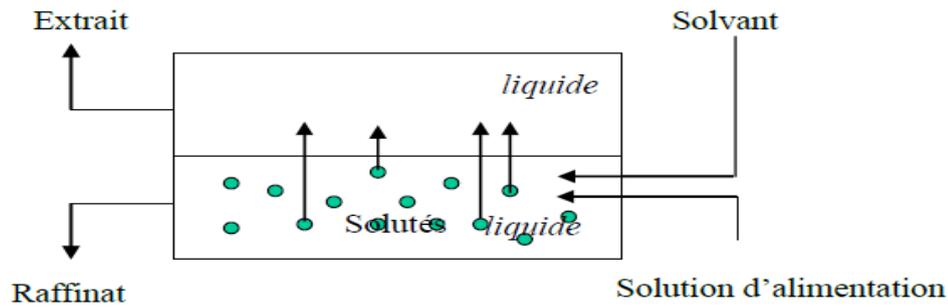


Figure 3.1 : Principe d'extraction liquide-liquide

3.3.2.2. Extraction solide-liquide

L'extraction solide-liquide est le transfert d'un ou plusieurs solutés contenus dans une phase solide vers une phase liquide. La phase contenant le soluté étant une phase solide et la phase de diffusion de soluté est la phase liquide. En principe, le solvant qui est le liquide d'extraction, dissout les composés solides ou liquides, dénommés solutés, pour donner une solution ou un extrait (solvant + soluté) et laisse un solide épuisé appelé résidu (support inactif), inerte ou insoluble contenant peu ou pas de soluté (figure 3.2) [197].

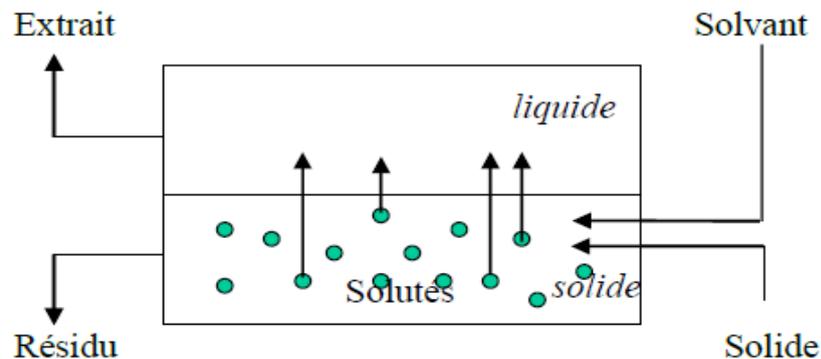


Figure 3.2 : Principe d'extraction solide-liquide

L'extraction en modes continu et discontinu sont les procédés d'extraction les plus connus. Pour ces deux procédés, le phénomène général de l'opération peut être assimilé à l'extraction en discontinue puisque l'extraction en continue est une succession d'étapes discontinues [198]. Malgré que le solide inerte ne se dissout pas dans le solvant, il intervient dans la cinétique de transfert et peut retenir plus ou moins d'extrait lors de la séparation solide-liquide. Ceci peut être dû à sa

structure [197]. La diffusion des substances solubles résulte des gradients de concentration entre la phase solide (plus concentrée) et la phase liquide, jusqu'à l'obtention d'un équilibre de distribution du soluté dans les deux phases [199].

3.4 Facteurs influents le transfert et la cinétique

Les phénomènes de transfert du soluté dans le solide, en l'occurrence la matière végétale, sont affectés par plusieurs facteurs caractérisant la matière solide (taille et forme de la particule, porosité, tortuosité et surface spécifique d'échange), le soluté (solubilité ou affinité avec le solvant) et le solvant (polarité, viscosité), ainsi que par les conditions opératoires (température, agitation, humidité) [197].

3.4.1. Influence du solide

Le solide exerce une double influence sur le transfert de matière : par sa taille et par sa structure. La taille du substrat joue un rôle déterminant dans ce procédé qui est contrôlé par le transfert interne. La réduction de la taille des particules diminue la longueur de diffusion du solvant et des solutés. Cependant, si les particules sont trop petites, on peut avoir des problèmes d'imperméabilité du lit d'extraction. La matière végétale présente une microstructure complexe formée de cellules, d'espaces intercellulaires, de capillaires et de pores. Sa description par les outils classiques du génie chimique n'est pas toujours aisée. On peut toutefois tenter de définir et de mesurer les caractéristiques telles que la porosité, la tortuosité, la taille et la forme des particules ainsi que la surface spécifique d'échange [198].

3.4.2. Influence du soluté

Le soluté à extraire influence la diffusion par sa structure moléculaire, sa taille, sa localisation, sa répartition et ses liaisons dans la matière végétale avec d'autres composés. La vitesse de diffusion diminue quand la taille moléculaire augmente. Par exemple, les vitesses d'extraction des composants hydrosolubles sont dans l'ordre croissant suivant : acides acétiques > sucre > phénol > pectines [200].

3.4.3. Influence du solvant

Le solvant à faible viscosité et de masse volumique peu élevée permet de faciliter la diffusion dans le solvant, l'agitation et la séparation mécanique [201]. Afin d'obtenir une extraction aussi rapide et complète que possible, le solvant nécessite de grandes surfaces d'échange et des chemins diffusionnels courts. Ceci peut être obtenu par le broyage de la matière solide contenant les solutés à extraire. Une granulométrie trop petite peut toutefois entraîner la formation de grumeaux et rendre le passage du solvant plus difficile. Le choix du solvant se fait selon plusieurs critères [198] :

- la solubilité de l'espèce chimique à extraire doit être élevée dans le solvant.
- la séparation de l'extrait et du solvant doit être aisée pour que le solvant puisse être réemployé et l'extrait facilement récupéré.
- le solvant doit être le plus volatil possible (température d'ébullition faible).
- la tension interfaciale et la viscosité du solvant doivent être faibles car le solvant doit correctement mouiller la matrice solide.
- le solvant doit être non toxique, stable, non réactif, non inflammable, inoffensif pour l'environnement et peu coûteux.

Le choix du solvant est très important dans l'industrie alimentaire ou pharmaceutique. Les normes et les règles d'hygiène et de sécurité sont très strictes. Il ne doit pas en rester dans les produits finaux ou bien les traces doivent être suffisamment insignifiantes pour être inoffensives.

3.4.4. Influence de la température

L'élévation de la température augmente la solubilité et la diffusivité de la solution et réduit sa viscosité. Mais elle augmente aussi la perméabilité des parois cellulaires et donc diminue la sélectivité. La température opératoire est limitée par les risques de dégradation thermique des produits et par la sécurité de l'installation en présence de solvants [201].

3.4.5. Influence de l'agitation

Une agitation mécanique des particules dans le solvant permet le maintien en suspension de celles-ci et l'homogénéisation du milieu. Elle a donc une grande influence sur le transfert de matière à l'interface solide-liquide [197].

3.4.6. Influence de l'humidité

En général, les matières végétales sont séchées pour faciliter leur conditionnement et surtout leur stockage. Un surplus d'humidité peut donc dégrader le substrat. Ainsi, lors de l'utilisation de solvants hydrophobes, la diffusivité est inversement proportionnelle à la teneur en eau du solide [198].

3.5. Mécanismes de transfert de matière en extraction solide-liquide

Généralement, le mécanisme de transfert de matières se fait en quatre étapes (figure 3.3).

- La première étape de transfert de matières est la pénétration du solvant dans la matrice du solide : c'est l'étape la plus rapide des différents processus. Elle peut donc être négligée dans le modèle cinétique global.
- La deuxième étape est la libération du soluté dans le solvant. Il existe différents modes de libération du soluté dans le solvant. Dans un premier cas, si le soluté est de forme solide, il faut le dissoudre dans la phase liquide. C'est l'étape la plus lente par rapport aux autres processus. Il sera donc nécessaire de mettre d'une quantité suffisante de solvant afin qu'il soit total. Dans un second cas, si le soluté est un liquide qui a une affinité plus élevée avec le solvant (miscible), alors la libération sera rapide avec laquelle le soluté est fixé sur les parois du solide inerte. Dans un dernier cas, quand le soluté est à l'intérieur de cellules végétales dont les parois sont peu perméables, elle sera très lente.
- La troisième étape est la diffusion de la solution riche en soluté vers la surface extérieure du solide. Elle fait intervenir la cinétique de transfert de matière. La vitesse d'extraction devra prendre en compte les diverses vitesses de diffusion dans le solide.
- La quatrième étape est le transfert de la solution enrichie contenue dans la phase solide vers la phase liquide. Il s'agit du passage de la solution riche en soluté vers la masse de solvant à l'interface solide-liquide. Une bonne

agitation homogénéise le milieu et dans ces conditions, ce passage ne constitue jamais une étape limitante grâce à une agitation [199].

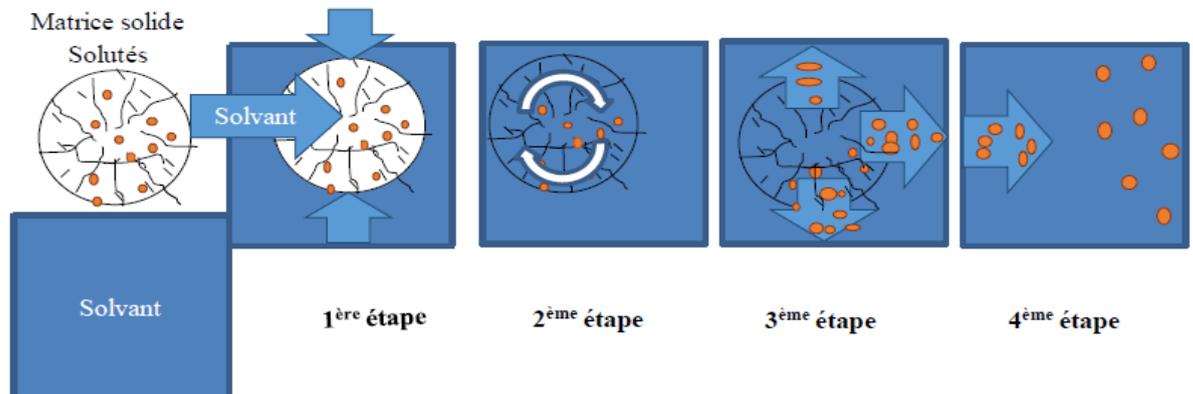


Figure 3.4 : Différentes étapes du transfert de matière en extraction solide-liquide

Plusieurs modèles ont été proposés pour représenter les caractéristiques du transfert de matière entre deux phases. Le modèle de la couche limite, le modèle de pénétration ou encore le modèle du renouvellement de surface sont les plus rencontrés [201]. Dans le cas de l'extraction solide-liquide, la loi de Fick est la base de toute modélisation.

3.6 Loi de Fick

Théoriquement, la vitesse de diffusion à l'intérieur d'une matrice solide est difficile à étudier. De manière pratique, la détermination de cette vitesse est réalisable si les conditions de diffusion sont supposées non stationnaires. En effet, la concentration du soluté varie selon le temps ainsi que sa position dans la particule solide. La seconde loi de Fick décrit cette diffusion dans un milieu binaire (équation 3.1) [202] ;

$$\frac{\partial X}{\partial t} = -D\nabla_x^2 X \quad (3.1)$$

Où, X est la fraction de soluté dans le solide (adimensionnel), D_x , le coefficient de diffusion moléculaire du soluté ($m^2.s^{-1}$).

Cette équation est valable pour une diffusion d'un soluté dans un corps poreux rigide. Cette diffusion nécessite une condition d'expérimentation telle que la structure soit considérée comme quasi-homogène et macroscopiquement isotrope. Pour la matière végétale, le coefficient de diffusion moléculaire doit être un coefficient de diffusion apparent qui tient compte de la porosité et de la

tortuosité de la matrice solide [200].

Si le transfert est supposé monodirectionnel et le coefficient de diffusion reste constant, la résolution analytique sera accessible. Par contre, si ce coefficient est variable, il faut avoir recours à des résolutions numériques.

La détermination du coefficient de diffusion moléculaire D_x qui dépend des conditions initiales, des conditions limites et de la variation de la concentration du soluté dans le solide [201]. En général, pour les matières végétales, les solutés sont très souvent localisés à l'intérieur des cellules. Ce phénomène de transfert est le plus courant en extraction solide-liquide. Il s'agit du passage d'un soluté à travers une membrane par diffusion d'une solution concentrée vers une solution diluée pendant lequel la diffusion du solvant aura lieu en un sens opposé.

3. 7. Modélisation

Plusieurs approches ont été adoptées pour modéliser le transfert de matière lors d'une extraction solide-liquide [203]. Dans cette étude, le modèle de Sovova et al. [205], le modèle de Mafarat et al. [206] mais également le modèle cinétique du pseudo-second ordre [193] ont été étudiés. Bien qu'appelé modèle cinétique, ce modèle permet de déterminer le coefficient de transfert de matière.

3.7.1. Modèle de Mafarat et Béliard

Ce modèle repose sur le fait que le transfert de matière est limité par la convection dans le film liquide. Le bilan de matière sur le soluté est donné par l'équation 3.2.

$$m = \frac{dC_s(t)}{dt} = -KA(C_s(t) - C_l(t)) = -K'(C_s(t) - C_l(t)) \quad (3.2)$$

où, \dot{m} est le débit massique du soluté transféré (en g de soluté . kg⁻¹ de matière solide . s⁻¹), K , le coefficient global de transfert de matière par unité de surface (en m²min⁻¹), A , l'aire d'échange de la phase solide (en m²), K' , le coefficient global de transfert de matière (min⁻¹), $C_s(t)$ la concentration de la phase solide en soluté (en g de soluté. kg⁻¹de solide) et $C_l(t)$, la concentration de la phase liquide en soluté (en g de soluté . kg⁻¹ de liquide).

Les auteurs ont supposé que le processus de diffusion soit le processus

limitant, non celui de solubilisation, le coefficient de partage du soluté entre les deux phases est égal à l'unité et la perte de masse de la phase solide consécutive à la diffusion de soluté est compensée par un gain de masse équivalent de solvant migrant dans la phase solide. Le bilan matière sur le soluté peut également être écrit par l'équation 3.3

$$sMC_s(0) = \overline{sMC_s(t)} + (1-s)MC_I(t) \quad (3.3)$$

où, M (g) est la masse totale de la solution filtrée, s (adimensionnel) la masse de la phase solide rapportée à la masse totale de la solution et $C_s(0)$ (g.kg⁻¹), la teneur initiale du soluté dans la phase solide. En combinant les équations 3.2 et 3.3, le modèle de Mafarat et Béliard I peut être défini par l'équation 3.4.

$$C_I(t) = sC_s(0) \left[1 - e^{-\left(\frac{K'}{1-s}\right)t} \right] \quad (3.4)$$

Cette équation peut se présenter sous une autre forme équivalente (équation 3.5), notée modèle de Mafarat et Béliard II. Le produit du rapport s par $C_s(0)$ est égal à la concentration en soluté de la phase solide après un temps infini $C_I(\infty)$. λ représente le rapport entre le coefficient global de transfert de matière K' et le coefficient $1-s$.

$$C_I(t) = C_I(\infty)(1 - e^{-\lambda t}) \quad (3.5)$$

L'introduction d'une puissance b dans l'équation 3.5 rend cette dernière pseudo-diffusionnelle, noté modèle de Mafarat et Béliard pseudo-diffusionnel (équation 3.6) et améliore le résultat de ce modèle. Pour tester leur validité, il est nécessaire de comparer les prédictions de ces modèles avec les mesures expérimentales [197,198].

$$C_I(t) = C_I(\infty)[1 - e^{-\lambda t}]^b \quad (3.6)$$

3.7.2. Modèle de Sovova

Dans ce modèle, une fraction E du soluté est située dans des cellules à parois cassées et facilement accessible. Ainsi, une fraction $1-E$ est localisée dans des cellules à parois intactes. Pour ce modèle, quelques hypothèses sont introduites. Les particules solides sont assimilées à des sphères dont le diamètre, la masse

volumique et la température restent constantes durant l'extraction. Pour cela, l'extraction est souvent assimilée à une réaction chimique. L'extrait obtenu doit avoir des propriétés physiques et diffusionnelles moyennes. L'équilibre thermodynamique à l'interface est atteint quasi-instantanément. En considérant la symétrie du problème, la concentration du soluté ne dépend que de la variable spatiale et du temps [197].

Son principe est basé sur la résolution de l'équation de Fick relative au transfert de masse conditionné à une température et pression constantes. Si le coefficient de diffusion moléculaire est constant et le milieu solide est isotrope, cette loi s'écrit (équation 3.7) :

$$C_I(t) = C_I(\infty) \left[1 - f e^{\left(\frac{t}{T_1}\right)} - (1 - f) e^{\left(\frac{t}{T_2}\right)} \right] \quad (3.7)$$

où T_1 et T_2 (min) sont les deux constantes de temps caractéristiques des deux phénomènes de diffusion du soluté, à partir des cellules cassées facilement réalisable et des cellules intactes plus difficile et plus lente et f est le paramètre fonction de la fraction E de soluté situé dans des cellules à parois cassées [197].

3.7.3. Modèle cinétique du pseudo-second ordre

L'étude de l'extraction solide-liquide peut être assimilée à une réaction physico-chimique et il est connu que les lois de la cinétique chimique peuvent être appliquées à certaines opérations unitaires telles que l'adsorption, l'extraction solide-liquide [6, 17]. Le procédé d'extraction solide-liquide est considéré comme l'inverse de l'adsorption. Les bases des équations cinétiques pour les deux procédés sont donc les mêmes. Le modèle du pseudo-second ordre établi par Y.-S. Ho *et al.* [199] a montré, dans l'étude des mécanismes cinétiques du procédé d'extraction des composés hydrosolubles de l'aubier de tilleul, qu'un modèle basé sur un processus de pseudo-second ordre d'extraction était le modèle le plus approprié pour une opération d'extraction solide-liquide. Selon la loi cinétique de second ordre, la vitesse de dissolution de la matière à extraire de la plante dans la solution est décrite par l'équation 3.8.

$$\frac{dC_t}{dt} = K(C_s - C_t)^2 \quad (3.8)$$

Où, k est la constante cinétique d'extraction de second ordre ($L \text{ g}^{-1} \text{ min}^{-1}$), C_s la

capacité d'extraction (concentration en soluté à la saturation en g L⁻¹) et C_t la concentration en soluté dans la solution (g L⁻¹), à tout instant t (min). Pour la résolution de cette équation, plusieurs hypothèses ont été proposées. L'extraction a été supposée équivalente seulement à la diffusion de soluté des cellules de la plante vers la solution. Ainsi, la concentration en soluté à saturation de la solution dans les mêmes conditions a été considérée constante [6]. Dans les conditions initiale et limite, du temps $t = 0$ à t , où la concentration en soluté varie de $C_t = 0$ à C_t , l'intégration de la loi cinétique du second ordre conduit à l'équation 3.9.

$$C_t = \frac{KC_s^2}{1 + C_s Kt}$$

En linéarisant, la vitesse d'extraction peut être écrite avec l'équation 3.10 ensuite l'équation 3.11.

$$\frac{1}{C_t} = \frac{1}{KC_s^2} + \frac{t}{C_s} \quad (3.10)$$

$$\frac{C_t}{t} = \frac{1}{\frac{1}{KC_s^2} + \frac{t}{C_s}} \quad (3.11)$$

Lorsque t tend vers zéro, la vitesse correspondante à C_t devient la vitesse initiale d'extraction et peut être définie par l'équation 3.12. Après réarrangement, la concentration en soluté à tout moment peut être exprimée en fonction de t (équation 3.13).

$$h = KC_s^2 \quad (3.12)$$

$$C_t = \frac{t}{\frac{1}{h} + \frac{t}{C_s}} \quad (3.13)$$

La vitesse d'extraction initiale, h , la capacité d'extraction, C_s , et la constante d'extraction de second ordre, k , peuvent être déterminées expérimentalement à partir de la pente et de l'ordonnée à l'origine de la droite t/C_t en fonction du temps. Pour traiter les données, plusieurs logiciels peuvent être utilisés comme le logiciel Excel, Matlab, etc.

CHAPITRE 3

MATERIELS ET METHODES

3.1 Contexte et démarche

La santé humaine est mise en danger par de nombreuses maladies causées par le stress oxydatif, ce qui réclament la recherche de produits riches en antioxydants naturels réduisant ainsi les risques de ces maladies. Les figues et le l'huile d'olive, ainsi que leurs dérivés de terroirs, sont une bonne source d'antioxydants naturels, d'où l'intérêt d'étudier leur propriétés nutritionnelles et thérapeutiques.

L'huile d'olive (*Olea Europaea*), La figue (*Ficus carica*), apparaît comme un modèle alimentaire le plus adapté en matière de santé, Ils sont l'héritage d'une antique tradition, sont consommées par la haute valeur nutritionnelle grâce aux effets nutritionnels et thérapeutiques qui ont été principalement attribués à son profil adéquat en acides gras et à ses composants mineurs.

Les figues en combinaison avec l'huile d'olive sont couramment utilisées comme remède naturel par les habitants des zones côtières. Cette combinaison puissante peut traiter efficacement de nombreuses conditions de santé, y compris les maladies intestinales, l'infertilité, les hémorroïdes et bien d'autres. Le présent travail a pour objectif la recherche d'une composition optimale d'un mélange Figue sèche-huile d'olive extra vierge afin d'arriver à avoir la meilleure teneur en composés phénoliques et en acides gras, qui est réalisée en mettant en œuvre deux mélanges (des figues coupées en morceaux et des figues complètes). Pour mieux évaluer ses capacités antioxydantes et anti inflammatoire, et une meilleure compréhension de la cinétique de transfert de matière qui se produisent au sein de la figue sèche et l'huile d'olive en mélange en faisant appel à la méthode de macération traditionnel.. Le but est aussi de développer un modèle de conservation plus efficace qui donne lieu à un produit plus riche et représentatif. Afin de mieux cerner cet objectif, le présent travail s'est déroulé en trois étapes qui sont représentées par les études suivantes :

- La première étude intitulée : Effet de l'impregnation de deux variétés de figes sèches (Abrkane de couleur noire et Taamrioute de couleur blanche) dans l'huile d'olive extra verge dans l'amélioration des propriétés physico-chimiques et biologiques. L'objectif principal de cette étude est d'évaluer l'apport nutritionnel et thérapeutique des figes sèches de deux couleurs et l'huile d'olive extra vierge seules et après 90 jours de macération par une étude de la caractérisation des paramètres physicochimiques, quantification des composés phénoliques (polyphénols totaux, les flavonoïdes et les tannins), évaluation de l'activité anti-oxydante et l'activité antiinflammatoire. Dans ce contexte, nous avons choisi une seule concentration de chaque variété des figes sèches (150g/80ml m/v figes sèches /huile d'olive).

- La deuxième étude intitulée : identification des composés phénoliques et des acides gras de l'huile d'olive restante d'un mélange figes sèches huile d'olive. L'objectif principal de cette étude est d'évaluer l'effet de l'imprégnation sur la qualité de l'huile d'olive restante de mélange par les figes sèches pendant 90 jours de macération sur la teneur en composés phénoliques et la composition en acides gras. Dans ce contexte, nous avons choisi cinq concentrations des figes sèches (1figue, 3figes, 5figes, 7figes, 9figes) et quatre volumes de l'huile d'olive (25 ml, 50 ml, 100 ml, 150 ml)

- La troisième étude intitulée : étude, de la cinétique de diffusion de l'huile d'olive avec les figes sèches. L'objectif principal de cette étude est de valider un modèle qui présente la meilleure concentration des figes à ajouter dans l'huile qui donne lieu à un produit plus riche et représentatif, Dans ce contexte, nous avons choisi cinq concentrations des figes sèches (1figue, 3figes, 5figes, 7figes, 9figes) et quatre volume de l'huile d'olive (25ml, 50ml, 100ml, 150ml). Les paramètres suivants ont été suivis avant, pendant et après : poids, la longueur, la largeur et l'épaisseur des figes, le volume de l'huile restante et le Co effusion de diffusion k.

3.2 Lieux de travail

La présente étude a été réalisée au niveau du : Laboratoire de Génie chimique, Département chimie industriel, Université de Blida. Centre de Recherche Scientifique et Technique en Analyses Physico Chimiques CRAPC de Bo-Ismaïl, Tipaza. Centre de Recherche et de Développement (CRD) de l'unité antibiotique SAIDAL de Media.

3.5 Matériel

3.5.1 Matériel végétal

3.3.1.1 Huile d'olive

L'étude a porté sur l'huile d'olive extra vierge de la campagne oléicole 2015/2016 de la variété Sigoise cultivée dans la région de l'ouest de l'Algérie (Mascara), obtenues à partir d'une unité équipée d'un système d'extraction à froid, préservé dans des bouteilles en verre foncé propres et sèches d'un volume minimal de 250 ml et frigorifiés afin d'éviter le phénomène d'auto-oxydation.

3.5.2 Figue sèche

Les Figues sèches de variété noire (Abrkane) cultivée dans la région du centre de l'Algérie (Bouira) ont été récoltées puis séchées traditionnellement par les agriculteurs et la figue sèche blanche (Taamrioute) cultivée dans la région est de l'Algérie (Sétif) récoltées puis séchées traditionnellement par les agriculteurs, les deux échantillons ont été conservés au réfrigérateur.

3.3.3 Matériel biologique

Les souris albinos Swiss (mâles et femelles) de poids variant entre 20 et 30 g ont été utilisées. Ces animaux ont été élevés au niveau de l'animalerie de Centre de Recherche et de Développement (CRD) de l'unité antibiotique SAIDAL de Media, dans des conditions standard d'éclairage (12 heures d'éclairage blanc, 12 heures d'obscurité) et à la température ambiante ($25 \pm 1^\circ$). Ils recevaient

une nourriture standard et s'abreuyaient à volonté avec l'eau du robinet.

3.3.4 Réactifs, solvants et appareillage

Tous les produits chimiques utilisés, dans cette étude, sont de qualité analytique. Les réactifs, solvants et appareillage sont résumés dans l'appendice B (Tableau B.1 et Tableau B.2).

3.3.5 Procédures de macération

3.3.5 .1. Première mélange

L'imprégnation des figes sèches dans l'huile d'olive a été préparée selon la méthode traditionnelle. Les figes ont été découpées en petit morceaux et mis dans des bocaux en verre fumé de (250 ml). L'huile est ensuite ajoutée aux morceaux de fruits jusqu'à immersion avec un rapport (150g/80ml). Les bocaux ont été stockés dans l'obscurité et à température ambiante. L'effet de la charge de figes séchées, utilisées pour le mélange de l'huile d'olive vierge, a été réalisé comme suit (Figure. 3.1, Figure3.2).

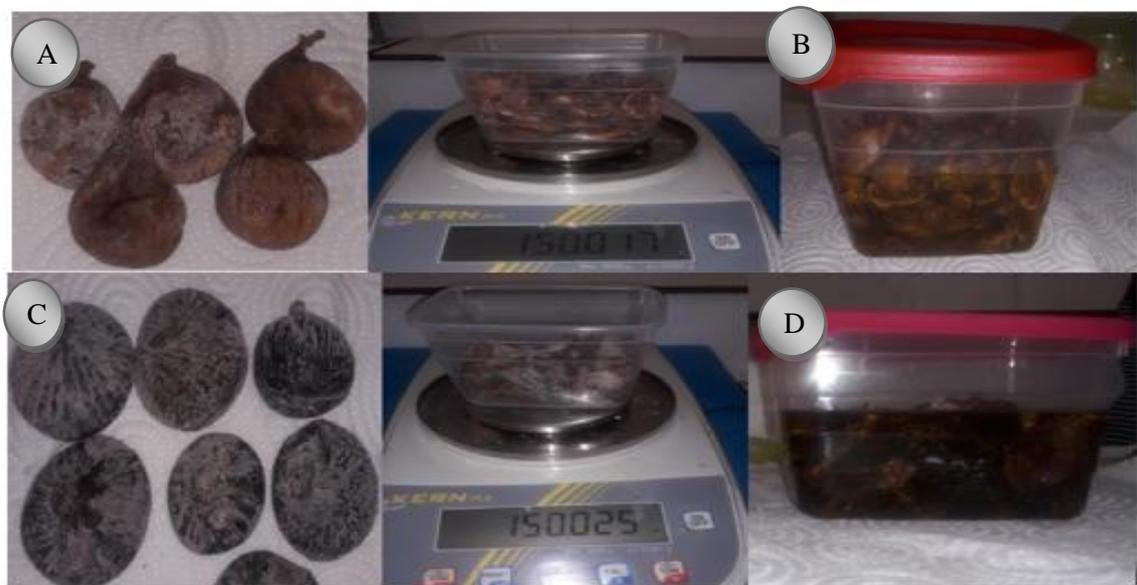


Figure 3.2 : Représentation schématique des étapes de l'étude réalisée A : figes seches Taamrioute B : mélange fige Taamrioute /huile C : figes sèche Abrekane, D : mélange fige Abrekane/huile.

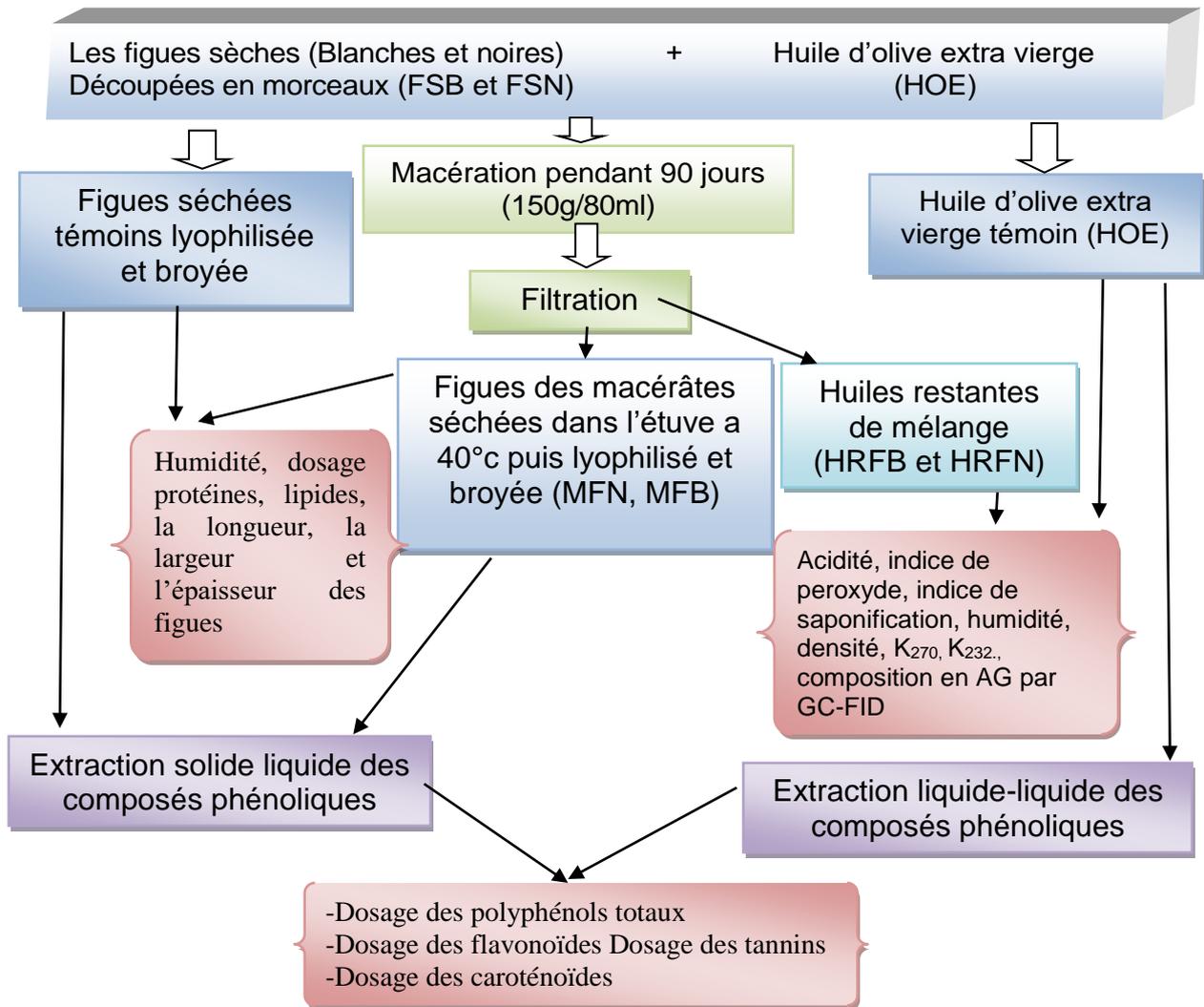


Figure 3.2 : Représentation schématique des étapes de la première étude réalisée

3.3.5.2 Deuxième mélange L'imprégnation des figues sèches dans l'huile d'olive a été préparée selon la méthode traditionnelle. Les figues complètes mis dans des bocaux en verre fumé de (250 ml). L'huile est ensuite ajoutée aux figues avec un rapport (1 Figue, 3 Fignes, 5Fignes, 7Fignes 9Fignes /25ml, 50ml, 100ml, 150ml).

Les bocaux ont été stockés dans l'obscurité et à température ambiante. Une étude préliminaire a été effectuée pour déterminer le rapport optimal solide liquide qui sera appliqué dans le reste des investigations. L'effet de la charge de figues séchées, utilisées pour le mélange avec l'huile d'olive vierge, a été réalisé comme suit (Figure. 3.3, Figure 3.4) :



Figure 3.3 : Représentation schématique des étapes de l'étude réalisée

A : mélange figes seches huile d'olive B : huile restante de mélange C : lyophilisation des macérâtes

Le tableau ci-dessous énumère les différentes compositions afin de mettre en évidence le mécanisme d'enrichissement des figes par l'huile d'olive

Tableau 3.1 Présentation de L'enrichissement partie 2

Volume de l'huile	25ml	50ml	100ml	150ml
Nombre de figes	1 figue+ 25 ml	1 figue+ 50ml	1 figue+ 100ml	1 figue+ 150ml
	3 figes+ 25 ml	3 figes+ 50 ml	3 figes+ 100 ml	3 figes+ 150ml
	5 figes+ 25 ml	5 figes+ 50ml	5 figes+ 100 ml	5 figes+ 150ml
	7 figes+ 25 ml	7 figes+ 50ml	7 figes+ 100ml	7 figes+ 150ml
	9 figes+ 25 ml	9 figes+ 50ml	9 figes+ 100ml	9 figes+ 150ml

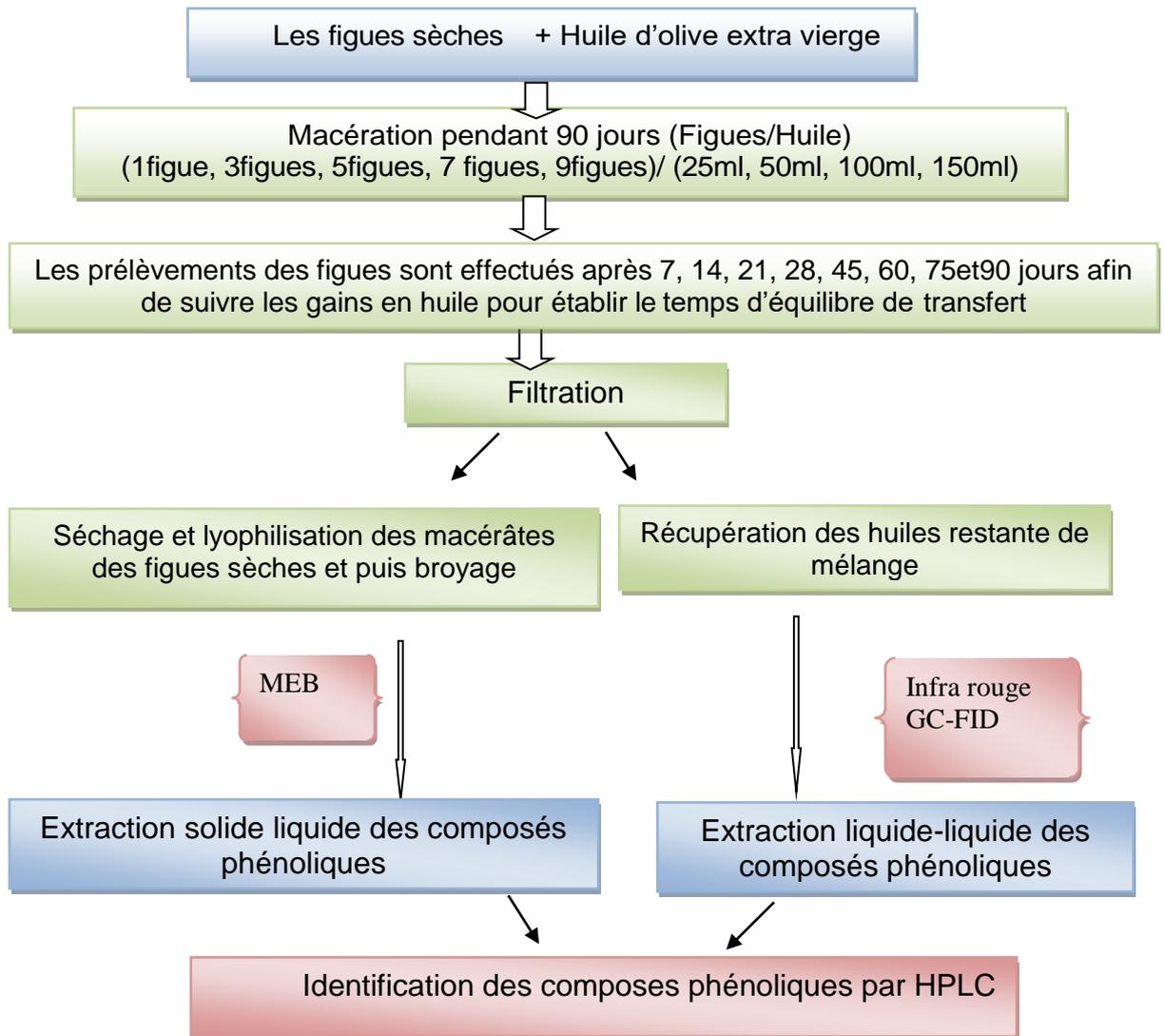


Figure 3.5: Représentation schématique des étapes de deuxième et troisième étude réalisée

3.6 Méthodologies

3.4.1 Analyse nutritionnelle et photochimique des figues sèches, huile d'olive et les macérâtes des figues sèches et l'huile restante de mélange

Une caractérisation physicochimique a été effectuée des deux variétés des figues séchées, puis l'huile d'olive extra vierge, les macérâtes des figues sèches, l'huile restante des macérâtes et une évaluation de l'activité antioxydante et l'activité anti inflammatoire des extraits méthanoliques afin de sélectionner l'extrait à fort pouvoir anti oxydant et anti inflammatoire. La qualité physico-chimique et

nutritionnelle des deux variétés des figes sèches et l'huile d'olive ont été déterminées et qui a comprenait :

- Analyse de l'acidité, L'indice de peroxyde, la densité, l'indice de saponification l'humidité, Les coefficients des extinctions septiques dans l'ultraviolet à 232 nm (K232) et 270 nm (K270) , la longueur , la largeur , l'épaisseur et la poids des figes sèches .
- Analyse de la composition en nutriments (protéines, matière grasse et les sucres totaux.
- Extraction, quantification et identification des composés phénoliques
- Quantification et identification des acides gras de la fraction lipidique.
- Analyse de la microstructure par microscope électronique à balayage (MEB).
- Etude de l'activité antioxydant et l'activité anti inflammatoire.

3.4.1.1 Détermination de l'acidité titrable de l'huile d'olive

L'acidité de l'huile d'olive représente la quantité d'acides gras libres, exprimée en gramme d'acide oléique par 100 g d'huile d'olive. Une masse de 0.5g d'huile est additionnée de 5 ml du mélange éthanol/éther du pétrole (50/50). La neutralisation des acides gras libres est effectuée avec une solution d'hydroxyde de potassium (0,1N) en utilisant la phénolphtaléine (1%) comme indicateur coloré (apparition d'une couleur rose). L'acidité (A) est calculée selon la formule suivante

$$A = V * N * m / 10 * M$$

A : Acidité exprimée en pourcentage. V : Volume (ml) de la solution KOH utilisée pour le titrage. N : Normalité de la solution KOH (0,1N). m : Masse (g) de la prise d'essai. M : Masse molaire de l'acide oléique (282g/mol).

3.4.1.2 Détermination de l'acidité titrable des figes

Après extraction des acides à partir d'une solution de 10% de broya de figes dans de l'eau distillée, l'acidité est titrée en utilisant de la soude (0,01 N) jusqu'à pH 8,1 ± 0,2 (ISO 70, 1998). Les résultats sont exprimés en g d'acide citrique par

100g de matière sèche (MS), en utilisant la formule suivante :

$$A = \frac{C_{\text{NAOH}} - V_{\text{NAOH}} * 0,064}{m} * 100$$

A : Acidité titrable : exprimée en g d'acide citrique par 100 g MS. C_{NAOH} : concentration de la solution de soude (0,01 mol/l). V_{NAOH} : volume (ml) de soude ajouté pour atteindre le pH de 8,1. m : poids de l'échantillon utilisé pour le test. 0,064 : facteur conventionnel établi pour l'acide citrique.

3.4.1.3 Détermination de la teneur en humidité

La détermination de la teneur en humidité a été effectuée par étuvage à 103 ± 2 °C jusqu'à poids constant selon la méthode NF EN 12145. 5 grammes de l'échantillon ont été introduits dans un creuset préalablement pesé. Les résultats ont été exprimés en pourcentage du poids d'eau par rapport au poids initial selon l'équation suivante :

$$H = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} * 100$$

H : taux d'humidité, exprime en pourcentage (%) en masse ; m_0 : masse, en gramme, de la capsule vide ; m_1 : masse, en gramme, de la capsule et de la prise d'essai ; m_2 : masse, en gramme, de la capsule et le résidu sec.

3.4.1.4 Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde c'est le nombre de milliéquivalents d'oxygène contenus dans un kilogramme de produit et oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode. La méthode utilisée est celle du règlement CEE /2568/91.

Un échantillon de 2 g d'huile est introduit dans une fiole, 10 ml de chloroforme sont ajoutés, tout en agitant, afin de dissoudre l'huile ; suite à quoi 15 ml d'acide acétique glacial et 1 ml d'une solution d'iodure de potassium (KI) saturée sont ajoutés, la fiole est bouchée rapidement, puis agitée vigoureusement pendant 1 minute et laissée à l'obscurité pendant 5 min à température ambiante. 75 ml d'eau

distillée sont ensuite ajoutées ainsi que quelques gouttes d'empois d'amidon, le tout est titré avec le thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) à 0,01 N en agitant vigoureusement

$$IP(\text{meq d'O}_2/\text{kg}) = \frac{N(V - V_0)}{m} * 1000$$

IP : indice de peroxyde (meq d'O₂/kg) N: normalité de Na₂S₂O₃ (0,01N) ; V et V₀: volume en ml de Na₂S₂O₃ nécessaire pour le titrage de l'échantillon et de l'essai à blanc respectivement. m : masse en gramme de la prise d'essai (2g).

3.4.1.5 L'extinction spécifique

Le coefficient d'extinction spécifique est déterminé selon la méthode officielle décrite par le COI (1996). Après avoir filtré les échantillons d'huiles via le sulfate de sodium anhydre, une solution à 1% d'huile dans le cyclohexane a été préparée. La lecture s'est faite dans des cuves en quartz de parcours optique de 1 centimètre aux longueurs d'onde de 232 et 270 nm. En employant comme blanc le solvant employé. Les extinctions spécifiques rapportées aux différentes longueurs d'onde sont calculées comme suit :

$$K_\lambda = \frac{A_\lambda}{C * L}$$

K_λ : extinction spécifique à la longueur d'onde λ ; A_λ : absorbance à λ nm ; C : concentration de la solution en g/100 ml ; L : épaisseur de la cuve en centimètre (1cm).

3.4.1.6 Dimensions des figes fraîches

Les poids unitaires des figes sèches avant et après le mélange de chaque échantillon sont mesurés à l'aide d'une balance analytique. Le poids moyen par unité de fruit exprimé en grammes est rapporté pour chacune des variétés. Les dimensions des variétés de figes sont mesurées. Les longueurs, les largeurs et les épaisseurs unitaires de dix figes avant et après le mélange pendant 90 jours

et les résultats sont rapportés en millimètres.

3.4.1.7 Dosage des sucres totaux

La méthode colorimétrique de DUBOIS et al. [148] permet de doser les sucres totaux. En milieu acide et à chaud, les pentoses (C5) et les hexoses (C6) subissent une cyclisation pour donner respectivement le furfural et l'hydroxyméthyl furfural. Les composés ainsi formés réagissent avec le phénol pour donner un complexe coloré jaune-orange présentant une absorption maximale à 450 nm. Le complexe coloré ainsi formé permet le dosage spectrophotométrique des sucres et leurs dérivés.

Une prise d'essai de 5 g d'échantillon, 1,5 g de carbonate de sodium (pour neutraliser l'acidité) et 200 ml d'eau distillée sont placés dans un bécher de 250 ml. Le mélange est porté à ébullition (100 °C), tout en agitant, pendant 30 minutes puis filtré sur un papier filtre. Le filtrat est ajusté à 500 ml en utilisant l'eau distillée. 1 ml de phénol à 5 % (M/V) est ajouté à 1 ml de filtrat et le mélange est agité soigneusement. Un volume de 5 ml d'acide sulfurique concentré est versé sur le mélange précédent en 5 secondes et agité rapidement.

Le mélange est laissé refroidir à la température de la salle pendant 30 minutes et à l'obscurité puis l'absorbance est lue à 490 nm contre un blanc. La teneur en sucres totaux est exprimée en g/100 g de matière fraîche en se référant à la courbe d'étalonnage de glucose (8 à 48 µg/ml) (Appendice E : Figure E.5).

3.4.1.8 Dosage des lipides

La détermination du taux de la matière grasse a été effectuée selon la méthode d'extraction au soxhlet en utilisant l'hexane comme solvant à reflux (NA 1933).

30 g d'échantillon ont été introduits dans une cartouche d'extraction en cellulose, qui a été bouchée avec du coton cardé et placée dans le soxhlet. 300 mL d'hexane sont introduits dans un ballon d'ébullition préalablement pesé. Le soxhlet est monté et le ballon chauffé à ébullition du solvant. Un système de réfrigération permet de condenser les vapeurs du solvant destinées à entraîner les lipides. Les matières grasses sont extraites pendant 4 à 6 h et recueillies dans le

solvant qui est ensuite évaporé au Rotavapor à 40 °C. Le ballon contenant la matière grasse a été pesé. La teneur en matière grasse a été déterminée selon la formule suivante :

$$MG\% = \frac{P_F - P_0}{F_E} * 100$$

MG% : Taux de matière grasse. PE : Prise d'essai (30) PO : Poids du ballon vide
PF : Poids du ballon contenant les matières grasses

3.4.1.9 Dosage des protéines

Les protéines sont extraites à partir de 0,4 g de lyophilisat de figue en utilisant 10 ml d'éthanol 70% pendant 24 h. Après centrifugation à 5000 tpm/15 min, le surnageant contenant les protéines est récupéré (Landi Librandi et al., 2007).

Le dosage des protéines est réalisé suivant la méthode de Bradford et al. (1976). Un volume de 200 µl d'extrait est mélangé avec 2,5 ml du réactif de Bradford. Après 5 min d'incubation, l'absorbance est mesurée à 595 nm. La concentration en protéines est déterminée en se référant à une courbe d'étalonnage obtenue avec la sérumalbumine bovine (BSA) (Figure 2, Annexe 2) et les résultats sont exprimés en g/100g MS.

3.4.1.10 Extraction des poly phénols

3.4.1.10. a Extraction liquide– liquide des composés phénoliques d'huile d'olive

Pour l'extraction des poly phénols de la fraction apolaire on précède à la méthode de Vassili et al., (2009), 1g d'huile est dissout dans 5 ml d'hexane, puis 5 ml du mélange méthanol/ eau (60 :40, v/v) est ajouté, après agitation par un vortex. On récupère la phase méthanolique, on réalise un deuxième lavage, auquel on ajoute 5ml d'hexane. Enfin on centrifuge à 3500 tours pendant 10 minutes, on récupère la phase méthanolique dans laquelle on dose les différents composés.

3.4.1.10.b Extraction solide-liquide des composés phénoliques des figes sèches.

L'extraction solide-liquide est appliquée pour extraire les composés phénoliques des figes sèches. Une aliquote de broyat de figue (200 mg) est introduite dans un tube à essai puis 10 ml de solvant (acétone 60%) sont ajoutés. Le tube est placé dans un bain marie équipé d'un agitateur automatique à 40° C et 120 min. L'extrait est récupéré par centrifugation à 5000 tpm / 10 min puis filtré et conservé au réfrigérateur.

3.4.1.11 Analyse quantitative des polyphénols

a. Dosage des composés phénoliques totaux

Le dosage des poly phénols totaux repose sur la méthode de Folin-Ciocalteu. Ce dernier est un réactif composé d'acide phospho-tungstique (H₃PW₁₂O₄₀) et d'acide phosphomolybdique qui se réduisent, dans un milieu basique, en un mélange d'oxydes bleus de tungstène et de molybdène par les composés phénoliques. L'intensité de la coloration bleue produite est proportionnelle à la quantité de poly phénols présents dans l'extrait.

La méthode de dosage des poly phénols utilisé est celle décrite par Velioglu et al., (1998). Un volume de 200 µl d'extrait est additionné de 750 µl du réactif de Folin-Ciocalteu, après 5 min, 400 µl de carbonate de sodium (7%) sont ajoutées. Le mélange réactionnel est laissé à l'obscurité durant 60 min à température ambiante. L'absorbance de la coloration bleue développée est mesurée à 750 nm. La teneur en poly phénols est déterminée en référence à une courbe d'étalonnage obtenue avec l'acide gallique. Les résultats sont exprimés en mg d'équivalent acide gallique (EAG) par 100 g MS (Annexe 4, figure 5).

b. Dosage des flavonoïdes

La teneur en flavonoïdes est déterminée selon la méthode de Djeridane et al., (2006) qui consiste à mélanger 1 ml d'extrait et 1 ml de la solution de chlorure d'aluminium (AlCl₃) à 2%. Le mélange est laissé 10 min à l'obscurité et à température ambiante. Après incubation, l'absorbance est mesurée à 430 nm. Un

témoin a été préparé en remplaçant l'extrait par le même volume du solvant d'extraction. La teneur en flavonoïdes est exprimée en μg d'EQ/g d'huile, en se référant à une courbe d'étalonnage réalisée à l'aide de la quercitrine comme standard (Annexe 4, figure 4).

c. Dosage des caroténoïdes de l'huile d'olive

Pour déterminer la teneur en caroténoïdes nous avons appliqué le protocole décrit par Rougeau, (1981). 1g d'huile filtrée est mélangé avec 9 ml du n-hexane. L'absorbance est mesurée à 450 nm. Les teneurs en caroténoïdes sont exprimées en mg d'équivalent β carotène, en se référant à une courbe d'étalonnage (Annexe 4, figure 3).

d. Dosage des caroténoïdes des figes sèches

Les teneurs en caroténoïdes des figes sont déterminées selon Lichtenthaler et Wellburn, (1983). Le broya de figue (400 μg) est extrait par 10 ml d'éther diéthylique sous agitation magnétique et à l'abri de la lumière pendant 30 min. Après centrifugation à 5000 tpm/10 min, l'absorbance est mesurée à 470, 644 et 662 nm. Les concentrations en caroténoïdes des extraits sont calculées selon les formules ci -après et les résultats sont exprimés en mg/100g MS.

e. Les tanins condensés

Les tanins condensés ont été déterminés par la méthode spectrophotométrique de vanilline en milieu acide décrite par BA et al. [171]. Le réactif vanilline-HCl est spécifique pour les flavane-3-ol et proanthocyanidines. La réaction est basée sur la condensation de l'aldéhyde phénolique (vanilline) avec la structure de phloroglucinol de flavan-3-ol et de proanthocyanidines dans des conditions acides en méthanol ou éthanol [172].

Le réactif de vanilline a été préparé en mélangeant à volume égal : l'HCl à 8 % (v/v) dans le méthanol et la vanilline dans le méthanol à 4 % (p/v). Le mélange est maintenu à 30 °C avant le dosage. Une prise d'essai de 200 μl de chaque extrait à

analyser a été mélangée avec 1000 µl du réactif de vanilline. Le mélange a été agité puis incubé à l'obscurité pendant vingt minutes à température ambiante. L'absorbance a été lue à 500 nm avec un spectrophotomètre UV-Visible contre un blanc préparé par la même manière précédente en remplaçant l'extrait par le méthanol. La concentration en tanins condensés est exprimée en microgramme équivalent catéchol par gramme de matière fraîche en se référant à la courbe d'étalonnage de catéchol (huit concentrations allant de 0 à 0,9 g / ml p/v) (Appendice E, Figure E.8).

3.4.1.11 Etude de l'activité antioxydante

Le réactif DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl) est un composé chimique qui fut l'un des premiers radicaux libres utilisé pour étudier la relation structure-activité antioxydante des composés phénoliques. Il est réduit par un transfert d'hydrogène qui provient des différents antioxydants qui se trouvent dans le milieu réactionnel à la forme d'hydrazine (non radical) en acceptant un atome d'hydrogène. La mesure de l'efficacité d'un antioxydant se fait en mesurant la diminution de la coloration bleue, due à une recombinaison des radicaux DPPH, mesurable par spectrophotométrie à une absorbance de 517 nm [170].

Un volume 0.975 ml de la solution méthanolique de DPPH fraîche (0.0024 g/100 ml méthanol) est ajoutée à 0,25 ml de l'extrait méthanolique de chaque échantillon à différentes concentrations (2 - 100 µg/ml). Le mélange est fortement agité, incubé pendant 30 min à l'obscurité. L'absorbance a été mesuré à 517 nm contre un blanc méthanol avec un spectrophotomètre UV-visible. Le contrôle négatif est composé de 0,25 ml d'éthanol et de 0,975 ml de la solution de DPPH•. Le contrôle positif est représenté par une solution d'un antioxydant standard. Le pourcentage d'activité anti radicalaire (I%) est calculé selon la formule suivante :

$$AA\% = \frac{A_0 - A_S}{A_0} * 100$$

Avec : AA : activité antioxydante (%). A0 : densité optique du contrôle (nm). AS : densité optique de l'échantillon (nm). Les antioxydants synthétiques, le BHT

(hydroxytoluène butylé) et la vitamine C (acide ascorbique) sont utilisées comme standards à différentes concentrations. Le résultat est exprimé en mg de vitamine C équivalent (mg E VC) par ml de l'extrait. Les valeurs d'IC50 (concentration inhibitrice de DPPH à 50% de radicaux libres) des extraits sont calculées par la méthode de régression linéaire à partir de la courbe [% inhibition = f (concentrations)].

3.4.1.12 Activité antioxydante par le test FRAP

Le pouvoir antioxydant par réduction du fer, communément connu par FRAP pour Ferric Reducing Antioxidant Power de nos extraits, est déterminé par la méthode décrite par Kaur et al [173]. et modifié par Hmid et al [174].

Un volume de 1ml de l'extrait méthanoliques à différentes concentration (2-100 µg/ml) est additionné à 2,5 ml de tampon phosphate (0,2 M, pH 6,6) et 2,5 ml de ferricyanure de potassium (1 %, m/v), le tout est bien mélangé. Le mélange est incubé à 50 °C, pendant 20 min. Après 2,5 ml d'acide trichloracétique (10 %, m/v) sont ajoutés au mélange, centrifugé à 3000 tpm pendant 10 min. Ensuite 2,5 ml du mélange sont additionnés avec 2,5 ml d'eau distillées et de 0,5 ml de chlorure ferrique (0,1%, m/v).

L'absorbance est mesurée à 700 nm par un spectrophotomètre contre un blanc contenant du méthanol à la place de l'extrait. Le BHT et La vitamine C (acide ascorbique) sont utilisées comme composés standards à différentes concentrations. L'augmentation de l'absorbance indique une augmentation du pouvoir réducteur. La concentration en jus fournissant 0,5 d'absorbance (IC50) a été calculée à partir de la méthode de régression linéaire [l'absorbance= f (concentrations)]. Elle est définie comme étant la concentration des antioxydants nécessaire pour réduire 50% de la concentration initiale du thiocyanate ferrique. Elle sert à comparer et exprimer la puissance des capacités réductrices des substances bioactive.

3.4.1.13 Etude cinétique de diffusion

La cinétique a pour but de décrire les étapes responsables de la façon dont l'équilibre thermodynamique peut être approché et même atteint. Comme pour les fonctions thermodynamiques, la vitesse de transfert de matière entre phases, de dissolution d'un solide ou d'une réaction chimique est une fonction d'état du système. Cela suppose qu'elle ne dépend que de la composition du système et des conditions physiques (pression, température, agitation...) qui y règnent. De ce fait, elle n'est en aucun cas une fonction du temps même si elle exprime la transformation (transfert, dissolution, réaction) d'une quantité de matière par unité de temps. Le transfert de soluté dans le liquide exige un certain temps pour avoir l'équilibre [24].

Une étude cinétique rigoureuse a été effectuée pour toutes les procédures, en suivant la largeur, la longueur, l'épaisseur, le poids des figues et aussi le volume de l'huile restante du mélange figues/huile, en prélevant des échantillons à l'intervalle de 7J, 14J, 21J, 30J et 60J, 75J et 90 jours. Afin d'éviter la perte ou une mauvaise représentativité des résultats, les expériences sont répétées 6 fois.

3.4.1.14 Techniques d'identification

A. Chromatographie en phase gazeuse (GC/FID)

La détermination de la composition en acides gras des huiles restantes du mélange (20 expérience) plus l'huile témoins ont été effectuée par la chromatographie phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS) de type Agilent / HP 5973 au niveau de laboratoire de chromatographie au centre de recherche scientifique et technique en analyse physico-chimique de Boulsmail, selon la méthode ISO 5508 (1990).

Les composants en acide gras ont été convertis en ester méthylique avant d'être analysés par GC. Les esters méthyliques ont été préparés par une transméthylation selon la méthode ISO 12966-2 (2011). 10 mg d'échantillon ont été pesés avec précision puis ils étaient dissous dans 1 mL d'heptane. Le tube a

été bouché hermétiquement, puis agité manuellement pendant 2 secondes, puis 200 μL d'hydroxyde de potassium méthanolique (2 mol/L) ont été ajoutés. Le mélange a été agité de nouveau pendant 10 secondes puis placé dans un bain marie à 50 °C pendant 20 secondes. Après agitation et décantation des deux phases, 1 μL de la phase supérieure contenant les acides gras méthylés a été injecté en GC par mode splitless 1/100.

L'analyse a été réalisée par un chromatographe phase gazeuse HP 6890 équipé d'une colonne capillaire en silice (Siloxane méthyle) HP-1, 30 m \times 250 μm \times 0,25 μm , avec un gaz vecteur composé d'hélium à un débit de 1,5 mL.min⁻¹ et un détecteur à ionisation à flamme (MSD) CP 9002. La température du four a été de 150 – 240 °C (3 – 6 °C/ mn), la température d'injection a été de 150 °C et celle du détecteur de 250 °C. L'identification des composés a été déterminée selon les deux banques de donnée de la GC-MS (Wiley et NIST) par le logiciel MSD ChemStation 2005.

B. Analyse de la microstructure par MEB

La microscopie électronique à balayage est une technique de microscopie électronique capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon en utilisant le principe des interactions électrons-matière [20]. Le microscope électronique à balayage est une technique utilisée pour définir la répartition, la forme et la morphologie en 3 dimensions des cellules. La microscopie électronique repose sur le même principe que la microscopie optique, à la différence près que le rayon incident est constitué par un faisceau d'électrons au lieu d'un rayon de lumière visible [20].

L'observation de la microstructure des figues a été effectuée en utilisant la microscopie électronique à balayage (MEB-EDS Quanta 250 à filament de tungstène de la compagnie FEI). Les fragments sèches et imprégnés dans l'huile d'olive séchées et lyophilisées ont été déposés sur un support d'observation adhésif et conducteur, ensuite ont été métallisés par plasma d'argon. L'observation a été réalisée sous vide à une tension accélératrice de 15 kV. (Energy Dispersive Spectroscopy).

C. Identification des polyphénols par chromatographie liquide à haute performance (HPLC) des extraits méthanoliques

La chromatographie en phase liquide à haute performance est une technique de séparation analytique basée sur l'hydrophobicité des molécules d'un composé ou d'un mélange de composés. L'échantillon à analyser est poussé par un éluant liquide (appelée aussi phase mobile) dans une colonne remplie d'une phase stationnaire composée de grains solides très fins.

Le débit d'éluant est assuré par une pompe à haute pression. Dans la colonne, les divers composés de l'échantillon sont séparés l'un de l'autre en raison de leurs diverses affinités à l'égard des deux phases – stationnaire et mobile. A la sortie de la colonne les composés sont détectés à l'aide d'un détecteur (pouvant être UV, IR etc.) [277]. Le schéma (Figure 1.G en Appendice G) présente le principe général de la méthode.

La méthode HPLC analytique qui a été utilisée, il s'agit d'une méthode optimisée spécifique pour l'analyse qualitative des polyphénols totaux au niveau du laboratoire des analyses chromatographiques du CRAPC.

L'analyse des extraits bruts méthanoliques a été menée par une HPLC YL 9100 System selon les conditions opératoires suivantes : une pompe YL9110, d'un injecteur et un détecteur UV-Visible, intégrateur a été utilisée en phase inverse, avec une colonne analytique C18 (Dimension 25 cm x 4,6 mm x 5 µm). Le débit de la phase mobile été de 1 ml.min⁻¹. La phase mobile utilisée est constituée de deux solvants : solvant A : méthanol (100 %), solvant B : eau acidifiée à 1 % avec d'acide acétique. Le volume injecté a été de 20 µL. La longueur d'onde de détection optée a été de 254 nm. Le gradient de la phase mobile est présenté dans le tableau 3.1. Le traitement des données a été effectué par le logiciel YL-CLARITY.

Tableau 3.1 : Gradient de solvants utilisé pour le dosage des polyphénols totaux des deux extraits méthanoliques

Temps (min)	Solvent	
	A%	B%
0	95	5
55	5	95
60	95	5

D. Spectrométrie Infra-rouge (IR)

Les spectres infra-rouges des molécules ont été réalisés au moyen d'un spectrophotomètre ALPHA-P BRUKER. Les spectres ont été traités par le logiciel OPUS.

3.4.1.16 Evaluation de l'activité anti-inflammatoire

La méthode de la carragénine induisant un œdème au niveau de la patte a été utilisée pour évaluer l'activité anti-inflammatoire, le diamètre de la patte a été mesuré à l'aide du micromètre avant et après l'injection de la carragénine pour évaluer l'augmentation et la réduction du diamètre [51].

Les 50 souris ont été réparties en 10 lots de 5 souris chaque un. 1 heure après le gavage de différentes solutions, 0.1 ml d'une suspension de carragénine 0.5% (dissoute dans une solution salée à 0.9 %) a été injecté par voie sous cutanée au niveau de l'aponévrose plantaire de la patte arrière droite des souris. L'œdème a été mesuré une (1) heure après injection de la carragénine et chaque heure pendant 6h à l'aide d'un micromètre. Le pourcentage d'augmentation de l'œdème a été calculé pour chaque heure selon l'équation suivante :

$$\% \text{ d'œdème} = ((D_n - D_0) / D_0) \times 100$$

D1: diamètre de la patte de chaque heure après injection de la carragénine.

D0: diamètre de la patte avant l'injection de la carragénine.

Le pourcentage d'inhibition est quant à lui, il a été calculé en fonction du témoin selon la formule suivante :

% d'inhibition = [(% d'œdème (témoin) - % d'œdème (extrait))/ % d'œdème (témoin)] ×100.

- *Lot de témoin (control négatif)*: ont reçu de l'eau physiologique (NaCl 0.9%) à une dose de 10 ml/kg.
- *Lot standard (control positif)*: ont reçu le Diclofénac comme anti-inflammatoire de référence (anti-inflammatoire non stéroïdien) à une dose de 10ml/Kg (50mg/kg) La poudre du Diclofénac a été dissoute dans de l'eau physiologique (0.9%) avec un rapport de 5mg/10ml.
- *Les lots de 3 au 10 sont traité par les extraits méthanoliques de trois huiles étudiées et les extraits de figues blanche et noire et l'extrait de macérât figue banche et noir qui ont été préparé avec de l'eau physiologique (NaCl 0.9%), à raison de 200 mg/kg. Une solution de 10 ml/kg a été gavée pour chaque souris.*

3.4.17. Analyses statistiques

Toutes les données obtenues représentent la moyenne de trois essais, les données de l'activité anti inflammatoire obtenues représentent la moyenne de cinq essais .L'analyse statistique a été effectuée selon les méthodes standards de l'analyse de variance à un critère ANOVA 1 suivie par le test Fischer LSD en utilisant le programme informatiques XLSTAT 14, après vérification préalable de l'homogénéité des variances et de la normalité des données à analyser. Des seuils de probabilité significatifs de 5 et 1 % ont été utilisés.

Chapitre 4 : RESULTATS ET DISCUSSION

4. 1. Caractérisation du mélange figes sèche/ huile d'olive

Dans ce chapitre sont présentés les résultats des analyses physico-chimiques, les activités biologiques (anti oxydante et anti inflammatoire) des deux variétés de figes sèches (noire et blanche) et une variété de l'huile d'olive extra vierge prises séparément et en mélanges avec un rapport de 150g/80ml pendant 3 mois de stockage à température ambiante.

Les paramètres physico-chimiques mesurés pour l'huile d'olive extra vierges, l'huile restantes des macérâtes figes noires et l'huile restante des macérâtes figes blanches(HRFB) sont : l'acidité, IP, K232, K270. Pour les figes sèches : le taux d'humidité, l'acidité, les teneurs en glucides, en protéines, en lipides

4.1.1. Résultats des analyses physico chimiques des huiles

Les résultats de la caractérisation physicochimique des trois huiles étudiées : HOEV, HRFN et HRFB sont représentés dans le tableau A1 (Appendice A) et sont illustrés par les courbes de la figure 4.1.

a) Acidité

L'indice d'acide permet d'évaluer le degré d'altération par l'hydrolyse d'une huile. Il est largement utilisé comme critère de classification commercial de l'huile d'olive [5]. L'acidité de HOEV avant macération est de $0.33 \pm 0.02\%$, la faible acidité de cette huile est probablement due aux bonnes conditions de récolte et de conservation ; un temps de stockage réduit et une extraction relativement immédiate. En effet, selon Adamez et al [6], lorsque les olives sont immédiatement extraites après récolte, l'acidité est en-dessous de 0,50 %.

Ces résultats sont proches des variétés obtenues par Arslan et al. [108] pour des variétés d'huiles Turques ($\geq 0,83\%$) et des variétés tunisiennes analysées par

Savarese et al. [10] pour lesquelles l'acidité libre est comprise entre 0,38 et 0,41% d'acide oléique. Cependant, ce paramètre avait une tendance à augmenter durant la période de macération (après 90 jours) avec une augmentation significative ($p < 0,05$) pour atteindre un taux de 0.60 ± 0.09 et 0.75 ± 0.007 % pour HRFN et HRFB respectivement. L'acidité de tous les échantillons étudiés reste toujours inférieure à 0,8% ; limite indiquée par le COI 2019 pour huile d'olive extra-vierge

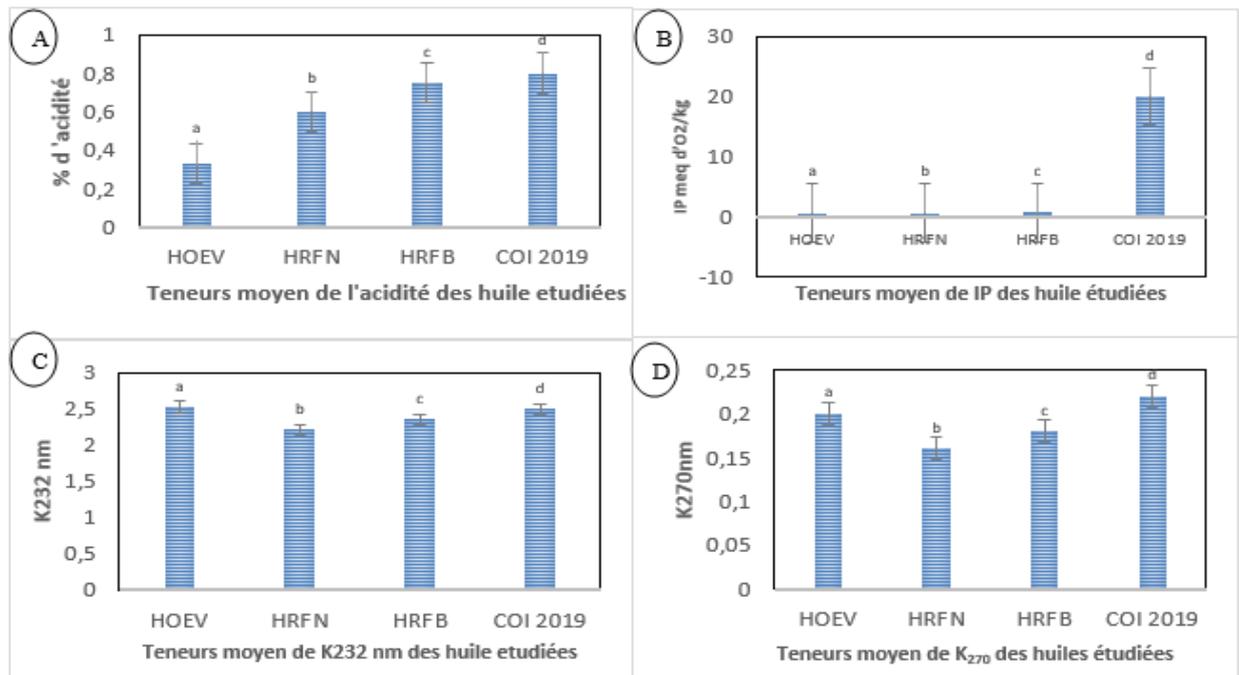


Figure 4.1 : Teneurs moyennes de l'acidité (A), de l'indice de saponification(B), K₂₃₂ (C) et K₂₇₀(D), de l'huile d'olive avant et après la macération

Les résultats sont exprimés en moyenne \pm écart type (nombre de répétitions $n = 3$). Pour chaque colonne, les valeurs avec des lettres différentes sont significativement différentes à $P < 0,05$; $a > b > c > d$

Ces résultats corroborent les résultats obtenus par Saavedra et al. [226] qui ont montré que l'acidité de l'huile d'olive additionnée de l'huile essentielle de *Thymbra capitata* a augmenté après 21 jours de stockage à une température de 60 °C. Par ailleurs, Sousa et al. [112] ont constaté que l'acidité de l'huile d'olive additionnée de poivron, de piment rouge séché, de laurier et des épices d'origan à une concentration de 10 g/l n'a pas augmenté d'une façon significative ($p > 0.05$), tandis que l'addition d'ail frais a engendré une augmentation significative de l'acidité (de 0,6 à 0,8%) après 3 mois de stockage à température ambiante.

Par contre Juhaimi et al. [227] ont observé aussi une augmentation de 0,78 à

0,89 mg KOH/g dans les échantillons de l'huile l'olive enrichis par l'HE de romarin et conditionnés dans des bouteilles en verre de différentes couleurs (rouge, jaune, vert et transparent) après 90 jours de stockage.

b) Indice de peroxyde

Selon Ryan et al. [229] l'indice de peroxyde détermine les hydro peroxydes et constitue l'un des moyens les plus fiables et directs pour mesurer l'oxydation lipidique. Les résultats obtenus du suivi de l'évolution de l'indice de peroxyde de l'huile d'olive avant et après macération, sont représentés dans le tableau A1 (Appendice A) et illustré dans la figure 4.1 ci-dessus. Ils révèlent que les valeurs de l'indice de peroxyde des huiles analysées au cours de toute la période de macération (du 1er au 90ème jour) sont largement inférieures à la limite établie par le COI, 2019 pour les huiles d'olives de catégorie extra-vierge (20 meq O₂/Kg), donc l'huile n'a subi aucun changement significatif, ce paramètre varie de 0.58 ± 0.06 meq d'O₂/kg OHEV à 0.60 ± 0.36 meq d'O₂/kg ORFN et 0.61 ± 0.08 meq d'O₂/kg HRFB.

L'indice de peroxyde de l'huile analysée par Asensio et al. [228] et Faouzia et al. [230] est plus élevé que celle obtenue lors de cette étude. Ces auteurs ont enregistré des valeurs de 7,9 et de 6,68 meq d'O₂ /kg respectivement. Ce paramètre peut être influencé par plusieurs facteurs ; à savoir l'état des fruits et les conditions de récolte, transport, stockage des olives et leur transformation [12].

Nos résultats concordent avec l'étude menée par Saavedra et al. [226] qui n'ont signalé aucune différence significative de l'IP entre les huiles traitées et non traitées. Cependant Asensio et al. [228] ont noté que les échantillons de l'huile d'olive aromatisés par l'huile essentielle ont enregistré un IP le plus faible comparativement aux échantillons de l'huile d'olive non aromatisée après 28 jours de stockage dans différentes conditions de lumière et d'obscurité. Esmaili et al. [231] ont constaté un IP cinq fois (11.49) plus faible dans l'huile de lentisque enrichie par l'HE de *Rosmarinus officinalis* et trois fois (16,31) plus faible dans l'huile de lentisque enrichie par l'HE de *Menta piperita* comparativement à l'huile de lentisque non enrichie [51.17] après 80 jours de stockage dans l'obscurité à une température de 60 °C.

Dans des études antérieures réalisées sur l'effet d'incorporations d'extraits et des HE de plantes sur la composition chimique, la qualité et la stabilité oxydative d'autres huiles végétales ; Asnaashari et al. [232] et Chandran et al. [233] ont montré que l'IP de l'huile de maïs et de noix de coco additionnées des HE de gingembre (*Zingiber officinale*), de poivre noir (*Piper nigrum*) et de l'extrait de la mûre (*Rudus plicates*), augmente durant la thermo-oxydation.

Par contre Yang et al. [255] ont étudié l'effet de l'extrait de romarin sur la stabilité oxydative de l'huile de soja, de son de riz et de coton. Ces derniers ont signalé une augmentation de l'IP de ces huiles après 24 jours de stockage, dans le même contexte, Juhaimi et al. [227] ont noté aussi une augmentation de l'IP des échantillons de l'huile l'olive enrichie par l'HE de romarin et conditionnés dans des bouteilles en verre de différentes couleurs (rouge, jaune, vert et transparent) (de 32,75 à 79,46 meq O₂/kg) après 90 jours de stockage.

En effet, d'après ces résultats, la valeur de l'IP est inférieure à 20 meq O₂/Kg d'huile. Cette faible valeur ne signifie pas toujours l'absence du phénomène d'oxydation. Le recours à la détermination des coefficients (K₂₃₂, K₂₇₀) d'absorbance dans l'ultraviolet, renseigne sur la présence ou l'absence de produits d'oxydation primaires et secondaires dans l'huile.

c) Extinction spécifique (K₂₃₂ et K₂₇₀)

L'extinction spécifique à 232 et à 270 nm a été mesurée afin d'évaluer les niveaux d'oxydation. La détermination de l'absorbance à 232 nm et au voisinage de 270 nm fournit des informations sur la présence des diènes conjugués (k 232) et des triènes conjugués (K₂₇₀) formés pendant l'autoxydation de l'huile. Les diènes et les triènes conjugués sont proportionnels au degré d'oxydation de l'acide oléique, linoléique et linoléique [230]

Les travaux de Perrin [6] ont montré que plus l'absorbance à 232 nm est forte, plus le corps gras est peroxydé plus l'absorbance à 270 nm est forte plus il est riche en produits secondaires d'oxydation. Les résultats obtenus du suivi de l'évolution de K₂₃₂ et K₂₇₀ de l'huile d'olive avant et après macération sont illustrés dans la figure 4.1 ci-dessus.

Les valeurs des absorbance spécifiques en ultra-violet obtenues pour l'huile d'olive avant la macération (0.20 ± 0.07 et 2.53 ± 0.04), (0.16 ± 0.04 et 2.21 ± 0.09) de l'huile restante des figues noires, (0.18 ± 0.007 et 2.36 ± 0.205) de l'huile restante des figues blanches après la macération, indiquent qu'elles respectent les valeurs préconisées par la norme du COI (2019), dont $K\ 232 \leq 2,5$; $K\ 270 \leq 0,25$ pour la classification en tant que huile d'olive extra vierge avec des différences significatives ($p < 0,05$).

Les résultats des coefficients d'extinction spécifique dans l'UV sont proches de ceux enregistrés pour les variétés Européennes introduites en Tunisie qui varient entre 1,6 et 2,8 (pour le coefficient K232) et entre 0,1 et 0,2 (pour le coefficient K270) [8]. D'après les résultats obtenus, il ressort que l'ajout des figues sèches améliore la stabilité oxydative de l'huile d'olive conservée à l'abri de la lumière. Ce résultat est en conformité avec les travaux de Keramat et al. [234] qui ont indiqué que l'enrichissement de l'huile d'olive par l'huile essentielle la protège contre le processus d'oxydation. Ils ont noté qu'une augmentation de K232 a été signalée après 28 jours de stockage à température de 70 °C, et la valeur la plus faible de K232 a été enregistrée dans les échantillons de l'huile d'olive enrichie par des huiles essentielles à la fin de stockage (42 jours à température de 70 °C).

Contrairement à nos résultats, Asensio et al. [228] ont montré que l'incorporation de l'HE d'origan dans l'huile d'olive a engendré une augmentation de K232 après 126 jours de stockage sous la lumière, quant aux valeurs de K 270, elles n'ont pas dépassé 0,5 pour tous les échantillons d'huile.

4.1.2 Caractérisation physico-chimique de la figue sèche et des macérâtes des figues sèches

Les résultats obtenus, de la caractérisation physico-chimique de la figue sèche et des macérâtes des figues sèches sont représentés dans tableau A2 (Annexe A) et illustrés sur la figure 4.2

a) Acidité titrable

A la lumière du tableau et de la figure ci-dessous, le suivi de l'évolution de l'acidité des figues avant et après macération montrent que la teneur moyenne en acidité de la figue sèche avant macération est de 0.41 ± 0.02 % et 0.62 ± 0.04 %

des FN et FB respectivement. Ces valeurs sont dans la gamme des résultats obtenus par Bachir bey et al. [235] et Teow et al. [238] et aussi sont similaires à celles rapportées par Piga et al. [236] (comprises entre 0,42 et 0,66 g d'acide citrique/100g), et supérieures à celles obtenues par Al askari et al. [237] (varient entre 0,26 et 0,37 g d'acide citrique/ 100g). L'étude réalisée par Pereira et al. [239] a montré que les données concernant l'acidité titrable à divers stades de maturation de neuf variétés de figes cultivées en Estrémadure dans l'ouest de l'Espagne varient de 0,1 à 0,2 g/100 g.

Les valeurs obtenues dans cette étude étaient inférieures à celles obtenues par Caliskan et al [241] qui ont rapporté des valeurs variant entre 0,11 et 0,35 g/100 g pour les figes de la région de la Méditerranée orientale de la Turquie. Simseket et al. [242] a rapporté des valeurs comprises entre 0,14 et 0,29 g/100 g pour sept variétés de figes fraîches du Sud de la Turquie.

D'après Ercisli et al. [243], l'acidité titrable de géotypes et cultivars de figue du nord-est de la Turquie oscillent entre 0,16 et 0,47%. Il faut noter que pour obtenir des figes de meilleure qualité, l'acidité titrable doit se situer entre 0,22 et 0,30% [5]. Après 90 jours, on a remarqué une diminution significative de ($p < 0,05$) pour les macérâtes des figes noires (0.28 ± 0.07 %), par contre nous avons constaté une augmentation significative de l'acidité des macérâtes de figes blanches (0.51 ± 0.04 %).

b) Taux d'humidité

L'humidité est un paramètre important qui prédit le rendement après séchage. Ce paramètre détermine l'aptitude à la conservation des figes sèches et peut être à l'origine des pertes quantitatives et qualitatives causées par les réactions chimiques et enzymatiques et aux détériorations microbiennes des fruits conservés. Selon la norme établie par la Commission Economique des Nations Unies pour l'Europe (UNECE, 2004) fixant les paramètres de commercialisation et de contrôle de qualité des figes séchées, le seuil d'humidité est fixé à 26%. Les résultats obtenus du suivi de l'évolution de l'humidité des figes avant et après macération, sont au voisinage de 18.54 ± 0.19 % et 20.21 ± 0.05 % des (FN) et (FV) respectivement.

Ces résultats sont compris dans l'intervalle de l'étude menée par Al-Askari et al. [237] qui a montré des taux d'humidité pour les figes sèches variant entre 20,1 et 23,1 %. Bachir bey et al. [235] a estimé une valeur moyenne de 20,77% dans une étude des neuf variétés de figes. Les différences entre ces résultats peuvent être la conséquence des conditions écologiques de croissance des figiers ou bien des mesures agro-techniques appliquées. Après 90 jours, le taux d'humidité a connu une baisse significative ($p < 0,05$), estimée à 17.02 ± 0.12 et 18.25 ± 0.82 % des OFB et OFW respectivement. Cela peut être dû à la migration de l'eau contenu dans le fruit vers l'huile.

c) Teneur en sucres totaux

Les teneurs en sucres des figes avant et après macération sont relativement de 72.74 ± 0.70 g/100g et 88.61 ± 0.41 g/100g des figes sèches sombres et claires respectivement avec une différence significative ($p < 0,05$). Pour les deux variétés étudiées, la fige blanche est plus sucrée que la variété des figes noires. Ce résultat se situe dans la fourchette trouvée par Meziat et al. [240] avec une teneur d'environ 85g/100g. Selon Abd-Eltawab et al. [125], les teneurs en sucres totaux des figes sèches peuvent atteindre 80 à 90% de matière sèche.

Les valeurs obtenues dans la présente étude sont supérieures aux résultats rapportées dans la littérature où Vinson et al. [191] a estimé une teneur en glucides de 66,16 g/100 g pour les figes sèches. Dans d'autres études, des concentrations en glucides de 58,2 g/100 g El-Khaloui et al. [246] et de 56,47 g/100g Bachir bey et al. [244] ont été enregistrées pour les figes sèches.

Les résultats de l'étude réalisée par Trad et al. [245] sur Cinq cultivars tunisiens de figes ont rapporté des teneurs en sucres totaux variant de 11.8 à 16.4 g/100 g. Dans une étude comparative menée par Mahmoudi et al. [247] sur neuf variétés de figes fraîches Algériennes, les teneurs en sucres totaux de pulpe étaient supérieurs (9,453 g / 100 g à 26,016 g / 100 g) par rapport à celles obtenues dans la peau (0,958 g / 100 g à 11,594 g / 100 g). La quantité des sucres dans la fige est importante notamment pour les industries alimentaires ; pour la production de la confiture et des figes sèches [20]. Après macération, on remarque une diminution hautement significative ($p < 0,05$) avec un teneur en sucres de 64.63 ± 0.70 /100g et 72.12 ± 0.41 des macérâtes des figes blanches et noires

respectivement.

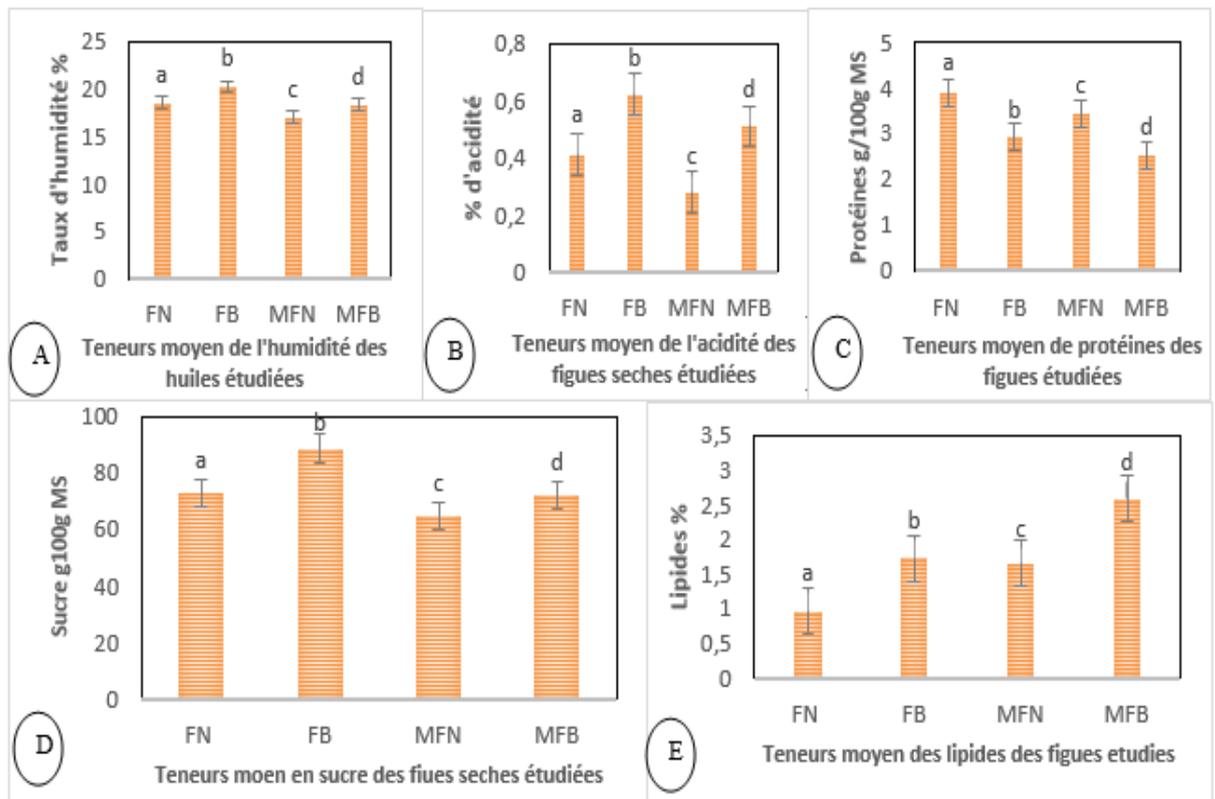


Figure 4.2. Evolution des teneurs moyennes en acidité (A), humidité(B), en protéines(C), en sucre(D), et en lipides(D), des figes sèches avant et après la macération

Les résultats sont exprimés en moyenne \pm écart type (nombre de répétitions $n = 3$). Pour chaque colonne, les valeurs avec des lettres différentes sont significativement différentes à $P < 0,05$; $a > b > c > d$

d) Teneurs en protéines

Les teneurs moyennes en protéines dans les figes avant et après macération, sont représentés dans le tableau A2 (Annexe A) et illustré dans la figure 4.2 ci-dessus, ils montrent des valeurs pour les deux variétés de figes sèches noires et blanche variant respectivement entre 3.88 ± 0.02 et 2.92 ± 0.1 g/100 g MS. La teneur moyenne en protéines dans la figue noire est supérieure par rapport à celle de la figue blanche avec une différence significative ($p < 0,05$).

Les teneurs en protéines dans notre étude sont comparables aux travaux de Çalışkan et al. [241] avec la variété Calimyrana sèche qui renferme 3% MF et la variété Mission sèche avec 2.82% MF, elles sont supérieures à celles trouvées par El-Shobaki et al. [249] qui ont enregistré une teneur de 1 g/100 g de protéines dans le fruit frais de figue et celles enregistrées par FAVIER et al. [142] soit 0,8 à

1,3 g/100 g pour les figes fraîches. En revanche, nos résultats sont inférieurs à ceux (8,6 %) rapportés par Sadia et al. [250].

L'étude menée par Aljane et al. [171] sur trois variétés de figes fraîches Egyptiennes a montré que la teneur des protéines varie de 4.15% à 5.38%. Ces résultats sont légèrement inférieurs à ceux obtenus par Pereira et al. [230] qui ont rapporté des valeurs moyennes variant de 4.4 % à 6.7 % pour neuf variétés de figes fraîches cultivées en Estrémadure (Espagne). Après imprégnation, la teneur en protéines diminue pour les deux variétés pour atteindre un taux de 3.42 ± 0.02 et 2.52 ± 0.03 pour les (MFS) et (MFC) respectivement avec une différence significative ($p < 0,05$).

e) Teneurs en Lipides

La fige est connue pour être un excellent fruit pour la santé de par sa teneur négligeable en lipides et en cholestérol. Ces informations ont été confirmées par les travaux de Chauhan et al. [251]

Les résultats obtenus, des teneurs moyennes des lipides des figes avant et après macération présentés ci-dessus, révèlent des quantités appréciables avec un taux de $0,96 \pm 0.01$ et 1.73 ± 0.6 % des figes noires (FN), figes blanches (FB) respectivement avec une différence significative ($p < 0,05$). La fige contient une faible quantité en lipides, environ 1,9% [246].

Nos résultats se situent dans l'intervalle trouvée [246] qui rapportent une teneur de 0.9 g/100g. Il est à noter que la fige sèche de peau blanche contient plus de lipides que la fige de couleur noire.

Après imprégnation, la teneur en lipides a augmenté pour les deux variétés pour atteindre un taux de 1.65 ± 0.23 et 2.58 ± 0.69 % pour les (MFN) et (MFB) respectivement avec une différence significative ($p < 0,05$).

La fige contient des taux élevés en acides gras non essentiels tels que l'acide palmitique (16:0), l'acide oléique (18:1 ω 9), l'acide stéarique (18:0) qui sont présents dans la chair et des acides gras essentiels tels que l'acide linoléique (18:2 ω 6), ce dernier est particulièrement présent

dans l'écorce [252].

4.1.3 Evaluation de la teneur en composés phénoliques

Les huiles d'olives sont connues pour leur teneur élevée en polyphénols par rapport aux autres huiles végétales raffinées [52]. La teneur en composés phénoliques est un facteur important à prendre en considération lors de l'évaluation de la qualité de l'huile d'olives vierge, puisque ces composés contribuent à la saveur globale de l'huile d'olives et lui fournissent des effets antioxydants [48].

a) Teneur en composés phénoliques totaux

La teneur en polyphénols de l'huile d'olive et la figue sèche avant et après le mélange est rapportée en milligramme d'équivalents d'acide gallique par 1 kg d'échantillon (mg EAG/kg). En se référant à une courbe d'étalonnage établie dans les mêmes conditions (annexe D). Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau A3 (Annexe A) et illustrés sur la figure 4.3.

A la lumière des résultats obtenus, la teneur moyenne des polyphénols totaux de l'huile d'olive et des figues avant et après macération, révèlent que les valeurs les plus élevées sont enregistrées dans l'huile avant la macération avec un taux de $(616.52 \pm 0.61 \text{ mg /100 g de MS})$. Les teneurs en polyphénols totaux enregistrées pour notre variété d'huile sont supérieures à celles des 18 variétés italiennes étudiées par Rodreguez et al. [12] ; pour lesquelles les teneurs oscillent entre 115 et 377 mg/Kg.

Après 90 jours de macération, une diminution significative ($p \leq 0,05$) en polyphénols totaux avec un taux de $(312.19 \pm 0.95 \text{ et } 410.92 \pm 0.71 \text{ mg /100 g de MS})$ de l'huile restante des figues noires et blanches respectivement.

Les résultats obtenus concordent avec ceux de Sousa et al. [112]. Ces derniers ont montré que l'aromatization de l'huile d'olive par de l'ail, du laurier et de l'organ a engendrée une diminution des composés phénoliques après 3 mois de stockage dans l'obscurité à température ambiante.

Cependant, Ayadi et al. [253] ont observé que l'aromatization de l'huile d'olive

Tunisienne par le basilic a permis une augmentation des composés phénoliques. Même résultat a été signalé par Khemakhem et al. [254] et Yang et al. [255] en étudiant l'effet de l'addition du zeste du citron et de romarin sur la teneur en composés phénoliques dans l'huile d'olive, de soja, de coton et de son de riz. Les teneurs en polyphénols totaux de la figue sèche avant la macération sont de 532.19 ± 0.90 et 305.17 ± 0.09 mg/100g, pour les figes sèches noires (FN) et blanches (FB) respectivement.

Ces valeurs se situent dans le domaine trouvé par Azarkan et al. [256], et Zare et al. [257] avec une teneur de 332 au 600 mg/100g pour la figue sèche. Par contre nos résultats sont supérieurs à ceux obtenus par Slatnar et al. [165] et Caliskan et al. [241] qui ont trouvé que les valeurs des composés phénoliques dans la figue sèche varient de 28.6 à 211.9 mg E.A.G /100g. Cette différence peut être due à la méthode d'extraction ou même dû à l'environnement, la variété et le type de sols [244].

Après macération, nous avons remarqué une augmentation hautement significative ($p \leq 0,001$) jusqu'à 605.63 ± 0.42 et 479.29 ± 0.68 mg/100g des macérât de figes noires (MFN) et blanches (MFB) respectivement. Ce qui est en accord avec les travaux effectués par [258], qui a constaté une légère augmentation de la teneur en polyphénols de 254,5 au 262 mg /100g lors de la macération des fleurs des figes de barbarie. Ceci est probablement dû au passage des composés phénoliques de l'huile d'olive vers la figue sèche. Et la variété de couleur noire (Abrkane) analysées à des teneurs plus élevées que les variétés de couleur blanche (Taamrioute).

Bey et al. [244] ont conclu que les figes de couleur noire (*Ficus carica*) sont plus riches en polyphénols (644.11 mg GAE/ 100gr de MS) par rapport aux blanches (482.62 mg GAE/ 100gr de MS). La couleur des figes est un indice permettant d'avoir une idée sur la richesse en phytoconstituants.

En effet, Çaliskan et al. [241] ont prouvé que les figes noires présentent une teneur plus élevé que les autres types de figes avec 118.9 ± 52.1 mg GAE/100 gr de matière fraîche suivie de la brune (65.56 ± 17.0 mg GAE/100 gr de matière

fraîche) et enfin les jaunes avec une teneur ne dépassant pas 49.2 ± 9.4 mg GAE/100 gr de matière fraîche.

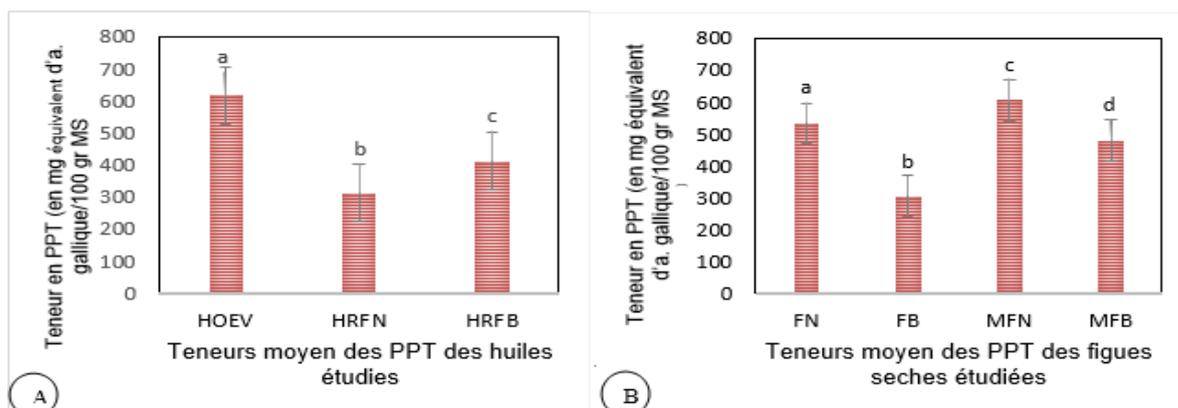


Figure 4.3. Evolution de la teneur moyenne en polyphénols totaux des extraits phénoliques de l'huile d'olives (A) et des figes sèches (B) avant et après la macération :

Les résultats sont exprimés en moyenne \pm écart type (nombre de répétitions $n = 3$). Pour chaque colonne, les valeurs avec des lettres différentes sont significativement différentes à $P < 0,05$; $a > b > c > d$

b) Teneur en Flavonoïdes

Les résultats obtenus, de la teneur moyenne en flavonoïdes de l'huile d'olive et des figes avant et après macération, sont représentés dans tableau 4.3 et illustrés dans la figure 4.4 et révèlent que les teneurs en flavonoïdes de l'huile d'olive sont de 7.52 ± 0.01 mg de quercitine /kg. Une diminution significative ($p \leq 0,05$) est notée au cours de la macération, et atteint, après 90 jours respectivement, jusqu'à 4.76 ± 0.03 et 4.84 ± 0.02 mg/kg de l'huile restantes des figes blanches (HRFB) et figes noires (HRFN) successivement.

La teneur en flavonoïdes de la fige sèche non macérée est en moyenne de 56.44 ± 0.02 et 42.46 ± 0.04 mg de quercitine/100g de MS des figes sèches noires (FSN) et blanches (FSB) successivement.

Ce résultat est inférieur à ceux rapportés par Dag et al. [56], qui ont obtenus des concentrations variant en fonction du solvant d'extraction, entre 79,9 à 105,6 mg/100g de matière sèche dans la fige noire. Il est par contre, supérieur de celui publié par Stalin et al. [166], qui ont rapporté des teneurs en flavonoïdes

de figue sèche comprises entre 2,1 et 21,5 mg E.Q/100g. Les teneurs moyennes des flavonoïdes dans les extraits de figes Algériennes de la région de Bejaia variaient entre 11,13 à 19,20 mg équivalent de quercétine (EQ) / 100 g de poids sec (PS) [17]. Les travaux de Mahmoudi et al. [6] ont indiqué des teneurs moyennes en flavonoïdes dans les extraits de figes de la région de Bouira comprises entre 11.56 et 16.36 mg EQ / 100 g PS. Deux variétés de figes cultivées dans la région de Tirana en Albanie présentaient des teneurs en flavonoïdes variant entre 42,47 à 269,54 mg équivalent de catéchine (EC)/ 100 g de poids frais (PF) [18]. Dans une autre investigation, Aljane et al. [128] ont rapporté des valeurs en flavonoïdes totaux de six variétés de figes fraîches variant entre 2,1 et 21,5 mg EC/100 g PF. Par ailleurs, Petkova et al. [259] ont montré que le taux des flavonoïdes dans l'échantillon de figes fraîches de Bulgarie était plus élevé (11,4 mg EQ / 100 g PF) en comparaison avec les échantillons de figes congelées (3,6 mg EQ / 100 g PF) et la confiture de figes (6,6 mg EQ / 100 g PF).

Après 90 jours de macération, on constate une légère augmentation avec une différence significative ($p < 0,05$) donc la figue macérée s'est enrichie de cet infime apport en flavonoïdes en fonction de l'évolution du temps.

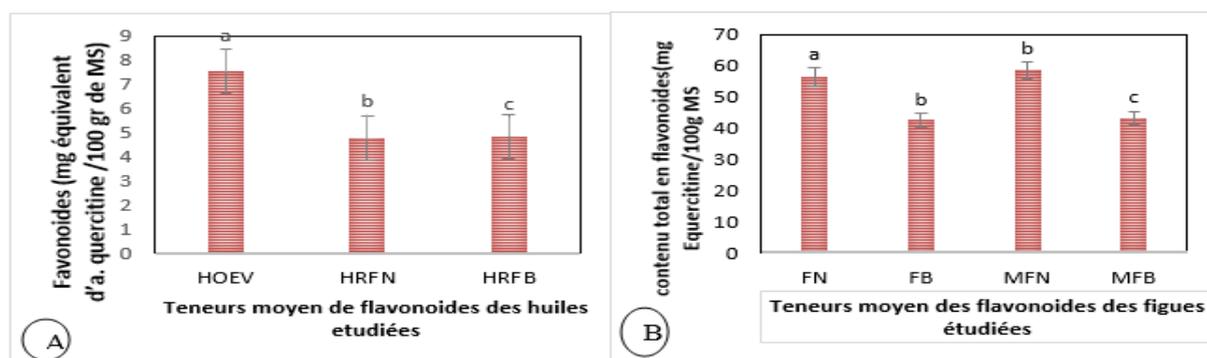


Figure 4.4. Evolution de la teneur moyenne en flavonoïdes de l'huile d'olive (A) et des figes sèches (B) avant et après la macération :

Les résultats sont exprimés en moyenne \pm écart type (nombre de répétitions $n = 3$). Pour chaque colonne, les valeurs avec des lettres différentes sont significativement différentes à $P < 0,05$; $a > b > c > d$

c) Teneur en Tanins

Les tanins sont des polyphénols hydrosolubles de masse molaire comprise entre 500 et 3000 g/mol. Les tanins présentent, à côté des réactions classiques des

phénols, la propriété de précipiter les alcaloïdes, la gélatine et d'autres protéines. Ils sont trouvés dans toutes les parties de la plante, l'écorce, le bois, les feuilles, les fruits et les racines à différentes concentrations [168].

Les résultats obtenus, des teneur moyennes en tanins hydrosolubles de l'huile d'olive et des figes avant et après macération, sont représentés dans tableau 4.3 et illustré dans la figure 4.5 et révèlent que les teneurs des échantillons de l'huile analysée et les huiles restantes du mélange présentent des différences significatives ($p < 0,05$). Elles sont comprises entre 173.91 ± 0.01 g E catéchine /100 g MS pour l'huile témoin (HOEV) et de 123.85 ± 0.54 et 151.64 ± 0.58 mg E catéchine /100 g MS pour l'huile restante des macérâtes figes blanches (HRFB) et noires successivement.

Les teneurs en tanins pour les figes avant la macération sont comprises entre 144.42 ± 0.23 et 51.23 ± 0.09 mg E catéchine /100 g MS des figes sèches noires (FN) et blanches (FB) successivement pour atteindre un taux de 169 ± 0.01 et 58.98 ± 0.02 mg E catéchine /100 g MS des macérâtes de figes noires (MFN) et des macérâtes de figes blanches (MFB) successivement.

Nos résultats sont également compatibles avec ceux de Ouchemoukh et al. [163], qui ont signalé que certaines figes noires et violettes de la Turquie, contenaient 2,5 fois plus de tanins que les vert et jaune. Des études antérieures ont été effectuées sur des extraits polyphénoliques de *F. carica* et ont signalé de nombreux composés bioactifs, à savoir une bonne richesse en tanins [129-241].

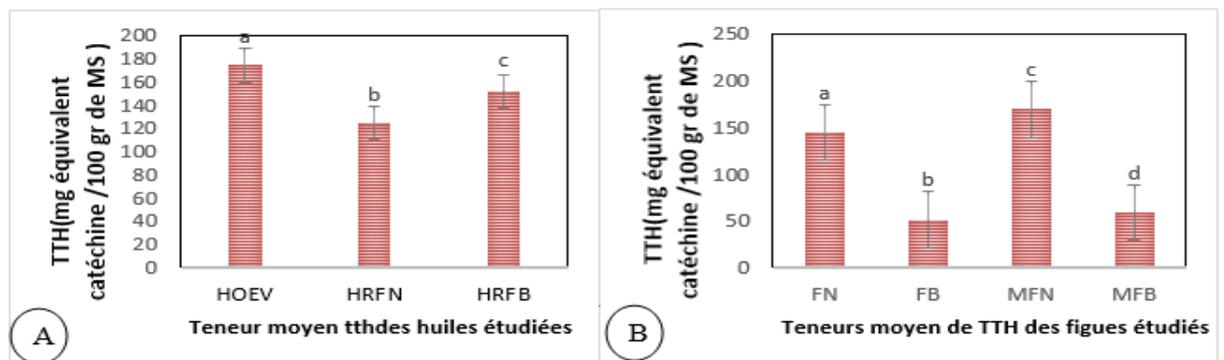


Figure 4.5. Evolution de la teneur moyenne en Tanins hydrosoluble de l'huile d'olive (A) et des figes sèches(B) avant et après la macération :

Les résultats sont exprimés en moyenne \pm écart type (nombre de répétitions $n = 3$). Pour chaque colonne, les valeurs avec des lettres différentes sont significativement différentes à $P < 0,05$; $a > b > c > d$

d) Teneur en caroténoïdes

Les résultats obtenus, des teneurs moyennes en caroténoïdes dans l'huile d'olive et des figes avant et après macération, sont représentés dans le tableau 4.3 et illustrés sur la figure 4.6.

Ces résultats sur les teneurs en caroténoïdes dans l'huile (HOEV) avant la macération est 40.25 ± 0.03 mg/kg de matière sèche. Après 90 jours de macération, l'huile a subi une diminution significative en caroténoïdes avec des quantités de 38.45 ± 0.025 et 38.64 ± 0.015 mg/kg de matière sèche pour l'huile restante des macérâtes de figes blanches (HRFB) et noires successivement (HRFN). Les teneurs obtenues en caroténoïdes sont supérieures à celles obtenues par Matos et al. [261] (1,5 mg/kg pour les huiles des olives en stade mature). Mehraj, et al. [260] ($1,39 \pm 0,10$ à $2,17 \pm 0,02$ mg/Kg) et celles trouvées par Jolayemi et al. [262] (1,01 mg/kg à 1,61 mg/kg).

Le pigment caroténoïde le plus retrouvé dans l'huile d'olive est le β -carotène (Provitamine A). Son taux varie entre 0,3 à 3,7 mg/Kg d'huile. 2 mg de β -carotène se transforment en 1mg de vitamine A. La provitamine A se transforme en vitamine A au cours de l'absorption intestinale [263]. Le β -carotène présente une action vitaminique et antioxydante. Certains auteurs ont noté que les facteurs biologiques et technologiques, le système d'extraction, le mode et la durée de conservation et particulièrement la maturation du fruit sont les facteurs qui influent sur la composition en pigments caroténoïdes de l'huile d'olive [255]. En revanche les teneurs en caroténoïdes pour les figes avant la macération sont comprises entre 711.32 ± 0.02 et 623.02 ± 0.01 $\mu\text{g}/100\text{g}$ de matière sèche des figes sèches noires (FB) et blanches (FW) successivement.

Nos résultats sont inférieurs à ceux trouvés par Bachir Bey et al. [244] avec environs 11 mg /100g MS, pour atteindre un taux de 928,14 et 745,12 $\mu\text{g}/100\text{g}$ de matière sèche de macérâtes figes noires (MFN) et des macérâtes de figes blanches (MFB) respectivement avec une augmentation significative. Ceci peut être attribué à plusieurs facteurs tels que : la différence variétale des figes et la composition de l'huile d'olive et également à leur proportion dans le mélange. Selon Ouchemoukh et al. [163], la fige contient plusieurs caroténoïdes tels que la

lutéine, cryptoxantine et lycopène qui est le plus abondant.

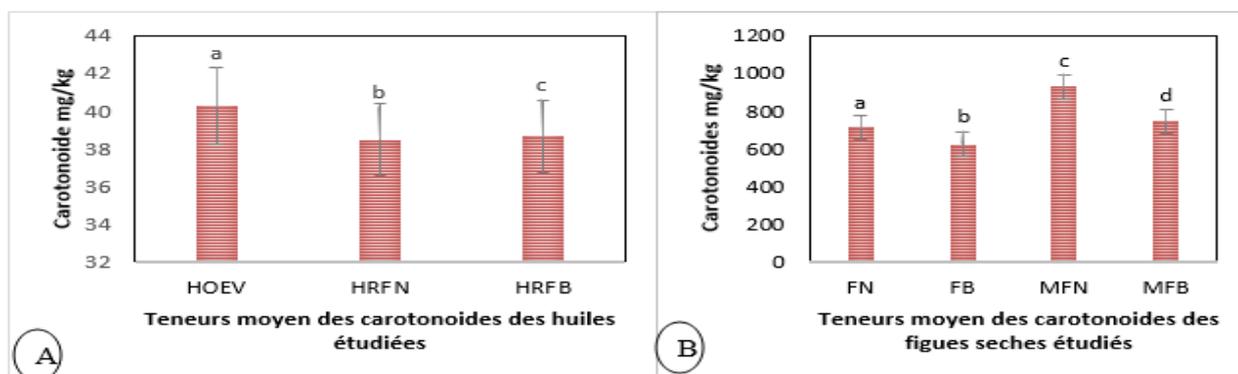


Figure 4.6. Evolution de la teneur moyen en caroténoïdes de l'huile d'olive(A) et des figes sèches(B) avant et après la macération :

Les résultats sont exprimés en moyenne \pm écart type (nombre de répétitions $n = 3$). Pour chaque colonne, les valeurs avec des lettres différentes sont significativement différentes à $P < 0,05$; $a > b > c > d$

En revanche les teneurs en caroténoïdes pour les figes avant la macération sont comprises entre 711.32 ± 0.02 et 623.02 ± 0.01 $\mu\text{g}/100\text{g}$ de matière sèche des figes sèches noires (FB) et blanches (FW) respectivement.

4.1.4. Activités biologiques in vitro

a) Activité anti radicalaire et antioxydante

L'évaluation de l'activité anti-radicalaire et antioxydante des extraits phénoliques a été réalisée par deux méthodes dont leurs utilisations est couramment employée : la méthode d'inhibition du radical libre DPPH et le pouvoir réducteur par le test FRAP.

4.1.4.1.a. Piégeage des radicaux libres par le test DPPH

L'activité antioxydante des échantillons de l'huile d'olive étudiés a été évaluée par le test du radical DPPH et Les pourcentages d'inhibition du radical DPPH des extraits étudiés, sont illustrés dans la Figure 4.7 et Figure 4.8. L'analyse statistique a montré des différences hautement significative ($p < 0,001$) entre les extraits d'huiles, ces différences peuvent être attribuées, aux variations quantitatives des composés phénoliques, les extraits riches en composés phénoliques qui

présentent les meilleurs pouvoirs réducteurs. Les résultats montrent que l'activité antioxydante des huiles étudiées décroît significativement au cours de la période de macération, la capacité la plus élevée a été trouvée avec l'extrait de l'huile avant la macération avec une valeur de 88% suivie par celle de l'huile restante des macérâtes figes noires 42,53 % et macérâtes figes blanche 42,53 % puis le standard BHT qui montre un pourcentage 48,68 %.

Les extraits phénoliques ont présenté une activité du radical DPPH supérieure à celle obtenue pour cinq variétés espagnoles (9,8-29,4%) étudiées par Gorinstien et al. [264]. Ils sont aussi meilleurs que ceux rapportés par Ramadan et Moersel [269] ayant trouvés une activité de 9% avec l'huile d'olive extra de la variété Chemlal. Selon Lesage-Meessen et al. [268], l'hydroxytyrosol qui est un ortho-diphénols majoritaire dans l'huile d'olive présente une bonne activité antioxydante.

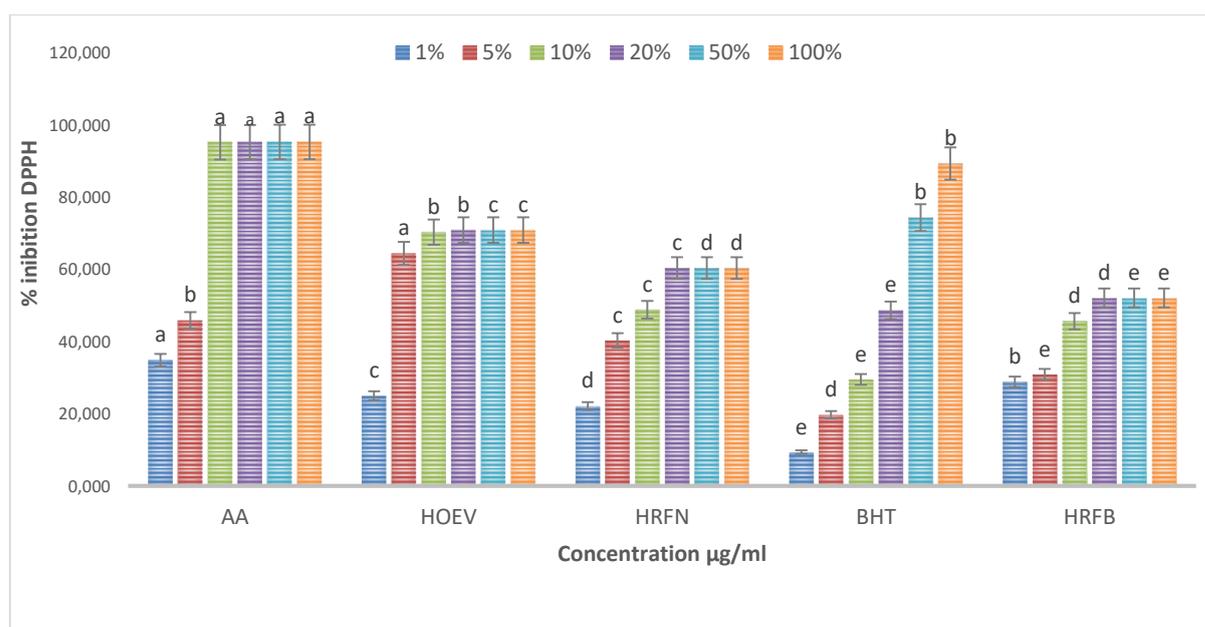


Figure 4.7. Evolution de pourcentage moyen d'inhibition DPPH des antioxydants et des extraits phénoliques des huiles avant et après la macération en fonction de la concentration

BHA : butylhydroxyanisole , AA : acide ascorbique, HOEV :huile d'olive avant la macération, HRFN :huile restante des macérâtes fige noir HRFB : huile restante des macérâtes fige blanche ,Les résultats sont exprimés en moyenne \pm écart type (nombre de répétitions n = 3). Pour chaque colonne, les valeurs avec des lettres différentes sont significativement différentes à P <0,05; a> b> c> d> e.

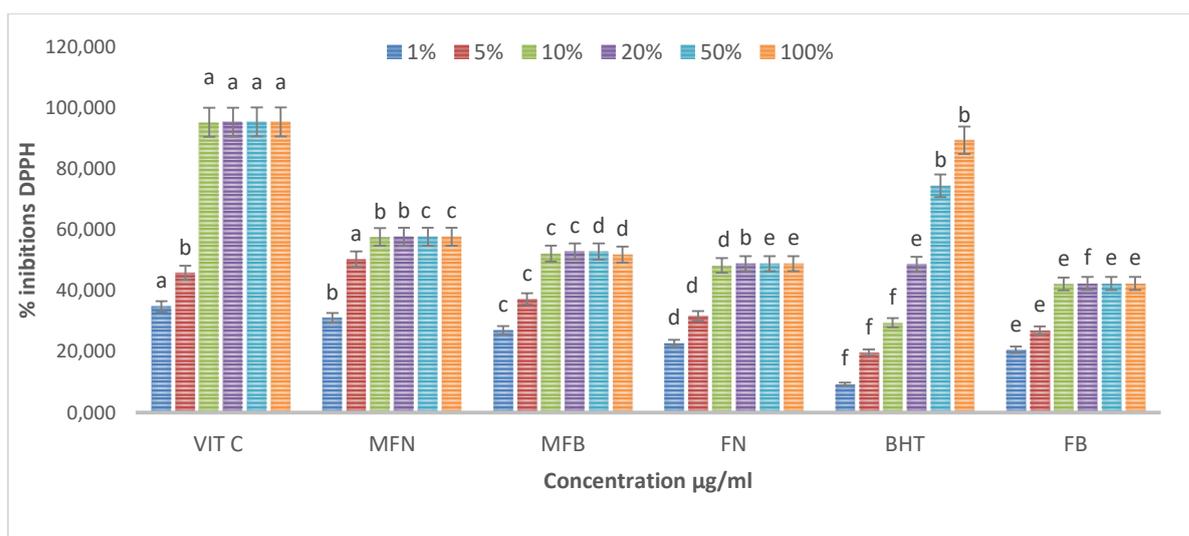


Figure 4.8. Evolution de pourcentage moyen d'inhibition DPPH des antioxydants et des extraits phénoliques des figes avant et après la macération en fonction de la concentration

BHA : butylhydroxyanisole , Vit C : acide ascorbique, FN :figes sèches noires, FB :figess seches blanches MFB: macérâtes figue blanche , MFN: macérâtes figue blanche ,Les résultats sont exprimés en moyenne \pm écart type (nombre de répétitions n = 3). Pour chaque colonne, les valeurs avec des lettres différentes sont significativement différentes à $P < 0,05$; a> b> c> d> e.

Cependant, l'ensemble des résultats obtenus sont très proches de ceux trouvés par Nakbi et al. [267] pour les huiles d'olive des variétés Tunisiennes et par Lancer et al. [104] dont les résultats oscillaient entre 36.57 ± 1.71 et 72.20 ± 2.19 pour différentes variétés étudiées.

Nos résultats sont en parfaite cohérence avec les travaux de Keramat et al. [122] réalisés sur l'huile d'olive enrichie par le laurier. Une diminution de l'activité antioxydante a été constatée après 3 mois de stockage dans l'obscurité à température ambiante. Ces auteurs ont signalé que le pouvoir d'inhibition du radical DPPH et d'ABTS a diminué de $140,8 \pm 3$ à $133,6 \pm 2,8$ $\mu\text{mol TE/L}$ et de $296,3 \pm 2,8$ à $294 \pm 2,4$ $\mu\text{mol TE/L}$, respectivement.

Nos résultats sont en accord avec ceux de Nour et al. [265] qui ont aussi signalé que l'activité antioxydante de l'huile d'olive extra vierge additionnée de 5% de l'extrait de résidus de tomates a été réduite de 18,9 à 9,4%. Au cours d'une étude réalisée sur l'effet d'aromatisation sur les caractéristiques organoleptiques et la stabilité oxydative de l'huile d'olive, Issaouia et al. [266] ont montré que l'ajout

de l'oignon et l'ail pourrait améliorer la stabilité thermo-oxydative du produit.

Keramat et al. [122] ont indiqué que l'utilisation d'une concentration élevée en HE de *Rosmarinus officinalis* et *Zataria multiflora* boiss prévient le processus d'oxydation de l'huile d'olive durant le stockage. D'après Lahmadi et al. [270], les profils de l'activité antiradicalaire obtenus ont révélé que l'extrait de *Ficus carica* possède une activité antiradicalaire. Le pourcentage d'inhibition variait de 11,31 à 87,03%. L'étude menée par Aljane et al. [271] sur plusieurs variétés de figes tunisiennes a rapporté des pourcentages d'inhibition allant de 11,36 % pour la variété Besbessi à 64,737 % pour la variété Bouharrag avec une moyenne générale de toutes les accessions de 36,62 %.

Par contre les macérâtes des figes sèches ont subi une augmentation significative ($p < 0,05$) du pourcentage de l'activité inhibitrice du radical DPPH' de l'ordre de 57,72 à 52,80% des macérâtes de figes blanches (HRFB) et noires successivement (HRFN).

Tandis que pour l'activité de piégeage du radical DPPH, la plus faible a été enregistrée pour la fige sèche noire (48,88%) et blanche (42,37%) avant la macération. La meilleure activité anti-radicalaire est obtenue pour le standard acide ascorbique (95,28%). Selon Magaji et al [275] cette augmentation peut être expliquée par l'augmentation de la teneur en flavonoïdes et en composés phénoliques des deux échantillons. Selon Ouesselati et al. [68], les figes noires possèdent une activité antioxydante plus élevée que celles des figes vertes, ce qui est en accord avec les résultats de notre étude, où les activités les plus élevées ont été enregistrées pour la variété noire (Aberkane). Des relations positives entre les teneurs en composés antioxydants et les activités antioxydantes de la fige sont également obtenues par plusieurs auteurs [260-241].

Ficus carica comporte plusieurs composés phénoliques capables de jouer différents rôles physiologiques dans la plante. Ces polyphénols sont bénéfiques pour la santé humaine parce qu'ils exercent une activité antioxydante par différentes voies : agents réducteurs, donateurs d'hydrogène, extracteurs de radicaux libres, destructeurs de l'oxygène singulier [220]. Les composés

phénoliques caractéristiques dans la figue comprennent les anthocyanes ayant une forte activité antioxydante. Robert Veberic et son groupe en 2008, ont mis en évidence par HPLC-DAD la présence dans les figues nord-méditerranéennes de composés polyphénoliques sous forme d'acides, phénols et de flavonoïdes.

4.1.4.1. b. Activité antioxydante par le test FRAP

Le pouvoir réducteur d'une substance peut être défini par sa capacité à transférer un électron ou à donner un atome d'hydrogène. C'est un indicateur significatif du potentiel antioxydant d'une substance [273]. L'analyse de la figure 4.9 et la figure 4.10 des différents antioxydants et des extraits phénoliques en fonction de la concentration présente un effet hautement significatif sur le pouvoir réducteur ($p < 0,0001$).

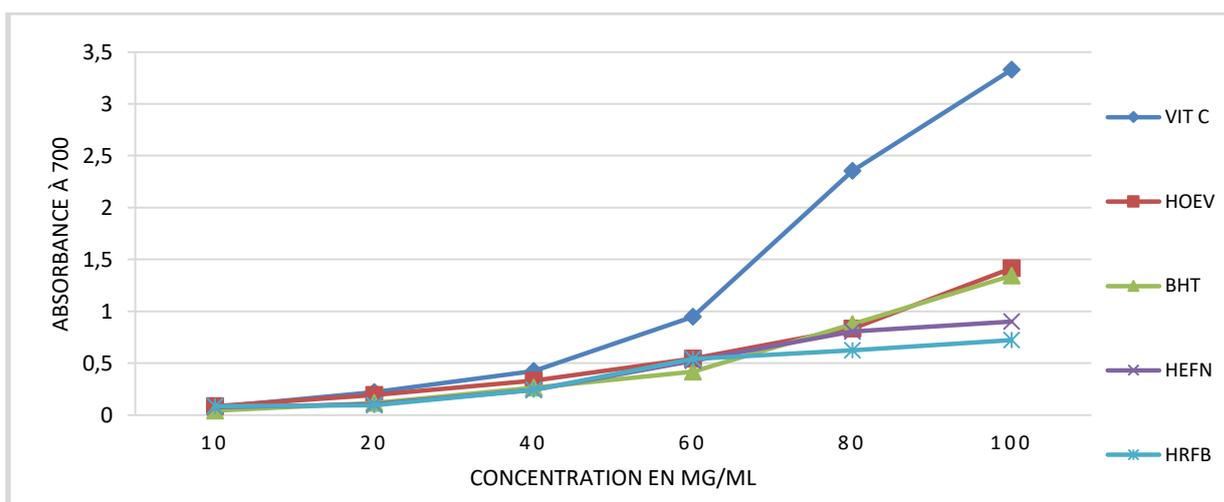


Figure 4.9. Evolution de pouvoir réducteur des antioxydants et des extraits phénoliques de l'huile d'olive avant et après la macération en fonction de la concentration

: BHA : butylhydroxyanisole , AA : acide ascorbique, HEOV :huile d'olive avant la macération, HRFN :huile restante des macérâtes figue noir HRFB : huile restante des macérâtes figue blanche ,Les résultats sont exprimés en moyenne \pm écart type (nombre de répétitions n = 3). Pour chaque colonne, les valeurs avec des lettres différentes sont significativement différentes à $P < 0,05$; a> b> c> d> e.

Aux concentrations faibles (2, 5 et 10 $\mu\text{g/mL}$), l'acide ascorbique a un pouvoir réducteur plus grand que celui de BHA et les extraits phénoliques étudiés puis à la concentration à 50 $\mu\text{g/mL}$. Une augmentation significative du pouvoir réducteur des

macérâtes de figes noires et blanches par apport aux figes sèches avant la macération avec des absorbances variant de (0,94 -0,9- 0,87 et 0,80) de macérâtes figes noires, macérâtes figes blanches, fige noire, la fige blanche, successivement.

Les figes noires se distinguent des figes blanches par des activités réductrices élevées. Ceci peut être expliqué par leurs teneurs élevées en composés phénoliques totaux. D'après Simsek et al. [242], le pouvoir réducteur est un test simple, reproductible et montre une corrélation significative avec la quantité des PPT. Tous les extraits ont montré un pouvoir réducteur moins élevé que celui de l'acide ascorbique (Figure 4.9 et 4.10).

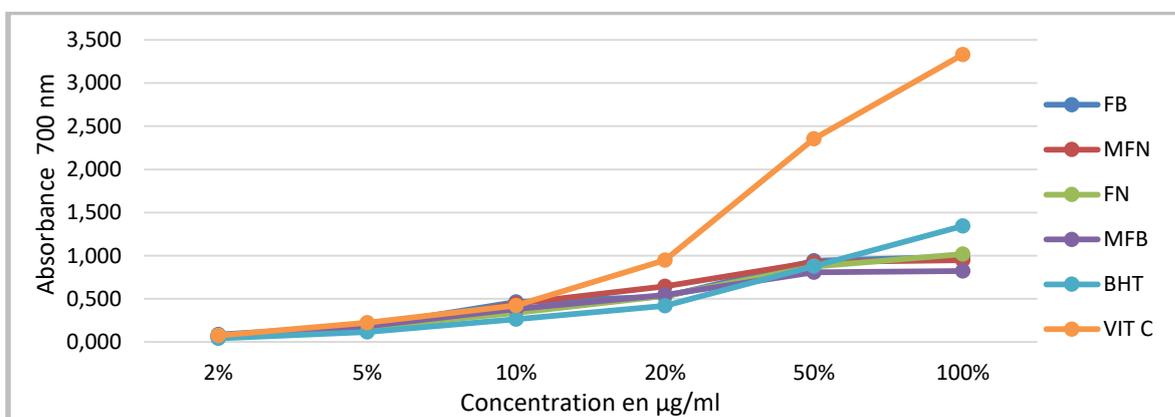


Figure 4.10. Evolution de pouvoir réducteur des antioxydants et des extraits phénoliques des huiles étudiées en fonction de la concentration

BHA : butylhydroxyanisole , VitC : acide ascorbique, FN :figes sèches noires, FB :figess seches blanches MFN: macérâtes fige blanche , MFN: macérâtes fige blanche ,Les résultats sont exprimés en moyenne \pm écart type (nombre de répétitions n = 3). Pour chaque colonne, les valeurs avec des lettres différentes sont significativement différentes à $P < 0,05$; a > b > c > d > e.

Nous avons enregistré à la même concentration de 50 µg/m. Le pouvoir réducteur des extraits phénoliques des huiles étudiées indiquent que l'huile d'olive avant la macération, présente la teneur la plus élevée et après macération, nous avons observé une diminution significative $p < (0,05)$ des deux huiles restantes avec des absorbances de (0,8 - 0,80 et 0,62) pour l'huile avant la macération (HOEV), l'huile restante des macérâtes figes noires (HRFN) et l'huile restante des macérâtes fige blanche (HRFB) successivement (Figure 4.10). Les résultats obtenus par Lahmadi et al. [270] sur l'extrait de Ficus carica du Maroc ont permis

de remarquer que la réduction du fer est proportionnelle avec les concentrations utilisées. Les absorbances variaient de 0,113 à 0,494. Même constatation a été rapportée par l'étude de Harzallah et al. [272] sur différentes variétés de figes cultivées en Tunisie avec des absorbances variant selon la partie du fruit de 2,33 (fruit entier) à 3,36 (peau).

4.1.5. Activité biologique in vivo : effet anti- inflammatoire

Des travaux antérieurs ont rapporté que le figuier (*Ficus carica*) et même l'olivier (*Olea Europea*) avec ses différents organes ; feuilles, rameaux et fruits possèdent des composés phénoliques avec une forte activité antioxydante et anti-inflammatoire et une inhibition des marqueurs inflammatoires.

Par ailleurs, dans l'objectif de la réintégration du mélange figes sèches et huile d'olive afin d'exploiter les vertus thérapeutiques et pour un double impact ; environnemental et santé, l'activité anti-inflammatoire des extraits phénoliques des macérâtes figes sèches et l'huile d'olive a été mise en évidence. L'étude a été menée par détermination de l'activité antinflammatoire sur l'œdème de la patte droite postérieur des souris induit par la carragénine selon la méthode de WINTER et al [274].

Cette inflammation par la carragénine est biphasique. En effet, dans une première phase, il est connu que chez l'animal vivant, la carragénine dans une première phase provoque la synthèse de médiateurs chimiques tels que l'histamine et la sérotonine qui entretiennent l'inflammation. Dans une seconde phase, cette molécule de référence induit la synthèse de prostaglandines principalement, de protéases et de lysosomes. Cette dernière étape est sensible aux antagonistes de synthèse des prostaglandines et aux anti-inflammatoires naturels ou de synthèses telles que les glucocorticoïdes [274].

Le diamètre de la patte augmente considérablement en fonction du temps après injection d'un agent phlogistique (la carragénine) qui est le plus utilisé pour examiner l'activité anti-inflammatoire car il n'est pas antigénique [275]. On remarque que l'augmentation est importante chez le lot témoin alors qu'elle est

significativement diminuée chez les lots traités par les extraits phénoliques et le standard. Afin de mettre en évidence l'effet anti-inflammatoire de nos extraits phénoliques, on a calculé les % d'augmentation de l'œdème en fonction du temps (heures). Les résultats sont reportés sur la figure 4.11. Pour comparer les résultats trouvés pour le standard et l'extrait par rapport au témoin, on a calculé le % d'inhibition de l'œdème, les résultats sont représentés sur la figure 4.12

La figure 4.11 représente les effets des extraits phénoliques des huiles étudiées (HOEV, HRFN et HRFB) et des figes étudiées (FN, FB, MFN et MFB), sur l'évolution en fonction du temps (6h), de l'œdème induit par la carragénine sur la patte des souris (n = 5).

Après administration de la carragénine une augmentation hautement significative a été enregistrée des pattes des souris témoins à partir de la première heure de l'expérimentation. Elle est passée de $20,88 \pm 0,23$ mm avant l'injection à $30,67 \pm 0,51$ mm à la quatrième heure. A partir de la cinquième heure, l'évolution du pourcentage du volume des pattes des souris témoins commence à se réduire progressivement.

D'autre part elle est plus importante au niveau de tous les extraits par rapport au standard. Les résultats du % d'inhibition de l'œdème sont représentés sur la (Figure 4.12). Il est clair que l'inhibition de l'œdème est plus importante chez le standard (Diclofenac) avec un pourcentage de 84%, par rapport aux extraits des macérâtes figes noires (74,62%), suivis par l'huile restante des macérâtes figes noires (72,07%) de macérâtes figes blanches (70,84%), les figes noires et l'huile restante macérâtes figes blanches les figes blanches et de l'huile avant macération (70,84%, 70,82%, 68,29 % et 67,02%) successivement avec une différence significative ($p \leq 0.05$). Ceci peut s'expliquer par le fait que le Diclofenac est une molécule pure contrairement aux extraits utilisés qui sont des mélanges bruts. L'inhibition du standard (Diclofenac) atteint son maximum à la 3ème heure et cela concorde avec les travaux de Magaji et al. [275] et Bektas et al. [276] qui ont eu un pourcentage d'inhibition de 80.87% à la même dose. Ceci peut aussi être comparé aux travaux d'Ananthi et al. [277] qui ont testé le Diclofenac par la méthode de carragénine induisant l'œdème de la patte montrant un pourcentage

d'inhibition de 68.59% à une dose de 25mg/kg, ainsi qu'aux travaux de William Carey et al. [278] qui ont utilisé le Diclofenac comme médicament de référence à une dose de 20 mg/kg réduisant l'inflammation de 71.45% à la 3ème heure.

Des travaux antérieurs ont rapporté que L'huile d'olive extra vierge a montré une activité anti-inflammatoire remarquable due à oleocanthal [297]. Un composé présent dans l'huile d'olive extra vierge (EVOO) qui a un profil remarquablement similaire à l'ibuprofène, un médicament anti-inflammatoire synthétique [280]. De plus, L'administration intrapéritonéale d'huile essentielle *d'Olea. europaea* à des doses de 100, 200 et 300 mg / Kg a entraîné une réduction significative des constriction abdominales induites par l'acide acétique et de l'œdème de la patte chez la souris [281]. Patil et al, [284] ont rapporté un probable effet anti-inflammatoire des extraits au chloroforme, éthanol et l'éther de pétrole des feuilles de *Ficus carica*.L. Les extraits éthanoliques à 600 mg/Kg ont exercé un effet anti-inflammatoire maximum de 75,90 % dans l'inflammation aiguë et de 71,66 % dans l'inflammation chronique par la réduction du poids de granulome [283]. L'extrait éthanolique d'écorce de tige de *Ficus racemosa* inhibe l'activité enzymatique de cyclooxygénase-1 et 5-lipoxygénase [285-286] en empêchant l'oxydation rénale induite chimiquement [287]. En outre, des extraits de feuilles de *F. racemosa* ont démontré une activité anti-inflammatoire contre le carraghénane, la sérotonine, l'histamine et l'œdème de la patte de rat induits par le dextrane [288]. *Ficus carica*, source de certains composés bioactifs a montré des effets antioxydant, antivirale, antibactérien, anti inflammatoire, hypoglycémique, anticancéreux, hypotriglycéridique, vermifuge et bien d'autres activités [290]. Dans ce même contexte, selon un brevet chinois [283], la fermentation de mélanges contenant des proportions presque égales du jus de raisin et de figue a produit un mélange qui stimule la rate, favorisant la digestion, soulage les hémorroïdes et la constipation et retarde le vieillissement. Ce mélange a montré également des effets de prévention et de traitement du cancer et d'amélioration d'immunité.

Donc d'après nos résultats le mélange figue sèches huile d'olive possède un effet anti inflammatoire prouvé et une motivation pour leur éventuelle dans le domaine pharmaceutique et comme alicament bio, bénéfique pour la santé.

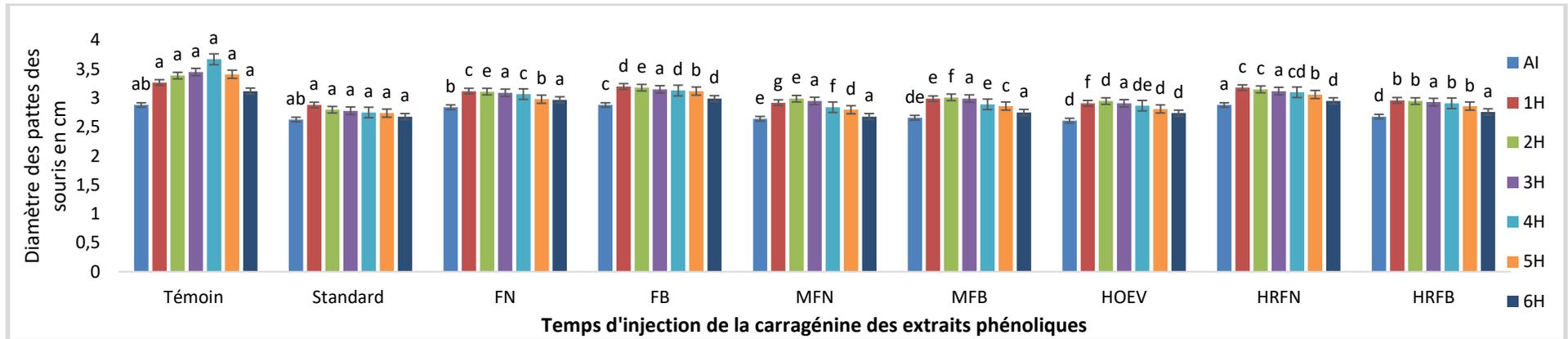


Figure 4.11. Evolution moyen de l'œdème de la patte arrière induit par la carragénine en fonction du temps des extraits phénoliques étudiés : AI : avant injection, Figs sèches noires FN, figes sèches blanches FB, macérât figes sèches noires MFN, macérât figes sèches blanches MFB, huile d'olive HOEV, huile restante de macérât figue blanche(HRFN) huile restante de macérât figue noire (HRFB).

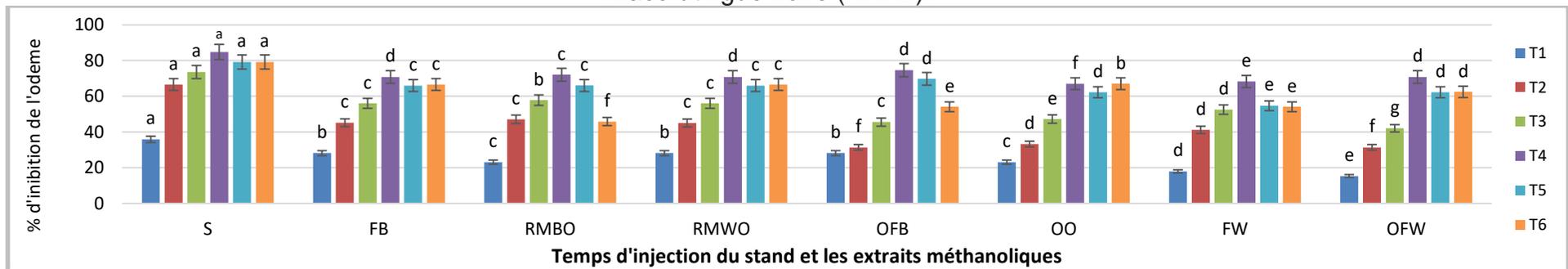


Figure 4.12. Evolution moyen de pourcentage d'inhibition de l'œdème des extraits phénoliques étudiés : Figs sèches noires FN, figes sèches blanches FB, macérât figes sèches noires MFN, macérât figes sèches blanches MFB, huile d'olive HOEV, huile restante de macérât figue blanche(HRFN) huile restante de macérât figue noire (HRFB). Les résultats sont exprimés en moyenne \pm écart type (nombre de répétitions $n = 5$). Pour chaque colonne, les valeurs avec des lettres différentes sont significativement différentes à $P < 0,05$; $a > b > c > d > e > f > g$.

4.1.5. Analyse des corrélations

Pour mieux exploiter les résultats de l'analyse physico-chimique, biochimique et l'analyses biologique, une étude des corrélations entre les différents paramètres mesurés a été réalisée. Une matrice de corrélation est établie avec le logiciel XSLSTAT.

Les principaux résultats des teneurs en composés bioactifs, des activités antioxydantes et anti inflammatoires obtenues à partir des variétés de figues sèches et des macérâtes des figues sèches montrent des corrélations positives très hautement significatives (Tableau 4.1), ce qui nous renseigne sur les interdépendances entre les différents paramètres antioxydants.

Les différentes activités antioxydantes des macérâtes des figues avant et après la macération sont bien corrélées avec les teneurs en Protéines ($r= 0,927$), les polyphénols totaux ($r= 0,759$), les flavonoïdes($r= 0,661$) et les tanins hydrosolubles ($r= 0,329$), les caroténoïdes ($0,575$).

Le pouvoir réducteur est bien corrélé avec les teneurs en Protéines($r= 0,779$), les polyphénols totaux ($r= 0,830$), les flavonoïdes($r= 0,83$) et les tanins hydrosoluble ($r= 0,131$), les caroténoïdes ($0,759$).

Des relations positives entre les teneurs en composés antioxydants et les activités antioxydantes de la figue sont également obtenues par plusieurs auteurs [241-243-13]

L'activité anti inflammatoire des figues est modérément corrèle avec la teneur en protéines($r= 0,347$), polyphénols totaux ($r= 0,234$), l'activité antioxydante et le pouvoir réducteur avec ($r=0,285$ et $r=0,003$) respectivement et fortement corrélé avec la teneur en tanins hydrosolubles avec ($r= 0,936$) et la teneur en lipides ($r= 0,669$).

Selon les données théoriques, il n'y a pas de conclusion générale sur la corrélation entre la teneur en composés phénoliques des plantes et la capacité

antioxydant. Certains auteurs ont constaté une forte corrélation [291], alors que d'autres n'ont trouvé aucune corrélation entre la teneur en composés phénoliques et la capacité antioxydante [292].

On ne sait pas lequel des phénols et des flavonoïdes présentent l'effet antioxydant le plus important, mais sans doute la quercétine est un flavonoïde doté de propriétés antioxydantes et biologiques élevées [293]. L'épicatéchine et la catéchine possèdent de nombreuses activités biologiques, dont les effets préventifs contre le cancer [294]. La catéchine étudiée par Graziani et al. [295] empêchaient également les lésions oxydatives des cellules épithéliales gastriques humaines in vitro, l'acide gallique et ses glycosides sont extrêmement bien absorbés par le corps humain, comparé à d'autres polyphénols.

L'analyse statistique a révélé des corrélations linéaires entre l'activité anti-radicalaire de l'extraits de l'huile d'olive, l'huile restante des figues noires(HRFN) et blanche(HRFB) (Tableau 4.2), et les valeurs de K232($r= 0,277$), K270($r= 0,638$), et hautement corrélée avec les polyphénols totaux ($r= 0,712$), caroténoïdes ($r= 0,858$), flavonoïdes ($r= 0,891$), en tanins hydrosolubles ($r= 0,883$) et le pouvoir réducteur ($r= 0,982$).

L'activité anti inflammatoire de l'huile d'olive est négativement corrélée avec la teneur en polyphénols totaux. Le pouvoir réducteur des caroténoïdes est modérément corrélé avec les valeurs de K232, l'acidité et l'indice de peroxyde.

Table 4.1 : Matrice de corrélation des paramètres physico chimiques des figes avant et après la macération

Variables	Acidité	H%	Protéines	Lipides	Sucre	PPT	Flavonoïdes	TH	Caroténoïdes	DPPH	PR
H%	0,915***										
Protéines	-0,606	-0,263									
Lipides	-0,584	-0,779	-0,262								
Sucre	0,909***	0,987***	-0,323	-0,681							
PPT	-0,12	-0,07	0,467*	-0,521	-0,226						
Flavonoïdes	0,332*	0,637***	0,546**	-0,941	0,549**	0,492*					
TH	-0,75	-0,88	0,254*	0,486*	-0,938	0,491*	-0,439				
Caroténoïdes	0,410*	0,712***	0,477*	-0,944	0,637**	0,395*	0,993**	-0,543			
DPPH	-0,439	-0,153	0,927***	-0,47	-0,264	0,759***	0,661***	0,329*	0,575**		
PR	-0,119	0,147*	0,779***	-0,725	0,016*	0,830***	0,83***	0,131*	0,759***	0,940***	
% I d'odème	-0,918	-0,986	0,347*	0,669***	-1	0,234*	-0,53	0,936***	-0,619	0,285*	0,003*

Table 4.2 : Matrice de corrélation des paramètres physico chimiques de l'huile d'olive avant et après la macération

Variables	Acidité	I. peroxyde	K270	K232	PPT	flavonoïdes	TH	Caroténoïdes	DPPH	PR
I. peroxyde	0,845***									
K270	-0,335	-0,143								
K232	-0,704	-0,641	0,850***							
Polyphénols totaux	-0,774	-0,698	0,799***	0,992***						
flavonoïdes	-0,929	-0,801	0,635***	0,916***	0,953***					
Tanins hydrosoluble	-0,922	-0,796	0,647***	0,923***	0,958**	1,000***				
Caroténoïdes	-0,901	-0,786	0,677***	0,941***	0,972***	0,998***	0,999***			
DPPH	-0,994	-0,808	0,277*	0,638***	0,713***	0,892***	0,883***	0,858***		
PR	-0,995	-0,827	0,432*	0,770***	0,831***	0,960***	0,955***	0,939***	0,983***	
% I odème	0,772***	0,573**	0,249*	-0,101	-0,199	-0,487	-0,471	-0,424	-0,829	-0,711

Paramètre mesuré uniquement pour les trois huiles étudiées. * Corrélation significative ($p < 0,05$). ** Corrélation hautement significative ($p < 0,01$). *** Corrélation très hautement significative ($p < 0,001$).

4.1.6 Conclusion

Dans la première partie du présent travail, on s'est intéressé à la caractérisation physicochimique de deux variétés de figuier (*F. carica*) de couleur noire et blanche, de l'huile d'olive (*O. europaea*) et leurs mélanges ainsi que le dosage des composés phénoliques. L'évaluation in vitro du pouvoir antioxydant (activité anti-radicalaire et pouvoir réducteur) et in vivo (anti inflammatoire) des extraits phénoliques pour les deux matrices alimentaires avant et après macération.

L'analyse de l'ensemble des résultats analytiques de l'huile d'olive a permis de classer notre échantillon d'huile d'olive (HOEV) avant macération (acidité : $0.33 \pm 0.02\%$, indice de peroxyde : 0.58 ± 0.06 meq d'O₂/kg , K232 : 0.20 ± 0.07 nm et K270 : 2.53 ± 0.04 nm), l'huile restante des macérations de figues noires (HRFN) (acidité : 0.60 ± 0.09 %, indice de peroxyde : 0.60 ± 0.36 meq d'O₂/kg , K232 : 0.16 ± 0.04 nm et K270 : 2.21 ± 0.09 nm) et l'huile restante des macérâtes de figues blanches (HRFB) (acidité : 0.75 ± 0.007 %, indice de peroxyde : 0.61 ± 0.084 meq d'O₂/kg , K232 : 0.18 ± 0.007 nm et K270 : 2.36 ± 0.205 nm) dans la catégorie vierge extra suivant les directives du COI (2019).

L'analyse de l'ensemble des résultats analytiques des figues sèches noires (FN) (acidité : 0.41 ± 0.02 % Humidité : 18.54 ± 0.19 teneur en lipides : $0,96 \pm 0.01\%$ en protéines : 3.88 ± 0.02 g/100g de MS et en sucres : 72.74 ± 0.70 g/100g de MS), la figue blanche (FB) (acidité : 0.62 ± 0.04 % Humidité : 20.21 ± 0.05 teneur en lipides : 1.73 ± 0.6 % en protéines : 2.92 ± 0.1 g/100g de MS et en sucres : 88.61 g/100g de MS), les macérâtes figues blanche (MFB) (acidité : 0.51 ± 0.04 % Humidité : 18.25 ± 0.82 teneur en lipides : 2.58 ± 0.69 % en protéines : 2.52 ± 0.03 g/100g de MS et en sucres : 72.12 ± 0.41 g/100g de MS) et les macérâtes figues noires (MFN) (acidité : 0.41 ± 0.02 % Humidité : 18.54 ± 0.19 teneur en lipides : $0,96 \pm 0.01\%$ en protéines : 3.88 ± 0.02 g/100g de MS et en sucres : 72.74 ± 0.70 g/100g de MS) ont présentés de bonnes qualités physicochimiques et biochimiques avant et après la macération.

L'analyse de la composition chimique a montré que la variété de la figue blanche (FB) est plus sucrée que la variété des figues noires (FN), la teneur moyenne en protéines dans la figue noires (FN) est supérieure par rapport à celle de la figue blanche (FB) et on remarque que la figue sèche de peau blanche contient des lipides plus que la figue de couleur noire.

La macération stimule l'augmentation des concentrations en composés phénoliques (polyphénols totaux, flavonoïdes, tanins hydrosolubles, caroténoïdes) des macérâtes figues noires (MFN) et blanches (MFB) en comparaison avec les figues noires (FN) et blanches (FB) avant la macération.

Cependant huile restante du mélange des figues sèches noires (HRFN) et blanches (HRFB) ont marqué une diminution de ces composés par rapport à l'huile témoin (HOEV) avant la macération.

Les activités antioxydantes de l'huile étudiée a été évaluée in vitro en utilisant deux tests ; celui du piégeage du radical libre DPPH et le test du pouvoir réducteur. L'extrait phénolique de huile d'olive extra vierge avant la macération a présenté l'effet le plus puissant vis-à-vis du radical libre DPPH suivi par l'extrait phénolique de l'huile restante des figues noires et l'extrait phénolique des figues blanches.

Concernant les activités antioxydantes des figues étudiées, l'extrait phénolique des macérâtes de figues noires a présenté l'effet le plus puissant vis-à-vis du radical libre DPPH suivi par l'extrait phénolique des macérâtes de figues blanches et l'extrait phénolique des figues noires et blanche.

En conclusion, les résultats obtenus dans ce chapitre montrent que les macérâtes des figues noires et blanches possèdent des teneurs très importantes en composés mineures et secondaires en comparaison avec les figues avant la macération par contre l'huile restante des macérâtes présente des teneurs moins importantes en ces mêmes composés en comparaison avec l'huile avant la macération.

4. 2 . Identification des composés phénoliques et les acides gras

Cette deuxième partie du travail est consacrée à l'identification des composés phénoliques des figues sèches noires par l'HPLC avant et après la macération, la quantification des acides gras de l'huile restante de macérâtes en comparaison avec l'huile témoin. Dans ce contexte, nous avons choisi cinq concentrations des figues sèches (1figue, 3 figues, 5 figues, 7 figues, 9 figues) et quatre volumes de l'huile d'olive (25 ml, 50 ml, 100 ml, 150 ml). Une analyse complémentaire par infrarouge a été aussi réalisée.

4.2.1. Résultats du profil des acides gras dans l'huile avant et après la macération

Un paramètre très important pour évaluer la stabilité à l'oxydation des huiles d'olives est la composition en acides gras des triglycérides et en particulier leur degré d'insaturation.

Par conséquent, 21 échantillons ont été analysés. Les quantifications des acides gras des extraits à l'hexane de l'huile d'olive avant et après la macération par chromatographie en phase gazeuse (GC/FID), par comparaison de leur temps de rétention avec ceux des étalons. Les figures C1-C21 (Annexe C) ainsi que les tableaux 4.3- 4.6 illustrent les profils et les pourcentages des composants identifiés dans chaque extrait.

A première vue des chromatogrammes, il apparaît clairement que l'acide gras majoritaire est l'acide oléique (C18 :1) suivi de l'acide palmitique (C16 :0) et de l'acide linoléique (C18 :2). L'intégration des aires sous les pics permet de déterminer les proportions de chacun de ces acides gras.

Les acides gras minoritaires dont les pourcentages obtenus pour les échantillons étudiés ne dépassent plus 4%, sont formés par l'acide palmitoléique, stéarique, linoléique, arachidique et gadoléique alors que les acides gras présents à l'état de traces sont les acides gras polyinsaturés.

Tableau 4.3 : Composition en acides gras de l'huile d'olive avant et après la macération au pourcentage

Pic	Acides gras	HOEV	1F+25	3F+25	5F+25	7F+25	9F+25	COI 2019
1	Acide myristique C14 :0	0,04	0,02	0,03	0,04	0,38	0,04	< 0,03
2	Acide palmitique C16 :0	19,15	18,61	21,07	21,32	21,31	21,15	7,5- 20
3	Acide palmitoléique C16 :1	2,7	3,57	2,96	2,88	2,5	2,7	0,30- 3,5
4	Acide heptadécanoïque C17 :0	0,14	0,08	0,06	0,15	0,06	0,75	< 0,40
5	Acide heptadécénoïque C17:1	0,23	0,07	0,04	0,62	0,05	0,1	< 0,60
6	Acide stéarique C18:0	3,03	4,66	5,53	6,07	5,7	4,06	0,50- 5
7	Acide oléique C18:1	54,49	44,54	58,95	58,61	56,48	58,86	55- 83
8	Acide linolique C18:2	8,38	7,22	8,88	8,76	9,75	10,25	2,5- 21
9	Acide α -linoléique C18:3	0,58	0,5	0,62	0,62	0,65	0,75	< 1,00
10	Acide arachidique C20	0,47	0,6	0,15	0,006	1,28	0,22	< 0,60
11	Acide gadoléique C20:1	0,01	0,48	0,12	0,12	0,24	0,01	< 0,50
12	Acide béhénique C22:0	0,16	0,13	0,02	0,12	0,08	0,12	< 0,20
	AGS	22,99	24,1	26,86	27,706	28,81	26,34	-
	AGMI	58,57	48,66	62,07	62,23	59,27	61,67	-
	AGPI	14,44	14,44	14,32	14,129	15	13,66	-
	C18:1/C18:2	6,50	6,17	6,64	6,69	5,79	5,74	-
	ω 6/ ω 3	14,45	14,44	14,32	14,13	15,00	13,67	-

Tableau 4.4 : Composition en acides gras de l'huile d'olive avant et après la macération au pourcentage (1F, 3F, 5F, 7F et 9F) +50 ml de l'huile d'olive.

Pic	Acides gras	HOEV	1F+50	3F+50	5F+50	7F+50	9F+50	COI 2019
1	Acide myristique C14 :0	0,04	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	< 0,03
2	Acide palmitique C16 :0	19,15	19	20,1	20,78	19,23	20,6	7,5- 20
3	Acide palmitoléique C16 :1	2,7	2,36	3,5	2,71	2,12	2,7	0,30- 3,5
4	Acide heptadécanoïque C17 :0	0,14	0,86	0,12	0,08	0,37	0,36	< 0,40
5	Acide heptadécénoïque C17:1	0,23	0,05	0,03	0,2	0,21	0,43	< 0,60
6	Acide stéarique C18:0	3,03	1,96	1,36	1,28	1,4	1,12	0,50- 5
7	Acide oléique C18:1	54,49	52,61	52,11	57,26	55,64	57,66	55- 83
8	Acide linolique C18:2	8,38	7,38	7,86	10,84	11	8,4	2,5- 21
9	Acide α -linoléique C18:3	0,58	0,86	0,45	0,63	0,73	0,63	< 1,00
10	Acide arachidique C20	0,47	0,07	0,45	0,02	0,04	0,08	< 0,60
11	Acide gadoléique C20:1	0,01	0,07	0,06	0,03	0,27	0,05	< 0,50
12	Acide béhénique C22:0	0,16	0,08	0,04	0,05	0,01	0,01	< 0,20
	AGS	22,99	22	22,1	22,24	21,08	22,2	
	AGMI	58,57	55,09	55,7	60,2	58,24	60,84	
	AGPI	14,44	8,24	8,31	11,47	11,73	9,03	
	C18:1/C18:2	6,50	7,13	6,63	5,28	5,06	6,86	
	ω 6/ ω 3	14,45	8,58	17,47	17,21	15,07	13,33	

Tableau 4.5 : Composition en acides gras de l'huile d'olive avant et après la macération au pourcentage (1F, 3F, 5F, 7F et 9F) +100 ml de l'huile d'olive

Pic	Acides gras	HOEV	1F+100	3F+100	5F+100	7F+100	9F+100	COI 2019
1	Acide myristique C14 :0	0,04	0,01	0,01	0,03	0,04	0,03	< 0,03
2	Acide palmitique C16 :0	19,15	14,19	17,53	12,52	18	18,6	7,5- 20
3	Acide palmitoléique C16 :1	2,7	2,22	1,59	3,54	1,96	3,86	0,30- 3,5
4	Acide heptadécanoïque C17 :0	0,14	0,37	0,24	0,18	0,13	0,04	< 0,40
5	Acide heptadécénoïque C17:1	0,23	0,22	0,47	0,36	0,6	0,09	< 0,60
6	Acide stéarique C18:0	3,03	4,82	4,29	2,5	1,37	2,51	0,50- 5
7	Acide oléique C18:1	54,49	53,39	53,89	54	53,19	56,06	55- 83
8	Acide linolique C18:2	8,38	12,39	5,75	11,97	9,27	8,06	2,5- 21
9	Acide α -linoléique C18:3	0,58	0,62	0,72	0,84	0,75	0,62	< 1,00
10	Acide arachidique C20	0,47	0,06	0,03	0,02	0,04	0,05	< 0,60
11	Acide gadoléique C20:1	0,01	0,09	0,02	0,05	0,34	0,47	< 0,50
12	Acide béhénique C22:0	0,16	0,09	0,01	0,05	0,37	0,09	< 0,20
	AGS	22,99	19,54	22,11	15,3	19,95	21,32	-
	AGMI	58,57	55,92	55,97	57,95	56,09	60,48	-
	AGPI	14,44	13,01	6,47	12,81	10,02	8,68	-
	C18:1/C18:2	6,50	4,31	9,37	4,51	5,74	6,96	-
	ω 6/ ω 3	14,45	19,98	7,99	14,25	12,36	13,00	-

Tableau 4.6 : Composition en acides gras de l'huile d'olive avant la macération et l'huile après la macération au pourcentage (1F, 3F, 5F, 7F et 9F) +150ml de l'huile d'olive

Pic	Acides gras	HOEV	1F+150	3F+50	5F+150	7F+150	9F+150	COI 2019
1	Acide myristique C14 :0	0,04	0,05	0,4	0,04	0,02	0,02	< 0,03
2	Acide palmitique C16 :0	19,15	12,75	19,79	23,14	21,16	21,45	7,5- 20
3	Acide palmitoléique C16 :1	2,7	1,5	1,9	1,62	2,84	3	0,30- 3,5
4	Acide heptadécanoïque C17 :0	0,14	0,43	0,06	0,13	0,06	0,05	< 0,40
5	Acide heptadécénoïque C17:1	0,23	0,07	0,04	0,62	0,05	0,1	< 0,60
6	Acide stéarique C18:0	3,03	3,29	4,82	4,39	4,65	4,52	0,50- 5
7	Acide oléique C18:1	54,49	47,72	54,97	56,35	60,29	59,9	55- 83
8	Acide linolique C18:2	8,38	4,82	10,24	8,84	8,85	9,23	2,5- 21
9	Acide α -linoléique C18:3	0,58	0,75	0,43	0,68	0,75	0,66	< 1,00
10	Acide arachidique C20	0,47	0,04	0,13	0,33	0,29	0,26	< 0,60
11	Acide gadoléique C20:1	0,01	0,01	0,33	0,52	0,04	0,04	< 0,50
12	Acide béhénique C22:0	0,16	0,02	0,22	0,02	0,01	0,01	< 0,20
	AGS	22,99	16,58	25,42	28,05	26,19	26,31	
	AGMI	58,57	49,3	57,24	59,11	63,22	63,04	
	AGPI	14,44	5,57	10,67	9,52	9,6	9,89	
	C18:1/C18:2	6,50	9,90	5,37	6,37	6,81	6,49	
	ω 6/ ω 3	14,45	6,43	23,81	13,00	11,80	13,98	

L'évolution des teneurs en acides gras de l'huile d'olive avant et après la macération (90 jour) indique une augmentation significative ($p < 0,05$) des concentrations en AGMI variant de 1 à 3% dans tous les échantillons de l'huile d'olive après la macération pour tous les rapports.

Nos résultats concernant le rapport (1F, 3F, 5F, 7F et 9F/50 et 100ml) sont en accord avec ceux de Okogeri et al. [296] et Guil-Guerrero et al. [297] qui ont confirmé l'augmentation des concentrations des AGMI comme résultats de la dégradation des AGPI. Maggio et al. [298] ont remarqué une réduction de 10 à 20% des AGPI de l'huile d'olive durant la thermo-oxydation. Celle-ci confirme que les AGPI sont moins résistants à l'oxydation que les AGS et les AGMI. Ces résultats concordent aussi avec ceux de Sousa et al. [112]. Ces auteurs ont constaté une augmentation notable dans la concentration des AGMI de l'huile d'olive enrichie par le laurier et l'origan. Dans une étude réalisée par Malheiro et al. [299] sur l'huile d'olive additionnée d'un extrait du thé, il a été constaté une diminution considérable des AGPI durant le phénomène de thermo-oxydation. Cependant Yang et al. [255] ont signalé que l'addition d'extrait de romarin dans l'huile de son de riz, de coton et de soja retarde la dégradation des AGPI.

Il ressort de ces résultats que le stockage pendant 3 mois à température ambiante a une influence sur la composition en acides gras de toutes les huiles restantes de mélange huile d'olive et figues sèches en fonction de leur concentration. Mais ces diminutions et les augmentations restent acceptables, car toutes les huiles y compris l'huile témoins sont toujours dans les normes de COI 2019 pour les huiles extra vierges. Ainsi,

4.2.2 Identification des composés polyphénoliques par HPLC des extraits phénoliques de figes avant et après la macération

La variété des figes de couleur noire (Azandjar,) renferment des teneurs élevées en composés bioactifs et expriment des activités antioxydantes importantes. Afin de compléter l'étude sur les composés phénoliques des macérâtes de figes sèches, nous avons cherché à déterminer les modifications au niveau de chaque concentration, par conséquent 21 échantillons ont été analysés par HPLC. L'identification des composés phénoliques a été réalisée par comparaison de leur temps de rétention et de leurs spectres UV avec ceux des étalons (Appendice E).

Les chromatogrammes enregistrés ont été traités et exploités par le logiciel YLCLARITY. Les pics correspondant aux différents composés phénoliques des extraits phénoliques sont illustrés sur les Appendice D et présentés dans les tableaux 4.7- 4.10.

Tableau 4.7 : Identification des composés polyphénoliques par l'analyse de HPLC des extraits bruts méthanoliques de figes avant et après la macération avec le rapport (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*25ml

Pic	Composés	tR (min) étalon	FS	tR (min) 1F+25 ml	tR (min) 3F+25 ml	tR (min) 5F+25 ml	tR (min) 7F+25 ml	tR (min) 9F+25 ml
1	A.Ascorbique	3,4	3,403	3,453	3,503	3,420	3,853	3,427
2	A.gallique	10,34	10,137	10,610	10,203	10,953	10,620	-
3	Catechine	14,2	14,837	-	14,220	14,220	14,103	14,260
4	vanilique	17,2	17,753	-	17,187	17,153	17,287	17,543
5	A.caféique	20,5	20,853	-	20,420	20,353	20,420	20,793
6	A.syringique	22,0	22,920	20,653	22,353	22,637	22,187	22,910
7	A.benzoïque	24,1	24,370	24,453	24,220	24,420	24,620	24,360
8	A.cinnamique	25,2	25,303	-	25,287	25,370	25,620	25,477
9	A. férulique	26,6	26,270	26,353	26,570	26,487	26,537	26,943
10	A.berberine	27,6	27,037	27,237	27,303	-	27,320	-
11	Rutine	28,7	28,570	28,887	28,937	28,653	28,237	28,643
12	Myrecitine	30,0		-	-	-	30,370	30,377
13	A.salicylique	30,7	30,537	30,903	-	30,820	30,720	
14	A.annisique	33	33,587	33,753	-	33,453	33,137	33,477
15	Quercetine	34,4	34,553	34,987	34,120	34,203	34,780	34,477
16	Anthrone	43,8	43,870	-	43,737	43,837	43,820	43,960
17	oxalique	50,2	50,110	52,587	50,653	-	50,603	50,643

Les résultats des analyses effectuées sur les extraits de figes indiquent la

présence de certains métabolites secondaires mis en évidence par le chromatogramme qui comporte un nombre de pics différent selon les extraits. Vue la richesse des extraits sélectionnés dans cette étude et le manque de données et des étalons de référence, plus de quarante composés n'ont pas pu être identifiés

Dix-sept composés phénoliques ont été identifiés, huit acides phénoliques ont été détectés avec des concentrations qui diffèrent selon le nombre des figues et le volume de l'huile d'olive : trois acides hydroxycinnamiques (acides caféique, cinnamique, férulique) et cinq acides hydroxybenzoïques (acides benzoïque, gallique, salicylique, vanillique, et syringique).

Tableau 4.11: Identification des composés polyphénoliques par l'analyse de HPLC des extraits bruts méthanoliques de figues avant et après la macération

	Composés	tR (min) étalon	Figues sèches	tR (min) 1F+50 ml	tR (min) 3F+50 ml	tR (min) 5F+50 ml	tR (min) 7F+50 ml	tR(m in) 9F+5 ml
1	A.Ascorbique	3,4	3,403	3,427	3,580	3,61	3,453	3,653
2	A.gallique	10,34	10,137	7,493	-	10,637	10,327	10,053
3	Catechine	14,2	14,837	-	14,597	-	14,487	14,637
4	vanillique	17,2	17,753	17,960	17,547	17,903	17,253	17,170
5	A.caféique	20,5	20,853	20,410	20,147	20,27	20,453	20,270
6	A.syringique	22,0	22,920	20,410	22,063	22,253	22,453	22,137
7	A.benzoïque	24,1	24,370	24,343	24,330	24,62	24,537	24,520
8	A.cinnamique	25,2	25,303	25,893	25,363	25,22	25,487	25,053
9	A. férulique	26,6	26,270	26,627	26,547	26,57	26,687	26,387
10	A.berberine	27,6	27,037	-	27,430	27,403	27,603	27,137
11	Rutine	28,7	28,570	28,943	28,830	28,97	28,220	28,703
12	Myrecitine	30,0	-	-	30,097	-	30,343	30,120
13	A.salicylique	30,7	30,537	-	30,930	-	33,427	30,753
14	A.annisique	33	33,587	-	-	-	-	-
15	Quercetine	34,4	34,553	34,343	34,197		34,403	34,620
16	Anthrone	43,8	43,870		43,677	43,937	43,737	43,970
17	A.oxalique	50,2	50,110	50,577	50,430	50,403	50,153	50,570

Trois flavonoïdes sont caractéristiques de la variété de figue analysée, avec des concentrations qui diffèrent selon le nombre des figues et le volume de l'huile d'olive: quercétine, catéchine et Rutine. Selon les travaux de Bouakkaz et al. [300], l'analyse chromatographique par HPLC-UV des extraits de *Ficus carica* à des longueurs d'ondes de 245 à 355 nm peut révéler la présence de psoralène à un temps de rétention de 29.84 min, de bergaptène à 34.11 min et de rutine à

16.61 min.

L'étude menée par Benattia et al. [301] sur l'espèce *Opuntia ficus-indica* analysée par HPLC à une longueur d'onde égale à 280 nm peut indiquer la présence de composés bioactifs à des temps de rétention diverses : acide chlorogénique, acide gallique, hydroquinone, résorcinol, pyroratéchol, catéchine, catéchine hydratée, acide syringique, acide caféique, acide pcoumarique, acide férulique, acide sinapique, rutine, naringénine et quercétine. Selon ses résultats, les extraits analysés contenaient la majorité de ces molécules douées de pouvoirs biologiques multiples.

Tableau 4. 12: Identification des composés polyphénoliques par l'analyse de HPLC des extraits bruts méthanoliques de figes avant et après la macération avec le rapport (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*100 ml

	Composés	tR (min) étalon	Figues sèches	tR (min) 1F+100 ml	tR (min) 3F+100 ml	tR (min) 5F+100 ml	tR (min) 7F+100 ml	tR (min) 9F+100 ml
1	A.Ascorbique	3,4	3,403	3,987	3,420	3,460	3,443	3,437
2	A.gallique	10,34	10,137	10,120	10,263	10,453	-	10,103
3	Catechine	14,2	14,837	-	14,187	14,737	14,977	14,070
4	vanilique	17,2	17,753	17,177	17,137	17,387	17,743	17,420
5	A.caféique	20,5	20,853	-	20,453	20,553	20,127	20,820
6	A.syringique	22,0	22,920	22,543	22,153	22,343		22,920
7	A.benzoïque	24,1	24,370	24,327	24,370	24,410	24,510	24,620
8	A.cinnamique	25,2	25,303	25,643	25,920	25,493	25,460	25,187
9	A. férulique	26,6	26,270	26,610	26,387	26,793	26,443	26,553
10	A.berberine	27,6	27,037	-	27,203	27,727	27,193	27,353
11	Rutine	28,7	28,570	28,227	28,887	28,343	28,660	28,903
12	Myrecitine	30,0	-	30,110		30,243	30,060	
13	A.salicylique	30,7	30,537	-	30,903	-	30,577	30,903
14	A.annisique	33	33,587	-	-	33,577	-	33,303
15	Quercetine	34,4	34,553	34,310		34,243	34,793	-
16	Anthrone	43,8	43,870	-	43,803	43,677	43,977	43,103
17	A.oxalique	50,2	50,110	-	50,370	50,460	50,627	50,570

Veberic et al. [303] ont détecté des composés phénoliques dans la peau et la pulpe des figes et ont constaté que le cultivar de fige noire présentait la teneur la plus élevée et que la plupart des polyphénols étaient concentrés dans la peau. Selon Arvaniti et al. [302], l'acide gallique, l'acide chlorogénique, sont les acides phénoliques les plus prédominants dans les variétés de figes sèches et fraîches, De même Selon Veberic et al. [303], les flavonoïdes présents dans la fige sont la rutine, la catéchine, l'épi-catéchine, etc. D'après Ouchemoukh et al. [163] la fige

sèche est le fruit le plus riche en flavonoïdes (105,6mg EQ/100g MS) par rapport aux autres fruits séchés. Dans l'étude menée par Lazreg-Aref et al. [170] 4 composés du groupe du flavonols ont été identifiés dans les figes fraîches et sèches à savoir : le kaempferol-3-O-glucoside, la rutine et la quercétine-3-O-glucoside, la lutéoline-8-C-glucoside, ce dernier composé est identifié uniquement dans la fige sèche.

Tableau 4.13 : Identification des composés polyphénoliques par l'analyse de HPLC des extraits bruts méthanoliques de figes avant et après la macération avec le rapport (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*150 ml

	Composés	tR (min) étalon	Figes sèches	tR (min) 1F+150ml	tR (min) 3F+150ml	tR (min) 5F+150 ml	tR (min) 7F+150ml	tR (min) 9F+150ml
1	A.Ascorbique	3,4	3,403	3,453	-	3,503	3,503	3,787
2	A.gallique	10.34	10,137	10,070	-	-	10,587	
3	Catechine	14,2	14,837	-	14,247	-	14,903	14,120
4	vanilique	17.2	17,753	17,020	17,497	17,003	17,553	17,070
5	A.caféique	20,5	20,853	20,270	20,780	20,403	20,470	20,253
6	A.syringique	22,0	22,920	22,070	22,530	22,003	22,537	22,820
7	A.benzoïque	24,1	24,370	24,387	24,130	24,237	24,553	24,187
8	A.cinnamique	25.2	25,303	25,687	25,330	25,320	25,387	25,703
9	A. férulique	26,6	26,270	26,437	26,813	26,920	26,520	26,970
10	A.berberine	27,6	27,037	27,220	27,480	27,803	27,470	27,903
11	Rutine	28,7	28,570	28,753	28,530	28,403	28,603	28,620
12	Myrecitine	30,0	-	30,437	-	30,220	30,137	-
13	A.salicylique	30,7	30,537	-	-	-	-	30,503
14	A.annisique	33	33,587	33,970	-	-	33,870	
15	Quercetine	34,4	34,553	34,670	34,230	34,470		34,387
16	Anthrone	43.8	43,870	-	43,013	43,820	43,037	43,603
17	A.oxalique	50,2	50,110	-	50,813	50,270	50,320	50,437

4.3 Résultats de Spectroscopie Infrarouge à transformé de Fourier (IRTF)

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier est une technique de référence fiable pour étudier les interactions intra- et intermoléculaires d'un matériau. Elle a été réalisée pour identifier les groupements fonctionnels des huiles restantes des macérates de figes sèches. La figure 4.13 représente et regroupe les spectres FT-IR des huiles restantes du mélange figes et l'huile d'olive à différentes concentrations plus l'huile témoin. Appendice F illustrent les autres spectres obtenus

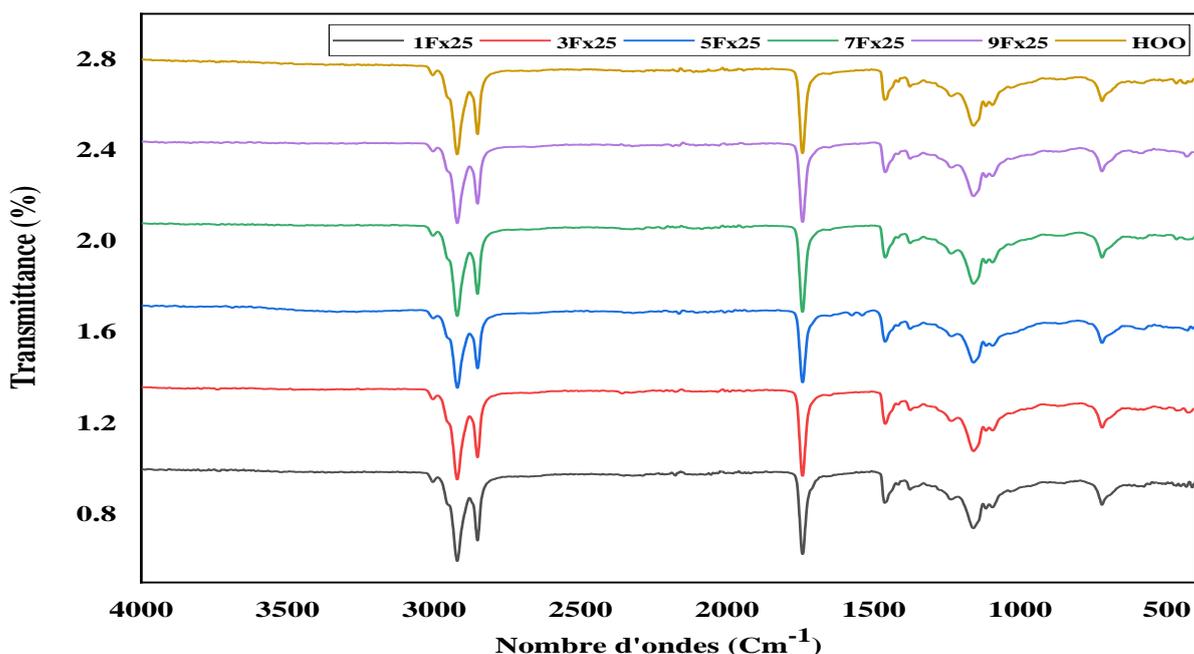


Figure 4.13 : Spectres d'absorption dans IR de l'huile restante des macérâtes figues sèches noires avec différentes concentration : : (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*25ml

Pour les échantillons (témoin compris), les spectres présentent des différences marquées à des longueurs d'ondes, les pics observés sur les spectres infrarouges de ces huiles d'olive montrent une bonne concordance avec la littérature [304]. En effet, en se référant aux banques de données existantes en spectrométrie infrarouge et tenant compte des bandes d'absorption des pics obtenus, il a été possible de dégager pratiquement les groupements et les liaisons caractéristiques des huiles étudiées :

- Les groupements carbonyles (C=O) présents au niveau des extrémités des chaînes des esters d'acides gras, mettent en évidence une bande d'absorption au voisinage de 1743cm^{-1}
- La double liaison (C=C) qui caractérise l'insaturation de l'acide oléique C18 :1 et l'acide linoléique C18 :2, contenus dans l'huile d'olive, montre une bande d'absorption vers 1460cm^{-1} ;
- Les groupements (C-O-C) présents au niveau de la jonction acide gras/glycérol, montrent un pic correspondant à 1160cm^{-1} ;
- Les groupements (-CH₂-) n caractérisant les longues chaînes aliphatiques des acides gras, ont une bande d'intensité moyenne de 722cm^{-1} ;

- Les groupements (-CH₂-) au niveau de la bande d'adsorption sont situés entre 2922 et 2850 cm⁻¹.
- Une faible bande d'adsorption à 3290 cm⁻¹ est attribuée au groupement (-OH) de l'eau pour l'huile [304].

4.3. Etude des transferts de matières dans un système Figs sèches/Huile

4.3.1 Etude de la cinétique de transfert de matière

L'objectif de cette partie est d'étudier la cinétique de transfert de matières (figes sèches et huile d'olive). Dans ce contexte, nous avons choisi cinq concentrations de figes sèches (1fige, 3figes, 5figes, 7figes, 9figes) et quatre volumes de l'huile d'olive (25 ml, 50 ml, 100 ml, 150 ml). Les paramètres suivants ont été suivis avant, pendant et après la macération : poids, la longueur, la largeur et l'épaisseur des figes, le volume de l'huile restante et calculer expérimentalement le coefficient de diffusion k . Le coefficient de diffusion a été calculé en utilisant le modèle de pseudo-second ordre, la vitesse de dissolution de la matière à extraite de la plante dans la solution est décrite par l'équation 4.1.

$$\frac{dC_t}{dt} (C_s - C_t)^2 \quad (4.1)$$

Où, k est la constante cinétique d'extraction de second ordre (L g⁻¹ min⁻¹),
 C_s la capacité d'extraction (concentration en soluté à la saturation en g L⁻¹)
 C_t la concentration en soluté dans la solution (g L⁻¹), à tout instant t (min).

Les coefficients de diffusion ont été calculés en utilisant la méthode des pentes en traçant les données expérimentales de concentration des figes par rapport aux données de temps. On doit obtenir une ligne droite, les résultats sont le tableau 4.14 et illustrés dans la figure 4.14. Les valeurs de la diffusivité varient de $1,497 \times 10^{-13}$ au $18,5 \times 10^{-7}$ g /s pour les macérâtes étudiées. Ces valeurs sont inférieures aux diffusivités de figes rapportées par Babalis et al. [305] et par Doymaz et al. [306]. Elles sont supérieures aussi à celles enregistrées par Martinez-Garcia et al. [307] pour les figes divisées en deux ($5,88 \times 10^{-10}$ à $2,08 \times 10^{-9}$ m² /s).



Figure 4.13 : Evolutions moyennes des concentrations des macérâtes figes noirs en fonction du temps : **A** : (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*25ml, **B** : (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*50ml; **C** :

(1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*100ml; **D** : (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*150ml

Tableau 4.14: les coefficients de diffusions des macérâtes figes sèches en fonction de la concentration

Coefficient de diffusion K	1F	3F	5F	7F	9F
25ml	$0,862 \times 10^{-7}$	$2,512 \times 10^{-7}$	$4,670 \times 10^{-7}$	$5,734 \times 10^{-7}$	$8,047 \times 10^{-7}$
50ml	$0,923 \times 10^{-7}$	$1,82 \times 10^{-7}$	$5,509 \times 10^{-7}$	$7,865 \times 10^{-7}$	$18,5 \times 10^{-7}$
100ml	$1,497 \times 10^{-13}$	$2,744 \times 10^{-13}$	$5,520 \times 10^{-13}$	$5,622 \times 10^{-13}$	$10,241 \times 10^{-13}$
150ml	$1,497 \times 10^{-13}$	$2,744 \times 10^{-13}$	$5,520 \times 10^{-13}$	$5,622 \times 10^{-13}$	$10,241 \times 10^{-13}$

Pour la concentration de (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)/25 et la concentration (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)/50 ml, un maximum de flux d'huile diffusée a été relevée dans tous les échantillons. Cependant, le coefficient de diffusion minimal a été enregistré pour la concentration 1F+ 25ml ($k=0,862 \times 10^{-7}$), alors que le coefficient maximal a été enregistré pour la concentration 9F+100ml ($K= 18,5 \times 10^{-7}$).

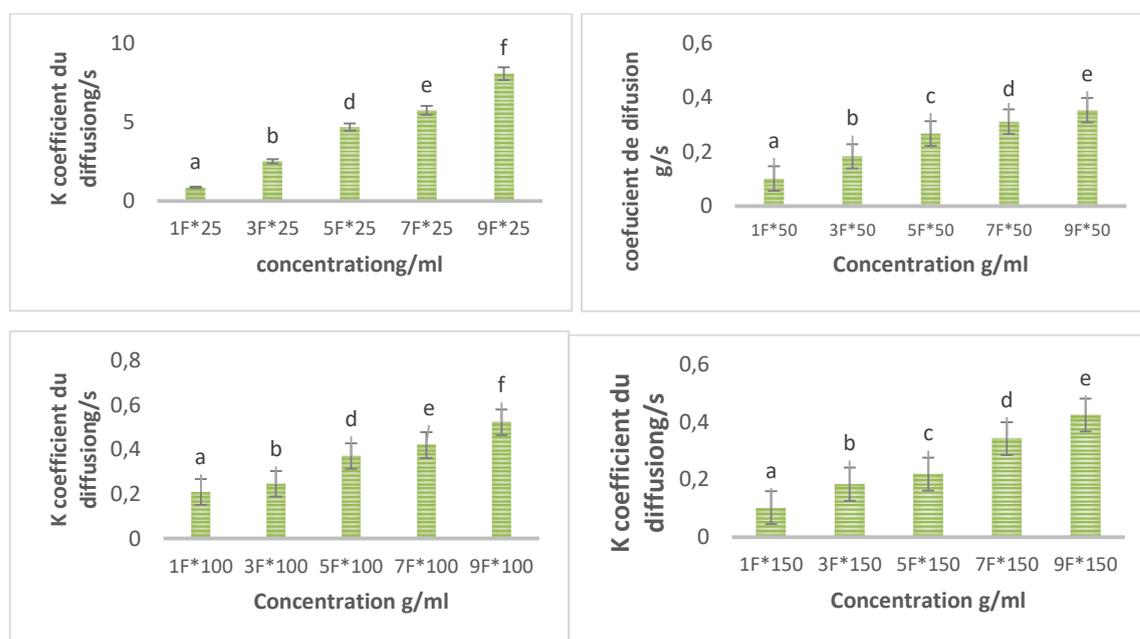


Figure 4. 14: Les coefficients de diffusions des macérâtes figes sèches en fonction de la concentration : Les résultats sont exprimés en moyenne \pm écart type (nombre de répétitions $n = 3$). Pour chaque colonne, les valeurs avec des lettres différentes sont significativement différentes à $P < 0,05$; $a > b > c > d > e$.

D'après les valeurs illustrées dans le tableau 4.14. Les résultats du suivi de l'évolution du poids, la longueur, la largeur et l'épaisseur des figes sèches et le

volume de l'huile restante des macérâtes sont représentés dans les tableaux en appendice F et ils sont illustrés dans les figures (4.15- 4.19) Les résultats du suivi de la cinétique de l'évolution de la concentration des figes sèches, l'épaisseur, la largeur, la longueur en fonction du temps ont montré que la concentration des macérâtes testés ont été augmenté significativement ($p < 0,05$) avec le temps. Cependant, après 90 jours de macération, tous les échantillons des figes sèches ont absorbé significativement ($p < 0,05$) l'huile d'olive. Nous avons constaté, une différence significative ($P < 0,05$) du coefficient de diffusion a différentes concentrations.

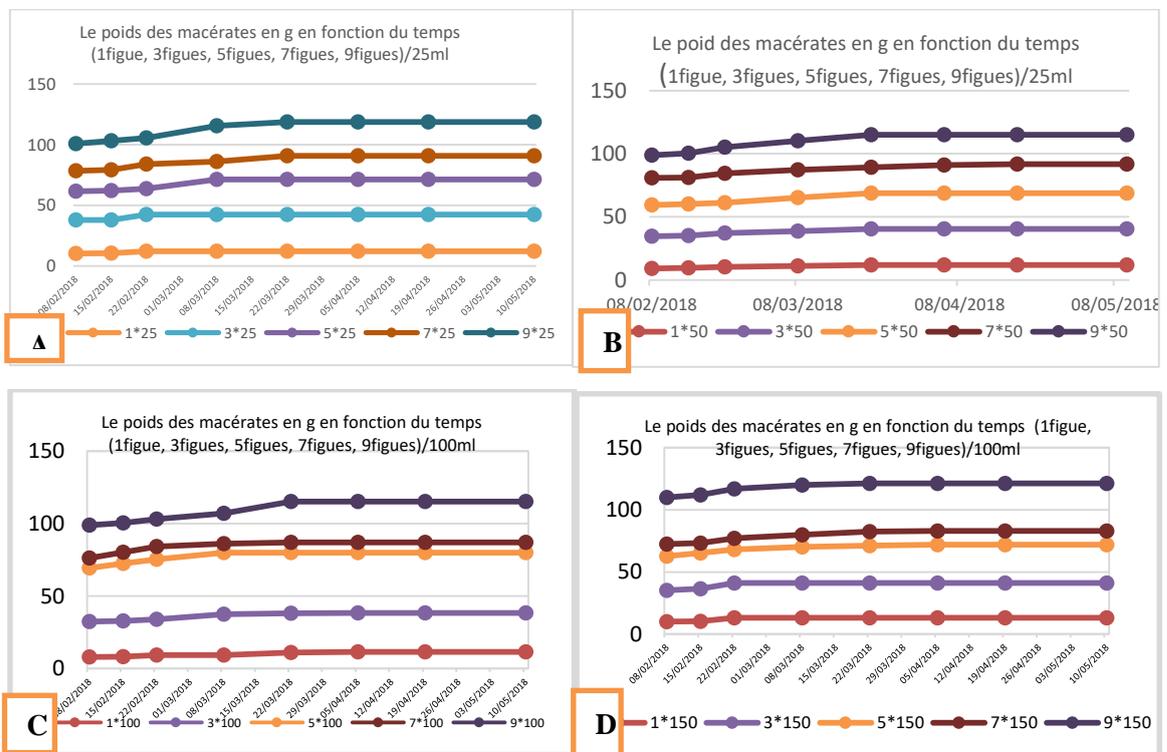


Figure 4.15 . Moyennes des gains du poids de la fige sèche en huile en fonction du temps **A :** (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*25ml, **B :** (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*50ml ; **C :** (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*100ml ; **D :** (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*150ml

Les gains en poids, la longueur, la largeur et l'épaisseur des figes augmentent progressivement en fonction du temps. Deux phases ont été relevées sur toutes les figes : une première phase qui correspond au début du processus de diffusion jusqu'au 21 jours. Cette phase est suivie par une autre de ralentissement (phase 2) qui correspond à la durée entre 21 et 90 jours.

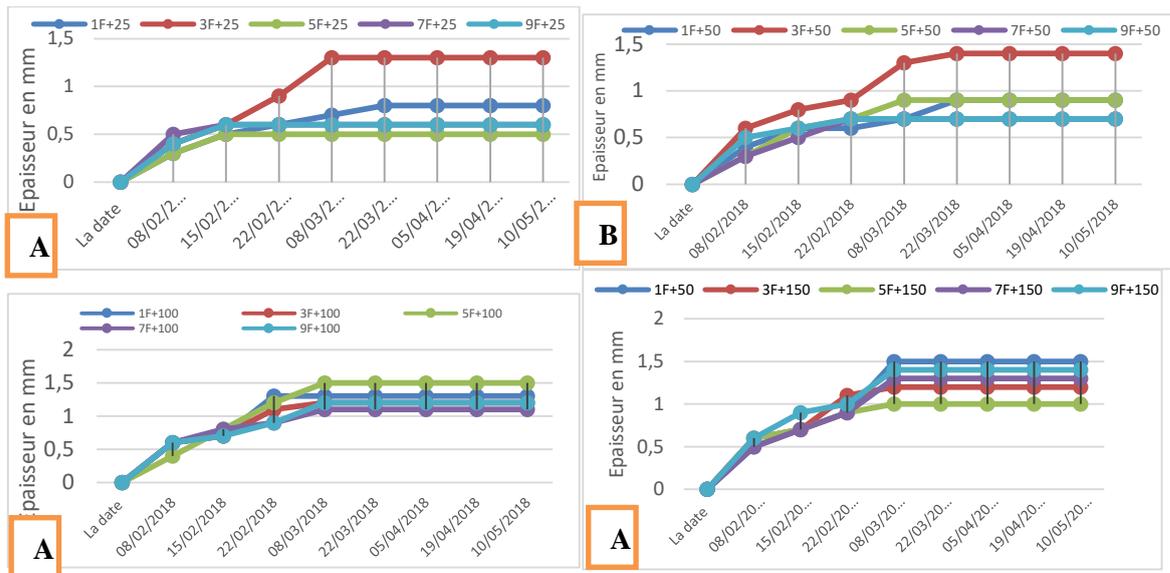


Figure 4.16. Moyennes des épaisseurs de la fige sèche en fonction du temps : **A** : (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*25ml, **B** : (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*50ml ; **C** : (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*100ml ; **D** : (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*150ml

Les gains en poids, l'épaisseur, la longueur et la largeur en huile des figes imprégnées dans 4 volumes différents de 25 à 150ml à température ambiante sont présentés sur les figures (4.15- 4.19). Les mesures ont débuté après 7 jours de macération. C'est pourquoi la première partie est sous forme d'une droite linéaire décrite par une augmentation rapide du calibre des figes (phase 1). Ensuite, un ralentissement de la diffusion d'huile à l'intérieur des figes se produit et correspond à la phase 2. En effet, une augmentation rapide de la diffusion de l'huile se déroule pendant les sept premiers jours quel que soit la concentration du mélange.

Ensuite, la diffusion est lente jusqu'à l'atteinte de l'équilibre de transfert à 21 jours de macération dans le rapport (1F, 3F)/25ml, le rapport (1F, 3F)/50ml, le rapport (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)/50 ml, le rapport (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)/100 ml et le rapport (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)/150 ml. Par contre les rapports de (5F, 7F et 9F)/25ml et le rapport (7F, 9F)/50ml, l'équilibre de transfert a été atteint après 30 jours de macération. D'autre part, les profils des pertes d'huiles pour les macérâtes sont représentés sur la Figure 4.27. Deux phases ont été constatées ; une phase de diminution du volume des macérâtes (phase 1) qui correspond au

début du processus jusqu'à 21 jours de macération dans le rapport (1F, 3F)/25ml, le rapport (1F, 3F)/50ml, le rapport (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)/50 ml, le rapport (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)/100 ml et le rapport (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)/150 m

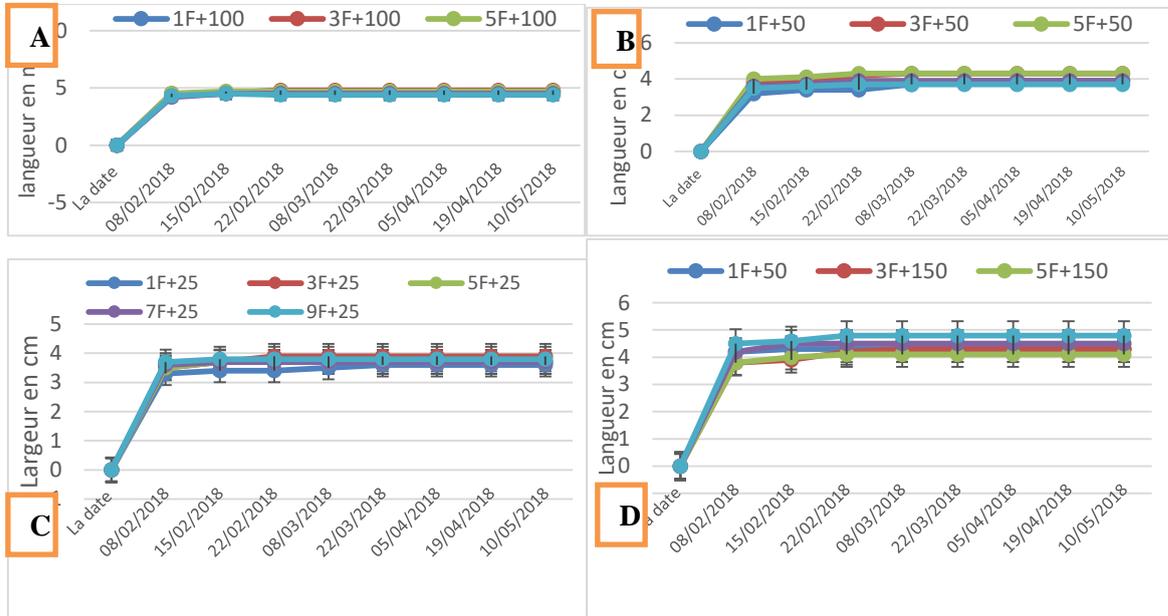


Figure 4.17. Moyennes des largeurs des figes sèches en fonction du temps : **A** : (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*25ml, **B** : (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*50ml ; **C** : (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*100ml ; **D** : (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*150ml

Par contre pour les rapports de (5F, 7F et 9F)/25ml et le rapport (7F, 9F)/50ml, l'équilibre de perte du mélange en huile a été atteint après 30 jours de macération. Cette phase est suivie par une autre de stabilisation qui est de 21 jours jusqu'à 90 jours.

La structure très poreuse est une caractéristique de la fige qui sans doute impose une influence sur la quantité de transfert de l'huile. D'après Fito et al. [308], une porosité élevée est nécessaire pour favoriser les phénomènes d'imprégnation dans les produits végétaux.

La teneur initiale élevée en eau (90% d'eau) de la fige fraîche permet d'avoir un taux de transfert d'eau et de soluté très élevé. En conclusion, le taux de transfert dépend de la nature du produit végétal. Cette constatation coïncide avec celle prouvée dans les travaux de Lenart et al. [309] ont trouvé des taux de pertes en eau et de gains en solutés plus élevés dans les pommes (teneur en eau= 80%) que dans les carottes (teneur en eau=60%).

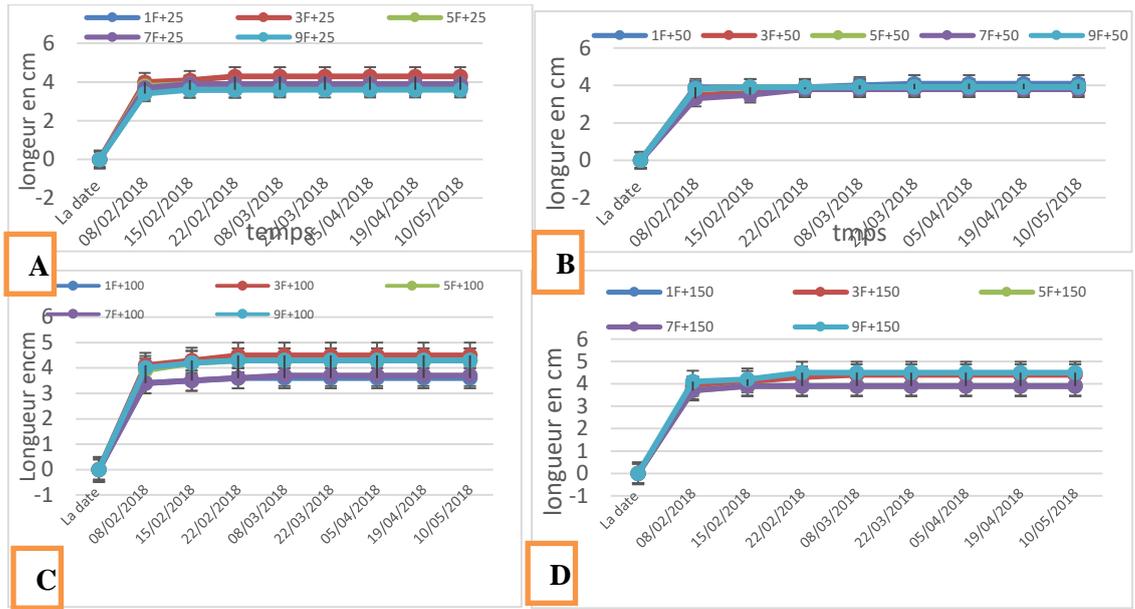


Figure 4.18. Moyennes des longueurs des figes sèches en fonction du temps : **A :** (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*25ml, **B :** (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*50ml ; **C :** (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*100ml ; **D :** (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*150ml

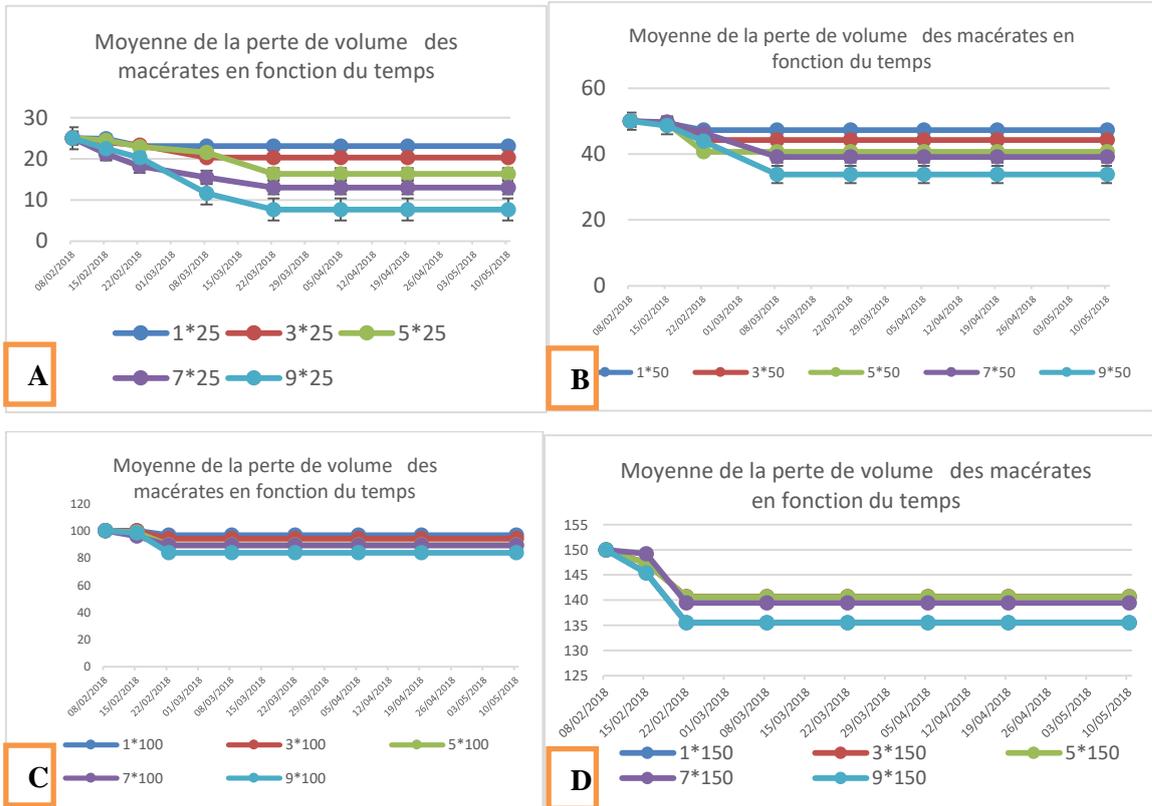


Figure 4.19. Moyennes des pertes du volume du mélange des macérates figes sèches en fonction du temps : **A :** (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*25ml, **B :** (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*50 ml; **C :** (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*100ml; **D :** (1F, 3F, 5F, 7F et 9F)*150ml

La quantité d'huile d'olive diffusée dans les figes sèches est très élevée après 7 jours de macération. Une différence de gradient de concentration entre la fige sèche et l'huile d'olive est vraisemblablement responsable du taux de transfert élevé pendant la première période de la macération

4.4. Résultats des observations par microscope électronique à balayage (MEB)

Afin de mieux appréhender le phénomène au niveau cellulaire lors de la macération, des fragments macérés à différentes concentrations ont été prélevés. Ces fragments ont ensuite été observés par microscopie électronique à balayage et comparés à des fragments de la fige avant la macération

Les images microscopiques MEB (Figures 4.20 et 4.21) permettent de mettre en évidence des différences microstructurales entre les figes sèches et imprégnée dans l'huile d'olive.

L'observation des fragments de figes a été réalisée par MEB pour visualiser leur morphologie et identifier la surface présente sur les échantillons. Les images microscopiques MEB permettent de mettre en évidence des différences microstructurales entre les figes sèches et imprégnée dans l'huile d'olive. En effet, on observe dans le premier échantillon qui représente la fige avant la macération de quelques surfaces irrégulières sous forme de lames cassées et condensées relatives aux fibres, tandis que pour l'échantillon imprégné dans l'huile d'olive, la surface est régulière présentant des formes lamellaires éloignées presque identiques correspondant toujours aux fibres. Ces résultats sont différents aux données rapportées par Logaranjan. *et al.* [310], qui ont utilisé l'extrait de fruit de *Ficus Carica* comme réducteur et agent de coiffage pour la synthèse biogénique. Les différences dans la taille des particules pourraient être attribuées au broyage des échantillons.

Du point de vue structure, l'échantillon sec présente une structure microporeuse permettant d'avoir une influence sur la mouillabilité et la densité dans l'huile d'olive

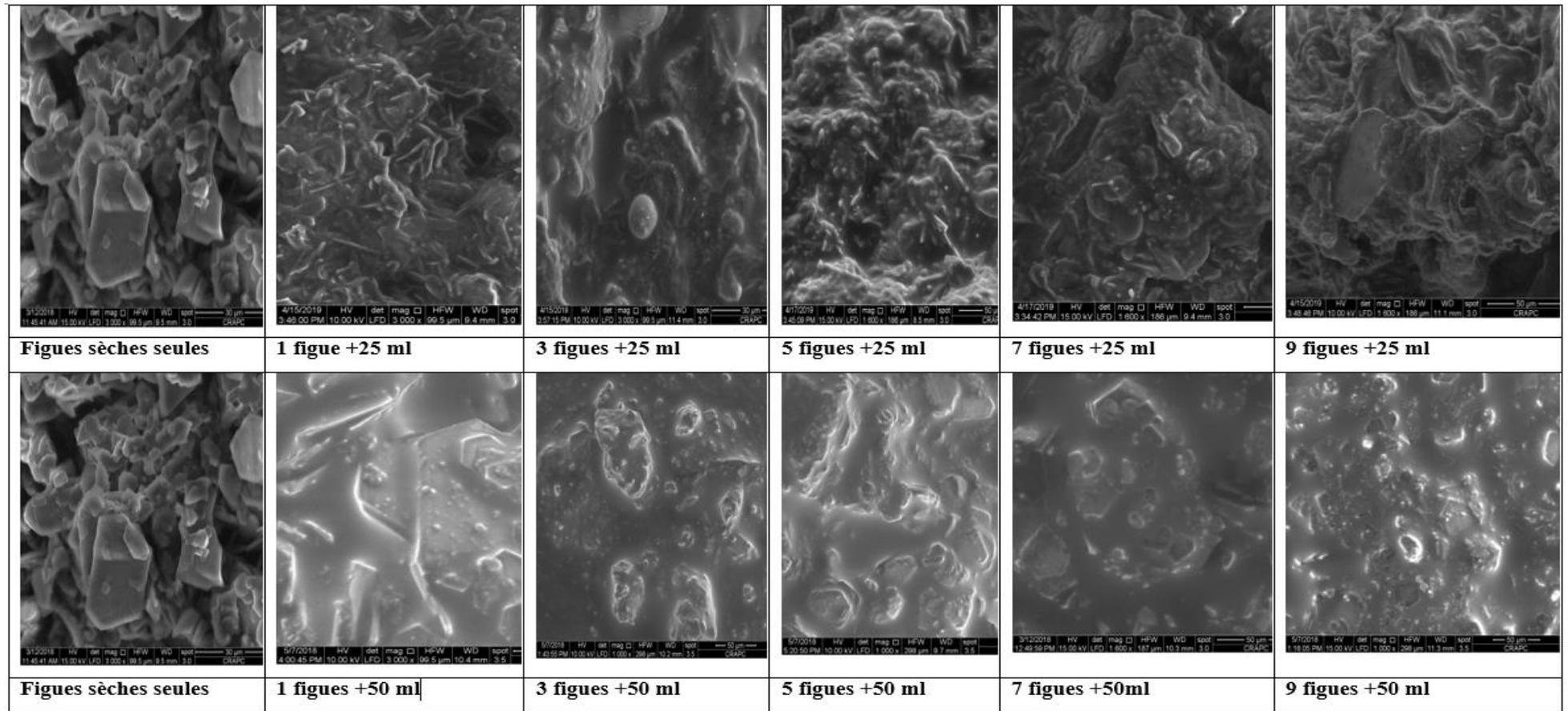


Figure 4.20 : Observations par microscope électronique à balayage (MEB) des cellules des figes sèches avant et après la macération avec différentes concentrations observés avec le MEB. Agrandissement : 1600 x, échelle = 50 µm

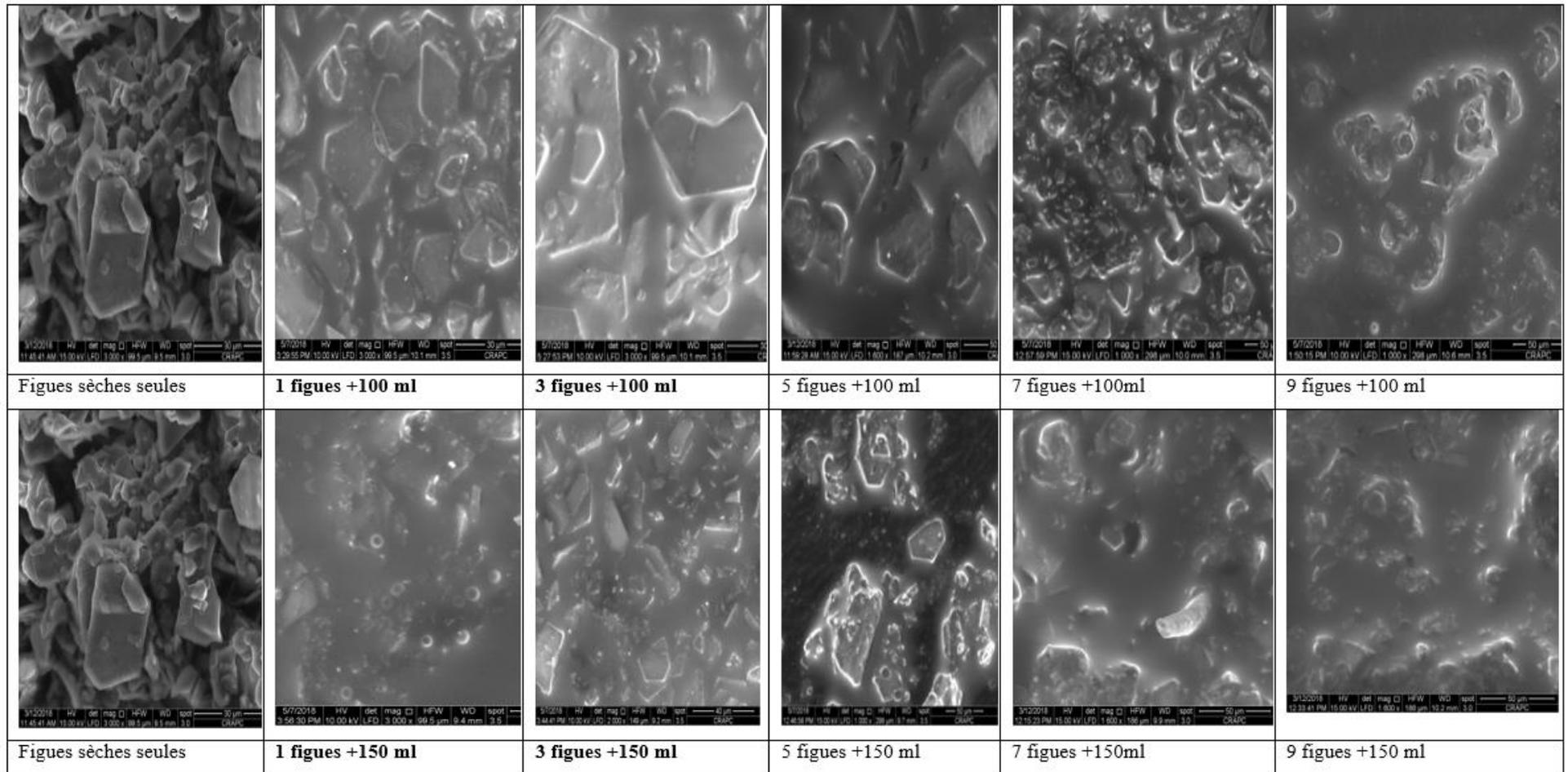


Figure 4.21 : Observation par microscope électronique à balayage (MEB) des cellules des figes sèches avant et après la macération avec différentes concentration observés avec le MEB. Agrandissement : 1600 x, échelle = 50 µm

4.5. Conclusion

Dans cette partie du présent travail, on s'est intéressé de modéliser les transferts de matières dans un système figues sèches /huile d'olive. Nous avons choisi, pour étudier les transferts de matières une simple macération conventionnelle, un système expérimental très simple, qui consiste à mettre en contact uniquement des fruits complet des figues sèches de cinq concentrations (1figue, 3 figues, 5 figues, 7 figues et 9 figues), dans quatre volumes de l'huile d'olive (25 ml, 50 ml, 100 ml et 150 ml).

Les objectifs étaient :D'évaluer l'effet de l'imprégnation sur la qualité de l'huile d'olive restante de mélange par les figues sèches pendant 90 jours de macération sur l'identification des composés phénoliques et la quantification en composition des acides gras et de e décrire les phénomènes de transfert (diminution en huile restante et gain en poids des macérâtes au cours de macération.

Dans un premier temps, L'évolution des teneurs en acides gras de l'huile d'olive avant et après la macération indique l'huile moins oxyde a été enregistré dans le rapport (1F, 3F, 5F, 7F et 9F) avec 50ml et le rapport (1F, 3F, 5F, 7F et 9F) avec 100 ml. Les principaux polyphénols identifiés sont Dix-sept composés phénoliques avec des concentrations qui diffèrent selon le nombre des figues et le volume de l'huile d'olive

Le coefficient de diffusion a été calculé en utilisant le modèle du pseudo-second ordre, Les meilleurs coefficients de diffusion ont été enregistrés par les macérâtes dans le rapport (9F*50ml) avec une valeur de $k=18,5 \times 10^{-7}$ g/s. Par contre les faibles coefficients de diffusion ont été enregistrés par les macérâtes dans le rapport (1F*100 et 150ml) avec une valeur de $k=1,497 \times 10^{-13}$ g/s.

2) qui correspond à la durée entre 21 et 90 jours.

D'après les résultats obtenus le meilleur rapport qui possède une meilleur stabilité et qui prend moins du temps (de 7j à 21j) pour la saturation des macérâtes vise à vis de la diffusion de l'huile c'est le modèle (5F et 7F)/ 50ml et 100ml.ce dernier reste à confirmer avec d'autres analyses plus fin comme analyse de RMN et LCMS.

CONCLUSION GENERALE

Ce travail a été réalisé dans le but d'enrichir les connaissances sur deux produits de tiroirs de la flore Algérienne connus par leurs intérêts nutritionnel et thérapeutique

L'étude des caractéristiques physicochimiques, le dosage des composés bioactifs et la détermination des propriétés biologiques (antioxydantes, et anti inflammatoire) a pu mettre en évidence ces vertus cités ci-dessus. Par analyses HPLC et GC-FID de deux variétés des figues sèches et une variété d'huile d'olive extra vierge, certains composés ont été identifiés

A l'issue de ce travail, il en ressort que les figue sèches blanches, noires et l'huile d'olive extra vierge seules possèdent des teneurs très importantes en composées primaires minoritaires et secondaires et leur mise en macération leur confère une haute valeur nutritionnelle et une très haute corrélation et synergie entre la composition physico chimiques, la composition biochimique en leur conférant un meilleur pouvoir réducteur, une activité antioxydante et anti inflammatoire plus importantes donc une grande valeur thérapeutique et nutritionnelle.

Les résultats des analyses physico-chimiques effectués sur les trois échantillons d'huiles étudiées, l'huile d'olive extra vierge, l'huile restante de macérât figue noir et l'huile restante de macérât figue blanche ont montré que tous les paramètres de qualités des huiles étudiées sont restées inférieures à la valeur maximale autorisée pour leur classification en tant que huiles extra-vierges conformément au règlement COI, 2019.

L'analyse de l'ensemble des résultats analytiques des figues sèches noires, figues sèches blanches, macérâtes figues noires et macérâtes figues blanches ont présenté de bonnes qualités physicochimique et biochimique avant et après la macération.

Après 90 jours de macération nous avons observé que :

L'analyse de la composition chimique de la variété de la figue blanche est plus sucrée que la variété des figues noires. La figue noires est plus riche en protéines que la figue blanche et on remarque que la figue sèche de peau blanche contient

plus de lipides que la figue de couleur noire.

La macération stimule l'augmentation des concentrations en composés phénoliques (polyphénols totaux, flavonoïdes, tanins hydrosolubles, caroténoïdes) des macérâtes figues noires et blanches en comparaisant avec les figues noire et blanche avant la macération.

L'huile restante du mélange des figues sèches noires et blanches ont marqué une diminution de ces composés par apport à l'huile témoin avant la macération.

L'extrait phénolique de huile d'olive extra vierge avant la macération a présenté l'effet le plus puissant vis-à-vis du radical libre DPPH suivi par l'extrait phénolique de l'huile restante des figues noires et l'extrait phénolique des figues blanches. Cependant l'extrait phénolique des macérâtes de figues noires a présenté l'effet le plus puissant vis-à-vis du radical libre DPPH suivi par l'extrait phénolique des macérâtes figues blanches et l'extrait phénolique des figues noires et blanche.

Par ailleurs, tous les extraits ont inhibé l'œdème de manière dose-dépendante et à toutes les heures et présentent une activité anti-inflammatoire, les macérâtes figues noires possèdent le meilleur pouvoir réducteur et la meilleure activité anti-radicalaires avec une diminution hautement significative ($p < 0,001$) de l'œdème des souris albinos a la dose de 200 mg/kg par rapport à l'huile témoin et les figues seules (74,62%) à la 4^{ème} heure.

Les résultats montrent que les macérâtes ont été enrichies sur le plan nutritionnel notamment celles des figues noires et ont des propriétés anti-inflammatoires et antioxydantes meilleures qui peuvent justifier leur utilisation contre les maladies liées au stress oxydant et inflammatoires.

L'évolution des teneurs en acides gras dans l'huile d'olive avant et après la macération (90 jours) indique une augmentation significative ($p < 0,05$) des concentrations des AGS et AGPI qui a été observée avec des valeurs comprises entre 0,5 à 8% dans les rapports (1F, 3F, 5F, 7F et 9F) avec 25ml et le rapport (1F, 3F, 5F, 7F et 9F) avec 150 ml. Une diminution significative ($p < 0,05$) des concentrations des AGS et AGPI a été observée (entre 0,5 à 7%) dans le rapport (1F, 3F, 5F, 7F et 9F) avec 50ml et le rapport (1F, 3F, 5F, 7F et 9F) avec 100 ml.

Dix-sept composés phénoliques ont été identifiés par analyse HPLC des extraits phénoliques de figues avant et après la macération, : *A. férulique*, *vanilique*, *A.gallique*, *A.Ascorbique*, *A.gallique vanilique* *A.caféique* *A.syringique*

A. benzoïque A. syringique A. caféique A. berberine Rutine A. salicylique
A. benzoïque A. cinnamique Myrecitine A. annisique Quercetine Anthrone
A. oxalique

Les résultats du suivi de la cinétique de l'évolution de la concentration des figes sèches ont montré des gains en poids. Les longueurs, largeurs et épaisseurs des figes ont augmenté progressivement en fonction du temps. Deux phases ont été détectées : une première phase qui correspond au début du processus de diffusion qui s'étale jusqu'au 21^{ème} jour. Cette phase est suivie par une autre de ralentissement qui correspond à la durée entre 21 et 90 jours. En effet, une augmentation rapide de la diffusion de l'huile se déroule pendant les sept premiers jours quel que soit la concentration du mélange

Les observations par microscope MEB ont permis de mettre en évidence des différences de microstructures entre les figes sèches et les macérâtes des figes. Du point de vue structure, l'échantillon sec présente une structure microporeuse permettant d'avoir une influence sur la mouillabilité et la densité dans l'huile d'olive.

Enfin, les résultats de cette étude ont montré que ces richesses végétales constituent un trésor inestimable qui pourra être valorisé et utilisé ultérieurement comme des produits thérapeutiques de base pour produire des médicaments améliorés à l'aide des analyses de la composition chimique et des principes actifs de ces plantes médicinales ; notamment en cosmétologie, en pharmacie, en nutrition humaine et animale et peuvent être considérés comme une source naturelle très importante de constituants phytopharmaceutiques .

De même, il serait intéressant d'envisager l'utilisation de ces ressources naturelles pour remplacer les antioxydants de synthèse largement utilisés en industrie agro-alimentaire et pharmaceutique. La liste de ces résultats qui en découlent ouvre de nombreuses nouvelles perspectives pour les chercheurs pour concevoir éventuellement des aliments et des traitements très efficaces et à faible coût pour plusieurs maladies générées du stress oxydatif. Bien que l'effet de l'alimentation équilibrée et riche en antioxydants sur les maladies cardiovasculaires et la carcinogénèse est encore à l'étude, l'utilisation directe des plantes pour atténuer, prévenir et guérir ces maladies est clairement indicative. Toutefois, il

sera irréfutable de :

- optimiser d'autres facteurs qui peuvent influencer le taux d'extraction des polyphénols les propriétés sensorielles du mélange.
- étudier d'autres variétés de figes et d'huiles cultivées en Algérie et analyser l'effet de l'origine géographique sur la composition en antioxydants et sur leurs activités biologiques.
- Déterminer le pouvoir antioxydant du mélange Figue sèche-huile avec d'autres produits riches en antioxydants (Dattes, miel,..).
- Réaliser des activités antioxydantes in vivo sur des composés isolés pour une meilleure compréhension du mode d'action des molécules bioactives.
- Suivre la composition chimique plus en détail par caractérisation des molécules phénoliques responsables de ces effets biologiques
- Procéder au fractionnement, purification et séparation de ces molécules individuellement
- Conduire le contexte de ce travail vers une application industrielle de correction des aliments appauvris par mise en œuvre d'une méthodologie bien adaptée sans altérer les qualités organoleptiques et conserver ou améliorer les qualités nutritionnelles

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

1. Amar, M. I., Lionel L.A. In Tasyriq, M., Devi Rosmy S., Khalijah A., Ayda Hussein O.M., Omer F.I. & Imad Fadl-Elmula, N.H. Extra virgin olive oil potentiates the effects of aromatase inhibitors via glutathione depletion in estrogen receptor-positive human breast cancer (MCF-7) cells. *Food and Chemical Toxicology*, V. 62, (2013), 817-824
2. Fregapane, G. & Salvador, M.S. Production of superior quality extra virgin olive oil modulating the content and profile of its minor compounds. *Food Research International*, V.54, (2013), 1907-1914.
3. Bulotta S., Celano M., Massimo Lepore .S, Tiziana Montalcini T., Pujia A and Russo D. Beneficial effects of the olive oil phenolic components oleuropein and hydroxytyrosol: focus on protection against cardiovascular and metabolic diseases. *Translational Medicine*, (2014), 12:219.
4. Vitaglione P., Savarese M., Paduano A., Scalfi L., Fogliano V and Sacchi R. Healthy virgin olive oil: a matter of bitterness. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, V. 55(13), (2013), 1808–1818.
5. Artajo, L. S., Romero, M. P., Morelló, J. R., et Motilva, M. J. Enrichment of refined olive oil with phenolic compounds: evaluation of their antioxidant activity and their effect on the bitter index. *Journal of agricultural and food chemistry*, 54(16), (2015) 6079-6088.
6. ADAMEZ, J., FRANCO, B. M. N. & DANIEL, M. V. Oxydative Stability, Phénolic Compounds and Antioxydant Potential of virgin Olive Oil Enriched with Natural Bioactive. *Journal of Oleo science*, V.63(1), (2014), 55-65.
7. CAPONIO, F., DURANTE, V., VARVA, G., SILLETTI, R., PREVITALI, M. A., VIGGIANI, I., SQUEO, G., CARMINE SUMMO, PASQUALONE, A., GOMES, T., BAIANO, A. Effect of infusion of spices into the oil vs combined malaxation of olive paste and spices on quality of naturally flavoured virgin olive oils. *Food Chemistry*, (2005),23.
8. CLODOVEO, M. L., DIPALMO, T., CRUPI, P., DURANTE, V., PESCE, V., MAIELLARO, I., LOVECE, A., MERCURIO, A., LAGHEZZA, A., CORBO, F. & FRANCHINI, C. Comparison Between Different Flavored Olive Oil Production Techniques: Healthy Value and Process Efficiency. *Journal of Plant Foods Hum Nutr*, (2016), 7.
9. Baccouri B, Zarrouk W, Krichene D, Nouairi I, Ben Youssef N, Daoud D et Zarrouk M. Influence of fruit Ripening and Crop Yield on Chemical Properties of Virgin Olive Oils from Seven Selected Oleasters (*Olea europea* L.). *Journal d'Agronomie*, V.6, (2007), 388-396.
10. Savarese, M., De Marco, E., Caporaso, N. & Sacchi, R. Extra virgin olive oil overall quality assessment during prolonged storage in PET containers. *1st Global Virtual Conference - Section Agriculture*. V.1, (2013), 674-679.

11. GARGOURI, O., BEINROUINA, Y., BENMANSOUR, A., FLAMINI, G., BENROUINA, B. & BOUAZIZ B. Comparative Study of Oil Quality and Aroma Profiles from Tunisian Olive Cultivars Growing in Saharian Oasis Using Chemometric Analysis. *Journal of Oleo Science*. V.65(12), (2016), 1033-1044
12. RODREGUEZ, P., GONZÁLEZ, M., BARREIRO, C., GÁNDARA, J., SALVADOR, M., GRANDE, B. & FREGAPANE, G. State of the Art on Functional Virgin Olive Oils Enriched with Bioactive Compounds and Their Properties. *International of Molecular Sciences*, (2017), 688
13. Mehraj, H., Sikder, R. K., Haider, M. N., Hussain, M. S., & Jamal Uddin, A. F. M. Fig (*Ficus carica* L.): a new fruit crop in Bangladesh. *International Journal of Business, Social and Scientific Research*, (2013). 1(1), 1-5
14. Vallejo, F., Marin, J.G. and Tomas-Barberan, F.A., "Phenolic compound content of fresh and dried figs (*Ficus carica* L.)", *Food Chemistry*, V. 130(3), (2012), 485-492.
15. Apak, R.; Guclu, K.; Ozyurek, M.; Karademir, S.E. Novel total antioxidant capacity index for dietary polyphenols and vitamins C and E, using their cupric ion reducing capability in the presence of neocuproine: CUPRAC method. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 2004, 52, 7970–7981..
16. Guclu, K.; Altun, M.; Ozyurek, M.; Karademir, S.E.; Apak, R. Antioxidant capacity of fresh, sun- and sulphited-dried Malatya apricot (*Prunus armeniaca*) assayed by CUPRAC, ABTS/TEAC and folin methods. *International Journal of Food Science and Technology* 2006, 41, 76–85
17. Del Caro, A.; Piga, A. Polyphenol composition of peel and pulp of two Italian fresh fig fruits cultivars (*Ficus carica* L.). *European Food Research and Technology* 2008, 226, 715–719..
18. Douzane M, Nouani A, Brahimi A, Bellal MM. Influence of the Variety, the Oleiculture Campaign and the Region on the Fatty Acid Composition of Some Algerian Virgin Olive Oils. *European Journal of Scientific Research*, V.46 (2010), 339-351.µ
19. Cerretani, L., Bendini, A., Rotondi, A., Mari, M., Lercker, G. & Gallina Toschi, T. Evaluation of the oxidative stability and organoleptic properties of extra-virgin olive oils in relation to olive ripening degree. *Progress in Nutrition*. V.6(2004), 50-56.
20. Lean, M. E., Noroozi, M., Kelly, I., Burns, J., Talwar, D., Sattar, N., & Crozier, A. (1999). Dietary flavonols protect diabetic human lymphocytes against oxidative damage to DNA. *Diabetes*, 48(1), 176-181.
21. ISSAOUI M DABBOU S.ECHABILI A. RJIBA I. GAZZAH N.TRIGUI A et HAMMAMI M. Biochemical characterisation of some Tunisia virgin olive oils obtained from different cultivars growing in Sfax National Collection. *Journal of Food, Agriculture & Environment*, V.5(1), (2007), 17-21.

22. Aranda F, Gómez-Alonso S, Rivera dellamo R.M, Salvador M.D, Fregapane G. Triglyceride, total and 2-position fatty acid composition of Cornicabra virgin olive oil. Comparison with other Spanish cultivars. *Food Chemistry* V.86, (2003), 485-492.
23. Mawa, S., Husain, K., Jantan, I., "Ficus carica L. (Moraceae): Phytochemistry, Traditional Uses and Biological Activities", *Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine*, (2013), ID 974256, 8 pages
24. Hashemi, A.S. and Abediankenari, S., "Suppressive Effect of Fig (*Ficus carica*) Latex on Esophageal Cancer Cell Proliferation", *Scientific Journal of the Faculty of Medicine in Niš*, V. 30(2), (2013), 93-96.
25. Olufemi, B.E. and Olusegun, O.V., "Antibacterial properties of ethanolic extract of *Ficus carica* on microorganisms isolated from pepper *Capsicum frutescens*", *WebPub J. Sci. Res.*, V. 1(1), (2013), 7-15.
26. Prieto, J.M., Patrizia, I., Pierluigi, C. & Silvio, C. In vitro activity of the essential oils of *Origanum vulgare*, *Satureja montana* and their main constituents inperoxynitriteinduced oxidative processes. *Food Chemistry*.V.104, (2007), 889-895
27. Rubio,´ L., Motilva, MJ., Macia,` A., Toma´s Ramo, T. & Romero, M.P. Development of a phenol-enriched olive oil with both its own phenolic compound and complementary phenols from Thyme. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. V.60, (2012), 3105- 3112.
28. ACHAT, S., TOMAO, V., MADANI, K., CHIBANE, M., ELMAATAOUI, M., DANGLES, O. & CHEMAT, F. 2012. Direct enrichment of olive oil in oleuropein by ultrasound-assisted maceration at laboratory and pilot plant scale. *Ultrasonics Sonochemistry*.V.19(11), (2012), 777–786.
29. Breton C, Tersac M, Bervillé A. Genetic diversity and gene flow between the wild olive (oleaster, *Olea europaea* L.) and the olive : several Plio-Pleistocene refuge zones in the Mediterranean basin suggested by simple sequence repeats analysis. *J Biogeography* (2006).*Journal of biogeography*.
30. Allalout A, Krichène D, Methenni K, Taamalli A, Oueslati I, Daoud D, Zarrouk M Characterization of virgin olive oil from super intensive Spanish and Greek varieties grown in northern Tunisia. *Science Horticultural* V.120, (2009), 77–83.
31. Al- Maaitah K, AIAbsi M, Al-Rawshadeh A. Oil Quality and Quantity of Three Olive Cultivars as Influenced by Harvesting Date in The Middle and Southen parts of Jordan. *International Journal of Agricultural-Biology*, V.11(3), (2009), 266 – 272.
32. Marei, N., & Crane, J. C. (1971). Growth and respiratory response of fig (*Ficus carica* L. cv. Mission) fruits to ethylene. *Plant Physiology*, 48(3), 249-254.
33. Perona J S, Alonso A et Martinez-Gonzalez M. Virgin olive oil and blood pressure in hypertensive elderly subjects. *Olives and Olive Oil in Health and Disease*

Prevention, V.85, (2010), 807-812

34. KRATZ M., CULLEN P., KANNENBERG F., KASSNER A., FOBKER M., ABUJA P. M., ASSMANN G. et WAHRBURG U., 2002. Effect of dietary fatty acids on the composition and oxidizability of low density lipoprotein. *European Journal of Clinical Nutrition*. 56 (1) pp: 72-81
35. Owen RW, Mier W, Giacosa A, Hull WE, Spiegelhalder B, Bartsch H. Phenolic compounds and squalene in olive oils: the concentration and antioxidant potential of total phenols, simple phenols, secoiridoids, lignans and squalene. *Food Chem. Toxicol.* V.38, (2000), 647-59
36. Andrews P, Busch JLCH, Joode TD, Groenewegen A et Alexandre H. Sensory properties of virgin olive oil polyphenols: identification of deacetoxy-ligstroside agglycon as a key contributor to pungency. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. V.51 (5), (2003), 1415-420.
37. Aparicio R, Morales MT. Optimization of a dynamic headspace technique for quantifying virgin olive oil volatiles. Relationship between sensory attributes and volatile peaks. *Food Qual Pref* .V.5, (1994). 109-114.
38. Benhayoun G et Lazzeri Y. *L'olivier en Méditerranée : du symbole à l'économie*. Editions L'Harmattan. Paris, (2007), 137.
39. Mendil M et Sebai A. *L'Olivier en Algérie*. Institut Technique de L'Arboriculture Fruitière et de la Vigne, Argel, Algeria. (2006), 48–86
40. LOUSSERT R., BROUSSE G. *L'olivier*. Ed. G.P. Maisonneuve et Larousse, Paris, France. (1998).462.
41. Baccouri O, Guerfel M, Baccouri B et Cerretani L. Chemical composition and oxidative stability of Tunisian monovarietal virgin olive oils with regard to fruit ripening. *Food Chemistry*, V.109, (2008). 743-754
42. Ballus CA, Meinhart AD, de Souza Campos Jr, de Oliveira da Silva LF, de Oliveira, AF. & Godoy HT. A quantitative study on the phenolic compound, tocopherol and fatty acid contents of monovarietal virgin olive oils produced in the southeast region of Brazil. *Food Research International*, V.62, (2014), 74-83
43. Beltrán G, Aguilera MP, Del Rio C, Sanchez S et Martinez L. Influence of fruit ripening process on the natural antioxidant content of Hojiblanca virgin olive oils. *Food Chemistry*, V.89, (2005), 207-215.
45. Covas, M. I., de la Torre, K., Farré-Albaladejo, M., Kaikkonen, J., Fitó, M., López-Sabater, C., ... & de la Torre, R. (2006). Postprandial LDL phenolic content and LDL oxidation are modulated by olive oil phenolic compounds in humans. *Free Radical Biology and Medicine*, 40(4), 608-616..
46. Bendini A, Cerretani L, Carrasco-Pancorbo A, Gómez-Caravaca AM, SeguraCarretero A, Fernández-Gutiérrez A et Lercker G. 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*, V.12,

(2007),1679-1719.

47. SERBINOVA E., KAGAN V. E., HAN D. et PACKER L., 1991. Free radical recycling and intramembrane mobility in the antioxidant properties of alpha-tocopherol and alphanatocotrienol. *Free Radical Biology and Medecine*. 10 (5) pp: 263-275
48. Ben Youssef N, Zarrouk W, Carrasco-Pancorbo A, Ouni Y, Segura-Carretero A, Fernández-Gutiérrez A, Daoud D, Zarrouk M. Effect of olive ripeness on chemical properties and phenolic composition of chétoui virgin olive oil. *Science of Food and Agriculture*. V.90, (2010), 199–204.
49. Bouaziz M, Chamkha M, Sayadi S. Comparative study on phenolic content and antioxidant activity during maturation of the olive cultivar Chemlali from Tunisia. *J Agric Food Chem*.V.52, (2004), 5476-5481.
50. Boukachabine N, Ajana H et El Antari A. A study of fatty acid and triglycerides oils composition and quality parameters of five autochthon olive varieties in Morocco. *Lebanese Science Journal*, V.1(2), (2011), 45-63.
51. Caponio F, Pasqualone A, and Gomes T. Changes in the fatty acid composition of vegetable oils in model dough's submitted to conventional or microwave heating," *International Journal of Food Science and Technology*, vol. 38(4). (2005), 481–486.
52. Carrasco-Pancorbo A, Gómez-Caravaca AM, Cerretani L, Bendini A, SeguraCarretero A et Fernández-Gutiérrez A. Rapid quantification of the phenolic fraction of spanish virgin olive oils by capillary electrophoresis with UV detection. *Journal Agricultural and Food chemistry*, V.54, (2006), 7984-7991.
53. Cichelli A et Pertesana GP. High-performance liquid chromatographic analysis of chlorophylls, pheophytins and carotenoids in virgin olive oil: chemometrics approach to variety classification. *Journal of chromatography*. V. 1046 (2004), 141-146.
54. Conde C, Delrot S et Geròsa H. Physiological, biochemical and molecular changes occurring during olive development and ripening. *Journal of Plant Physiology*, V.165, (2008) ,1545-1562.
55. Criado MN, Motilva MJ, Goñi M et Romero MP. Comparative study of the effect of the maturation process of the olive fruit on the chlorophyll and carotenoid fractions of drupes and virgin oils from Arbequina and Farga cultivars. *Food Chemistry*, V. 100, (2007), 748–755.
56. International Olive Council. COI/T.15/NC No 3/Rev. 12. Trad standaed applying to olive oils and olive pomace oils. (2018).
57. Dag A, Kerem Z, Yogev N, Zipori I, Lavee S and Ben-Davida E. Influence of time of harvest and maturity index on olive oil yield and quality. *Scientia Horticulturae*, V. (2011), 127:358–366.
58. Escudero A, Ramos N, La Rubia MD, and Pacheco R. Influence of Extreme

Storage Conditions on Extra Virgin Olive Oil Parameters: Traceability Study. *Journal of Analytical Methods in Chemistry*, (2016), 1-10

59. Esti M, Contini M, Moneta E and Sinesio F. Phenolic compounds and temporal perception of bitterness and pungency in extra virgin olive oils: Changes occurring throughout storage. *Food Chemistry*, V.113 (2009), 1095-1100.
60. Gambacorta G, Faccia M, Previtali MA, Pati S and La Notte E. Effects of olive maturation and stoning on quality indices and antioxidant content of extra virgin oils (cv. Coratina) during storage. *J Food Sci.*V. 75. (2010), C229-C235.
61. Ghanbari R, Anwar F., Alkharfy KM, Gilani AH and Saari N. Valuable nutrients and functional bioactives in different parts of olive (*Olea europaea* L.)- a review. *Int. J. Mol. Sci.*, 13(3), 3291-340
62. Gimeno E, Castellote AI, Lamuela-Raventos RM, De la Torre MC and LopezSabater MC. (2002). The effects of harvest and extraction methods on the antioxidant content (phenolic, α -tocopherol, and β -carotene) in virgin olive oil. *Food Chemistry*, V. 78(2012), 207–211.
63. Gómez-Alonso A, Mancebo-Campos V, Desamparados Salvador M, Fregapane G. Evolution of major and minor components and oxidation indices of virgin olive oil during 21 months storage at room temperature, *Food Chemistry*, V.100. (2007) 36–42.
64. Gutierrez-Rosales F, Romero MP, Casanovas M, Motilva JM, Mí-ñguez-Mosquera MI. Metabolites involved in oleuropein accumulation and degradation in fruits of *Olea europaea* L. Ho-jiblanca and Arbequina varieties. *Agriculture and Food Chemistry.*V 58, (2010), 12924–12933.
65. Gutierrez-Rosales F, Jimenez B, Ruiz A, Albi MA. 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. *Agriculture and Food Chemistry*, V. 47(1999), 121–127
66. Ouesselati I, Anniva C, Daoud D, Tsimidou M Z et Zarrouk M. Virgin olive oil (VOO) production in Tunisia: The commercial potential of the major olive varieties from the arid Tataouine zone .*Food Chemistry*, V. 112, (2009), 733-741
67. Perona J S, Alonso A et Martinez-Gonzalez M. Virgin olive oil and blood pressure in hypertensive elderly subjects. *Olives and Olive Oil in Health and Disease Prevention*, V. 85 (2010), 807-812.
68. Perez-Jimenez F, Ruano J, Perez-Martinez P, Lopez-Segura Fet Lopez- Miranda J. The influence of olive oil on human health: not a question of fat alone. *Molecular Nutrition Food Research*, V.51, (2007), 1199-1208
69. Yangui T., Dhouib A., Rhouma A. et Sayadi, S. Potential of hydroxytyrosol-rich composition from olive mill wastewater as a natural disinfectant and its effect on seeds vigourresponse. *Food Chemistry*, V. 117. (2009) 1-8.
70. Suarez, M., Romero, M.P., Ramo, T. & Motilva, M.J. Stability of a

phenolenriched olive oil during storage. *European Journal of Lipid Science Technology*. V.113, (2011), 894- 903.

71. Sanmartin, C., Venturi, F., Sgherri, C., Nari, A., Macaluso, M., Flamini, G. & Zinnai, A. The effects of packaging and storage temperature on the shelf-life of extra virgin olive oil. *Heliyon*, V.4, (2018), 1-18
72. Xiang, C., Xu, Z., Liu, J., Li, T., Yang, Z. & Ding, C. Quality, composition, and antioxidant activity of virgin olive oil from introduced varieties at Liangshan. *LWT-Food Science and Technology*. V.78, (2017), 226-234.
73. YOSHIDA H., TATSUMI M. & KAJIMOTO G. Influence of fatty acids on the tocopherol stability in vegetable oils during microwave heating. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, V. 69, (1992), 119-125.
74. AIT BADDI C., CEGARRA J., MERLINA G., REVEL J.C. & HAFIDI M. Qualitative and quantitative evolution of polyphenolic compounds during composting of an olivemill waste-wheat straw mixture. *Journal of Hazardous Materials*, (2008), 1-5.
75. ALTIOK E., BAYÇIN D., BAYRAKTAR O. & ÜLKÜ S. Isolation of polyphenols from the extracts of olive leaves (*Olea europaea* L.) by adsorption on silk fibroin. *Separation and Purification Technology*, V.62, (2008), 342-348.
76. Yalçin, S. & Schreiner, M. Stabilities of tocopherols and phenolic compounds in virgin olive oil during thermal oxidation. *Journal of Food Science and Technology*. V. 55, (2017), 244- 251.
77. Bendini A, Cerretani L, Carrasco-Pancorbo A, Gómez-Caravaca AM, Segura-Carretero A, Fernández-Gutiérrez A et Lercker G. 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*, V. 12, (2007), 1679-1719
78. Graille J. Aspect nutritionnelle des lipides. In *lipides et corps gras alimentaires*. Ed : Lavoisier, Tec. Et Doc, Paris, (2003), 37-47.
79. Rosa M, Lamuela-Raventos E, Gimeno E, Montse F, Castellote A I, Covas M, De la torre-Boronat M C, Lopez-Sabater M C. Interaction of Olive Oil Phenol Antioxidant Components with Low-density Lipoprotein .*Biol Res*. V.37, (2004). 247-252.
80. Kasleskind A. Propriétés physiques des corps gras. In *Manuel des corps gras*. Ed : Lavoisier, Tec et Doc, Paris, (1992), 433-524.
81. Beltrán G, Aguilera MP, Del Rio C, Sanchez S et Martinez L. Influence of fruit ripening process on the natural antioxidant content of Hojiblanca virgin olive oils. *Food Chemistry*, V. 89 (2005), 207-215.
82. Ballus CA, Meinhart AD, de Souza Campos Jr, de Oliveira da Silva LF, de Oliveira, AF. & Godoy HT. A quantitative study on the phenolic compound, tocopherol and fatty acid contents of monovarietal virgin olive oils produced in the

southeast region of Brazil. *Food Research International*, V. 62, (2014), 74-83.

83. Bengana M, Bakhouché A, Lozano-Sánchez J, Amir Y, Youyou A, Segura-Carretero A, Fernández-Gutiérrez A. Influence of olive ripeness on chemical properties and phenolic composition of Chemlal extra-virgin olive oil. *Food Research* V. 54, (2013), 1868– 1875.
84. Beltran G, Jimenez A, del Rio C, Sanchez S, Martinez L, Uceda M and Aguilera MP. Variability of vitamin E in virgin olive oil by agronomical and genetic factors. *Journal of Food Composition and Analysis*, V.23, (2010), 633–639.
85. Clodoveo ML. Malaxation: Influence on virgin olive oil quality. Past, present and Future. *Trends in Food Science et Technology*. V. 25, (2012), 13-23.
86. Ghanbari R, Anwar F., Alkharfy KM, Gilani AH and Saari N. Valuable nutrients and functional bioactives in different parts of olive (*Olea europaea* L.)- a review. *Int. J. Mol. Sci.*, 13(3), (2012), 3291-340.
87. Limón P, Malheiro R, Casal S, Ación-Fernández FG, Fernández-Sevilla JM, Rodrigues N, Cruz C, Bermejo R and Pereira JP. Improvement of stability and carotenoids fraction of virgin olive oils by addition of microalgae *Scenedesmus almeriensis* extracts. *Food Chemistry*, V. 175, (2015). 203-211.
88. Sanmartin, C., Venturi, F., Sgherri, C., Nari, A., Macaluso, M., Flamini, G. & Zinnai, A. The effects of packaging and storage temperature on the shelf-life of extra virgin olive oil. *Heliyon*. V. 4, (2018), 1-18
89. Aparicio, R., Morales, M.T. & Alonso, V. Authentication of European virgin olive oils by their chemical compounds, sensory attributes, and consumers' attitude. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. V.45, (1997), 1076-1083.
90. Ben Tekaya, I. & Hassouna, M. Chlorophylls, β -carotene, α -tocopherol, tyrosol and their interactions effects on oxidative stability of Tunisian olive oil. *Oleagineux Corps Gras, Lipides*. V. 14, (2007), 60-67.
91. Aparicio, R., Roda, L., Albi, M.A. & Gutierrez, F. Effect of various compounds on virgin olive oil stability measured by rancimat. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. V.47, (1999), 50-55.
92. Baiano, A., Terracone C., Gambacorta, G. & La Notte, E. Changes in quality indices, phenolic content and antioxidant activity of flavored olive oils during storage. *Journal of American Oil Chemists' Society*. V. 86, (2009), 1083-1092.
93. Bourgou, S., Ksouri, R., Bellila, A., Skandrani, I., Falleh, H., & Marzouk, B. (2008). Phenolic composition and biological activities of Tunisian *Nigella sativa* L. shoots and roots. *Comptes Rendus Biologies*, 331(1), 48-55..
94. Morales, M.T. & Przybylski, R. Olive oil oxidation. In Harwood J, Aparicio R (Eds). *Handbook of olive oil. Analysis and properties*. Gaithersburg Maryland: Aspen Publ. Inc. (2000), 459-485.
95. Asensio, C.M., Nepote, V. & Grosso, N.R. Chemical stability of extra-virgin olive

- oil added with oregano essential oil. *Journal of Food Science*. V.76, (2011), 445-450.
96. Morales, M.T. & Przybylski, R. Olive oil oxidation. In Harwood J, Aparicio R (Eds). *Handbook of olive oil. Analysis and properties*. Gaithersburg Maryland: Aspen Publ. Inc. (2000), 459-485.
 97. Assami, K., Chemat, S., Meklati, B. Y. & Chemat, F. Ultrasound-assisted aromatisation with condiments as an enabling technique for olive oil flavouring and shelf life enhancement. *Food Analytical Methods*. V.9, (2016), 982-990.
 98. Trichopoulou, A. and Critselis, E. Mediterranean diet and longevity. *European Journal of Cancer Prevention* V.13: (2004), 453–456.
 100. Nalda, R., Saavedra, J., Tapia F., Sepúlveda, B. & Aparicio, R. Influence of agroclimatic parameters on phenolic and volatile compounds of Chilean virgin olive oils and characterization based on geographical origin, cultivar and ripening stage. *Journal of Science Food and Agriculture*. V.96, (2015), 583-592.
 101. Kratz M., Cullen P., Kannenberg F., Kassner A., Fobker M., Abuja P. M., Assmann G. & Wahrburg U. Effect of dietary fatty acids on the composition and oxidizability of low density lipoprotein. *European Journal of Clinical Nutrition*. V.56 (1), (2002), 72-81.
 102. Gomez-Rico A., Desemparados M. S. & Fregapane G. Virgin olive oil and olive fruit minor constituents as affected by irrigation management based on SWP and TDF as compared to Etc in medium-density young olive orchards (*Olea europaea* L. cv. Cornicabra and Morisca). *Food Research International*. V.42 (8), (2009) 1067-1076.
 103. Karaosmanoglu, H., Soyer, F., Ozen, B. and Tokatli, F. Antimicrobial and antioxidant activities of Turkish extra virgin olive oils. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* V.58, (2010), 8238–8245.
 104. Lainer, F., Laribia, R., Tamendjaria, A., Arrarb, L., Rovellinic P. and Venturinic, S. Olive oils from Algeria: Phenolic compounds, antioxidant and antibacterial activities. *Grasas Aceites*, V. 65(1), (2014). 01-10.
 105. GOMEZ-ALONSO S., MANCEBO-CAMPOS V., SALVADOR M. D. AND FREGAPANE G. Evolution of major and minor components and oxidation indices of virgin olive oil during 21 months storage at room temperature. *Food Chemistry*, V. 100, (2007), 36–42.
 - 106 Mansouri, A., Ennbarek, G., Kokkalou, E. and Kefalas, P. Phenolic profile and antioxidant activity of the Algerian ripe date palm fruit (*Phoenix dactylifera*). *Food Chemistry* V.89 (2005), 411–420.
 - 107 Chimi, H., Rahmani, M., Cillard, J. & Cillard, P. Autoxidation of olive oil: the role of phenols. *Revue Francaise des Corps Gras*, V.37, (1990), 363-367.
 108. Arslan D, Schreiner M. Chemical characteristics and antioxi-dant activity of olive oils from Turkish varieties grown in Hatay province. *Science Horticulturae*.V. 144,

(2012), 141–152.

109. Şahin, S., Sayım, E., et Bilgin, M. Effect of olive leaf extract rich in oleuropein on the quality of virgin olive oil. *Journal of food science and technology*, V. 54(6), (2017), 1721-1728.
110. Veillet, S., Tomao, V., et Chemat, F. Ultrasound assisted maceration: An original procedure for direct aromatisation of olive oil with basil. *Food chemistry*, V.123(3), (2010), 905-911.
111. SANCHEZ-M, C., LARRAURI, J. & SAURA-C, F. A Procedure to Measure the Antiradical Efficiency of Polyphenols. *J Sci Food Agric*. V.76, 1998. 270-276
112. Sousa, A., Casal, S., Malheiro, R., Lamas, H., Bento, A., et Pereira, J. A. Aromatized olive oils: Influence of flavouring in quality, composition, stability, antioxidants, and antiradical potential. *LWT-Food Science and Technology*, V.60(1), (2015), 22-28.
113. Miguel, M., Antunes, M.D., Rohaim, A., Figueired, A.C., Perdo, L.G. & Barroso, J.G. Stability of fried olive and sunflower oils enriched with *Thymbra capitata* essential oil. *Czech Journal of Food Science*. V.32, (2014), 102-108.
114. Dairi, S., Galeano-Díaz, T., Acedo-Valenzuela, M. I., Godoy-Caballero, M. P., Dahmoune, F., Remini, H., et Madani, K. Monitoring oxidative stability and phenolic compounds composition of myrtle-enriched extra virgin olive during heating treatment by flame, oven and microwave using reversed phase dispersive liquid–liquid micro extraction (RP-DLLME)-HPLC/DAD-FLD method. *Industrial Crops and Products*, V.65, (2015), 303-314.
115. Leone, A., Romaniello, R., Tamborrino, A., Urbani, S., Servili, M., Amarillo, M., Juliano, P. Application of microwaves and megasonication to olive paste in an industrial olive oil extraction plant: impact on virgin olive oil quality and composition. *European Journal of Lipid Science and Technology*, V.120(1), (2018), 170-261.
116. Valls, R. M., Farràs, M., Pedret, A., Fernández-Castillejo, S., Catalán, Ú., Romeu, M., Covas, M. I. Virgin olive oil enriched with its own phenolic compounds or complemented with thyme improves endothelial function: The potential role of plasmatic fat-soluble vitamins. A double blind, randomized, controlled, cross-over clinical trial. *Journal of Functional Foods*, V.28, (2017), 285-292
117. Fadda, C.A., Del Caro, A.M., Sanguinetti, P.P., Urgeghe V., Vacca P.P., Arca, A. & Piga. Changes during storage of quality parameters and in vitro antioxidant activity of extra virgin monovarietal oils obtained with two extraction technologies. *Food Chemistry*. V. 134, (2012), 1542-1548
118. Fernández-Arroyo, S., Gómez-Martínez, A., Rocamora-Reverte, L., Quirantes-Piné, R., Segura-Carretero, A., Fernández-Gutiérrez, A. & Ferragut, J.A. Application of nano LC-ESI-TOF-MS for the metabolomic analysis of phenolic compound from extra-virgin olive oil in treated colon-cancer cells. *Journal of*

Pharmaceutical and Biomedical Analysis. V.63, (2012), 128-134.

119. Ghanbari Shendi, E., Sivri Ozay, D., Mucahit Taha Ozkaya, TM., Nimeti, F. & Ustunel, H. Changes occurring in chemical composition and oxidative stability of virgin olive oil during storage. *Oil Seeds & Fats Crops and Lipids*. V.25, (2018) 602-610.
120. FICARRA P., FICARRA R., DE PASQUALE A., MONFORTE M. T. et CALABRO M. L., 1991. HPLC analysis of oleuropein and some flavonoids in leaf and bud of *Olea europaea* L. *Il farmaco*. 46 (6) pp: 803-809.
121. De Faveri, D., Aliakbarian, B., Avogadro, M., Perego, P., & Converti, A. (2008). Improvement of olive oil phenolics content by means of enzyme formulations: Effect of different enzyme activities and levels. *Biochemical Engineering Journal*, 41(2), 149-156..
122. Keramat, M., Golmakani, M.T., Aminlari, M. & Shekarforoush, S. Oxidative stability of virgin olive oil supplemented with *Zataria multiflora* Boiss. and *Rosmarinus officinalis* L. essential oils during accelerated storage. *Journal of Food Processing and Preservation*. V.41, (2017), 1-12.
123. Nocella, C., Cammisotto, V., Fianchini, L., D'Amico, A.I., Novo, M., Castellani, V., Stefanini, L., Violi, F. & Carnevale, R., Extra Virgin Olive Oil and Cardiovascular Diseases: Benefits for Human Health. *Endocrine, Metabolic & Immune Disorders - Drug Targets*. V.18, (2018), 4-13.
124. Abbas, T., Khatoon, S., Alam, R., Hussain, B., Hussain, Z., Gonzalez, M. Y., Abbas, Y., Ali, N., & Hussain, N. A Physico-Chemical study of different Fig (*Ficus carica* L.) varieties in Haramosh valley, Gilgit-Pakistan. *International Journal of Environment, Agriculture and Biotechnology*, V.1(3), (2016), 517-525.
125. Chawla, A., Kaur, R., & Sharma, A. K. (2012). *Ficus carica* Linn.: A review on its pharmacognostic, phytochemical and pharmacological aspects. *International Journal of Pharmaceutical and Phytopharmacological Research*, 1(4), 215-232
126. Marrelli M ., Menichini F ., Statti G.A ., Bonesi M ., Duez P ., Menichini F . et Conforti F.(2012).Changes in the phenolic and lipophilic composition, in the enzyme inhibition and antiproliferative activity of *Ficus carica* L. cultivar Dottato fruits during maturation. *Food and Chemical Toxicology* .50:726–733
127. Ait Haddou, L., Blenzar, A., Messaoudi, Z., Van Damme, P., Boutkhal, S., & Boukdame, A. (2014). Effet du cultivar, du prétraitement et de la technique de séchage sur quelques paramètres physico-chimiques des figues séchées de sept cultivars locaux du figuier (*Ficus carica* L.) au Maroc. *European Journal of Scientific Research*, 121(4), 336-346
128. Aljane, F., & Ferchichi, A. Postharvest chemical properties and mineral contents of some fig (*Ficus carica* L.) cultivars in Tunisia. *Journal of Food Agriculture and Environment* 7 (2), (2009), 209-212
129. Solomon, A., Golubowicz, S., Yablowlowicz, Z., Grossman, S., Bergman, M., Gottlieb, H.E., Altman, A., Kerem, Z. and Flaishman, M.A., "Antioxidant activities

and anthocyanin content of fresh fruits of common fig (*Ficus carica* L.)", *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, V. 54(20), (2006), 7717-7723.

130. El-Shobaki, F.A., El-Bahay, A.M., Esmail, R., Abd El Megeid, A.A. and Esmail, N.S., "Effect of figs fruit (*Ficus carica* L.) and its leaves on hyperglycemia in alloxan diabetic rats", *World journal of dairy and food sciences*, V. 5(1), (2010) 47-57.
131. Kabir, A., D'Costa, N.M., Bin Samad, M. and Hannan, J.M.A., "In vivo evaluation of antidiarrhoeal activity of ethanolic extract of leaf and bark of *Ficus carica* Linn", *International Journal of Biomolecules and Biomedicine*, V. 2(3), (2012), 1-7.
132. Lee, Y.S. and Cha, J.D., "Synergistic Antibacterial Activity of Fig (*Ficus carica*) Leaves Extract Against Clinical Isolates of Methicillin-resistant *Staphylococcus aureus*", *Kor. J. Microbiol. Biotechnol.*, V. 38(4), (2010), 405-413.
133. Gilani A.H., Mehmood, M.H., Janbaz, K.H., Khan, A. and Saeed, S.A., "Ethnopharmacological studies on antispasmodic and antiplatelet activities of *Ficus carica*", *Journal of Ethnopharmacology*, V. 119, (2008), 1-5.
134. Rassouli, A., Fatemi Ardestani, A., Asadi, F. and Salehi, M.H., "Effects of Fig tree (*Ficus carica*) leaf extracts on serum and liver cholesterol levels in hyperlipidemic rats", *Int. J. Vet. Res.*, V. 4(2), (2010), 77-80.
135. Chawla, A., Kaur, R., and Sharma, A. K., "Ficus carica Linn: A Review on its Pharmacognostic, Phytochemical and Pharmacological Aspects", *Int. J. Pharm. Phytopharmacol. Res*, V. 1(4), (2012), 215-232
136. Kjellberg, F., and Valdeyron, G., "The pollination of the fig tree (*Ficus carica* L.) and its control in horticulture", *Acta OEnologica OEcol. Gener.*, V. 5(4), (1984), 407-412.
137. Mamouni, A., "Caprification : potentialités et contraintes pour la production de figues sèches". *Actes de la journée figuier : potentialités et perspectives de développement de la figue sèche au Maroc, Meknès, (27 juin 2002), 42-51.* 26. Oukabli, A., "Diversité génétique et choix des géotypes performants pour l
138. Kjellberg, F., Gouyon, P.H., Ibrahim, M., Raymond, M., Valdeyron, G., "The stability of the symbiosis between dioecious figs and their pollinators: a study of *Ficus carica* L. and *Blastophaga psehues* L.", *Evolution*, V. 41, (1987), 693-704.
139. Gaaliche, B., Saddoud, O., Mars, M., "Morphological and Pomological Diversity of Fig (*Ficus carica* L.) Cultivars in Northwest of Tunisia", *International Scholarly Research Network ISRN Agronomy*, (2012), 1-9.
140. Walali, L. et Khouimi, L., "L'assainissement des plants de figuier", *Actes de la journée figuier : potentialités et perspectives de développement de la figue sèche au Maroc, Meknès, (27 juin 2002), 57-62*
141. Bucic-Kojic, A.; Planinic, M.; Tomas, S.; Jokic, S.; Mujic, I.; Bilic, M.; Velic, D. Effect of extraction conditions on the extractability of phenolic compounds from lyophilized fig fruits (*Ficus carica* L.). *Polish Journal of Food and Nutrition*

Sciences 2011, 61, 195–199..

142. Favier, J.C., Ireland-Ripert, J., Laussucq, C. et Feinberg, M., “Répertoire générale des aliments : Table de composition des fruits exotiques, fruits de cueillette D'Afrique”, Tome 3, Tech & Doc, CIQUAL-CNEVA, France, (1993), 207p.
143. Pande, G. and Akoh C.C., “Organic acids, antioxidant capacity, phenolic content and lipid characterization of Georgia-grown underutilized fruit crops”, Food Chemistry, V. 120, (2010), 1067-1075
144. Khan, M.N., Sarwar, A., Adeel, M. and Wahab, M.F., “Nutritional evaluation of Ficus carica indigenous to Pakistan”, African Journal of Food, Agriculture, Nutrition and development, V. 11(5), (2011), 5202-5187.
145. Ghazi, F., Rahmat, A., Yassin, Z., Ramli, N. S. and Buslima, N. A., “Determination of Total Polyphenols and Nutritional Composition of Two Different Types of Ficus carica Leaves Cultivated in Saudi Arabia”, Pakistan Journal of Nutrition, V. 11(11), (2012), 1061-1065
146. Sirisha, S., Sreenivasulu, M., Sangeeta, K., & Chetty, C. M. Antioxidant properties of Ficus species: a review. International Journal of Pharmacy and Technical Research, 2 (4), (2010), 2174-2182.
147. Mawa, S., Husain, K., Jantan, I., “Ficus carica L. (Moraceae): Phytochemistry, Traditional Uses and Biological Activities”, Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine, (2013), ID 974256, 8 pages.
148. Veberic, R., Colaric, M. and Stampar, F., “Phenolic acids and flavonoids of fig fruit (Ficus carica L.) in the northern Mediterranean region”, Food Chemistry, V. 106, (2008), 153-157.
149. Gibernau, M., Buser, H.R., Frey, J.E. and Hossaert-Mckeyt, M., “Volatile compounds from extracts of figs Ficus Carica”, Phytochemistry, V. 46, n° 2, (1997), 241-214.
150. Innocenti, G., Bettero, A. and Caporale, G., “Determination of the coumarinic constituents of Ficus carica leaves by HPLC”, Il Farmaco Edizione Scientifica, V. 37, (1982), 475-485.
151. Farahnaky, A., Ansari, S., & Majzoobi, M. (2009). Effect of glycérol on the moisture sorption isotherms of figs. Journal of Food Engineering, 93, 468-473
152. Brenes, M., Hidalgo, F. J., García, A., Rios, J. J., García, P., Zamora, R., & Garrido, A. (2000). Pinoresinol and 1-acetoxypinoresinol, two new phenolic compounds identified in olive oil. Journal of the American Oil Chemists' Society, 77(7), 715-720..
153. Shamin-Shazwan, K., Shahari, R., Amri, C. N. A. C., & Tajuddin, N. S. M. Figs (Ficus Carica L.): Cultivation Method and Production Based in Malaysia. Engineering Heritage Journal, 3(2), (2019), 06-08.

154. Pereira J A, Casal S, Bento A, Oliveira MBPP. Influence of olive storage period on oil quality of three Portuguese cultivars of *Olea europaea*, Cobrançosa, Madural and Verdeal Transmontana. *J.Agric. Food Chem.* V. 50, (2002), 6335-6340
155. Ouchemoukh, S., Hachoud, S., Boudraham, H., Mokrani, A., & Louaileche, H. Antioxidant activities of some dried fruits consumed in Algeria. *LWT-Food Science and Technology*, 49(2), (2012), 329-332.
156. Freiman, Z.E, Rodov, V., Yablovitz, Z., Horev, B., & Flaishman, M.A. L'application avant la récolte du 1-méthylcyclopropène inhibe le mûrissement et améliore la qualité de conservation des brins de «dinde brune» (*Ficus carica* L.). *Scientia Horticulturae*, V.138, (2012), 266-272.
157. Jokić, S., Mujić, I., Bucić-Kojić, A., Velić, D., Bilić, M., Planinić, M., & Lukinac, J. Influence of extraction type on the total phenolics, total flavonoids and total colour change of different varieties of fig extracts. *Hrana u zdravlju i bolesti: znanstvenostručni časopis za nutricionizam i dijetetiku*, V. 3(2), (2014), 90-95.
158. Guvenc, M. E. Analysis of fatty acid and some lipophilic vitamins found in the fruits of the (*Ficus carica*) variety picked from the Adiyaman district. *Research Journal of Biological Sciences*, V. 4 (3), (2009), 320-323.
159. Lim, T.K. Edible medicinal and non-medicinal plants: *Ficus carica*. *Moraceae*. Edition Springer Sciences Media B.V. *Fruits*, V.3, (2012), 362-376.
160. Mehraj, H., Sikder, R. K., Haider, M. N., Hussain, M. S., & Jamal Uddin, A. F. M. Fig (*Ficus carica* L.): a new fruit crop in Bangladesh. *International Journal of Business, Social and Scientific Research*, V.1(1), (2013), 1-5.
161. Silva, L. C., Harder, M. N., Arthur, P. B., Lima, R. B., Modlo, D. M., & Arthur, V. Physical-chemical characteristics of figs (*Ficus carica*) prereddy to submitted to ionizing radiation. *International Nuclear Atlantic Conference*, V.41(26), (2009), 1-9
162. Marei, N., & Crane, J. C.. Growth and respiratory response of fig (*Ficus carica* L. cv. Mission) fruits to ethylene. *Plant Physiology*, V.48(3), (1971), 249-254.
163. Ouchemoukh, N., Ouchemoukh, S., Meziat, N., Idiri, Y., Hernanz, D., Stinco, C. M., & Luis, J. Bioactive metabolites involved in the antioxidant, anticancer and anticalpain activities of *Ficus carica* L., *Ceratonia siliqua* L. and *Quercus ilex* L. extracts. *Industrial Crops and Products*, V.95, (2017), 6-17.
164. Veberic, R., & Mikulic- Petkovsek , M. Phytochemical composition of common fig (*Ficus carica* L.) cultivars. In *Nutritional composition of fruit cultivars*. Academic Press, (2016). 235-255.
165. Slatnar, A., Klancar, U., Stampar, F., Veberic, R., "Effect of drying of figs (*Ficus carica* L.) on the contents of sugars, organic acids, and phenolic compounds",

166. Stalin, C., Dineshkumar, P., & Nithiyanthan, K. Evaluation of antidiabetic activity of methanolic leaf extract of *Ficus Carica* in alloxan- induced diabetic rats. *Asian Journal of pharmaceutical and clinical Research*, V.5, (2012) 1-3.
167. Nicoli, M.C.; Asene, M.; Marpinel, M. Influence of processing on the antioxidant properties of fruit and vegetables. *Trends in Food Science and Technology* 1999, 10, 94–100.
168. Vandi, D., Nga, E. N., Betti, J. L., Loe, G. M. E., Ottou, P. B. M., Priso, R. J., & Mpondo, E. M. Contribution des populations des villes de Yaoundé et Douala à la connaissance des plantes à tanins et à anthocyanes. *Journal of Animal & Plant Sciences*, 30(3), (2016), 4797- 4814.
169. Spigno G., Tramelli L. et De Faveri D.M. (2007). Effects of extraction time, temperature and solvent on concentration and antioxidant activity of grape marc phenolics. *Journal of Food Engineering* .81: 200-208.
170. Lazreg-Aref, H., Mars, M., Fekih, A., Aouni, M. and Said, K., “Chemical composition and antibacterial activity of a hexane extract of Tunisian *Caprifig* latex from the unripe fruit of *Ficus carica*”, *Pharmaceutical Biology*, V. 50, (2012), 407-412
171. Abou-Farrag, H.T., Abdel-Nabey, A.A., Abou-Gharbia, H.A., & Osman, H.O. A. Physicochemical and Technological Studies on Some Local Egyptian Varieties of Fig (*Ficus carica* L.). *Alexandria Science Exchange Journal*, V.34(2), (2013), 189-203
172. Abd-Eltawab, S., & Ebid, W. Production and Evaluation of Stirred Synbiotic Fermented Milk Fortified with Fig Fruit (*Ficus carica* L.). *Egyptian Journal of Food Science*, V.47(2), (2019), 201-212.
173. Abul-Fadl, M.M., Ghanem, T.H., ELBadry, N. and Nasr, A., Effect of some Different Drying Methods on Quality Criteria of Dried Fig Fruits, *Current Science International*, V. 4, (2015), 548-566.
174. Owino, W.O., Nakano, R., Kubo, Y. and Inaba, A., “Alterations in cell wall polysaccharides during ripening in distinct anatomical tissue regions of the fig (*Ficus carica* L.) fruit”, *Postharvest Biology and Technology*, V. 32, (2004), 67-77.
175. Afriyanti, M., Mulyono, A., Basuki, J., & Sukaryani, S. Improving The Quality of Fig (*Ficus carica*. L) Processing from Posdaya Lancar Barokah Pokoh Kidul Wonogiri. In *International Conference on Applied Science and Engineering (ICASE 2018)*. Atlantis Press. agroalimentaires. In industries alimentaire et agricole, V.96, (2018), 15-628.
176. Aljane, F., & Sdiri, N. Phytochemical characteristics as affected by fruit skin color of some fig (*Ficus carica* L.) accessions from southeastern Tunisia. *Journal of New Sciences*, V.35, (2014), 10-139.

177. Babazadeh Darazi, B. Morphological and pomological characteristics of fig (*Ficus carica* L.) cultivars from Varamin, Iran. *African Journal of Biotechnology*, V.10 (82), (2011), 19096-19105.
178. Caliskan, O., & Polat, A.A. (2012). Morphological diversity among fig (*Ficus carica* L.) accessions sampled from the eastern Mediterranean region of Turkey. *Turkish Journal of Agriculture and Forestry*, 36, 179-193.
179. Dueñas, M., Pérez-Alonso, J. J., Santos-Buelga, C., & Escribano-Bailón, T. (2008). Anthocyanin composition in fig (*Ficus carica* L.). *Journal of Food Composition and Analysis*, 21(2), 107-11
180. Soni, N., Mehta, S., Satpathy, G., & Gupta, R. K. Estimation of nutritional, phytochemical, antioxidant and antibacterial activity of dried fig (*Ficus carica*). *Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry*, V.3 (2), (2014), 158-165.
181. Kamiloglu, S. and Capanoglu, E., "Polyphenol Content in Figs (*Ficus carica* L.): Effect of Sun-Drying", *International Journal of Food Properties*, V. 18, (2015), 521-535.
182. Wang, Z., Cui, Y., Vainstein, A., Chen, S. and Ma H., "Regulation of Fig (*Ficus carica* L.) Fruit Color: Metabolomic and Transcriptomic Analyses of the Flavonoid Biosynthetic Pathway", *Front. Plant Sci.*, V. 8, (2017), 1990.
183. Wahyuni, O.T. and Hertiani, T., "DPPH radical scavenging activity, total phenolics and flavonoids of water soluble extracts derived from leaves and fruit of *Ficus carica* L. AND *Ficus parietalis* Bl. ", *Trad. Med. J.*, V. 21(2) , (2016), 86-92.
184. Chauhan, B., Tanwar, and Intelli. "Influence of Processing on Physicochemical, Nutritional and Phytochemical Composition of *Ficus carica* (Fig) Fruit", *Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences*, V. 6, (2015), 1474-1489
185. Pourghayoumi, M., Bakhshi, D., Rahemi, M., Noroozisharaf, A., Jafari, M., Salehi, M., Chamane, R. and Hernandez F., "Phytochemical Attributes of Some Dried Fig (*Ficus carica* L.) Fruit Cultivars Grown in Iran", *Agriculturae Conspectus Scientifi Cus.*, V. 81(3), (2016), 161-166.
186. Lazreg Aref, H., Bel Hadj, S.K., Fekih, A., Chemli, R., Mars, M., Aouni, M., Chaumon, J.P. and Said, K., "Variability in antimicrobial activity of latex from two varieties of *Ficus carica*", *African Journal of Microbiology Research*, V. 5(12), (2011), 1361-1367.
187. Zaffer Ahmad, M., Ali, M. and Showkat, R.M., "Anti-diabetic activity of *Ficus carica* L. stem barks and isolation of two new flavonol esters from the plant by using spectroscopical techniques", *Asian Journal of Biomedical and Pharmaceutical Sciences*, V. 3(18), (2013), 22-28.
188. Jasmine, R., Manikandan, K. and Karthikeyan, "Evaluating the antioxidant and anticancer property of *Ficus carica* fruits", *African journal of Biotechnology*, V. 14(7), (2015), 634-641.

189. Park, S., Han, J., Im, K., Whang, W.K. and Min, H., "Antioxidative and antiinflammatory activities of an ethanol extract from fig (*Ficus carica*) branches", *Food Science and Biotechnology*, V. 22(4), (2013), 1071-1075.
190. Ali, B., Mujeeb, M., Aeri, V., Mir, S.R., Faiyazuddin, M. and Shakeel, F., "Antiinflammatory and antioxidant activity of *Ficus carica* Linn. leaves", *Natural Product Research*, V. 26(5), (2012), 460-465.
191. Vinson, J. A., Zubik, L., Bose, P., Samman, N., & Proch, J. Dried Fruits: Excellent in vitro and in vivo Antioxidants. *Journal of the American College of Nutrition*, 24(1), 44-50.
192. Sharma, M., Abid, R., & Sajgotra, M. Phytochemical Screening and Thin Layer Chromatography of *Ficus carica* Leaves Extract. *UK Journal of Pharmaceutical and Biosciences*, V.5(1), (2017), 18-23.
193. RAKOTONDRAMASY-RABESIAKA L., HAVET J.-L., PORTE C., FAUDUET H. Solid-liquid extraction of protopine from *Fumaria officinalis* L.-Kinetic modelling of influential parameters, *Industrial Crops and Products*, V.29, (2009).
194. HO, Y.-S., HAROUNA-OUMAROU A.H., FAUDUET H., PORTE C. Kinetics and model building of leaching of water-soluble compounds of *Tilia* sapwood. *Separation and Purification Technology*, V.45, (2005).
195. LAOUFI M., DOUNIT S. Modélisation de transfert de matière lors d'une extraction solide-liquide. *Annales des sciences et technologie*, V. 5, (2013).
196. SIMEONOV E., SEIKOVA I., PENTCHEV I., MINTCHEV A. Modelling of screw solid-liquid extractor through concentration evolution experiments. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, V. 42, (2003).
197. Rastogi, N. K. and K. S. M. S. Raghavaro. "Water and solute diffusion coefficients of carrot as functions of temperature and concentration during osmotic dehydration " *Journal of Food Engineering* V.34: (1997). 429-440.
198. Yao, Z. and M. Le Maguer. "Mathematical modelling and simulation of mass transfer in osmotic dehydration processes. Part I: Conceptual and mathematical models." *Journal of Food Engineering*. V. 29(3-4), (1996), 349-360.
200. Tsamo, C. V. P., A. F. Bilame, R. Ndjouenkeu and Y. J. Nono. "Study of material transfer during osmotic dehydration of onion slices (*Allium cepa*) and tomato fruits (*Lycopersicon esculentum*)." *Food Science and Technology*.V. 38(5). (2005), 495-500.
201. Telis, V. R. N., R. C. B. D. L. Murari. and F. Yamashita. "Diffusion coefficient during osmotic dehydration of tomatoes in ternary solutions." *Journal of Food Engineering* V. 61(2004). 253-259.
202. Menoli, A. V. and A. Beleia. "Starch and pectin solubilization and texture modification during pre-cooking and cooking of cassava root (*Manihot esculenta* Crantz)." *LWT - Food Science and Technology*. V. 40(4), (2007). 744-747.

203. Lucas, T., J. François and A. L. Raoult-Wack. "Transport phenomena in immersion-cooled apples." *International Journal of Food Science and Technology* V.33(5), (1998), 489-499.
204. Berthod, A. and S. Carda-Broch (2004). "Determination of liquid-liquid partition coefficient by separation methods." *Journal of Chromatography A* 1037: 3-14.
205. SOVOVA H., ALEKSOVSKI A. S. Modèle mathématique pour l'hydrodistillation des huiles essentielles, *Flavour et Fragrance journal*, V.21, (2006).
206. MAFARAT P., BELIARD E. Génie Industriel Alimentaire, Tome 1, Ed. Tech. et doc. Lavoisier, Paris,(1992).
207. Dubois M., Gilles K.A., Hamilton J.K., Rebers P.A. & Smith F. Colorimetric method for determination of sugars and related substances. *Analytical Chemistry*, V. 28 (1956) 350–356.
208. Landi Librandi A.P., Chrysó stomo T.N., Azzolini A.E., Recchia C.G., Uyemura S.A. & de AssisPandochi A.I. Effect of the extract of the tamarind (*Tamarindus indica*) fruit on the complement system: studies in vitro and in hamsters submitted to a cholesterol-enriched diet. *Food and Chemical Toxicology*, V.45 (2007) 1487–1495.
209. Bradford M.M. A rapid and sensitive method for the quantification of microgram quantities of protein utilizing the principle of protein-dye binding. *Analytical Biochemistry*, V.72, (1976) 248– 254.
210. Vassiliki T., Papoti M., Tsimidou Z. Looking through the qualities of a fluorimetric assay for the total phenol content estimation in virgin olive oil, olive fruit or leaf polar extract. *Food Chemistry*, V.112, (2009), 246–252.
211. BISIGNANO G., TOMAINO A., LO CASCIO R., CRISAFI G., UCCELA N., et SAILA A., 1999. On the in vitro antimicrobial activity of oleuropein and hydroxytyrosol. *Journal of Pharmacy and Pharmacology*. 31 (8) pp: 971-974..
212. Djeridane A., Yousfi M., Nadjemi B., Boutassouna D., Stocker P. & Vidal N. Antioxidant activities of some Algerian medicinal plants extract containing phenolic compounds. *Food Chemistry*. V.97(2006), 654-660.
213. Rougère A. Vitamines In : Technique d'analyses et de contrôle dans les industries. Technique et documentation. Ed « Lavoisier- Aparia ». V. 4(1981), 245-263.
214. Lichtenthaler H.K. & Wellburn A.R. Determinations of total carotenoids and chlorophylls a and b of leaf extracts in different solvents. *Biochemical Society Transactions*. V.11(1983), 591-592.
215. Ba, K., Tine, E., Destain, J., Cisse, N. and Thonart, P., "Étude comparative des composés phénoliques, du pouvoir antioxydant de différentes variétés de sorgho sénégalais et des enzymes amylolytiques de leur malt", *Biotechnol. Agron. Soc. Environ.* V. 14, (2010), 131-139

216. Reed, J.D., "Nutritional toxicology of tannins and related polyphenols in forage legumes", *Journal of animal science*, V. 73, (1995), 1516-1528
217. Koolen, H.F., da Silva, M.A., Gozzo, C., de Souza, Q.L. and de Souza, A.D.L., "Antioxidant, antimicrobial activities and characterization of phenolic compounds from buriti (*Mauritia flexuosa* L. f.) by UPLC–ESI-MS/MS", *Food Research International*, V. 51, (2013), 467-473.
218. Schofield, P., Mgugua, D.M. and Pell, A.N., "Analyzed of condensed tannins : a review", *Animal feed science and technology*, V. 91, (2001), 21-40.
219. Lee, J., Durst, R.W. and Wrolstad R.E., "Determination of total monomeric anthocyanin pigment content of fruit juices, beverages, natural colorants, and wines by the pH differential method: Collaborative study", *Journal of AOAC International*, V. 88, (2005), 1269-1278.
220. SCHWEICH.D. Cinétique des processus d'interaction solide-liquide. Document technique de l'agence internationale de l'énergie atomique, Vienne, (1986).
221. Logaranjan, K. Devi S.and Pandian K., Biogenic Synthesis of Silver Nanoparticles Using Fruit Extract of *Ficus Carica* and Study Its Antimicrobial Activity. *Nano Biomed. Eng*, V.4(4), (2012), 177-182.
222. Penchev, P.I., Étude des procédés d'extraction et de purification de produits bioactifs à partir de plantes par couplage de techniques séparatives à basses et hautes pressions. Thèse de Doctorat - Université de Toulouse, (2010), 239 p.
223. Molan, P.C., The role of honey in the management of woundos, A review of the evidence on the advantages of using honey as a topical wound treatment together with ractical recommadations for its clinical use *Journal of wound care*, V.8(8), (1999), 415- 418.
224. Winter CA., Risley EA and Nuss GW. Carrageenin-Induced Edema in Hind Paw of the Rat as an Assay for Antiinflammatory Drugs. *Experimental Biology and Medicine*, V.111(3) (1962), 544–547.
225. Adeyemi OO, Okpo SO, Oguni OO," Analgesic and anti-inflammatory effects of the aqueous extract of leaves of *Persea Americana* Mill (*Lawraceae*)". *Fitoterapia*, V. 73 (2002),375–80.
226. Saavedra, T., Dandlen, S., Neves, Maria A. & Miguel, M. Stability of olive oils during storage in the presence of *Thymbra capitata* essential oil: Stability of olive oils. *Agro Food Industry Hi Technology*. V. 26, (2015), 61-65.
227. Juhaimi, F.A., Uslu, N., Özcan, M. M., Ghafoor, K. & Babiker, E.E. The effect of rosemary essential oil on physico-chemical properties of extra-virgin olive oil stored in colourful bottles. *Quality Assurance and Safety of Crops & Foods*. V.8, (2016), 327-331.
228. Asensio, CM., Nepote, V. & Grosso, N.R. Consumer's acceptance and quality stability of olive oil flavoured with essential oils of different oregano species.

International Journal of Food Science and Technology. V. 48, (2013). 2417–2428.

229. RAYAN, D., ANTOLOVICH, M., PRENZLER, P., ROBARDS, K. & LAVEE, S. Biotransformation of phenolic compounds in *Oléa Eupaea* L. *Scientia Horticulture*, V.92, (2002), 147-176.
230. Faouzia M., H., Dhouha K., Hédia M., Imen O., Douja D., Mokhtar Z., Analytical evaluation of six monovarietal virgin olive oils from Northern Tunisia. *European Journal of Lipid Science and Technology*, V.110, (2008), 905–913.
231. Esmaeili, M., Goli, S.A., Shirvani, A. & Shakerardakani, A. Improving storage stability of pistachio oil packaged in different containers by using rosemary (*Rosmarinus officinalis* L.) and peppermint (*Mentha piperita*) essential oils. *European Journal of Lipid Science and Technology*.V.120, (2018), 1-10.
232. Asnaashari, M., Farahmandfar, R. & Kenari, R.E. Blackberry (*Rudus plicates*) leaves extract effect on corn oil oxidation (primary and secondary products) at high temperature. *International Journal of Advances in Agricultural & Environmental Engineering*.V. 3, (2016), 198-200.
233. Chandran, J., Nayana, N., Roshini, N. & Nisha, P. Oxidative stability, thermal stability and acceptability of coconut oil flavored with essential oils from black pepper and ginger. *Journal of Food Science and Technology*. V.54, (2016), 144–152.
234. Keramat, M., Golmakani, M.T., Aminlari, M. & Shekarforoush, S. Oxidative stability of virgin olive oil supplemented with *Zataria multiflora* Boiss. and *Rosmarinus officinalis* L. essential oils during accelerated storage. *Journal of Food Processing and Preservation*. V.41, (2017), 1-12.
235. Bachir Bey, M., & Louaileche, H. A comparative study of phytochemical profile and in vitro antioxidant activities of dark and light dried fig (*Ficus carica* L.) varieties. *The Journal of Phytopharmacology*, V. 4 (1), (2015), 41-48.
236. Piga, A., Pinna, I., Ozer, K.B., Mario Agabbio, M., & Aksoy, U. Hot air dehydration of figs (*Ficus carica* L.): drying kinetics and quality loss. *International Journal of Food Science and Technology*, V.39 (7), (2004), 793–799.
237. Al-Askari, G., Kahouadji, A., Khedid, K. Charof, R., & Mennane, Z. Caractérisations physico-chimique et microbiologique de la figue sèche prélevée des marchés de RabatSalé, Temara et Casablanca, V.7 (26) , (2012), 12-19.
238. Teow C.C., Truong V.D., McFeeters R.F., Thompson R.L., Pecota K.V.et Yencho G.C. (2007). Antioxidant activities, phenolic and β -carotene contents of sweet potato genotypes with varying flesh colours. *Food Chemistry* .103: 829–838..
239. Pereira, C., López Corrales, M., Martín, A., Villalobos, M.D.C., Córdoba, M.D.G., & Serradilla, M. J. Physicochemical and nutritional characterization of brebas for fresh consumption from nine fig varieties (*Ficus carica* L.) grown in Extremadura (Spain). *Journal of Food Quality*, 2017, 1-12.

240. Meziant, L., Saci, F., Bachir, Bey M. and Louaileche, H., "Varietal Influence on Biological Properties of Algerian Light Figs (*Ficus carica* L.)", *Int. J. of Bioinform. Biomed. Eng.*, V. 1, (2015), 237-243.
241. Çalışkan, O., & Polat, A.A. Phytochemical and antioxidant properties of selected fig (*Ficus carica* L.) accessions from the eastern Mediterranean region of Turkey. *Scientia Horticulturae*, V.128(4), (2011), 473-478
242. Simsek, M. Fruit performances of the selected fig types in Turkey. *African Journal of Agricultural Research*, V.4 (11), (2009), 1260-1267.
243. Ercisli, S., Tosun, M., Karlidag, H., Dzubur, A., Hadziabulic, S., & Aliman, Y. Color and antioxidant characteristics of some fresh fig (*Ficus carica* L.) genotypes from Northeastern Turkey. *Plant Foods for Human Nutrition*, V.67(3), (2012), 271-276.
244. Bachir Bey, M., Louaileche, H., & Zemouri, S. Optimization of Phenolic Compound Recovery and Antioxidant: Activity of Light and Dark Dried Fig (*Ficus carica* L.) Varieties. *The Food Science and Biotechnology*, V.22(6), (2013), 1613-1619.
245. Trad, M., Bourvellec, C.L., & Gaaliche, B. Nutritional Compounds in Figs from the Southern Mediterranean Region. *International Journal of Food Properties*, V.17(3), (2013). 491–499.
246. El Khaloui, M. Valorisation de la figue au Maroc. *Bulletin mensuel d'information et de liaison du programme National de Transfert de Technologie en Agriculture*, V.186, (2010), 1- 4.
247. Mahmoudi, S., Khali, M., Benkhaled, A., Boucetta, I., Dahmani, Y., Attallah, Z., & Belbraouet, S. Fresh figs (*Ficus carica* L.): Pomological characteristics, nutritional value, and phytochemical properties. *European Journal of Horticultural Science*, V. 83(2), (2018), 104- 113
248. Abou-Farrag, H.T., Abdel-Nabey, A.A., Abou-Gharbia, H.A., & Osman, H.O.A. Physicochemical and Technological Studies on Some Local Egyptian Varieties of Fig (*Ficus carica* L.). *Food Science and Technology*, V.34 (2) , (2013), 190-203.
249. El-Shobaki, F.A., El-Bahay, A.M., Esmail, R., Abd El Megeid, A.A. and Esmail, N.S., "Effect of figs fruit (*Ficus carica* L.) and its leaves on hyperglycemia in alloxan diabetic rats", *World journal of dairy and food sciences*, V. 5(1), (2010) 47-57.
250. Sadia, H., Ahmad, M., Sultana, S., Abdullah, A.Z., Keat Teong, L., Zafar, M. and Bano, A., "Nutrient and mineral assessment of edible wild fig and mulberry fruits", *Fruits*, V. 69, (2014), 159-166.
251. Chauhan, A., Tanwar, B., & Intelli, A. Influence of Processing on Physicochemical, Nutritional and Phytochemical Composition of *Ficus carica* (Fig) Fruit. *Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences*, V.8(6), (2015), 254-259.

252. Guvenc, M. E. Analysis of fatty acid and some lipophilic vitamins found in the fruits of the (*Ficus carica*) variety picked from the Adiyaman district, V.4 (3), (2009), 320-323
253. Ayadi, M.A., Grati-Kamoun, N. & Attia, H. Physico-chemical change and heat stability of extra virgin olive oils flavoured by selected Tunisian aromatic plants. *Food and Chemical Toxicology*. V.47, (2009) , 2613-2619.
254. Khemakhem, I., Yaiche, C., Ayadi, M.A. & Bouaziz, M. Impact of aromatization by *Citrus limetta* and *Citrus Peels* on olive oil quality, chemical composition and heat stability. *Journal of American Oil Chemists' Society*. V .92, (2015), 701-708.
255. Yang, Y., Song, X., Sui, X., Qi, B., Wang, Z., Li, Y. & Jiang, L. Rosemary extract can be used as a synthetic antioxidant to improve vegetable oil oxidative stability. *Industrial Crops and Products*. V.80, (2016), 141-147.
256. Azarkan, M., Matagne, A., Wattiez, R., Bolle, L., Vandenameele, J. and BaeyensVolant, D., "Selective and reversible thiol-pegylation, an effective approach for purification and characterization of five fully active ficin (iso) forms from *Ficus carica* latex", *Phytochemistry*, V. 72, (2011), 1718-1731.
257. Zare, H., Moosavi-Movahedi, A.A., Salami, M., Mirzaei, M., Saboury, A.A. and Sheibani, N., "Purification and autolysis of the ficin isoforms from fig (*Ficus carica* cv. Sabz) latex", *Phytochemistry*, V. 87, (2013), 16-22.
258. Rubnov, S., Kashman, Y., Rabinowitz, R., Schlesinger, M. and Mechoulam, R., "Suppressors of cancer cell proliferation from fig (*Ficus carica*) resin: isolation and structure elucidation", *J. Nat. Prod.*, V. 64, (2001), 993-996.
259. Petkova, N., Ivanov, I., & Denev, P. Changes in phytochemical compounds and antioxidant potential of fresh, frozen, and processed figs (*Ficus carica* L.). *International Food Research Journal*, V.26(6), (2019), 1881-1888
260. Mansouri F., Moumen A. B., Belhaj K., Richard G., Fauconnier M. L., Sindic M., Caid H. S. et Elamrani A. Effect of crop season on the quality and composition of extra virgin olive oils from Greek and Spanish varieties grown in the Oriental region of Morocco. *Emirates Journal of Food and Agriculture* : (2018). 549-562.
261. Mateos, R.M.B. Caracterización de componentes fenólicos del aceite de oliva y su relación con la estabilidad oxidativa y el amargo. PhD thesis, Universidad de Sevilla, Espane. (2002).
262. Jolayemi O. S., Tokatli F. et Ozen B. Effects of malaxation temperature and harvest time on the chemical characteristics of olive oils. *Food Chemistry*, V.211 (2016). 776-783.
263. Zalibra M., Stasko A., Slobodova A., Jancovicova V., Cermakova T. et Brezova V. (2008). Antioxydant and radical-scavenging activities of Slovak honey_An electron paramagnetic resonance study. *Food Chemistry*.110:512-521..
264. Gorinstein, S., Martin-Belloso, O., Katrich, E., Lojek, A., Číž, M., Gligelmo-Miguel,

- N., ... & Trakhtenberg, S. 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. *The Journal of nutritional biochemistry*, V.14(3), (2003), 154-159.
265. Nour, V., Corbu, A.R., Rotaru, P., Karageorgou, I. & Lalas, S. Effect of carotenoids, extracted from dry tomato waste, on the stability and characteristics of various vegetable oils. *Grasas y Aceites*. V.69, (2018), 238.
266. Issaouia, M., Bendini, A., Souid, S., Flamini, G., Barbieri, S., Toschi, T.G. & Hammami, M. Flavored olive oils: focus on their acceptability and thermal stability. *Grasas y Aceites*. V.70, (2019), 293.
267. Nakbi, A., Tayeb, W., Grissa, A., Issaoui, M., Dabbou, S., Chargui, I. et Hammami, M. Effects of olive oil and its fractions on oxidative stress and the liver's fatty acid composition in 2, 4- Dichlorophenoxyacetic acid-treated rats. *Nutrition and metabolism*, V.7(80), (2010).11p.
268. Lesage-Messsen L., Navarro D., Maunier S., Sigoillot J C., Lorquin J., Delattre M., Simon J L., Asther M., and Labat Labat M. Simple phenolic content in olive oil residues as a function of extraction systems. *Food Chemistry*, V.75, (2001), 501-507.
269. Ramdan M. F. et Moersel J.T. Screening of the antiradical action of vegetable oils. *Journal of Food Composition and Analysis*, V. 19, (2006), 838-842
270. Lahmadi, A., Filali, H., Samaki, H., Zaid, A., Aboudkhal, S., Phytochemical screening, antioxidant activity and inhibitory potential of *Ficus carica* and *Olea europaea* leave. *Bioinformation*, V.15(3), (2019), 226
271. Aljane, F. Evaluation des composés phénoliques et des activités antioxydantes des figues (*Ficus carica* L.). Bari-Chania-Montpellier-Zaragoza, (2018).
272. Harzallah, A., Bhourri, A. M., Amri, Z., Soltana, H., & Hammami, M. Phytochemical content and antioxidant activity of different fruit parts juices of three figs (*Ficus carica* L.) varieties grown in Tunisia. *Industrial Crops and Products*, V. 83, (2016), 255-267.
273. Gulçin. Antioxydant of food constituent: an over view. *Arch toxical* V.86 (2011) 345-391.
274. Winter CA., Risley EA and Nuss GW. Carrageenin-Induced Edema in Hind Paw of the Rat as an Assay for Antiinflammatory Drugs. *Experimental Biology and Medicine*, V.111(3), (1962), 544-547.
275. Magaji, M.G., Anuka, J.A., Abdu-Aguye, I., Yaro, A.H., Hussaini, I.M. Preliminary studies on Anti-inflammatory and Analgesic activities of *Securinega virosa* (Euphorbiaceae) in experimental animal models. *J. Med. Plants Res.*, V.2(2), (2008). 39-44.
276. Bektas, N; Arslan, R; Goger, F; Kirimer, N; Ozturk, Y. Investigation for anti-inflammatory and anti-thrombotic activities of methanolextract of *Capparis ovata*

buds and fruits. *Journal of Ethnopharmacology*, (2012).

277. Ananthi, S; Raghavendran, H.R.B; Sunil, A.G; Gayathri, V; Ramakrishnan, G; Vasanthi, H.R. In vitro antioxidant and in vivo anti-inflammatory potential of crude polysaccharide from *Turbinaria ornata* (Marine Brown Alga). *Food and Chemical Toxicology*, V.48, (2010), 187–192.
278. William Carey, M; Venkat Rao, N; Ravi Kumar, B; Krishna Mohan, G. Anti-inflammatory and analgesic activities of methanolic extract of *Kigelia pinnata* DC flower. *Journal of Ethnopharmacology*, V.130, (2010), 179–182.
279. Ali-Shtayeh MS., Jamous R.M. et Jamous R.M. Complementary and alternative medicine use amongst Palestinian diabetic patients. *Complementary Therapies in Clinical Practice*, V.18 (2012),16– 21.
280. Beauchamp G., Keast R., Morel D., Lin J., Pika J., Han Q., Smith A.B. et Breslin P.A.S., Ibuprofen like activity in extra-virgin olive oil. *Revue Nature*, V.437 , (2005), 45-46.
281. Haloui E., Marzouk Z., Marzouk B., Bouftira I., Bouraoui A. et Fenina N. Pharmacological activities and chemical composition of the *Olea europaea* L. leaf essential oils from Tunisia. *Journal of Food, Agriculture and Environment*, V.8 (2010), 204– 208.
282. Patil, A. P., Kad, V. P., & Shelar, S. D. Studies on Preparation of Fig Jam Without Preservative. *Journal of Agriculture Research and Technology*, V.42(3) (2017) , 204.
283. Fang C. [Grape wine prepared from grape and fig]. *Faming Zhuanli Shenqing Gongkai Shuomingshu*. Chinese Patent Application: CN 2006-10052538 20060719. (2007)
284. Patil, A. P., Kad, V. P., & Shelar, S. D. Studies on Preparation of Fig Jam Without Preservative. *Journal of Agriculture Research and Technology*, V.42(3), (2017) 204.
285. Li, R. W., Myers, S. P., Leach, D. N., Lin, G. D. and Leach, G. A cross-cultural study: anti-inflammatory activity of Australian and Chinese plants. *Journal of Ethnopharmacology*, V.85, (2003), 25–32.
286. Li, R. W., Myers, S. P., Leach, D. N., Lin, G. D. and Leach, G. A new antiinflammatory glucoside from *Ficus racemosa* L. *Planta medica*, V.70, (2004). 421–426.
287. Khan, N. and Sultana, S. Chemomodulatory effect of *Ficus racemosa* extract against chemically induced renal carcinogenesis and oxidative damage response in Wistar rats. *Life Sciences*, V.77, (2005), 1194–1210.
288. Mandal, S. C., Maity, T. K., Das, J., Saba, B. P. and Pal, M. Anti-inflammatory evaluation of *Ficus racemosa* Linn. leaf extract. *Journal of Ethnopharmacology*, V.72, (2000), 87–92

290. Jeong M.R., Y. H. Kim and Cha J.D. Antimicrobial Activity of Methanol Extract from *Ficus carica* Leaves Against Oral Bacteria. *Journal of Bacteriology and Virology*. V. 39(2) (2009), 97-102.
291. Pinelo, M., Fabbro, P.D., Manzocco, L., Nuñez, M.J., Nicoli, M.C., Optimization of continuous phenol extraction from *Vitis vinifera* byproducts. *Food Chem.*, V. 92, (2005), 109-117.
292. Konan Y, Witabouna K. M., Bassirou B., Kagoyire K. Antioxidant activity and total phenolic content of nine plants from Côte d'Ivoire (West Africa). *Journal of Applied Pharmaceutical Science*, V.4 (08): (2014), 36-41.
293. Puoci F., Iemma F., Spizzirri U. G., Restuccia D., Pezzi V., Sirianni R., Manganaro L., Curcio M., Parisi O. I., Cirillo G. and Picci N. Antioxidant activity of a mediterranean food product: "Fig Syrup". *Nutrients*, V. 3(3), (2011), 317-329.
294. Jankun J., Selman S.H., Swiercz R. and Skrzypczak-Jankun E. Why Drinking Green Tea Could Prevent Cancer. *Nature*, (1997), 387- 561
295. Graziani G., D'Argenio G., Tuccillo C., Loguercio C., Ritieni A., Morisco F., Del Vecchio Blanco C., Fogliano V. and Romano M. Apple polyphenol extracts prevent damage to human gastric epithelial cells in vitro and to rat gastric mucosa in vivo. *Gut*.V.54 (2005), 193-200.
296. Okogeri, O. & Tasioula-Margari, M. Changes occurring in phenolic compounds and tocopherol of virgin olive oil during storage. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*. V.50, (2002), 1077-1080.
297. Guil-Guerrero, J.L. & Urda-Romacho, J. Quality of extra virgin olive oil affected by several packaging variables. *Grasas y Aceites*. V.60, (2009), 125-133.
298. Maggio, R.M., Valli, E., Bendini, A., Gómez-Caravaca, A.M., Toschi, T.G. & Cerretani, L. A spectroscopic and chemometric study of virgin olive oils subjected to thermal stress. *Food Chemistry*. V.127, (2011), 216-221.
299. Malheiro, R., Casal, S., Lamas, H., Bento, A. & Pereira, J.A. Can tea extracts protect extra virgin olive oil from oxidation during microwave heating? *Food Research International*. V.48, (2012), 148-154.
300. Bouakkaz S., Métabolites secondaires du figuier *Ficus Carica* L., Isolement, identification structurale, dosage par HPLC couplée à la spectrométrie de masse et activités biologiques. Thèse de doctorat en sciences de la chimie. Université de Guelma, (2013).
301. Benattia F.K., Analyse et application des extraits de pépins de figes de barbarie. Thèse de doctorat en Chimie bio-organique et thérapeutique. Université de Tlemcen, (2017).
302. Arvaniti, O.S., Samarasa, Y., Gatidoub, G., Thomaidisc, N.S., & Stasinakisb, A.S. Review on fresh and dried figs: Chemical analysis and occurrence of phytochemical compounds, antioxidant capacity and health effects. *Food*

Research International, V.119(1), (2019), 244-267.

303. Veberic, R., Colaric, M., & Stampar, F. Phenolic acids and flavonoids of fig (*Ficus carica* L.) in the northern Mediterranean region. *Food Chemistry*, V.106(1), (2008), 153-157.
304. A. Souza., H. Danta., M. Silva. Thermal and kinetic evaluation of cotton oil biodiesel, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, V. 90(3), (2007).
305. Babalis, S.J. and Belessiotis, V.G., "Influence of the drying conditions on the drying constants and moisture diffusivity during the thin-layer drying of figs", *Journal of Food Engineering*, V. 65, (2004), 449-458.
306. Doymaz, I., "Sun drying of figs: an experimental study", *Journal of Food Engineering*, V. 71, (2005), 403-407.
307. Martínez-García, J.J., Gallegos-Infante, J.A., Rocha-Guzmán, N.E., RamírezBaca, P., Candelas-Cadillo, M.G. and González-Laredo R.F. Drying Parameters of Half-Cut and Ground Figs (*Ficus carica* L.) var. Mission and the Effect on Their Functional Properties *Journal of Engineering*, (2013), 8p
308. Fito, P., A. Chiralt, N. Betoret, M. Gras, M. Chaafer, J. Martinez-Monzo, A. Andres and D. Vidal. "Vacuum impregnation and osmotic dehydration in matrix engineering: Application in functional fresh food development." *Journal of Food Engineering* 49(2- 3), (2001), 175-183.
309. Lenart, A. "Mathematical modelling of osmotic dehydration of apple and carrot." *Acta Alimentaria Polonica* 42(1), (1992), 33-44.
310. Logaranjan, K. Devi S. and Pandian K. Biogenic Synthesis of Silver Nanoparticles Using Fruit Extract of *Ficus Carica* and Study Its Antimicrobial Activity. *Nano Biomed. Eng*, V.4(4), (2012), 177-182.

APPENDICE A

Tableau A.1 : Caractérisation physicochimique des trois huiles étudiées

Paramètres	HOEV	HRFN	HRFB	COI 2019
Acidité	0.33 ± 0.02 ^(a)	0.60 ± 0.09 ^(b)	0.75 ± 0.007 ^(b)	≤0,8
I. peroxyde	0.58 ± 0.06 ^(a)	0.60 ± 0.36 ^(a)	0.61 ± 0.084 ^(a)	< 20.0
K270	0.20 ± 0.07 ^(a)	0.16 ± 0.04 ^(b)	0.18 ± 0.007 ^(c)	< 0.22
K232	2.53 ± 0.04 ^(a)	2.21 ± 0.09 ^(b)	2.36 ± 0.205 ^(c)	< 2.50

Les résultats sont exprimés en moyenne ± écart type (nombre de répétitions n = 3). Pour chaque ligne, les valeurs avec des lettres différentes sont significativement différentes à P <0,05 ; a> b> c

Tableau A.2 : Caractérisation physicochimique des figes sèches avant et après la macération

Paramètres	FN	FB	MFN	MFB
Acidité	0.41±0.02 ^(a)	0.62±0.04 ^(b)	0.28±0.07 ^(c)	0.51±0.04 ^(d)
Humidité	18.54±0.19 ^(a)	20.21 ±0.05 ^(b)	17.02 ±0.12 ^(c)	18.25±0.82 ^(d)
Protéines	3.88 ±0.02 ^(a)	2.92±0.1 ^(b)	3.42 ±0.02 ^(c)	2.52 ±0.03 ^(d)
Lipides	0,96±0.01 ^(a)	1.73±0.6 ^(b)	1.65 ±0.23 ^(c)	2.58 ±0.69 ^(d)
Sucre	72.74 ±0.70 ^(a)	88.61±0.41 ^(b)	64.63 ±0.70 ^(c)	72.12 ±0.41 ^(d)

Les résultats sont exprimés en moyenne ± écart type (nombre de répétitions n = 3). Pour chaque colonne, les valeurs avec des lettres différentes sont significativement différentes à P <0,05 ; a> b> c> d>.

Tableau A.3 : Quantification des composés phénoliques des figes sèches et l'huile d'olive avant et après la macération

Ech	PTT (mgEAG/100g MS)	TF (mg Equercitin /100g MS)	TH (mg Ecatéchine /100 g MS)	Caroténoïdes mg/kg
HOEV	616.52±0.61 ^(a)	7.52±0.01 ^(a)	173.91±0.01 ^(a)	40.25±0.03 ^(a)
HRFS	312.19±0.95 ^(b)	4.76±0.03 ^(b)	123.85±0.54 ^(b)	38.45±0.025 ^(b)
HTFC	410.92±0.71 ^(c)	4.84±0.02 ^c	151.64±0.58 ^c	38.64±0.015 ^(c)
FS	532.19±0.90 ^(d)	56.44±0.02 ^(d)	144.42±0.23 ^(d)	711.32±0.02 ^(a)
FC	305.17±0.09 ^(e)	42.46±0.04 ^(e)	51.23±0.09 ^(e)	623.02±0.01 ^(b)
MFS	605.63±0.42 ^(f)	58.47±0.27 ^(f)	169 ±0.01 ^(f)	928.14±0.01 ^(c)
MFC	479.29±0.68 ^(g)	43.16±0.05 ^(f)	58.98±0.02 ^(g)	745.12±0.05 ^(d)

Les résultats sont exprimés en moyenne ± écart type (nombre de répétitions n = 3). Pour chaque colonne, les valeurs avec des lettres différentes sont significativement différentes à P <0,05 ; a> b> c> d> e> f>g

APPENDICE B : Courbes d'étalonnage de l'acide gallique, la quercétine, catéchol, protéines, B Carotène et la quercitine.

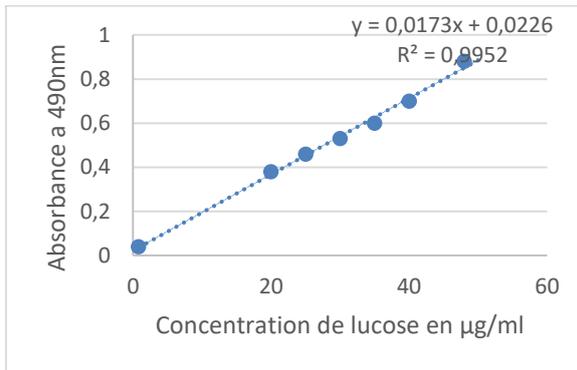


Figure B.1 : Courbe d'étalonnage de glucose

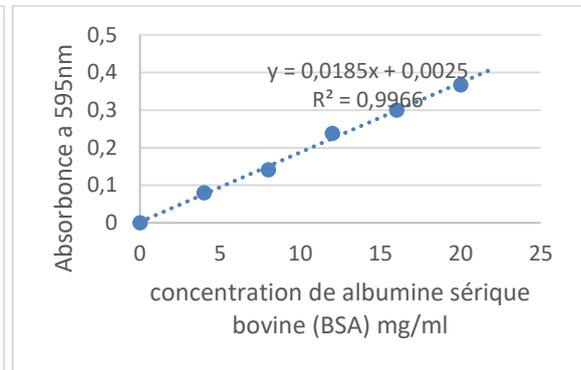


Figure B.2 : Courbe d'étalonnage de BSA

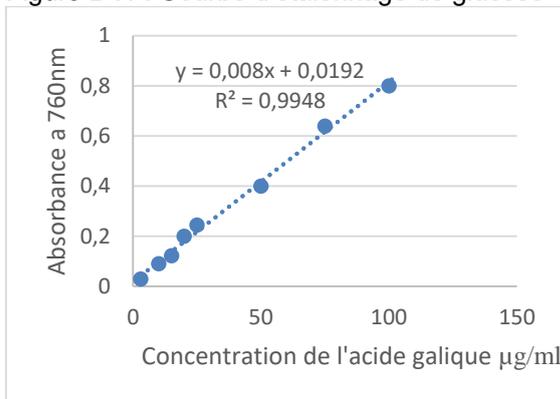


Figure B.3 : Courbe d'étalonnage des PPT.

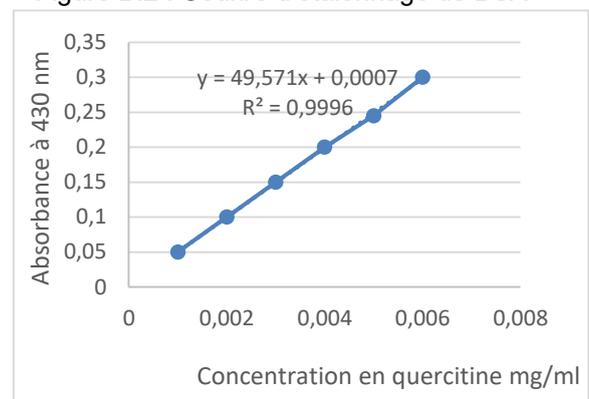


Figure B.4 : Courbe d'étalonnage des flavonoïdes

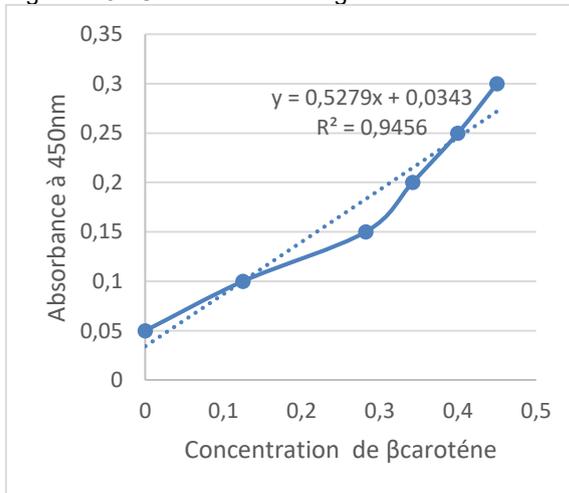


Figure B.5 : Courbe d'étalonnage des caroténoïdes.

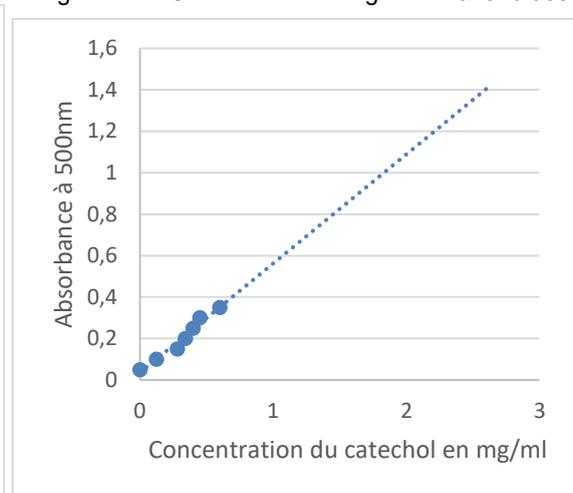


Figure B.6 : Courbe d'étalonnage du catéchol

APPENDICE C : Profil des acides gras de l'huile d'olive extra vierge témoin et l'huile après la macération.

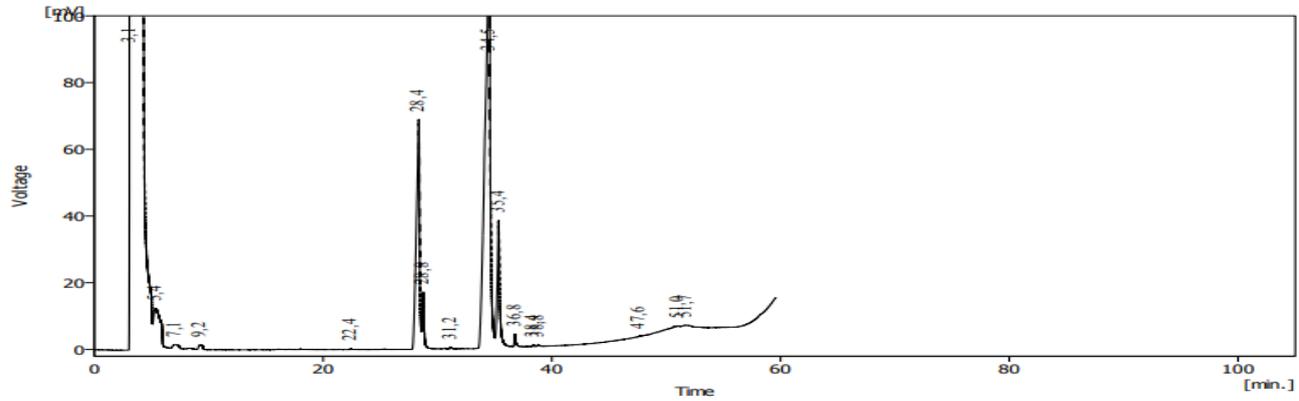


Figure C1 : Profil des acides gras de l'huile d'olive extra vierge témoin

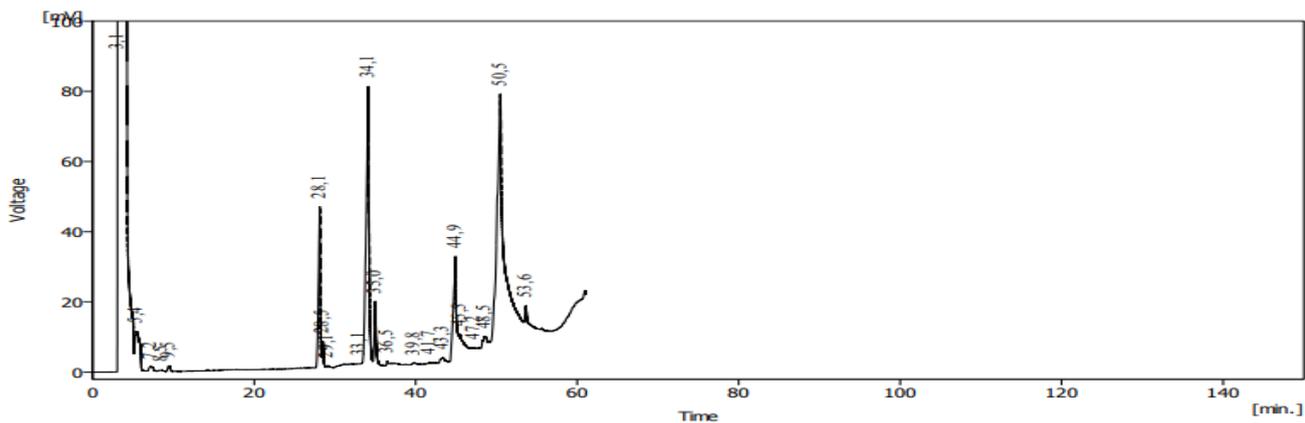


Figure C2 : Profil des acides gras de l'huile d'olive extra vierge restante des macérâtes (1F+25ml)

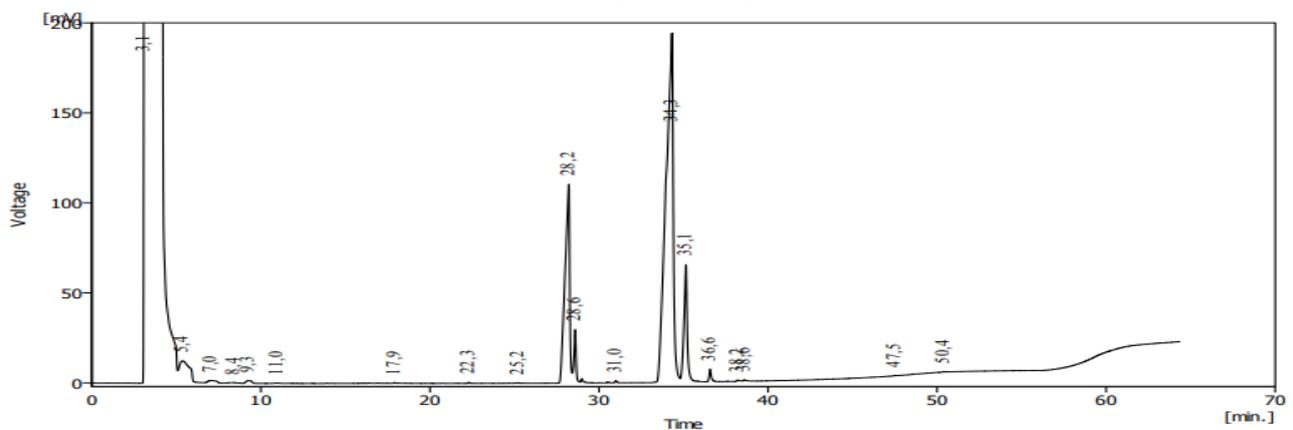


Figure C3 : Profil des acides gras de l'huile d'olive extra vierge restante des macérâtes (3F+25ml)

APPENDICE C : Profil des acides gras de l'huile d'olive extra vierge témoin et l'huile après la macération

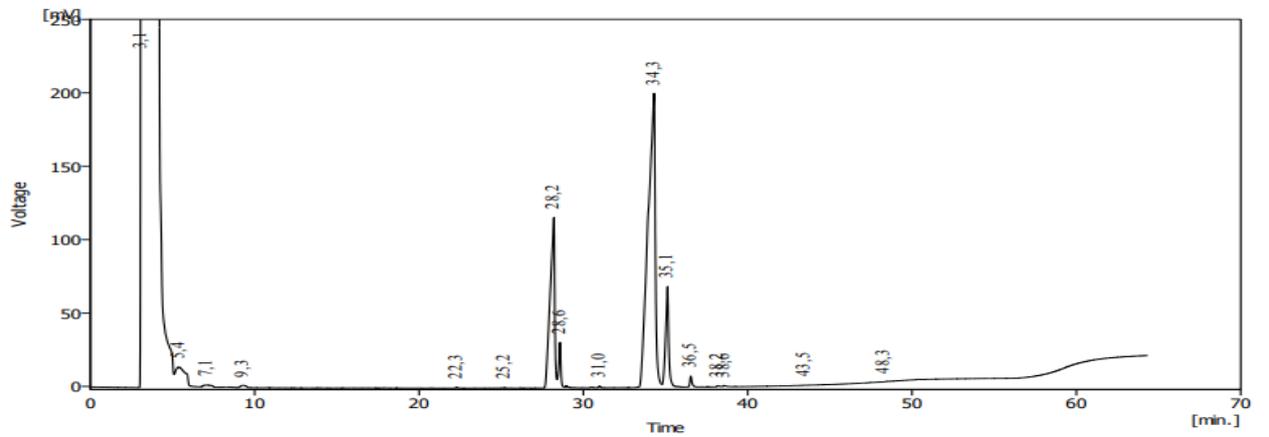


Figure C 4 : Profil des acides gras de l'huile d'olive extra vierge restante des macérâtes (5F+25ml)

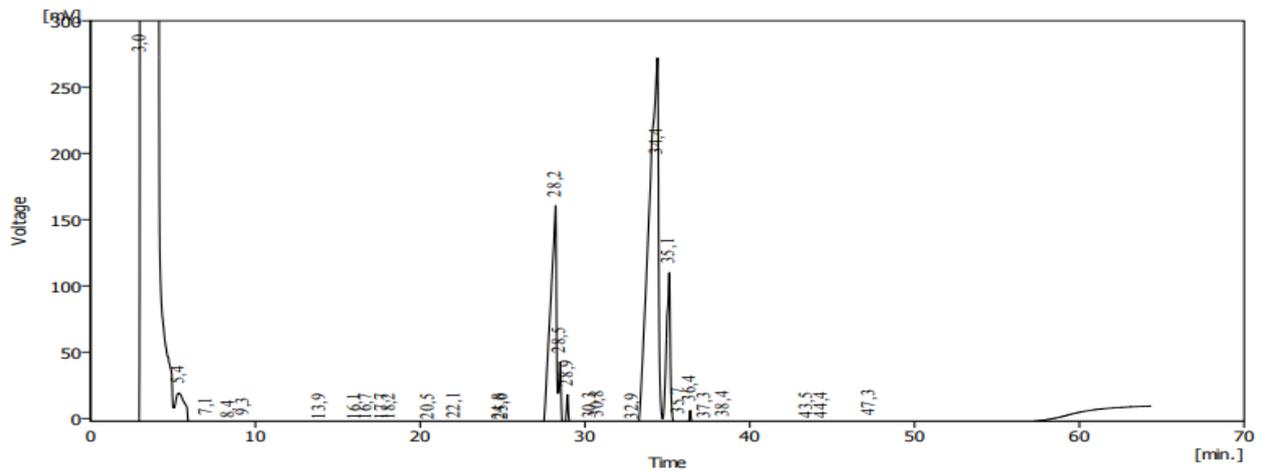


Figure C5 : Profil des acides gras de l'huile d'olive extra vierge restante des macérâtes (7F+25ml)

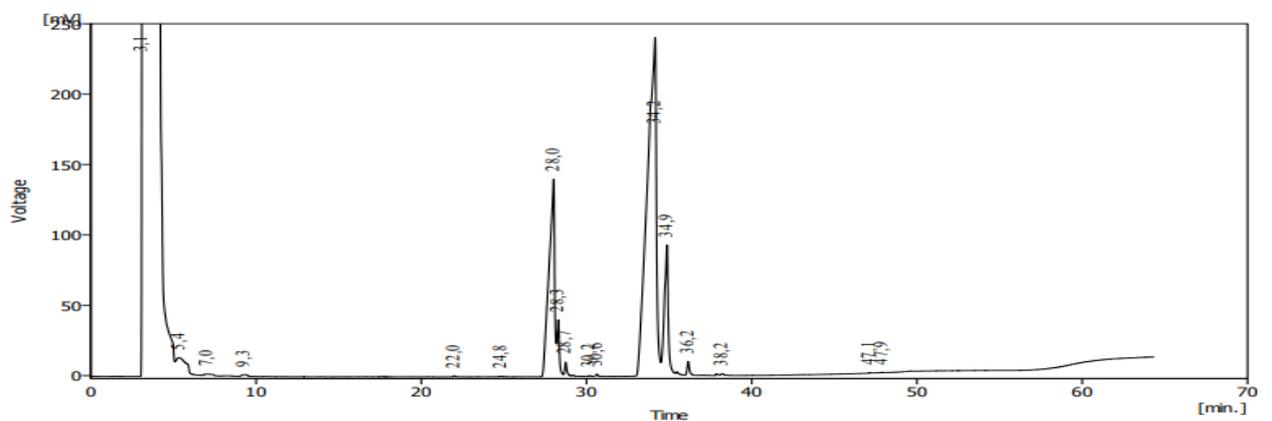


Figure C6 : Profil des acides gras de l'huile d'olive extra vierge restante des macérâtes (9F+25ml)

APPENDICE C : Profil des acides gras de l'huile d'olive extra vierge témoin et l'huile après la macération

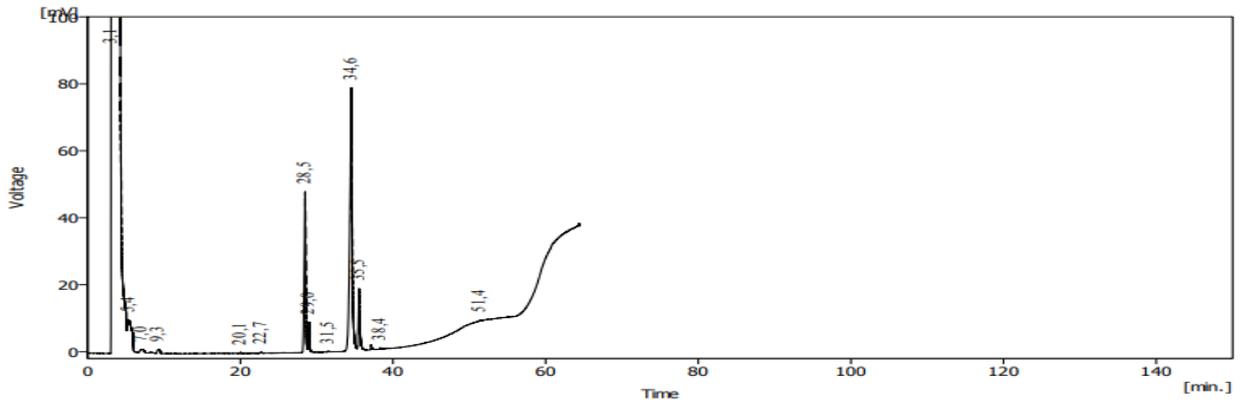


Figure C7 : Profil des acides gras de l'huile d'olive extra vierge restante des macérâtes (1F+50ml)

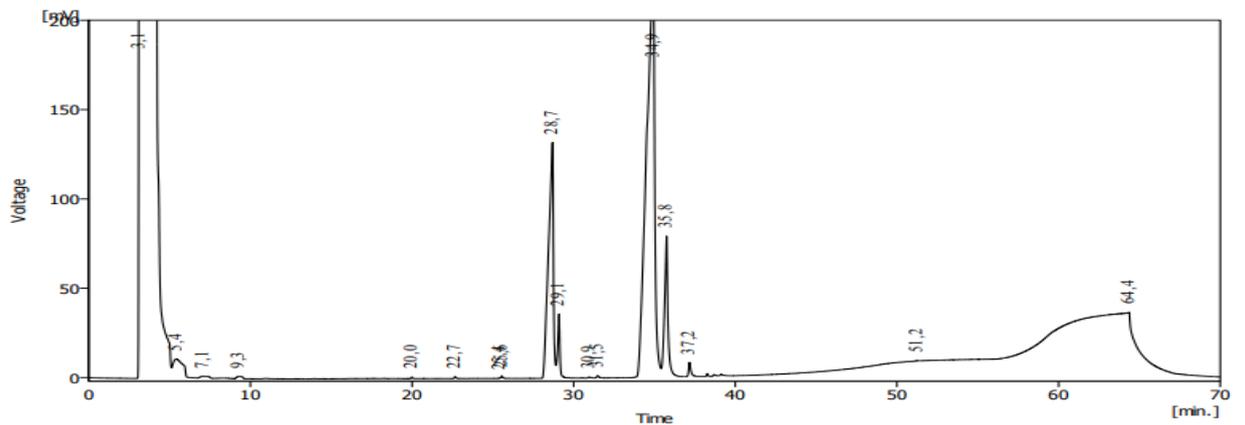


Figure C8 : Profil des acides gras de l'huile d'olive extra vierge restante des macérâtes (3F+50ml)

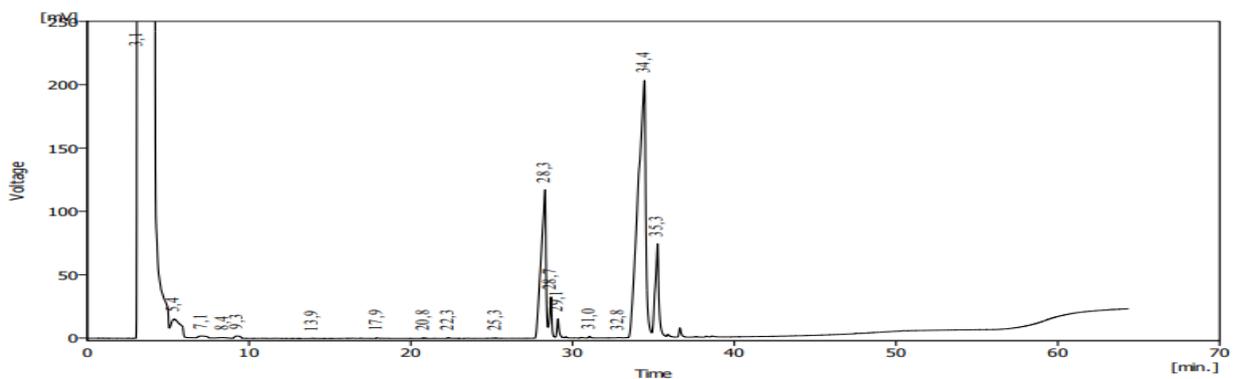


Figure C9 : Profil des acides gras de l'huile d'olive extra vierge restante des macérâtes (5F+50ml)

APPENDICE C : Profil des acides gras de l'huile d'olive extra vierge témoin et l'huile après la macération

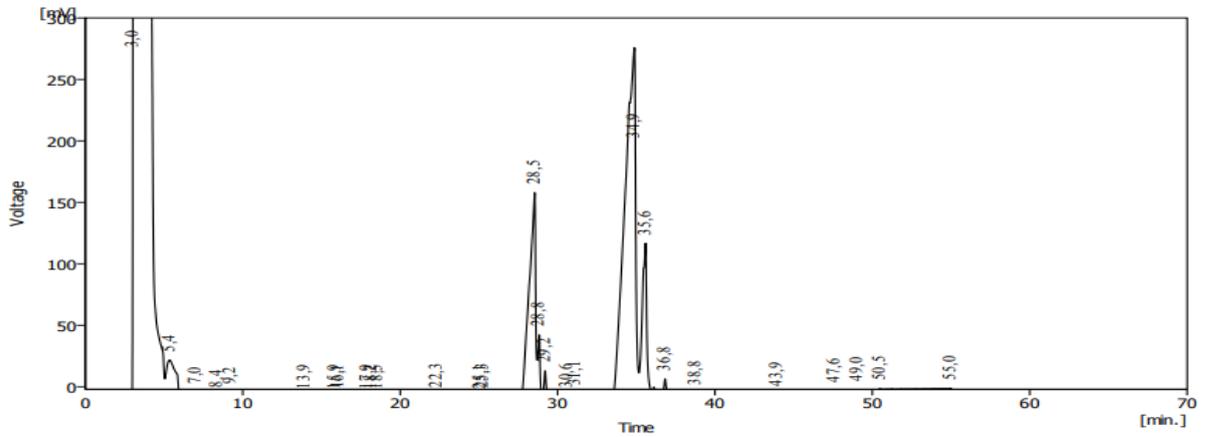


Figure C10 : Profil des acides gras de l'huile d'olive extra vierge restante des macérâtes (7F+50ml)

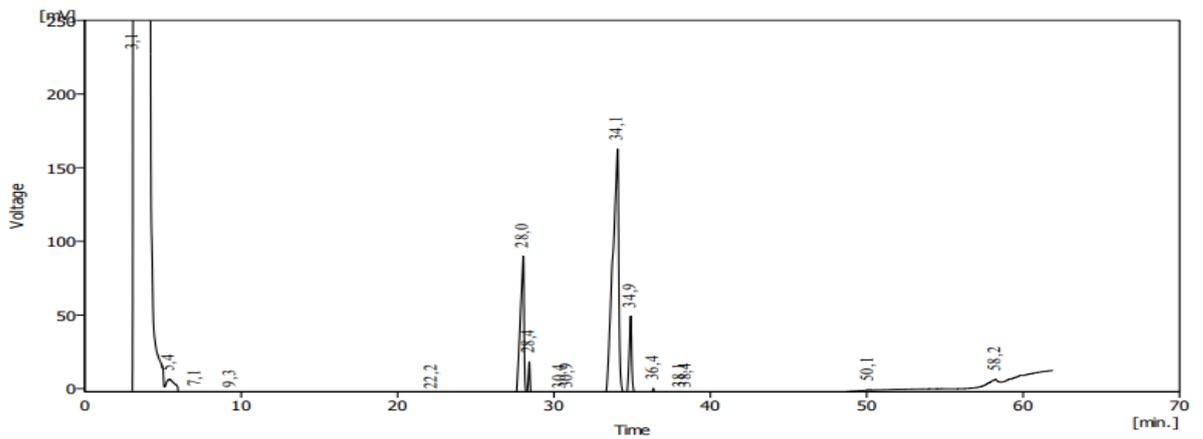


Figure C11 : Profil des acides gras de l'huile d'olive extra vierge restante des macérâtes (9F+50ml)

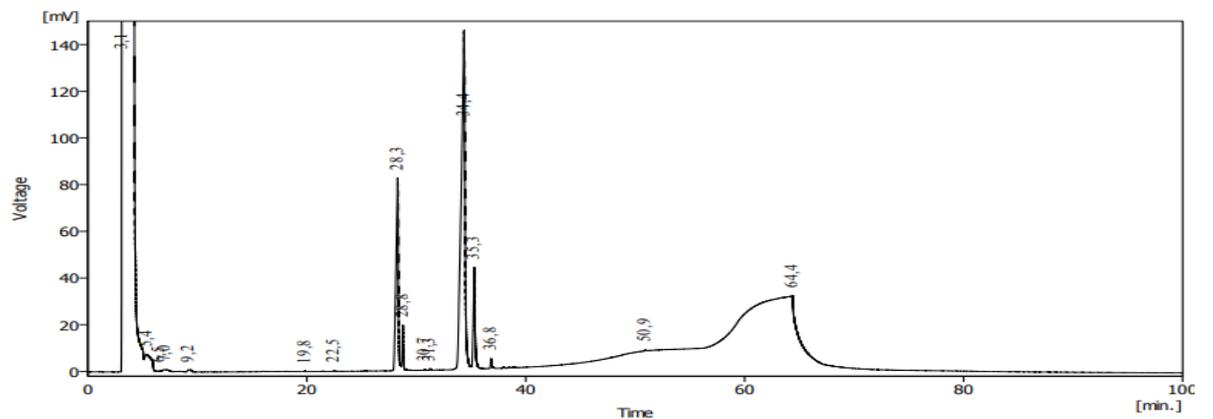


Figure C12: Profil des acides gras de l'huile d'olive extra vierge restante des macérâtes (1F+100ml)

APPENDICE D : Profil des acides gras de l'huile d'olive extra vierge témoin et l'huile après la macération

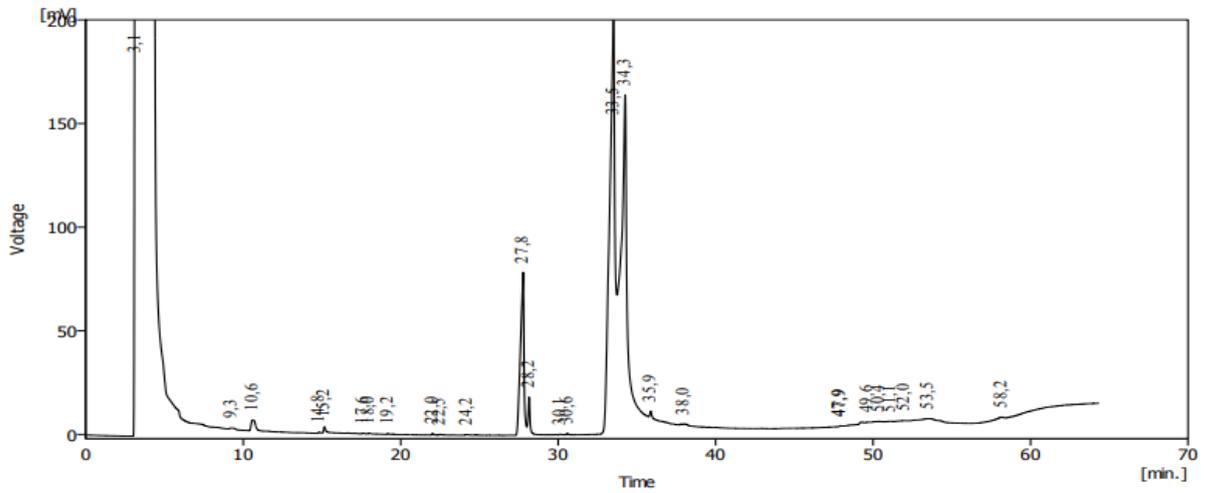


Figure C14 : Profil des acides gras de l'huile d'olive extra vierge restante des macérâtes (1F+150ml)

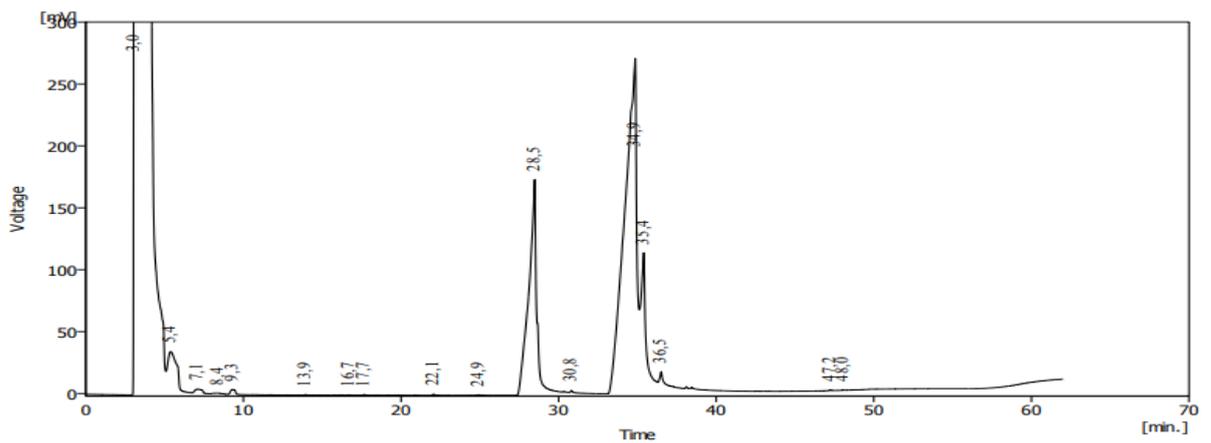


Figure C 15: Profil des acides gras de l'huile d'olive extra vierge restante des macérâtes (3F+100ml)

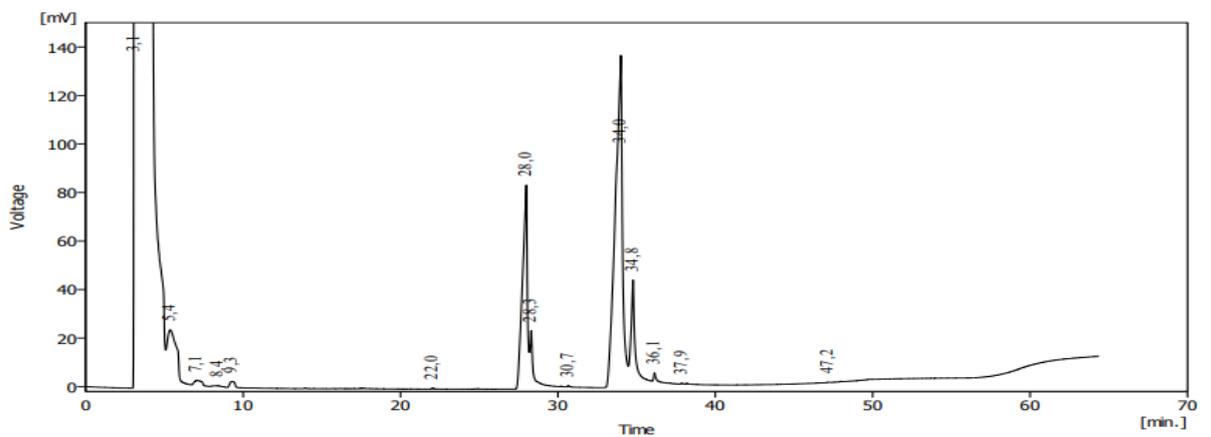


Figure C 16: Profil des acides gras de l'huile d'olive extra vierge restante des macérâtes (3F+150ml)

APPENDICE C : Profil des acides gras de l'huile d'olive extra vierge témoin et l'huile après la macération

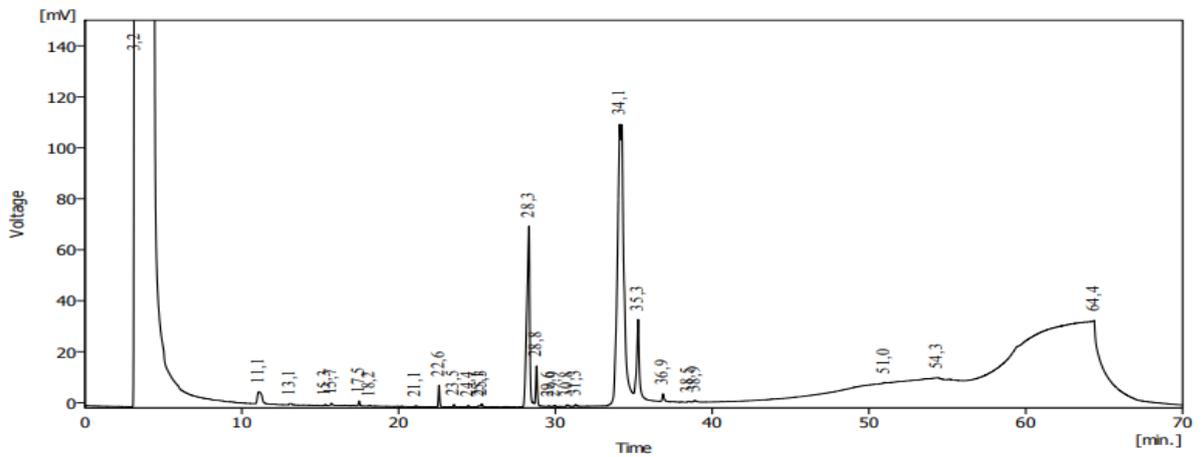


Figure C 17 : Profil des acides gras de l'huile d'olive extra vierge restante des macérâtes (5F+100ml)

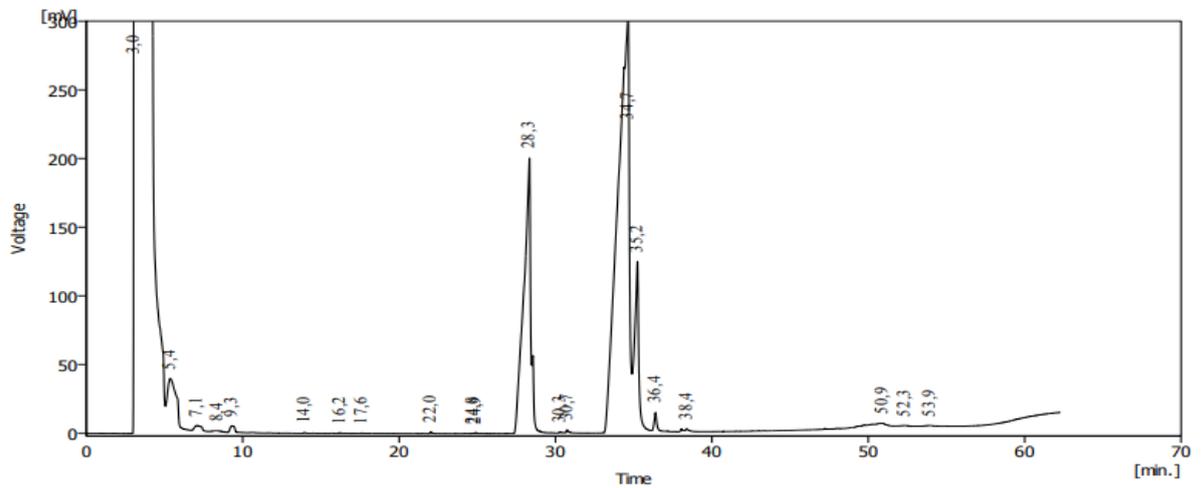


Figure C 18 : Profil des acides gras de l'huile d'olive extra vierge restante des macérâtes (5F+150ml)

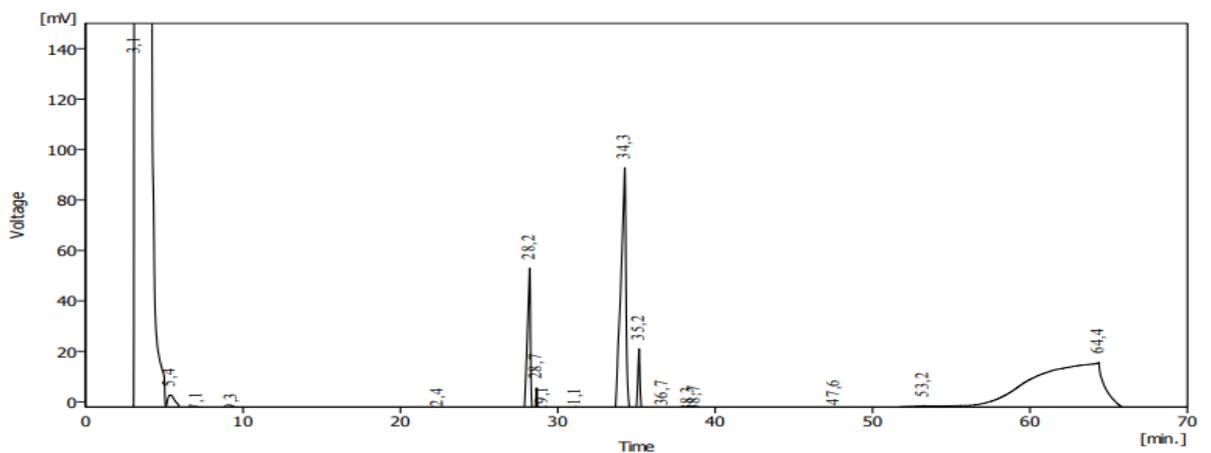


Figure C 19 : Profil des acides gras de l'huile d'olive extra vierge restante des macérâtes (75F+100ml)

μ

APPENDICE C : Profil des acides gras de l'huile d'olive extra vierge témoin et l'huile après la macération

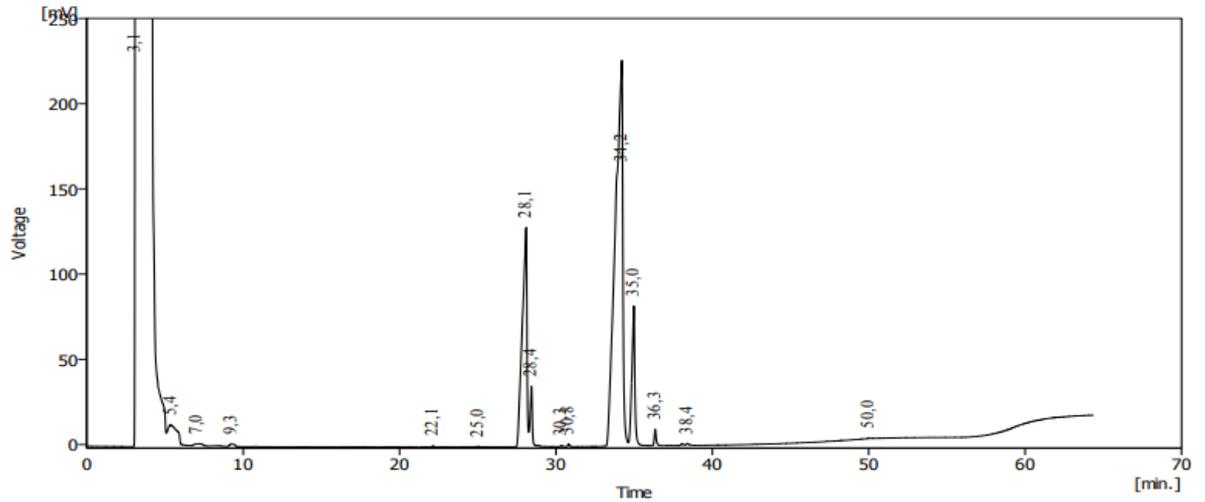


Figure C 20 : Profil des acides gras de l'huile d'olive extra vierge restante des macérâtes (7F+150ml)

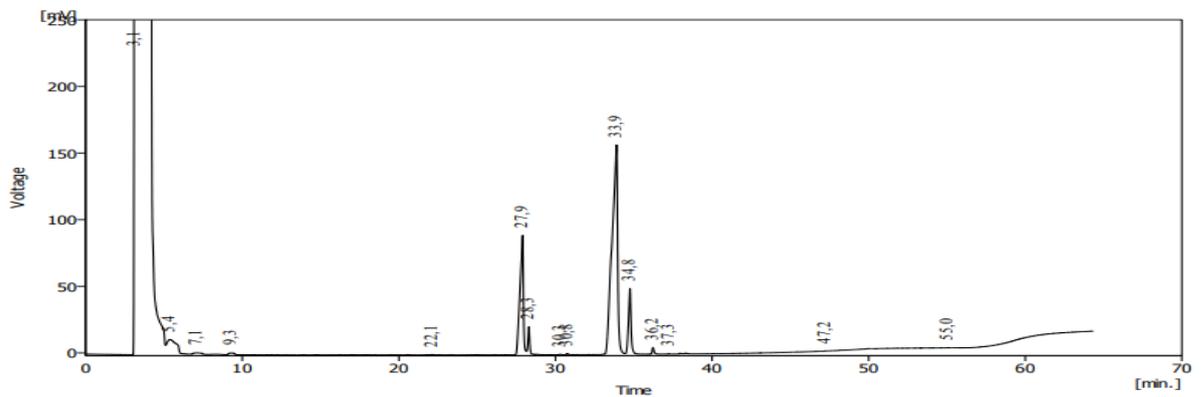


Figure C 21: Profil des acides gras de l'huile d'olive extra vierge restante des macérâtes (9F+100ml)

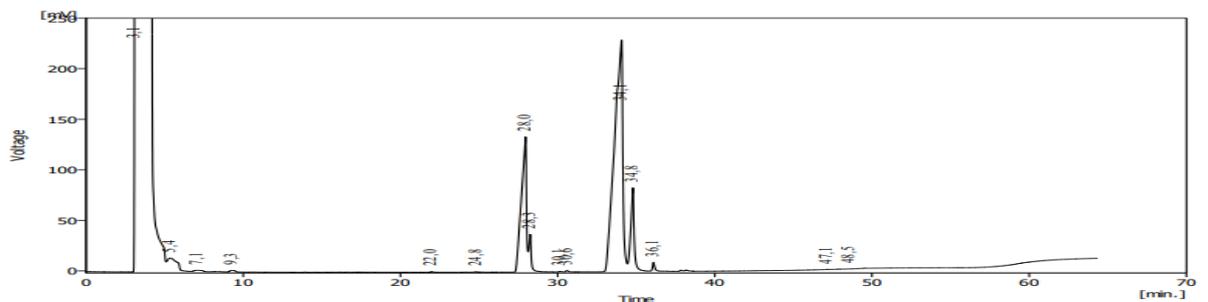


Figure C 22: Profil des acides gras de l'huile d'olive extra vierge restante des macérâtes (9F+150ml)

APPENDICE D : Chromatogrammes des extraits phénoliques de l'huile d'olive avant et après la macération

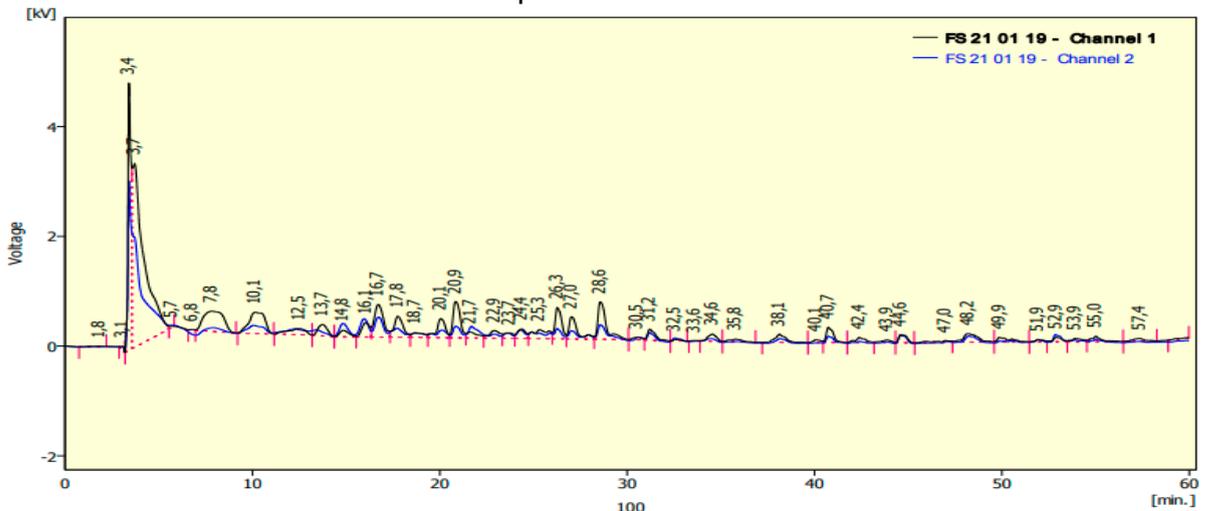


Figure D1 : Chromatogrammes de l'extrait phénolique de l'huile avant la macération à 254nm et à 280nm

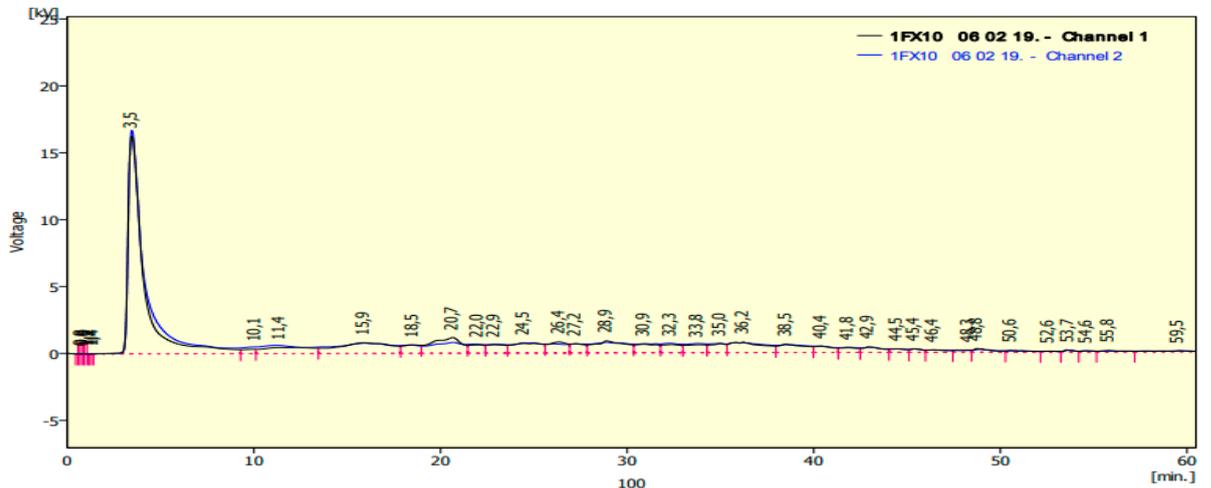


Figure D2 : Chromatogrammes de l'extrait phénolique de l'huile restante (1F+25ml) à 254nm et à 280nm

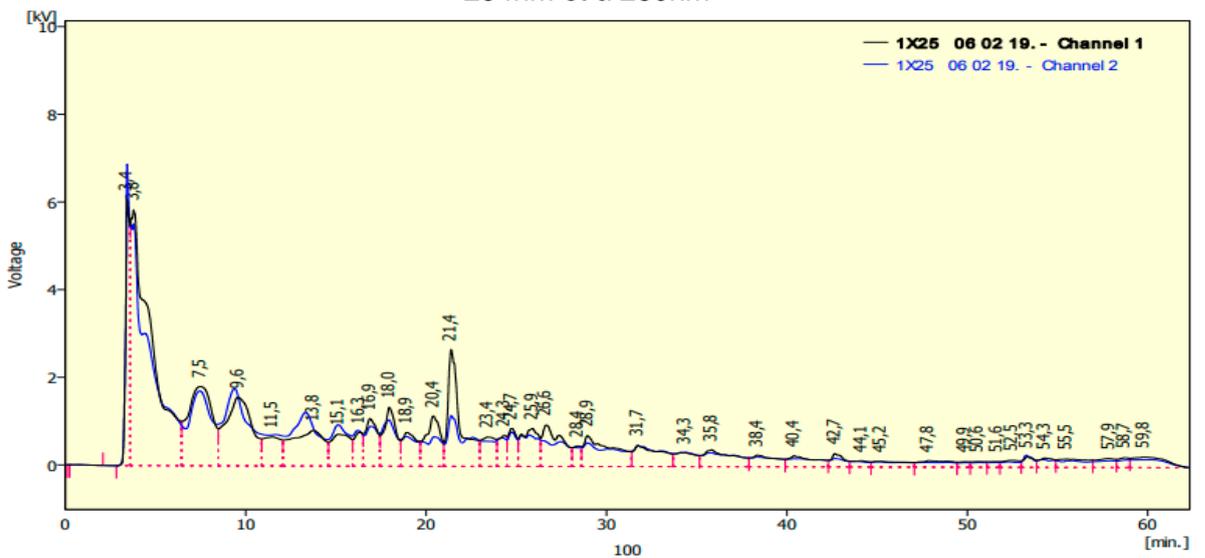


Figure D3 : Chromatogrammes de l'extrait phénolique de l'huile restante (1F+50ml) à 254nm et à 280nm

APPENDICE D : Chromatogrammes des extraits phénoliques de l'huile d'olive avant et après la macération

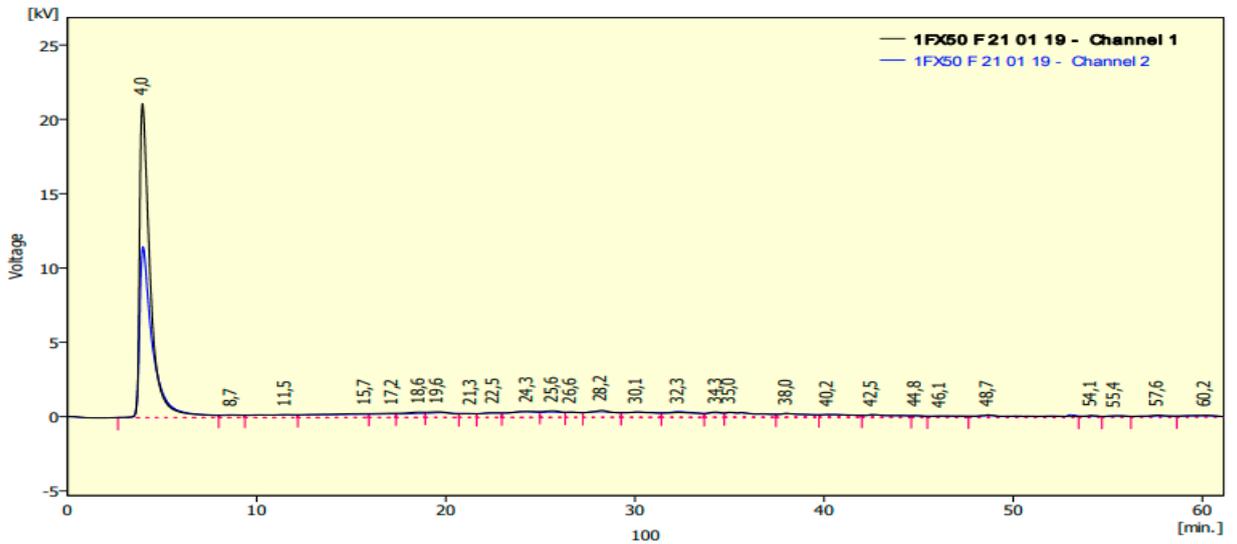


Figure D4 : Chromatogrammes dès l'extrait phénolique de l'huile restante (1F+100ml) à 254nm et à 280nm

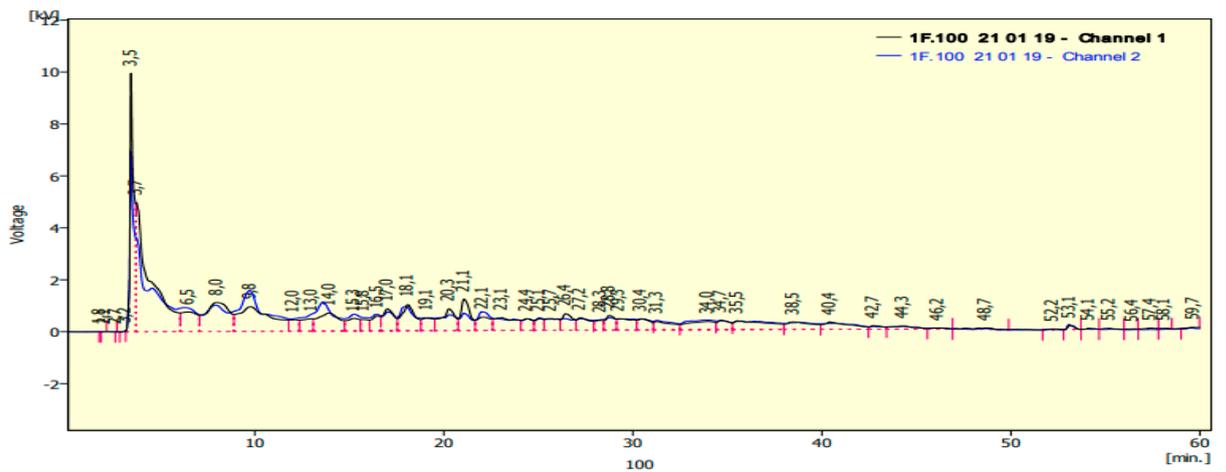


Figure D5 : Chromatogrammes dès l'extrait phénolique de l'huile restante (1F+150ml) à 254nm et à 280nm

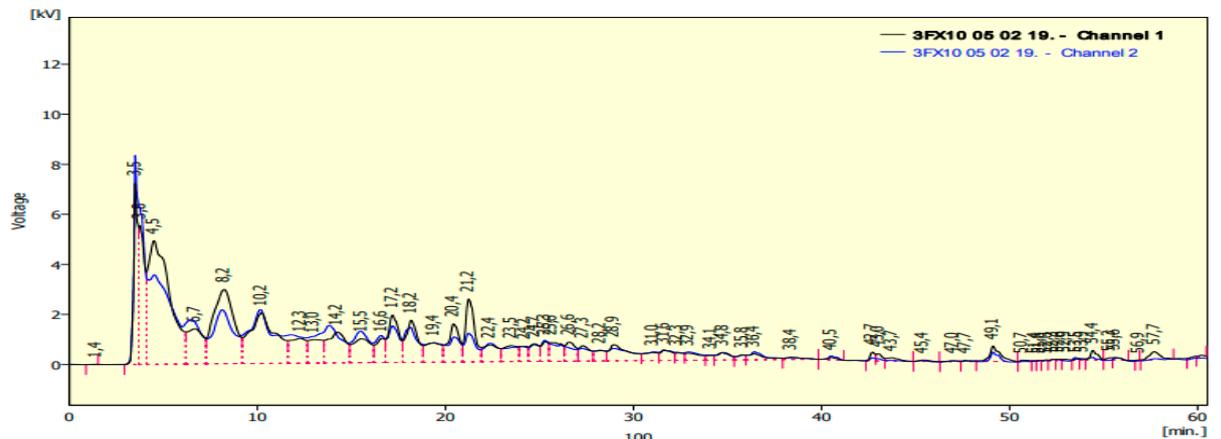


Figure D6 : Chromatogrammes dès l'extrait phénolique de l'huile restante (3F+25ml) à 254nm et à 280nm

APPENDICE D : Chromatogrammes des extraits phénoliques de l'huile d'olive avant et après la macération

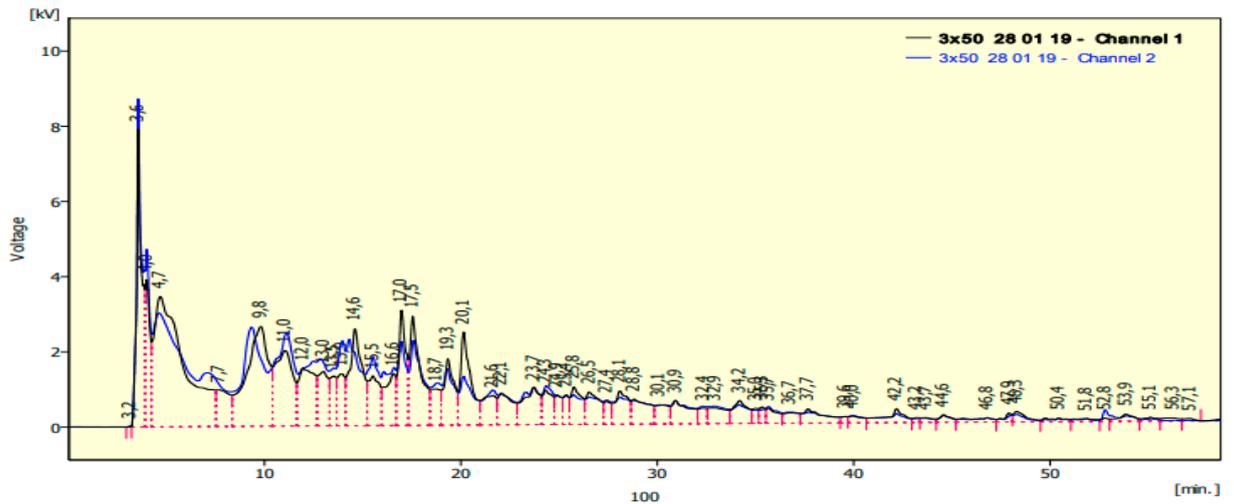


Figure D7 : Chromatogrammes de l'extrait phénolique de l'huile restante (3F+50ml) à 254nm et à 280nm

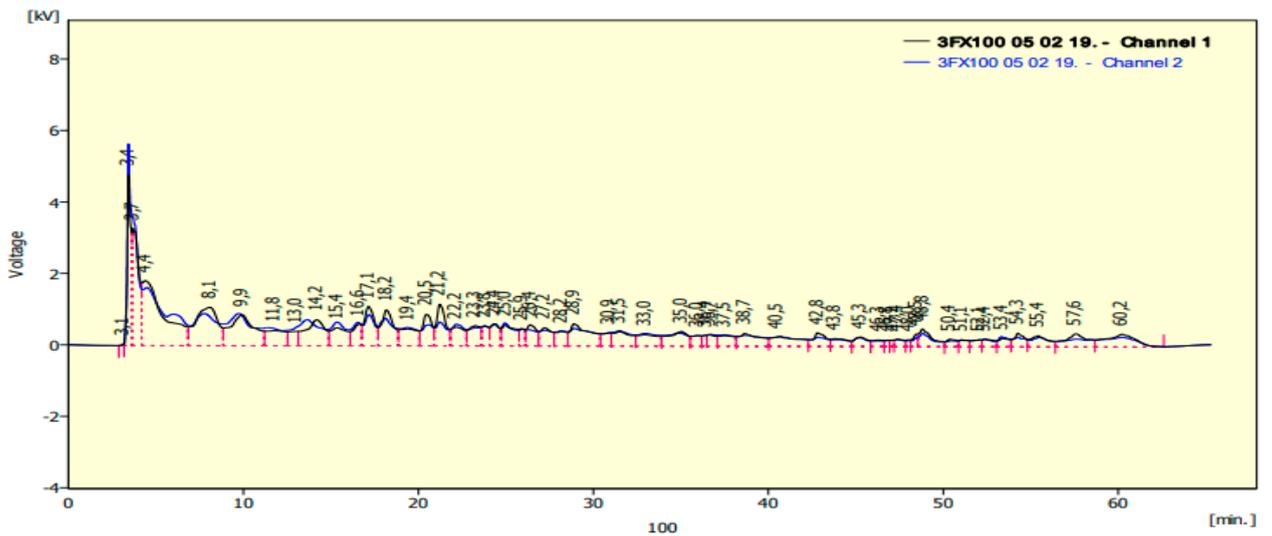


Figure D8 : Chromatogrammes de l'extrait phénolique de l'huile restante (3F+100ml) à 254nm et à 280nm

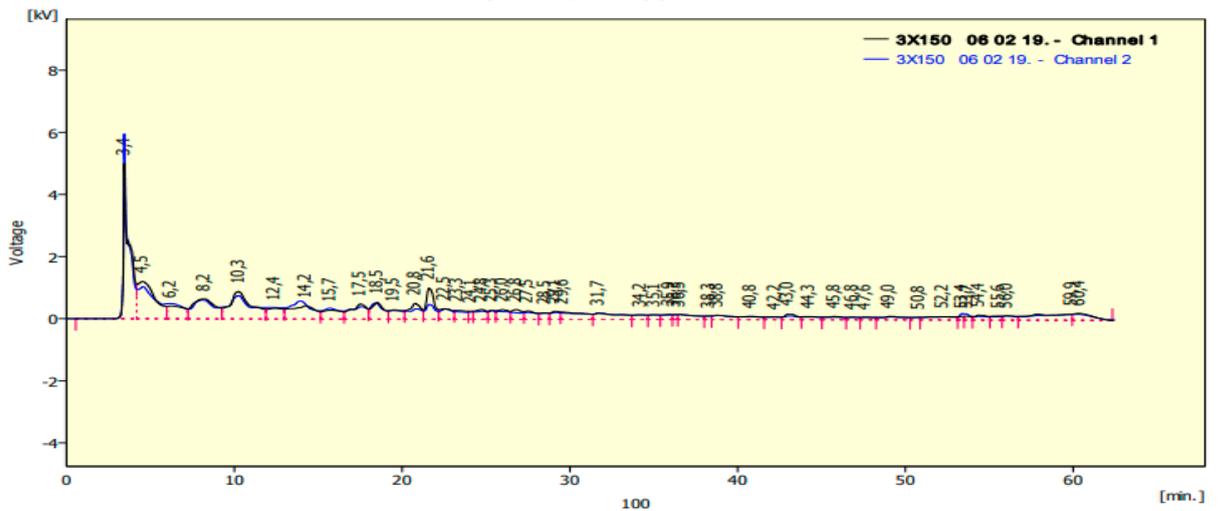


Figure D9 : Chromatogrammes de l'extrait phénolique de l'huile restante (3F+150ml) à 254nm et à 280nm

APPENDICE D : Chromatogrammes des extraits phénoliques de l'huile d'olive avant et après la macération

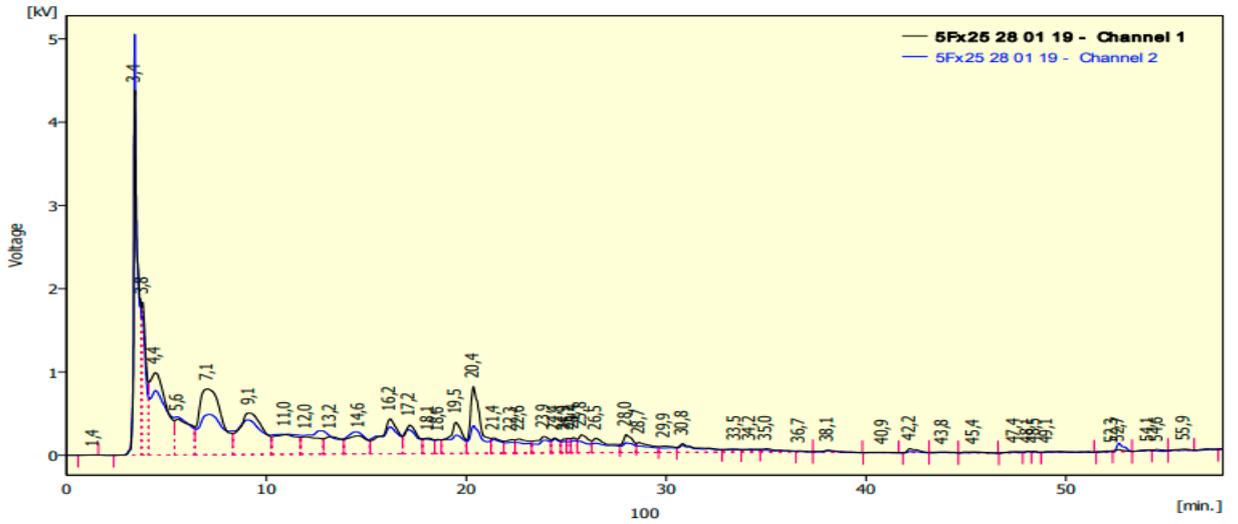


Figure 10 : Chromatogrammes dès l'extrait phénolique de l'huile restante (3F+150ml) à 254nm et à 280nm

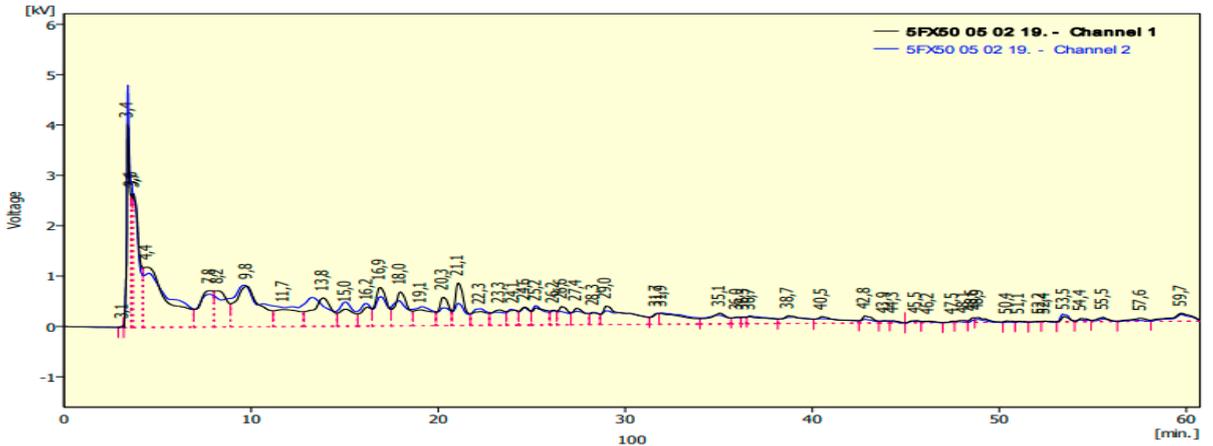


Figure D11 : Chromatogrammes dès l'extrait phénolique de l'huile restante (5F+25ml) à 254nm et à 280nm

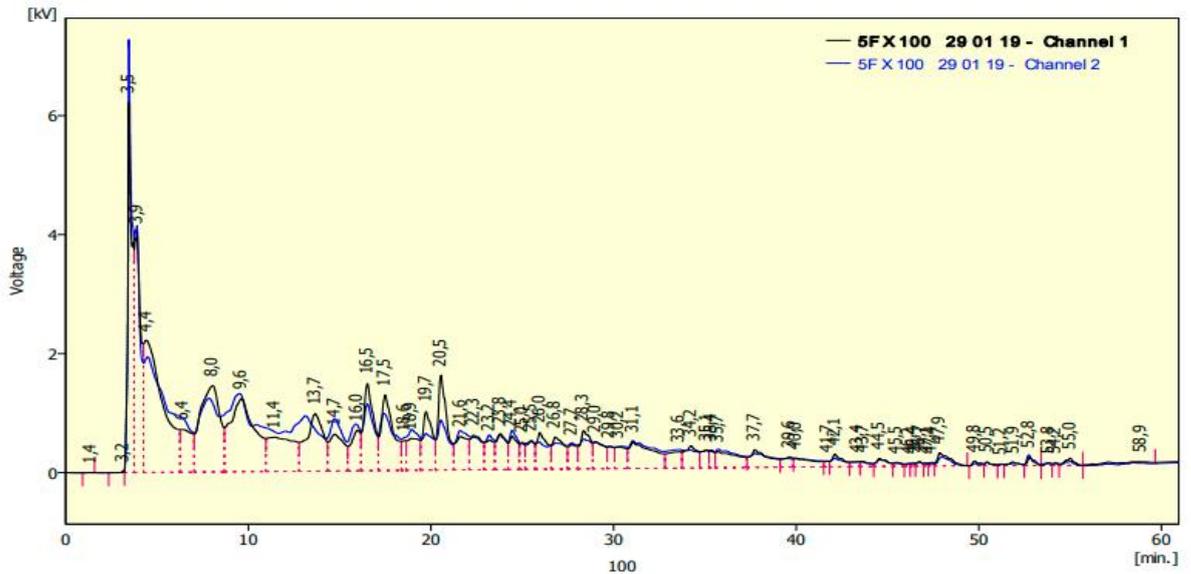


Figure D12 : Chromatogrammes dès l'extrait phénolique de l'huile restante (5F+50ml) à 254nm et à 280nm

APPENDICE D : Chromatogrammes des extraits phénoliques de l'huile d'olive avant et après la macération

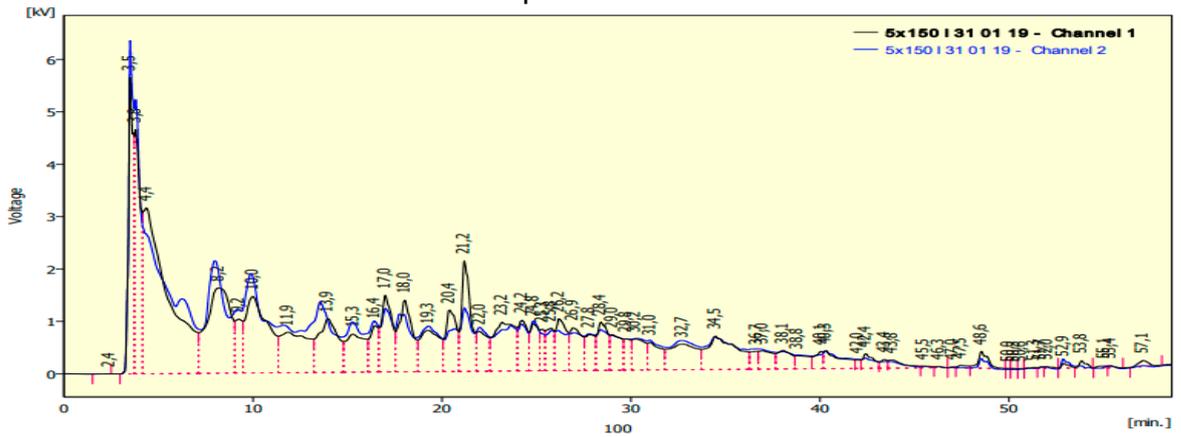


Figure D13 : Chromatogrammes dès l'extrait phénolique de l'huile restante (5F+100ml) à 254nm et à 280nm

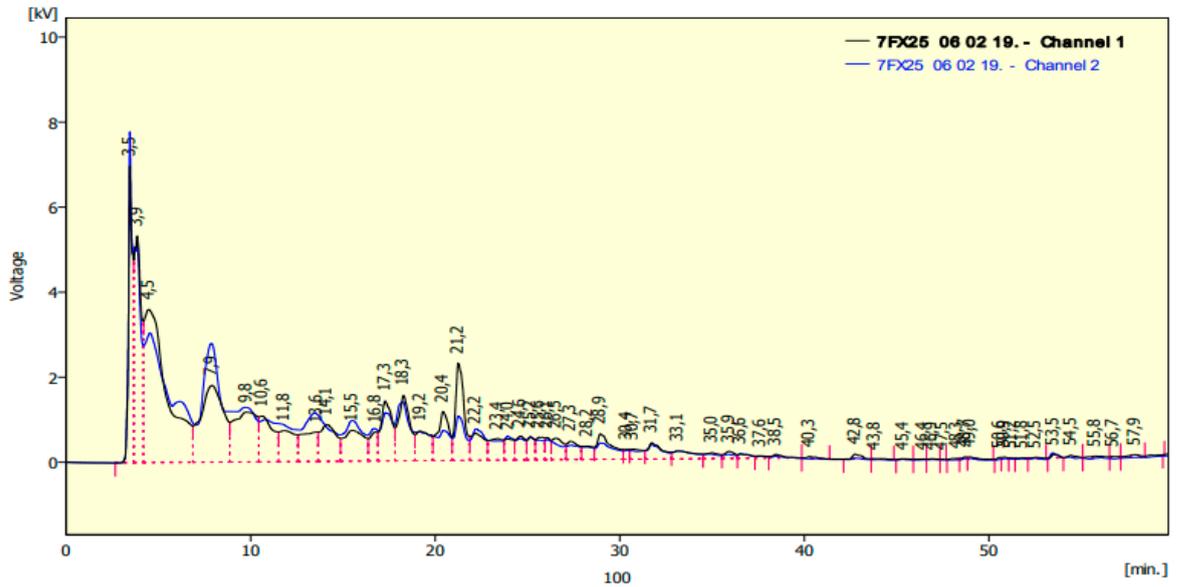


Figure D14 : Chromatogrammes dès l'extrait phénolique de l'huile restante (5F+150ml) à 254nm et à 280nm

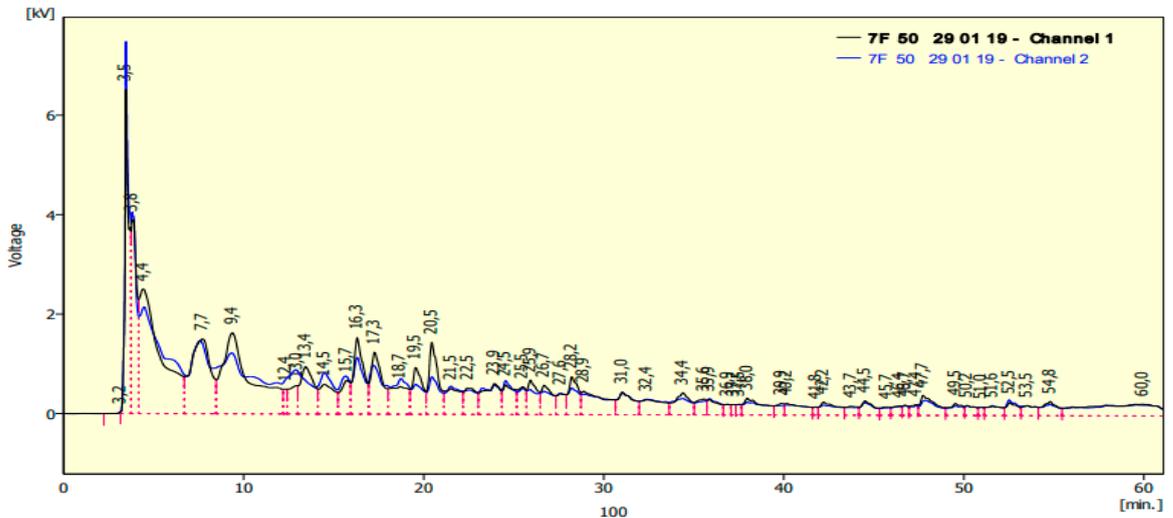


Figure D15 : Chromatogrammes dès l'extrait phénolique de l'huile restante (7F+25ml) à 254nm et à 280nm

APPENDICE D : Chromatogrammes des extraits phénoliques de l'huile d'olive avant et après la macération

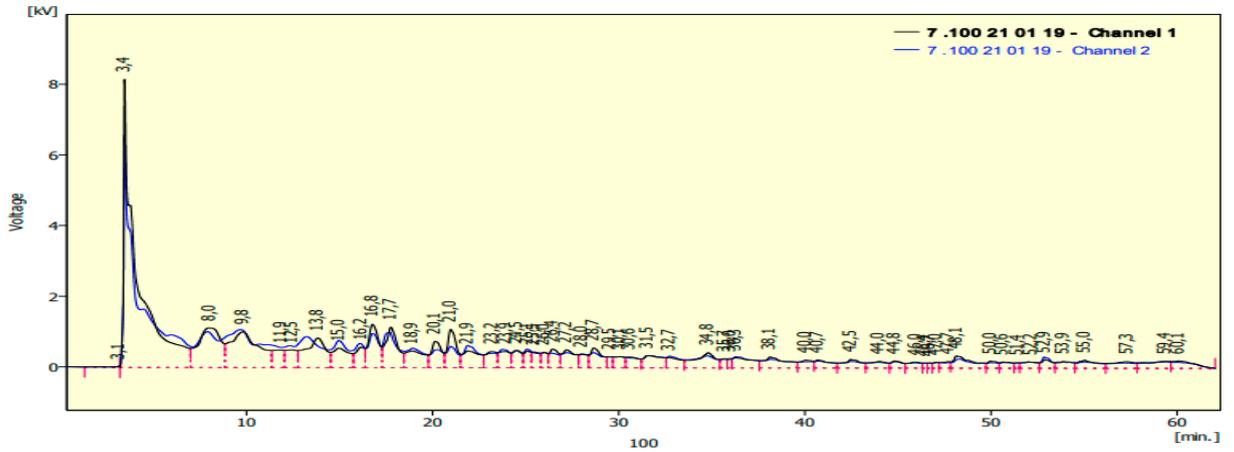


Figure D16 : Chromatogrammes dès l'extrait phénolique de l'huile restante (7F+50ml) à 254nm et à 280nm

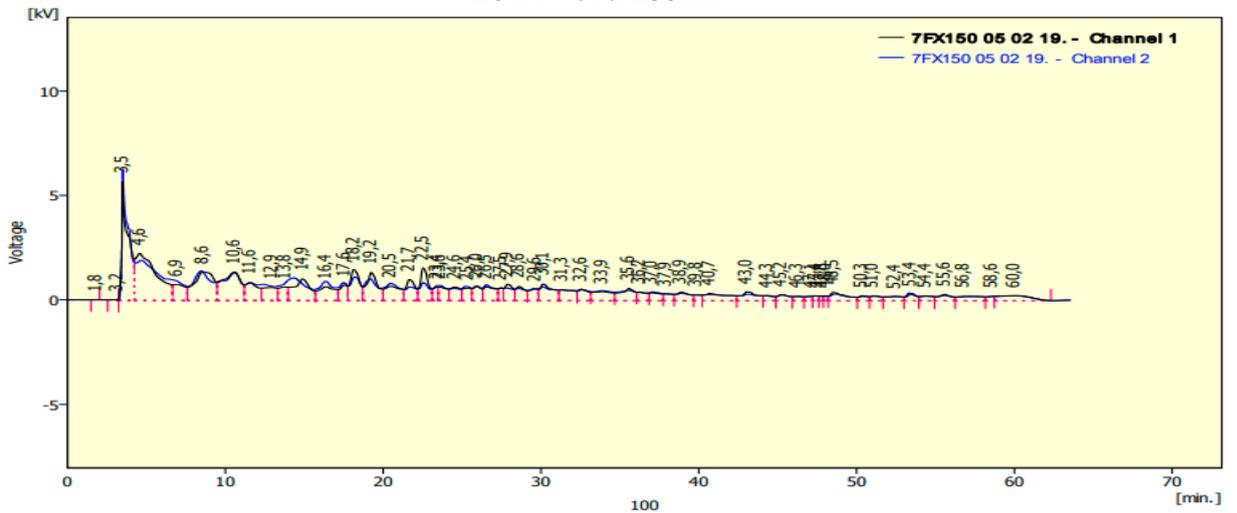


Figure D17 : Chromatogrammes dès l'extrait phénolique de l'huile restante (7F+100ml) à 254nm et à 280nm

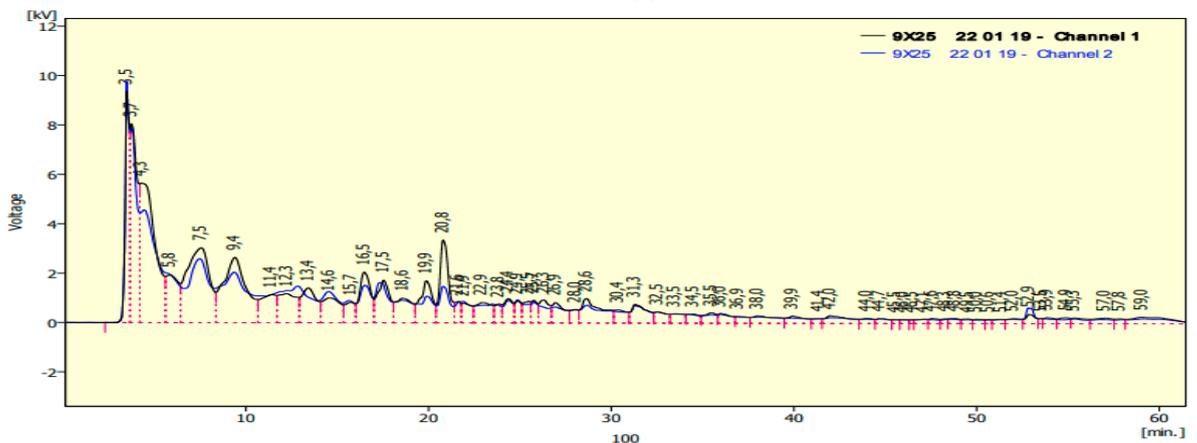


Figure D18 : Chromatogrammes dès l'extrait phénolique de l'huile restante (7F+150ml) à 254nm et à 280nm

APPENDICE D : Chromatogrammes des extraits phénoliques de l'huile d'olive avant et après la macération

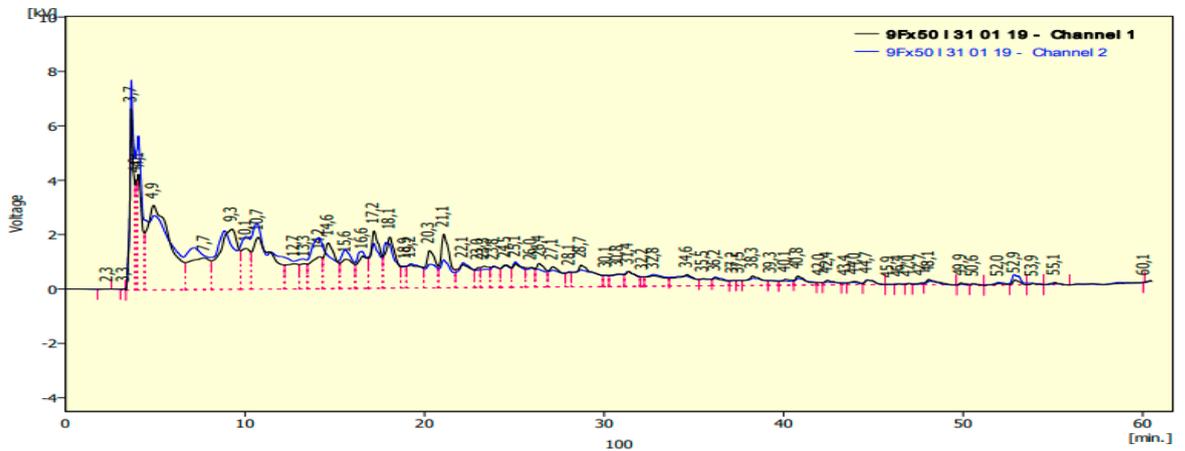


Figure D19 : Chromatogrammes dès l'extrait phénolique de l'huile restante (9F+25ml) à 254nm et à 280nm

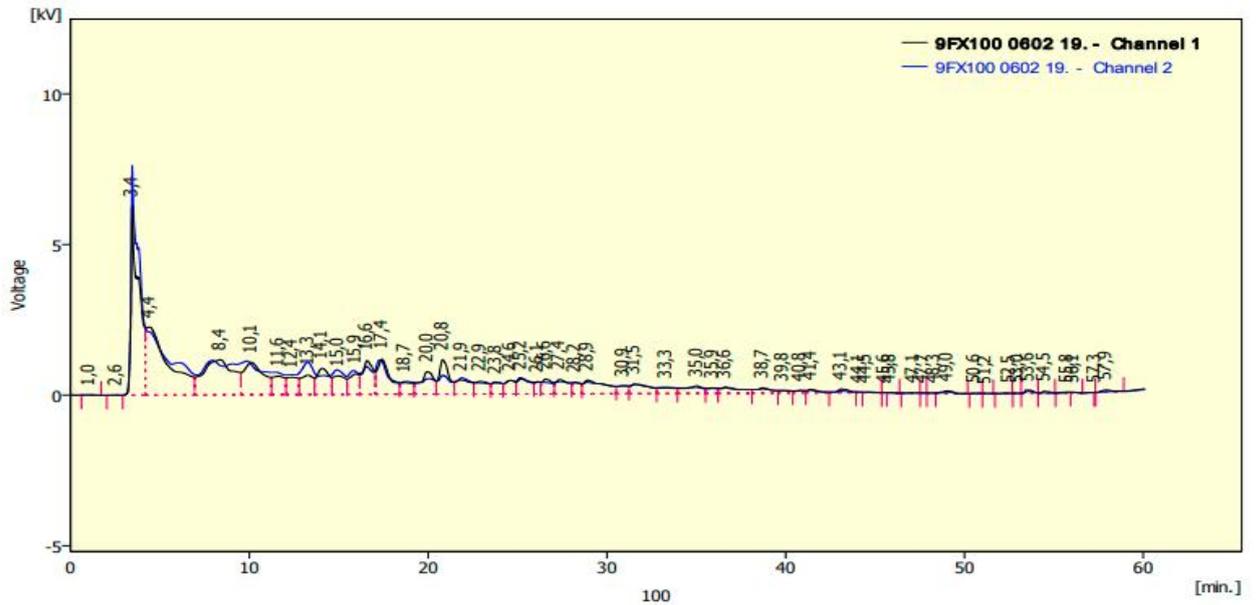


Figure D20 : Chromatogrammes dès l'extrait phénolique de l'huile restante (9F+100ml) à 254nm et à 280nm

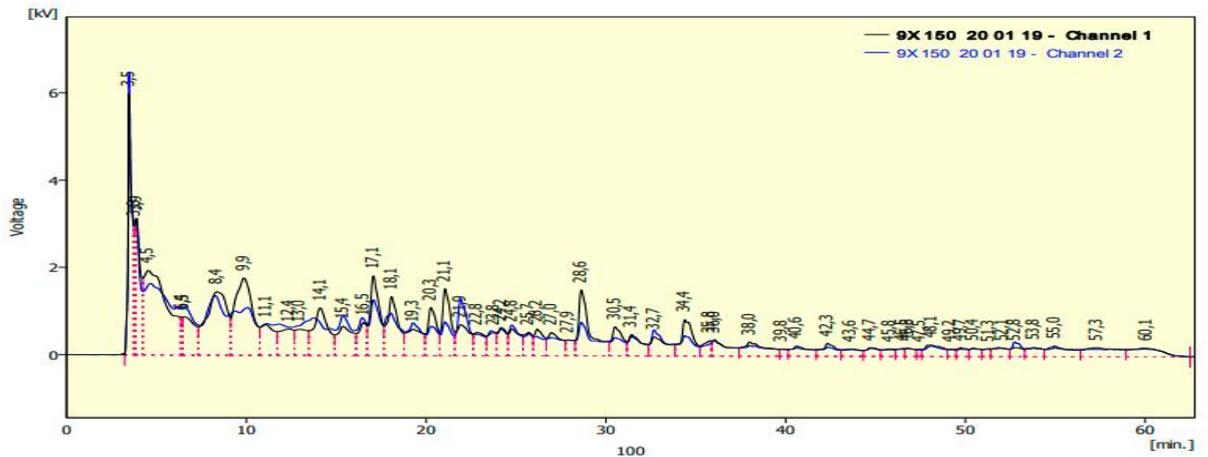


Figure D21: Chromatogrammes dès l'extrait phénolique de l'huile restante (9F+150ml) à 254nm et à 280nm

APPENDICE E : Chromatogrammes des standards

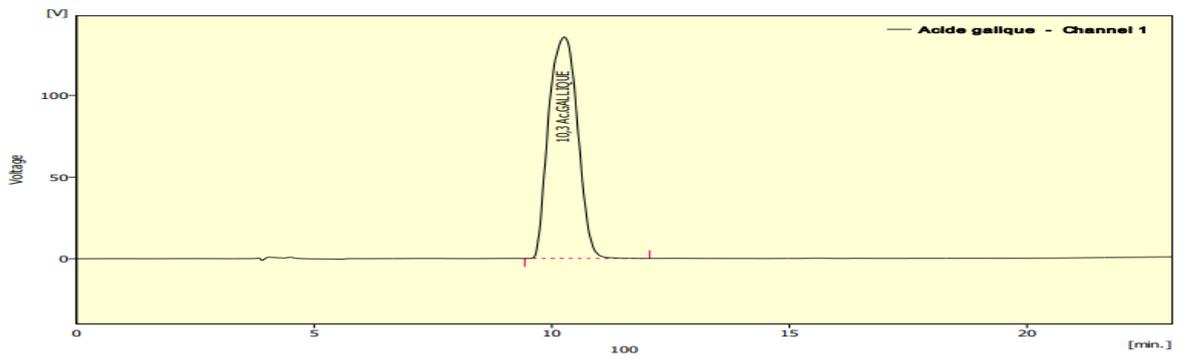


Figure E.1 : Chromatogramme des étalons : acide gallique

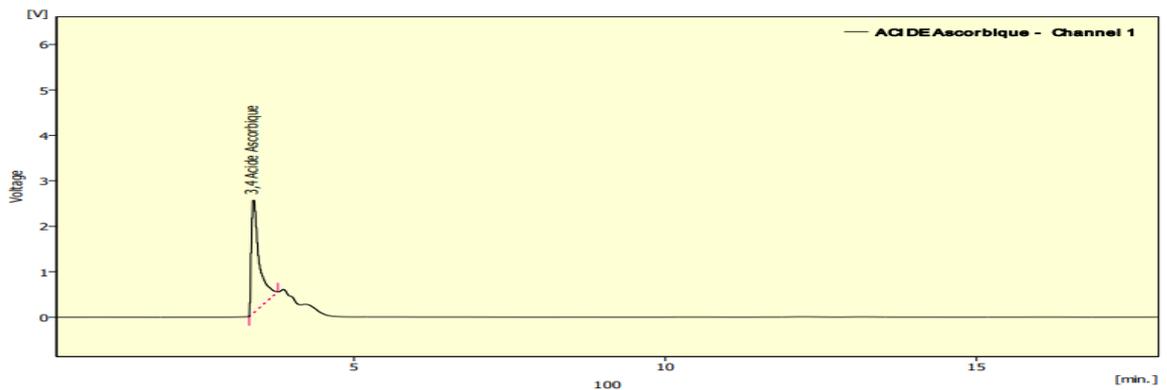


Figure E 2: Chromatogramme des étalons : acide Ascorbique

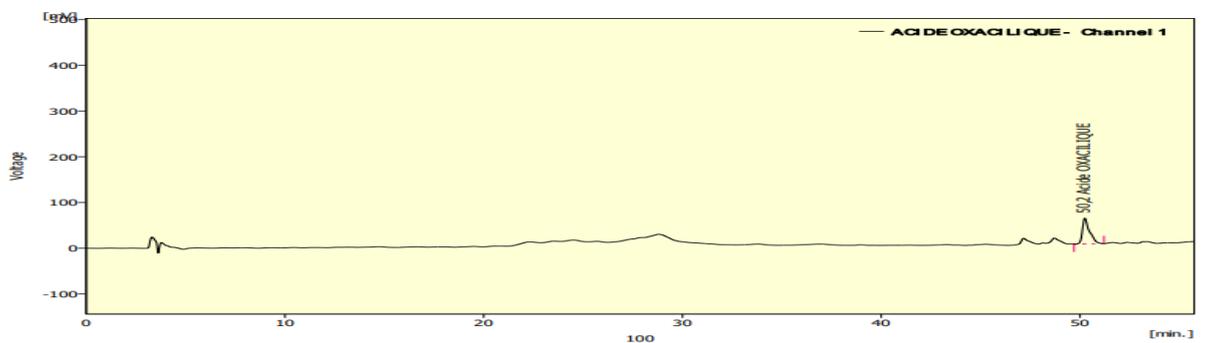


Figure E 3 : Chromatogramme des étalons : acide oxalique

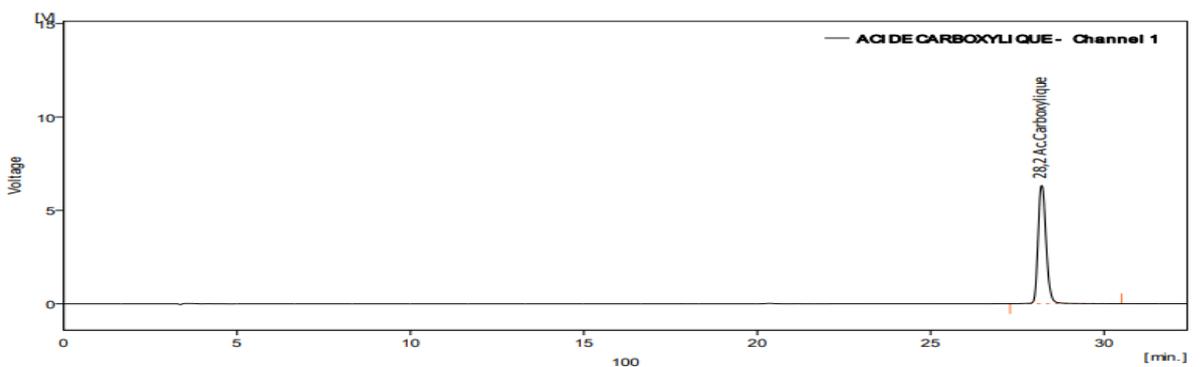


Figure E 4: Chromatogramme des étalons : acide carboxylique

APPENDICE E : Chromatogrammes des standards

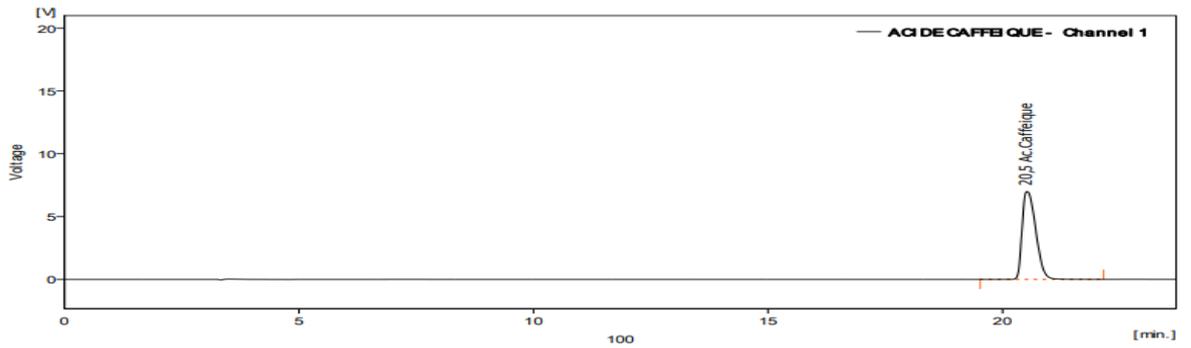


Figure E 5: Chromatogramme des étalons : acide Caféique

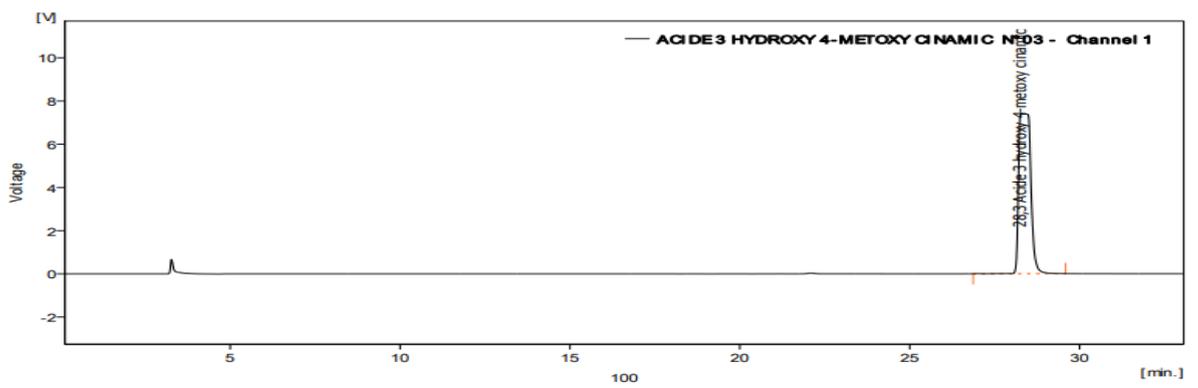


Figure E 6: Chromatogramme des étalons : acide hydroxy

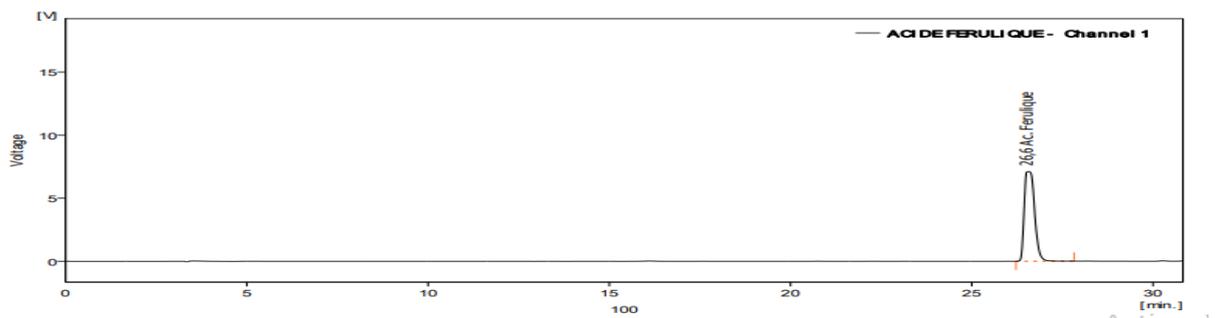


Figure E 7: Chromatogramme des étalons : acide Ferulique

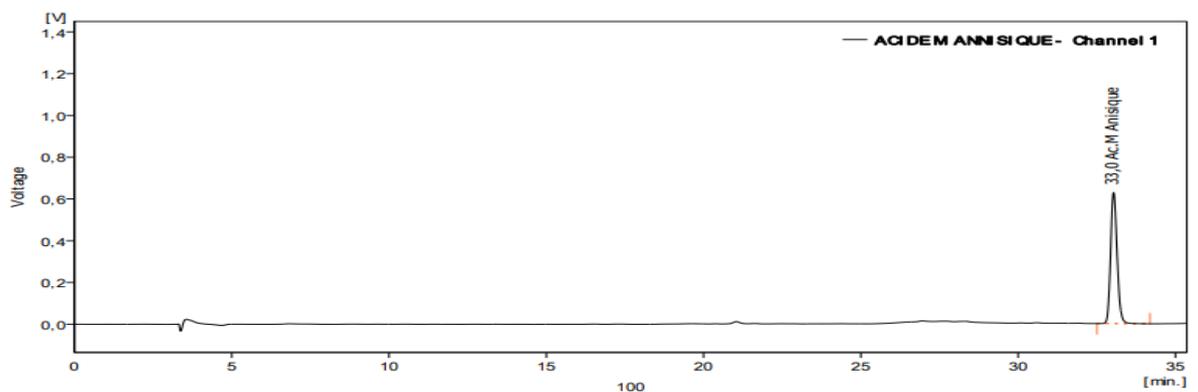


Figure E 8: Chromatogramme des étalons : acide Mannisique

APPENDICE E : Chromatogrammes des standards

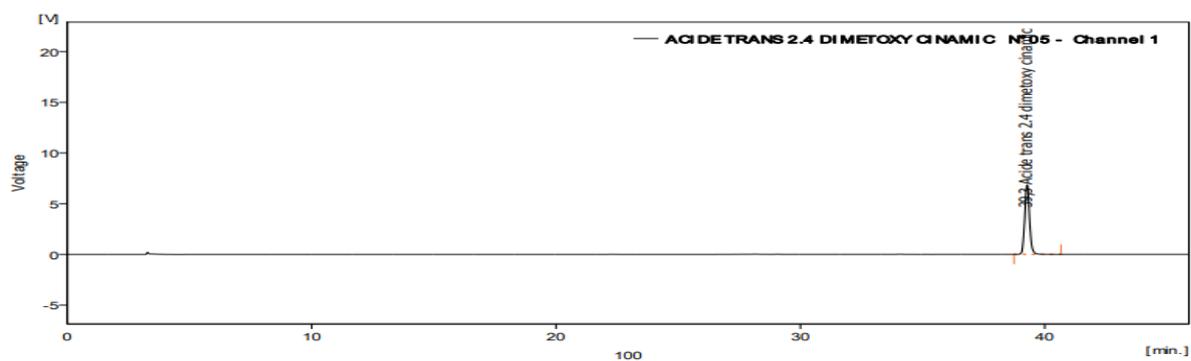


Figure E 9: Chromatogramme des étalons : acide Trans dimétoxy cinnamique

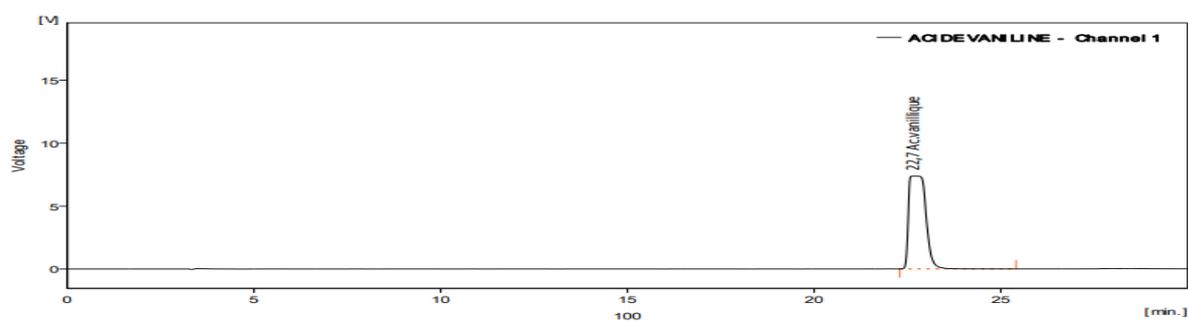
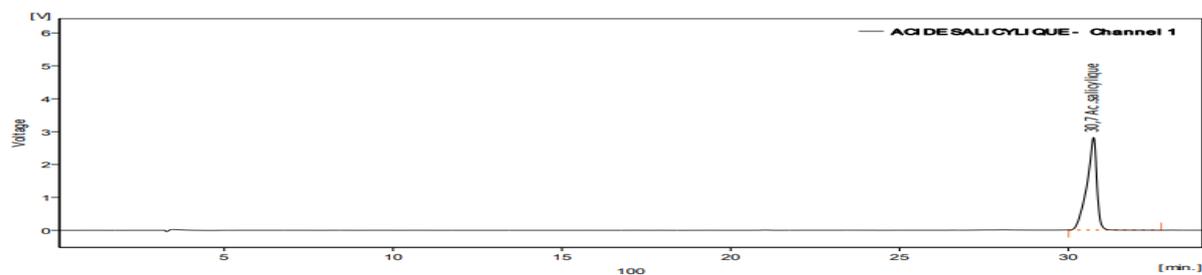
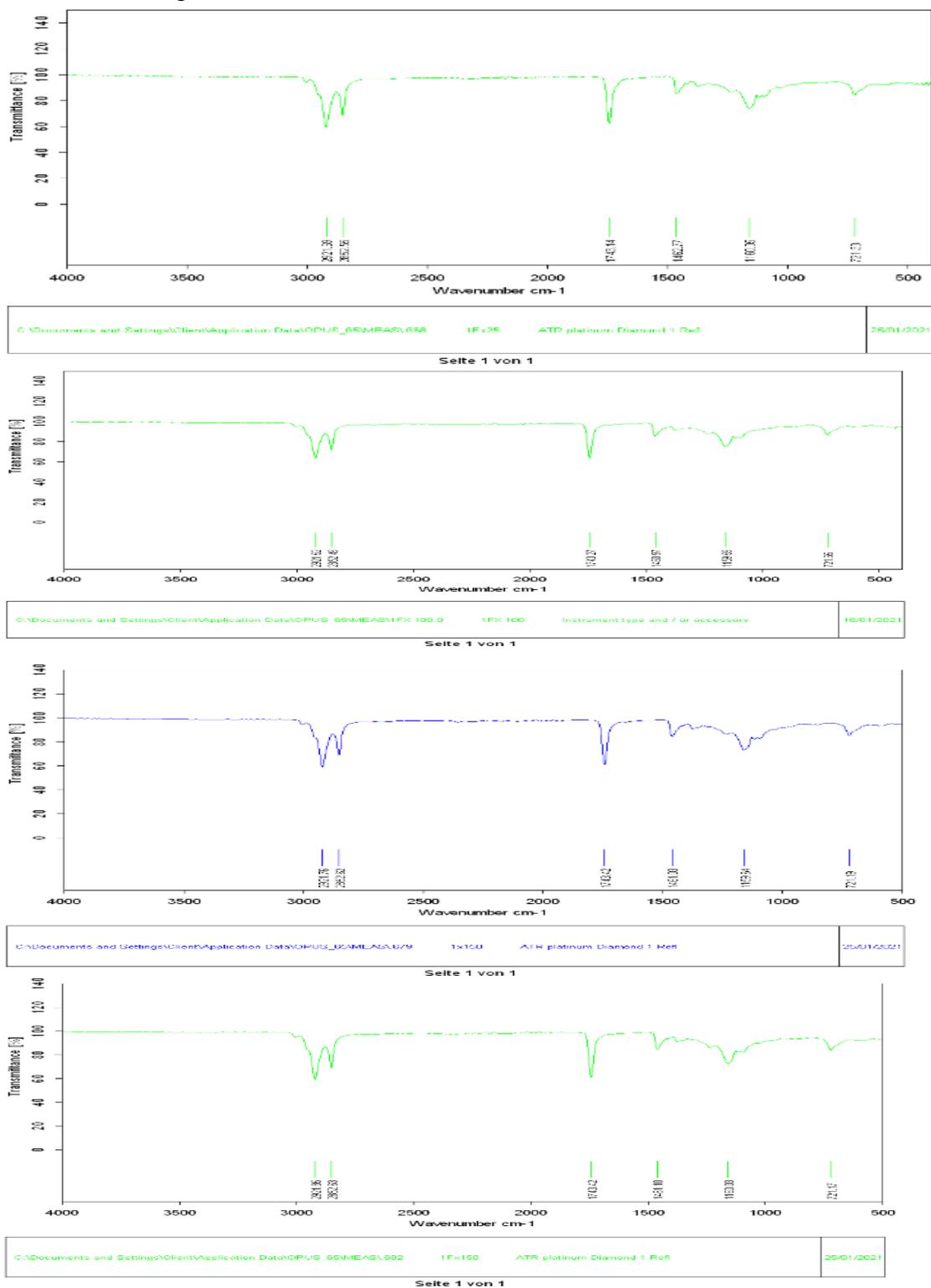


Figure E 10: Chromatogramme des étalons : acide vaniline

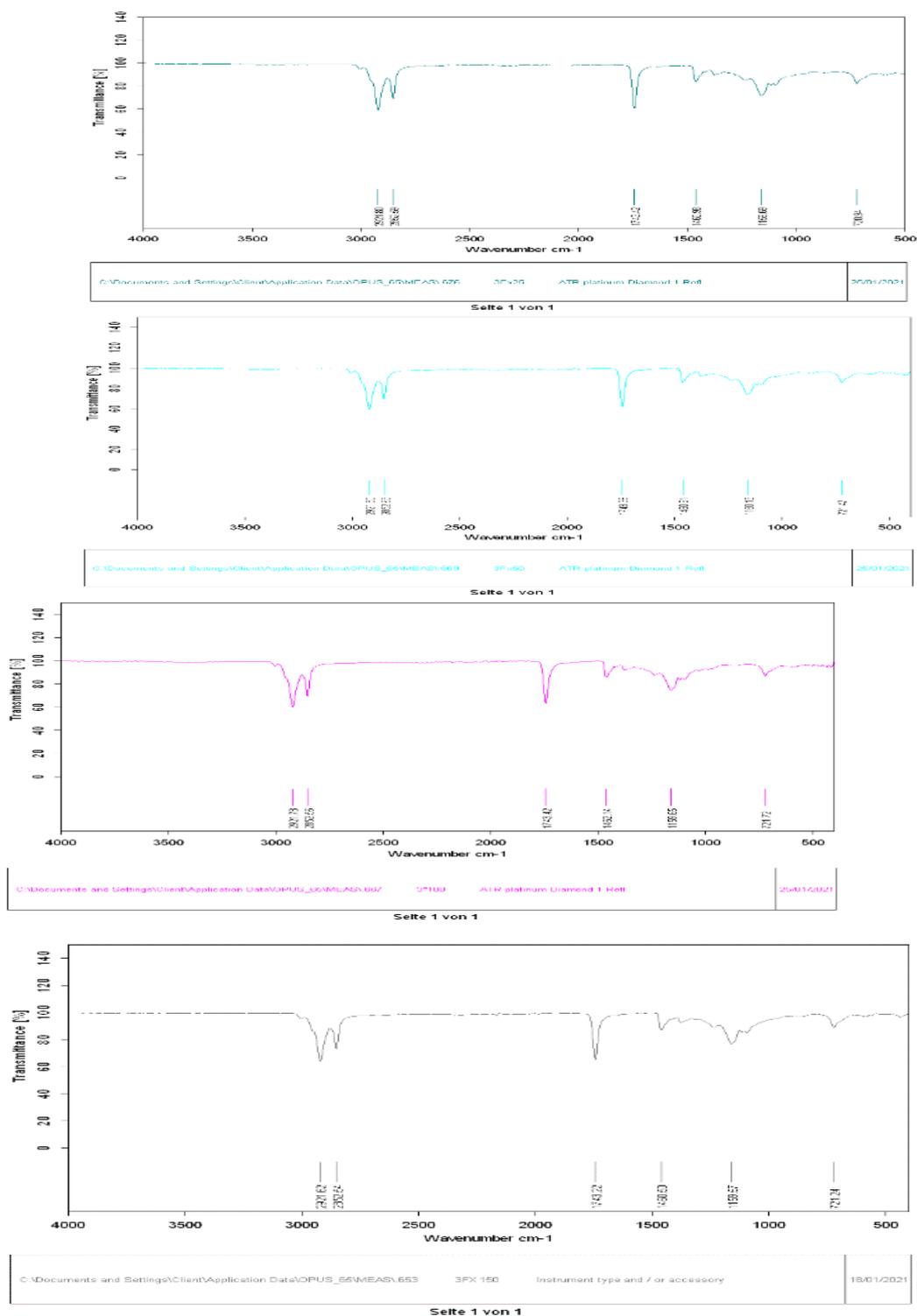


**APPENDICE F : Spectres d'absorption dans IR de l'huile restante des macérâtes
figues sèches noires avec différentes concentration**



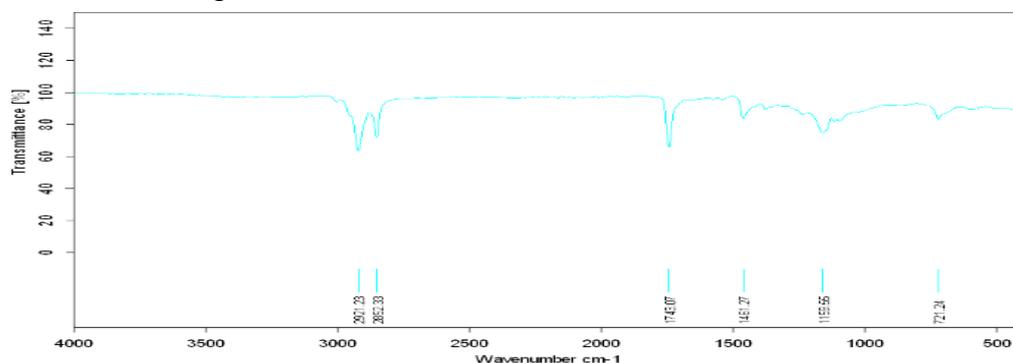
**Figure F1 : Spectres d'absorption dans IR de l'huile restante des macérâtes
figues sèches noires avec le rapport (25, 50, 100 et 150 ml) * 1F ml**

**APPENDICE F : Spectres d'absorption dans IR de l'huile restante des macérâtes
figes sèches noires avec différentes concentration**

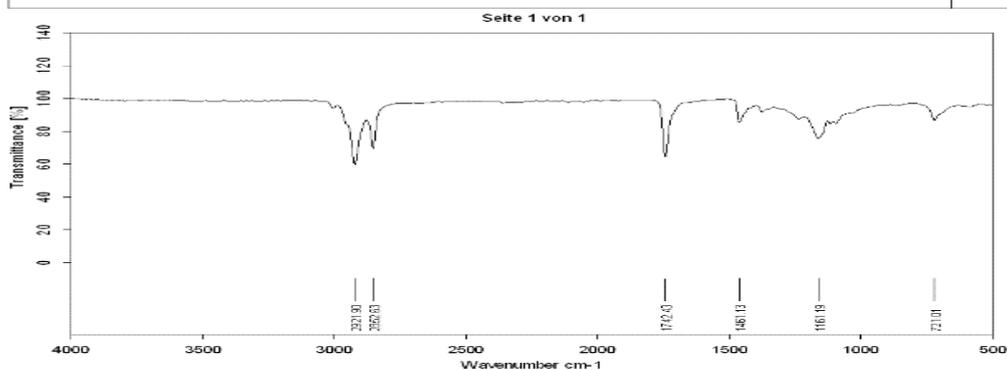


**Figure F2 : Spectres d'absorption dans IR de l'huile restante des macérâtes
figes sèches noires avec le rapport (25, 50, 100 et 150 ml) *3F ml**

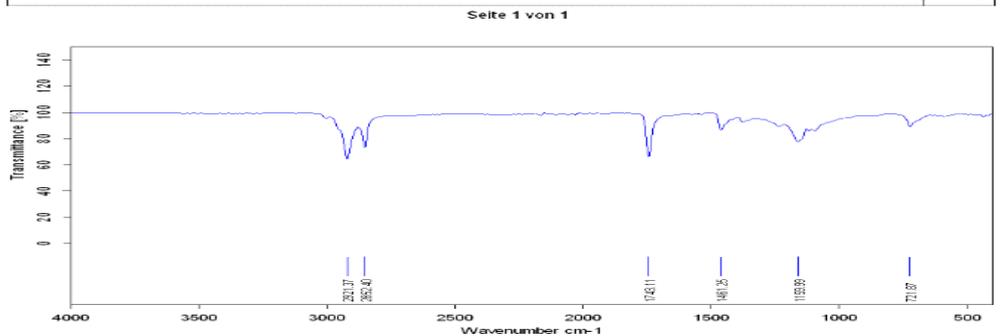
APPENDICE F : Spectres d'absorption dans IR de l'huile restante des macérâtes
figures sèches noires avec différentes concentration



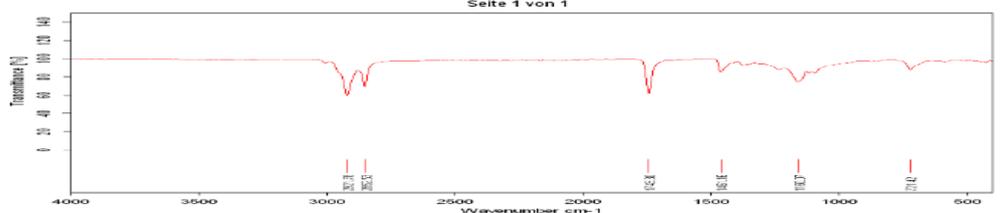
C:\Documents and Settings\Client\Application Data\OPUS_65\MEAS\5FX 25.0 5FX 25 Instrument type and / or accessory 18/01/2021



C:\Documents and Settings\Client\Application Data\OPUS_65\MEAS\677 5FX 50 ATR platinum Diamond 1 Ref 25/01/2021



C:\Documents and Settings\Client\Application Data\OPUS_65\MEAS\5FX 100.0 5FX 100 Instrument type and / or accessory 18/01/2021



C:\Documents and Settings\Client\Application Data\OPUS_65\MEAS\5FX 150.0 5FX 150 ATR platinum Diamond 1 Ref 18/01/2021

Figure F3 : Spectres d'absorption dans IR de l'huile restante des macérâtes
figures sèches noires avec le rapport (25, 50, 100 et 150 ml) * 5F ml

APPENDICE F : Spectres d'absorption dans IR de l'huile restante des macérâtes
 figues sèches noires avec différentes concentration

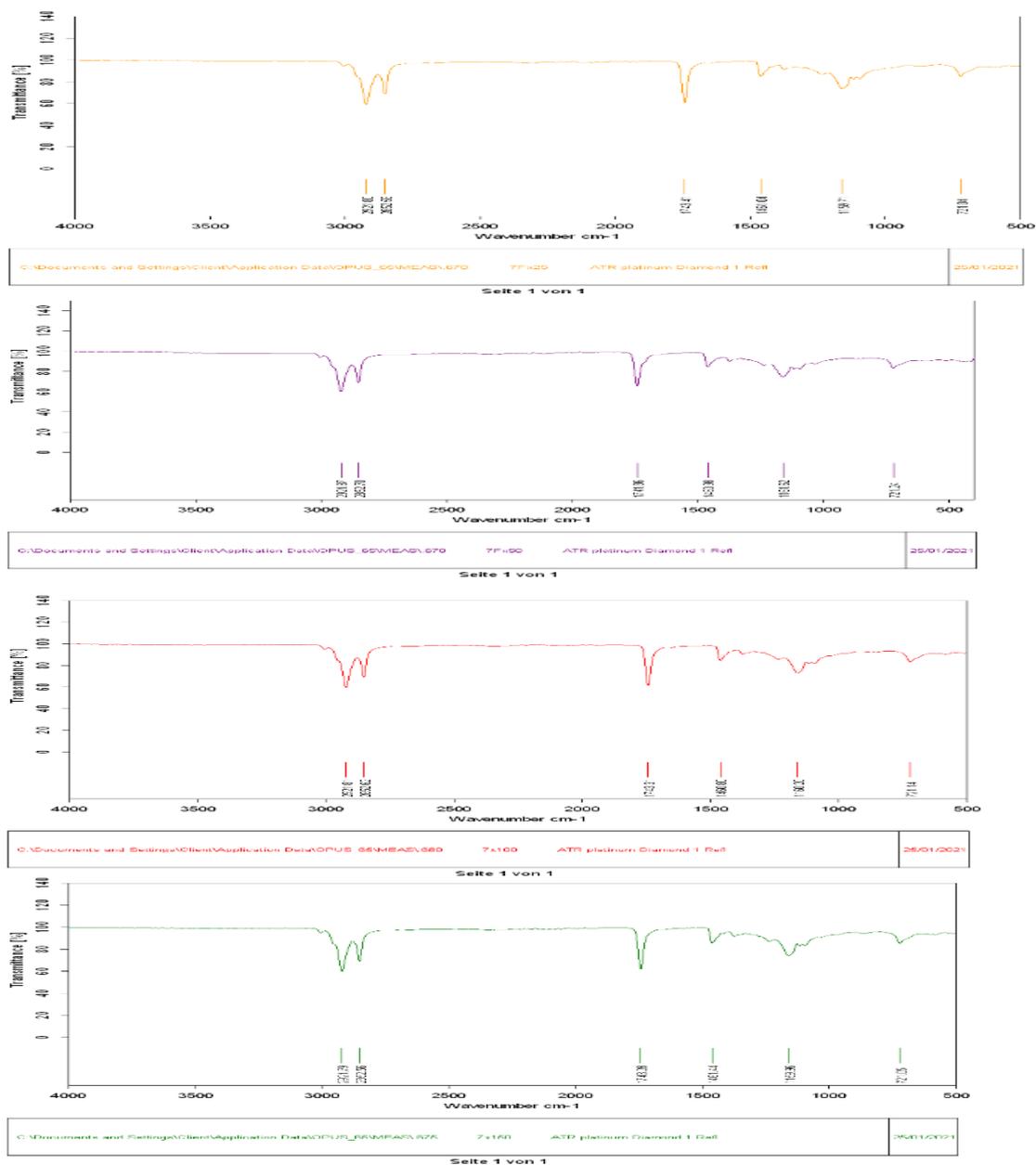


Figure F4 : Spectres d'absorption dans IR de l'huile restante des macérâtes
 figues sèches noires avec le rapport (25, 50, 100 et 150 ml)*7F ml

APPENDICE F : Spectres d'absorption dans IR de l'huile restante des macérâtes
figures sèches noires avec différentes concentration

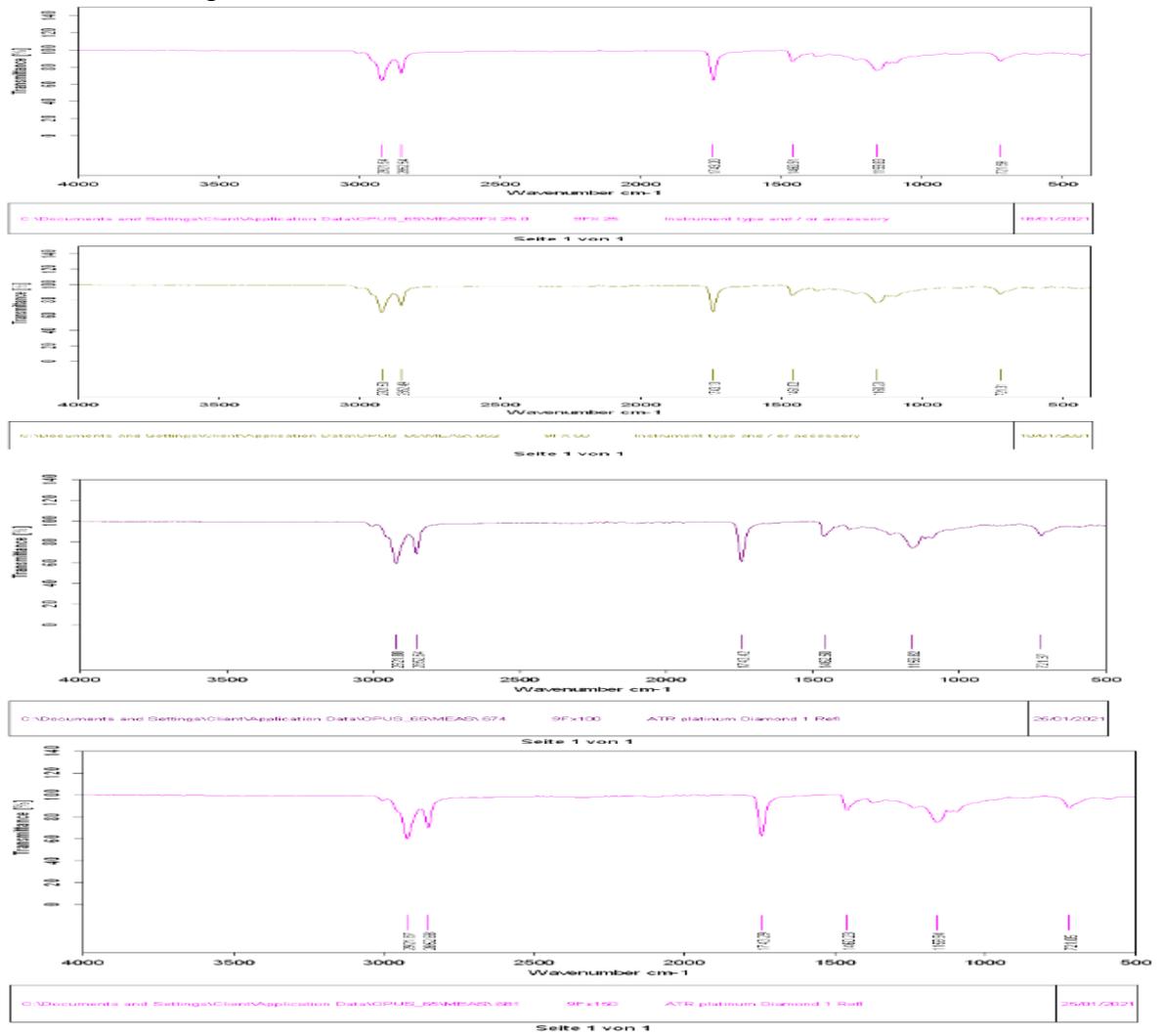


Figure F5 : Spectres d'absorption dans IR de l'huile restante des macérâtes
figures sèches noires avec le rapport (25, 50, 100 et 150 ml)*9F ml

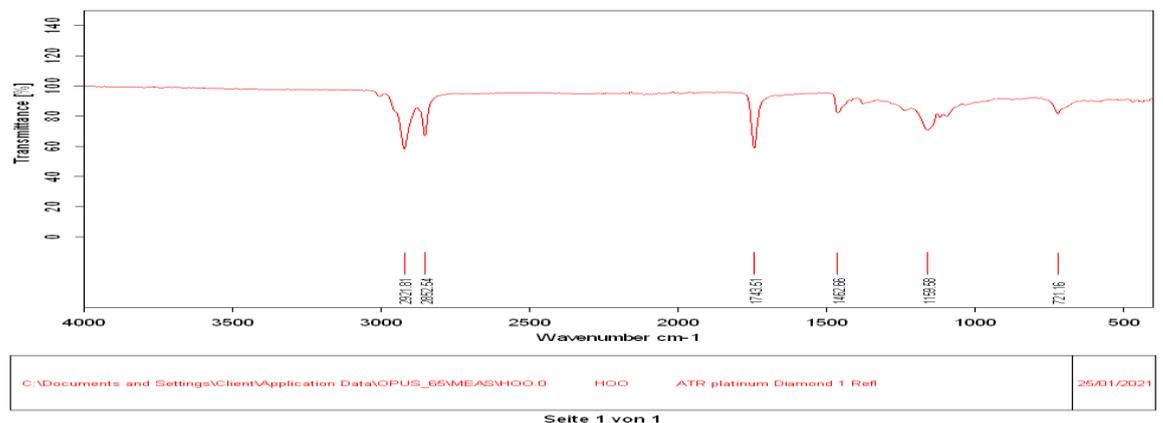


Figure F6 : Spectres d'absorption dans IR de l'huile d'olive témoins