

09.08.108

Université de Jijel
Faculté des Sciences
Département de Biologie Cellulaire et Moléculaire

**Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du Diplôme
d'Ingénieur d'Etat en Biologie
Option : Contrôle de qualité et analyses**

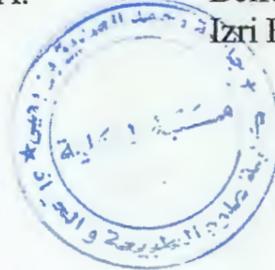


Thème

*Etude de l'influence de la méthode d'extraction sur la qualité
de l'huile d'olive vierge*

Membres du jury :
Présidente : Mme Hirache S.
Examinatrice : Melle Cherbal A.
Encadreur : Dr. Idoui T.

Réalisé par :
Berghida Nour-El-Houda
Belferkh Nihed
Izri Houda



Promotion 2008

Remerciements

Nous remercions Dieu le tout puissant qui nous a accordé l'aide, le courage et la volonté sans lesquels ce travail n'aurait même pas eu la chance de débiter.

Nous tenons à exprimer notre vif remerciement et profonde gratitude à notre encadreur *Dr. Idoui* qui, tout au long de l'encadrement, nous a fait bénéficier de son expérience et de sa perspicacité. Nous savons qu'il a pris sur son temps libre pour lire, relire, corriger et orienter notre travail.

Nos remerciements vont également à *Melle Cherbal* d'avoir accepté de participer au jury ainsi que *Mme Hirache* de l'avoir présidé et pour le temps qu'elles ont pris à examiner ces quelques feuillets et les remarques qu'elles ont pu formuler. Merci mille fois à tous ceux qui ont accompagné au quotidien nos doutes et nos enthousiasmes.

A tous ceux qui ont rendu « ça » finalement possible.

Sommaire

Introduction	01
---------------------------	-----------

I. Synthèse bibliographique**Chapitre I : L'olivier et la technologie oléicole**

I.1. Historique et origine de l'olivier.....	02
I.2. Systématique botanique de l'arbre.....	02
I.3. Technologie oléicole.....	02
I.3.1. Opérations préliminaires.....	03
I.3.1.1. La récolte.....	03
A. Epoque de récolte.....	03
B. Procédés de récolte.....	03
a. la récolte traditionnelle.....	03
b. la récolte mécanique.....	04
I.3.1.2. Triage.....	04
I.3.1.3. Transport.....	04
I.3.1.4. Réception.....	05
I.3.1.5. Le contrôle.....	05
I.3.1.6. Stockage.....	05
I.3.2. Différentes phases d'élaboration de l'huile.....	05
I.3.2.1. Lavage.....	05
I.3.2.2. Broyage.....	06
I.3.2.3. Malaxage.....	06
I.3.2.4. Extraction.....	06
A. Procédé discontinu d'extraction par presse.....	07
B. Procédé continu d'extraction par centrifugation.....	09
a. procédé continu à trois phases.....	09
b. procédé continu à deux phases.....	10
I.3.2.5. Conditionnement.....	12
I.4. Impact de procédé d'extraction sur la qualité des huiles d'olive.....	12
I.4.1. Impact du processus d'extraction par pression traditionnelle.....	12
I.4.2. Impact de processus d'extraction par les super-presses.....	12
I.4.3. Impact de processus d'extraction par centrifugation à deux phases.....	13
I.4.4. Impact de processus d'extraction par centrifugation à trois phases.....	13

Chapitre II : L'Huile d'olive

II.1. Définitions de l'huile d'olive et de l'huile d'olive vierge.....	14
II.2. Classification des différents types d'huile d'olive.....	14
II.2.1. Huile d'olive vierge apte à la consommation ou « naturelle ».....	14
II.2.1.1. Huile d'olive vierge extra.....	14
II.2.1.2. Huile d'olive vierge fine.....	14
II.2.1.3. Huile d'olive vierge courante.....	14
II.2.2. Huile d'olive vierge inapte à la consommation sous sa forme d'origine.....	14
II.2.3. Huile d'olive raffinée.....	14
II.2.4. Huile d'olive.....	14

II.2.5. Huile de grignon d'olives	14
II.2.5.1. Huile de grignon d'olive crue	14
II.2.5.2. Huile de grignon d'olives raffinées	14
II.2.5.3. Huile de grignon d'olives	15
II.3. Composition et caractéristiques	15
II.3.1. Fraction insaponifiable	15
II.3.2. Composition en acides gras	15
II.3.3. Composition en triglycérides	16
II.3.4. Tocophérols	16
II.3.5. Composés phénoliques	16
II.3.6. Les pigments	17
II.3.7. Composés aromatiques	17
II.3.8. Les Phospholipides	17
II.4. La qualité organoleptique de l'huile d'olive	17
II.4.1. Attributs négatifs	18
II.4.2. Attributs positifs	19
II.5. Altération de l'huile d'olive	19
II.5.1. L'oxydation	19
II.5.2. L'acidification	19
II.5.3. La contamination	20

II. Matériel et méthodes

II.1. Matériel	21
II.1.1. Matériel biologique	21
II.1.2. Produits chimiques et réactifs	21
II.1.3. Milieux de culture	22
II.1.4. Appareillage	22
II.2. Méthodes	22
II.2.1. Contrôle de la qualité de l'huile d'olive	22
II.2.1.1. Contrôle physico-chimique de l'huile d'olive	22
A. Critères chimiques	22
a. acidité et indice d'acide	22
b. pH	23
c. indice de peroxyde	23
d. indice de saponification	24
e. indice d'iode	24
f. recherche de glycérol	24
B. Critères physiques	25
a. teneur en eau et en matière volatile	25
b. mesure de la teneur en impuretés insolubles	25
c. densité relative	25
d. détermination de point de fusion et de solidification	26
e. détermination du point de fumée	26
f. indice de réfraction	26
g. extinction spécifique dans l'ultra violet	26

II.2.1.2. Analyse de la composition.....	27
A. Dosage des composés phénoliques.....	27
B. dosage du β -carotène	27
C. Composition en acides gras par GC-MS	28
II.2.1.3. Contrôle microbiologique de l'huile d'olive vierge	28
A. Préparation des dilutions décimales	28
B. Les flores dénombrées et recherchées	28
a. dénombrement de la FTAM	28
b. dénombrement de la flore psychrophile	28
c. dénombrement des entérobactéries totales	28
d. dénombrement des levures et moisissures.....	28
e. dénombrement de la flore lactique	29
f. dénombrement de la flore lipolytique	29
II.2.1.4. Contrôle organoleptique de l'huile d'olive vierge.....	29
a. analyse visuelle.....	29
b. analyse olfactive.....	29
c. analyse gustative.....	30

III. Résultats et discussion

III .1. Contrôle physico-chimique	31
III.1.1. Acidité oléique, indice d'acide et pH	31
III.1.2. Indice de peroxyde	32
III.1.3. Indice de saponification.....	34
III.1.4. Indice d'iode.....	34
III.1.5. Recherche du glycérol.....	35
III.1.6. Teneur en eau et en matière volatile.....	36
III.1.7. Mesure de la teneur en impuretés insolubles.....	37
III.1.8. Densité relative, point de fusion, point de solidification et point de fumée.....	38
III.1.9. Indice de réfraction.....	39
III.1.10. Extinction spécifique dans l'ultraviolet	40
III.2. Analyse de la composition	41
III.2.1. Dosage des composés phénoliques.....	41
III.2.2. Dosage du β -Carotène	42
III.2.3. Composition en acides gras	43
III.3. Contrôle microbiologique de l'huile d'olive vierge	45
III.4. Contrôle organoleptique de l'huile d'olive vierge.....	46
Conclusion	51
Annexes.	
Références bibliographiques.	

Liste des abréviations

A : Huile provenant de l'huilerie d'Ahmia.
B : huile provenant de l'huilerie de Boukria.
°C: Degré Celsius
cm³: Centimètre cube.
GC-MS: *Gas chromatography –mass spectroscopy*.
CPG: Chromatographie phase gazeuse.
I_a : Indice d'acide.
I_i : Indice d'iode.
I_p : Indice de peroxyde.
I_s : Indice de saponification.
g: gramme.
HPCL: High performance liquid chromatography.
Kcal: Kilo calorie.
kg: kilogramme.
L: Litre.
M: Molaire.
meq: milli equivalent.
mg: milligramme.
µg : microgramme.
ml: millilitre.
µl : microlitre.
N : Normalité.
nm : nanomètre.
ppm : partie par million.
T : Huile provenant de la méthode foulage à pieds.
UFC : Unité formant colonie.
V : Volume.

Liste des figures

Figure1 : Diagramme de fabrication de l'huile d'olive vierge dans un moulin traditionnel...	8
Figure2 : Diagramme de fabrication de l'huile d'olive vierge dans un moulin moderne/en continu.....	11
Figure3 : Comparaison des valeurs de l'acidité, de l'indice d'acide et du pH des trois échantillons	31
Figure4 : Comparaison des valeurs de l'indice de peroxyde des trois échantillons.....	33
Figure5 : Comparaison des valeurs de l'indice de saponification des trois échantillons...	34
Figure6 : Comparaison des valeurs de l'indice d'iode des trois échantillons	35
Figure7 : Comparaison des valeurs de la teneur en eau des trois échantillons.....	36
Figure8 : Comparaison des valeurs en impuretés insolubles des trois échantillons.....	37
Figure9 : Comparaison des valeurs de la densité des trois échantillons	38
Figure10 : Comparaison des valeurs du point de fumée des trois échantillons.....	38
Figure11 : Comparaison des valeurs du point de fusion et de solidification des trois échantillons	38
Figure12 : Comparaison des valeurs de l'indice de réfraction des trois échantillons	40
Figure13 : Comparaison des valeurs d'extinction spécifique dans l'ultraviolet des trois échantillons.....	40
Figure14 : Comparaison des résultats du dosage des composés phénoliques des trois échantillons	41
Figure15 : Comparaison des résultats du dosage du β -carotène des trois échantillons	42
Figure16 : Chromatogramme des acides gras de l'huile d'olive extraite par force centrifuge (A).....	43
Figure17 : Chromatogramme des acides gras de l'huile d'olive extraite par le système pression (B).....	44
Figure18 : Chromatogramme des acides gras de l'huile d'olive extraite par le "foulage à pieds"	44

Liste des photos

Photo 1 : Recherche du glycérol.....	36
Photo 2 : Mise en évidence de l'activité lipolytique dans les trois échantillons.....	46
Photo 3 : Analyse visuelle des trois échantillons.....	49

Liste des tableaux

Tableau 1 : Composition chimique de l'huile d'olive vierge.....	15
Tableau 2 : Composition en acides gras de l'huile d'olive et limites fixées par le <i>Codex Alimentarius</i> , 1993	16
Tableau 3 : Valeurs d'acidité, indice d'acide et pH.....	31
Tableau 4 : Valeurs de l'indice de peroxyde.....	32
Tableau 5 : Valeurs de l'indice de saponification.....	34
Tableau 6 : Valeurs de l'indice d'iode.....	35
Tableau 7 : Résultats de la recherche du glycérol.....	35
Tableau 8 : Teneur en eau.....	36
Tableau 9 : Teneur en impuretés insolubles.....	37
Tableau 10 : Valeurs de densité, point de fusion et solidification et point de fumée	38
Tableau 11 : Valeurs de l'indice de réfraction.....	39
Tableau 12 : Valeurs d'extinction spécifique dans l'ultraviolet	40
Tableau 13 : Récapitulatif des résultats de dosage des composés phénoliques.....	41
Tableau 14 : Récapitulatif des résultats de dosage du β - carotène	42
Tableau 15 : Composition en acides gras.....	43
Tableau 16 : Qualité microbiologique de l'huile d'olive vierge	45
Tableau 17 : Résultats donnés par le dégustateur 01	47
Tableau 18 : Résultats donnés par le dégustateur 02	47
Tableau 19 : Résultats données par le dégustateur 03	48
Tableau 20 : Résultats données par le dégustateur 04	48
Tableau 21 : Résultats données par le dégustateur 05	49



Introduction

Introduction

L'olivier constitue dans la plupart des pays du bassin méditerranéen la principale essence fruitière, tant par le nombre d'arbres cultivés que par l'importance sociale et économique de sa culture et son rôle environnemental (**Brahadda et al., 2003**).

Les deux principales productions tirées de la culture de l'olivier sont constituées par l'huile d'olive et par les olives dites "de table", la plus importante d'entre elles est l'huile d'olive (**Denis, 1977**).

L'huile d'olive occupe une place particulière parmi les huiles végétales. Il peut être considéré comme le jus de fruit de l'olivier et à ce titre elle est directement consommable après pression à froid des olives et séparation de l'huile par des moyens mécaniques (**Vekiari et al., 2002**).

Il est dénombré à l'heure actuelle dans la wilaya de Jijel 1353 oleifacteurs, dont 44 fermes et 134 huileries dont 24 automatiques, 23 semi-automatiques et 87 pressoirs de type traditionnel. La production moyenne en huile est de cinq (5) million de litres par an (**Anonyme, 2007**).

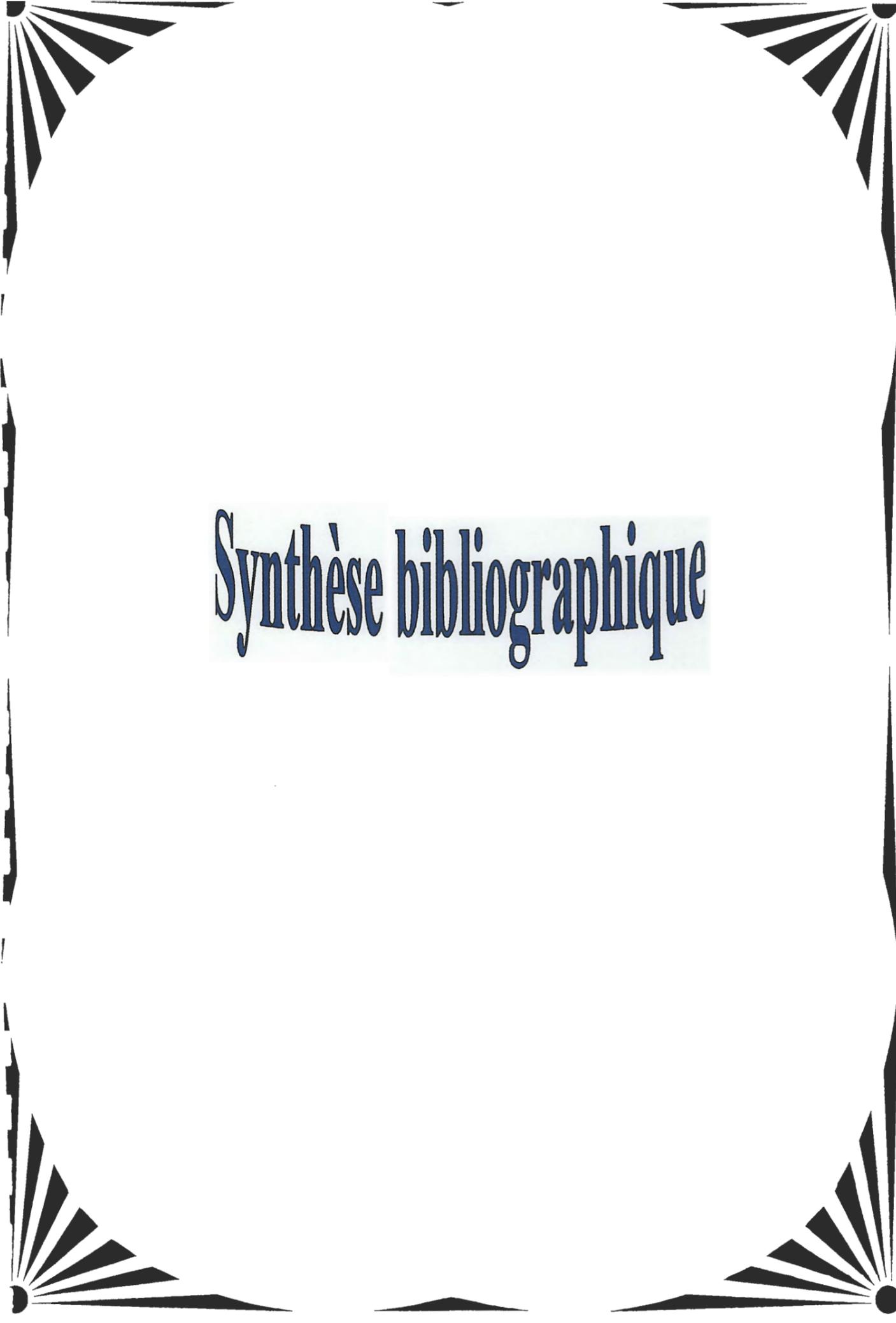
Plusieurs facteurs influent sur la qualité de l'huile d'olive avant, pendant et après traitement, parmi ceux-ci : les pratiques culturelles, le temps et le choix de la technique de récolte, les opérations poste-récolte, la technique d'extraction de l'huile, les conditions de stockage, la durée de conservation et les matériaux d'emballage (**Vekiari et al., 2002 ; Amirantes et al., 2001**).

Les techniques d'extraction de l'huile d'olive ont été développées à travers l'histoire, avec de plus en plus de mécanisations appliquées afin de réduire la main d'œuvre et les coûts (**Vekiari et al., 2002**). Les plus intéressants types de mécanismes utilisés pour l'extraction de l'huile d'olive sont : la pression, la centrifugation et la percolation, dont la pression est la plus ancienne mais encore la plus large méthode utilisée (**Vekiari et Koustaftakis, 2002 ; Vekiari et al., 2007**).

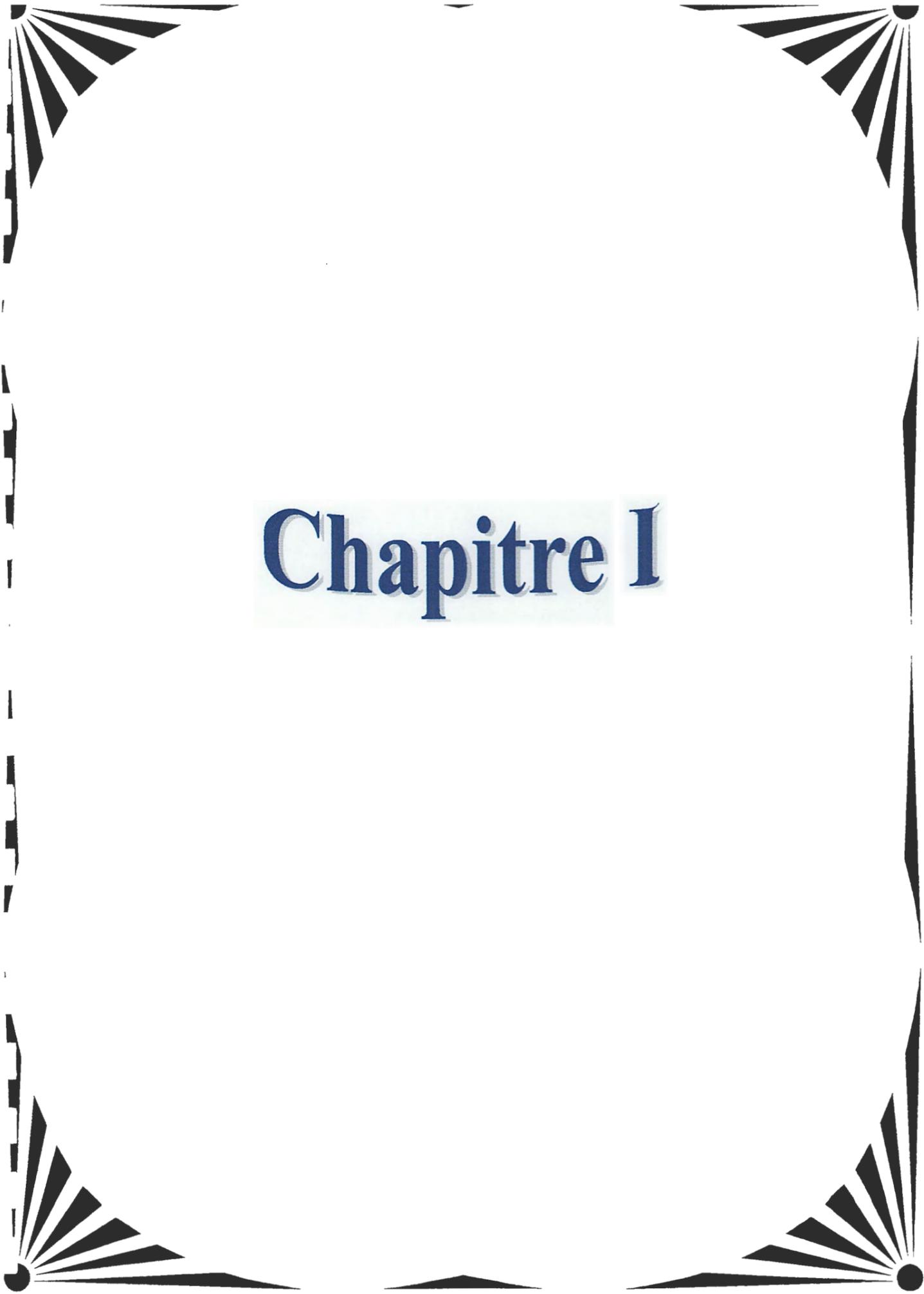
Le progrès technologique a conduit à une tendance du système classique à être remplacé par les systèmes de centrifugation continue au cours de ces vingt dernières années (**Vekiari et al., 2007**). Récemment en raison de retour des consommateurs aux produits biologiques, des efforts pour revenir aux méthodes traditionnelles de ce qu'on appelle huile d'olive écologique extraite par l'utilisation d'un moulin en pierre dans les usines de presse ont été lancés (**Vekiari et al., 2002**).

L'objectif de la présente étude est de mettre en évidence l'influence de mode d'extraction ; centrifugation à trois phases et traditionnel (pression et foulage à pieds) sur la qualité physicochimique, microbiologique et organoleptique de l'huile d'olive vierge jijelienne.

Dans le cadre de la réalisation de cette étude on a d'abord commencé par une synthèse bibliographique concernant l'olivier, la technologie oléicole et l'huile d'olive vierge. Ensuite on a réalisé une partie expérimentale en étudiant quelques paramètres de qualité.



Synthèse bibliographique



Chapitre I

I. L'olivier et la technologie oléicole

I.1. Historique et origine de l'olivier :

L'olivier est l'arbre qui a toujours bénéficié d'une attention particulière de la part des paysans et surtout des paysans montagnards (Ilbert, 2005). Les origines de l'olivier se perdent dans la nuit des temps. Présent dans tout le "croissant fertile" (Egypte, Palestine ou encore Syrie), sa domestication remonterait à 4000 ans avant J.C. Sa dissémination se serait ensuite étendue à l'occident, sur les deux rives de la méditerranée (Brandeis, 2005).

Quelques historiens prétendent que ce sont les grecs qui ont introduit l'olivier de l'Asie au nord de l'Afrique. Mais les restes antiques ont démontré que l'olivier était connu dans notre pays (Nord de l'Afrique) bien avant cette période. Dès le Villafranchien, *Olea europea L.*, apparaît dans de nombreux sites sahariens (Loussert et brousse, 1978).

Avec la découverte de l'Amérique (1492) le premier bon de l'olivier en dehors du bassin méditerranéen s'opère : ce sont les caravelles espagnoles qui vont amener les premières plantes d'olivier de Séville aux Antilles. En 1560, on pouvait déjà trouver l'olivier au Mexique, au Pérou, en Californie, au Chili et en Argentine. Aujourd'hui, l'olivier est aussi cultivé sur de petites surfaces en Afrique du Sud, au Japon et en Chine mais il reste, et restera toujours, l'arbre méditerranéen par excellence (COL, 2007).

I.2. Systématique botanique de l'arbre :

La systématique de l'olivier est la suivante (Argenson et al., 1999) :

- Embranchement : Phanérogames : fleurs, étamines et pistils et reproduction par graines.
- Sous embranchement : Angiospermes : fleur avec style ou stigmate, étamines, enveloppe florale.
- Classe : Dicotylédones.
- Série : Terebinthales.
- Ordre : Ligustrales.
- Famille : Oléacées.
- Genre : *Olea*.
- Espèce : *europaea*.
- Sous espèce : *sativa*.
- Sous sous espèce : *oleaster*.

I.3. Technologie oléicole :

La variété et la région de provenance de l'olive (sol, climat...) influencent la qualité finale de l'huile d'olive vierge, mais le savoir faire des hommes intervient également à chaque étape de la production. Le choix d'une technique n'est jamais anodin sur la qualité de la production de ce pur jus de fruit qui est l'huile d'olive vierge. L'homme participe ainsi à la valorisation de l'huile d'olive, que se soit au niveau du choix de la date de la récolte, de la technologie ou des conditions d'extraction de l'huile (Ciafardini, 2004).

I.3.1. Opérations préliminaires :

Bien que les opérations préliminaires n'influent pas sur l'élaboration de l'huile à proprement parler, la façon dont elles seront réalisées aura une répercussion sensible sur les caractéristiques de l'huile (**Loussert et Brousse, 1978**).

I.3.1.1. La récolte :

La récolte est une étape critique dans l'élaboration du produit fini (**Argenson et al., 1999**), elle doit être contrôlée de près étant donnée ses répercussions sur le coût de la production, la qualité du produit obtenu et la qualité de l'huile d'olive. Cette dernière est affectée aussi bien par les modalités de la récolte (système, durée) que par l'époque à laquelle intervient celle-ci (**Ouaouich et Chimi, 2007**).

A. Epoque de récolte : L'époque de récolte est liée directement au degré de maturité des olives (**Ouaouich et Chimi, 2007**). Ceux-ci sont classés en : olives vertes, tourmentes, noires et noires ridées (**Walali et al., 2003**). La récolte des olives vertes s'effectue un peu avant la maturité, en octobre. Les olives noires sont récoltées à maturité complète, en décembre – janvier (**Mazoyer et al., 2002**).

Le contenu des fruits en huile augmente à mesure qu'avance la maturation ; il atteint son maximum au moment où aucun fruit vert ne se trouve plus sur la plante. On peut considérer que la qualité de l'huile (pour ce qui est de ses indices physico-chimiques et de composition) reste constante pendant une longue période après la maturation, tant que les fruits se trouvent sur l'arbre (**Humanes Guillén, 1977**).

Il est bien connu que les caractéristiques organoleptiques des fruits se détériorent à mesure qu'on retarde la cueillette : les huiles les plus fruitées et aromatiques sont obtenues au début de la période de maturation, même avec un pourcentage appréciable de fruits verts (**Humanes Guillén, 1977**).

On peut donc conclure que la cueillette doit se faire au moment où les fruits verts ont disparu de l'arbre, quand la teneur maximum en huile est pratiquement atteinte. Si l'on souhaite obtenir des huiles fruitées, on peut avancer cette date de quelques jours : On obtient une meilleure qualité d'huile, même si on y perd un peu en quantité (**Humanes Guillén, 1977**).

B. Procédés de récolte :

La cueillette des fruits s'exécute selon des modalités qui diffèrent entre les pays, et parfois entre les régions d'un même pays, en raison de diverses circonstances telles que la démographie, la situation socio-économique, les caractéristiques des variétés cultivées, la taille des arbres, la qualité des huiles de la région, etc (**Humanes Guillén, 1977**).

a. la récolte traditionnelle : Parmi tout les systèmes en usage on peut mentionner comme plus répandus le ramassage au sol, la cueillette à la main, et le gaulage (**Humanes Guillén, 1977**) :

• **Le ramassage au sol :** Ici, l'oléiculteur se contente de ramasser les olives tombées au sol. Les olives arrivées à complète maturité tombent d'elles mêmes, aidées par l'action mécanique du vent (**Loussert et Brousse, 1978**). Du point de vue de la qualité de l'huile, le système n'est pas recommandable. En effet, la chute a lieu quand les fruits ont atteint un état

de maturité avancée ; leur huile a perdu ses qualités organoleptiques les plus appréciées, et les fruits étant restés longtemps à terre ont pris une acidité excessive (**Humanes Guillén et al., 1977**).

• **La cueillette à la main** : C'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 (**Ouaouich et Chimi, 2007**). Les fruits sont déposés dans un panier, les cueilleurs montent sur les charpentières ou se servent d'échelle double pour atteindre les hautes branches (**Loussert et Brousse., 1978**).

• **Gaulage des olives** : C'est le procédé le plus répandu pour abattre les olives : l'opérateur muni d'une gaule haute de 3 à 4 m, frappe les grosses branches de l'arbre, essayant de faire en sorte que le coup atteigne latéralement les rameaux porteurs de fruits afin de ne pas les abîmer. Les fruits abattus sont recueillis au sol dans de grandes toiles ou filets tendus sous l'arbre (**Humanes Guillén et al., 1977**).

b. la récolte mécanique : Depuis une dizaine d'années des recherches ont été entreprises en vue de mécaniser l'opération de la récolte (**Loussert et Brousse, 1978**).

Parmi les équipements qui sont utilisés actuellement on peut citer (**Ouaouich et Chimi, 2007**) :

- Les crochets vibrants ;
- Les peignes oscillants ;
- Les vibreurs.

Si ces machines gagnent du terrain dans les pays oléicoles industrialisés à cause de la cherté de la main d'œuvre, dans les pays du sud de la méditerranée, elles sont d'un usage peu courant. Considérées sous l'aspect économique, ces machines bien que rentables présentent l'inconvénient de laisser 20 à 30% de fruits sur l'arbre. Les vibreurs, n'étant pas sélectifs, les fruits récoltés présentent des meurtrissures, sont hétérogènes surtout au point de vue degré de maturité, ce qui ne manque pas d'affecter négativement la qualité de l'huile qui en est extraire (**Ouaouich et Chimi, 2007**).

I.3.1.2. Triage :

Quelque soit le système de récolte utilisé (traditionnel (gaulage) ou moderne (vibrateurs)), il existe toujours un pourcentage plus ou moins grand d'impuretés (feuilles, brindilles, cailloux, terre), il est donc nécessaire d'éliminer ces impuretés, que ce soit à l'aide de machine, tamis ou tout simplement à la main (**Loussert et Brousse, 1978**). La présence des feuilles donne une coloration verdâtre de l'huile, se traduisant par un excès d'amertume et par une moindre aptitude à la conservation de l'huile. Le poids de feuilles à tolérer ne doit pas dépasser 1% du poids du lot d'olive à triturer (**Ouaouich et Chimi, 2007**).

I.3.1.3. Transport :

Pour éviter de détériorer les olives, il est conseillé d'assurer leur transport dans les meilleures conditions possibles (**Loussert et Brousse, 1978**). Il s'avère nécessaire de les acheminer immédiatement vers les moulins, le moyen le plus approprié pour le transport des olives est représenté par les caisses à claire voie en matière plastique permettant la circulation de l'air et évitant des réchauffements préjudiciables causés par l'activité catabolique des fruits. Ces caisses limitent la couche d'olives et réduisent donc le danger d'écrasement, tout

en représentant un moyen idéal pour le stockage en attendant la mouture (**Ouaouich et Chimi, 2007**).

I.3.1.4. Réception :

L'aire de réception des huileries doit être prête pour assurer le déchargement et faciliter les opérations de manutention. L'huilerie pouvant traiter la récolte d'un même verger ou de provenances diverses, l'hétérogénéité des fruits et des conditions dans lesquelles ils y parviennent, donneront des résultats différents (**Loussert et brousse, 1978**).

Lors de la réception des olives, les livraisons sont ou devraient être appréciées en tenant compte du taux des impuretés (brindilles, feuilles, pierres, terre, etc) , de l'état des olives (état sanitaire, état de maturité et intégrité des olives) , de la teneur et de la qualité de l'huile (acidité, degré d'oxydation, etc) (**Ouaouich et Chimi, 2007**).

I.3.1.5. Le contrôle :

Dès la réception, les olives doivent être soumises à un contrôle, quelque soit leur origine (**Loussert et Brousse, 1978**). La difficulté majeure du contrôle réside dans l'échantillonnage, en raison de l'hétérogénéité souvent très forte des lots. Les paramètres externes à prendre en compte sont la variété, la constitution de l'olive, la propreté et la maturité. Du point de vue analytique, humidité, teneur potentielle en huile et acidité seront les principaux critères retenus. D'autres critères chimiques ou organoleptiques peuvent éventuellement être également considérés. Ces différents paramètres permettront une bonne évaluation du potentiel technologique de l'olive (**Argenson et al., 1999**).

I.3.1.6. Stockage :

Le caractère saisonnier de la production oléicole, les problèmes de transport et les autres contraintes liées aux structures de la filière oléicole, ne permettent généralement pas d'adapter le rythme de réception aux capacités des unités de trituration ; d'où le nécessaire recours au stockage. Le stockage s'impose quand la cadence de réception est supérieure à la capacité de trituration, mais également dans le cas inverse ; dans ce cas le stockage a pour but la constitution d'une quantité d'olive suffisante pour alimenter les machines pendant une durée minimale économiquement acceptable (**Ouaouich et Chimi, 2007**).

De nombreux problèmes qui se situent au niveau du stockage pourraient être en partie évités si les opérations de récolte, de réception et de contrôle étaient soigneusement planifiées et ordonnées. L'idéal pour l'industriel de l'huilerie d'olive serait de pouvoir procéder à l'extraction de l'huile au fur et à mesure que se fait la récolte (**Loussert et Brousse, 1978**).

La durée de stockage des olives avant transformation doit être aussi réduite que possible, et dans tout les cas inférieurs à trois jours, car un stockage prolongé représente une cause principale de détérioration de la qualité de l'huile (**Ouaouich et Chimi, 2007**).

I.3.2. Différentes phases de l'élaboration de l'huile :

Le processus d'extraction de l'huile d'olive est réalisé par une succession d'opération : lavage, broyage, malaxage de la pâte obtenue ; puis passage dans un décanteur et finition dans un séparateur (**Argenson et al., 1999**) :

I.3.2.1. Lavage : Le lavage entraîne le lessivage de l'huile des olives éclatées ou détériorées. Une installation de décantation permettra de récupérer l'huile qui peut contenir

ces eaux. Une succession de plusieurs lavages semble nécessaire à l'obtention d'un produit bien débarrassé de ses impuretés (Argenson et al., 1999).

Le lavage est une opération fondamentale pour éviter les problèmes suivants (Ouaouich et Chimi, 2007) :

- ✓ Une interférence des terres avec la couleur et les autres propriétés organoleptiques (odeur, goût) de l'huile.
- ✓ Une baisse du rendement d'extraction, sachant que les terres accompagnant les olives absorbent près du quart (25%) de leur poids en huile.
- ✓ Une durée de conservation réduite de l'huile étant donnée que certaines traces métalliques dans les terres sont des catalyseurs de l'oxydation de l'huile.

I.3.2.2. Broyage : Le broyage occupe une importance primordiale dans le processus d'extraction de l'huile. Son exécution et les appareils utilisés pour le réaliser ont une influence directe sur les autres opérations d'élaboration de l'huile (Argenson et al., 1999). Le broyage est réalisé dans un broyeur à meule ou dans des installations plus récentes qui utilisent des broyeurs à marteau ou à disque (Uzzan, 1992).

Il va permettre de détruire plus ou moins parfaitement les tissus végétaux, et de libérer la plupart des gouttelettes d'huile contenues dans les cellules. Dans la plupart des cas, les olives sont broyées entières, c'est-à-dire avec leur noyau. On obtient une pâte qui a une consistance plus ou moins liquide selon les variétés d'olives et l'époque de la cueillette. Le broyage ne suffit pas à briser la totalité des vacuoles (Loussert et Brousse, 1978 ; Anonyme, 2006).

Selon la norme du conseil oléicole international (COI), la durée de broyage ne doit pas dépasser 20 à 30 minutes. Si le broyage est très prolongé, les polyphénols inhibiteurs naturels de l'oxydation ainsi que l'huile produite s'oxydent en présence de l'air et cette dernière perd de sa qualité (Ouaouich et Chimi, 2007).

I.3.2.3. Malaxage : Cette opération vise à parfaire le broyage et à donner à la pâte une bonne régularité et homogénéité. Le malaxage de la pâte va faciliter l'union des gouttelettes d'huile en gouttes et libérer le maximum d'huile (Uzzan, 1992 ; Anonyme, 2006).

Le malaxage s'opère dans un, deux ou trois malaxeurs en acier inoxydable, qui sont des bacs semi cylindriques, longs, munis de palettes tournant lentement pour éviter de nouvelles émulsions. Pour la préparation des pâtes difficiles, il conviendrait que ces machines soient dotées d'un changement de vitesse afin de se mettre chaque type de pâte à la vitesse de rotation lui convenant le mieux. Les appareils utilisés pour le malaxage sont souvent pourvus d'une double paroi, avec un dispositif de réchauffage (résistances électriques, ou circulation d'eau chaude) permettant d'amener la pâte à une température comprise entre 25 et 30°C. La viscosité de l'huile variant en fonction de la température, on facilitera ainsi la sortie de l'huile (Loussert et Brousse, 1978).

Dans le cas des huileries disposant d'équipements de centrifugation, l'opération de malaxage s'avère nécessaire et doit être réalisée pendant 60 minutes au minimum et à des températures supérieures à la température ambiante mais ne dépassant pas 25°C (Ouaouich et Chimi, 2007).

I.3.2.4. Extraction : La pâte d'olive se compose d'un extrait sec d'huile et d'eau de végétation. Un système d'extraction idéal séparerait entièrement ces trois phases. En réalité,

cela n'est pas possible et les systèmes existants se contentent de séparer le maximum de phases liquides (huile et eau de végétation) pour laisser un grignon noir (tourteau) le plus épuisé possible en huile (Loussert et Brousse, 1978).

A. Procédé discontinu d'extraction par presse :

Traditionnellement, et jusqu'à l'apparition des méthodes modernes d'extraction par centrifugation, la méthode d'extraction par pression était l'unique procédé d'obtention d'huile d'olive (Anonyme, 2000).

. Unités traditionnelles (Maâsras) (Anonyme, 2000) :

Avec la méthode traditionnelle, l'olive stockée et lavée dans la cour de l'huilerie, est broyée dans un moulin en pierre. La pâte solide qui en résulte est étendue en fine couche sur des disques appelés "scourtins". Les scourtins employés sont en fibres de coco, d'alfa ou de nylon. Leur diamètre varie avec la dimension des plateaux de presse, il est souvent de 45 à 60 cm. Les scourtins sont empilés avec des plaques métalliques intercalaires qui répartissent mieux la pression et évite le ripage de la pile. L'empilage des scourtins est délicat car le poids de la pâte doit être bien réparti sur le plateau (Anonyme, 2000).

La température de la pâte influe beaucoup sur l'extraction, chaque fois qu'elle augmente, la viscosité varie proportionnellement facilitant ainsi la sortie de l'huile à travers les structures cellulaires qui constituent le parenchyme du fruit (Loussert et Brousse, 1978). La durée totale de l'opération de pressage, réalisée en une seule fois, varie entre 45 à 60 minutes. Les scourtins doivent être lavés, selon la norme internationale en vigueur et à raison d'une fois par semaine, pour éviter d'augmenter l'acidité de l'huile ou de lui conférer un défaut organoleptique (défaut dénommé scourtins) (Chimi, 2006). Le pressage terminé, on transpose la phase liquide dans des réservoirs (puits ou citerne), on laisse alors la séparation naturelle se produire (Séparation de la phase aqueuse et de la phase huileuse) à l'air libre, et on obtient de l'huile d'olive vierge et de la margine (Anonyme, 2000 ; Chimi, 2001).

. Unités semi- modernes : Maâsras modernisée à pression maximale (environ 200 kg/cm) (Chimi, 2006).

. Unités modernes : Equipée de super- presses (environ 400 kg/cm) (Chimi, 2006).

Dans ces deux types d'unité, le processus d'extraction de l'huile comprend les mêmes opérations de traitement des olives : un broyage dans des broyeurs à meules, une mise de la pâte en scourtins, un pressage et la séparation des phases du moûts huileux dans des cuves souterraines ou par centrifugation (Chimi, 2006).

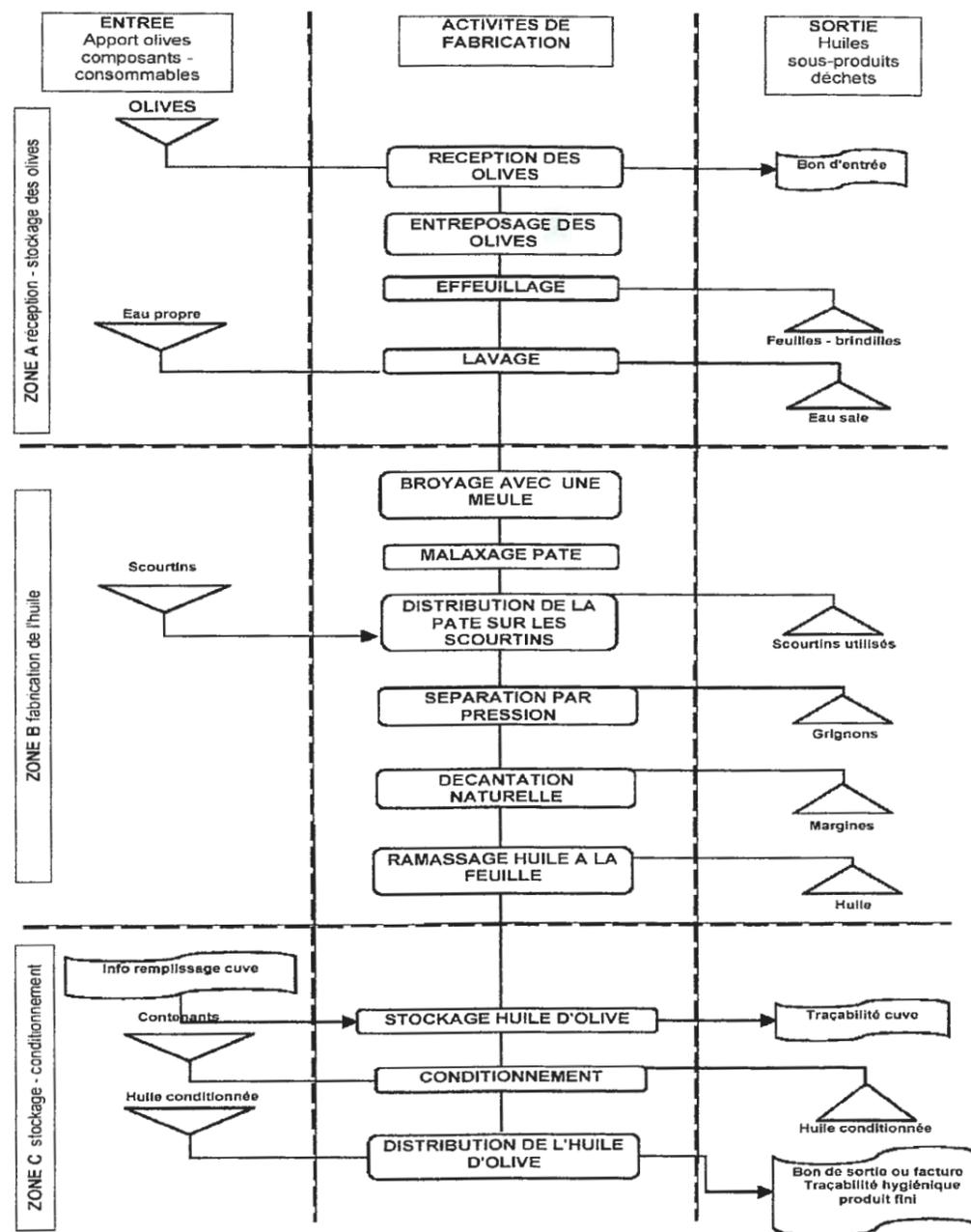


Figure1 : Diagramme de fabrication de l'huile d'olive vierge dans un moulin traditionnel. (Cammis et Langevin, 2003).

B. Procédé continu d'extraction par centrifugation :

a. procédé continu à trois phases :

L'utilisation des installations d'extraction par centrifugation à trois phases (huile, margines et grignons) a commencé depuis les années 1970, avec l'application des nouvelles technologies dans le domaine de l'extraction de l'huile d'olive ; cette conception moderne de l'extraction remplace le pressage traditionnel ; elle utilise des centrifugeuses horizontales appelées "décanteurs", ce qui améliore considérablement les rendements et la productivité des huileries (Chimi, 2006). On dénombre actuellement plus d'une dizaine de maison de fabrication de ce type de matériel (Pieralis, Alfa-laval, Rapanelli,...) (Chimi, 2006).

Voici les avantages que présentait cette nouvelle méthode comparativement à la méthode traditionnelle (Anonyme, 2000) :

- ✓ Simplification mécanique.
- ✓ Elimination des scourtins.
- ✓ Elaboration en continu.
- ✓ Besoin de main d'œuvre moins important.
- ✓ Superficie occupée par l'installation plus faible.

A l'instar de la méthode traditionnelle, la méthode d'extraction continue nécessite un broyage préalable effectué dans des moulins à marteaux ou à disques. Le broyage terminé, et à l'aide d'une pompe doseuse à vitesse variable, on envoie la pâte vers une centrifugeuse horizontale. Là, il y a séparation en trois phases : le grignon, l'huile et la margine (Anonyme, 2000):

- La phase solide, appelée grignon ou grignon à trois phases, renferme la majeure partie des solides présents dans l'olive : la peau, la pulpe, le noyau et une petite portion d'huile.
- Le résidu aqueux appelé margine est à l'origine un liquide rougeâtre sombre, très vite, en raison d'une série de processus enzymatique, il se dégrade et se transforme en margine, liquide noir fortement polluant. La quantité et la qualité de la margine générée est variable, elle dépend du système, du type d'olive, de l'eau utilisée...etc. La phase aqueuse renferme une petite quantité d'huile qui se sépare et soumet la margine à une nouvelle centrifugation dans une centrifugeuse verticale.
- La phase liquide huileuse qui renferme une petite quantité de margine doit être Purifiée par une centrifugation plus énergique, dans une centrifugeuse verticale.

La consommation d'eau du système à trois phases est clairement supérieure à celle du système traditionnel ; en effet, elle atteint un total approximatif de 100-130 L pour 100kg d'olives. Voici comment se répartit la consommation d'eau dans les huileries :

- * Pendant le lavage, souvent en cycle fermé, la consommation atteint environ 10-12 L /100Kg d'olives.
- * Pendant le broyage, on doit parfois ajouter de l'eau chaude pour éviter l'adhésion de la pâte à la superficie ; la consommation moyenne est alors d'environ 25 L/Kg d'olives.
- * Pendant le malaxage, on utilise de l'eau chaude en circuit fermé.
- * Lors de l'étape de séparation ou de centrifugation, c'est dans le décanteur que l'on utilise la plus forte quantité d'eau : celle-ci doit être chaude afin de faciliter le transport. Les dépenses se produisent au cours de deux étapes : une étape préalable à la centrifugation (débit, environ 80-100 L/Kg d'olives) et pendant celle-ci (ajout d'environ 20 L d'eau /100Kg d'olives afin d'améliorer la séparation).

b. procédé continu à deux phases :

La forte quantité de résidus générés au cours de l'extraction de l'huile d'olive (méthode à trois phases) ainsi qu'une législation relative au traitement et à la gestion des résidus d'huilerie dans certains pays de plus en plus exigeante ont renforcé le développement de nouvelles technologies et le nouveau système continu à deux phases. La principale nouveauté de ce système est qu'il permet l'élaboration d'huile d'olive vierge sans qu'il soit nécessaire d'ajouter de l'eau dans le "décanteur", pour cette raison, on n'observe pratiquement aucune génération de margine. Au cours de l'opération deux courants sont générés : l'un renferme l'huile, et l'autre contient la majeure partie des solides ainsi que la presque totalité de l'eau de constitution, appelée grignon humide. L'huile directement obtenue dans le décanteur doit être soumise à une centrifugation plus énergique dans une centrifugeuse verticale afin d'être nettoyée (Anonyme, 2000).

L'unité simple à deux phases est composée de : élévateur ou trémie, effeuilleuse, laveuse, broyeur électrique, cuve de pétrissage, centrifugeuse horizontale, vis d'écoulement des grignons, bac avec pompe et pré-filtre, filtre ou centrifugeuse verticale, remplisseuse d'huile (Chimi, 2006).

Un autre type de procédés doit être signalé; c'est la percolation ou la filtration sélective, basée sur la différence des tensions interfaciales entre les phases liquides de la pâte d'olive et une plaque d'acier inoxydable (Uceda et al., 2006).

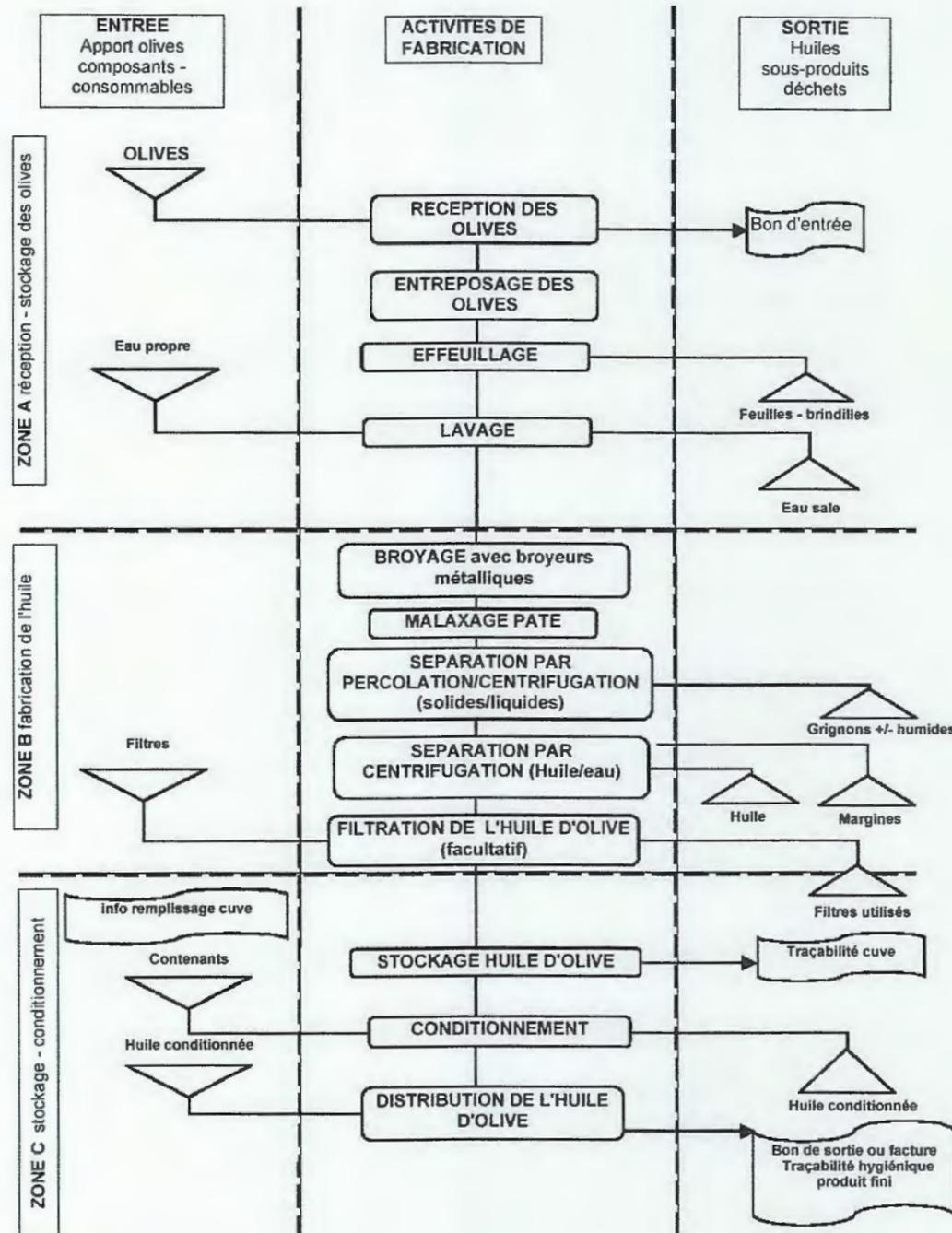


Figure 2: Diagramme de fabrication de l'huile d'olive vierge dans un moulin moderne/en continu (Cammass et Langevin, 2003).

I.3.2.5. Conditionnement :

Le conditionnement de l'huile d'olive est soumis à des règles très strictes par application des contrôles relatifs aux produits chimiques de l'alimentation humaine. Les matériaux utilisés doivent répondre aux exigences suivantes :

- Ne communiquer à l'huile aucune odeur ni saveur étrangère ;
- Ne pas donner lieu à une contamination par les métaux et être résistants à la corrosion due éventuellement aux acides gras libres de l'huile ;
- Être imperméables à l'oxygène de l'air et à l'humidité ;
- Protéger l'huile contre les amplitudes thermiques et être opaques.

La température de stockage doit être douce et constante et jamais supérieure à 22°C (Ouaouich et Chimi, 2007).

I.4. Impact de procédé d'extraction sur la qualité des huiles d'olive :**I.4.1. Impact du processus d'extraction par pression traditionnelle :**

Une mouture prolongée (cas des maâsra à une seule meule) réduit la teneur en polyphénols, car ces derniers s'oxydent ou se polymérisent et il n'y aura plus d'effet de protection de l'huile contre l'oxydation et la qualité de l'huile baisse. En outre, les caractéristiques organoleptiques (couleur, saveur et odeur de l'huile) sont également affectées par la durée et la fréquence de l'opération de broyage. La qualité d'eau ajoutée pendant le broyage, appauvrit les huiles produites en polyphénols et en vitamines et par conséquent leur qualité baisse (Chimi, 2001).

Les scourtins non nettoyés, peuvent être contaminés par des micro-organismes qui se développent sur le support végétal et entraînent une fermentation, contribuant ainsi à réduire la qualité de l'huile. Le temps de séparation de la phase huileuse des margines est un autre facteur déterminant de la qualité des huiles produites. En effet, l'huile surnageante à la surface du bac et en contacte directe avec l'air, s'oxyde facilement si elle est exposée assez longtemps durant l'opération de décantation (Chimi, 2001).

I.4.2. Impact de processus d'extraction par les super-presses :

L'extraction des huiles par les presses (trois produits obtenus : huile, margine et grignons) ne valorise pas mieux la production du fruit d'olivier. En effet, les rendements en huile ne dépassent pas les 20% (masse d'huile/masse de fruit entier) dans les meilleurs des cas. Pour les huiles d'olives produites par ce processus, la perte de l'huile est importante (huile dévalorisée dans les tourteaux par rapport au processus de centrifugation à trois phases ou à deux phases), ajouter à cela les pertes en huiles se trouvant dans les rejets liquides (Chimi, 2006).

Au niveau de la qualité des huiles produites, elles sont essentiellement de qualité moindre par rapport à celles produites par le système de centrifugation à deux phases. Parfois, elles présentent des caractéristiques analytiques permettant de les classer dans la catégorie " extra " mais souffrent de défauts organoleptiques (défauts type " scourtins " et " margine "), ce qui les déclasse dans la catégorie " lampante " (Chimi, 2006).

Parfois les facteurs liés aux bonnes pratiques de fabrication ne sont pas respectés surtout que la majorité des opérations de transformation se passent en plein air et affectent la qualité de l'huile produite. De plus, l'enscourtinage et la décantation peuvent conférer à l'huile le goût

"scourtins" et "margine". Tous ces facteurs conditionnent dans une large mesure la qualité de l'huile d'olive produite (Chimi, 2006).

L'huile ainsi extraite se trouve appauvrie en composés phénoliques totaux et diphénols par rapport à celle extraite par le système de centrifugation à deux phases et serait caractérisée par une durée de conservation faible par rapport à celle de l'huile obtenue par le décanteur à deux phases (Chimi, 2006).

Le taux de dégradation des polyphénols de l'huile extraite par les presses est plus grand à celui des huiles produites par le processus de centrifugation à deux phases et par conséquent cette dernière résiste mieux à l'oxydation suite à la réaction favorisée de polyphénols surtout les diphénols (acide caféique, hydroxytyrosol, etc).

L'huile extraite par les presses est donc caractérisée par un degré d'oxydation et une acidité élevée, des défauts organoleptiques, une durée de conservation réduite et l'huile sera déclassée de la catégorie "huile impropre à la consommation" (Chimi, 2006).

I.4.3. Impact de processus d'extraction par centrifugation à deux phases :

L'extraction de l'huile d'olive dans les unités équipées de centrifugation à deux phases (huile et grignons) n'altère pas la qualité de l'huile produite. Les opérations de transformation se passent en clos et sont optimisées. L'huile ainsi extraite se trouve riche en substances naturelles de conservation (polyphénols totaux et les ortho-diphénols), par conséquent elle serait caractérisée par une durée de conservation élevée. L'huile résiste mieux à l'oxydation car le taux de polyphénols dégradés est faible. Cependant, l'huile produite peut présenter une amertume plus prononcée, notamment pour certaines variétés ou une récolte précoce (Chimi, 2006).

I.4.4. Impact de processus d'extraction par centrifugation à trois phases :

L'extraction de l'huile d'olive dans les unités équipées de centrifugation à trois phases (huile, grignons et margine) nécessite l'ajout de l'eau pour séparer les trois phases précitées. L'huile produite se trouve appauvrie en polyphénols naturels considérés comme antioxydants, et par conséquent ne résiste pas à l'oxydation car le taux de dégradation des polyphénols reste élevé. Ce procédé doit être converti en procédé technologique à deux phases (huile et grignons) (Chimi, 2006).

Chapitre II

II. L'Huile d'olive

II.1. Définitions de l'huile d'olive et de l'huile d'olive vierge : L'huile d'olive est l'huile obtenue à partir du fruit de l'olivier (*Olea europaea sativa*), n'ayant subi aucun traitement (Codex STAN 33-1981).

L'huile d'olive vierge est obtenue à partir des olives, uniquement par des procédés mécaniques ou par d'autres procédés physiques, dans des conditions thermiques notamment, qui n'entraînent pas d'altération de l'huile, la décantation, la centrifugation et la filtration (Cavalli et al., 2004).

II.2. Classification des différents types d'huile d'olive :

Conformément à la norme COI/T.15/NC num.2 Rev du 20 novembre 1997 émise par le Conseil Oléicole International des huiles d'olive, la classification se résume en :

II.2.1. Huile d'olive vierge apte à la consommation ou « naturelle » : Définie comme le produit obtenu de l'olive par des moyens physiques et dans des conditions thermiques n'entraînant pas d'altérations. Les différents types d'huile existant sont:

II.2.1.1. Huile d'olive vierge extra : Son acidité libre exprimée dans l'acide oléique ne doit pas dépasser 1% en poids et ces caractéristiques organoleptiques doivent être conformes à la norme.

II.2.1.2. Huile d'olive vierge fine : Son acidité est inférieure à 2% et a des caractéristiques organoleptiques conformes à la norme.

II.2.1.3. Huile d'olive vierge courante : Son acidité est de 3.3% maximum, avec des limitations organoleptiques conformes à la norme.

II.2.2. Huile d'olive vierge inapte à la consommation sous sa forme d'origine : Egalement appelée « lampante » : Acidité supérieure à 3.3% et limitations organoleptiques conformes à la norme. Destinée au raffinage ou à une utilisation non alimentaire.

II.2.3. Huile d'olive raffinée : Provient du raffinage de l'huile d'olive vierge lampante via des techniques de raffinage n'entraînant de modifications de la structure glycérique d'origine.

II.2.4. Huile d'olive : Constituée d'un mélange d'huile d'olive raffinée et d'huile d'olive vierge apte à la consommation.

II.2.5. Huile de grignon d'olives : Obtenue par extraction avec solvants à partir des grignons d'huilerie. Cette huile est commercialisée selon la typologie suivante :

II.2.5.1. Huile de grignon d'olive crue : Destinée au raffinage ou à une utilisation non alimentaire.

II.2.5.2. Huile de grignon d'olives raffinées : Obtenue par raffinage de l'huile de grignon d'olives crue.

II.2.5.3. Huile de grignon d'olives : Huile obtenue après mélange des types huile d'olive vierge apte à la consommation ou naturelle, huile d'olive raffinée, huile de grignon d'olives crue et l'huile de grignon d'olives raffinée.

II.3. Composition et caractéristiques :

Les connaissances nouvelles sur la composition chimique et la pureté de l'huile d'olive ont progressé ces dernières années (Charbonnier, 1996). De nombreuses recherches ont été faites pour en garantir la pureté, l'authenticité et la qualité. A ce titre elle a été celle sur laquelle ont été appliqués en premier les techniques analytiques nouvelles, Spectrophotométrie, UV, CPG, CLHP, analyse par voie enzymatique, etc (Uzzan, 1992).

Selon Valnet (1985) et Uzzan (1992), la composition chimique et les caractéristiques de l'huile d'olive varient avec l'année de récolte, la région de culture, l'espèce analysée et les conditions climatiques. La composition chimique de l'huile d'olive est donnée au tableau 1.

Tableau 1 : Composition chimique de l'huile d'olive vierge
(Ireland-Ripert, 1987)

Teneur pour kg	
Energie (Méthode 1) Kcal.....	8990.0
Energie (Méthode 2).....	36960.0
Eau (g).....	Traces
Matière sèche.....	999.0
Protéines (g).....	Traces
Lipides totaux (g).....	999.0
Glucides disponibles (g).....	0.0
Acides gras saturés totaux (g).....	171.0
Acides gras monoinsaturés totaux (g)...	650.4
Acides gras polyinsaturés totaux (g) ...	133.7
Sodium (mg).....	Traces
Magnesium (mg).....	Traces
Phosphore (mg).....	Traces
Calcium (mg).....	Traces
Fe(mg).....	Traces
Cuivre (mg).....	Traces
Zinc (mg).....	Traces

II.3.1. Fraction insaponifiable : Cette composition est responsable des caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive (Boudour, 1998). La teneur en composés insaponifiables et la nature de ces composants ont également été très étudiées et discutées. Cela s'explique en raison de leur importance au plan de l'authenticité de l'huile vierge et des caractères sensoriels de cette dernière (Uzzan, 1992).

II.3.2. Composition en acides gras : Les huiles comme tous les corps gras, sont constituées d'acides gras formés de carbones, d'hydrogène et d'oxygène (Anonyme, 2006).

L'huile d'olive se caractérise par une composition en acides gras remarquablement équilibrée : elle est très riche en acide oléique, contient peu d'acides gras saturés, modérément d'acide linoléique et pratiquement pas d'acide linoléique (Trémolieres et al., 1984).

Tableau 2 : Composition en acides gras de l'huile d'olive et limites fixées par le Codex Alimentaire, (1993)

	Acides gras	Limites (%)
C ₁₄ :0	Acide myristique	0-0.1
C ₁₆ :0	Acide palmitique	7.5-20.0
C ₁₆ :1	Acide palmitoléique	0.3-3.5
C ₁₇ :0	Acide héptadécanoïque	0-0.5
C ₁₇ :1	Acide héptadécénoïque	0-0.6
C ₁₈ :0	Acide stéarique	0.5-5.0
C ₁₈ :1	Acide oléique	55.0-83.0
C ₁₈ :2	Acide linoléique	3.5-21.0
C ₁₈ :3	Acide linoléinique	0-1.5
C ₂₀ :0	Acide arachidique	0-0.8
C ₂₀ :1	Acide écosénoïque	Non spécifié
C ₂₂ :0	Acide béhénique	0-0.2
C ₂₄ :0	Acide lignocérique	0-0.1

II.3.3. Composition en triglycérides : Les triglycérides sont une combinaison de trois acides gras et une molécule de glycérol. L'huile d'olive se compose de 98% à 99% de triglycérides (Anonyme, 2006).

Les triacylglycérols principaux de l'huile d'olive sont (Fedeli et al., 1977) :

POO : 18.4%

SOO : 5.1%

POL : 5.9%

OOO : 43.5%

OOL : 6.8%

(P : acide palmitique ; O : acide oléique ; S : acide stéarique ; L : acide linoléique).

II.3.4. Tocophérols :

Selon Freinberg et al. (1991) l'huile d'olive contient environ 12mg/100g de tocophérol (vitamine E). Le terme de tocophérols recouvre en fait plusieurs composés (α -tocophérol, β -tocophérol, δ -tocophérol,.....) présents dans les huiles végétales alimentaires ; ils assurent leur protection vis-à-vis de l'oxydation ; ce sont en effet des anti-oxygènes (Entressangle et al., 1978).

II.3.5. Composés phénoliques :

Ces composés sont responsables de l'activité antioxydante. L'huile d'olive contient des composés phénoliques simples et complexes qui augmentent sa stabilité oxydante, et améliorent, considérablement sa saveur. La maturité du fruit d'olive, le sol et les conditions

climatiques affectent principalement la composition en phénols de l'huile d'olive vierge (Fedeli et al., 1977).

II.3.6. Les pigments :

Les pigments qui donnent aux huiles d'olive leurs diverses couleurs du jaune au vert sont essentiellement ; des chlorophylles (0.1 à 1mg /100g) et des caroténoïdes (0.5 à 1mg/100g). Une étude de Minguez-Mosquero, à l'institut des graisses de Séville ; distingue une douzaine de composants (Charbonnier, 1996) :

- Dans la fraction des caroténoïdes : 30 à 60% de lutéine, 5 à 15% de carotène et diverses xanthines.
- Dans la fraction des chlorophylles : 20 à 40% de phéotine et quelques pourcents de phéophytine β et de chlorophylle α et β .

II.3.7. Composés aromatiques :

Parmi les substances aromatiques présentes dans les huiles d'olive vierge citons (Charbonnier, 1996) :

- Les hydrocarbures aliphatiques à chaîne courte ou longue (comme l'octane ou le dodécane), aromatiques (naphtalène) et terpéniques (squalène).
- Des alcools aliphatiques à chaîne plus ou moins longue, saturés ou pas (méthanol, pentanol, octadécanol) et triterpéniques (cycloarténol, butyropérol).
- Des aldéhydes, de l'éthanol ou décadiénal.
- Des cétones, de l'acétone à la noranone.
- Des esters, comme des dérivés furaniques et thiophéniques.

II.3.8. Les Phospholipides :

L'huile d'olive vierge fraîchement produite peut contenir un peu de phospholipides (40-135 ppm) et les huiles les plus âgées contiennent des quantités encore plus faibles (Vitagliano, 1961). En effet, comme tout corps gras, l'huile d'olive contient naturellement des cires et des produits d'altération : acides gras libres, glycérides partiels, acides oxydés, etc.... (Uzzan, 1992).

II.4. La qualité organoleptique de l'huile d'olive:

Depuis 1991, le règlement 2568/91 de la communauté européenne (CE) intègre l'analyse organoleptique aux caractéristiques des huiles d'olive vierges (Pinatel, 2004). Le contrôle par la dégustation fait partie des caractéristiques des huiles d'olive au même titre que les caractéristiques physico-chimiques. Pour chacune des catégories d'huile d'olive vierge, il existe une note organoleptique minimale que doit atteindre l'échantillon concerné, pour appartenir à cette catégorie (Cammis et Langevin, 2003).

Les attributs sont évalués sur une échelle continue qui permet aux dégustateurs d'exprimer d'une manière spontanée et précise l'intensité avec laquelle ils perçoivent chaque attribut (Raoux, 1997).

II.4.1 Attributs négatifs :

On distingue (COI, 2007) :

- **Chômé/lies** : flaveur caractéristique de l'huile tirée d'olives entassées ou stockées dans des conditions telles qu'elles se trouvent dans un état avancé de fermentation anaérobie ou de l'huile restée en contact avec les « boues » de décantation, ayant elles aussi subi un processus de fermentation anaérobie, dans les piles et les cuves.
- **Moisi- humide** : flaveur caractéristique de l'huile obtenue d'olives attaquées par les moisissures et des levures par suite d'un stockage des fruits pendant plusieurs jours dans l'humidité.
- **Vineux- vinaigre** : flaveur caractéristique de certaines huiles rappelant le vin ou le vinaigre.
- **Acide- aigre** : cette flaveur est due fondamentalement à un processus de fermentation aérobie des olives ou des restes de pâte d'olive dans des scourtins qui n'auraient pas été lavés correctement, qui donne lieu à la formation d'acide acétique, acétate d'éthyle et éthanol.
- **Métallique** : flaveur qui rappelle les métaux. Elle est caractéristique de l'huile qui est demeurée longtemps en contact avec des surfaces métalliques, au cours des processus de broyage, de malaxage, de pression ou de stockage.
- **Rance** : flaveur des huiles ayant subi un processus d'oxydation intense.

Autres attributs négatifs (COI, 2007) :

- **Cuit ou brûlé** : flaveur caractéristique des huiles qui tire son origine d'un réchauffement excessif et/ou prolongé au cours de son obtention et tout particulièrement pendant le thermo-malaxage de la pâte, si celui-ci est réalisé dans des conditions thermiques inappropriées.
- **Foin-bois** : flaveur caractéristique de certaines huiles provenant d'olives sèche
- **Crossier** : sensation bucco-tactile dense et pâteuse produite par certaines vieilles huiles.
- **Lubrifiant** : flaveur de l'huile qui rappelle celle du gazole ; de la graisse ou de l'huile minérale.
- **Margine** : flaveur acquise par l'huile à la suite d'un contact prolongé avec les eaux de végétation qui ont subi des processus de fermentation.
- **Saumure** : flaveur de l'huile obtenue d'olives conservées en saumure.

- **Sparte** : flaveur caractéristique de l'huile obtenue d'olives pressées dans des scourtins en sparte neufs. La flaveur peut être différente selon qu'il s'agit de scourtins fabriqués à partir de sparte vert ou sparte sec.
- **Terre** : flaveur de l'huile obtenue d'olives ramassées avec de la terre ou boueuse et non lavées.
- **Ver** : flaveur de l'huile issue d'olives ayant subi une forte attaque de larves de la mouche de l'olive (*Bactrocera oleae*).
- **Concombre** : flaveur de l'huile qui se produit à la suite d'un conditionnement hermétique excessivement prolongé, notamment dans des récipients en fer-blanc, et qui est attribuée à la formation de 2-6-nonadiénal.
- **Bois- humide** : flaveur caractéristique d'huiles extraites d'olives ayant fait l'objet d'un processus de congélation sur l'arbre.

II.4.2. Attributs positifs : D'après le conseil oléicole international (2007), on distingue :

- **Fruité** : ensemble de sensations olfactives caractéristiques de l'huile, dépendant de la variété des olives, provenant de fruits sains et frais, verts ou mûrs, perçus par voie directe et/ou rétro nasale.
- **Amer** : goût élémentaire caractéristique de l'huile obtenue d'olives vertes ou au stade de la véraison, perçu par les papilles caliciformes formant le V lingual.
- **Piquant** : sensation tactile de picotement, caractéristique des huiles produites au début de la campagne, principalement à partir d'olives encore vertes pouvant être perçu dans toute la cavité buccale, en particulier dans la gorge.

II.5. Altération de l'huile d'olive :

Les huiles peuvent subir trois types de détérioration. Différents facteurs dont il faudrait tenir compte au cours du stockage et du transport feront qu'une huile ou une graisse sera plus ou moins sujette à la détérioration.

II.5.1. L'oxydation :

A l'instar d'autres huiles végétales, les huiles d'olives vierges subissent une oxydation pendant leur stockage, résultant de l'auto-oxydation et de la photo-oxydation. L'auto-oxydation dépend de plusieurs facteurs qui sont, entre autre, le degré d'insaturation de l'huile, les acides gras libres, la présence de traces métalliques et d'eau, l'emballage utilisé, la température ambiante, l'oxygène de l'atmosphère et l'exposition à la lumière du jour pour les emballages transparents (Ben Tekaya et Hassouna, 2005).

En revanche, la photo-oxydation est affectée par la quantité totale de pigments chlorophylliens et d'antioxydants naturels (β -carotène, tocophérols, phénols) contenus dans l'huile d'olive vierge. Par ailleurs, la filtration, opération généralement effectuée une seule fois, et ce avant la mise à la consommation de l'huile afin d'assurer la limpidité du produit en éliminant les colloïdes hydratés qui sont dispersés, peut également altérer la qualité de l'huile d'olive du fait qu'il engendre une exposition excessive de l'huile à l'air. L'action directe de l'huile et l'action indirecte des autres facteurs qui permettent à l'oxygène de se fixer sur les acides gras entraînent l'oxydation de l'huile (**Ben Tekaya et Hassouna, 2005**).

II.5.2. L'acidification :

L'acidification résulte de l'hydrolyse d'une ou deux des trois liaisons esters des triglycérides. Cette hydrolyse conduit à la formation d'acides gras libres préjudiciables à la qualité du corps gras. Ce phénomène qui nécessite la présence d'eau ou tout simplement d'humidité ; ne s'observe pratiquement jamais sur les corps gras raffinés ; il peut cependant intervenir sur les corps gras bruts ; et ceci explique l'acidité libre des huiles brutes ou vierges. Le phénomène d'hydrolyse est de nature chimique ou enzymatique (action de lipase). L'inconvénient des acides gras libres tient au fait qu'ils s'oxydent plus vite que les triglycérides ; mais aussi que ces acides gras ont un goût désagréable de savon (**Trémolières et al., 1984**).

II.5.3 La contamination :

L'huile d'olive comme tout produit végétale préparé industriellement, peut être contaminé par des substances étrangères provenant des olives, du procédé technologique, du conditionnement, etc. Certaines sont sans effets importants : eau, matières volatiles et impuretés banales insolubles. D'autres peuvent poser des problèmes au plan de la qualité et même de la sécurité alimentaire.

Parmi les contaminants à surveiller on peut citer (**Uzzan et al., 1992**) :

- **Les métaux lourds (la présence des métaux) :** A l'état de traces ; le fer, le cuivre et surtout le plomb, le cadmium, le mercure et l'arsenic. La norme internationale précise que leur teneur ne doit pas dépasser pour chacun de 0.05 à 1ppm (**Charbonnier, 1996**).

Ils sont le plus souvent liés à la contamination de l'environnement ; rejets industriels, gaz d'échappement des automobiles, et épandage des boues industrielles. Le transfert des métaux du sol au culture a fait l'objet de travaux récents et les différents résultats sont à peu près unanimes (**Lacoste et al., 2004**).

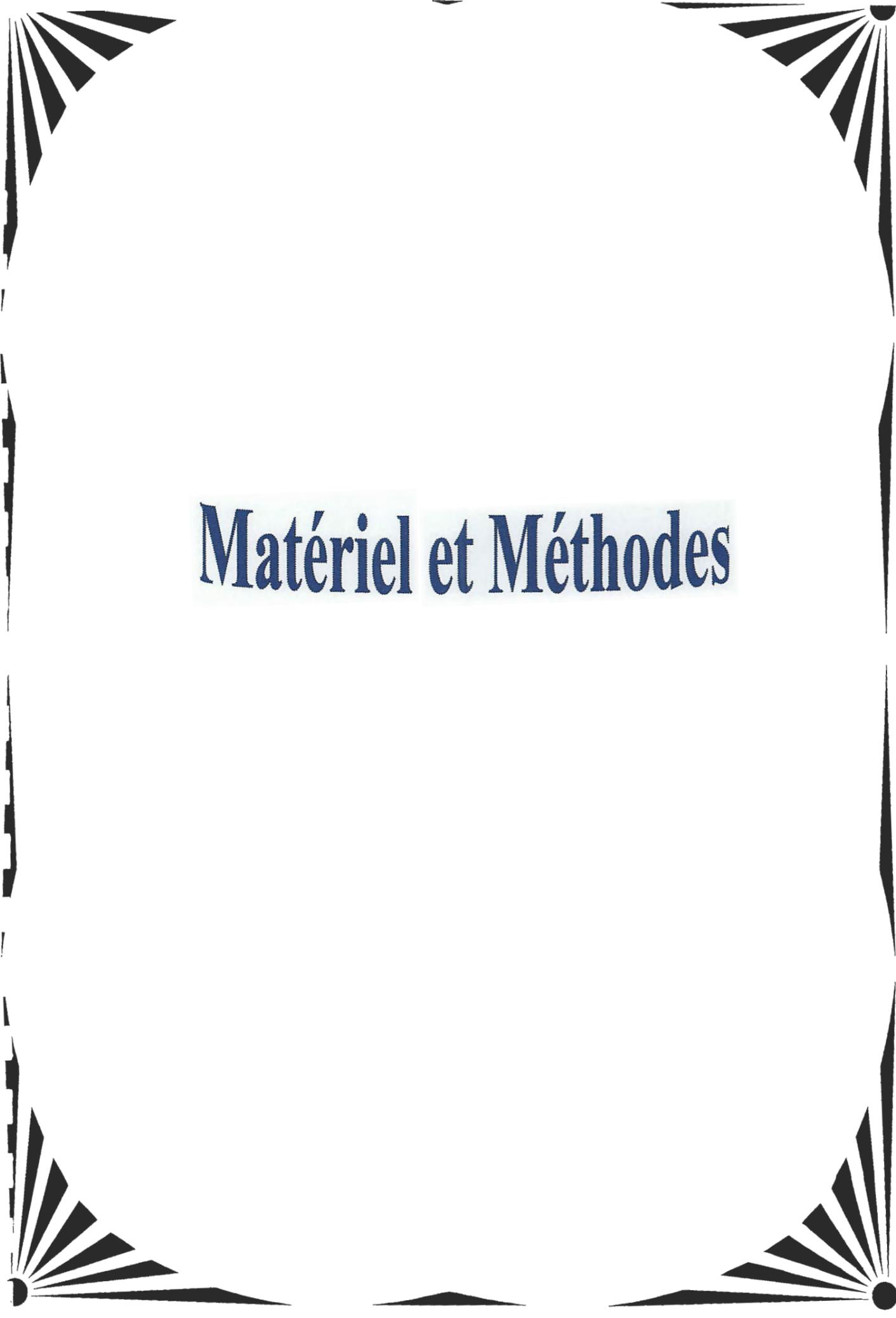
- **Les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) :** Ils ne doivent pas excéder quelques « ppm », ils sont introduits par les sols et aussi par la pollution atmosphérique (**Charbonnier, 1996 ; Lacoste et al., 2004**).

- **Les pesticides :** Les plus importants sont les organo-chlorés et organo-phosphorés ; dont certains sont utilisés pour détruire la mouche de l'olivier, parasite qui peut altérer les olives (**Charbonnier, 1996**).

- **Les mycotoxines :** Les conditions de stockage des olives ; température et humidité élevée, sont des conditions propices au développement des moisissures (**Lacoste et al., 2004**).



Etude Expérimentale

The page features four decorative corner ornaments, each consisting of a fan of black and white triangular shapes radiating from a central point. These ornaments are positioned at the top-left, top-right, bottom-left, and bottom-right corners of the page, framing the central text.

Matériel et Méthodes

II. Matériel et Méthodes

II.1. Matériel :

II.1.1. Matériel biologique :

Lors de la réalisation de notre étude pratique, nous avons utilisé trois échantillons de l'huile d'olive obtenue par trois méthodes d'extraction différentes qui sont :

- Méthode traditionnelle « foulage à pieds » : dans les zones montagneuses de la Wilaya de Jijel (dans notre étude Chahna "échantillon T"), la récolte des olives s'effectue manuellement pendant la période optimale de récolte. Les olives cueillies sont triées afin d'éliminer les impuretés (terre, feuilles, cailloux,), bouillies dans un grand récipient jusqu'à la tendreté de la peau ensuite, récupérées dans des sacs perméables pour permettre l'égouttage. Après quelques jours d'égouttage, les olives sont broyées à l'aide de deux pierres, puis dans une fosse creusée dans le sol (Zingle), la pâte obtenue du broyage va subir plusieurs tassements par les pieds, à chaque fois l'huile sortie est recueillie. Ensuite, la pâte est transférée vers une surface entourée d'une murette construite de pierres et d'argile (Djabia) contenant de l'eau, frappée à l'aide d'une poutre pour faire monter les grignons en surface.

Ces derniers seront pressés sur un tamis afin d'obtenir l'huile. L'huile récupérée durant toutes les étapes d'extraction est chauffée. Après son refroidissement il y a formation de deux phases : Huile et eau.

- Méthode traditionnelle « par scourtin » : L'huile d'olive vierge est ramenée de l'huilerie de Boukria (échantillon B) qui est une maâsara traditionnelle dont le broyage s'effectue par des moulins en pierres et le pressage dans des scourtins en fibres d'alfa.

- Méthode moderne par centrifugation : nous avons ramené le troisième échantillon de l'huilerie d'Ahmia (échantillon A) qui utilise la chaîne ALFA-LAVAL à trois phases.

II.1.2. Produits chimiques et réactifs : Lors de notre étude, on a utilisé le suivant :

- Solution d'isobutanol-éthanolique ;
- Solution de potasse alcoolique 0,5 N ;
- Solution aqueuse d'acide chlorhydrique 0,5 N et à 2 mole/l ;
- Solution alcoolique de phénol phtaléine à 1% comme indicateur de couleur ;
- Solution d'iodure de potassium ;
- Solution de thiosulfate de sodium à 0,1N ;
- Mélange d'acide acétique / chloroforme dans les proportions 3V/2V ;
- Amidon en poudre pour la préparation de l'empois d'amidon ;
- L'iode en poudre ;
- Solution d'alcool éthylique pure à 96° ;
- Chlorure mercurique en poudre ;
- Solution de tétrachlorure de carbone (CCl₄) ;
- Solution de la soude 5% dans l'alcool ;
- Solution de sulfate de cuivre saturée ;
- Glycérol ;
- Solution d'hexane ;
- Solution méthanol /eau (6V/4V) ;

- Réactif de Folin-Ciocalteu ;
- Solution de carbonate de sodium 1M ;
- Acide gallique ;
- Solution d'heptane ;
- Solution méthanolique 2N d'hydroxyde de sodium ;
- Solution d'éther de pétrole ;
- Chlorure de sodium en poudre.

II.1.3. Milieux de culture :

Pour l'étude microbiologique on a utilisé les milieux de culture suivants :

- Gélose PCA (Plat Count Agar) pour le dénombrement de la flore totale aérobie mésophile (FTAM), la flore lipolytique mais aussi la flore psychrophile ;
- Gélose OGA pour le dénombrement des levures et moisissures ;
- Gélose MRS pour le dénombrement des bactéries lactiques ;
- Gélose VRBG pour le dénombrement des entérobactéries.

II.1.4. Appareillage :

Les appareils utilisés au cours de notre étude sont les suivants :

- Vortex électrique ;
- Balance analytique à 0,01g ;
- Agitateur électrique muni d'un barreau magnétique ;
- Etuve électrique maintenue à $103\pm 2^{\circ}\text{C}$;
- Centrifugeuse électrique ;
- Spectrophotomètre ;
- Thermomètre ;
- pH mètre ;
- Bain marie ;
- Un appareil de chromatographie gazeuse couplée à la spectroscopie de masse GC-MS ;
- Réfractomètre.

II.2. Méthodes :

II.2.1. Contrôle de la qualité de l'huile d'olive :

En égard à ses particularités, à sa valeur nutritionnelle et à son poids économique, l'huile d'olive est soumise à de nombreux contrôles analytiques ayant pour but d'en définir la qualité globale. Celle-ci s'exprimera en terme de (Mordret *et al.*, 1997) :

- Qualités de matière première en état de fraîcheur de produit (en rapport avec les niveaux d'altération hydrolytique et oxydative) ;
- Pureté, signifiant l'absence d'impuretés, de mélange avec d'autres huiles, de contaminants ;
- Qualité sensorielle.

II.2.1.1. Contrôle physico-chimique de l'huile d'olive:

A. Critères chimiques :

a. Acidité et indice d'acide : L'acidité est une expression conventionnelle de la teneur en pourcentage d'acides gras libres. Il s'agira toujours de l'acidité exprimée en acide oléique (Boudour, 1998).

L'indice d'acide (Ia) est la masse de potasse, exprimée en milligramme nécessaire pour neutraliser l'acidité libre contenue dans 1 gramme de substance (Audigié et al., 1984).

Dans un Erlen Meyer, on introduit 10 ml d'huile, 10 ml de potasse alcoolique, 10ml d'isobutanol-éthanolique et enfin on ajoute 3 gouttes de phénol phtaléine. La titration se fait par l'acide chlorhydrique à 0,5 N jusqu'à décoloration.

On réalise parallèlement une réaction à blanc.

Les résultats s'exprime comme suit (Perrier et al., 1997):

$$Ia = (V_{HCl\text{ témoin}} - V_{HCl\text{ essai}}) N_{HCl} MM_{KOH} / P$$

V : volume (ml).

P : prise d'essai (g).

N : normalité de l' HCl.

MM : masse molaire de KOH.

L'acidité en % de l'acide oléique est l' Ia / 2.

b. pH : La mesure du pH consiste à plonger l'électrode du pH dans l'échantillon et lire la valeur enregistrée sur l'écran.

c. Indice de peroxyde : L'indice de peroxyde est le nombre de µg actif de peroxyde contenu dans 1g de produit et oxydant l'iodure de potassium avec la libération d'iode (Marty, 2005).

L'indice de peroxyde est réalisé selon la méthode officielle AOCSCI 8-53 (92). Cette méthode consiste d'abord à préparer un mélange acide acétique/chloroforme dans les proportions 3V/2V.

Une solution d'iodure de potassium (KI) est obtenue en dissolvant 13,33g de KI dans 10 ml d'eau distillée dans un flacon pur.

Une solution d'amidon a été obtenue en dissolvant 1g d'amidon dans 200 ml d'eau distillée (la solution a été portée à ébullition pendant quelques secondes).

On dissout 5g d'huile dans 30 ml du mélange acide acétique / chloroforme. On ajoute 0,5 ml de la solution d'iodure de potassium, puis on agite pendant 1 minute exactement. La réaction est arrêtée par l'addition de 30 ml d'eau distillée. La titration est réalisée par la solution de thiosulfate de sodium 0,1 N en présence de quelques gouttes d'empois d'amidon.

On effectue en parallèle une réaction à blanc dans les mêmes conditions mais sans matière grasse.

Les résultats s'expriment comme suit :

$$Ip = (V_{\text{blanc}} - V_{\text{essai}}) 80 / 5 P (\mu\text{g d'O}_2 / \text{g})$$

V : volume de thiosulfate de sodium (ml).

P : prise d'essai (g).

d. Indice de saponification : L'indice de saponification ou indice de Koettstorfer exprime en milligramme la quantité de potasse nécessaire pour transformer en savon tout les acides gras, libres ou combinés, qui existent dans 1g d'huile ou de graisse (**André, 1964**).

L'indice de saponification est déterminée selon la méthode décrite par **Lecoq, (1965)** : dans un Erlen Meyer, on introduit 1 g d'huile et 25 ml de potasse alcoolique, on agite pour dissoudre puis on porte le mélange à ébullition au bain marie bouillant pendant 15 à 30 minutes en agitant de temps à autre. On verse ensuite 5 gouttes de phénol phtaléine et on titre l'excès de potasse avec l'acide chlorhydrique 0,5 N jusqu'à décoloration.

On effectue parallèlement une réaction à blanc sans matière grasse.

Les résultats sont exprimés comme suit :

$$I_s = (V_{\text{HCl témoin}} - V_{\text{HCl essai}}) N_{\text{HCl}} PM_{\text{KOH}} / P$$

$PM_{\text{KOH}} = 56,1 \text{ g/mole}$

$N_{\text{HCl}} = 0,5 \text{ N}$

P : prise d'essai (g)

e. Indice d'iode : L'indice d'iode d'une substance est la masse d'iode, exprimée en gramme, que l'on peut fixer par addition sur 100g de cette substance (**Audigié et al., 1984**).

L'indice d'iode est réalisé selon la méthode de Hübl (**Lecoq, 1965**): on prépare le réactif de Hübl 24 heures à l'avance avec conservation à l'abri de la lumière : dissoudre d'une part 25 g d'iode dans 500 ml d'alcool éthylique pur à 96 ° ; et d'autre part 20 g de chlorure mercurique dans la même quantité d'alcool. Le réactif est obtenu par mélange à volumes égaux des deux solutions précédentes.

On pèse 0,3 g d'huile dans un Erlen Meyer et on la dissout dans 10 ml de tétrachlorure de carbone, puis on ajoute 25 ml de réactif de Hübl, on fait boucher et agiter l'Erlen. Cette préparation est abandonnée à l'obscurité pendant 12 à 24 heures.

Après, on ajoute 20 ml de la solution d'iodure de potassium à 30% et 300 ml d'eau distillée.

La titration de l'iode libéré se fait par le thiosulfate de sodium 0,1 N en présence d'empois d'amidon et sous agitation énergétique.

On effectue simultanément une réaction à blanc sans matière grasse.

$$I_i = 1,269 (V_{\text{blanc}} - V_{\text{essai}}) / P$$

P : prise d'essai (g).

V : volume (ml).

f. Recherche de glycérol : Le glycérol est un trialcool dérivé du propane portant une fonction alcool sur chaque carbone ($\text{CH}_2\text{OH}-\text{CHOH}-\text{CH}_2\text{OH}$). A l'état pur, ce produit est un liquide plus dense que l'eau (densité 1,26) sirupeux et très soluble dans l'eau (**Siret, 2002**).

La mise en évidence du glycérol se fait selon la technique suivante (**Lecoq, 1965**) : On introduit dans un tube à essai une goutte d'huile d'olive étudiée, on ajoute ensuite à l'aide d'une pipette graduée 3 ml de la soude 5% dans l'alcool puis 0,5 ml de la solution de sulfate de cuivre saturé.

Une réaction à blanc est préparée dans les mêmes conditions en mettant à la place d'huile du glycérol.

B. Critères physiques :

a. Teneur en eau et en matière volatile : C'est la perte de masse subie par le produit après chauffage à $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ (Lecoq, 1965).

10 g de l'échantillon sont pesées dans un creuset préalablement séché et taré. Le creuset contenant la prise d'essai est maintenu durant 1 heure dans l'étuve réglée à 103°C . Ce paramètre est exprimé comme suit (Lecoq, 1965) :

$$W (\%) = (m_1 - m_2) 100 / (m_1 - m_0).$$

m_0 : masse en gramme de creuset vide (g) ;

m_1 : masse en gramme du creuset et du portion à tester avant chauffage (g) ;

m_2 : masse en gramme du creuset et du résidu après chauffage (g).

b. Mesure de la teneur en impuretés insolubles : Un échantillon de 10 g est pesé (m_0) dans un bécher, puis il est traité par un excès d'hexane et filtré au moyen d'un papier filtre. Le filtre et résidu qu'il contient sont ensuite lavés avec le même solvant pour assurer la solubilisation de la matière grasse, ce filtre est pesé (m_2). Il est porté au séchage à $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$ puis pesé (m_1). Le résultat s'exprime selon la formule suivante (Lecoq, 1965) :

$$\text{Impureté (\%)} = (m_2 - m_1) 100 / m_0$$

m_0 : masse en gramme de la prise d'essai ;

m_1 : masse en gramme du creuset filtrant une fois séché à l'étuve ;

m_3 : masse en gramme du creuset filtrant et du résidu sec.

c. Densité relative : La densité relative à 20°C par rapport à l'eau à 20°C d'une huile est le quotient de la masse dans l'atmosphère d'un certain volume de cette huile à 20°C par la masse de même volume d'eau à 20°C (Boudour, 1998).

Une fiole de 20 ml est nettoyée, séchée puis pesée (m_0), ensuite, elle est remplie par l'eau distillée jusqu'au trait de jauge et placé dans un bain à 20°C pendant 20 minutes. Après cette période, la fiole est retirée, bien essuyée puis pesée, la masse (m_1) est notée. On refait le même essai avec l'huile d'olive (échantillon étudié). La masse pesée et notée (m_2) (Lecoq, 1965).

La densité relative est exprimée comme suit :

$$D = (m_2 - m_0) / (m_1 - m_0)$$

m_0 : masse de la fiole vide (g) ;

m_1 : masse de la fiole plein d'eau (g) ;

m_2 : masse de la fiole plein d'huile (g) ;

D : densité de l'huile à 20°C .

d. Détermination de point de fusion et de solidification : Si les acides gras et les glycérides purs ont de véritables points de fusion, les huiles et les graisses n'ont pas de point de fusion défini, mais un intervalle de fusion plus ou moins étendu.

L'étude du comportement à la chaleur et au froid des corps gras est donc extrêmement difficile, ce qui explique la multiplicité des méthodes proposées pour l'étudier (**Karleskind, 1992**).

Un échantillon d'huile étudiée est introduit dans un tube à essai. L'échantillon est ensuite laissé pendant quelques temps au réfrigérateur en vérifiant l'état de solidification de temps à autre. Dès qu'on observe la prise en masse de l'échantillon, on le retire et on détermine la température de solidification à l'aide d'un thermomètre. Ensuite, le même tube est porté au bain marie tiède, pour la détermination de la température de fusion (**Tremolieres et al., 1984**).

e. Détermination du point de fumée : On appelle point de fumée la température à laquelle l'échantillon chauffé progressivement dans des conditions bien définies, émet des fumées de façon continue (**Karleskind, 1992**).

Un volume de 20 ml d'huile étudiée est transféré dans un creuset. Celui – ci est placé sur une plaque chauffante pour être chauffé jusqu'à ce que la fumée devienne visible. A ce moment, on enlève le creuset et on mesure par un thermomètre la température de l'huile qui sera approximativement le point de fumée (**Lecoq, 1965**).

f. Indice de réfraction : L'indice de réfraction est le rapport entre les vitesses de la lumière dans le vide et sa vitesse dans la substance (**Boudour, 1998**).

Les mesures sont effectuées avec un réfractomètre, la température est fixée à 20°C. On place des gouttes d'huile sur le réfractomètre, on dirige ce dernier vers la lumière et lit la valeur comprise entre la zone sombre et celle claire (**Boudour, 1998**).

g. Extinction spécifique dans l'ultra violet : C'est un coefficient caractérisant les propriétés d'absorption et de diffusion d'un nuage de particules, et donnant le taux d'absorption et de diffusion par unité de longueur (**Anonyme, 2004**).

La détermination du coefficient d'extinction est réalisée selon la méthode décrite par le **COI (2001)** : un volume d'huile est dissout complètement dans un solvant approprié (Ether de pétrole), qui doit être parfaitement homogène et exempt d'impuretés. Cet échantillon est filtré sur papier à une température d'environ 30°C.

0.25 Gramme de l'échantillon ainsi préparé sont pesés dans une fiole jaugés de 25 millilitres, compléter avec le solvant prescrit et homogénéiser. La solution obtenue doit être parfaitement limpide. Au cas ou la solution présenterait une opalescence ou un trouble, on filtre rapidement sur papier.

Une cuve est remplie avec la solution obtenue et mesuré les extinctions en utilisant comme référence le solvant employé, aux longueurs d'ondes comprises entre 232 et 270 nm .

La mesure se fait par le spectrophotomètre.

Les résultats s'expriment comme suit :

$$K_{\epsilon} = E_{\epsilon} / C.S$$

Où :

K_{ϵ} : extinction spécifique à la longueur d'onde ϵ ;
 E_{ϵ} : extinction mesuré à la longueur d'onde ϵ ;
 C : concentration de la solution en Grammes par 100ml.
 S : épaisseur de la cuvette en centimètres.

II.2.1.2. Analyse de la composition :

A. Dosage des composés phénoliques : La détermination de la teneur en polyphénols de l'huile d'olive est d'un grand intérêt en raison de la nature, de l'activité de ces composés antioxydants, en outre, les huiles d'olive de haute teneur en polyphénols possèdent une meilleure qualité sensorielle (Valcárcel et al., 2002).

Cette partie suit une étape préliminaire de solubilisation directe des poly phénols dans l'huile à l'aide d'un agitateur électrique.

- **Extraction des polyphénols de l'huile :** A une solution de 5 g d'huile et 10 ml d'hexane bien mélangé au vortex, 10 ml du mélange méthanol- eau (6/4 v/v) est ajouté, et l'ensemble est mélangé à son tour au vortex. Le volume total subit une séparation par centrifugation. La phase inférieure est recueillie, tandis qu'un second mélange méthanol- eau est ajoutée à la phase supérieure, tout en répétant le processus de centrifugation. Cette fois-ci, le solvant inférieur est additionné au volume obtenu.

- **Dosage des polyphénols totaux par colorimétrie :** La réaction est basée sur la réduction de l'acide phosphomolybdique du réactif Folin -Ciocalteu par les polyphénols en milieu alcalin. Elle se traduit par le développement d'une coloration bleu foncée. La lecture de la densité optique à 765 nm permet de déterminer la concentration des polyphénols en se référant à une courbe étalon dressé à partir de concentrations connues d'acide gallique (Catalano et al., 1999).

Dans une fiole de 25 ml, un volume de 0,5 ml de réactif Folin- Ciocalteu est ajouté à 0,2 ml de l'extrait concentré en polyphénols. Après 3 minutes, un volume de 4 ml de Na_2CO_3 (1M) est versé sur la solution et de l'eau distillée est ajoutée jusqu'au trait de jauge. Un blanc est préparé dans les mêmes conditions. Ces fioles sont maintenues à obscurité pendant 90 minutes avant de lire les densités optiques au spectrophotomètre (Catalano et al., 1999).

La teneur en Polyphénols de l'huile d'olive est calculée en se referant à la courbe d'étalonnage.

B. Dosage du β -Carotène : Les caroténoïdes sont des pigments naturels, liposolubles, synthétisés uniquement par les plantes et certains microorganismes. Ils dérivent tous de précurseurs communs qui sont le lycopène et le β - carotène, certains d'entre eux étant à leur tour précurseurs de la vitamine A (Déymie et al., 1981).

On pèse 1 g d'huile d'olive dans un Erlen Meyer de 10 ml, et on ramène jusqu'au trait de jauge avec de l'hexane, puis on mesure les densités optiques à 450 nm. Les concentrations en caroténoïdes sont calculées par rapport à l'équation de la courbe étalon établie en utilisant le β - carotène (Déymie et al., 1981).

C. Composition en acides gras par GC-MS :

On prépare les esters méthyliques selon le mode opératoire suivant (CE n° 796/2002) : dans un tube à bouchon vissant, on pèse environ 20 mg d'huile, on ajoute ensuite 0,2 ml de la solution méthanolique 2 N d'hydroxyde de sodium, le tube est bouchée à l'aide d'un joint et porté au bain thermostaté à 60°C pendant 30 secondes à 1 minute puis on ajoute ensuite 0,2 ml d'HCl à 2 mole/l, après agitation on transvase dans un tube en verre, on laisse décanter puis on prélève 100 µl de la phase supérieure dans un tube en verre et on fait évaporé en milieu ventilé. On fait reprendre cette quantité par 50 µl d'heptane. On laisse se séparer jusqu'à ce que la phase supérieure devienne claire. Enfin, on récupère les esters méthyliques contenants dans la phase supérieure.

Les esters méthyliques sont injectés dans un chromatographe phase gazeuse dans les conditions suivantes :

- Colonne capillaire de type SE 30 apolaire avec un diamètre de 0,25 µm et 25m de longueur ;
- Température : 180°C (ou gradient de 170 à 200°C) ;
- Détecteur : FID ;
- Solvant : heptane ou hexane ;
- La phase stationnaire : SE 30 : Diméthyl polysiloxane ;
- La phase mobile : Hélium ;

II.2.1.3. Contrôle microbiologique de l'huile d'olive vierge :

A. Préparation des dilutions décimales :

On agite pendant 10 secondes environ le récipient contenant l'huile à étudier par des mouvements circulaires. Puis, à l'aide d'une pipette stérile on prélève 1 ml de l'huile. Le volume prélevé est introduit stérilement dans un tube contenant 9 ml d'eau physiologie stérile sans faire rentrer la pipette dans le diluant. Ensuite, on agite le tube à l'aide de vortex. On poursuit ainsi jusqu'à la dernière dilution (10^{-4}) (Joffin et Joffin, 1999).

B. Les flores dénombrées et recherchées :

a. Dénombrement de la flore totale aérobie mésophile : Après avoir couler la gélose PCA et la laisser prendre en masse, on aensemencé 1ml à partir de la dilution 10^{-4} en surface. L'incubation se fait à 37°C pendant 24 heures (Guiraud, 1998).

b. Dénombrement de la flore psychrophile : la recherche et le dénombrement de la flore est réalisé sur le milieu PCA en surface. 1 ml de la dilution 10^{-3} est étalé en surface. L'incubation se fait à 5°C pendant 7 à 10 jours (Guiraud, 1998).

c. Dénombrement des entérobactéries totales : Le milieu VRBG est ensemencé dans la masse en boîte de pétri : 1 ml de la dilution 10^{-3} est placé dans la boîte sous forme de gouttelettes puis la gélose VRBG fondue et refroidie à 45°C est coulée. Après homogénéisation et solidification, une deuxième couche de milieu est ajoutée (technique de la double couche).

Après une incubation à 37°C pendant 24 heures, on dénombre les colonies roses ou rouges de 2 à 3 mm de diamètre (Guiraud, 1998).

d. Dénombrement des levures et moisissures : Sur milieu OGA coulé et solidifié, on étale 1 ml de la dilution 10^{-3} . Le dénombrement est réalisé après 3 jours d'incubation à 25°C on dénombre les colonies blanches et régulières (Guiraud, 1998).

e. Dénombrement de la flore lactique : L'ensemencement s'effectue par étalement d'1 ml de la dilution 10^{-3} en surface de la gélose MRS déjà coulée et séchée, l'incubation se fait à 37°C pendant 24 – 48 heures. Les colonies blanches translucides sont dénombrées (Larpen, 1997).

f. Dénombrement de la flore lipolytique : L'ensemencement se fait par étalement d'1 ml de la solution mère en surface de la gélose PCA coulée et solidifiée, suivi d'une incubation à 37°C pendant 3 à 5 jours.

La révélation se fait en inondant les boîtes par une solution saturée de Sulfate de Cuivre. On rejette le réactif après 15 minutes de contact. La surface de la gélose est rincée soigneusement par de l'eau. On dénombre les colonies ayant une couleur bleue (Bourgeois et Leveau, 1991).

II.2.1.4. Contrôle organoleptique de l'huile d'olive vierge :

L'analyse sensorielle est un outil indispensable pour le contrôle de la qualité des produits alimentaires et notamment des corps gras : huiles raffinées, huile d'olive vierge, margarine, pâtes à tartiner et produits de friture (Raoux, 1998).

L'analyse sensorielle repose sur la dégustation des produits et sur l'analyse des réponses sensorielles données par les dégustateurs. Afin que celles-ci soient objectives les séances de travail devront se dérouler dans un environnement spécifique (Raoux, 1998).

Selon le règlement CEE n° 2568/91, les échantillons d'huile à déguster doivent être maintenus dans des verres contenant chaque un 15 ml d'huile de couleur bleue brune pour empêcher la vue d'interférer sur le jugement, à une température de 28°C. Pour chaque essai il faut disposer de 8 à 12 dégustateurs.

Selon le COI (1996), le contrôle organoleptique de l'huile d'olive comprend trois étapes principales à savoir : l'analyse visuelle, l'analyse olfactive et l'analyse gustative.

a. Analyse visuelle : Son but est d'examiner les trois caractéristiques principales : la clarté, la densité et la couleur.

Pour ce faire, on tient à la lumière une bouteille contenant une quantité d'huile suffisante pour déterminer la couleur et la clarté. Ensuite, le dégustateur doit examiner l'aspect global de l'échantillon présenté cette fois dans un verre, et il doit déterminer la fluidité ou l'onctuosité ; pour ce faire, le dégustateur doit prendre le verre contenant l'huile étudiée puis l'incliner légèrement et dans cette disposition, il le fera tourner entièrement afin d'en mouiller le plus possible la surface intérieure.

b. Analyse olfactive : Le dégustateur hume cet échantillon par inspirations successives intenses et profondes, avec une longue pause entre chaque inspiration étant donné que notre odorat a tendance à s'habituer à une odeur.

Dans ce cas, le dégustateur doit déterminer la nature de l'odeur perçue, son intensité, sa qualité et ses caractères.

c. Analyse gustative : Pour ce faire, le dégustateur prend une petite gorgée d'huile, goûtant sa qualité d'une manière hautement professionnelle et compétente afin de discerner les diverses caractéristiques de l'huile.

Il est très important de distribuer l'huile sur toute la cavité buccale, depuis la partie antérieure de la bouche et la langue, en passant par les parties latérales et la partie postérieure jusqu'au voile du palais de la gorge.

D'après les directives du **COI, (1996)** plusieurs caractères doivent être définis, c'est le cas de l'ardence, l'amertume, la consistance comme on peut déduire l'intensité et la qualité des arômes ainsi que la persistance aromatique.

Pour se faire, on met à la disposition de chaque dégustateur (sujet) une quantité suffisante de l'huile étudiée avec un questionnaire qui informe le sujet sur les points que doit examiner.

Le dégustateur doit remplir le questionnaire soigneusement et doit établir à la fin de chaque jugement une note organoleptique qui allait de 0 à 5 dont :

- 0 : convient à une huile éliminée avec défaut ;
- 1 : éliminée qualité moyenne ;
- 2 : correct ;
- 3 : huile de qualité ;
- 4 : huile remarquable, typique ;
- 5 : huile exceptionnelle.



Résultats et Discussion

III. Résultats et Discussion

III.1. Contrôle physico-chimique de l'huile d'olive :

III.1.1. Acidité oléique, indice d'acide et pH :

L'indice d'acide est un critère de qualité pour les huiles vierges comme l'huile d'olive, plus l'indice d'acide est bas, meilleure est la qualité de l'huile. L'acidification des corps gras après leur production peut se produire par hydrolyse chimique et/ou enzymatique (Frenot et Vierling, 2001).

Les résultats obtenus des caractéristiques : acidité, indice d'acide et pH sont résumés dans le tableau 3 et représenté dans la figure3.

Tableau 3 : Valeurs d'acidité, indice d'acide et pH

Echantillon	pH	Acidité (%)	Norme	Indice d'acide	Norme
A	5.97	4.31	Max 3.3	8.62	Max 6.6
B	5.00	5.93		11.86	
T	6.03	3.17		6.35	

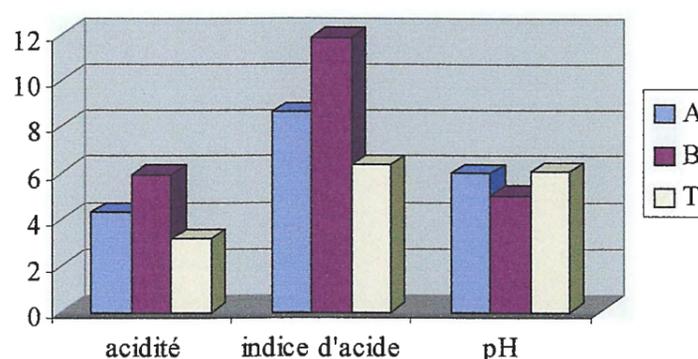


Figure3: Comparaison des valeurs de l'acidité, indice d'acide et du pH des trois échantillons.

A partir de ces résultats il apparaît que les valeurs d'acidité exprimées en acide oléique des échantillons provenant de l'huilerie d'Ahmia (A) et de Boukria (B) sont légèrement supérieures à la norme algérienne **NA : 1166/1990**, alors que la valeur d'acidité de l'huile extraite par la méthode de foulage à pieds est dans la norme.

Les résultats du pH sont en accord avec ceux rapportés par **Baccioni (2002)** qui signale que le pH optimum de l'huile d'olive doit être proche du neutre avec des variations tolérables se situant entre pH5.5 et pH8.

Alba et al. (1997) ont identifié les différents facteurs qui influent sur le degré d'acidité, ce sont le terrain, la variété de l'olive, le type de récolte, le type de sol, le temps de stockage des olives et le système d'extraction. Cependant, l'acidité de l'échantillon (B) qui est élevée par rapport aux deux autres échantillons (A et T) peut être due selon **Ouaouich et Chimi (2007)** à la

durée de stockage non respectée qui peut causer, l'hydrolyse spontanée vue l'activité d'eau élevée des olives, l'action défavorable de la lipolyse enzymatique et l'effet néfaste de la lipolyse microbienne produite par la microflore d'olive. Cela est vrai du moment que cette pratique de conservation des olives avant extraction de l'huile est appliquée depuis la nuit des temps au sein de notre région.

En outre, **Chimi (2001)** prévoit que les scourtins non nettoyés, peuvent être contaminés par des microorganismes qui se développent sur le support végétal et entraînent une fermentation, contribuant ainsi à l'acidification de l'huile.

Par ailleurs, l'échantillon (A) présente une acidité dépassant la norme de + 1.01%, cette différence peut être due selon **Loussert et Brousse (1978)** à l'augmentation de la teneur de l'huile en acides gras libres durant son stockage due à l'action des lipases, de l'humidité et de la chaleur. Il faut signaler également que si les fruits auraient restés longtemps à terre, l'huile aura une acidité excessive (**Humanes Guillén, 1978**). De même, **Pérez-Arquillué et al. (2003)** ont rapporté que les olives attaquées par la mouche d'olive (*Bactrocera oleae*) produisent des huiles de haute acidité.

Les valeurs relatives à l'acidité sont supérieures à celles de l'étude de **Pérez-Arquillué et al. (2003)** qui ont trouvé une acidité libre située entre 0.1 et 2.5%. En revanche, nos résultats sont en accord avec ceux de **Vekari et al. (2002)** qui ont réalisé une comparaison de la qualité des huiles d'olives obtenues par différents systèmes d'extraction (système classique et système centrifuge) et qui ont trouvé que l'acidité dans les échantillons des huiles d'olive extraits avec le système classique était significativement plus élevée que ceux extraits par le système centrifuge.

III.1.2. Indice de peroxyde :

L'indice de peroxyde est une évaluation de l'état d'avancement de la première étape d'oxydation conduisant au rancissement (**Cammas et Langevin, 2003**). Le tableau 4 résume les résultats obtenus pour l'indice de peroxyde.

La lecture de ces résultats, nous laisse constaté que les valeurs trouvées sont très faibles comparativement à la valeur limite de la norme algérienne **NA : 1166/1990**. Ces valeurs sont proches mais les différences ne sont pas négligeables.

Tableau 4 : Indice de peroxyde

Echantillons	Indice de peroxyde (meq d'O ₂ /kg)	Norme
A	3.52	Max ≤20
B	2.88	
T	2.24	

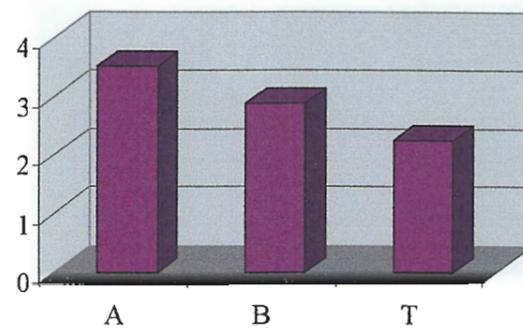


Figure4: Comparaison des valeurs de l'indice de peroxyde des trois échantillons.

D'après **Alias et Lenden, (1997)**, la première étape d'oxydation consiste à des réactions d'initiation qui, à partir d'acides gras non saturés, conduisent à la formation de radicaux libres ou de peroxydes lipidiques. Ces réactions qui ont une énergie d'activation élevée sont favorisées non seulement par des températures élevées mais surtout par la lumière et par les traces de certains métaux. Lorsque la teneur en peroxydes s'accroît, on observe l'initiation dite secondaire qui résulte essentiellement de la décomposition des peroxydes.

A partir de ces données, on peut expliquer les faibles valeurs de l'indice de peroxyde des trois échantillons par deux suppositions, soit que la réaction d'oxydation vient juste de se déclencher, soit que l'étape d'initiation est terminée, donc les peroxydes sont entrain de se décomposer.

En effet, l'apparition des peroxydes dans l'échantillon (A) peut être causée par le contact de l'oxygène avec l'huile lors de sa sortie de la chaîne de production. Cependant la présence des peroxydes dans l'échantillon (B) est liée selon **Chimi (2001)** à la décantation qui s'effectue à l'air libre. Alors que leur présence dans l'échantillon (T) est liée à la réalisation des différentes étapes d'extraction de cette huile à l'air libre.

Le taux très faible de l'indice de peroxyde peut être expliqué selon **Cheftel et Cheftel (1976)** à la présence des polyphénols qui complexent les métaux, et agissent ainsi comme agents antioxydants.

Les résultats de notre étude montrent que l'indice de peroxyde de l'huile d'olive extraite par centrifugation (A) est plus élevé que celui de l'huile d'olive extraite par le système classique (B).

Ces résultats se concordent à ceux de **Vekiari et al. (2007)** qui ont trouvé que les valeurs de l'indice de peroxyde des échantillons extraits en utilisant le système de centrifugation étaient plus élevées que celles des échantillons extraits par la méthode classique.

Dans les travaux de **Pérez-Arquillué et al. (2003)**, la valeur moyenne des indices de peroxyde des huiles en Aragon était de 11.8 meq/kg alors que dans notre étude la valeur moyenne de l'indice de peroxyde est de 2.88 meq/kg ce qui indique une moindre oxydation de nos huiles.

III.1.3. Indice de saponification :

Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau 5. Il apparaît que l'indice de saponification de l'échantillon (B) (185.13 mg/kg) est conforme à la norme algérienne NA :

1166 /1990, l'échantillon (A) a un indice de saponification légèrement inférieur à cette norme, tandis que l'échantillon (T) a un indice de saponification strictement inférieur à la norme (159.88 mg/kg).

En effet, l'indice de saponification dépend de la masse molaire moyenne des acides gras constitutifs des triglycérides, il est inversement proportionnel à la longueur moyenne des chaînes des acides gras estérifiant le glycérol (Audigié, 1984 ; Frénot et Vierling, 2001).

Tableau 5 : Indice de saponification

Echantillons	Indice de saponification (mg de KOH /kg)	Norme
A	179.52	184 -196
B	185.13	
T	159.88	

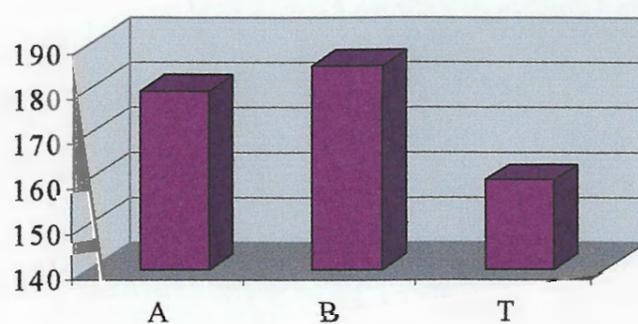


Figure5: Comparaison des valeurs de l'indice de saponification des trois échantillons.

A partir de cette donnée, on peut dire que l'échantillon (T) contient les acides gras de longueur moyenne la plus élevée donc de poids moléculaire le plus élevé, suivie de l'échantillon (A) ensuite l'échantillon (B).

III.1.4. Indice d'iode :

L'indice d'iode est lié au degré de rancissement du corps gras (Charbonnier, 1996). Les résultats de l'indice d'iode sont groupés dans le tableau 6. Les résultats obtenus montrent que les valeurs de l'indice d'iode des trois échantillons sont dans les limites de la norme du *Codex Alimentarius 2003*.

Les échantillons (B) et (T) présentent des valeurs presque égales, tandis que l'échantillon (A) présente une valeur plus importante. D'après Entressangles, (1978), l'indice d'iode permet de quantifier l'insaturation globale du corps gras.

Tableau 6 : Valeurs de l'indice d'iode

Echantillons	Indice d'iode	Norme
A	93.06	75-94
B	74.87	
T	74.02	

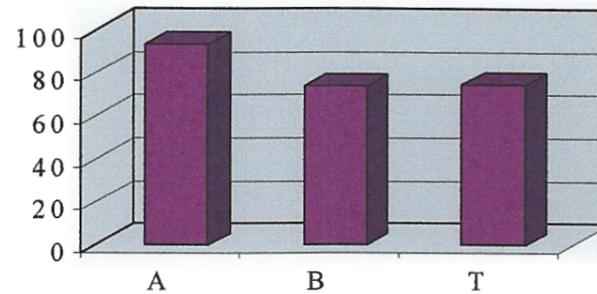


Figure 6: Comparaison des valeurs de l'indice d'iode des trois échantillons.

Plus l'indice d'iode d'un corps gras est élevé, plus sa teneur en acides gras insaturés est grande (Alias et Lenden, 1997). On se référant à ces explications on peut dire que l'échantillon (A) contient le taux le plus élevé en acides gras insaturés alors que l'huile d'olive codée (T) renferme la plus faible teneur en acides gras insaturés.

III.1.5. Recherche du glycérol :

La lecture des tubes en les comparant au tube témoin montre que la graduation de l'intensité de la couleur du plus intense au moins intense est comme suit : tube B, tube A ensuite tube T. L'intensité de la couleur indique la forte présence du glycérol.

Tableau 7 : Résultats de la recherche du glycérol

Echantillons	Glycérol
A	++
B	+++
T	+

+ : mise en évidence de l'activité lipolytique.

La présence du glycérol dans les trois échantillons est liée selon Loussert et brousse (1978) à :

- L'hydrolyse spontanée qui est due principalement à la forte teneur en eau du mésocarpe qui, joint aux phénomènes respiratoires et à la présence de microorganismes, produit une élévation de température.
- La lipolyse enzymatique qui est la conséquence de l'action des enzymes propres du fruit contenus dans sa pulpe et dans sa matière grasse.
- La lipolyse microbienne qui est une conséquence de la flore accompagnant l'olive.

La présence du glycérol est confirmée par le dénombrement des bactéries lipolytiques pour les trois échantillons et par les résultats de l'acidité ou l'échantillon B, ayant l'acidité la plus élevée a donné la couleur la plus intense dont la photo 1, illustre les différences de couleur.

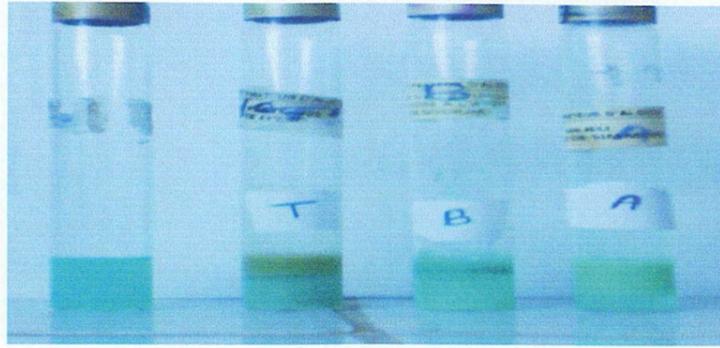


Photo 1 : Différence de couleur entre les échantillons lors de la recherche du glycérol.

III.1.6. Teneur en eau et en matière volatile :

Le tableau suivant résume les résultats de la teneur en humidité des trois échantillons. A partir du tableau, il sort que l'humidité des trois échantillons est supérieure à la norme établit par le *Codex Alimentarius 2003*.

En comparant les résultats des trois échantillons entre eux on constate que l'humidité de l'échantillon (T) obtenu par la méthode foulage à pieds est la plus élevée, suivie par celle de l'échantillon (A) obtenu par la méthode centrifugation. Alors que l'humidité de l'échantillon (B) obtenu par la méthode pression par scourtins est la plus faible, elle est proche de la norme.

Tableau 8 : Teneur en eau.

Echantillons	Humidité (%)	Norme (%)
A	0.6	Max 0.2
B	0.3	
T	1.5	

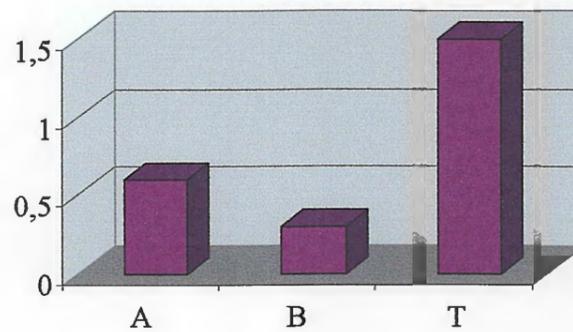


Figure7: Comparaison des valeurs de la teneur en eau des trois échantillons.

La valeur élevée de l'humidité de l'échantillon (T) peut être due à l'ajout excédentaire d'eau à la pâte obtenue lors du broyage et pendant les étapes d'extraction, en plus de la faible efficacité de l'opération de pressage qui s'effectue manuellement.

En ce qui concerne l'humidité de l'échantillon (A) obtenu par centrifugation est aussi élevée. L'huilerie d'Ahmia est un système à trois phases, ce système est caractérisé par la forte consommation d'eau pendant : le lavage, le broyage, le malaxage et lors de l'étape de séparation ou de centrifugation (Anonyme, 2000). Cependant, l'humidité de l'échantillon (B) est dans les normes, parce qu'il n'y a pas ajout d'eau durant l'extraction à l'exception de l'opération de lavage et de séparation (décantation).

L'étude de Vekiari et al. (2007) a montré que les pourcentages d'humidité des échantillons obtenus par centrifugation et par système classique sont presque les mêmes, alors que dans notre étude on a constaté que l'humidité de l'échantillon obtenu par la méthode de centrifugation est plus élevée que celle de celui obtenu par pression.

III.1.7. Mesure de la teneur en impuretés insolubles :

D'après les résultats du tableau 9, la teneur en impuretés des trois échantillons est supérieure à la norme algérienne NA : 1166/1990.

La cause de cette élévation est le passage des impuretés, feuilles, poussière ... etc au cours des opérations de triage, effeuillage et lavage surtout pour l'échantillon (T) qui présente la plus haute valeur d'impuretés dont l'opération de triage -effeuillage s'effectue manuellement.

Tableau 9 : teneur en impuretés insolubles.

Echantillons	Impuretés (%)	Norme (%)
A	0.6	Max 0.1
B	0.5	
T	2.2	

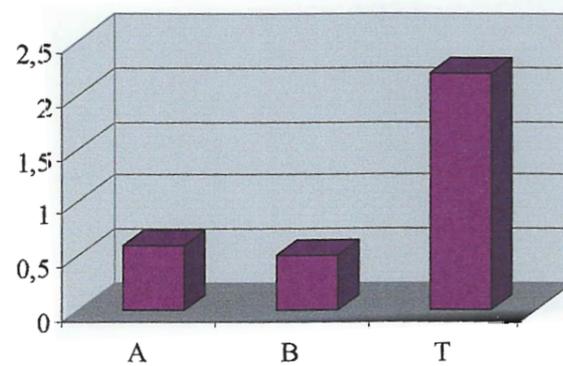


Figure8: Comparaison de la teneur en impuretés insolubles des trois échantillons.

Vekiari et al. (2007) ont trouvé que le taux d'impuretés des échantillons obtenus par système classique est plus élevé que celui des échantillons obtenus par centrifugation, dans notre cas les taux d'impuretés pour les échantillons des deux systèmes sont presque égaux.

III.1.8. Densité relative, point de fusion, point de solidification et point de fumée :

Les résultats de cette étude montrent que le point de fusion des trois échantillons est supérieur à la norme. A propos de ce paramètre, **Canler, (2001)** a rapporté que le point de fusion augmente avec la longueur de la chaîne carbonée, diminue avec le nombre de doubles liaisons, lui-même étant dépend de l'isomérisation. Les températures de solidification des corps gras alimentaires varient en fonction de leur composition en acides gras.

Tableau 10 : Valeurs de densité, point de fusion et solidification et point de fumée.

Echantillons	A	B	T	Norme
Densité (g/cm ³) à 20°C	0.904	0.915	0.956	0.910-0.916
Point de fusion (°C)	14.8	12.8	18.4	5-7
Point de solidification (°C)	1.8	1.6	6.6	2-4
Point de fumée (°C)	184.4	184.7	188.7	180-210

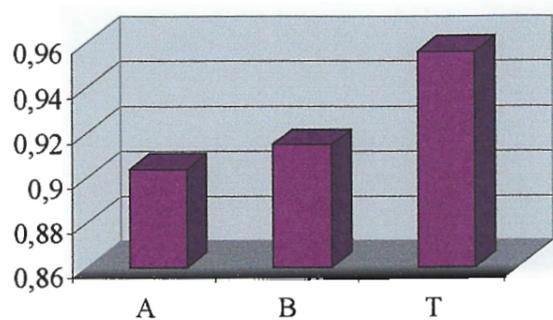


Figure9: Comparaison des valeurs de la densité des trois échantillons.

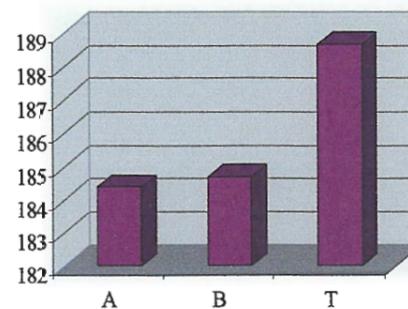


Figure10: Comparaison des valeurs du point de fumée des trois échantillons.

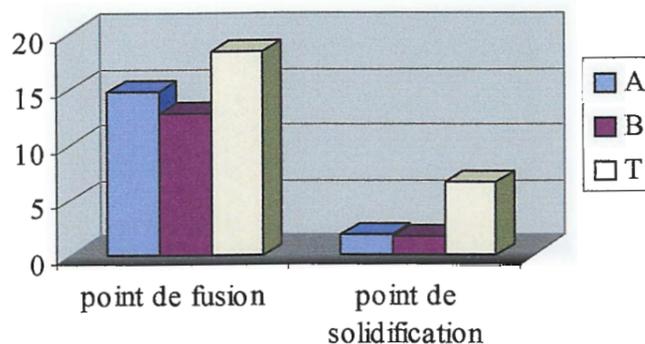


Figure11: Comparaison des valeurs du point de fusion et de solidification des trois échantillons.

L'échantillon (B) présente le point de fusion le plus bas donc le point de solidification le plus bas donc c'est l'huile qui contient le taux le plus élevé d'acides gras à chaînes courtes ou qui contient le taux le plus élevé en acides gras non saturés. De même, l'échantillon (A) a un point de fusion un peu supérieur à celui de l'échantillon (B) donc il contient aussi des acides gras à chaînes courtes ou des acides gras non saturés. Cependant, l'échantillon (T) présente le point de fusion le plus élevé donc le point de solidification le plus élevé, ce qui implique que les acides gras qui le constituent sont à chaînes longues ou il est constitué d'une proportion élevée en acides gras saturés.

Revenant au tableau ou les points de fumée des trois échantillons sont dans la norme. Ce paramètre physique dépend de la teneur en acides gras libres et de composés volatils (Charbonnier, 1996). Cela dit, l'échantillon (T) présente le point de fumée le plus élevé, cela peut être expliqué en se rapportant à l'acidité où cet échantillon présente la faible acidité par le fait qu'il contient un faible pourcentage d'acides gras libres.

Selon Charbonnier (1996) le point de fumée pour les qualités vierges est voisin de 200°C donc supérieur à la température habituelle des fritures, entre 170 et 180 °C et permet l'utilisation de l'huile d'olive en friture. De ce fait les trois huiles d'olives étudiées ont un point de fumée dépassant la limite supérieure (180°C) des huiles à friture et peuvent être ainsi utilisées en friture.

En ce qui concerne la masse volumique, désignée souvent par l'appellation densité, elle dépend de la composition chimique de l'huile et de la température. Karleskind, (1992) a rapporté que, la masse volumique est d'autant plus élevée que l'insaturation du corps gras est plus grande et que ce paramètre croit lorsque la longueur de la chaîne grasse diminue.

En faisant le lien entre nos résultats et ces explications on peut dire que l'échantillon (T) ayant la densité la plus élevée, contient le taux la plus élevé en acides gras insaturés et des acides gras à chaînes courtes.

III.1.9. Indice de réfraction :

Les résultats obtenus sont enregistrés dans le tableau 11. Les résultats de ce tableau montrent que l'indice de réfraction des trois échantillons est inférieur à la norme décrite par le *Codex alimentarius 2003*.

Etant donné que l'indice de réfraction permet d'évaluer le degré de pureté d'un corps gras, les trois échantillons sont des corps gras non purs. Ces résultats se concordent et ceux trouvés avec le dosage des impuretés dans les mêmes huiles.

Tableau 11 : Valeurs de l'indice de réfraction

Echantillons	Indice de réfraction (nD 20°C)	Norme (nD 20°C)
A	1.4662	1.4677-1.4705
B	1.4664	
T	1.4667	

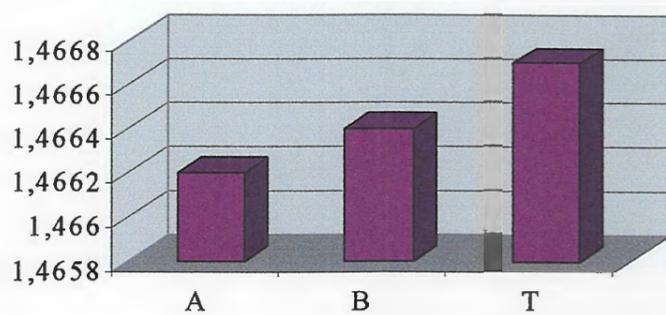


Figure12: Comparaison des valeurs l'indice de réfraction des trois échantillons.

III.1.10. Extinction spécifique dans l'ultraviolet:

Cette méthode est retenue pour contrôler l'état d'oxydation des corps gras vierges (Frénot et vierling, 2001). L'évaluation d'extinction spécifique K_{232} et K_{270} de nos échantillons est rassemblée dans le tableau12.

Les résultats obtenus sont tous dans les normes établis par le *Codex Alimentarius 2003*. Les hydroperoxydes linoléiques absorbent à 232 nm (fonction diène conjuguée) et les produits d'altération thermoxydative non volatils absorbent à la fois à 232nm et à 270nm (cétone désaturé), le rapport K_{232}/ K_{270} est d'autant plus bas que l'oxydation est plus poussée et qu'elle a eu lieu à température plus élevée (Frénot et Vierling, 2001). Donc, l'oxydation est plus poussée dans l'échantillon (T) que pour les autres échantillons.

Tableau12: Valeurs d'extinction spécifique dans l'ultraviolet.

Echantillon	K_{232}	Norme	K_{270}	Norme	K_{232}/ K_{270}
A	1.333	≤ 2.60	0.185	≤ 0.25	7.205
B	1.666		0.243		6.855
T	1.173		0.236		4.970

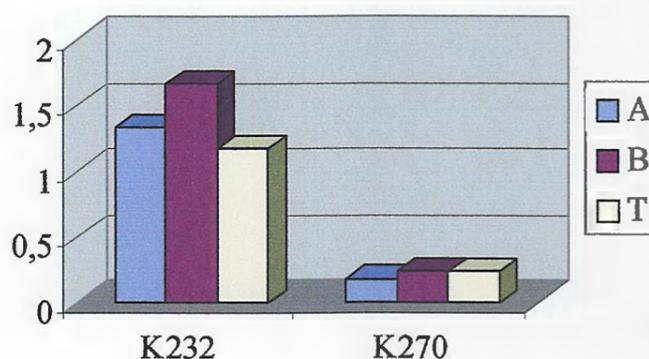


Figure13: Comparaison des valeurs d'extinction spécifique dans l'ultraviolet des trois échantillons.

Di Giovacchino (1996) a réalisé une étude sur l'influence des systèmes d'extraction sur la qualité de l'huile d'olive. Il a trouvé que les coefficients d'extinctions K_{232} et K_{270} sont plus élevés dans le système de centrifugation que dans le système de pression, alors que dans notre

étude, on a trouvé que K_{232} et K_{270} sont plus élevés pour le système de pression que pour le système de centrifugation.

III.2. Analyse de la composition :

III.2.1. Dosage des composés phénoliques :

Selon Chimi (2005) et Vekiari et Koutsaftakis (2002) la susceptibilité des huiles d'olives à la conservation est liée à leur richesse en acides gras insaturés et à la nature chimique des antioxydants naturels dont les plus importants; les polyphénols qui se trouvent en quantité considérable dans les fruits et les feuilles des olives.

Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau 13. A partir du tableau, il ressort que l'échantillon (T) présente la teneur la plus élevée en polyphénols alors que les deux autres échantillons (A) et (B) ont une teneur presque similaire. Cela témoigne que le mode d'extraction fait partie des facteurs influençant le taux de polyphénols. Ces résultats trouvent leur justification dont Vekiari et Koutsaftakis, (2002) ont rapporté que le taux de polyphénols dans l'huile d'olive vierge est nettement touché par le système d'extraction.

Tableau 13: Récapitulatif des résultats du dosage des composés phénoliques

Echantillons	Absorbance dans l'ultraviolet à 765 nm	Concentration en polyphénols (mg/ml).
A	0.107	70
B	0.105	60.8
T	0.206	134

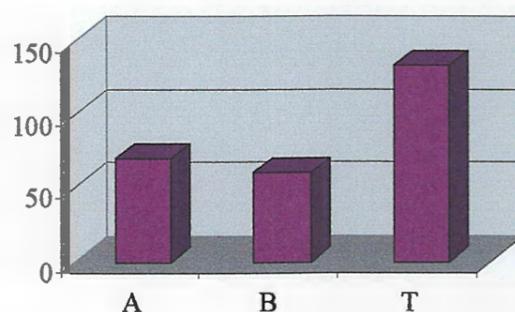


Figure 14: Comparaison des résultats du dosage des composés phénoliques des trois échantillons.

L'échantillon (A) présente un taux de polyphénols relativement faible, Chimi (2001) voit que dans le système continu, l'utilisation des broyeurs à marteaux nécessite un malaxage « sévère » avec addition d'eau, l'huile ainsi extraite se trouve appauvrie en composés phénoliques, par conséquent la stabilité oxydative de l'huile est faible.

En plus, c'est déjà mentionner que le système à trois phases consomme une quantité excessive d'eau lors des différentes étapes d'extraction, tant que les polyphénols sont des composés hydrosolubles, ils passent ainsi dans les margines.

Cependant, l'échantillon (B) présente aussi une teneur faible en polyphénols, cela est due selon **Chimi (2001)** à une mouture prolongée qui provoque l'oxydation et la polymérisation des polyphénols, ainsi que le contact prolongé des huiles avec les margines les fait appauvrir en polyphénols.

De plus, il faut mentionner que durant les stades de pigmentation, stade vert, semi-noir et noir, les constituants phénoliques augmentent avec le degré de maturité jusqu'au stade semi-noir (semi-mûre). Au delà, on assiste à une inversion de ce phénomène, de ce fait, il faut donc faire attention à la date de récolte.

De façon général, les machines de broyage d'olive, les températures appliquées, la durée de contact avec l'eau et le volume total d'eau utilisée peuvent causer d'importants changements dans le taux de polyphénols totaux (**Vekiari et Koutsafakis, 2002**).

Vekiari et al (2007), ont trouvé que la teneur en polyphénols des huiles d'olives est beaucoup plus faible pour le système de centrifugation que pour le système classique par contre dans notre étude le taux de polyphénols est faible pour le système classique (pression) que pour le système centrifugation.

III.2.2. Dosage du β -Carotène:

Le tableau ci-dessous regroupe les résultats obtenus du dosage du β - Carotène. En comparant les résultats du tableau entre -eux, on peut dire que l'échantillon (T) est le plus riche en β -carotène, tandis que les deux autres huiles d'olives (A et B) présentent presque la même teneur en cette substance.

Il est utile de savoir que le β -carotène agit comme protecteur en désactivant l'oxygène singulet (O_2) produit par les chlorophylles. Il est suggéré, en outre, que le β -carotène aurait pour rôle de filtrer les longueurs d'onde actives des radiations lumineuses en protégeant ainsi l'huile contre l'activation de l'oxygène par la lumière (**Ben Takya et Hassouna, 2007**).

Tableau 14: Récapitulatif des résultats du dosage du β - carotène.

Echantillons	Absorbance à 450 nm	Concentration en β -carotène ($\mu\text{g/ml}$)
A	0.285	1.4
B	0.287	1.56
T	0.570	3.1

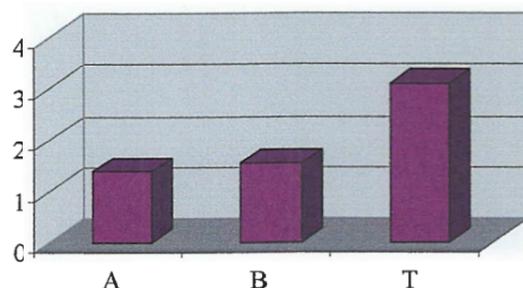


Figure15: Comparaison des résultats du dosage du β - carotène des trois échantillons.

Kiritsakis et Osman (1995) et Ben Takya et Hassouna, (2007), ont montré que l'effet du β -carotène diminue progressivement au cours de l'exposition de l'huile à la lumière. Les pigments caroténoïdes sont facilement dégradés en présence de la lumière et de températures élevées.

A partir de ces explications, on peut dire que l'échantillon (T) est l'échantillon le plus protégé contre l'activité de l'oxygène (oxydation).

III.2.3. Composition en acides gras :

La lecture des chromatogrammes ci-dessous permet de révéler ce qui suit:

Pour l'échantillon A : On a obtenu 6 pics pendant une période d'éluion de 24 minutes. Le premier pic apparaît après 9.360 minutes, il convient à l'acide $C_{16}:1\Delta^2$, qui est un analogue de l'acide palmitoléique, il occupe une surface de 2.24% avec un pourcentage de 2.13%. Le deuxième pic apparaît après 10.284 minutes, il représente l'acide palmitique $C_{16}:0$, et occupe une surface un peu importante par rapport aux autres pics: 22.05%, avec un pourcentage de 21.41%.

Le troisième pic, représente l'acide linoléique $C_{18}:2$, apparaît après 18.229 minutes avec une surface de 3.76% et un pourcentage de 2.85%. Le quatrième pic, représente le pic le plus dominant qui est l'acide oléique $C_{18}:1$ avec le pourcentage le plus élevé 64.32% et la surface la plus élevée 66.70%, il apparaît après un temps d'éluion de 19.037 minutes.

Le cinquième pic, convient à l'acide vaccinique avec un pourcentage de 4.09% et une surface de 2.23%, il apparaît après un temps de 19.244 minutes.

Le dernier pic, qui apparaît après 20.608 minutes avec un pourcentage de 5.20% et une surface de 3.02%, il correspond à l'acide stéarique.

Les deux autres échantillons (B) et (T) ont donné les mêmes 6 pics avec des valeurs de surfaces et de pourcentages différents à l'exception de 1^{er} pic de l'échantillon (B) qui a été un acide palmitoléique $C_{16}:1\Delta^9$ au lieu de l'acide $C_{16}:1\Delta^2$.

Tableau 15 : Composition en acides gras.

AG (%)	$C_{16}:1\Delta^2$	$C_{16}:1\Delta^9$	$C_{16}:0$	$C_{18}:2\Delta^{9,12}$	$C_{18}:1\Delta^9$	$C_{18}:1\Delta^{11}$	$C_{18}:0$
A	2.13	-	21.41	2.85	64.32	4.09	5.20
B	-	2.57	19.24	5.21	65.52	3.34	4.12
T	2.39	-	25.14	3.83	62.05	2.84	3.74

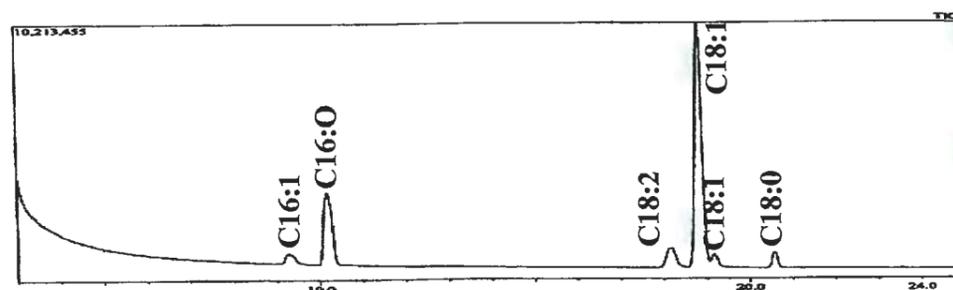


Figure16 : Chromatogramme des acides gras de l'huile d'olive extraite par force centrifuge (A)

mais cela est liée à la sensibilité de la méthode appliquée et à la technique de préparation des esters méthyliques. Concernant les proportions des différents acides gras, elles diffèrent entre les deux études, à titre d'exemple, l'acide linoléique est présent avec un pourcentage très élevé dans l'étude de **Boggia et al. (2005)**, comparativement à la notre. Cette différence est liée selon **Valnet (1985)** à l'année de la récolte, la région de culture et l'espèce analysée. Par contre, l'acide oléique reste le composé majoritaire dans les huiles analysées pour les deux études.

III.3. Contrôle microbiologique de l'huile d'olive:

Vu la grande stabilité des huiles végétales, il n'existe pas de critères microbiologiques bien précis, on peut uniquement vérifier l'absence de germes pathogènes et de toxines (**Guiraud, 1998**).

L'analyse microbiologique des trois échantillons de l'huile d'olive a montré la présence d'une flore aérobie mésophile (FTAM) abondante, estimé de 26.10^4 à 52.10^4 UFC/ml dont l'échantillon (B) renferme le nombre le plus élevé. Il faut signaler que les conditions d'hygiène au cours de la fabrication influent sur la flore totale aérobie mésophile. On a constaté également le développement de la flore psychrophile mais avec un nombre faible estimé entre 3.10^3 et 4.10^3 UFC/ml de l'huile d'olive.

Tableau 16: Qualité microbiologique de l'huile d'olive vierge

Flore (UFC/ml)	A	B	T
FTAM	39.10^4	52.10^4	26.10^4
Entérobactéries	00	00	00
Levures	54.10^3	4.10^3	36.10^3
Moisissures	00	2.10^3	6.10^3
Psychrophiles	3.10^3	4.10^3	3.10^3
Bactéries lactiques	26.10^4	42.10^4	19.10^4
Flore lipolytique	++	+++	+

+ : mise en évidence de l'activité lipolytique.

Par ailleurs, les levures sont présentes dans les trois échantillons avec un nombre de 4.10^3 à 54.10^3 UFC/ml alors que les moisissures sont absentes pour l'échantillon (A), elles varient de 2 à 6.10^3 UFC/ml pour les deux autres échantillons (B et T).

La présence de levures et moisissures dans l'huile d'olive vierge a été confirmée par plusieurs chercheurs dont **Ciafardini (2004)** a montré en 2002, la présence d'une riche flore microbiologique et notamment de levures, dans l'huile d'olive vierge fraîchement obtenue. Il a pu isoler *Saccharomyces cerevisiae*, *Candida wickerhamii* et *Candida boidinii*.

Cependant, on a enregistré un nombre de bactéries lactiques de 19.10^4 à 42.10^4 UFC/ml. Ce nombre de bactéries est plus élevé pour l'échantillon (B). Par ailleurs, on a mis en évidence une activité lipolytique dans les différents échantillons, cette activité est plus intense dans l'échantillon (B), cela témoigne la présence de la flore lipolytique (photo 2). D'après **Loussert et Brousse, (1978)**, la lipolyse microbienne est une conséquence de la microflore qui accompagne l'olive.

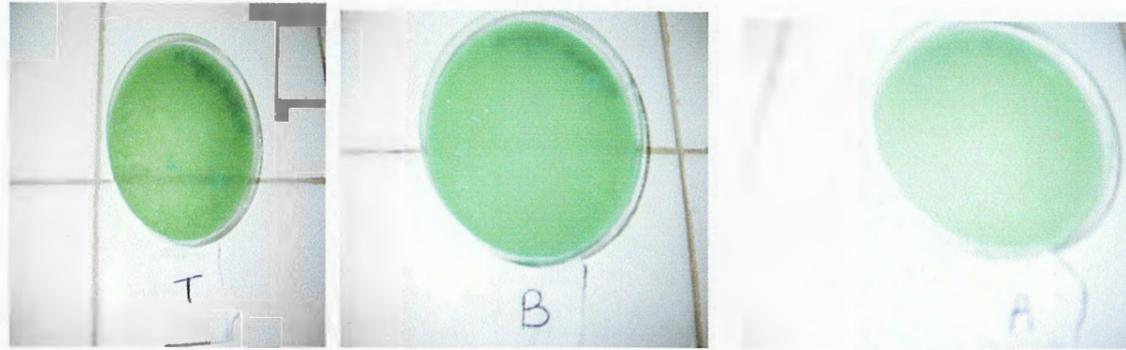


Photo2 : Mise en évidence de l'activité lipolytique dans les trois échantillons

Nos résultats sont en accord avec ceux de **Gomez Herrera et al. (1958)** qui ont démontré dans leurs travaux la présence de micro-organismes avec une activité lipolytique plus ou moins intense. Ils ont isolé 130 souches de bactéries, levures et moisissures dont 70% avaient un pouvoir lipolytique très sensible.

Torres-Vila et al. (2003) ont pu isoler à partir des olives endommagées par la mouche de l'olivier des bactéries (*Xanthomonas*), des levures (principalement *Torulopsis* et *Candida*) et dans une moindre mesure des moisissures (principalement *Fusarium* et *Penicillium*).

III.4. Contrôle organoleptique de l'huile d'olive:

L'évaluation sensorielle des corps gras nécessite la mise en place d'un groupe de sujets motivés, entraînés à reconnaître les différentes saveurs caractéristiques et à mesurer leur intensité (**Raoux, 1998**).

Les résultats de l'analyse sensorielle sont résumés dans les questionnaires ci-dessous. L'analyse olfactive révèle que l'huile (A) présente selon les sujets (1,2 et 4) une odeur des olives fruitées provenant de fruits sains et frais, vert ou mûrs. Par contre, les deux autres dégustateurs ont signalé que cette huile est sans odeur. Ainsi que tout les dégustateurs ont été en accord que l'huile (T) présente une odeur agréable des olives. Par contre, tous les dégustateurs ont attribué à l'huile (B) une odeur désagréable qui est l'odeur des scourtins caractéristique de l'huile obtenue d'olives pressées par les scourtins.

Tableau 17: Résultats donnés par le dégustateur 01.

Dégustation
<p>Visuel: couleur-intensité-qualité. A: couleur jaune foncé. B: couleur jaune clair. T: vert intense.</p> <p>Olfactif: intensité-qualité-type-caractère. A: odeur des olives. B: odeur désagréable. T: odeur très agréable: odeur des olives et des grignons.</p> <p>En bouche: ardeur-amertume-consistance (fluidité, onctuosité)-intensité et qualité de l'arômes-persistance aromatique: A: un peu onctueux, non amer, ardent, agréable. B: très fluide, sans goût, ardent. T: agréable, onctueux, non ardent.</p> <p>Harmonie générale-jugement d'ensemble: A: qualité moyenne. B: qualité médiocre. T: qualité exceptionnelle.</p>
<p>Note de 0 à 5: A: 1, B:0, T:5.</p>

Tableau 18: Résultats donnés par le dégustateur 2.

Dégustation
<p>Visuel: couleur-intensité-qualité. A: couleur vert clair. B: jaune. T: vert intense.</p> <p>Olfactif: intensité-qualité-type-caractère. A: odeur des olives. B: odeur désagréable: odeur de scourtins. T: odeur des grignons d'olive.</p> <p>En bouche: ardeur-amertume-consistance (fluidité, onctuosité), intensité et qualité des arômes-persistance aromatique: A: agréable, peu onctueux, non amer. B: fluide, pas de goût, plus ou moins ardent. T: peu onctueux, très agréable.</p> <p>Harmonie générale-jugement d'ensemble: A: qualité correct. B: qualité médiocre. T: qualité exceptionnelle.</p>
<p>Note de 0 à 5: A: 2, B:0, T: 5.</p>

Tableau19: Résultats données par le dégustateur 03.

Dégustation
<p>Visuel: couleur-intensité-qualité. A: jaune dorée. B: jaune claire. T: vert intense.</p> <p>Olfactif: intensité-qualité-type-caractère. A: sans odeur. B: odeur des olives. T: odeur agréable.</p> <p>En bouche: ardeur-amertume-consistance (fluidité, onctuosité), intensité et qualité des arômes-persistance aromatique: A: peu onctueux, pas de goût. B: fluide, goût ressemble à l'huile sans goût., T: peu onctueux, très agréable.</p> <p>Harmonie générale-jugement d'ensemble: A: huile de qualité. B: qualité médiocre. T: qualité exceptionnelle.</p>
<p>Note de 0 à 5: A: 3, B:0, T: 5.</p>

Tableau 20: Résultats données par le dégustateur 04.

Dégustation
<p>Visuel: couleur-intensité-qualité. A: vert jaunâtre. B: jaune clair. T: vert intense.</p> <p>Olfactif: intensité-qualité-type-caractère. A: odeur des olives. B: odeur désagréable. T: odeur des olives et des grignons.</p> <p>En bouche: ardeur-amertume-consistance (fluidité, onctuosité), intensité et qualité des aromes-persistance aromatique: A: onctueux, agréable, ardent. B: fluide, désagréable. T: onctueux, agréable.</p> <p>Harmonie générale-jugement d'ensemble: A: huile de qualité. B: qualité médiocre. T: qualité remarquable-typique.</p>
<p>Note de 0 à 5: A: 3, B:0, T: 4.</p>

Tableau 21: Résultats données par le dégustateur 05.

Dégustation
<p>Visuel: couleur-intensité-qualité. A: jaune. B: jaune clair. T: vert intense.</p> <p>Olfactif: intensité-qualité-type-caractère. A: presque sans odeur. B: odeur désagréable. T: agréable: odeur des olives.</p> <p>En bouche: ardeur-amertume-consistance (fluidité, onctuosité), intensité et qualité des arômes-persistance aromatique: A: peu onctueux, désagréable. B: fluide, désagréable. T: onctueux, agréable.</p> <p>Harmonie générale-jugement d'ensemble: A: huile de qualité. B: qualité médiocre. T: qualité exceptionnelle.</p> <p>Note de 0 à 5: A: 3, B:0, T: 5.</p>

A partir de ces questionnaires remplis par les dégustateurs. L'analyse visuelle de l'huile (A) a montré que chaque dégustateur lui a attribué une couleur allant du jaune au vert clair, quant à l'huile (B), la majorité des dégustateurs lui ont accordé la couleur jaune claire. Par ailleurs, tout les dégustateurs ont été en accord que la couleur de l'huile (T) est verte intense. La photo 3, illustre la couleur des trois huiles d'olive.

La couleur verdâtre et due selon Chimi (2001) à la présence des pigments chlorophylliens résultant de la présence de feuilles lors de la trituration des olives.

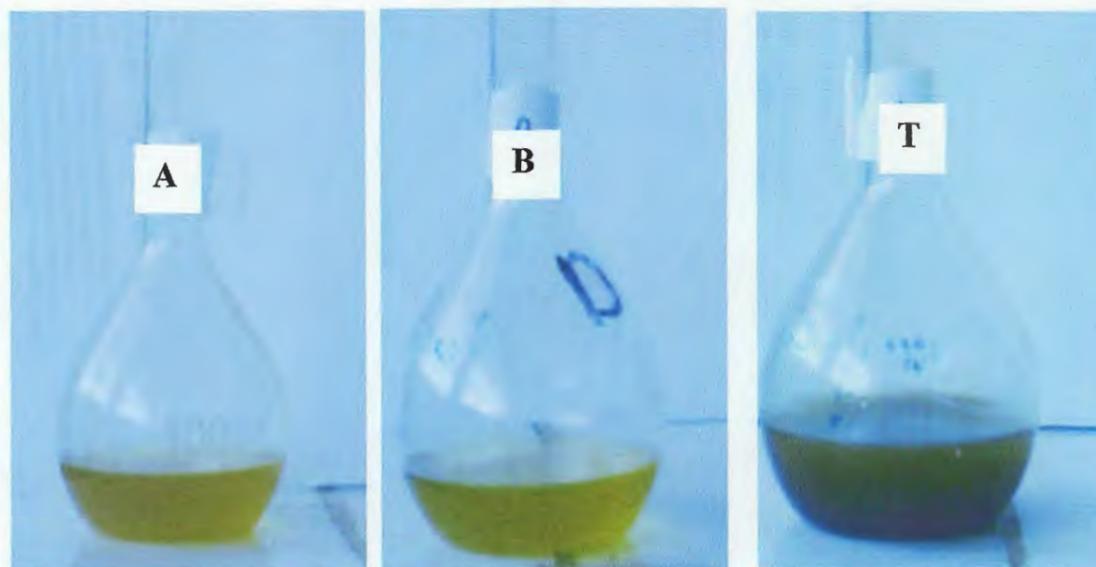
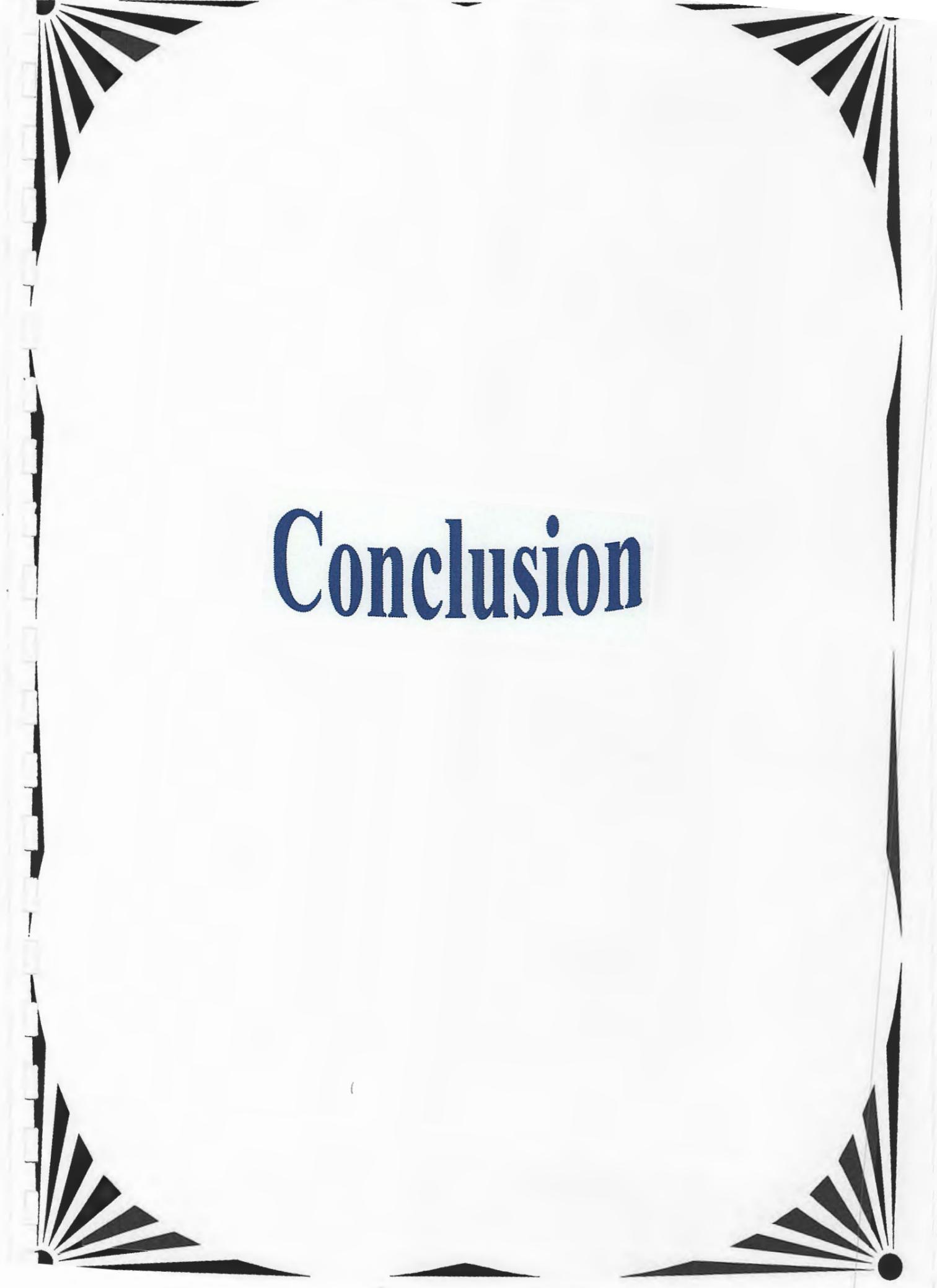


Photo 3: Analyse visuelle des trois échantillons

Au niveau de la bouche, les résultats montrent que l'huile (A) est une huile un peu onctueuse plus ou moins ardente, peut être qu'elle est produite à partir d'olives encore vertes, d'un goût agréable. Quant à l'huile (T), elle se trouve onctueuse, non ardente avec une persistance aromatique ce qui lui confère un goût agréable. Cependant, l'ensemble des dégustateurs ont signalé que l'huile (B) est une huile fluide, de goût désagréable de façon que l'un des dégustateurs l'a caractérisé d'huile sans goût, ce qui décline l'huile et la rend défectueuse.

Enfin, l'attribution des notes aux échantillons d'huiles étudiées fait montrer que: l'huile (T) par unanimité de tous les dégustateurs est une huile de qualité exceptionnelle avec une note de 5. Tandis que, l'huile (A) a obtenu une note de 3 ce qui la classe comme une huile de qualité, alors que l'huile (B) semble être exclue de l'agréabilité, tous les dégustateurs lui ont attribué une note de 0, donc de qualité médiocre.



Conclusion

Conclusion

L'étude de la qualité de l'huile d'olive vierge extraite par différentes méthodes à savoir centrifugation, pression par scourtins et foulage à pieds a contribué à classer ces huiles selon les normes nationales et internationales dans la catégorie: huile d'olive vierge courante pour l'huile extraite par foulage à pieds, huile d'olive vierge lampante pour les huiles extraites par centrifugation et par pression "scourtins".

Par ailleurs, le dosage des antioxydants naturels, polyphénols et le β -carotène, a montré la richesse de l'huile d'olive extraite par le foulage à pieds par ces composés en comparant aux deux autres huiles, ce qui la rend moins susceptible à l'oxydation.

L'analyse de la composition en acides gras a permis de détecter les mêmes types d'acides gras dans les trois échantillons avec dominance de l'acide oléique.

D'autre part, l'évaluation de la qualité microbiologique montre qu'il n'y a pas une grande différence entre les trois huiles étudiées. En plus, il faut signaler qu'il n'y a pas des normes établis pour la qualité microbiologique des huiles d'olive sur lesquelles en doit se baser pour donner un jugement à ce produit.

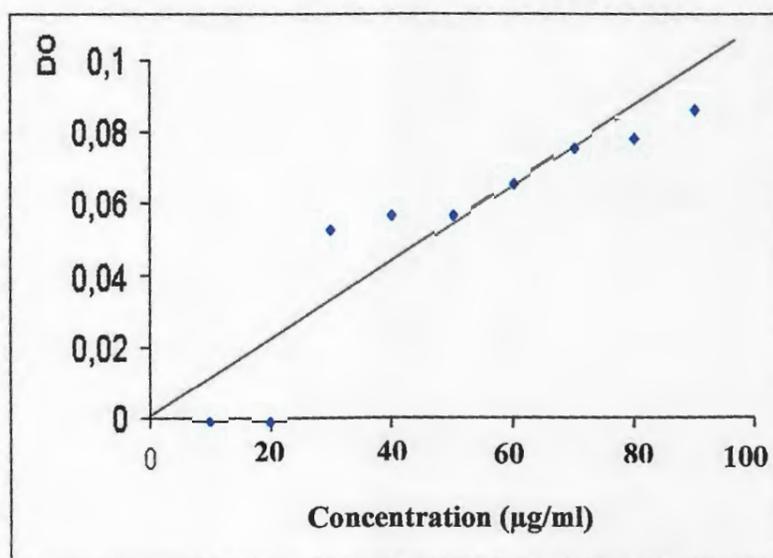
Sur le plan organoleptique, il apparaît que l'extraction de l'huile d'olive par la méthode "foulage à pieds" a préservé la qualité organoleptique de l'huile, contrairement aux deux autres méthodes.

Sur la base de tous les conclusions tirées, on peut dire qu'il n'y a pas une grande différence entre la qualité de l'huile extraite par le système de centrifugation et celle extraite par le système de pression "scourtins". Par contre, la différence est observée en comparant la qualité de l'huile obtenue par ces deux systèmes avec celle de l'huile obtenue par la méthode "foulage à pieds". Cette dernière influe positivement sur la qualité de l'huile.

Annexes

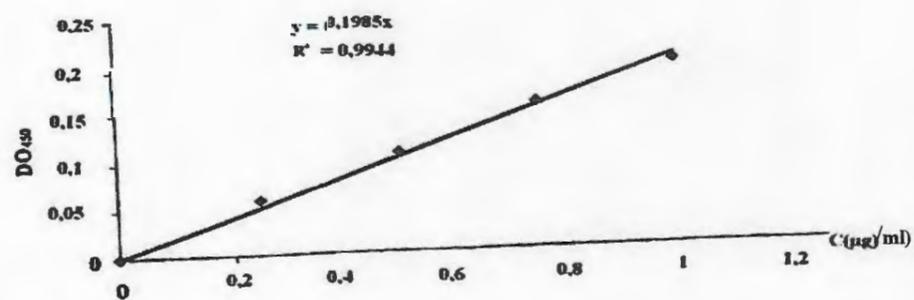
Annexes

Annexe1: Courbe d'étalonnage des polyphénols :



Concentration (µg/ml d'acide gallique)

Annexe2: Courbe d'étalon du β- carotène (Déymie et al.,1981):



Remarque : il est préférable de réaliser la courbe d'étalonnage du β-carotène dans le laboratoire.

Annexe3: Composition en acides gras des trois échantillons d'huile séparés par GC-MS.

Tableau1: Composition en acides gras de l'huile extraite par centrifugation (Ahmia) (GC-MS):

Acide gras	Pourcentage (%)	Surface (%)	Temps de rétention
2-hexadécénoïque	2.13	2.24	9.360
Acide palmitique	21.41	22.05	10.284
Acide linoléique	2.85	3.76	18.229
Acide oléique	64.32	66.70	19.037
Acide vaccinique	4.09	2.23	19.244
Acide stéarique	5.20	3.02	20.608

Tableau2: Composition en acides gras de l'huile extraite par pression (Boukria) (GC-MS):

Acide gras	Pourcentage (%)	Surface (%)	Temps de rétention
Acide palmitoléique	2.57	2.92	9.277
Acide palmitique	19.24	21.70	10.175
Acide linoléique	5.21	6.72	18.152
Acide oléique	65.52	63.07	18.878
Acide vaccinique	3.43	2.76	19.174
Acide stéarique	4.12	2.84	20.584

Tableau3: Composition en acides gras de l'huile extraite par foulage à pieds (GC-MS):

Acide gras	Pourcentage (%)	Surface (%)	Temps de rétention
2-hexadécénoïque	2.39	2.57	9.367
Acide palmitique	25.14	27.59	10.261
Acide linoléique	3.83	5.01	18.209
Acide oléique	62.05	60.12	18.988
Acide vaccinique	2.84	2.13	19.229
Acide stéarique	3.74	2.58	20.610

Annexe4: Fiche de dégustation de l'huile d'olive vierge (COI, 2003):

Dégustation:
Visuel: couleur-intensité-qualité:.....
Olfactif: intensité-qualité-type-caractère:.....
Bouche: Ardence-amertume-consistance (fluidité, onctuosité)-intensité et qualité des arômes-persistance aromatique:.....
Harmonie générale-jugement d'ensemble:.....
Note de 0 à 5 :
0 : éliminé avec défaut- 1 : éliminé qualité moyenne- 2 : correct- 3 : huile de qualité- 4 : huile remarquable, typique- 5 : huile exceptionnelle.

Annexe5: Caractéristiques qualitatives des huiles obtenues par les méthodes de la centrifugation, de la pression et du "fouillage à pieds":

paramètres	centrifugation	Pression "scourtins"	Fouillage à pieds
PH	5.97	5.00	6.03
Indice d'acide	6.82	11.86	6.35
Acidité (%)	4.31	5.93	3.17
Humidité (%)	0.6	0.3	1.5
Impuretés (%)	0.6	0.5	2.2
Indice de peroxyde (med'O₂/kg)	3.52	2.88	2.24
Indice de saponification (mg KOH/kg)	179.52	185.13	159.88
Indice d'iode	93.06	74.87	74.02
Point de fumée (°C)	184.4	184.7	188.7
Point de fusion (°C)	14.8	12.8	18.4
Point de solidification (°C)	1.8	1.6	6.6
Densité relative (20°C/eau à 20°C)	0.904	0.915	0.956
Indice de réfraction (nD 20°C)	1.4662	1.4664	1.4667
K₂₃₂	1.333	1.666	1.173
K₂₇₀	0.185	0.243	0.236
Composés phénoliques (µg/ml)	70	60.8	134
β-carotène (µg/ml)	1.4	1.56	3.1



Références bibliographiques

Références bibliographiques

A-B

- Ait Abdlouahab.N, 2001.** Microbiologie alimentaire. *Office Des Publications Universitaires*. 54-75.
- Alais.C et Linden.G, 1997.** Biochimie alimentaire. *Masson*. 55-69.
- Alba.J, Izquierdo.J.R et Gutierrez.F, 1997.** Aceite de oliva virgen. Análisis sensorial. *Grasas y Aceites*, S.A. Madrid.
- Amirante.R, Cini.E, Mantel G.L et Pasqualone.A, 2001.** Influence of mixing and extraction parameters on virgin olive oil quality. *Grasas y Aceites*. V 52. (Fasc. 3-4). 198-201.
- André.E, 1964.** les corps gras. *Lavoisier*. 40-70.
- Anonyme, 2000.** Centre d'activités régionales pour la production propre (CAR/PP). Prévention de la pollution dans la production d'huile d'olive. 8-30.
- Anonyme, 2005.** Code d'usages international recommandé pour l'entreposage et le transport des huiles et graisses comestibles en VRAC.CAC/RCP 36-1987.
- Anonyme, 2006.** Les huiles et notre santé. ITERG : Institut des corps gras.
- Anonyme, 2007.** Une bonne compagne oléicole malgré certains aléas. Jijel.info. 1-2.
- Argenson.C, Regis.S, Jourdain J.M, Vaysse.P, 1999.** L'olivier. 163-185.
- Audigié.Cl, Figarella.J, Zonszain.F, 1984.** Manipulation d'analyse biochimique. *Doin éditeurs*. 215-233.
- Baccioni.L, 2002.** Développement de l'oléiculture valorisation des sous produits. Chambre nationale de l'agriculture-Alger.
- Ben Tekaya.I et Mnasser.H, 2005.** Etude de la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge extra tunisienne au cour de son stockage. Oléagineux, corps gras, lipides. V 12. (n°5.447.54).
- Ben Tekaya.I et Mnasser.H, 2007.** Effet des chlorophylles, du bêta-carotène, de l'alphatocophérol, du tyrosol et de leur interaction sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive tunisienne. OCL V 14 N°1.
- Bianchi.G et Pozzi.N, 1994.** 3,4 dihydroxyphenyl glycol. A major C₆-C₂ phenolic in olea europaea fruits. *Phytochemistry* 31. 1335-1337.
- Boggia.R, Evangelist, Rossi.N, Salvadeo.P et Zunin.P, 2005.** Chemical composition of olive oils of the cultivar Colombaia. *Grasas y Aceites*. V.56. (Fasc.4). 237-242.
- Boudour.N, 1998.** Thèse magister : Etude comparative de la composition chimique de deux variétés d'huile d'olive issues des régions de Guelma et de Tadmait. 39, 74,75.
- Bourgeois C.M et Leveau J.Y, 1991.** Technique d'analyses et de contrôle dans les industries agro-alimentaires. V 3. Le contrôle microbiologique. *Tec et Doc. Lavoisier*. 152-171.
- Brahadda.N, Abousalim.A, Walali Loudiyi D.E et Benali.D, 2003.** Effet du milieu de culture sur le microbouturage de

l'olivier (*Olea europaea* L.) CV Marocaine. *Institut agronomique et vétérinaire Hassan II*. 177-182.

Brandeis.A, 2005. Agreste Alpes-Maritimes. L'olivier un arbre millénaire pour une production d'avenir. *Direction Départementale de l'Agriculture et de la forêt des Alpes-Maritimes*. 1-3.

C-D

Cammas.G et Langevin.S, 2003. Les bonnes pratiques d'hygiène pour la fabrication de l'huile d'olive vierge : version indice 7. *Association française interprofessionnelle de l'olive*. 7-67.

Canler J.P, 2001. Performances des systèmes de traitement biologique aérobie des graisses. Graisses issues des dégraisseurs de station d'épuration des effluents à dominante domestique. FNDAE n°24. *Ministère de l'agriculture et de la pêche*. 7-13.

Catalano.L, Franco.L, De Nobili.M et Leita.L, 1999. Polyphenols in olive mill waste waters and their depuration plant effluents: a comparaison of the Folin-Ciocateau and HPLC methods. *Agrochimica*.43. 193-205.

Cavalli, 2004. Characterization of volatile compounds of French and Spanish virgin olive oils by HS-SPME: Identification of quality freshness markers. *Food Chemistry* 88(1), 151-157.

Charbonnier.A, 1991.L'huile d'olive : Aliment-Santé. *FRISON-ROCHE*. 23-27.

Cheftel J.C et Cheftel.H, 1976. Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. V 1. *Lavoisier*. 243-327.

Chimi.H, 2001. Qualité des huiles d'olives au Maroc. Enquête nationale et analyses au laboratoire. *MADREF/DERD* N° 79. 1-4.

Chimi.H, 2005.Conservations comparées de l'huile d'argan et de l'huile d'olive. *Cahiers Agricultures*. V 14. 467-471.

Chimi.H, 2006.Technologie d'extraction de l'huile d'olive et gestion de sa qualité. *Transfert de technologie en agriculture*. Revue N° 141. 1-4.

Ciafardini, 2004.Transfert of selected yeasts to oil through oil inoculation. *Italian Journal of Food Science* 16(1). 161-168.

Denis M.L, 1977.Importance actuelle de l'économie oléicole mondiale. *Manuel de l'oléiculture*. 1-13.

Déymie.B, Multon J.L, Simon.D, 1981. Analyse des constituants alimentaires .Techniques d'analyse et de contrôle des industries agro-alimentaires. *Lavoisier*. 273-280.

Di Giovacchino.L, 1996. L'influence des systèmes d'extraction sur la qualité de l'huile d'olive. *Grasas y Aceites*. 52-63.

E-F

Entressangles.B, 1978. Des acides gras aux matières grasses alimentaires : lipides et santé : quelles vérités ? *Lesieur*. 2-13.

Fedeli.E, 1977. Lipids of olives in progress in the chemistry of fats and other lipids. *Academic Press*. Oxford. 57-74.

Feinberg .M, Favier J.C et Ireland-Ripert.J, 1991. Répertoire des aliments : *Tec et Doc.Lavoisier*.67.

Frénot.M et Vierling.E, 2001. Biochimie des aliments. Diététique du sujet bien portant. *Lavoisier*. 79-103.

Pinatel.C, Petit.C, Denis.O et Artaud.J, 2004. Outil pour l'amélioration organoleptique des huiles d'olive vierges. Oléagineux, corps gras, lipides. V 11. *Association française interprofessionnelle de l'olive.* 52-60.

Q-R

Raoux.R, 1997. Huile d'olive : production et marché.(N° 5.369).70-74.

Raoux.R, 1998. Méthodologie et spécificité de l'analyse sensorielle dans le domaine des corps gras. Institut des corps gras. *ANALYSIS MAGAZINE*, 26.N°3. 66-71.

S-T

Siret.C, 2002. Les composants chimiques des produits alimentaires. *Techniques d'ingénieur.*

Trémolières.J, Serville.Y, Jacquot.R et Dupin.A, 1984. Manuel d'alimentation humaine. Aliments. Tome2. *Lavoisier.* 228-232.

Torres-Vila L.M, Rodrigurz M.C et Martinez J.A, 2003. Efectos del daño de la mosca del olivo y del atroje sobre la microflora en posta y la acidez del aceite virgen de oliva. *Grasas y Aceites.* V.54. (Fasc.3). 285-294.

Tutour.B et Guedon.D, 1992. Antioxydative activities of olea europaeae leaves and related phenolic compounds *phytochemistry* 31. 1173-1178.

U-V

Uceda.M, Jimenez.A et Beltrain.G, 2006. Olive oil extraction and quality. *Grasas y Aceites.* 57. 25-31.

Uzzan.A, 1992. Fruits oléagineux et leurs huiles. Manuel des corps gras. Tome 1. *Tec*

et Doc.Lavoisier. 221-228.

Valcàrcel.M, Gallogo.S, Cárdenas.S et Peña.F, 2002. Direct olive oil analysis. *Grasas y Aceites.* 1-7.

Valnet.J, 1985. Traitement des maladies par les légumes, les fruits et les céréales, *Lavoisier.* 226-230.

Vekiari S.A et Koutsaftakis.A, 2002. The effect of different processing stages of olive fruit on the extracted olive oil polyphenol content. *Grasas y Aceites.* V.53. (Fasc.3). 304-308.

Vekiari S.A, Papadopoulou. P et Koutsaftakis.A, 2002. Comparaison of different olive oil extraction systems and the effect of storage conditions on the quality of the virgin olive oil. *Grasas y Aceites.* V.53. (Fasc.3). 324-329.

Vekiari S.A, Papadopoulou.P et Kiritsakis.A, 2007. Effects of processing methods and commercial storage conditions on the extra virgin olive oil quality. *Grasas y Aceites.* V. 58(3). 237-242.

Vitagliano.M, 1961. Minor constituents of vegetable oils. *Riv.Ital.Sost.Grasse.* 36-40.

W-X-Y-Z

Walali L.D, Skiredj.A et Elattir.H, 2003. L'amandier, l'olivier, le figuier, le grenadier. *Transfert de technologie en agriculture.* Revue N° 105. 1-4.

Textes réglementaires :

C.E n° 796/2002 de la commission européenne du 6 mai 2002, relatif aux normes de commercialisation de l'huile d'olive. JOCE du 15.2.2002.

COI, 1996 : Conseil oléicole international : évaluation organoleptique

de l'huile d'olive vierge,
COI/T.20/DOC.N°15/Rev 1,113.

COI, 2001 : Conseil oléicole,
international : Analyse
spectrophotométriques dans l'ultraviolet,
COI/T.20/DOC. n°19.

COI, 2007 : Conseil oléicole
international : Analyse sensorielles de
l'huile d'olive ; méthode d'évaluation
organoleptique de l'huile d'olive vierge.
COI/T.20/DOC. n° 15.

Codex Alimentarius, 1993. Norme
révisée pour les huiles d'olives, CL
1993/15-FO.

Codex Alimentarius, 2003. Organisation
des nations unies pour l'alimentation et
l'agriculture : Programme Mixte
FAO/OMS sur les normes alimentaires
comités du codex sur les matières grasses
et les huiles. Dix-huitième session.

Codex STAN33 (1981) : Norme codex
pour les huiles d'olive vierges et raffinées
et pour l'huile de grignon d'olive raffinée.
Rév.1.1981.

IOOC, 1996 : Trade standard applying to
olive oil and olive pomaceoil. International
olive oil council, COT/T.15/ n° 2. Madrid
spain.

NA 1166/1990 : Norme Algérienne :
Spécification huile d'olive.

Berghida Nour-El-Houda
Belferkeh Nihed
Izri Houda

Encadreur: Dr. Idoui. T
Soutenu le: 30/06 /2008

Thème :

Etude de l'influence de la méthode d'extraction sur la qualité de l'huile d'olive vierge.

Résumé :

Dans le but de mettre en évidence l'influence des méthodes d'extraction sur la qualité de l'huile d'olive vierge, on a réalisé une étude sur trois échantillons extraits par centrifugation (à trois phases), pression par les scourtins et foulage à pieds. Les résultats obtenus montrent qu'il n'y a pas une grande différence entre la qualité de l'huile extraite par les deux premières méthodes alors qu'une différence qualitative est observée avec celle obtenue avec foulage à pieds. L'huile d'olive extraite par la méthode foulage à pieds présente la meilleure qualité en égard de sa faible acidité (huile courante), sa richesse en antioxydants naturels (polyphénols et β -carotène) et sa qualité organoleptique exceptionnelle.

Mots clés: huile d'olive vierge- extraction- centrifugation- pression - foulage à pieds- qualité.

Abstract:

In order to demonstrate influences of the extraction methods on the quality of the virgin olive oil, one achieved survey on three samples by extracted centrifugation (to three phases), pressure by the scourtins and pressing by feet. The gotten results show that there is not a big difference between the quality of oil extracted by the first two methods whereas a qualitative difference is observed with the one gotten with pressing by feet. Olive oil extracted by the pressing by feet method presents the best quality in consideration of its weak acidity (oil currant), its wealth in natural antioxydants (polyphenols and β - Carotene) and its exceptional organoleptic quality.

Key words: virgin olive oil- extraction- centrifugation- pressure- pressing by feet- quality.

ملخص :

يهدف معرفة تأثير طريقة الاستخلاص على جودة زيت الزيتون، قمنا بدراسة ثلاثة عينات مستخلصة بثلاث طرق مختلفة: الطريقة الحديثة (الطرد المركزي) و الطريقتين التقليديتين (الضغط و العصر بالرجل) -النتائج المتحصل عليها بينت بأنه لا يوجد اختلاف كبير بين جودة الزيت المستخلص بالطريقة الحديثة و التقليدية (الضغط) في حين لوحظ هذا الاختلاف بين هاتين الطريقتين وطريقة العصر بالرجل، وقد تبين بأن الزيت المستخلص بطريقة العصر بالرجل ذو نوعية جيدة نظرا لحموضته المنخفضة، غناه بمضادات الأكسدة الطبيعية (عديد الفينولات، الجزرين)، وخصائصه الذوقية المميزة.

الكلمات المفتاحية: زيت الزيتون- استخلاص-الطرد المركزي- الضغط- العصر بالرجل- الجودة.