



Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Chadli Bendjedid El-Tarf

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie

Département d'Agronomie

Filière des Sciences Alimentaires

Master académique en Sécurité Agroalimentaire et Assurance de Qualité



Mémoire

En vue de l'obtention du Diplôme de Master en Sécurité Agroalimentaire et
Assurance Qualité

Thème

Contribution à l'étude des caractéristiques physico chimique de
l'huile d'olive issues du mode d'extraction traditionnelle et
moderne au niveau de la wilaya El Tarf

Présenté et soutenu par :

Rahal Wissal

Devant le Jury :

Présidente	Mme Bencheikh A	Université Chadli Bendjedid-El Tarf
Examineur	Mme Delimi A	Université Chadli Bendjedid-El Tarf
Encadreur	Mme Benrachou N	Université Chadli Bendjedid-El Tarf
Co-Encadreur	Mme Medjeldi S	Université Chadli Bendjedid-El Tarf

Année universitaire : 2023/2024

Remerciements

Nous tenons à remercier tout d'abord notre Dieu le tout puissant pour son aide, sa protection ainsi que sa miséricorde tout le long de notre éducation.

Nous adressons nos vifs remerciements à notre encadreur, Dr. Benrachou pour ses précieux conseils, éclairages et corrections suggérées et ses critiques constructives. On la remercie pour sa générosité intellectuelle.

Tous mes sincères remerciements à Mme Bencheikh pour avoir accepté de présider et de juger notre travail ainsi qu'à Mme Delimi d'avoir accepté d'examiner notre mémoire de fin d'étude.

Nous remercions également l'ensemble du personnel du laboratoire de l'université de Chadli Ben Djedid El Tarf.

Merci à l'ensemble des professeurs de l'université de CHADLI Ben Djedid de notre cursus universitaire.

Dédicaces

*Je dédie ce travail à **mes chers parents** qui m'ont toujours encouragé, pour leurs sacrifices, leurs soutiens et leurs précieux conseils durant toute ma vie. Que Dieu vous bénisse et vous garde en bonne santé.*

*A mes chers frères : **Rostom, Youcef** pour leurs encouragements et leur grand soutien.*

*A mes chère sœurs : **Imen ,Ibtissem , Soundous, Thara***

Et à toute ma famille.

A vous cher lecteur

Résumé

Ce travail consiste en une étude comparative des caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive issue de deux méthodes d'extraction traditionnelle et moderne de la région d'El Tarf.

Pour cela, des analyses physico-chimiques ont été mesurées (humidité, acidité ; indice de peroxyde, de saponification, de réfraction et densité relative)

Les résultats ainsi obtenus, ont montré que tous les échantillons d'huiles étudiées présentent des caractéristiques physico-chimiques conformes à la norme de conseil oléicole international. Cependant les huiles d'olive provenant de l'extraction moderne sont de meilleure qualité que celle issues de l'extraction traditionnelle/

Mots clés : *Huile d'olive, extraction, moderne, traditionnelle, qualité.*

Abstract

This work consists of a comparative study of the physico-chemical characteristics of olive oil from two traditional and modern extraction methods in the El Tarf region.

To this end, physico-chemical analyses were carried out (moisture, acidity, peroxide value, saponification, refractive index and relative density).

The results obtained showed that all the oil samples studied had physico-chemical characteristics in line with the International Olive Oil Council standard.

However, olive oils obtained using modern extraction methods are of better quality than those obtained using traditional methods.

Key words: Olive oil, extraction, modern, traditional, quality.

المخلص

يتألف هذا العمل من دراسة مقارنة للخصائص الفيزيائية الكيمائية لزيت الزيتون من طريقتين تقليدية وحديثة للاستخلاص في منطقة الطارف.

وللقيام بذلك، تم قياس التحليل الفيزيائية الكيمائية (الرطوبة والحموضة وقيمة البيروكسيد والتصفية والانكسار والكثافة النسبية).

أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أن جميع عينات الزيت التي تمت دراستها كانت لها خصائص فيزيائية كيمائية تتوافق مع المعايير الاستشارية الدولية لزيت الزيتون.

ومع ذلك، فإن زيوت الزيتون التي تم الحصول عليها باستخدام طرق الاستخلاص الحديثة ذات جودة أفضل من تلك التي تم الحصول عليها باستخدام طرق الاستخلاص التقليدية.

الكلمات المفتاحية: زيت الزيتون، الاستخلاص، الحديث، التقليدي، الجودة.

Sommaire

Résumé

Abstract

ملخص

Listes Des Figures

Liste Des Tableaux

Liste Des Abréviations

Introduction.....01

Première partie : synthèse bibliographique

Chapitre I: l'Olivier et l'Olive

I. L'Olivier..... 03

I.1. Historique03

I.2. Définition et dénomination de l'olivier.....03

I.3. classification botanique de l'Olivier04

I.4. Exigences écologiques05

I.5. L'Oléiculture07

1. L'oléiculture dans le monde07

2. L'oléiculture dans L'algerie.....08

3. L'oléiculture dans la wilaya el teref10

II. L'Olive..... 12

II.1. Définition de l'olive.....12

II.2. Morphologie (composition d'olive)12

chapitre II : Huile d'olive 13

I .Huile d'olive13

I.1. Définition de l'huile d'olive13

I.2. catégories des huiles d'olive13

A. Huile d'olive vierge 13

a.Les huiles d'olives vierges propres à la consommation13

b. Les huiles d'olives vierges non propres à la consommation	13
B. Huile d'olive raffinée	14
C. L'huile De Grignons D'olive.....	14
D. L'huile D'olive.....	14
II.3. La composition chimique de l'huile d'olive	14
3.1. La fraction saponifiable	15
3.2. La fraction insaponifiable	16
II.5. Méthodes d'extraction	19
1. La méthode traditionnelle« artisanale ».....	Error! Bookmark not defined.
2. La méthode moderne	Error! Bookmark not defined.
III. Avantages et inconvénients d'extraction traditionnelle et industrielle	24

Deuxième partie : partie expérimental

Chapitre I : Matériels et méthode

I. Présentation de la zone d'étude	27
1.2. Localisation géographique et caractéristique climatique de la région	27
II. Echantillonnage	27
III. Techniques d'analyse physicochimique	28
1. Teneur en huile des olives (%)	28
2. Détermination de l'acidité libre.....	29
3. L'humidité.....	31
4. l'indice de réfraction.....	33
5. Indice de peroxyde	34
6. Indice d'iode.....	34
7. Indice de saponification	35

Chapitre II: Résultats et discussions

1. Teneur en huile des olives (%)	36
2. Détermination de l'acidité libre.....	36
3. L'humidité.....	37
4. l'indice de réfraction.....	38
5. Indice de peroxyde	38

6. Indice d'iode.....	39
7. Indice de saponification.....	40
Conclusion générale.....	42
Références bibliographiques.....	44

Liste de figure

Figure 1. Aire mondiale actuelle de culture de l'olivier	07
Figure 2: Répartition des oliviers dans la région méditerranéenne	08
Figure 3: Pressoir traditionnel à l'huile d'olive en Kabylie durant la période coloniale	09
Figure 4 : Répartition géographique des différentes variétés d'olivier produites en Algérie..	09
Figure 5: Structure de l'olive et répartition des composés chimiques	12
Figure 6: réaction de formation des triglycérides.....	15
Figure 7: Structures chimiques de quelques stérols présents d l'huile d'olive..	17
Figure 8: Structure générale d'un β -carotène	18
Figure 9: Systèmes d'extraction traditionnelle	21
Figure 10: Technique traditionnel de l'extraction d'huile d'olive.	21
Figure 11 : technique moderne de l'extraction d'huile d'olive	23
Figure 12 : carte géographique de la zone d'échantillonnage	27
Figure 13: Les deux extraits d'huiles issues.....	28
Figure 14 : détermination de l'acidité	32
Figure 15 : détermination de la teneur en eau et en matières volatiles	32

Liste de tableaux

Tableau 1. Classification botanique de l'olivier	07
Tableau 2. Composition chimique de l'olive	08
Tableau 3. les teneurs limites de l'huile d'olive en acides gras	16
Tableau 4. Avantages et inconvénients d'extraction artisanale.....	24
Tableau 5. Avantages et inconvénients d'extraction industrielle	25
Tableau 6. valeurs moyenne de l'acidité	36
Tableau 7. l'humidité des huiles d'olive analysées	37
Tableau 8. valeurs moyenne de l'indice de réfraction.....	38
Tableau 9. valeurs moyenne de l'indice de peroxyde..	39
Tableau 10. valeurs moyenne de de l'indice d'iode	39
Tableau 11. Indice de saponification des huiles analysés.....	40

Liste des abréviations

°C: Degré Celsius

COI : conseil oléicole international

DSA : Direction des services agricole

Echant: Echantillon

H (%): Humidité en pourcentage

I₂: indice d'iode

INA: Institut national Agriculture

IP: indice de peroxyde

ISO: organisation internationale de normalisation

ITAFV: Institut Technique D'arboriculture Fruitière Et De La Vigne

JC: Jésus-Christ

K₂₃₂: Coefficient d'extinction spécifique à 232nm

k₂₇₂: Coefficient d'extinction à 270n.

KOH : hydroxyde de potassium.

LDL :Low Density Lipoprotein

MADR :Ministre de l'agriculture et de développement rural

Max: Maximum

méq : milliéquivalent

Min : Minimum

Moy ± E : Moyenne ± Ecarte type

N : Normalité

nm : nanomètre

ppm: partie par million

ql : quintal

Nbre : Nombre

O₂ : Oxygène

RDT: Rendement

V : Volume



Introduction

Introduction

L'olivier, *Olea europaea*, est largement cultivé dans le bassin méditerranéen, son caractère sacré, et ses bienfaits multiples (**Bouزيد & Boudraa, 2016**).

L'huile d'olive occupe une place centrale dans le patrimoine culturel et culinaire des pays méditerranéens, considérée comme la plus ancienne culture et l'huile comestible principale dans ces régions. Elle est particulièrement appréciée pour son goût distinctif et ses vertus thérapeutiques, diététiques, et nutritionnelles (**Derbah & Hamidi, 2020**).

En Algérie, l'huile d'olive revêt une importance économique et sociale majeure, avec un verger oléicole national s'étendant sur plus de 400 mille hectares, abritant environ 6 200 000 oliviers (**Meriem et al. 2022**).

Ces dernières années, l'Algérie a manifesté un intérêt croissant pour le développement de la culture de l'olivier, notamment dans des régions spécifiques et même en direction du Sahara. Des progrès significatifs ont été réalisés dans le but d'améliorer à la fois la quantité et la qualité des huiles vierges et vierges extra (**Iddir, 2020**). La qualité de l'huile d'olive est déterminée par un ensemble de caractéristiques chimiques, physiques et sensorielles, régies par des normes établies par le Conseil oléicole international (**COI, 2015**).

Cette qualité varie en fonction de plusieurs facteurs tels que la variété d'olive, la région de culture, le degré de maturité au moment de la récolte, les techniques de cueillette et de stockage, ainsi que les méthodes d'extraction (**Boukhama, 2022**).

L'huile d'olive présente un intérêt nutritionnel considérable en raison de sa composition en acides gras et de sa richesse en polyphénols. Ces composés phénoliques sont particulièrement appréciés pour leurs puissantes propriétés antioxydantes, qui pourraient contribuer à prévenir ou à ralentir le développement de maladies dégénératives et cardiovasculaires. Par conséquent, l'optimisation de leur présence dans l'huile d'olive revêt un réel intérêt pour la santé publique (**Veillet, 2010**).

L'objectif de notre étude consiste en l'analyse des paramètres physico-chimiques d'huiles d'olive issue de deux méthodes d'extraction traditionnelle et moderne au niveau de la région d'El Tarf.



Partie Bibliographique

Chapitre 1 : Généralités sur l'olivier et l'olive

I. L'Olivier

I.1. Historique

L'olivier sauvage est présent depuis au moins 6000 ans avant Jésus-Christ. Des vestiges ont été découverts dans l'ancienne Asie Mineure, témoignant de la présence de cet arbre millénaire (Vican, 2006).

L'oléastre authentique aurait été présent en Algérie dès le 12^{ème} millénaire avant notre ère. Cependant, jusqu'à l'arrivée des Phéniciens (entre 4000 et 3000 Av J.C), aucune trace ne permet de comprendre son évolution.

Par la suite, la culture de l'olivier a étendu son influence au-delà de la Méditerranée avec la découverte de l'Amérique en 1492. En 1560, des oliviers ont été découverts au Mexique, puis au Pérou, et ils sont également présents en Afrique du Sud et en Australie, ainsi qu'au Japon et en Chine. Néanmoins, l'olivier reste fondamentalement associé à la culture méditerranéenne (COI, 2006).

Depuis l'Antiquité, l'olivier a constamment symbolisé la paix, la prospérité, la sagesse et l'abondance. Considéré comme un arbre sacré, il était strictement interdit de le couper. Cultivé depuis des millénaires et associé à diverses civilisations de l'Antiquité, l'olivier demeure aujourd'hui le symbole de l'unité entre les pays méditerranéens.

I.2. Définition et dénomination de l'olivier

L'olivier, arbre emblématique des régions chaudes et arides, est une caractéristique familière des pays situés autour du bassin méditerranéen, où il représente l'une des cultures traditionnelles les plus importantes (Karleskind, 1992).

Près de 2000 variétés cultivées à travers le monde, l'olivier fait partie de la famille des Oléacées, tout comme le jasmin, le troène, le lilas et le frêne. Ce qui le distingue des autres arbres fruitiers, c'est sa remarquable longévité : certains oliviers peuvent vivre plusieurs siècles. En effet, même si le tronc principal vient à disparaître avec le temps, de nouveaux rejets qui se développent à sa base assurent la perpétuation de l'arbre, lui donnant ainsi une nouvelle vie.

Le genre *Olea*, dont il fait partie, englobe quelque huit sous-espèces dont la variante *Olea europea* qui comprend à son tour deux catégories : l'olivier sauvage (*Olea europea Sylvestris*) qui produit des fruits inutilisables, et l'olivier cultivé (*Olea europea Sativa*) qui est destiné à plusieurs fins selon le type d'arbre considéré (Vican, 2006).

I.3. classification botanique de l'Olivier

En botanique, il existe plusieurs classifications. la plus utilisée est la classification des Angiospermes de Cronquist (1981), basée sur des critères anatomiques, morphologiques et chimique. La plus récente des classifications est la classification phylogénétique des Angiospermes : APG. (Angiosperms Phylogeny Group 2° Edition, 2003).

Tableau 1. Classification botanique de l'olivier (GUIGNARD, 2004).

Embranchement	<i>Spermaphytes</i>
Sous-embranchement	<i>Angiospermes</i>
Classe	<i>Eudicotyledones</i>
Sous classe	<i>Astèridèes</i>
Ordre	<i>Lamiales</i>
Famille	<i>Oléacées</i>
Genre	<i>Olèa</i>
Espèce	<i>Oléa européa</i>

I.4. Exigences écologiques

- **Sol**

Le sol doit être profond, perméable, bien équilibré en éléments fins (50% d'argile + limons) et 50% en éléments grossiers (sables moyens et grossiers).

Le pH peut aller jusqu'à 8 à 8,5 avec, cependant des risques d'induction de carence en fer et en magnésie (cas de sols trop calcaires) (**Wallali et al. 2003**).

- **Température**

L'exposition quotidienne de l'olivier à des températures variées joue un rôle crucial dans sa croissance, en particulier pendant sa phase de floraison, lorsque ses bourgeons floraux se forment à la fin de l'hiver (environ deux mois avant la pleine floraison). Une étude a démontré que des températures élevées réduisent considérablement la formation des fleurs de l'olivier. Pour favoriser une floraison optimale, l'olivier nécessite au moins 10 semaines d'exposition à des températures comprises entre 12 et 13 °C. (**Boulouha et al., 2006**).

Mais aussi les basses températures ont leurs propres influences sur l'olivier car elles jouent un rôle primordial dans l'initiation floral de l'arbre qui se produit généralement en fin d'été et début automne ceci est réalisable si les températures étaient moyennement décroissantes car :

- Une forte baisse de température (0 à -1°C) peuvent causer des dégâts très importants sur la floraison
- Une forte augmentation de température : par exemple, à 35-38°C un arrêt de croissance végétative est aperçue tandis que si la valeur dépasse 40°C des brûlures endommageront l'appareil foliacé et peuvent faire chuter les fruits surtout s'il y a un manque d'irrigation (**Wallali et al. 2003**).

- **Besoins en eau**

L'olivier peut supporter une longue période de stress hydrique .mais pour des rendements économiquement intéressants, les pluviométries faibles et irrégulières (moins de 300 mm par an) doivent être complétées par une irrigation pendant l'été, période où l'évaporation est importante et où les réserves en eau du sol sont généralement insuffisantes (**Jean et Evelyne, 2005**).

- **Humidité atmosphérique**

Une humidité atmosphérique modérée peut être bénéfique tant qu'elle n'excède pas les 60 % et qu'elle n'est pas constante, car une humidité excessive favorise le développement de maladies et de parasites (**ITAF, 2016**).

- **Altitude**

Le choix de l'altitude pour la culture de l'olivier dépend de plusieurs facteurs. Pour les versants exposés au nord, il est recommandé de ne pas dépasser les altitudes de 700 à 800 mètres, tandis que pour les versants exposés au sud, les limites sont de 900 à 1000 mètres (**ITAF, 2016**).

- **Lumière**

Bien que l'olivier ne soit pas très sensible à la durée d'exposition à la lumière, celle-ci reste un élément essentiel pour assurer une production de qualité (**Boulouha et al. 2006**). En effet, un manque d'éclairage et de soleil peut affecter la formation des fruits et accroître le risque d'infection par des parasites tels que la fumagine et les cochenilles (**Wallali et al. 2003**).

- **Autres facteurs climatiques**

Brouillard : Il est néfaste car il provoque la chute des fleurs (coulture).

Neige : Elle provoque la rupture des branches.

Grêle : Elle détruit les jeunes rameaux (**ITAF, 2016**).

I.5. L'Oléiculture

L'oléiculture est un système agricole producteur de l'huile d'olive et de l'olive destinée à la consommation humaine. Elle est caractéristique de la région méditerranéenne et des régions qui bénéficient d'un climat similaire (Rallo, 1998).

1. L'oléiculture dans le monde

- **Importance**

La culture de l'olivier dans le monde occupe en 2005, 7,5 millions d'hectares pour une production de 14,9 millions de tonnes d'olives avec un rendement moyen de 20 q/ha. Sur la période 2000-2006, la production mondiale moyenne annuelle s'élève à 2.778.800 tonnes d'huile d'olive et à 1.638.300 tonnes d'olives de table (COI, 2019).

La production mondiale d'huile d'olive est passée de 1.453.000 tonnes en 1990 à 2.820.000 tonnes en 2006, alors que dans le même temps la production d'olives de table passait de 950 000 tonnes à 1 832 500 tonnes.



Figure 1 : Aire mondiale actuelle de culture de l'olivier (Afidol)

Même si l'olivier se trouve sur les quatre continents, près de 98% de l'huile d'olive produite dans le monde provient du Bassin méditerranéen. Il est largement reconnu comme

emblématique de cette région. Son habitat principal se situe généralement entre le 25ème et le 45ème parallèle de latitude, tant dans l'hémisphère nord que dans l'hémisphère sud (**Argenson, 2008**).



Figure 2: Répartition des oliviers dans la région méditerranéenne (**Argenson, 2008**).

2. En Algérie

L'Algérie fait partie des principaux pays méditerranéens dont le climat est plus propice à la culture de l'olivier. Elle se positionne après l'Espagne, l'Italie, la Grèce, la Turquie, la Syrie, la Tunisie, le Maroc et l'Égypte qui sont les plus gros pays producteurs d'olives et d'huile d'olives. Avec une superficie en constante augmentation (**Sidhoum, 2011**).

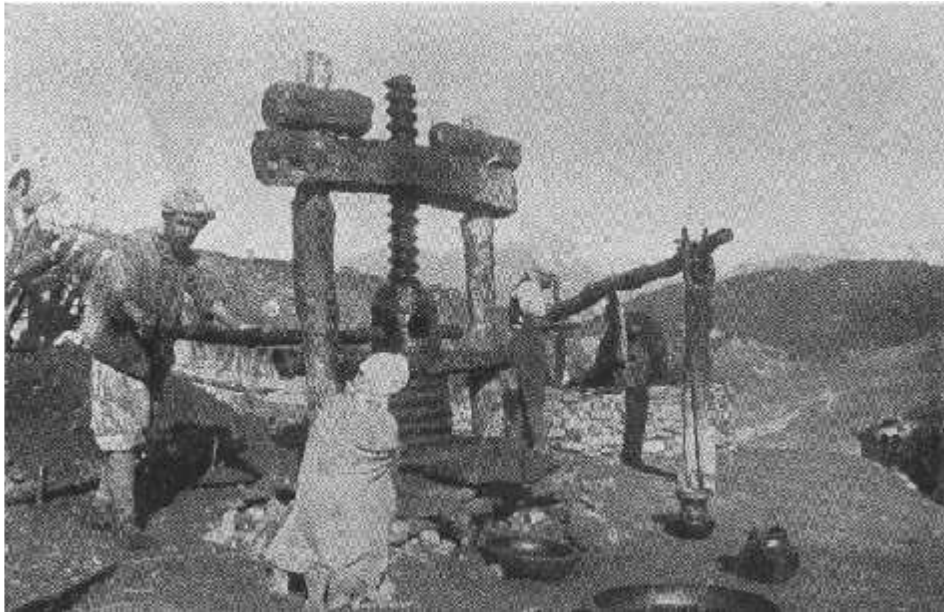


FIGURE 3: PRESSE TRADITIONNEL A L'HUILE D'OLIVE EN KABYLIE DURANT LA PERIODE COLONIALE (MARTIN, 1939).

Les principaux sont les plus anciens vergers oléicoles se trouvent dans les régions montagnardes et les collines recouvrant une surface de 195 000 hectares, ainsi que dans les plaines occidentales du pays (Mascara, Sig, Relizane) et dans les vallées comme la Soummam. Cette superficie a bien nettement augmenté par la mise en place d'un programme national pour le développement de l'oléiculture intensive dans les zones steppiques, présahariennes et sahariennes (Msila, Biskra, Ghardaïa...). La carte si dessous montre la nouvelle distribution oléicole, il est net expansion des superficies vers les zones steppiques, présahariennes et même sahariennes(**Abdessemed, 2017**).

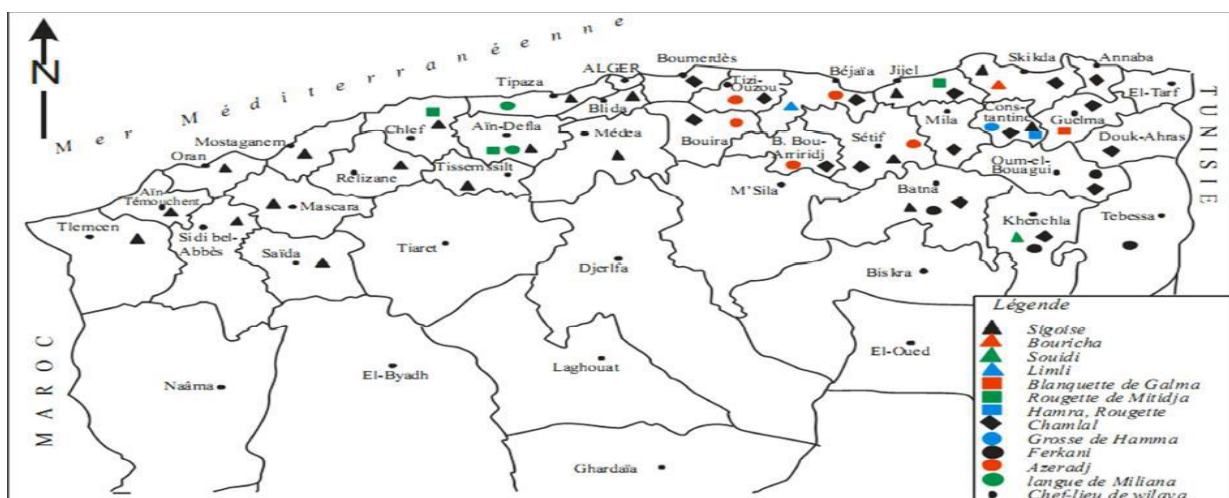


Figure 4 : Répartition géographique des différentes variétés d'olivier produites en Algérie (Belhain, 2016).

2.1. Les variétés d'olivier les plus cultivées en Algérie :

L'olivier constitue l'une des principales espèces cultivées en Algérie. En effet ; l'oléiculture algérienne se dispose d'une gamme diversifiée de variétés répartis sur tout le territoire national

- **Au Nord du pays :** On trouve la variété **Chemlal** qui est très estimée pour la conservation, rendement élevé en huile, variété auto fertile, représente 40% du patrimoine oléicole nationale.
- **A l'Ouest :** La variété **Sigoise** est une variété auto- fertile occupant 25% du verger oléicole algérien.
- **A l'Est du pays :** Se situe :
Rougette de Mitidja qui est une variété à huile installée dans la plaine de Mitidja et sur le prénom de l'Atlas, à faible altitude
Rougette et blanquette de Guelma : Sont deux variétés d'olive cultivés en Algérie. La rougette est connue pour sa couleur rouge, tandis que la blanquette est caractérisée par sa couleur claire et son goût doux.

3. Dans la wilaya d'El Tarf

La wilaya d'El Tarf en Algérie est connue pour sa production d'huile d'olive, qui fait partie intégrante de son agriculture. Voici quelques informations sur l'oléiculture dans cette région :

1. **Superficie cultivée :** La superficie dédiée à la culture des oliviers dans la wilaya d'El Tarf est significative, avec de nombreuses exploitations agricoles engagées dans cette activité.
2. **Variétés d'olives :** Plusieurs variétés d'olives sont cultivées dans la région, notamment la Chemlal, la Sigoise, la Picholine, et la Koroneiki, chacune offrant des caractéristiques différentes en termes de rendement et de qualité d'huile.
3. **Techniques de culture :** Les agriculteurs d'El Tarf utilisent diverses techniques de culture adaptées au climat et au sol de la région. Cela peut inclure la pratique de l'irrigation goutte à goutte dans les zones où l'eau est rare, ainsi que des méthodes de taille et de fertilisation spécifiques.
4. **Récolte et transformation :** La récolte des olives a généralement lieu entre octobre et janvier, et elle est suivie d'une phase de transformation pour extraire l'huile d'olive. Les moulins à huile dans la région jouent un rôle crucial dans ce processus.

5. **Importance économique et sociale** : L'oléiculture est une source importante de revenus pour de nombreux agriculteurs d'El Tarf, contribuant à l'économie locale et offrant des emplois saisonniers pendant les périodes de récolte et de transformation.
6. **Défis et opportunités** : Malgré son importance, l'oléiculture dans la wilaya d'El Tarf est confrontée à des défis tels que la gestion de l'eau, la lutte contre les maladies des oliviers et la nécessité de moderniser les méthodes de production pour augmenter le rendement et la qualité de l'huile.

II. L'Olive

II.1. Définition de l'olive

Le fruit de l'olivier, l'olive, est une drupe charnue ayant une forme plus ou moins ovale, à peau lisse. Elle est constituée de l'extérieur vers l'intérieur de trois parties : l'épicarpe, le mésocarpe et l'endocarpe (Kiritsakis et Markakis, 1987; Fedeli, 1997).

II.2. Morphologie (composition de l'olive)

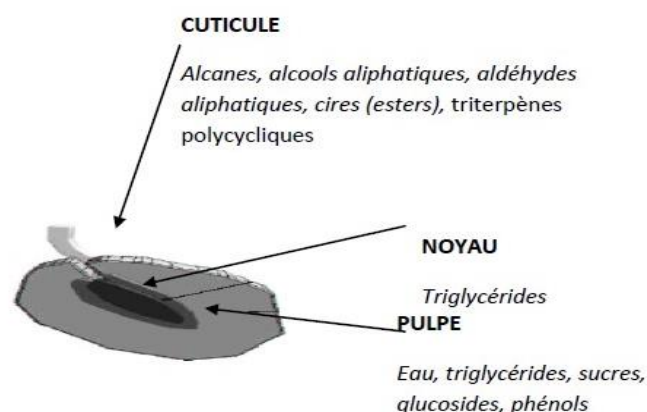


Figure 5: Structure de l'olive et répartition des composés chimiques (Roehlly, 2000)

Tableau 2. Composition chimique de l'olive (Roehlly, 2000)

Eau	48%
Polysaccharides (hémicellulose, cellulose, pectines)	27%
Huiles	21%
Mono-et disaccharides	3%
Cires, triterpènes, phénols	1%
Autres composés : alcanes, alkyl-esters, methyl-phenyl-esters, sterylestes, aldéhydes, alcools, stérols, triterpénoides polycycliques et acides gras à très longue chaîne carbonée	Traces

Chapitre II : L'huile d'olive

II.1 Définition de l'huile d'olive

Selon (COI, 2017) l'huile d'olive correspond à l'huile d'olive vierge obtenue à partir du fruit de l'olivier uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques, dans des conditions, qui n'entraînent pas d'altération de l'huile, et qui n'a subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration, à l'exclusion des huiles obtenues par solvant, par adjuvant à action chimique ou biochimique, ou par des procédés de ré estérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature.

II.2 Catégories des huiles d'olive

Une l'huile d'olive ne peut être obtenue que par des procédés physiques sans intervention de solvants. Cette définition est cependant incomplète et d'autres critères permettant de diviser les huiles en différentes sous-catégories (COI, 2018).

A. Huiles d'olive vierges

Selon (COI, 2019) sont les huiles obtenues du fruit de l'olivier (*Olea europaea L*) uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions, thermiques notamment, qui n'entraînent pas d'altération de l'huile. On distingue plusieurs classes :

a. Huiles d'olive vierges propres à la consommation en l'état

- **Huile d'olive vierge extra** : C'est l'huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est 0,8gramme pour 100 grammes d'huile.
- **Huile d'olive vierge** : C'est l'huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum 2 grammes pour 100 grammes d'huile.
- **Huile d'olive vierge courante** : C'est l'huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 3,3 grammes pour 100 grammes d'huile.

b. Huile d'olive vierge lampante (non propre à la consommation en l'état)

C'est l'huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est supérieure à 3,3 grammes pour 100 grammes et dont les caractéristiques organoleptiques et les autres

caractéristiques correspondent à celles fixées pour cette catégorie par la présente Norme. Elle est destinée aux industries des raffinages ou à des usages techniques (COI, 2015).

B. Huile d'olive raffinée

Huile d'olive obtenue par le raffinage d'huiles d'olive vierges dont l'acidité libre, exprimée en acide oléique, ne peut être supérieure à 0,3g pour 100g (COI, 2019).

C. Huile de grignons d'olive

C'est une l'huile obtenue par traitement aux solvants ou d'autres procédés physiques, des grignons d'olive, à l'exclusion des huiles obtenues par des procédés de réestérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature (COI, 2020).

D. Huile d'olive

Huile constituée par le coupage d'huile d'olive raffinée et d'huile d'olive vierge propres à la consommation humaine. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 1g pour 100g d'huile et ses autres caractéristiques correspondent à celles prescrites pour cette catégorie (COI, 2018).

II.3 Composition de l'huile d'olive

La composition de l'huile d'olive caractérise sa qualité ; elle varie en fonction de plusieurs facteurs, en particulier la variété, la maturité, la qualité des olives triturées et le procédé d'extraction, les conditions climatiques et l'origine géographique (Purcaro et al, 2014).

Les composés qu'elle renferme peuvent être subdivisés en deux grandes catégories :

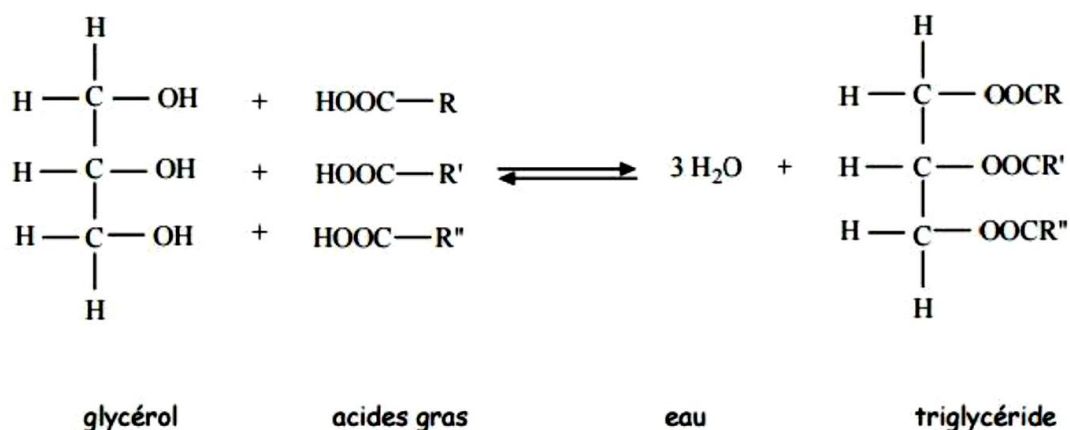
- Les substances saponifiables (triglycérides, acides gras) (environ 98% de l'huile) ;
- Les substances insaponifiables (environ 2 % de l'huile).

3.1.La fraction saponifiable

La fraction saponifiable comprend les acides gras et leurs dérivés tels que les acylglycérols et les phosphatides. Elle constitue environ 99% de l'huile et est responsable de la plupart de ses caractéristiques physiques, chimiques et métaboliques (Ryan et al. 1998).

- **Triglycérides**

ce sont des triesters d'acides carboxyliques avec le glycérol (**murry, 1998**), constituent le principal composant de l'huile d'olive (89-99%). les triglycérides sont fondamentalement responsables des propriétés physicochimiques de l'huile. les principaux triglycérides de l'huile d'olive sont la trioléine «ooo » (40 à 60 %), la dioléopalmitine « poo » (10 à 20 %), la dioléolinoléine « ool » (10 à 20 %), la palmitooléolinoleine « pol » (5 à 7 %) et la dioléostéarine « soo » (3 à 7 %).(**nahla, a.et all , 2022**)



**Figure 6: réaction de formation des triglycérides.
(djedioui abdallah2018)**

- **Les acides gras**

La composition en acides gras de l'huile d'olive joue un rôle important au niveau de sa qualité nutritionnelle. L'huile d'olive possède la particularité d'être très riche en un acide gras mono insaturé, l'acide oléique, accompagné de trois autres acides gras principaux, l'acide linoléique l'acide palmitique et l'acide stéarique, sa composition en acide gras varie avec l'origine de l'huile. l'huile d'olive par son degré d'insaturation peu élevé et par la présence de nombreuses substances antioxydantes , garde une bonne stabilité. les acides gras sont également utilisés comme moyen permettant de s'assurer de l'authenticité de l'huile d'olive et de détecter les fraudes dans les huiles commercialisées. (**lehouche, r. etbouzidi, h, 2018**)

Les limites en acides gras fixées par le conseil oléicole international (**COI 2003**) sont représentées dans le tableau 03.

Tableau 3. Les teneurs limites de l'huile d'olive en acides gras (C.O.I., 2003)

Acide gras	Formule	Limites fixées en acides gras (%)
acide myristique	c14 :0	≤ 0.05 %
acide palmitique	c16 :0	7.5 - 20.0 %
acide palmitoléique	c16 :1	0.3 - 3.5 %
acide heptadécanoïque	c17 :0	≤ 0.3 %
acide heptadécénoïque	c17 :1	≤ 0.3 %
acide stéarique	c18 :0	0.5 - 5.0 %
acide oléique	c18 :1	55.0-83.0 %
acide linoléique	c18 :2	3.5 - 21.0 %
acide linoléinique	c18 :3	≤ 1.0 %
acide arachidique	c20 :0	≤ 0.6 %
acide gadoléique	c20 :1	≤ 0.4 %
acide béhénique	c22 :0	≤ 0.2 %
acide lignocérique	c24 :0	≤ 0.2 %

3.2.Fraction insaponifiables

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

- Les hydrocarbures.
- Les tocophérols (vitamine E).
- Les alcools triterpéniques et aliphatiques.
- Les stérols.
- Les composés phénoliques (antioxydants).
- Les chlorophylles et carotène.

L'huile d'olive se caractérise par son parfum délicat et unique. Cet arôme très particulier est dû à toute une gamme de composants présents à très faibles concentrations.

Les constituants mineurs de l'huile d'olive sont des indicateurs de son authenticité (**Harwood J.L. et Aparicio R., 2000**), de même que ses caractéristiques sensorielles (**Ollivier D. et al, 2007**).

- **Les stérols**

C'est une famille de composants essentiels des membranes cellulaires, présents à la fois dans les organismes animaux et végétaux. Bien qu'ils partagent le même noyau, ils diffèrent par leur chaîne latérale. Dans l'huile d'olive extra vierge, la quantité totale de stérols varie généralement de 113 à 265 mg pour 100 g d'huile (**Gutierrez et al., 1999; Kiritsakis et Markakis, 1987**). Le principal stérol présent dans l'huile d'olive est le β -sitostérol, qui peut représenter jusqu'à 90-95% du total. Ce composé est reconnu pour ses propriétés anticarcinogènes (**Awad et al., 1998; Awad et al., 2000; Raicht et al., 1980**). Le campestérol et le stigmastérol, quant à eux, représentent environ 3% et 1% du total respectivement.

Des études ont démontré que les quantités de phytostérols fournies par un régime riche en huile d'olive extra vierge peuvent avoir un effet bénéfique sur les concentrations sériques de cholestérol (**Pelletier et al., 1995**).

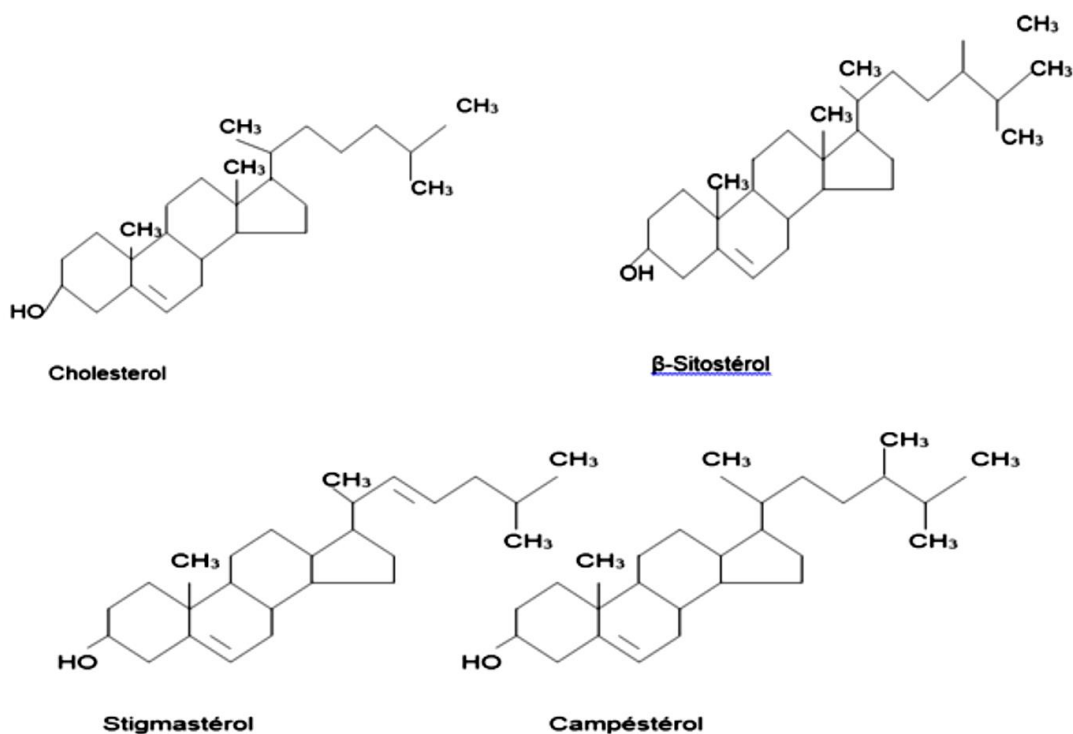


Figure 7: Structures chimiques de quelques stérols présents d l'huile d'olive.

(Graille, 2003).

- **Les tocophérols**

Les tocophérols sont reconnus pour leur double action bénéfique. En effet ils ont tout d'abord l'atout d'être une vitamine (vitamine E) et ils ont également une forte activité antioxygène (**Burton, 1986**). La teneur totale en tocophérols dans les huiles d'olive est très variable puisqu'elle a été reportée dans une gamme allant de quelques mg à 450 mg/kg d'huile. L'alpha-tocophérol représente à lui seul 90% de la totalité des tocophérols (Sherwin, 1976), mais on trouve également un peu de beta et gamma tocophérols, alors que le delta tocophérol n'est présent qu'à l'état de traces (**Sébastien.2010**).

- **Les hydrocarbures**

Ce sont les principaux composants de la fraction insaponifiable. Le composant majeur est les qualènes qui constituent 30 à 50 % de cette fraction. C'est un hydrocarbure polyénique dont la teneur est plus élevée que dans n'importe quelle autre huile d'origine végétale ou animale. Le squalène est un précurseur métabolique du cholestérol et autres stérols (**Samaniego-Sanchez C. et al, 2010**) Il y a également des hydrocarbures aromatiques, parmi lesquels plus de 77 composés, conférant à l'huile d'olive arôme et saveur (**Jacotot B.1993**). Ces composés ne sont pas à sous-estimer car ils ont une incidence positive sur la digestion.

- **Les pigments colorants**

La coloration de l'huile d'olive vierge est due essentiellement à la présence de pigments colorants appartenant à la famille des caroténoïdes et chlorophylle.

- **Les pigments caroténoïdes**

Le pigment caroténoïde surtout présent dans l'huile d'olive est le β -carotène (provitamine A) (**Figure 8**). Son taux varie de 0,3 à 3,7 mg / kg d'huile dont 2 mg de β -carotène se transforment en 1mg de vitamine A.

La provitamine A se transforme en vitamine A au cours de l'absorption intestinale (1mg de carotène = 0,5 mg de vitamine A) (**Kataja-Tuomola. M., 2008**).

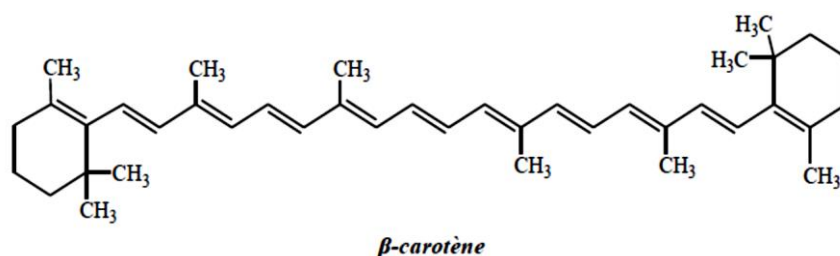


Figure 8: Structure générale d'un β -carotène (**Kataja-Tuomola. M., 2008**).

Le β -carotène présente une action vitaminique et antioxydante. Certains auteurs ont noté que les facteurs biologiques et technologiques, le système d'extraction, le mode et la durée de conservation et particulièrement la maturation du fruit influent sur la composition en pigments caroténoïdes de l'huile d'olive (NievesCriado. M et al, 2008).

- **La chlorophylle**

La chlorophylle est bien contenue dans l'huile d'olive, Les teneurs en chlorophylle, pour la plupart des huiles d'olives sont en fonction du degrés de maturité des fruits. Les faibles teneurs sont souhaitées pour éviter l'action pro-oxydante des pigments chlorophylliens et pour assurer une bonne conservation des huiles (Kiritsakis et al, 1987); d'où l'intérêt de produire des huiles d'olive à partir d'olives mûres et de procéder au défeuillage lors de l'extraction de l'huile. En effet, au début de la maturité des olives, la concentration en chlorophylles est élevée. Cette valeur diminue continuellement au fur et à mesure de la maturité des olives. Cette diminution est due à la dégradation de la chlorophylle en phéophytines qui confèrent à l'huile sa couleur jaune (Psomiadou et al, 2001 ; Ait Yacine, 2001).

II.5 Méthodes d'extraction

Il existe deux méthodes d'extraction de l'huile d'olive : la méthode traditionnelle artisanale et la méthode moderne.

La méthode traditionnelle« artisanale »

Elle est la plus ancienne est la plus répandue, dans les unités d'extraction classique, le processus d'extraction d'huile s'effectue selon les étapes suivantes :

- **Broyage des olives**

Il est réalisé par des meules. Les meules utilisées pour le broyage sont légèrement décentrées par rapport à l'axe de rotation, ce qui accentue la possibilité d'écrasement des olives. Cette étape permet donc d'obtenir une pâte qui contient de la matière solide (débris de noyaux, d'épiderme, de parois cellulaires, etc.) et des fluides (huile et eau de végétation, c'est-à-dire l'eau contenue dans les cellules de l'olive).

• **Malaxage de la pâte d'olive**

Cette étape permet de libérer le maximum d'huile. Des raclettes ramènent en permanence la pâte sous les meules qui jouent alors le rôle de malaxeuses. La pâte est obtenue au bout d'une demi-heure environ.

• **Séparation des phases**

La pâte est alors placée en couche de 2 cm d'épaisseur environ sur des disques en fibre de noix de coco (les Scourtins), eux-mêmes empilés les uns sur les autres autour d'un pivot central (appelé aiguille) monté sur un petit chariot. L'ensemble est placé sur un piston de presse hydraulique qui permet de faire subir à la pâte une pression. Cette opération est répétée jusqu'à l'assèchement complet de la pâte. À chaque pressée, on douche la pile de Scourtins contenant la pâte avec de l'eau chaude afin de faciliter l'exsudation de la phase liquide de la pâte. La phase liquide s'écoule dans un bac. Les grignons restent sur les Scourtins. Cette opération dure environ 45 minutes. Ensuite, chaque Scourtin est nettoyé.

• **Décantation**

L'huile, ayant une densité inférieure à celle de l'eau, remonte à la Surface. Il s'agit de la décantation naturelle. C'est une séparation des phases liquides (huile et eau de végétation), elle se fait à l'air libre dans des bacs en ciment, en faïence ou en argile.

Un sous-produit liquide a été généré à la fin de cette étape, appelé les margines, figure 09 (SELKA ,2014).

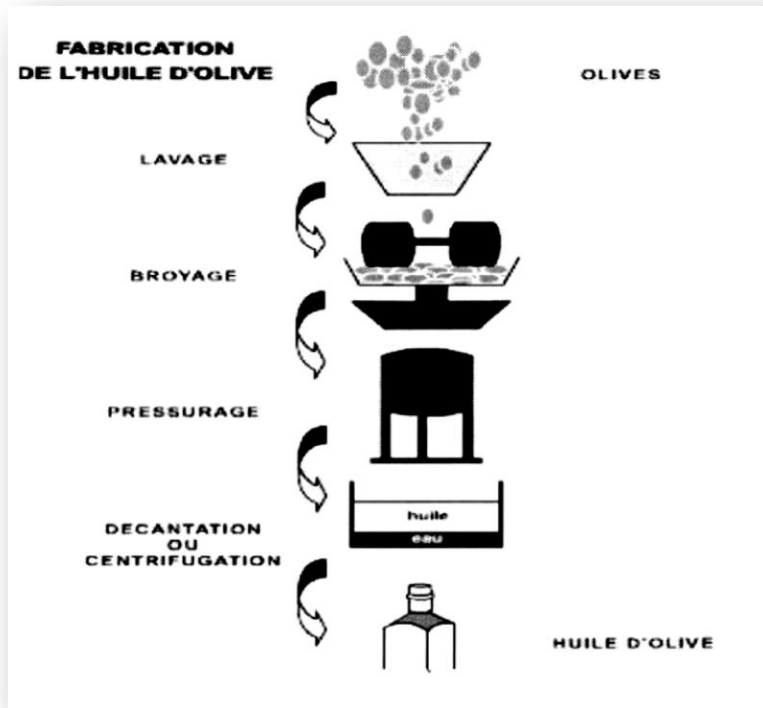


Figure 9 Systèmes d'extraction traditionnelle (ONC, 2010)

Il existe aussi plusieurs méthodes d'extraction artisanales appliquées par différents paysans selon les moyens et ses cultures la figure n° 6, montre une des méthodes artisanales réalisée par une paysanne

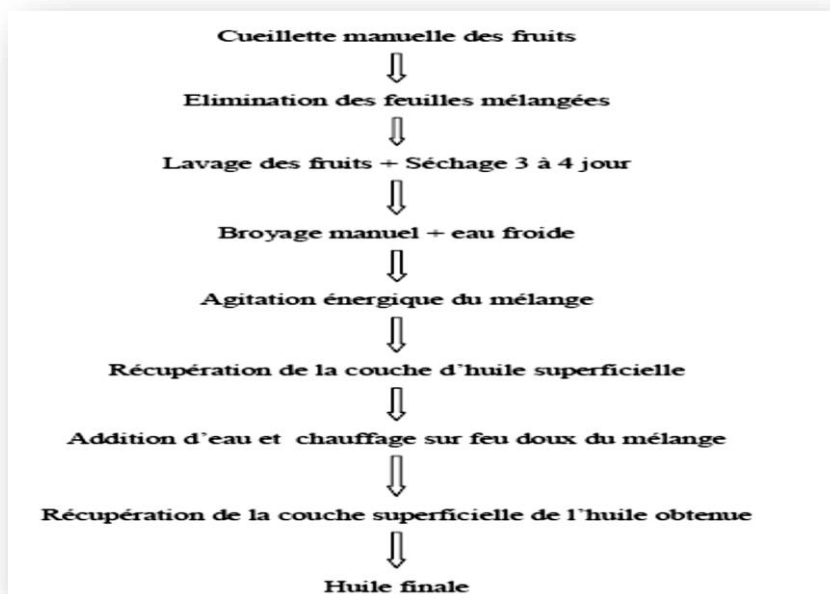


Figure 10: Technique traditionnel de l'extraction d'huile d'olive. (Gherib, 2015)

La méthode moderne

Elle fait appel à un appareillage entièrement automatisé. La chaîne dite «en continu» effectue toutes les opérations en deux phases. Le procédé de fabrication de l'huile d'olive est relativement simple mais nécessite de respecter avec soin ses différentes étapes : lavage, broyage, pressurage, décantation et stockage.

- **Le lavage, le broyage, le malaxage**

Au plus tôt après la cueillette, les olives destinées à la fabrication de l'huile sont triées pour éliminer les brindilles et les feuilles, puis lavées à l'eau froide. Ensuite, les olives sont broyées immédiatement, pour éviter toute oxydation, avec les noyaux, qui contiennent un antioxydant, comme conservateur naturel. Le broyage peut être effectué avec des meules en pierre ou avec un broyeur métallique. Le broyage ne suffit pas à briser la totalité des vacuoles contenant l'huile. Pour libérer le maximum d'huile, un malaxage est appliqué à la pâte jusqu'à l'obtention d'une pâte onctueuse pour faciliter l'extraction.

Le broyage et le malaxage permettent d'obtenir une pâte qui contient de la matière solide (débris des noyaux, d'épiderme, de parois cellulaires,...) et du fluide (huile et l'eau de végétation, c'est-à-dire l'eau contenue dans les cellules de l'olive).

- **L'extraction**

On peut exprimer l'huile soit par décantation soit par pression. La décantation se fait dans un décanteur, cylindre métallique tournant à grande vitesse (4000 tours/minute), dans lequel les différents composants de la pâte se séparent en fonction de leur densité. L'huile, plus légère que l'eau et les matières solides, se recueille séparément des autres éléments au centre du cylindre. La pression est le procédé le plus ancien. La pâte est répartie sur des disques en fibre naturelle ou synthétique tressés appelés scourtins, qui servent à la fois d'armature et de filtre lors de la pression. Une centaine de ces disques sont empilés pour être pressés. La partie liquide, constituée d'eau de végétation (margines), et d'huile, s'écoule, alors que la partie solide (noyaux et pulpe) reste entre les scourtins : c'est ce que l'on appelle le grignon. C'est durant ce processus que l'oleuropéine au goût amer est éliminée dans les eaux de végétation.

- **La décantation ou centrifugation**

Le liquide obtenu à l'extraction est composé d'huile et d'eau. Il est entraîné dans un décanteur centrifuge qui va séparer l'huile, les déchets solides résiduels et la margine. Jadis, la décantation se faisait par un procédé naturel : l'huile, plus légère que l'eau, remontait à la surface des margines et était recueillie.

- **Le stockage**

L'huile d'olive est immédiatement stockée dans des cuves en inox afin d'éviter l'oxydation. L'huile peut alors être filtrée pour la rendre limpide et brillante ou bien être mise en bouteille en l'état. Une fois embouteillée, l'huile d'olive doit être conservée à l'abri de la chaleur et de la lumière(Figure11)(Benabid,2009).

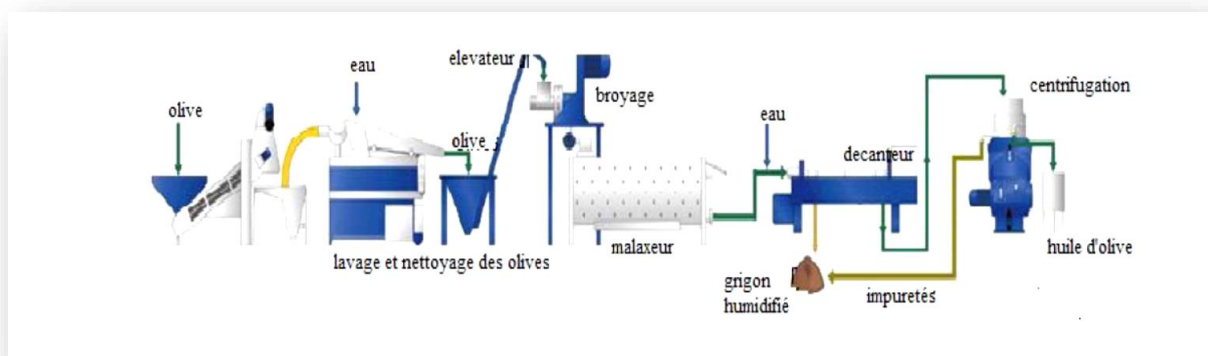


Figure 11 : technique moderne de l'extraction d'huile d'olive (Benabid, 2009)

II.5 Avantages et inconvénients d'extraction traditionnelle et moderne

Tableau 4. Avantages et inconvénients de l'extraction artisanale

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none">➤ Meilleur rendement d'olive.➤ Bonne qualité des grignons d'huile.➤ Faible consommation d'eau et d'énergie.➤ Huile d'olive riche en polyphénols permettant de la conserver convenablement (HAMMADI ,2006).➤ L'utilisation des meules tournantes, l'utilisation de cuves de décantation fait appel aux aspects traditionnels de la fabrication de l'huile d'olive.➤ Ce critère peut constituer un argument de vente s'il est mis en valeur par le moulinier. (SEBASTIAN, 2010).	<ul style="list-style-type: none">➤ Cout de main d'oeuvre plus élevé.➤ Les opérations de broyage et de pressage conduites en pleine air, peuvent entraîner l'altération des huiles En effet, l'auto-oxydation de l'huile, déclenchée par la présence de l'air, provoque la dégradation des acides gras insaturés et par conséquent la formation des hydro peroxydes qui peuvent se décomposer et donner lieu à des produits volatils (aldéhydes, cétones, ...) conduisant à un état de rancissement oxydatif de l'huile.➤ Une huile d'olive peut être déclassée par les propriétés organoleptiques, surtout le défaut du critère de goût lié au goût "Scourtin" et le goût "margines". (HAMMADI ,2006).

Tableau 5 . Avantages et inconvénients d'extraction industrielle

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Réduire les coûts de transformation et la durée de stockage des olives, avec comme conséquence, une production oléicole de moindre acidité. " (HAMMADI ,2006). ➤ Faible temps de contact entre la pâte d'olive et l'air ambiant, ce qui limite les phénomènes d'oxydation de la pâte et donc de l'huile d'olive. ➤ En effet, les centrifugeuses horizontales travaillent plus rapidement que la presse, prennent moins de place et surtout sont beaucoup plus faciles à intégrer dans un moulin en continu. ➤ Le temps de séparation des phases, en effet l'huile n'a besoin que de passer quelques secondes dans la centrifugeuse pour être séparée des margines (SEBASTIAN, 2010). 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ L'huile extraite se trouve appauvrie en composés aromatiques et en composés phénoliques avec comme conséquence une résistance plus faible à l'oxydation étant donné les apports élevés en eau chaude." (HAMMADI ,2006). ➤ L'investissement reste plus lourd que celui pour la simple décantation car dans ce cas, seules des cuves avec une ou deux sorties sont nécessaires (SEBASTIAN, 2010). ➤ Consommation d'eau chaude élevée. ➤ Perte en huile sur margines non négligeable. ➤ Importation du matériel et des pièces de recharge. ➤ Risque d'affectation de la qualité de l'huile d'olive avec l'eau chaude et perte par dissolution des vitamines et des éléments légers. (NIZAR, 2000).



Partie expérimentale

Chapitre I : Matériels et méthode

1. Présentation de la zone d'étude

L'échantillonnage de nos huiles a été effectué au niveau de quelques unités d'extraction moderne et traditionnel de la région d'El Tarf.



Figure 12 carte géographique de la zone d'échantillonnage.

Localisation géographique et caractéristique climatique de la région

La wilaya d'El Tarf est une région côtière située à l'est du pays, bordant la Méditerranée. En termes de climat, la région est généralement caractérisée par un climat méditerranéen, avec des étés chauds et secs et des hivers doux et humides.

2. Echantillonnage

Quelques échantillons d'huiles d'olive ont été prélevés au niveau de la région d'El Tarf auprès d'unités d'extraction dont 3 modes modernes et 3 modes traditionnels utilisant des scourtins.

Après chaque prélèvement les échantillons d'huiles d'olive sont conditionnés dans des bouteilles en plastiques propres et sèches d'un volume de 0.5 L avec une étiquette qui porte : la région, le système d'extraction et le numéro d'échantillon et conservés à l'abri de la lumière et à la température ambiante.

Les analyses physico-chimiques ont été effectuées au niveau du laboratoire de la faculté des Sciences de la nature et de la vie – Université Chadli Bendjedid -El Tarf ainsi qu’au laboratoire privé Horizon à Annaba.

Après l’extraction à l’aide de deux méthodes (moderne et traditionnelle), on a les deux extraits d’huiles suivants :



Figure 13: Echantillons d’huiles d’olive

3. Techniques d’analyse

Les méthodes utilisées pour la détermination des caractéristiques physico-chimiques sont celles décrites dans la norme du **Règlement CEE N° 2568/91**.

Les analyses physicochimiques :

Teneur en huile des olives

C’est un paramètre de très grande importance économique étant donné que la principale finalité de la culture de l’olivier est la production d’huile .Il peut être déterminé selon différentes méthodes.

- extraction par oléo doseur ce qui donne un rendement appelé rendement industriel
- spectrométrie de résonance magnétique nucléaire (RMN).

- extraction à l'hexane à l'aide d'un Rotavapeur . C'est cette méthode qui est utilisée dans notre étude pour des raisons de simplicité, et de disponibilité du Rotavapeur. L'appareil est de type BÜCHI Rotavapor –R-200 muni d'un Büchi Heating Batch – B-490

Le principe consiste en une prise d'essai de 10 gramme d'olive, broyer filtré sur papier filtre avec 3 fois le même volume d'éthanol absolu . Le filtrat recueilli est portet au rotavapeur pour échapper tous le solvant, faire passer un courant d'azote pour s'assurer du séchage de l'huile récupérer

$$\text{Teneur en huile (en \%)} = \frac{(m1 + m2)}{10} \times 100$$

Où :

m1 : masse initiale en gramme à 0,001 près du flacon vide

m2 : masse finale en gramme à 0,001 près du flacon avec le résidu d'huile après évaporation totale du solvant

10 : la prise d'essai des olives (en gramme)

Détermination de l'acidité libre

L'acidité est exprimée en pourcentage d'acide oléique de l'huile d'olive. Elle constitue un moyen simple et efficace pour l'évaluation qualitative et la classification par catégorie commerciale des huiles d'olive. Ce paramètre est déterminé selon la référence **ISO 660:2009**. Le principe de la méthode consiste à la mise en solution d'une quantité connue de matière grasse dans l'éthanol chaud, suivie d'un titrage des acides gras libres présents par une solution aqueuse d'hydroxyde de potassium KOH, nécessaire pour neutraliser les acides gras libres présents dans 1 g de corps gras (**Essiari et al, 2014**).

- **Mode opératoire**

5g d'huile est dissoute dans 30 ml d'un volume égal éthanol/éther [1 :1] neutralisé, les fonctions carboxyliques libres sont dosées par une solution de KOH à 0,177 N en présence de phénolphtaléine à 1% dans l'alcool absolu (éthanol).

L'acidité d'une huile est exprimée en gramme d'acide oléique par 100g d'huile.

$$\text{Indice d'acide(IA)} = \frac{56,1 \times V \times N \times M}{Pr}$$

Où :

V : nombre de millilitres de solution titrée de KOH éthanolique.

N : normalité exacte de la solution titrée de KOH éthanolique.

M : masse moléculaire adaptée par l'expression 282 (huile d'olive).

Pr : prise d'essai en gramme.

L'indice d'acide est exprimé en mg de KOH /g d'huile.

L'acidité a ensuite été exprimée en pourcentage d'acide oléique libre selon la formule

$$A \% = (282 \times V \times N \times 100) / P \times 1000$$

282 : est le poids moléculaire de l'acide oléique.

V : est le volume, en millilitres (ml), de la solution titrée d'hydroxyde de potassium utilisé.

N : est la normalité de la solution de potasse (0,1 n).

P : est la masse, en grammes (g), de la prise d'essai.

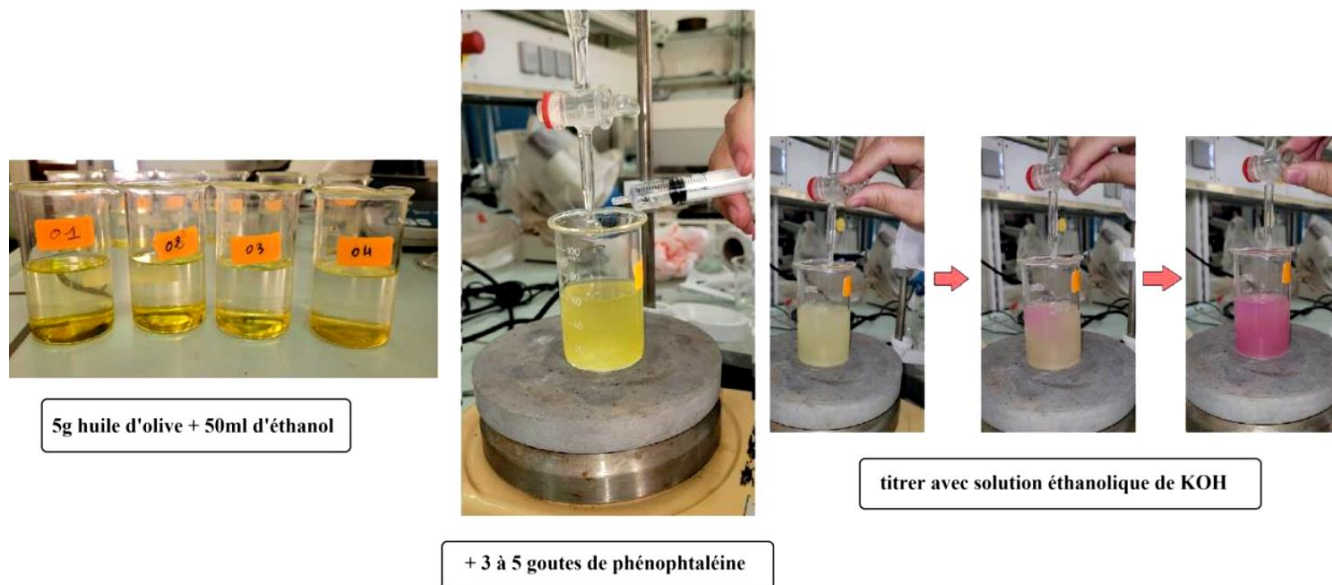


Figure 14 : détermination de l'acidité

L'humidité

Cette méthode consiste en dessiccation du produit après à une température de $103 \pm 2^\circ\text{C}$ dans une étuve isotherme et à la pression atmosphérique jusqu'à obtention d'une masse constante.

- **Principe**

Chauffage d'une prise d'essai à $103^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ jusqu'à l'élimination complète de l'eau et des matières volatiles et détermination de la perte de masse. (**Journal officiel, 2012**)

- **Mode opératoire**

- peser, à 0.001g près, environ 20 g de l'échantillon, selon la teneur présumée en eau et en matières volatiles, dans le bécher préalablement séché et taré.
- maintenir le bécher contenant la prise d'essai durant 1h dans l'étuve réglée à 103°C .
- laisser refroidir dans le dessiccateur jusqu'à la température ambiante et peser à 0.001g près.
- répéter les opérations de chauffage, de refroidissement et de pesée, mais avec des séjours successifs dans l'étuve de 30 min chacun, jusqu'à ce que la perte de masse entre deux pesées successives ne dépasse pas 2 mg, selon la masse de la prise d'essai.



20g huile d'olive



Placé dans l'étuve 103°C durant 1h



Refroidir dans le dessiccateur durant 30min

Figure 15 : détermination de la teneur en eau et en matières volatiles

- **Expression des résultats :**

La teneur en eau et en matières volatiles, exprimée en pourcentage en masse, est égale à:

$$H(\%) = (m1 - m2) / (m1 - m0) \times 1000$$

Où :

m0 : est la masse, en grammes, de bécher

m1 : est la masse en grammes, de bécher et de la prise d'essai, ou du vase de la prise d'essai, avant chauffage.

m2 : est la masse en grammes, de bécher, ou du vase et du résidu, après chauffage

Indice de réfraction

Le rapport du sinus de l'angle d'incidence et du sinus le l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée passant de l'air dans l'huile à température constante. cet indice croit avec le degré d'insaturation des acides gras contenus dans les matières grasses. **(andjouh, m. 2019)**

- **Principe :**

A l'aide d'un réfractomètre, on mesure directement l'angle de réfraction que l'on observe à la limite de réfraction totale, l'huile étant maintenue dans des conditions d'isotropisme et de transparence. **(andjouh, m. 2019)**

- **Mode opératoire :**

- étalonner l'appareil par l'eau distillée.
- nettoyer la lame du réfractomètre en utilisant le papier de joseph.
- déposer quelques gouttes de l'huile d'olive dans la lame et régler le cercle de chambre sombre et claire dans la moitié.
- effectuer la lecture en prenant compte la température (20°C). **(bouchama, m. 2022)**

Indice de peroxyde

C'est le nombre de milléquivalent gramme d'oxygène actif par kilogramme de corps gras. Il est utilisé pour évaluer le degré d'oxygène d'huiles.

Les analyses effectuées dans le laboratoire privé Horizon selon la méthode de titrage iodométrique. (ISO 3960-1977)

- **Expression des résultats**

L'indice de peroxyde est donné par la relation suivante :

$$\text{IP (még/kg)} = \frac{(V - V_0)}{P} \times N \times 1000$$

Où :

IP : indice de peroxyde .

V : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour la prise d'essai.

V₀ : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc.

P : poids en en gramme de la prise d'essai utilisée.

N : normalité de la solution de thiosulfate de sodium (0.01N).

Indice d'iode

L'indice d'iode nous renseigne sur le degré d'insaturation de l'huile c'est le nombre de grammes d'halogène fixé par 100 grammes de produit, exprimé en gramme d'iode, est déterminé à l'aide du réactif de Wijs et titrer avec une solution de thiosulfate de sodium.

Les analyses effectuées dans le laboratoire privé Horizon selon la méthode de **Wijs** .

L'indice d'iode est donné par l'équation :

$$\text{Indice d'iode} = \frac{(V_0 - V) \times N}{P} \times 1,269$$

Où :

V₀ : nombre de ml de la solution de thiosulfate de sodium 0,1 N versés dans l'essai à blanc.

V : nombre de ml de la solution de thiosulfate de sodium 0,1 N versés dans l'essai

PE : prise d'essai en grammes

1,269 : masse de l'iode.

Indice de saponification

Quantité de KOH en mg qui réagit avec les acides gras libres d'1g d'huile.

Le principe de cette méthode est basé sur la saponification d'une prise d'essai du corps gras par KOH alcoolique sous réfrigérant à reflux pendant une heure et titrage de KOH par une solution d'acide chlorhydrique HCL en présence de phénophtaléine comme indicateur coloré.

- **Expression des résultats**

L'indice de saponification est donné par la relation suivante :

$$IS = \frac{(V1 - V2) \times 28.05}{M}$$

Où :

V₁ : ml d'Hcl 0.5 N utilisé pour l'essai à blanc ;

V₂ : ml d'Hcl utilisé pour l'échantillon ;

28.05 : mg de KOH contenus dans 1ml de la solution éthanolique de potasse 0.5 N ;

M : poids de l'échantillon d'huile.

Chapitre II : résultats et discussion

➤ Teneur en huile (%)

Le rendement en huile des olives de la région étudié varie entre 14 et 18 %

➤ Acidité libre

Les résultats de l'acidité montrent une acidité plus élevée pour les huiles provenant d'une extraction traditionnelle soit 2,14 gramme d'acide oléique pour 100 gramme d'huile. Cette dernière est non conforme aux limites fixées par le Conseil Oléicole International.

Cependant les huiles issue d'une extraction moderne montrent une acidité moins élevée soit 1,06 g d'acide oléique pour 100 gramme d'huile.

Tableau 6. Valeurs moyenne de l'acidité

Échantillon	Extraction moderne	Extraction traditionnel
Acidité libre en g d'acide oléique pour 100 gramme d'huile	1,06	2,14

Norme : < 0.8 g d'acide oléique libre/100g d'huile

Une acidité élevée peut être le résultat de différents facteurs tels que la qualité des olives utilisées, les conditions de stockage, ou le processus d'extraction.

Le mode d'extraction moderne en continu donne des huiles d'olive moins acide car elle s'effectue en circuit fermé à l'abri de la lumière.

Selon le **Conseil Oléicole International (COI) en 2015**, l'acidité libre des huiles d'olive extra vierges doit être inférieure à 0,8 g d'acide oléique libre/100 g d'huile. Cette norme est un indicateur clé de la qualité de l'huile d'olive, reflétant l'état de fraîcheur des olives au moment de la pression et la qualité du processus de production.

Les résultats montrent une différence notable dans les niveaux d'acidité entre les deux méthodes de production .

➤ **Humidité**

Tableau 7 .l'humidité des huiles d'olive analysées

	Extraction moderne	Extraction traditionnel
Échantillons		
l'humidité (%)	0.01	0.09
Norme international		
COI-2015	≤0.2%	

Un faible taux d'humidité est essentiel pour prolonger la durée de conservation de l'huile et prévenir le développement de micro-organismes.

Selon le **Conseil Oléicole International (COI) en 2015**, le taux d'humidité des huiles d'olive doit être inférieur ou égal à 0,2 %. Cette norme est essentielle pour garantir la qualité et la durabilité de l'huile d'olive en prévenant la croissance microbienne et la dégradation de l'huile. Les résultats montrent une différence notable dans les niveaux d'humidité entre les deux méthodes de production

➤ **Indice de réfraction**

Tableau 8. Valeurs moyenne de l'indice de réfraction

	Extraction moderne	Extraction traditionnel
L'indice de réfraction	1.468	1.4702
Norme international COI-2015	1.4677 - 1.4705	

Selon les études de **Guinda et al. (2003)**, l'indice de réfraction est un paramètre essentiel pour déterminer la pureté et la composition de l'huile d'olive. Les valeurs obtenues pour les deux échantillons sont conformes aux attentes pour des huiles d'olive de haute qualité. **Méndez et Falqué (2007)** rapportent également que l'indice de réfraction peut être influencé par divers facteurs tels que la variété d'olive, le processus d'extraction et les conditions de stockage.

La légère différence d'indice de réfraction entre les échantillons pourrait être attribuée à des variations dans les méthodes de production telle que la température et la durée de l'extraction.

En conclusion, cette étude montre que l'indice de réfraction des huiles d'olive produites par des méthodes modernes et traditionnelles est conforme aux normes internationales, avec des différences mineures entre les deux méthodes. Ces différences peuvent fournir des indications sur les variations dans la composition chimique de l'huile, soulignant l'importance de la méthode de production.

➤ **Indice de peroxyde**

Les résultats montrent que l'indice de peroxyde pour les échantillons d'huiles d'olive issu d'une extraction moderne est moins élevé que celle des échantillons provenant d'une extraction traditionnelle.

Les résultats sont conformes à la norme internationale COI-2015, qui fixe un maximum à 20 méq d'O₂ actif/kg d'huile.

Tableau 9. Valeurs moyenne de l'indice de peroxyde..

Échantillon	Extraction moderne	Extraction traditionnel
l'indice de peroxyde méc.O2/Kg	11.66	17,03
Norme international COI-2015	< 20 méq d'o2 actif/ kg d'huile	

Selon **Aparicio et Luna (2002)**, l'indice de peroxyde est un indicateur clé de l'oxydation primaire de l'huile d'olive. Des valeurs plus basses indiquent une meilleure résistance à l'oxydation et, par conséquent, une meilleure qualité de l'huile. **Kiritsakis et al. (2010)** soutiennent également que des indices de peroxyde inférieurs à 20 méq d'O₂/kg sont typiques des huiles d'olive de haute qualité, ce qui est conforme aux résultats obtenus.

En conclusion, cette étude montre que les huiles d'olive produites par des méthodes modernes et traditionnelles respectent les normes internationales en matière d'indice de peroxyde, avec un indice plus élevé pour la méthode traditionnelle en termes de stabilité oxydative. Ces résultats soulignent l'importance de la méthode de production sur la qualité de l'huile d'olive.

➤ **Indice d'iode**

Tableau 10. Valeurs moyenne de l'indice d'iode

Échantillons	Extraction moderne	Extraction traditionnel
Indice d'Iode	67,943	78,103
Norme international COI-2015	75 – 94	

Cet indice reflète le degré d'insaturation des huiles

➤ **Indice de saponification (mg de KOH /g d'huile)**

Tableau 11. Indice de saponification des huiles analysées.

Extraction moderne		Extraction traditionnel
Échantillons		
Indice de saponification (mg de KOH /g d'huile)	187.94	185.44
Norme international COI-2015	184 – 196	

Un indice de saponification élevé indique que l'huile est moins riche en acide gras à longue chaîne (ce paramètre étant inversement proportionnel à la longueur de la chaîne)



Conclusion

Conclusion

Notre travail a été consacré à une étude comparative entre des huiles d'olive d'extraction traditionnelle et moderne, la qualité de l'huile d'olive est mesurée par des caractéristiques physico-chimiques. Elle dépend principalement de la matière première (olive) et du processus d'extraction.

A la lumière des résultats obtenus qui nous mène à la conclusion suivante :

- Les résultats d'analyse de la teneur en eau des huiles analysées ressort que 100% des échantillons d'huile sont conformes à la norme ($\leq 0.2\%$), issues des huileries modernes et traditionnelles.
- Le taux moyen d'acidité enregistré indique que les échantillons d'huilerie moderne sont moins acides que celles issues d'extraction traditionnelle, de même pour l'indice de peroxyde.
- L'indice de saponification des huiles modernes sont légèrement supérieurs aux huiles traditionnelles mais conformes aux normes de **COI (184-196)**.

L'indice d'iode est un paramètre qui nous renseigne sur le degré d'insaturation de l'huile

Une bonne qualité de l'huile d'olive dépend de plusieurs facteurs, tout d'abord la bonne qualité de la variété d'olive, de la cueillette, de son acheminement vers les huileries. Le procédé d'extraction utilisé ainsi que la conservation et le conditionnement.

Selon notre étude les huiles d'olive extraite par des moulins moderne en continu est de plus bonne qualité qu'une huile d'olive issus d'une extraction traditionnelle.

Afin d'améliorer la qualité de toutes les huiles produites au niveau de la wilaya d'El Tarf, il est important de respecter certaines recommandations à savoir :

Respecter la période optimum de récolte (stade violet).

Utilisation des caisses en plastique lors du stockage et du transport des olives.

Diminuer la durée de stockage des olives chez l'oléiculteur et au niveau d'huilerie.

Conserver les olives dans un endroit frais et aéré, à l'abri des intempéries.

Stocker les huiles dans des récipients : des bouteilles en verre opaque, aux températures adéquates et à l'abri de la lumière.



Références bibliographique

Références bibliographiques

- ❖ **Abdessemed S. (2017).** Contribution à la caractérisation et à l'identification des écotypes d'olivier (*Olea europaea* L.) dans la région des Aurès. 74 p.
- ❖ **Andjough, M., & Issaadi, H. (2019).** Étude des caractéristiques physico-chimiques d'une huile modifiée (doctoral dissertation, Université Abderrahmane Mira-Bejaia).
- ❖ **Arslan D, Ok S. (2019).** Characterization of Turkish Olive Oils in Details. Food Reviews International. 1–25.
- ❖ **Azzouni M., A. (2017).** Comparaison physico-chimique et organoleptique de quelques huiles d'olives de la région de Tlemcen. (doctoral dissertation).
- ❖ **Belhain H. (2016).** Comportement physiologique et biochimique et l'aspect anticoagulant des polyphénols de cinq variétés d'olivier (*Olea europaea* L.). 77 p.
- ❖ **Benabid H. (2009).** Caractérisation de l'huile d'olive algérienne Apports des méthodes chimométriques. 85 p.
- ❖ **COI. (2015).** COI/T.15/NC n° 3/Rév.8. Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et huiles de grignons d'olive.
- ❖ **COI. (2019).** La production et la consommation mondiale des olives de table et d'huile d'olive. <https://www.internationaloliveoil.org/>
- ❖ **COI., (2006).** Guide de gestion de la qualité de l'industrie de l'huile d'olive : les moulins T. 33/ Doc. n° 2-4.
- ❖ **COI. (2017).** Norme Commerciale Applicable aux huiles d'olives et aux huiles de grignons d'olive. (COI/T.20/Doc. Nc35.Rev.1 2017).
- ❖ **COI. (2018).** Norme Commerciale Applicable aux huiles d'olives et aux huiles de grignons d'olive. COI/T.15/NC N°3/Rev.12.

- ❖ **COI. (2019).** Norme Commerciale Applicable aux huiles d'olives et aux huiles de grignons d'olive. COI/T.15/NC N°3/Rev.14.
- ❖ **COI. (2003).** Classification des huiles d'olive. Normes internationales applicables à l'huile d'olive et à l'huile de grignon d'olive. Conseil Oléicole International.
- ❖ **Fedeli E. (1997).** Technologie de production et de conservation de l'huile. In : Encyclopédie.
- ❖ **Fregapane, G., et al. (2006).** Olive Oil Quality: Analysis and Effects of Storage Conditions.
- ❖ **Giuffrè AM, Caracciolo M, Zappia C, Capocasale M. (2018).** Effect of heating on chemical parameters of extra virgin olive oil, pomace olive oil, soybean oil and palm oil. Italian Journal of Food Science. 30(4): 715.
- ❖ **Gómez-Alonso, S., et al. (2007).** Influence of Extraction Method on the Chemical Composition and Sensory Characteristics of Virgin Olive Oil.
- ❖ **Gherib A. (2015).** Caractérisation physicochimique et biochimique d'un extrait d'Olea europea var. oleaster et détermination de ses effets sur certains paramètres biologiques. Thèse de doctorat en biochimie appliquée. Annaba : université Badji Mokhtar. Algérie. 92 p.
- ❖ **Graille J. (2003).** L'huile d'olive : sa place dans l'alimentation humaine in lipides et corps gras alimentaire, Ed. Col Science et Technologie. Agro-alimentaire. Lavoisier.105 p.
- ❖ **Guignard J., Dupont F. (2004).** Systématique moléculaire. Botanique : la famille des plantes. Éditions Masson, Paris, France. pp 336.
- ❖ **Guinda, Á., et al. (2003).** Determination of quality of virgin olive oil.

- ❖ **Harwood J.L., Aparicio R. (2000).** Handbook of olive oil: analysis and properties. Gaithersburg, Maryland, USA: Aspen publications, Inc. p. 620.
- ❖ **ITAF. (2016).** Institut Technique de l'Arboriculture Fruitière et de la Vigne. La culture de l'olivier. Tessala El Merdja - Birtouta– Alger. 120 p.
- ❖ **Jacotot B. (1993).** L'huile d'olive de la gastronomie à la santé Paris: Artulen. 280 p.
- ❖ **Jean-Marie L., Evelyne L. (2005).** De la taille à la conduite des arbres fruitiers. 3ème Edition. Ed de Rouergue. 195p.
- ❖ Journal officiel de la république algérienne. (2012). n°65, p13.
- ❖ **Karleskind, 1992 A.** Manuel des corps gras : technique et documentation .Tome 1, LAVOISIER.
- ❖ **Kataja-Tuomola M., Sundell J.R. (2008).** Effect of alpha-Tocopherol and beta-carotene supplementation on the incidence of type 2 diabetes. Diabetologia Jan. 51(1), 47-53.
- ❖ **Kiritsakis, A., et al. (2010).** Quality changes in olive oil during storage.
- ❖ **Kiritsakis A., Markakis P. (1987).** Olive oil: a review. Advance Food Research. 31, 118-125.
- ❖ **Lehouche, R. E., & Bouzidi, H. (2018).** Évaluation de la qualité physicochimique de l'huile d'olive aromatisée. Université de Haute Alsace – Mulhouse, 187p.
- ❖ **Martin, H. H., (1939).** The Kabyles of North Africa—: A Study in Mountain Adjustment. Yearbook of the Association of Pacific Coast Geographers, 5(1): 3-10.
- ❖ **Méndez, A. I., & Falqué, E. (2007).** Effect of storage time and container type on the quality of extra virgin olive oil.

- ❖ **Molina-Garcia L, Santos CSP, Cunha SC, Casal S et Fernandes JO. (2017).** Comparative fingerprint changes of toxic volatiles in low PUFA vegetable oils under deep-frying.
- ❖ **Nasles O., (2006).** L'olivier, outil d'entretien du territoire dans les pays méditerranéens. *Nouvel Olivier*. 52: 3-5.
- ❖ **Nekrouf, C. L., Mendaci, N., & Berkoune, O. (2019).** Contrôle qualité de l'huile d'olive de la wilaya de Tizi-Ouzou.
- ❖ **Pelletier X., Belbraouet S., Mirabel D. (1995).** A diet moderately enriched in phytosterols lowers plasma cholesterol concentrations in normocholesterolemic humans. *Ann Nutr Metab*. 39, 291-295.
- ❖ **Psomiadou E., Tsimidou M. (2001).** Pigments in Greek virgin olive oils: occurrence and levels. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. 81, 640-647.
- ❖ **Règlement (CEE) N° 1019/2002** de la Commission du 13 juin 2002 relatif aux normes commercialisation de l'huile d'olive, *Journal Officiel*, 2002.
- ❖ **Roehly, Y. (2000).** La fabrication de l'huile d'olive : une étude bibliographique.
- ❖ **Samaniego-Sanchez C., Quesada-Granados J.J., Lopez-Garcia H., De La Serrana M.C., Lopez-Martinez J. (2010).** Beta-Carotene, squalène and determined by chromatographic method in Picual extra virgin olive oil obtained by a new cold extraction system. *Journal of Food Composition and Analysis* 23, 671–676.
- ❖ **Sidhoum M. (2011).** Contribution à l'étude pédologique et génétique de quelques variétés de l'olivier dans la wilaya de Tlemcen. 46p.
- ❖ **Vican, P. (2006).** L'huile d'olive : historique, variétés, origines, vertus thérapeutiques et recettes. Édition : « ANAGRAMME », 48, Rue de ponts, P. 5-206.
- ❖ **Wallali L.D., Skiredj A., Elattir H. (2003).** Fiches techniques : l'amandier, l'olivier, le figuier, le grenadier, n°105. 63p.