

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIC ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE SAAD DAHLAB DE BLIDA



FACULTE DE TECHNOLOGIE
DEPARTEMENT DE CHIMIE INDUSTRIELLE

MÉMOIRE DE MASTER

OPTION : Procédés de traitement des effluents et protection de l'environnement

Thème

Casier Oléicole Algérien

- *Caractérisation des huiles d'olives de différentes régions*
- *Évaluation des Pertes d'huiles dans les sous-produits oléicoles*

Présenté par :

Mlle. Hafidha IDIR

Dirigé par :

Dr. H.BOUTOUMI

Promotion 2014

Remercîments

Je présente mes sincères remerciements et ma profonde gratitude à Monsieur BOUTOUMI Hocine Maître de conférences qui m'a vivement encouragé à faire ce travail et a accepté de m'assurer l'encadrement qu'il, puisse trouver ici l'expression de ma profonde reconnaissance.

Mes sincères remerciements s'adressent à l'égard du Directeur Général de l'Institut Technique de l'Arboriculture Fruitière et de la Vigne, Mr Mendil M., qui m'a fait l'honneur de me nommer membre au comité technique stratégie des produits oléicoles.

J'exprime mes remerciements à Mr Rabhi M.L, Secrétaire General de l'ITAFV et à Mme Radji.H, Chef de département Laboratoire Central

Je tiens à remercier mes collègues du comité technique et particulièrement Melle Keciri.S de la station de Sidi Aich, présidente du comité je suis consciente de votre dévouement. Recevez ma profonde gratitude.

Toute ma reconnaissance à mes collègues Mme Mokrani. R et à Achour Koceila, Ingénieurs au Service Agro-alimentaire, d'avoir toujours été disponible au niveau du laboratoire.

Mes vifs remerciements s'adressent également aux membres du jury national de dégustation des huiles d'olives vierges,

Tous mes remerciements à ceux qui ont contribué de près ou de loin.

Mes remerciements Monsieur O. CHEKNANE, Maître de conférences qui m'a fait l'honneur de présider ce jury,

Pour l'intérêt qu'elle a apporté à ce travail, je remercie Madame R.CHIKH Maître assistante qui a bien voulu participer à ce jury.

Je remercie Madame N.ALLEL Maître assistante qui a accepté d'examiner ce travail,

Dédicace

Mes chers parents ma source de fierté

A mes chers frères

A tous ceux qui m'aiment

Hafidha

قال تعالى في سورة النور

(٣٤) ﴿الله نور السموات والأرض ۖ مثل نوره كمشكاة فيها مصباح ۖ المصباح في زجاجة ۖ الزجاج كإنها كوكب دري ۖ يوحد من شجرة مباركة زيتونة لا شرقية ولا غربية ۖ يكاد زيتها يضيء ولو لم تمسسه نار ۖ نور على نور ۖ يهدي الله لنوره من يشاء ۖ ويضرب الله الأمثال للناس ۖ والله بكل شيء عليم﴾ (٣٥)



ملخص

تهدف هذه الدراسة في الأول لإنشاء قاعدة بيانات دقيقة عن التركيبة الكيميائية و الصفات الحسية للزيوت الزيتون الجزائرية و هذا بتحليل 78 عينة من كامل التراب الوطني و عمل مقارنة لمعايير الجودة التي ينص عليها المجلس الدولي للزيتون. تتطلب هذه الدراسة تحقيق تحاليل المعايير الأساسية الجودة أساسا الحموضة ، مؤشر البيروكسيد الامتصاصية في الأشعة فوق البنفسجية، نتائج مختلف الكشوف التحليلية المطبقة على عينات زيت الزيتون ، والنتائج تظهر هيمنة النوعية الرديئة (أكثر من 30 ٪ من العينات) في الثاني لإجراء تقييم معدلات الزيوت المصروفة في المنتجات الثانوية لمعاصر الزيتون. وتهدف هذه الأعمال للمساهمة في مشروع إعادة تأهيل زراعة الزيتون والمشروط به من المجلس الدولي للزيتون، من أجل تسهيل التجارة.

الكلمات الجوهرية:

زيت الزيتون، الخصائص الفيز و كيميائية ، الحموضة، التحليل الحسي .

RESUMÉ

Cette étude vise en premier d'établir une banque de données précises sur la qualité physicochimiques et organoleptiques des huiles d'olive vierges algériennes, en analysant 78 échantillons de tout le territoire national, afin de s'assurer de la conformité de la qualité de ces huiles aux normes préconisées par le COI, cette étude exige la réalisation des paramètres de qualité essentiels, principalement l'acidité, l'indice de peroxyde et l'absorbance. Les résultats obtenus mettent en évidence la dominance des huiles lampantes (plus de 30%) des échantillons.

En deuxième de faire une évaluation du taux des rejets en huile dans les sous-produits (marges et les grignons). Tous ces travaux visent à contribuer au projet de reprise du casier oléicole national qui est une exigence du COI afin de faciliter les échanges commerciaux.

Mots-clés:

Huile d'olive, propriétés physico-chimiques, acidité, Analyse sensorielle

ABSTRACT

This study aims first to establish an accurate data bank on the physico-chemical and organoleptic quality of Algerian virgin olive oils by analyzing 78 samples from all national territory, in order to ensure conformity of the quality standards of these oils recommended by the IOC, This study requires the achievement of essential quality parameters, mainly acidity, peroxide value and absorbance. Results obtained display the dominance of lamp oils (over 30%) of the samples.

In the second, to make evaluation of discharge ratio oil in the by-products (margins and grignons). All these works aim to contribute to the proposed take over of the national register of olive cultivation, which is a requirement of the IOC in order to facilitate trade.

Keywords:

Olive oil, physico-chemical properties, acidity, sensory analysis

Liste des Abréviations

AFNOR : Association Française de Normalisation
INRA : Institut National de la Recherche Agronomique
ITAFV : Institut Technique de l'Arboriculture Fruitière et de la Vigne
COI : Conseil Oléicole International
CEE : Communauté Économique Européenne
EMV : Teneur en eau et en matières volatiles
HOVE : Huile d'olive vierge extra
HOV : Huile d'olive vierge
HOVC : Huile d'olive vierge courante
HOVL : Huile d'olive vierge lampante
ISO : Organisation Internationale de Normalisation
AC : Acidité
IP : Indice de peroxyde
°C : Degré Celsius
cm : Centimètre
g : Gramme
h : Heure
ha : Hectare
Kg : Kilogramme
L : Litre
m : Mètre
m³ : Mètre cube
mg : Milligramme
ml : Millilitre
mm : Millimètre
mn : Minute
Mol : Mole
nm : Nanomètre
ppm : Partie par million
Rév : Révision
R(%) : Pourcentage de rendement
t : Tonne
tr : Tour
g : Gramme(s)
KOH : Hydroxyde de potassium
meq : Milliéquivalent(s)
% : Pourcent
UV : Ultra-violet

Liste des figures

- Figure N° 1 : Verre de degustation
- Figure N° 2 : Dispositif de chauffage (photo originale)
- Figure N° 3 : Salle de dégustation
- Figure N° 4 : Cabine de dégustation
- Figure N° 5 : Jury national de dégustation
- Figure N° 6 : Séance de dégustation des huiles d'olive
- Figure N° 7 : Etapes d'analyse de l'acidité libre
- Figure N° 8 : Etapes d'analyse de l'indice de peroxyde
- Figure N° 9 : spectrophotomètre utilisé dans l'analyse de l'absorbance
- Figure N° 10 : Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles
- Figure N° 11 : évaporateur rotatif
- Figure N° 12 : extraction de l'huile par soxhlet
- Figure N° 13: Histogrammes d'indices d'acidité libre (exprimée en pourcentage d'acide oléique)
- Figure N° 14 : Histogrammes d'indices de peroxyde (exprimés meq O₂ /kg d'huile)
- Figure N° 15 : Histogrammes des valeurs moyennes EMV en %
- Figure N° 17 : Histogrammes des valeurs moyennes d'absorbance en UV K232 et K270
- Figure N° 18 : Répartition de la production nationale par catégorie commerciale

Liste des tableaux

Tableau N° 1 :	Critères de qualité
Tableau N° 2 :	Critères de qualité (suite)
Tableau N° 3	Composition chimique indicative des grignons:
Tableau N° 4 :	Caractéristiques physico-chimiques des margines
Tableau N° 5 :	Composition des margines
Tableau N° 6 :	Nombre d'échantillons collectés par willaya
Tableau N° 7 :	Pourcentage d'acidité libre des 78 échantillons
Tableau N° 8 :	Pourcentages d'indice de peroxydes des 78 échantillons
Tableau N° 9 :	Absorbance en UV K270 nm (composés triéniques) et K232 nm (composés diéniques)
Tableau N° 10 :	Valeurs moyennes EMV en %
Tableau N° 11 :	Caractéristiques des huiles selon le règlement du COI/NC n° 3/Rév.7 Novembre 2012.
Tableau N° 12 :	Matière grasse résiduelle dans les margines
Tableau N° 13 :	Matière grasse résiduelle dans les grignons

Sommaire

Abréviations	
Liste des tableaux	
Liste des figures	
Introduction générale	01
Etude bibliographique	04
Chapitre 1 : Norme commerciale applicable aux huiles d'olives et aux huiles de grignons d'olive	05
1. Champ d'application.....	06
2. Dénominations et définitions.....	06
2.1. L'huile d'olive est l'huile.....	06
2.1.1. Les huiles d'olive vierges.....	06
2.1.1.1. Les huiles d'olive vierges propres à la consommation en l'état.....	06
2.1.1.2. L'huile d'olive vierge non propre à la consommation.....	06
2.1.2. L'huile d'olive raffinée.....	7
2.1.3. L'huile d'olive.....	7
2.2. L'huile de grignons d'olive.....	7
2.2.1. l'huile de grignons d'olive brute.....	7
2.2.2. l'huile de grignons d'olive raffinée.....	7
3. Critères de pureté.....	7
3.1. Composition en acides gras par chromatographie en phase gazeuse.....	8
3.2. Teneur en acides gras trans (% des acides gras trans).....	8
3.3. Composition en stérols et en dialcools triterpénique	9
3.3.1. Composition en desméthyl-stérols (% des stérols totaux).....	9
3.3.2. Teneur en stérols totaux (mg/kg).....	9
3.4. Teneur en cires.....	9
3.5. Teneur en stigmastadiènes (mg/kg).....	9
3.6. Teneur en insaponifiable (g/kg).....	9
4. Critères de qualité.....	10
5. Additifs alimentaires.....	12
6. Contaminants.....	12
6.1. Métaux lourds.....	12
6.2. Résidus de pesticides.....	12
Chapitre 2 : Evaluation organoleptique des huiles d'olives	13
1. Evaluation organoleptique de l'huile d'olive.....	14
1.1 Critère de qualité complémentaire à l'analyse chimique.....	14
1.2. Historique de l'évaluation organoleptique de l'huile d'olive vierge.....	14
2. Méthode d'évaluation organoleptique de l'huile d'olive vierge.....	15

2.1. Vocabulaire spécifique pour l'huile d'olive vierge.....	15
2.1.1. Attributs négatifs.....	15
2.1.2. Attributs positifs.....	16
3. Matériel et installations	17
3.1 .Verre pour la dégustation des huiles.....	17
3.2 .Dispositif de chauffage des échantillons.....	17
3.3. Salle De Dégustation.....	17
3.3.1. Spécifications générales pour l'installation.....	18
3.3.2.. Caractéristiques générales.....	18
3.3.3. Dimensions.....	19
4. Le chef de jury et les dégustateurs.....	19
4.1 .Le chef de jury.....	19
4.2 .Les dégustateurs.....	19
5. Règles générales de conduite des dégustateurs.....	20
6. Procédure d'évaluation organoleptique et de classement de l'huile.....	21
6.1 .Technique de dégustation de l'huile d'olive vierge.....	21
6.2 .Utilisation de la feuille de profil par le dégustateur.....	21
6.3 .Utilisation des données par le chef de jury.....	21
6.4 .Classement de l'huile.....	22
Chapitre 3 : Problématique environnemental des sous-produits de l'industrie oléicole.	23
1. Les principaux sous-produits d'huilerie.....	24
1.1. Les grignons d'olive.....	24
1.1.1. Caractéristiques physiques.....	24
1.1.2. Composition chimique des grignons.....	24
1.2. Les margines.....	26
1.2.1. Origine des margines.....	26
1.2.2. Les caractéristiques physico-chimiques.....	27
1.2.3. Composition des margines.....	27
2. Pouvoir polluant des margines.....	28
3. Problématique environnementale des margines.....	29
3.1. Pollution des eaux.....	29
3.2. Pollution des sols.....	30
3.3. Air et paysage.....	30
4. Les dangers des rejets oléicoles.....	31
4.1. Les dangers évidents.....	31
4.2. Les dangers à longs termes.....	32

Etude pratique	33
Matériels et méthodes	34
Objectif de cette étude.....	35
1. Matières d’œuvres et matériels d’étude.....	35
2. Echantillonnage.....	35
3. Méthodes d’analyses.....	37
3.1. L’acidité libre.....	37
3.2.Détermination de l'Indice de Peroxyde.....	38
3.3. Détermination de l’absorbance spécifique dans l'ultra-violet.....	40
3.4. Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles.....	41
3.5. Analyse organoleptique.....	42
3.6. Taux d’huile dans les sous-produits oléicoles.....	43
Résultats et discussions	45
1. Analyses des huiles d’olives des différentes régions.....	46
1.1. Paramètres physico-chimiques.....	46
1.1.1 Acidité.....	46
1.1.2. Indice de peroxydes.....	47
1.1.3. Absorbance dans l’ultraviolet.....	49
1.1.4. Teneur en eau et en matières volatiles.....	50
1.2. Evaluation organoleptique.....	51
2. classement des échantillons collectés par catégorie commerciale	52
3. Rendement en huile des sous-produits.....	53
3.1. Résultats obtenus pour les analyses des margines.....	53
3.2. Résultats obtenus pour les analyses des grignons.....	54
Conclusion et recommandations	55
Références bibliographiques	
Annexes	

Introduction
Générale

Introduction générale.

L'oléiculture représente un peu plus de 33% du verger arboricole national, les terres propices à la culture de l'olivier, le climat favorable et les traditions oléicoles ancestrales constituent des avantages compétitifs pour le développement de la filière oléicole. Cette culture rustique joue un rôle socio-économique très important, par la création de l'emploi et la contribution à l'autosuffisance alimentaire en matière des huiles végétales. Ainsi, l'Algérie est le 9^{ème} producteur mondial des huiles d'olives.

L'Algérie veut accroître les surfaces consacrées à la culture de l'olivier, pour couvrir les besoins en huile du marché local mais aussi pour exporter (Oumedour, 2011).

L'huile d'olive présente un grand intérêt organoleptique et nutritionnel. La meilleure connaissance des caractéristiques organoleptiques de l'huile d'olive tend à faire augmenter la consommation du produit, tant en termes absolus que relativement à la demande d'autres huiles végétales (Prestamburgo, 1991).

La qualité de l'huile d'olive est définie comme étant l'ensemble des caractéristiques chimiques, physiques et sensorielles permettant de classer l'huile d'olive en différentes catégories, conformément aux définitions de la norme commerciale adoptée par le conseil oléicole international (COI, 2011A). Elle est influencée par une combinaison de facteurs relatifs à la variété, l'environnement, les techniques culturales, les méthodes de récolte et le processus d'extraction.

En Algérie, il n'existe pas de données d'ensemble récentes sur les huiles d'olives issues de variétés locales produites dans les principales régions oléicoles et extraites par différents procédés. Seules quelques études sur la caractérisation des huiles d'olive provenant de quelques variétés ont été réalisées par Boudour (1998) et Douzane (2002). C'est pourquoi, il a été nécessaire de procéder à la constitution d'un casier oléicole et à la détermination des limites maximales des composants.

Le traitement de l'olive et l'huile qui en dérive imposent des défis environnementaux à relever. La problématique environnementale des margines et des grignons d'olives demeure entière dans les pays oléicoles et plus particulièrement dans les pays des rives sud et est de la Méditerranée.

Ces industries agricoles engendrent des quantités appréciables de sous-produits qui sont, pour la plupart, peu ou pas valorisés et dont le rejet dans la nature constitue une grande menace pour l'environnement.

L'objectif général du projet était :

- d'établir une banque de données précises sur la qualité physicochimiques et organoleptiques des huiles d'olive algériennes en analysant plusieurs échantillons.
- De faire une évaluation de taux des rejets en huile dans les sous-produits (margines et grignons).
- D'éviter dans le futur les complications de la commercialisation des huiles d'olive algérienne suite à l'absence d'un casier oléicole national.
- De protéger le consommateur et les échanges commerciaux;
- D'améliorer la qualité et l'authenticité des huiles d'olive Algériennes

Au cours de la campagne 2013/2014, dans le cadre des activités du Comité Stratégie Qualité des Produits Oléicoles installé en Avril 2013 à l'Institut Technique de l'Arboriculture Fruitière et de la Vigne, la reprise du casier oléicole Algérien était l'une des stratégies retenue.

C'est pourquoi au cours de la campagne oléicole, un travail d'échantillonnage des huiles d'olives et des sous-produits (margines et grignons) a été mené au niveau de différents moulins à travers le territoire national (Ouest, Centre, Est et sud)

L'échantillonnage a concerné 19 wilayas à travers le pays, réparties sur 04 zones : Ouest, Centre, est et sud.

Le manuscrit de cette étude est structuré en trois parties :

- ✓ la première partie, résume les recherches bibliographiques en trois chapitres (normes commerciales de l'huile d'olive, l'analyse organoleptique et les principaux sous-produits)
- ✓ La deuxième partie est consacrée aux matériels et méthodes utilisés dans ce cadre
- ✓ La troisième et dernière partie expose les résultats auxquels nous sommes parvenus, suivie d'une conclusion générale, références bibliographiques et une partie annexes.

Etude

Bibliographique

Chapitre 1

*Norme commerciale
applicable aux huiles d'olive
Et aux huiles de grignons
d'olive*

COI/T.15/NC n°3/Rev.7

Mai 2013

1. Champ d'application

La présente norme s'applique aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive faisant l'objet de commerce international ou de transactions au titre de concessions ou de l'aide alimentaire.

2. Dénominations et définitions

2.1. L'huile d'olive est l'huile provenant uniquement du fruit de l'olivier (*Olea europaea* L.) à l'exclusion des huiles obtenues par solvant ou par des procédés de réestérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature. Elle est commercialisée selon les dénominations et définitions ci-après :

2.1.1. Les huiles d'olive vierges sont les huiles obtenues du fruit de l'olivier uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions, thermiques notamment, qui n'entraînent pas d'altération de l'huile, et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration.

2.1.1.1 .Les huiles d'olive vierges propres à la consommation en l'état comportent :

i) L'huile d'olive vierge extra : huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,8 gramme pour 100 grammes et dont les autres caractéristiques correspondent à celles fixées pour cette catégorie par la présente Norme.

ii) L'huile d'olive vierge : huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 2 grammes pour 100 grammes et dont les autres caractéristiques correspondent à celles fixées pour cette catégorie par la présente Norme.

iii) L'huile d'olive vierge courante : huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 3,3 grammes pour 100 grammes et dont les autres caractéristiques correspondent à celles fixées pour cette catégorie par la présente norme.

2.1.1.2. L'huile d'olive vierge non propre à la consommation en l'état, dénommée huile d'olive vierge lampante, est l'huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est supérieure à 3,3 grammes pour 100 grammes et/ou dont les caractéristiques organoleptiques et les autres caractéristiques correspondent à celles fixées pour cette catégorie par la présente norme. Elle est destinée aux industries du raffinage ou à des usages techniques.

2.1.2. L'huile d'olive raffinée est l'huile d'olive obtenue des huiles d'olive vierges par des techniques de raffinage qui n'entraînent pas de modifications de la structure glycéridique initiale. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,3 gramme pour 100 grammes et ses autres caractéristiques correspondent à celles fixées pour cette catégorie par la présente norme.

2.1.3. L'huile d'olive est l'huile constituée par le coupage d'huile d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges propres à la consommation en l'état. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 1 gramme pour 100 grammes et ses autres caractéristiques correspondent à celles fixées pour cette catégorie par la présente Norme.

2.2. L'huile de grignons d'olive est 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. Elle est commercialisée selon les dénominations et définitions ci-après :

2.2.1. L'huile de grignons d'olive brute est l'huile de grignons d'olive dont les caractéristiques correspondent à celles fixées pour cette catégorie par la présente Norme. Elle est destinée au raffinage en vue de son utilisation pour la consommation humaine ou destinée à des usages techniques

2.2.2. L'huile de grignons d'olive raffinée est l'huile obtenue à partir de l'huile de grignons d'olive brute par des techniques de raffinage n'entraînant pas de modifications de la structure glycéridique initiale. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,3 gramme pour 100 grammes.

3. Critères de pureté

Les caractéristiques d'identification constituant les critères de pureté sont applicables aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. Les limites établies pour chaque critère comportent les marges de précision de la méthode recommandée.

3.1. Composition en acides gras par chromatographie en phase gazeuse

(% m/m d'esters méthyliques)

- | | |
|--------------------|--------------|
| - Acide myristique | < 0,03 |
| - Acide palmitique | 7,50 - 20,00 |

- Acide palmitoléique	0,30 - 3,50
- Acide heptadécanoïque	< 0,30
- Acide heptadécénoïque	< 0,30
- Acide stéarique	0,50 - 5,00
- Acide oléique	55,00 - 83,00
- Acide linoléique	3,50 - 21,00
- Acide linoléinique	< 1,00
- Acide arachidique	< 0,60
- Acide gadoléique (eïcosénoïque)	< 0,40
- Acide béhénique	< 0,20
- Acide lignocérique	< 0,20

3.2. Teneur en acides gras trans (% des acides gras trans)

	C18:1 T	C18:2 T + C18:3 T
	_____ % _____	_____ % _____
- Huiles d'olive vierges comestibles	< 0,05	< 0,05
- Huile d'olive vierge lampante	< 0,10	< 0,10
- Huile d'olive raffinée	< 0,20	< 0,30
- Huile d'olive	< 0,20	< 0,30
- Huile de grignons d'olive brute	< 0,20	< 0,10
- Huile de grignons d'olive raffinée	< 0,40	< 0,35
- Huile de grignons d'olive	< 0,40	< 0,35

3.3. Composition en stérols et en dialcools triterpénique

3.3.1. Composition en desméthyl-stérols (% des stérols totaux)

- Cholestérol < 0,5
- Brassicastérol < 0,1
- Campesterol < 4,0
- Stigmastérol < campesterol pour les huiles comestibles
- Delta-7-stigmastérol < 0,5

3.3.2. Teneur en stérols totaux (mg/kg)

- Huiles d'olive vierges $\geq 1\ 000$
- Huile d'olive raffinée $\geq 1\ 000$
- Huile de grignons d'olive brute $\geq 2\ 500$
- Huile de grignons d'olive raffinée $\geq 1\ 800$
- Huile de grignons d'olive $\geq 1\ 600$

3.4. Teneur en cires

C42 + C44 + C46 (mg/kg)

- Huile d'olive vierge extra et huile d'olive vierge < 150

C40 + C42 + C44 + C46 (mg/kg)

- Huile d'olive vierge courante < 250
- Huile d'olive vierge lampante $< 3001/$
- Huile de grignons d'olive > 350

3.5. Teneur en stigmastadiènes (mg/kg)

- Huile d'olive vierge extra et huile d'olive vierge $< 0,05$
- Huile d'olive vierge courante $< 0,10$
- Huile d'olive vierge lampante $< 0,50$

3.6. Teneur en insaponifiable (g/kg)

- Huiles d'olive < 15
- Huiles de grignons d'olive < 30

4. CRITÈRES DE QUALITÉ

Les limites établies pour chaque critère et chaque dénomination comportent les marges d'erreur de la méthode recommandée

4.1 Caractéristiques organoleptiques	Huile d'olive vierge extra	Huile d'olive vierge	Huile d'olive vierge courante	Huile d'olive vierge lampante *	Huile d'olive raffinée	Huile d'olive	Huile de grignons d'olive brute	Huile de grignons d'olive raffinée	Huile de grignons d'olive
- odeur et saveur					acceptable	bonne		acceptable	bonne
- odeur et saveur (sur une échelle continue)									
. médiane du défaut	Me = 0	0 < Me ≤ 3,5	3,5 < Me ≤ 6,0**	Me > 6,0					
. médiane du fruité	Me > 0	Me > 0							
- couleur					jaune clair	claire jaune à vert		claire jaune à brun	claire jaune à vert
- aspect à 20°C pendant 24 heures					limpide	limpide		limpide	limpide
4.2. Acidité libre % m/m exprimée en acide oléique	≤ 0,8	≤ 2,0	≤ 3,3	> 3,3	≤ 0,3	≤ 1,0	non limitée	≤ 0,3	≤ 1,0
4.3. Indice de peroxyde en milléquivalents d'oxygène des peroxydes par kg d'huile	≤ 20	≤ 20	≤ 20	non limité	≤ 5	≤ 15	non limité	≤ 5	≤ 15

* La simultanéité des critères 4.1., 4.2., 4.3. n'est pas obligatoire; un seul peut suffire.

** Ou lorsque la médiane du défaut est inférieure ou égale à 3,5 et la médiane du fruité est égale à 0.

4. CRITÈRES DE QUALITÉ (suite)

4.4. Absorbance dans l'ultraviolet ($K'_{1cm}^{1\%}$)	- à 270 nm (cyclohexane) / 268 nm (iso-octane)	Huile d'olive vierge extra	Huile d'olive vierge	Huile d'olive vierge courante	Huile d'olive vierge lampante	Huile d'olive raffinée	Huile d'olive	Huile de grignons d'olive brute	Huile de grignons d'olive raffinée	Huile de grignons d'olive
	- ΔK									
	- à 232 nm*									
4.5. Teneur en eau et en matières volatiles % m/m		$\leq 0,22$	$\leq 0,25$	$\leq 0,30$	$\leq 0,3$	$\leq 1,10$	$\leq 0,90$	$\leq 1,5$	$\leq 2,00$	$\leq 1,70$
4.6. Teneur en impuretés insolubles dans l'éther de pétrole % m/m		$\leq 0,1$	$\leq 0,1$	$\leq 0,1$	$\leq 0,2$	$\leq 0,16$	$\leq 0,15$	$\leq 0,1$	$\leq 0,20$	$\leq 0,18$
4.7. Point d'éclair		$\leq 2,50^{**}$	$\leq 2,60^{**}$	$\leq 0,2$	$\leq 0,3$	$\leq 0,1$	$\leq 0,1$	$\leq 1,5$	$\leq 0,1$	$\leq 0,1$
4.8. Traces métalliques mg/kg fer cuivre		$\leq 0,1$	$\leq 0,1$	$\leq 0,1$	$\leq 0,2$	$\leq 0,05$	$\leq 0,05$	$\geq 120^{\circ}\text{C}$	$\leq 0,05$	$\leq 0,05$
4.9. Esters méthyliques (FAME) et esters éthyliques (FAEE) des acides gras		$\leq 3,0$ $\leq 0,1$	$\leq 3,0$ $\leq 0,1$	$\leq 3,0$ $\leq 0,1$	$\leq 3,0$ $\leq 0,1$	$\leq 3,0$ $\leq 0,1$	$\leq 3,0$ $\leq 0,1$	$\leq 3,0$ $\leq 0,1$	$\leq 3,0$ $\leq 0,1$	$\leq 3,0$ $\leq 0,1$
4.10. Teneur en phénols		Voir point 11.24								

* Cette détermination est uniquement d'application par les partenaires commerciaux et à caractère facultatif.

** Les partenaires commerciaux du pays de vente au détail peuvent exiger le respect de ces limites lors de la mise à disposition de l'huile au consommateur final.

5. Additifs alimentaires

5.1. Huiles d'olive vierges et huile de grignons d'olive brute: aucun additif n'est autorisé.

5.2. Huile d'olive raffinée, huile d'olive, huile de grignons d'olive raffinée et huile de grignons d'olive: alpha-tocophérol autorisé pour restituer le tocophérol naturel éliminé au cours du traitement de raffinage.

Dose maximale : 200 mg/kg d'alpha-tocophérol total dans le produit final.

6. Contaminants

6.1 Métaux lourds

Les produits visés par la présente norme doivent être conformes aux limites maximales en cours d'établissement par la Commission du Codex Alimentarius; néanmoins, entre-temps, les limites ci-après sont applicables :

Concentration maximale autorisée

Plomb (Pb) 0,1 mg/kg

Arsenic (As) 0,1 mg/kg

6.2 Résidus de pesticides

Les produits visés par la présente norme doivent être conformes aux limites maximales de résidus fixées pour ces produits par la Commission du Codex Alimentarius.

Chapitre 2

Evaluation organoleptique Des huiles d'olives

1. Evaluation organoleptique de l'huile d'olive

1.1. Critère de qualité complémentaire à l'analyse chimique

Si la caractérisation physico-chimique des huiles d'olive est une étape essentielle dans la classification des huiles, elle n'est pas suffisante pour déterminer la qualité d'une huile et sa valeur marchande. En effet, les composés volatiles qui se développent au cours du procédé de fabrication de l'huile puis pendant son stockage sont capables de modifier l'odeur et la saveur de l'huile. Pour cela, une analyse sensorielle codifiée et détaillée a été développée par le COI et la Communauté Economique Européenne (CEE).

De manière générale, pour être catégorisée en huile d'olive vierge extra, une huile ne doit présenter aucun défaut organoleptique, une très faible acidité et un très faible état d'oxydation. Ces caractéristiques assurent au consommateur l'achat d'un produit de qualité qui se conservera bien dans le temps.

Dernièrement, cette méthode est un sujet de grande actualité et constitue l'un des critères de qualité de la norme commerciale du COI. Comme toute méthode, elle a été remise en question par certains et il ne fait aucun doute que l'adoption de cette méthode d'évaluation organoleptique des huiles d'olive vierges a représenté une «révolution» en ce qui concerne les normes relatives aux huiles d'olive vierges..

1.2. Historique de l'évaluation organoleptique de l'huile d'olive vierge

L'analyse sensorielle est définie par l'Organisation internationale de normalisation (ISO) comme la science relative aux méthodes permettant l'examen organoleptique des attributs d'un produit par les sens. Cette science a vu le jour dans les années 1940 et s'est développée notamment ces 30-40 dernières années avec l'application de nouvelles techniques statistiques, mathématiques et la normalisation des conditions physiques des essais.

L'analyse sensorielle fait appel aux acquis de la psychologie sur la perception et la mémoire pour optimiser l'utilisation de l'instrument de l'analyse sensorielle, le dégustateur, et éliminer toute subjectivité possible. Elle devait nécessairement s'appliquer à l'huile d'olive puisque cette science évoluée, qui intègre tous les progrès réalisés, est utilisée dans toute l'industrie des denrées alimentaires. Son application à l'huile d'olive remonte aux années 1970 avec les travaux effectués par l'équipe de Rafael Gutiérrez à l'Institut des matières grasses de Séville (Espagne). En 1981, le COI a décidé, en collaboration avec neuf experts de six pays (Espagne, France, Grèce, Italie,

Portugal et Turquie), d'entreprendre l'étude de la mise au point d'une méthode fondée sur les normes et les méthodes internationalement reconnues.

Des critères statistiques ont été introduit en plus grand nombre et il a été requis des dégustateurs qu'ils se comportent comme de simples instruments de mesure de l'intensité des perceptions sur une échelle continue qui facilite l'utilisation mathématique des données et leur saisie automatique et donne au dégustateur le libre choix de l'indication de sa perception sans la contrainte d'intervalles.

2. Méthode d'évaluation organoleptique de l'huile d'olive vierge

Conformément à la norme COI/T.20/Doc. n° 15/Rév.4 de Novembre 2011.

La présente méthode internationale a pour but d'établir la procédure pour évaluer les caractéristiques organoleptiques de l'huile d'olive vierge et établir la méthode pour son classement sur la base de ces caractéristiques.

2.1. Vocabulaire spécifique pour l'huile d'olive vierge

Les principaux attributs sensoriels définis dans la méthode d'évaluation organoleptique de l'huile d'olive vierge ont été classés en deux catégories : les attributs positifs et les attributs négatifs.

2.1.1. Attributs négatifs : Il est à noter que pour être classée comme « huile d'olive vierge extra », l'huile ne doit présenter aucun de ces principaux défauts qui sont :

- **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 – Terre** : flaveur caractéristique de l'huile obtenue d'olives attaquées par des moisissures et des levures par suite d'un stockage des fruits pendant plusieurs jours dans l'humidité ou de l'huile obtenue d'olives ramassées avec de la terre ou boueuses et non lavées.
- **Vineux-vinaigré- Acide-aigre** : flaveur caractéristique de certaines huiles rappelant le vin ou le vinaigre. Cette flaveur est due fondamentalement à un processus de fermentation aérobie des olives qui donne lieu à la formation d'acide acétique, acétate d'éthyle et éthanol.
- **Rance** : flaveur des huiles ayant subi un processus d'oxydation intense.

- **Olive gelée (Bois humide)** : flaveur caractéristique d'huiles extraites d'olives ayant fait l'objet d'un processus de congélation sur l'arbre avant récolte.

Autres attributs négatifs

D'autres attributs négatifs moins courants ont également été décrits par le Conseil Oléicole International. Parmi ceux-ci on citera :

- **Cuit ou brûlé** : flaveur caractéristique des huiles qui tire son origine d'un réchauffement excessif et/ou prolongé au cours de son obtention
- **Foin – bois** : flaveur caractéristique de certaines huiles provenant d'olives sèches.
- **Grossier** : sensation bucco-tactile dense et pâteuse produite par certaines vieilles huiles.
- **Lubrifiants** : flaveur de l'huile qui rappelle celle du gazole, de la graisse ou de l'huile minérale.
- **Margines** : flaveur acquise par l'huile à la suite d'un contact prolongé avec les eaux de végétation qui ont subi des processus de fermentation.
- **Métallique** : flaveur qui rappelle les métaux. Elle est caractéristique de l'huile qui est demeurée longtemps en contact avec des surfaces métalliques.
- **Saumure** : flaveur de l'huile obtenue d'olives conservées en saumure..
- **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.

2.1.2. Attributs positifs : Il existe 3 grands attributs positifs et toute caractéristiques autre que ces trois attributs seront perçus comme un défaut de l'huile

- **Fruité** : ensemble des sensations olfactives caractéristiques de l'huile, dépendant de la variété des olives, provenant de fruits sains et frais, verts ou mûrs, perçues par voie directe et/ou rétro-nasale. Le fruité vert correspond aux caractéristiques rappelant les fruits verts à l'inverse du fruité mûr qui témoigne d'une récolte des olives plus tardive.
- **Amer** : il est défini comme un 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.

3. Matériel et installations

3.1. Verre pour la dégustation des huiles

La Norme COI/T.20/Doc. n° 5/Rév.1 de septembre 2007 intitulée « *Verre pour la dégustation des huiles* » décrit les caractéristiques du verre destiné à l'analyse organoleptique des huiles comestibles (odeur, saveur, flaveur).



Figure 1 : Verre de dégustation



Figure 2 : Dispositif de chauffage (photo originale)

3.2. Dispositif de chauffage des échantillons

Ce dispositif consiste en un bloc d'aluminium submergé dans un bain d'eau réglée au thermostat, à l'effet d'obtenir une température uniforme. Ce bloc comporte une série de cavités pour y adapter le fond des verres.

3.3. Salle De Dégustation

La salle de dégustation a pour but de procurer au groupe de dégustateurs intervenant dans les essais sensoriels un milieu approprié, confortable et normalisé qui puisse faciliter leur travail et contribuer à améliorer la répétabilité et la reproductibilité des résultats.

La Norme COI/T.20/Doc. n° 6 /Rév.1 de Septembre 2007 nommée « Guide pour l'installation d'une salle de dégustation » précise les conditions essentielles dont il y a lieu de tenir compte pour l'aménagement d'une salle de dégustation.



Figure 3 : Salle de dégustation



Figure 4 : Cabine de dégustation

3.3.1. Spécifications générales pour l'installation

Toute pièce, quelle que soit sa superficie, doit réunir les spécifications suivantes:

- La pièce doit être agréable et convenablement éclairée, tout en conservant un aspect neutre. Dans ce but, il est recommandé d'utiliser pour les parois de l'uni de teinte relaxante et claire
- L'examen organoleptique des échantillons doit se faire à une température donnée qui se situe, pour les huiles alimentaires, à $28 \pm 2^{\circ}\text{C}$.

3.3.2.. Caractéristiques générales

- Les cabines pour l'analyse sensorielle doivent être montées l'une à côté de l'autre dans la pièce ;
- Elles doivent être identiques et séparées entre elles par des cloisons suffisamment hautes et larges pour isoler les dégustateurs une fois assis ;
- Les cabines peuvent être fabriquées avec tout matériau approprié et d'entretien facile (par exemple, bois, contre-plaqué vitrifié, panneaux laminés, etc.). En cas d'utilisation de peintures, celles-ci doivent être tout à fait inodores après séchage ;
- Les sièges prévus dans chaque cabine doivent être confortables et à hauteur réglable ;
- Chaque cabine doit être pourvue également d'éclairage individuel réglable tant en ce qui concerne la direction que l'intensité ;

3.3.3. Dimensions

Les cabines doivent être suffisamment amples et confortables. En général, il faut s'en tenir aux dimensions ci-après:

- Largeur: 0,75 m (sans évier) ; 0,85 m (avec évier) ; Hauteur de la table: 0,75 m ;

- Longueur: 0,50 m (table) ; 0,20 m (excès de la cloison) ;
- Hauteur des cloisons: 0,60 m au minimum mesuré à partir de la table.

4. Le chef de jury et les dégustateurs

4.1. Le chef de jury

Le chef de jury doit jouir d'une formation solide, tout en étant un connaisseur et un expert averti de tous les types d'huile auxquels il aura à faire au cours de son travail. Il est la clef du jury et le responsable de son organisation et de son fonctionnement. Son travail requiert une formation de base en analyse sensorielle et ses outils, de l'adresse sensorielle, de la méticulosité dans la préparation des essais et l'organisation et l'exécution de ceux-ci, ainsi que de l'habileté et de la patience pour planifier et effectuer les essais de manière scientifique. Il est également de son ressort exclusif de veiller à la sélection, à l'entraînement et au contrôle des dégustateurs, afin de s'assurer de leur niveau d'aptitude. Il est donc le responsable de leur qualification. Celle-ci doit toujours être objective.

Il est également responsable de la préparation, codification et présentation des échantillons et du traitement statistique des données.

4.2. Les dégustateurs

Les personnes intervenant en qualité de dégustateurs dans les essais organoleptiques d'huiles d'olive doivent le faire de manière volontaire, avec les conséquences que cet acte volitif implique en termes d'obligation et de non rémunération économique. . Ceux-ci devront être sélectionnés, entraînés et testés par le chef de jury en fonction de critères objectifs, en relation avec leur habileté à faire la distinction entre échantillons proches ; il y a lieu de ne pas perdre de vue que la précision du dégustateur s'améliore avec l'entraînement.

Le dégustateur doit se comporter comme un véritable observateur sensoriel, en laissant de côté ses goûts personnels et en ne rendant compte que des sensations qu'il perçoit. À cet effet, il doit toujours réaliser son travail en silence, être détendu et ne pas être pressé. Il doit prêter toute l'attention sensorielle possible à l'échantillon qu'il déguste. Pour chaque essai, il faut disposer de 8 à 12 dégustateurs.



**Figure 5 : jury national de dégustation
des huiles d'olive**



Figure 6 : séance de dégustation

5. Règles générales de conduite des dégustateurs

Les recommandations suivantes visent le comportement devant être observé par les dégustateurs au cours de leur travail.

- S'abstenir de fumer et de boire du café pendant au moins 30 minutes avant l'heure fixée pour l'essai ;
- Ne pas avoir utilisé un parfum, un cosmétique ou un savon dont l'odeur pourrait persister au moment de l'essai. Les mains doivent être lavées avec un savon non parfumé, puis rincées et séchées autant de fois que nécessaire pour éliminer toute trace d'odeur
- Ne rien manger pendant au moins une heure avant la dégustation ;
- Après avoir rempli les règles précitées, le dégustateur doit s'installer dans la cabine qui lui a été assignée, d'une manière ordonnée et silencieuse ;
- Il doit rester en silence pendant qu'il réalise son travail, son téléphone portable devra toujours être déconnecté afin de protéger la concentration et le travail de ses collègues.

6. Procédure d'évaluation organoleptique et de classement de l'huile

6.1. Technique de dégustation de l'huile d'olive vierge

-Le dégustateur doit prendre le verre, en le maintenant couvert avec le verre de montre, puis l'incliner légèrement et, dans cette position, il le fera tourner entièrement afin d'en mouiller le plus possible la surface intérieure. Après cette opération, il doit enlever le verre de montre et flairer l'échantillon par des inspirations, lentes et profondes, pour évaluer l'échantillon.

-Une fois l'essai olfactif terminé, il doit procéder à l'évaluation des sensations buccales (ensemble des sensations olfacto-gustatives par voie rétro nasale et tactiles). Pour ce faire, prendre une petite

gorgée d'huile, de 3 ml environ. Il est très important de distribuer l'huile sur toute la cavité buccale jusqu'au voile du palais et la gorge ; comme chacun sait, les saveurs et les sensations tactiles sont en effet perçues avec une intensité variable selon les différentes zones de la langue, du palais et de la gorge ;

-Il est recommandé que l'évaluation organoleptique d'une huile d'olive vierge porte au maximum sur **quatre échantillons** par séance avec un maximum de 3 séances par jour. Il est recommandé d'utiliser un petit morceau de pomme de 15 g environ qui, après mastication, peut être jeté dans le crachoir. Par la suite, se rincer la bouche avec un peu d'eau à la température ambiante. Laisser passer au moins 15 minutes avant de procéder à la séance suivante.

6.2. Utilisation de la feuille de profil par le dégustateur

La feuille de profil (en annexe) à utiliser par le dégustateur. Chaque dégustateur faisant partie du jury doit flairer, puis déguster l'huile soumise à examen.

Il doit ensuite porter sur les échelles de 10 cm de la feuille de profil à sa disposition l'intensité à laquelle il perçoit chacun des attributs négatifs et positifs.

6.3. Utilisation des données par le chef de jury

Le chef de jury doit recueillir les feuilles de profil remplies par chacun des dégustateurs ; il doit contrôler les intensités assignées aux différents attributs. Dans l'hypothèse d'une anomalie constatée, il demandera au dégustateur de réviser sa feuille de profil et, si nécessaire, de répéter l'essai. Le chef de jury doit introduire les données de l'évaluation de chaque juge sur un logiciel nommé *CALCOLA*, en vue du calcul statistique des résultats de l'analyse, basés sur le calcul de leur médiane.

L'insertion des données pour un échantillon est à réaliser à l'aide d'une matrice composée de 9 colonnes correspondant aux 9 attributs sensoriels et n lignes correspondant aux n juges utilisés.

6.4. Classement de l'huile

L'huile est classée dans les catégories ci-dessous, en fonction de la médiane des défauts et de la médiane de l'attribut fruité.

a) **Huile d'olive vierge extra** : la médiane des défauts est égale à 0 et la médiane du fruité est supérieure à 0 ;

b) **huile d'olive vierge** : la médiane des défauts est supérieure à 0 et inférieure ou égale à 3,5, et la médiane du fruité est supérieure à 0 ;

c) **huile d'olive vierge courante**: la médiane des défauts est supérieure à 3,5 et inférieure ou égale à 6,0, ou médiane des défauts est inférieure ou égale à 3,5 et la médiane du fruité est égale à 0 ;

d) **huile d'olive vierge lampante** : la médiane des défauts est supérieure à 6,0.

Lorsque la médiane de l'amer et/ou piquant est supérieure à 5,0, le chef de jury le fera figurer sur le certificat d'analyse.

Lorsqu'il s'agit d'analyses effectuées dans le cadre de contrôles de conformité aux normes, un essai est réalisé. Le chef de jury doit faire procéder à la réalisation de l'analyse en double.

Chapitre 3

*Problématique
Environnementale des Sous-
produits de
L'industrie oléicole*

1. Les principaux sous-produits d'huilerie

Il est important de définir les principaux sous-produits, on distinguera donc:

- le grignon brut: c'est le résidu de la première extraction de l'huile par pression de l'olive entière, ses teneurs relativement élevées en eau (24%) et en huile (9%) favorisent son altération rapide lorsqu'il est laissé à l'air libre.
- le grignon épuisé: c'est le résidu obtenu après déshuilage du grignon brut par un solvant, généralement l'hexane.
- les margines: c'est le résidu liquide aqueux brun qui s'est séparé de l'huile par centrifugation ou sédimentation après le pressage (Fedeli et Camurati, 1981).

1. 1. Les grignons d'olive

1.1.1. Caractéristiques physiques

Les grignons bruts renferment la coque du noyau, réduite en morceaux, la peau et la pulpe broyée de l'olive, environ 25% d'eau et encore une certaine quantité d'huile qui favorisent leur altération rapide

Les grignons épuisés diffèrent essentiellement par une plus faible teneur en huile et une teneur en eau réduite du fait qu'ils ont été déshydratés au cours du processus de l'extraction.

Il est toutefois à noter qu'il est généralement économiquement plus rentable d'extraire préalablement l'huile du grignon, mais lorsque pour des raisons spécifiques l'extraction n'a pas lieu, ce grignon brut peut être conservé pour être distribué ultérieurement aux animaux.

1.1.2. Composition chimique des grignons

Contrairement aux autres tourteaux oléagineux les grignons bruts sont pauvres en matières azotées et riches en cellulose brute. Ils restent relativement riches en matières grasses. L'épuisement par les solvants diminue la teneur en matières grasses et augmente relativement les autres teneurs. (Tableau 3).

Tableau 3: Composition chimique indicative des grignons

		% de la Matière Sèche			
Type	Matière Sèche	Matières minérales	Mat. Az. totales	Cellulose brute	Matières Grasses
Grignon brut	75–80	3–5	5–10	35–50	8–15
Grignon épuisé	85–90	7–10	8–10	35–40	4–6

a) La cellulose brute

Comme mentionné ci-dessus le taux de cellulose brute est élevé pour les grignons non dénoyautés. Le dénoyautage partiel réduit considérablement cette teneur, mais même la pulpe pure contient autour de 20% de cellulose brute.

b) Les matières azotées totales

Leurs teneurs varient selon le type de grignon (voir Tableau 5) mais restent relativement modestes. L'azote protidique constitue plus de 95% de l'azote total et sa solubilité est particulièrement faible (1,5% de l'azote total selon Zelter, 1968, cité par Theriez et Boule, 1970, et Gomez-Cabrera, 1983, (communication personnelle), 3% selon Nefzaoui, 1983). D'ailleurs une grande partie des protéines (80 à 90%) est liée à la fraction lignocellulosique (ADF-N) (Nefzaoui, 1983)

c) Les lipides

La matière grasse des grignons est très riche en acides gras en C16 et C18 insaturés qui constituent 96% du total des acides gras. Les grignons sont très vulnérables à l'oxygène atmosphérique responsable en grande partie de l'altération des propriétés organoleptiques.

Les matières grasses du grignon brut peuvent constituer un apport d'énergie important mais dans le cas des grignons épuisés cet apport est limité.

1.2. Les margines

1.2.1. Origine des margines

Les margines : c'est le résidu aqueux qui est généré lors de la phase de séparation solide liquide par centrifugation ou sédimentation après le pressage [Fedeli et Camurati, 1981; Paredes, 1999].- les margines ou eaux de végétation proviennent pour 40 à 50% du fruit et, de l'eau utilisée pour la trituration.

Elles sont à l'origine un liquide rougeâtre sombre, très vite en raison d'une série de processus enzymatique, se dégrade et se transforme en margine, liquide noir et nauséabond, fortement polluant. La qualité et la quantité de la margine générée est variable, elle dépend du système d'extraction, de la variété d'olive, de l'eau utilisée. En moyenne 1m³ de margine est générée par tonne d'olives triturées et la charge polluante moyenne est de 70 kg de DCO par tonne d'olives.

Dans le cas des procédés à trois phases, les margines sont produites à diverses étapes, après extraction (centrifugation horizontale) et après centrifugation de l'huile. Les margines produites après extraction, contiennent encore des résidus d'huile et de grignons, sont soumises à une centrifugation verticale et les margines restants sont évacuées. Après centrifugation de l'huile, des margines et de l'huile vierge sont obtenues. Les margines sont réinjectées dans le processus de la centrifugation verticale (avec les margines premières). Malgré le traitement des margines tout au long du processus, les margines finales contiennent toujours des résidus huileux qui n'ont pas pu être séparés lors de la centrifugation verticale. Les eaux restantes sont des eaux très polluées que l'on ne peut pas encore traiter efficacement, de ce fait, le rejet des margines reste un problème prépondérant pour le secteur de la production d'huile d'olive. [Ben Yahia et al, 2003]

La qualité et la quantité des margines dépendent de l'opération d'extraction d'huile d'olive, elles sont aussi influencées par la variété d'olive, la saison de cueillette, le taux de maturation des fruits et les conditions climatiques [Fiorentino *et al*,2003]

On estime généralement qu'un kg d'olive fournit 1 à 1,5 litres de margines [Léger, 1999] ; en fonction de système d'extraction utilisé.

1.2.2. Les caractéristiques physico-chimiques

Les margines ont une couleur brun à brun rougeâtre, d'aspect trouble. Ces effluents ont une forte charge saline et sont très acides, riches en matières organiques et en polyphénols peu dégradables. Ces eaux sont caractérisées par un pH de 4,5 à 5 et une conductivité de l'ordre de 10

$\mu\text{s/cm}$, due surtout aux ions potassium, chlorures, calcium et magnésium. La DCO peut varier de 50 à 200g/L.

Tableau 4 : Caractéristiques physico-chimiques des margines [Amirantes, 1999]

Paramètres	Valeurs
DCO (mg /L)	60000 - 180000
DBO (mg/L)	20000 - 55000
pH	5,0 – 5 ,5
Chlorures (mg/L)	5 - 6
Phosphore (mg/L)	50 - 70
Phosphates (mg/L)	170 - 190
Azote ammoniac (mg/L)	100 - 150
Azote nitrique (mg/L)	3 - 4
Azote nitreux (mg/L)	5,5 – 6,5
Phénols (mg /L)	4 - 5
Potassium (mg/L)	4000 - 6000
Sodium (mg/L)	15 - 25
Résidu sec (mg/L)	30 - 120

1.2.3. composition des margines

- les composés fondamentaux des margines sont:
- Eau: 82 à 83%
- Substances organiques 15%
- Substances minérales 1.8%
- ils contiennent en moyenne 170 Kg de résidus secs par m³ de margine.

Tableau 5 : Composition des margines : Sousoucy R ,1984 , FAO.

Composant	Teneur en %
eau	83—88%
Matières organiques	10---15 %
Matières minérales	1.5—2%
Matières azotées totales	1.25—2.4%
Matières grasses	0.08—1%
poly phénols	1---1.5%

2. pouvoir polluant des margines

L'autre caractéristique des margines est la très grande variabilité de leur composition et partant de leur propriétés. Les paramètres définissant le pouvoir de pollution du produit n'échappent pas non plus à cette variation. Il s'agit:

- de la DBO 20000 à 55000 mg/L
- de la DCO 60000 à 180000 mg/L
- des résidus solides 3 à 10 %
- des résidus insolubles. 0.04 à 0.5 %.
- les substances phénoliques sont partiellement toxiques et inhibent le développement des microorganismes aussi bien en présence ou en l'absence d'Oxygène (Vaquez Rancero et al, 1974], ont identifié un certain nombre de flavonoïdes, de phénols et de glucosides phénoliques .il s'agit en particulier, de l'oleuropéine qui a la propriété d'inhiber le développement de certaines bactéries, dont les lactobacilles et des Champignons.

3. Problématique environnementale des margines

Les margines, effluents d'extraction de l'huile d'olive, posent de sérieux problèmes de pollution par leur concentration élevée en matières organiques et en poly phénols. Des études de toxicité et de biodégradabilité ont montré que les composés phénoliques qui sont de nature humiques et responsables de la coloration noire sont très peu toxiques et très difficilement biodégradables, par contre, les composés tanniques sont très toxiques mais biodégradables.

En effet, le rejet des margines reste jusqu'à présent un problème écologique prépondérant ainsi qu'un redoutable souci pour les pays producteurs d'huile d'olive où de larges volumes sont produits dans des intervalles de temps très brefs, s'étendant de Novembre Jusqu'à Avril. [Fiorentino *et al.*, 2003]

L'absence de méthodes de traitement adaptées pousse les propriétaires d'huileries à rejeter ces eaux dans la nature sans aucun contrôle ou à surcharger avec ces substances toxiques un réseau d'égouts pas adapté. [Ben Yahia *et al.*, 2003]

3.1. Pollution des eaux

Les margines sont des effluents liquides générées par la fabrication de l'huile d'olive essentiellement durant les mois de novembre à avril.

Les margines ont une forte charge polluante, 2kgs d'olives pressées correspondent à la pollution rejetée par une personne, il est facile d'imaginer l'impact que peut avoir l'activité des huileries sur la qualité de notre environnement.

Les margines sont rejetées le plus souvent dans des récepteurs naturels, des cours d'eau, sans aucun contrôle préalable et nuisent fortement à la qualité de ces eaux de surfaces; la très forte charge en matières organiques empêche ces eaux de s'auto-épurer et la pollution peut s'étendre sur de très longues distances. [Mébirouk, 2002]

La coloration des eaux naturelles due aux tannins est l'un des effets les plus visibles de la pollution. De plus, la teneur élevée en sucres réducteurs provoque la prolifération des micro-organismes qui y profitent comme substrat, ceci diminue la disponibilité de l'oxygène pour d'autres organismes vivants et entraîne un déséquilibre de l'écosystème aquatique, de même que l'accumulation du phosphore provoque l'eutrophisation des eaux et favorise la multiplication de pathogènes [Lacomelli, 2000]

En outre, l'épandage des margines, très riches en éléments azotés, peut causer la pollution des nappes souterraines situées dans la zone ou à proximité du site d'épandage et souiller la qualité de l'eau potable ; or dans le bassin méditerranéen, les ressources en eau sont rares et leur préservation, tant que quantitativement que qualitativement est capitale [Benyahia *et Zein*, 2003].

Ensuite, Les lipides présents dans les margines forment un film impénétrable à la surface des rivières et ses bords empêchent la pénétration de la lumière et de l'oxygène.

3.2. Pollution des sols

Les composés phénoliques, les acides organiques, le pigment catécholamélaninique et la haute salinité (conductivité élevée) peuvent causer des effets phytotoxiques sur les oliviers (F.A.O, 1983) .Ils provoquent une diminution de la matière sèche en diminuant la disponibilité de l'azote, en plus de leur toxicité pour certains micro- organismes [Filidei *et al.*, 2003] .Les acides, les éléments minéraux et les substances organiques aboutissent à une destruction de la capacité d'échange cationique du sol (CEC), par suite, une réduction de la fertilité du sol. La fertilité du sol se réduit suite à l'action altérante des acides, des minéraux et des composés organiques. [Cadillon et Lacassin, SD]

La forte acidité des margines a un impact négatif sur le sol et ses constituants. La microflore bactérienne du sol peut être détruite suite à l'acidification du milieu. Par ailleurs le caractère visqueux des margines entraîne la formation d'un dépôt huileux qui provoque l'imperméabilisation du sol dans un premier lieu et son asphyxie par la suite.

3.3. Air et paysage

Les fortes teneurs en sels des margines, leur forte charge et leur acidité sursaturent le milieu récepteur et provoquent des conditions d'anaérobioses propices aux dégagements d'odeurs désagréables liées à la formation d'acide H₂S lors du processus de fermentation . les odeurs incommodes fortement les riverains du cours d'eau.

4. Les dangers des rejets oléicoles

4.1. Les dangers évidents

En plus des désagréments visuels et des mauvaises odeurs, la forte charge organique des margines détruit totalement la faune et la flore aquatique par absorption de tout ou une partie de l'Oxygène dissous dans l'eau, le taux d'Oxygène chute jusqu'à zéro (anoxie) et ce sur plusieurs kilomètres, la capacité d'auto-épuration de l'oued est ainsi annihilé, conjugué aux effets de la salinité des margines, toute vie aquatique s'en trouve ainsi totalement inhibée.

- les concentrations des phénols existant dans les margines constituent un risque de pollution important pour les nappes souterraines, les oueds étant des milieux favorables à une alimentation directe de la nappe.

a. Sous oxygénation:

Lorsque les charges importantes de matières organiques sont apportées au milieu via des rejets ponctuels, les processus naturels de régulation ne peuvent plus compenser la consommation bactérienne d'oxygène. On estime que la dégradation de 7 à 8 mg de matières organiques par des microorganismes suffit pour consommer l'oxygène contenu dans un litre d'eau. [Manahan, 1994]

b. Couleur, turbidité et odeur

L'accumulation des matières organiques et minérales dans les cours d'eau induit l'apparition de mauvais goût, prolifération bactérienne, odeurs pestilentielles et colorations anormales. En dehors de l'aspect inesthétique, les agents colorants ont la capacité d'interférer avec la transmission de la lumière dans l'eau, bloquant ainsi la photosynthèse des plantes aquatiques.

La couleur des eaux est due à des acides humiques, grosses molécules contenant des cycles aromatiques ou polyaromatiques avec des fonctions hydroxyles ou acides. Ces molécules sont très peu biodégradables

c. Eutrophisation

Sous l'action des microorganismes, les colorants libèrent des nitrates et des phosphates dans le milieu naturel, les ions minéraux induits en quantité trop importante peuvent devenir toxiques pour la vie piscicole et altérer la production d'eau potable, leur consommation par les plantes aquatiques accélère leur prolifération anarchique et conduit à l'appauvrissement en oxygène par inhibition de la photosynthèse dans les strates les plus profondes des cours d'eau et des eaux stagnantes;. Il suffit d'une concentration de 4 mg/l pour provoquer ces conditions d'eutrophisation.[Amirantes et al, 1999] .

4.2. Les dangers à longs termes:

a. la persistance

Les margines sont des composés difficiles à épurer par dégradation biologique naturelle, cette persistance est due surtout à la présence de composés phénoliques.

Cette persistance est en étroite relation avec leur réactivité chimique:

- les composés insaturés sont moins persistants que les saturés.
- les alcanes sont moins persistants que les aromatiques.
- la persistance des aromatiques augmente avec le nombre de substituant.

b. Toxicité des tannins

- c. De plus, une pollution atmosphérique considérable serait induite en raison de la fermentation anaérobique et de la production de gaz (méthane). [Fung, 1997]

L'industrie oléicole, une activité importante dans les pays méditerranéens, génère une grande quantité de déchets constitués de grignons (rejets solides) et de margines (effluents liquides de composition complexe) qu'il importe de traiter pour faire face aux risques de pollution potentielle. En effet les importantes quantités d'eau que l'industrie oléicole utilise, engendrent de grands effluents liquides (margines) dont le volume est estimé entre 20 et 30 millions dans le seul bassin méditerranéen. Depuis longtemps, les margines épuisées sont rejetées dans la nature (cuvette, oueds, mers), sans aucun traitement au préalable. Ces effluents acides, riches en polyphénols, en azote et en phosphore organique, ont ouvert une multitude de lignes d'investigation qui, dans la plupart des cas, a permis des progrès, parmi lesquels est à noter le système d'extraction en continu à deux phases, développé pour favoriser l'élaboration écologique de l'huile d'olive.

Etude

Pratique

Méthodes
Et Matériels

Objectif de cette étude

Le Conseil Oléicole International a fait un appel en avril 2009 (Note verbale N°T.20.3, 2009) aux différents membres du conseil pour la réalisation des études de la caractérisation variétale (Casier Oléicole). En effet, c'est sur la base des différents casiers oléicoles des pays membres du COI que se négocient les normes commerciales de l'huile d'olive.

L'objectif de cette étude consiste dans un premier temps à caractériser et contrôler la qualité commerciale des huiles d'olives Algérienne pour faire une classification commerciale selon la norme du conseil oléicole international en effectuant des analyses physicochimiques et organoleptiques de 78 échantillons. Dans un second temps faire une estimation des taux de rejets en huile d'olive dans les sous-produits (margines et grignons) cette étude touche à plusieurs échantillons de tout le territoire national.

1. Matières d'œuvres et matériels d'étude

L'analyse physico chimique des échantillons a été réalisée au niveau du service Agro-alimentaire du Laboratoire Centrale de l'Institut Technique de l'Arboriculture Fruitière et de la Vigne et l'analyse organoleptique a été réalisée à la station expérimentale de Sidi Aich qui dispose d'une salle de dégustation avec un jury national formé par des experts du COI.

2. Echantillonnage

Au cours de la campagne oléicole 2013/2014, un travail d'échantillonnage des huiles d'olive et des sous-produits (margines et grignons) au niveau des différentes unités de trituration d'olives à travers le territoire national (Ouest, Centre, Est et sud) a été mené par les techniciens des différentes stations expérimentales de l'ITAFV.

L'échantillonnage a concerné 19 wilayas à travers le pays, réparties sur 04 zones : Ouest, Centre, est et Sud. Ci-dessous les wilayas échantillonnées avec le nombre d'échantillons collectés d'huile d'olive (**H**), de margine (**M**) et de grignon (**G**).

- Huile d'Olive : -----78 échantillons
- Grignon : -----49 échantillons
- Margine : -----32 échantillons

Total échantillons collectés : le détail dans le tableau 6

Tableau 6 : Nombre d'échantillons collectés par willaya

Régions/Echantillons	Huile d'olive	Grignons	Margines
Est			
<i>Bejaia</i>	09	08	03
<i>Bouira</i>	05	03	03
<i>Sétif</i>	06	06	01
<i>BBA</i>	04	02	01
<i>Jijel</i>	04	04	02
<i>Skikda</i>	04	03	02
<i>Batna</i>	01	00	02
<i>Guelma</i>	04	04	02
<i>Constantine</i>	01	00	00
Total Est	38	30	14
Sud			
<i>Biskra</i>	02	00	00
<i>Naama</i>	06	00	00
Total Sud	08	00	00
Centre			
<i>Tizi Ouzou</i>	08	03	03
<i>Tipaza</i>	03	01	02
<i>Boumerdes</i>	04	04	04
<i>Blida</i>	05	05	03
<i>Ain defla</i>	01	00	01
Total Centre	21	13	13
Ouest			
<i>Sidi Belabbes</i>	04	00	01
<i>Chlef</i>	03	03	01
<i>Tlemcen</i>	04	03	03
Total Ouest	11	06	05

3. Méthodes d'analyses

Les paramètres d'appréciation de la qualité des huiles d'olive étudiés ; indice d'acidité libre, indice de peroxyde, l'absorbance dans l'Ultraviolet à K232 et K270 et la teneur en eau et en matières volatiles sont déterminés conformément aux méthodes préconisées par le COI et méthodes ISO, CE et COI.

- Acidité (**Norme ISO 660- 1996**).
- Indice de Peroxyde (**Règlement (CE)n° 2568/91-annexe II**).
- Absorbance dans l'UV (**Règlement (CE)n° 2568/91-annexe II**).
- Analyse sensorielle (**COI/T.20/DOC.n°15/rev.6 Nov. 2013**).
- Teneur en eau (**ISO 662**).
- Pourcentage de Matière Grasse dans les sous-produits (**AFNOR, 2000**)

Toutes les analyses chimiques sont réalisées sur la base de deux répétitions pour chaque échantillon et le résultat final sera la moyenne arithmétique des deux déterminations.

3.1. L'acidité libre

La teneur en acides gras libres dans les huiles d'olive, est un indicateur de l'activité de lipase ainsi que de la qualité du fruit, du temps de stockage et de la stabilité de l'huile (Ryan et *al.*, 1998). Conventionnellement, c'est la quantité de KOH, en milligrammes, nécessaire pour neutraliser l'acidité contenue dans 1 g de corps gras et exprimée en % d'acide oléique.

- **Principe**

Mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange de solvants, puis titrage des acides gras libres présents à l'aide d'une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium.

- Hydroxyde de potassium, solution éthanolique titrée (KOH) à 0,1 mole par litre
- Phénolphtaléine, solution à 10 grammes par litre dans l'éthanol à 96 %.

- **Mode opératoire**

Prélever une prise d'essai de 2,5 g dans une fiole conique et la dissoudre dans 50 millilitres du mélange oxyde diéthylique/éthanol préalablement neutralisé. Titrer, en agitant, avec la solution d'hydroxyde de potassium à 0,1 mole par litre jusqu'au virage de coloration rose persistante durant au moins 10 secondes).

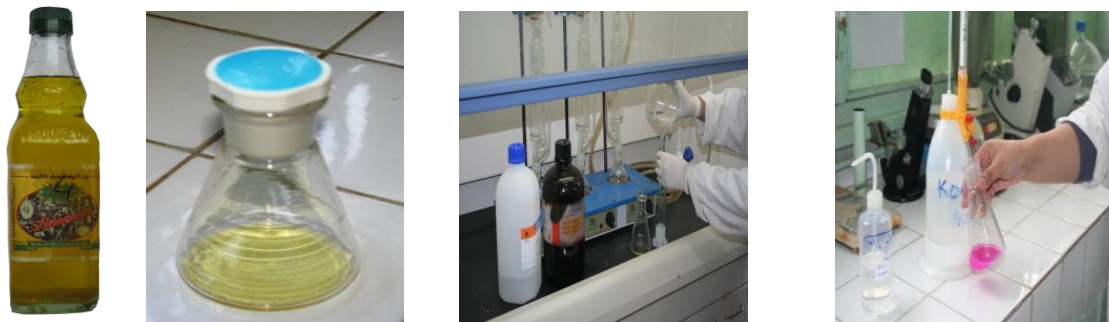


Figure 7 : Etapes d'analyse de l'acidité libre

- **Expression des résultats**

L'acidité libre, exprimée en pourcentage d'acide oléique, est égale à:

$$AC = V.C.M.100/1000.m = V.C.M/10.m$$

Où:

V: volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de potassium ;

C: concentration exacte, en moles par litre, de la solution titrée de KOH (0,1 mol/l);

M: poids molaire, en grammes par mole, de l'acide oléique = 282 g/mol ;

m : poids en grammes, de la prise d'essai.

3.2.Détermination de l'Indice de Peroxyde

L'indice de peroxyde d'un corps gras est le nombre de microgrammes d'oxygène actif contenu dans un gramme de produit capable d'oxyder l'iodure de potassium dans les conditions de travail décrites avec libération d'iode.

L'indice de peroxyde renseigne sur le degré de l'oxydation de l'huile.

- **Principe**

La prise d'essai en solution dans un mélange acide acétique et chloroforme est traitée par une solution d'iodure de potassium. L'iode libéré est titré avec une solution de thiosulfate de sodium.

Les équipements utilisés doivent être exempts de toute trace de substances oxydantes ou réductrices.

- **Mode opératoire**

Avec une cuillère en verre peser à 0,001 gramme près, une masse de 1,2 à 2,0 g de l'échantillon. Ajouter 10 millilitres de chloroforme. Dissoudre rapidement la prise d'essai en agitant. Ajouter 15 millilitres d'acide acétique puis 1 millilitre de solution d'iodure de potassium, Remettre le bouchon rapidement, agiter pendant une minute et laisser reposer pendant 5 minutes à l'abri de la lumière à une température de 15 à 25 °C.

Ajouter environ 75 millilitres d'eau distillée. Titrer l'iode libéré avec la solution de thiosulfate de sodium 0,001 N tout en gitant vigoureusement et en employant la solution d'amidon comme indicateur.

Effectuer simultanément un essai à blanc.



Figure 8 : Etapes d'analyse de l'indice de peroxyde

- **Expression des résultats**

L'indice de peroxyde (IP), exprimé en milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme, est fourni par la formule:

$$\text{IP} = (V - V_0) \cdot 1000 \cdot T / m$$

Où:

V est le volume, en millilitres, de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai

V₀ est le volume, en millilitres, de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

T est la normalité de la solution de thiosulfate de sodium (0,001N).

3.3. Détermination de l'absorbance spécifique dans l'ultra-violet

L'examen spectrophotométrique dans l'ultraviolet peut fournir des indications sur la qualité de l'huile, sur son état de conservation et sur les modifications dues aux processus technologiques, il nous renseigne sur l'état d'oxydation linoléique.

Les méthodes UV reposent sur la détermination des coefficients d'extinctions spécifiques dans l'ultraviolet à 232 nm (K232) ; 270nm(K270) ont été déterminés avec un Spectrophotomètre de type Thermo UV/Vis. Elles correspondent à l'absorption maximale des diènes et triènes conjuguées qui résultent de la décomposition de l'huile.

- **Principe**

L'huile d'olive est dissoute dans le cyclohexane, puis l'extinction de la solution est déterminée aux longueurs d'onde prescrites.



Figure 9 : spectrophotomètre utilisé dans l'analyse de l'absorbance

- **Mode opératoire**

-L'échantillon examiné doit être parfaitement homogène et exempt d'impuretés en suspension..

-Peser exactement 0,25 gramme de l'échantillon dans une fiole jaugée de 25 millilitres, compléter avec cyclohexane et homogénéiser

- Remplir une cuve en quartz prismatiques avec la solution obtenue et mesurer les extinctions, en utilisant comme référence le solvant employé (cyclohexane pour spectrométrie), aux longueurs d'onde 232 nm et 270 nm.

- **Expression des résultats**

Les extinctions spécifiques aux différentes longueurs d'onde, sont exprimées avec deux décimales et déterminées par lecture directe.

3.4. Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles

C'est la perte en masse par l'échantillon après chauffage à $103 \pm 2^\circ\text{C}$ exprimée en pourcentage de masse. Il consiste à provoquer le départ d'eau par chauffage d'une quantité connue d'huile jusqu'à élimination complète de l'eau. Elle renseigne sur la pureté de l'huile..

- **Principe**

Dessiccation du produit tel quel, à une température de $103^\circ\text{C} \pm 2$ dans une étuve à la pression atmosphérique jusqu'à l'obtention d'un poids constant

- **Mode opératoire**

- Introduire dans une capsule à fond plat préalablement séchée et tarée, à 1mg près, 10g de l'huile, la répartir uniformément sur tout le fond de la capsule.

-Placer la capsule contenant la prise d'essai dans l'étuve de type *MEMMERT* préalablement réglée à $103^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$. Fermer l'étuve. Maintenir la capsule durant une heure dans l'étuve. Laisser refroidir dans le dessiccateur jusqu'à la température ambiante, puis peser à 0,001 g 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 l'obtention d'un poids fixe.



Figure 10 : Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles

- **Expression des résultats**

La teneur en eau et en matières volatiles, en pourcentage en masse de l'échantillon est donnée par la formule suivante:

$$T_{EMV} \% = (m_1 - m_2) \times 100 / (m_1 - m_0)$$

T_{EMV} : Taux en pourcentage.

m_0 : masse, en gramme, de la capsule vide et séchée.

m_1 : masse, en gramme, de la capsule avec la prise d'essai, avant chauffage.

m_2 : masse, en gramme, de la capsule avec la prise d'essai, après chauffage.

3.5. Analyse organoleptique

- **Mode opératoire**

L'analyse sensorielle a été faite sur les 78 échantillons d'huile d'olive, conformément à la méthode d'évaluation du jury de dégustation préconisée par la méthode du COI/T 20/Doc.N°15/Rév.4/Novembre 2011- (voir le chapitre 2). Les conditions enseignées dans la méthode du jury de dégustation ont été appliquées en ce qui concerne la salle, les cabines et le matériel. Les échantillons d'huiles ont été maintenus à $28 \pm 2^\circ\text{C}$, alors que la température de la salle de dégustation était $20 \pm 1^\circ\text{C}$. Les analyses ont été effectuées en plusieurs séances et les dégustateurs ont réalisé au maximum 6 dégustations par jour.

Le jury de dégustation, composé de 12 dégustateurs sélectionnés selon une procédure précise par le chef de jury.

Le jury national de dégustation des huiles d'olive a été créé par un arrêté du ministère de l'Agriculture et du Développement rural publié au Journal officiel. Ce jury est chargé de procéder à l'évaluation sensorielle des huiles d'olive en vue de leur classement. Définissant la composition et le mode de fonctionnement de cette nouvelle structure, le texte précise que ce jury est composé de dégustateurs ayant subi une formation à cet effet, notamment ceux relevant du Centre algérien de contrôle de la qualité et de l'emballage (CACQE), de l'Institut national de la recherche agronomique d'Algérie (INRAA), de l'Institut technique de l'arboriculture fruitière et de la vigne (ITAFV), de représentants des chambres d'agriculture des wilayas. Après l'évaluation sensorielle des huiles d'olive, les appréciations du jury sont consignées sur des fiches de profil.

- **Expression des résultats**

Le chef de jury a introduit les données de l'évaluation de chaque sur un logiciel nommé *CALCOLA* (**Annexe 02**) en vue du calcul statistique des résultats de l'analyse, basés sur le calcul de leur médiane.

L'insertion des données pour un échantillon est réalisée à l'aide d'une matrice composée de 9 colonnes correspondant aux 9 attributs sensoriels et n lignes correspondant aux n juges utilisés et l'huile est classée en fonction de la médiane des défauts et de la médiane de l'attribut fruité.

3.6. Taux d'huile dans les sous-produits oléicoles

- **Echantillonnage**

- **Margine** : Au cours de la campagne 32 échantillons ont été récupérés.

- **Grignon** : Au cours de la campagne 49 échantillons ont été récupérés.

La matière grasse résiduelle est rapportée sur la matière sèche (% matière grasse/matière sèche)

- **Mode opératoire : Séchage de l'extrait sec des grignons et margine à l'étuve**

L'Extrait sec total Obtenu par étuvage d'une masse pesée du produit sec à 105°C pendant 24h., la matière grasse est déterminée en utilisant la méthode de référence au Soxhlet AFNOR 2000

Dosage des lipides totaux (ou matière grasse totale) Dosage basée sur la définition des lipides insolubles dans l'eau et solubles dans les solvants organiques.

Ce dosage est le plus généralement effectué par extraction directe à l'hexane par malaxage en continu (soxhlet); après évaporation du solvant d'extraction, le résidu est séché et pesé.

- **Expression des résultats**

Le rendement en huile est estimé par le rapport de masse d'huile obtenue après évaporation du solvant par évaporateur rotatif et de la matière végétale (grignons et margines) utilisée après séchage

Généralement, il est exprimé en pourcent (%) et calculé par la formule suivante :

$$R(\%) = \frac{M_{HV}}{M_{MV}} \times 100$$

$R(\%)$: Rendement des huiles exprimé en %

M_{HV} : Masse de l'huile obtenue (g)

M_{MV} : Masse de la matière végétale utilisée (g)



Figure 11 : évaporateur rotatif

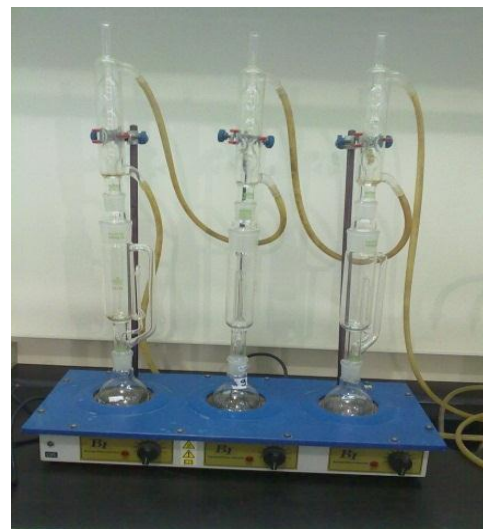


Figure 12 : extraction de l'huile par soxhlet

Résultats
et Discussion

1- Analyses des huiles d'olives des différentes régions

3.3. Paramètres physico-chimiques

1.1.2 Acidité

L'acidité a été effectuée sur les 78 échantillons collectés, les résultats obtenus sont rapportés dans le tableau 7 et dans la figure 16,

Tableau N° 7 : Pourcentage d'acidité libre de 78 échantillons

Acidité (%acide oléique)	Nombre échantillons	Pourcentage
< à 0.8 %	20	25.64%
0.8% - 2%	23	29.48%
2% - 3.3%	11	14.10%
> 3.3 %	24	30.76%

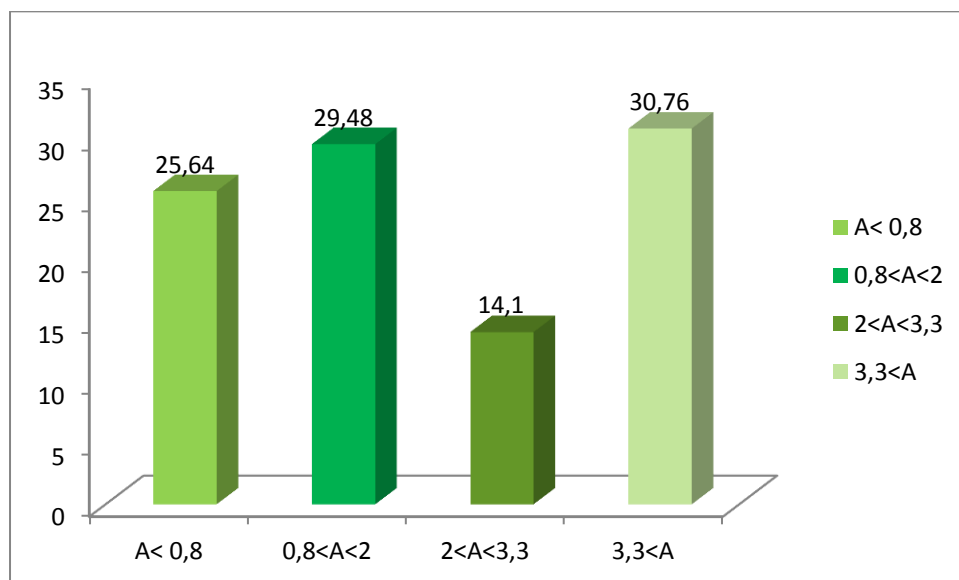


Figure 13 : Histogrammes des pourcentages d'acidité libre

Ce paramètre d'acidité a pour longtemps, été considéré comme un critère principal de qualité et de norme commerciale d'huile d'olive (Osawa et *al.*, 2007).

L'acidité libre de 20 échantillons d'huiles d'olive analysés présentent des acidités inférieures à 0,8 % d'acide oléique ce qui révèle le parfait état des huiles extraites,

Cela, les classent dans la catégorie des huiles d'olive Extra Vierges selon la norme du COI. (Voir Tableau 11)

23 échantillons appartiennent à la catégorie d'huile d'olive vierge qui ne devrait guère dépasser 2% dans le cas d'une huile obtenue à partir d'olives saines récoltées à la main et transformées rapidement avec peu ou sans temps de stockage (Wild, 1988 ; Ajana et al. 1999).

L'acidité qui dépasse 2 % (11 échantillons 2% - 3.3% et 24 échantillons > 3.3 %) est attribuée à l'état de maturité avancé ou défectueux des fruits et/ou au stockage prolongé et inadéquat avant trituration, elle est liée au non-respect des bonnes pratiques de récolte, de fabrication d'huile d'olive (El-Antari et al., 2000 ; Ocakoglu, 2008) et aux modalités de récolte, surtout dans le cas où la récolte se fait par gaulage, ce qui provoque la blessure des fruits. Les olives peuvent subir dans ce cas des lésions qui peuvent engendrer des contaminations de l'huile (Ledrole et al., 2004) et donner des huiles avec une forte acidité et des caractères organoleptiques altérés. En effet, dans certaines régions les fruits sont récoltés à la main, mais sont ensuite mélangés avec les fruits ramassés sur le sol. La période tardive de récolte et l'état sanitaire des fruits influencent également ce paramètre ; c'est le cas de quelques échantillons où le nombre élevé de trous de sortie favorisant l'entrée de l'air et de microorganismes qui entraîne une augmentation de l'acidité (Mazliak, 1968).

1.1.2. Indice de peroxydes

Les résultats obtenus sur les différents échantillons sont rapportés dans le tableau 8 et dans la figure 17.

Tableau N° 8 : Pourcentages d'indice de peroxydes des 78 échantillons

IP (meq/kgd'O ₂)	Nombre échantillons	Pourcentage
< 20	67	85.52%
> 20	11	14.48%

Dont 32 échantillons présentent un indice bas (IP < à 10 meq d'O₂/Kg) soit **38, 15 %** du total

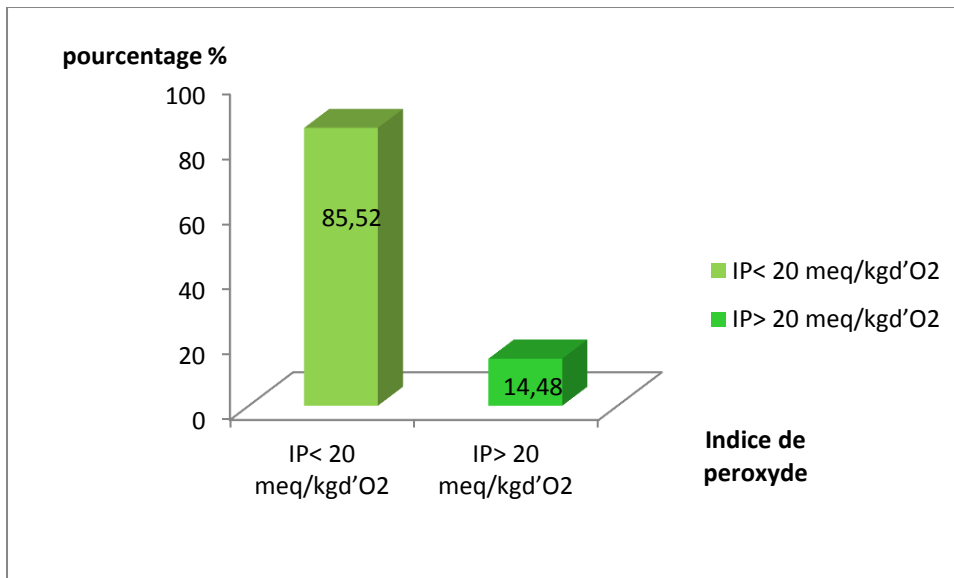


Figure 14 : Histogrammes des pourcentages d'indices de peroxyde d'huile

Les indices de peroxydes mesurés sur des huiles d'olive au cours du stockage, ont donné des valeurs faibles et acceptable en peroxyde (dont 32 échantillons inférieurs à 10 meqO₂/kg d'huile), cela grâce à la présence des substances anti-oxydantes telles que les tocophérols et les polyphénols.

Les conditions opératoires traduisent un état avancé d'oxydation des huiles. Chez 11 échantillons IP > 20 meq/kgd'O₂, le phénomène d'oxydation des acides gras conduit à l'apparition d'une saveur caractéristique « rance », il aboutit aussi à des modifications dans les propriétés organoleptiques, chimiques et nutritionnelles, ce qui affecte la qualité marchande du produit (Jude, 2004)

L'indice de peroxydes constitue un paramètre important de qualité des huiles alimentaires (COI, 2011). Il est à rappeler que, les huiles d'olive perdent leur fraîcheur à partir d'un indice de peroxyde supérieur à 20 meq d'O₂/kg.

1.1.3. Absorbance dans l'ultraviolet

Les résultats obtenus sur les différents échantillons sont rapportés dans le tableau 9 et dans la figure 18.

Tableau N° 9 : Absorbance en UV K270 nm (composés triéniques) et K232 nm (composés diéniques)

Abs UV K232 nm	Nombre échantillons	Pourcentage	Abs UV K270 nm	Nombre échantillons	Pourcentage
< 2.5	47	60.25%	K ₂₇₀ < 0.22	20	25.65%
2.5 - 2.60	20	25.65 %	0.25 - 0.30	28	35.89%
K ₂₃₂ > 2.60	11	14.10%	K ₂₇₀ > 0.30	30	38.46%

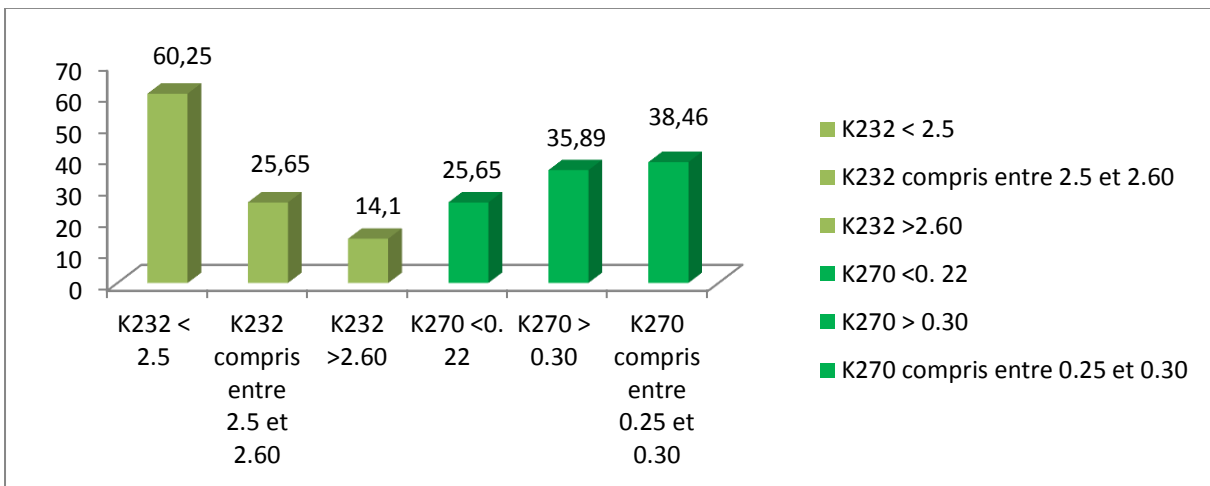


Figure 15 : Histogrammes des pourcentages des valeurs d'absorbance en UV K232 et K270

L'extinction spécifique des huiles dans l'ultraviolet constitue un paramètre important de qualité des huiles. Les valeurs de l'IP ≤ 20 meq O₂/Kg d'huile ne signifient pas toujours l'absence du phénomène d'oxydation. Le recours à la détermination des coefficients (K232, K270) d'absorbance dans l'ultraviolet, renseigne sur la présence ou l'absence de produits d'oxydation secondaire dans l'huile. [Jeantet et al. 2006, BenTemime et al.,2000 ; Ollé Michel, 2002 ;Tchiégang et al.2005)].

A noter que pour les échantillons de la zone Ouest et centre, présentent un K₂₇₀ relativement élevé par rapport à la norme établit.

Les valeurs obtenues restent confinés dans les fourchettes correspondantes, fixées pour l'huile d'olive vierge « extra ». Cependant, les 47 échantillons d'huiles situés au-dessus de la limite supérieure se déclassent en catégorie d'huile d'olive vierge voir courante et les échantillons analysés montrent également un début d'oxydation

primaire comme attesté par les valeurs de K232 et K 270 pour 30 échantillons

Les résultats, seraient liés à plusieurs facteurs tels que la récolte tardive des olives, une exposition excessive des olives et de l'huile extraite à l'oxygène de l'air et à la lumière, voir aussi à un réchauffement de la pâte lors de la trituration et une longue durée de malaxage ne sont pas à écarter non-plus.

1.1.4 Teneur en eau et en matières volatiles

Les teneurs en eau et en matières volatiles des huiles d'olive étudiées sont conciliés dans le tableau 10 et la figure 19.

Tableau N° 10 : valeurs moyennes EMV en %

Teneur en eau (%)	Nombre échantillons	Pourcentage
< 0.2	66	84.61%
>0.2	12	15,39%

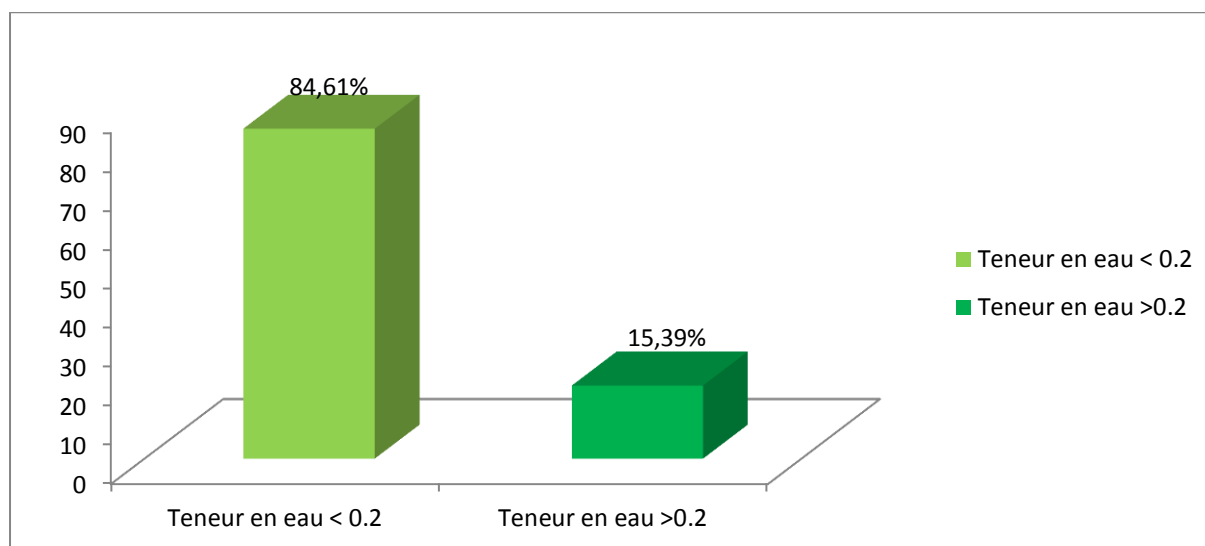


Figure 16 : Histogrammes des pourcentages des valeurs moyennes EMV en %

Nous avons relevé des teneurs relativement faibles < 0.2 pour 66 échantillons de façon générale, les teneurs en matières volatiles déterminées sont relativement communes à celles préconisées par le COI (teneur inférieures à 0,2% pour l'huile d'olive vierge extra, à l'exception de 12 échantillons supérieurs à 0.2 cela est dû à la durée de malaxage prolongée et à la mauvaise séparation

de l'huile des eaux de végétation lors de la décantation ou de la centrifugation (Douzane 2002). Un taux élevé d'eau peut avoir une incidence sur la qualité d'huile en formant un support de développements microbiens qui génèrent des phénomènes d'hydrolyse et d'oxydation.

1.2. Evaluation organoleptique

On rapporte ci-dessous les résultats obtenus de l'analyse sensorielle :

Médiane du fruité > à 0 et Médiane des défauts = 0 -----20 échantillons (25.65%)

Médiane du fruité < à 3.5 et Médiane des défauts > 0-----22 échantillons (28.20%)

Médiane du fruité = à 0 et Médiane des défauts > 0-----36 échantillons (46.15%)

Le logiciel informatique permet un classement visualisé sur un tableau des données statistiques (Annexe 02) ou graphiquement par des profils sensoriels (Figure 20)

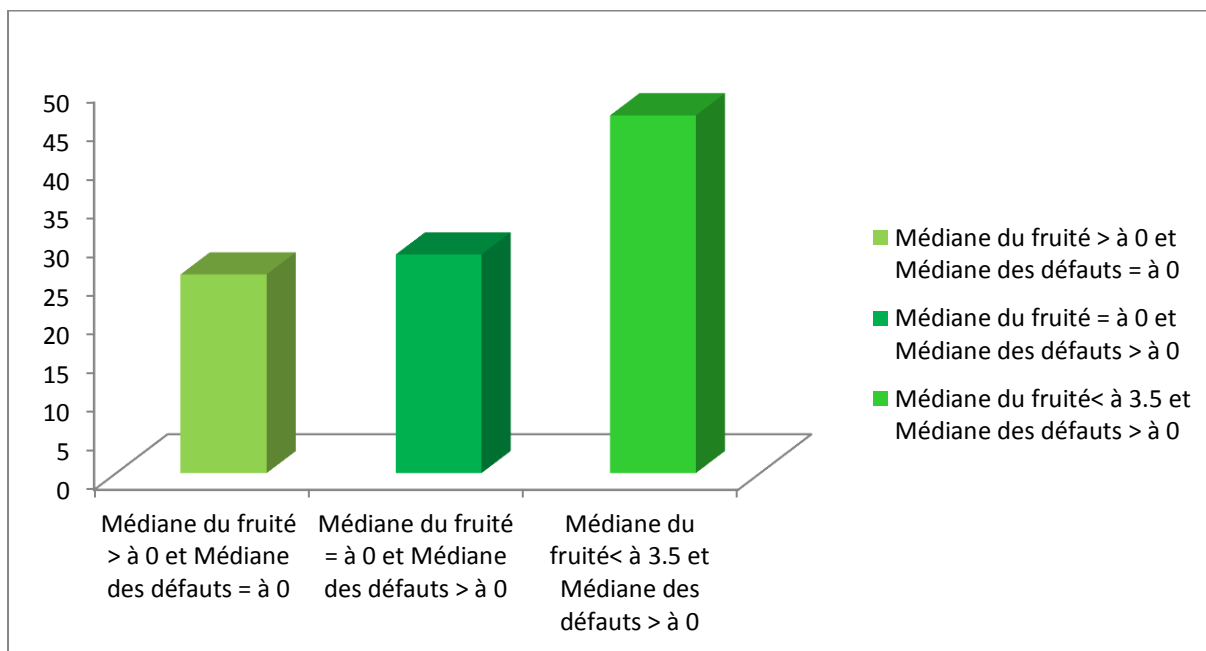


Figure 27 : Histogramme graphique de l'évaluation sensorielle

4. classement des échantillons collectés par catégorie commerciale

Le classement est fait selon la norme du COI (Tableau N° 11)

Tableau N° 11 : les caractéristiques des huiles selon le règlement du COI/NC n° 3/Rév.7 Novembre 2012.

Catégories commerciales	Huile d'olive vierge extra	Huile d'olive vierge	Huile d'olive vierge courante	Huile d'olive vierge lampante
Caractéristiques physico-chimiques				
Acidité libre (% m/m exprimée en acide oléique)	≤0.8	≤2	≤3.3	>3.3
Indice de peroxyde (meq O ₂ des peroxydes par kg d'huile)	≤20	≤20	≤20	Non limité
Absorbance dans l'UV				
- à 270 nm cyclohexane	- ≤0.22	- ≤0.25	- ≤0.3	
- à 232 nm cyclohexane	- ≤2.5	- ≤2.60		-
- ΔK	- ≤0.01	- ≤0.01		
Teneur en eau et en matières volatiles (%)	≤ 0.2	≤ 0.2	≤ 0.2	≤ 0.3
Caractéristiques organoleptiques				
Médiane du défaut organoleptique	= 0	≤3.5	-	-
Médiane du fruité	> 0	> 0	-	-

Huile d'Olive Vierge Extra (HOVE) -----20 échantillons (25.64%)

Huile d'Olive Vierge (HOV) -----22 échantillons (28.20%)

Huile d'Olive Vierge Courante (HOVC) ----- 11 échantillons (14.10%)

Huile d'Olive lampante (HOL) -----25 échantillons (32.05%)

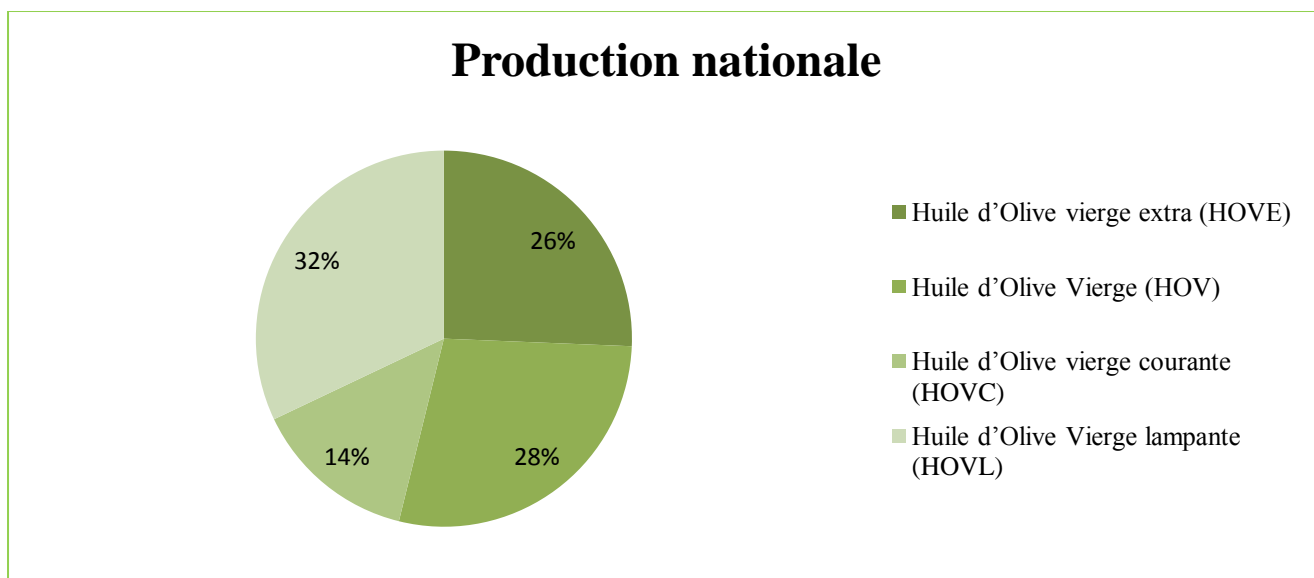


Figure 18 : Répartition de la production nationale par catégorie commerciale

5. Rendement en huile des sous-produits

L'échantillonnage des sous-produits de l'industrie d'extraction des huiles d'olive a été fait dans le but d'évaluer les pertes en matière grasse dans ces derniers (huile résiduelle).

Le présent travail n'est qu'une estimation basée sur les échantillons collectés et sur la production nationale estimée à 70 000 t d'huile d'olive (campagne 2013/2014)

5.1. Résultats obtenus pour les analyses des margines

Au cours de la campagne, 32 échantillons ont été récupérés, la matière grasse résiduelle est réalisée sur la matière sèche (% matière grasse / matière sèche) il en ressort ce qui suit :

La moyenne nationale des résidus en matière grasse dans les margines est de 11.87%

Soit environ 12 l d'huile rejeté dans 100 l de margine.

Tableau N° 12 : Matière grasse résiduelle dans les margines

Matière grasse résiduelle	Nombre d'échantillons	Norme
< 3%	05	1 - 3%
3% - 5%	08	
>5%	19	

A noter que la norme environnementale pour le rejet de substances grasses oscille entre 1 et 3%, on remarque que seulement 5 échantillons répondent aux normes

5.2. Résultats obtenus pour les analyses des grignons

Au cours de la campagne 49 échantillons ont été récupérés, la matière grasse résiduelle est réalisée sur la matière sèche (% matière grasse /matière sèche) il en ressort ce qui suit :

La moyenne nationale des résidus en matière grasse dans les grignons est de 10.23 % soit environ 10.5 l d'huile rejeté dans 100 kg de grignon brut Sur les 48 échantillons analysés

Tableau N° 13 : Matière grasse résiduelle dans les grignons

Matière grasse résiduelle	Nombre d'échantillons	Norme
> 15%	04	8 - 15%
8 - 15%	31	
< 8%	14	

A noter que les résidus de matière grasse dans les grignons varient entre 8 à 15%

(Données rapporté dans la bibliographie (*Nefzaoui et al.1984, Taccari et al.2008*))

On remarque que les taux d'huile résiduelle dans les sous-produits sont dans les normes pour 45 échantillons sur 49.

Conclusion

Et

Recommandations

Conclusions

La présente étude avait pour objectif d'établir une banque de données précises sur la qualité physicochimiques et organoleptiques des huiles d'olive algériennes en analysant plusieurs échantillons.

Les résultats d'analyses des 78 échantillons comparés aux normes du COI permettent une identification de ces huiles

Les résultats obtenus au cours de cette étude, mettent en évidence la dominance des huiles lampantes (plus de 30%) des échantillons.

Le premier paramètre qui renseigne sur le degré d'altération de l'huiles est l'acidité libre, il révélé a que 20 échantillons (25%) sont de la catégorie vierge extra, un pourcentage à améliorer.

Pour ce qui est de l'indice de peroxyde, les résultats confirment la bonne stabilité oxydative des huiles d'olive étudiées, à l'exception de 11 échantillons.

L'acidité et l'indice de peroxyde devraient être mis en considération par les oléifacteurs afin d'assurer une bonne qualité de l'huile (Douzane, 2002).

Cependant, l'analyse spectrophotométrique dans l'ultra-violet a dévoilé un début d'oxydation secondaire. Certaines huiles échantillonnées présentent un K270 relativement élevé (hors norme)

Quant aux teneurs en eau et en matières volatiles, 12 échantillons présentent des valeurs plus élevées que celles des autres échantillons caractérisées comme des huiles d'olive vierges extra.

On note que les huiles du Sud et de l'ouest sont d'une très bonne qualité, d'ailleurs l'acidité la plus basse (0.11 %) revient à un oleifacteur de Nâama. Ceci est probablement dû au fait que les olives ont été trituré avec l'unité mobile à 2 phases,

L'examen organoleptique a fait apparaitre des sensations olfacto-gustatives avec des intensités variables en fonction de l'origine génétique et par conséquent des profils sensoriels très discriminés.

Cette étude est nécessaire pour l'établissement d'un casier oléicole national et pouvoir connaître les caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive produite dans les différentes huileries et permettre ainsi à notre pays de se mettre dans les discussions des normes du COI et du *Codex Alimentarius*.

En outre, pour la caractérisation physico-chimique des huiles, il est nécessaire de réaliser d'autres analyses de base qui peuvent nous renseigner sur la composition chimique et montrer la valeur particulière des huiles. Pour cela, on doit procéder à l'étude du profil en acides gras et des composés mineurs de la fraction insaponifiable.

Certains oleifacteurs, par le non-respect du processus d'extraction, se retrouvent avec des taux d'huile résiduelle hors norme (jusqu'à 48 % du taux d'huile résiduelle) d'où la nécessité de sensibiliser ces derniers aux pertes économiques engendrées et des dangers de tels rejets chargés en matière grasse sur l'environnement.

A noter que sur 32 échantillons analysés de margines, seuls 05 répondent aux normes, ce qui est minime

L'huile résiduelle rejetée dans les sous-produits à l'échelle nationale représente un pourcentage très élevé de ce qui est produit,

Perspectives de développement et Recommandations

- L'échantillonnage est fait d'une manière aléatoire, il est recommandé dans le cas de la reprise du casier oléicole de définir les aires oléicoles, le nombre d'échantillons représentatif par aire oléicole et par zone en prenant en considération les systèmes d'extraction
- Il est recommandé de faire un échantillonnage en début, mi et fin de campagne afin de permettre une évaluation précise de la qualité des huiles du pays

S'il l'on veut obtenir une huile d'olive vierge aux bonnes caractéristiques de qualité, il faut donc veiller à ce que toutes les opérations soient effectuées avec soin en suivant les recommandations ci-après indiquées :

- Il faut effectuer la récolte des olives à maturité appropriée, cueillir les olives sur l'arbre à la main ou par secouage mécanique, transporter les olives au plutôt à l'unité pour l'extraction de l'huile. Si cela n'est pas possible, on doit conserver le fruit dans un endroit approprié en respectant les règles appliquées ;
- travailler au moulin dans des conditions de propreté maximales et observer les règles strictes d'hygiène pour éviter tout type de contamination ;
- appliquer la conduite technologique de trituration des olives en respectant les normes appropriées pour chaque opération.

- Après détermination de la qualité de l'huile produite et de sa catégorie commerciale, on doit procéder immédiatement au stockage dans les cuves ou réservoirs appropriés au stockage en masse de l'huile d'olive vierge,
- Au terme de la campagne oléicole et au début de la suivante, il faut procéder au nettoyage général des installations et des machines, afin de créer les meilleures conditions de milieu d'hygiène qui s'avèrent indispensables pour obtenir, à partir de fruits sains, de l'huile d'olive vierge de qualité.
- Elaboration d'une banque de données complète sur les caractéristiques chimiques des huiles et les empreintes génétiques des variétés d'olivier cultivées en Algérie (variétés autochtones, variétés étrangères et variétés créées par amélioration génétique) ;

L'huile de grignon représente une perte en rendement de la production de l'huile d'olive algérienne. Elle constitue une source de pollution des fleuves jouxtant les huileries. Les teneurs en huile d'olive montrent que 4 à 10 % d'huiles sont perdues annuellement dans la nature une réflexion doit être engagée et des mesures doivent être prises afin de réduire au maximum ces pertes comme :

- Installation d'une raffinerie pour la récupération des huiles de grignon (estimée à 16907 t)
- Doter les moulins d'un deuxième séparateurs vertical (pour les chaînes continues à 03 phases) afin de refaire la séparation liquide/liquide margine/huile après le passage par le décanteur
- Doter le moulin traditionnel d'un séparateur vertical
- Respecter les temps de malaxages
- Respecter les normes de travail lors de l'étape du passage de la pâte du malaxeur au décanteur (pompe, conduit...)
- Il faut sensibiliser les oleifacteurs des pertes économiques engendrées et les dangers de tels rejets chargés en matière grasse sur l'environnement.

Références Bibliographiques

Bibliographie

- 1) **Abaza L., Msallem M., Daoud D., Zarrouk M., 2002.**Caractérisation des huiles de sept variétés d'olivier tunisiennes. Oléagineux, Corps Gras, Lipides. Volume 9 (2), 174-179.
- 2) **Amirantes** , 1999 nuove tecnologie di estrazione e loro influenza sull'utilizzo dei sottoprodotti
- 3) **Ajana, H. ; EL Antari A. ; Hafidi A., 1999.**Evolution of biometric parameters and chemical composition of olives from Moroccan Picholine variety fruit ripeness "Grasas y Aceites, 50 (1) ; 1-16.
- 4) **Ben Temime, S. Taamalli, W., baccouri. B.,Abaza, L., Daoud, D., Zarrouk, M., 2000.** Changes in olive oil quality of chétoui variety according to origin of plantation Journal of Food Lipids 13 88–99.
- 5) **Belaid,C,Kallel,Met Elleuch** (2002) , Identification de nouveaux composés phénoliques présents dans les rejets liquides d'huilerie d'olives (marginés).Déchets. SCIENCES ET TECHNIQUES?27PP30634 .
- 6) **Ben Rouina,B et Nefzaoui,A**, 1986, l'utilisation d'un aliment complet à base de feuille et de grignons dans l'engraissement des ovins; séminaire national de la valorisation des sous produits agro-alimentaires.
- 7) **Ben Yahia et Zein K**, 2003; Analyse des problèmes de l'industrie de l'huile d'olive et solution récemment développée. Contribution spéciale de sustainable business associates (Suisse) à Sese.
- 8) **Ben Yahia** ,2003 Analyse des problèmes de l'industrie d'olive et solution récemment développée, SESEC II
- 9) **Boudoukhana Hocine, 2008**, Impacts des margines sur les eaux de oueds Bouchtata (Wilaya de Skikda). Mémoire de Magister, université de Skikda
- 10) **Chimi H., 2002.** Amélioration de la qualité de l'huile d'olive, restructuration et modernisation des unités de trituration des olives. Département des Sciences Alimentaires et Nutritionnelles Institut Agronomique et Vétérinaire Hassan II. Acte olivier 335-351.
- 11) **COI, 1998** : Amélioration de la qualité de l'huile d'olive. Collection manuels pratiques ; 79 pp
- 12) **Conseil Oléicole International, COI, 2013.** Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux l'huiles de grignons d'olives conseil oléicole international, COI/T.15/NC n°3/ Rév.7 / Novembre 2013.

- 13) **Conseil Oléicole International, COI, 2012 B.**39th meeting of the advisory committee
Madrid, 2 July 2012
- 14) **Conseil Oléicole International, COI, 2012 C.**Market Newsletter No 66 – November 2012
- 15) **Conseil Oléicole International, COI T20/Doc.19 Rév.2 ,2008.** Analyse spectrophotométrique dans l'ultraviolet.
- 16) **Conseil Oléicole International, 2012 .**L'huile d'olive et la santé.
- 17) **Cadillon M et Lacassin,** la valorisation agronomique des margines. Société du canal de Provence.
- 18) **Dozane M.2002 ;** Caractérisation biochimique des huiles de quelques variétés population d'oliviers locales. Mémoire de magister INA El Harrach-170p.
- 19) **Della Greca,M.,Monaco,P,Pinto,G,Polio,A,Previtera,L et Temussi F(2001);**
phytotoxicity of low molecular-weight phenols from olive mill wast waters ; bulletin of Environmental contamination and toxicology, 67,p352-359.
- 20) **Di Giovacchino, 1999; Alba,** 1994 La centrifugazione della pate de olive senza acqua di diluizione. La rivista italina della sostanza Grasse.
- 21) **El Antari A, El Moudni et Ajana H., 2003.**Evolution comparative de la qualité et de la composition acide de l'huile d'olive chez quelques variétés méditerranéennes cultivées au Maroc. Olivae 95, pp 26-31.
- 22) **El Hajjouji H., 2007.**Evolution des caractéristiques physico-chimiques, spectroscopiques et éco toxicologiques des effluents d'huileries d'olive au cours de traitements biologique et chimique. Thèse de doctorat. Université de Marrakech. 147p.
- 23) **FAO, 2009.**Données sur la consommation algérienne des graisses
- 24) **FAO, 1983** valorisations des produits de l'olivier, réunion du comité technique de Madrid.
- 25) **Jeanet R., Croguennec T., Schuck P., Brulé G. 2006.** Science des aliments. Ed. TEC&DOC, Vol.1, ISBN. 2-7430-0833-4.p:197-223.
- 26) **Lacomelli,A, 2000,**olive mill waster &Sap adapted by Bacron contracting parties-work shop on agro-industry development in the coastal areas, with special focus on the olive oil industry-Beirut Lebanon-
- 27) **Léger, 1999,CL,** Co-produits de l'huile d'olive, les composés phénolique et leur propriétés biologiques OCL, 1999,6,60-63.
- 28) **Mazliak, P. 1968.** Le métabolisme des lipides dans les plantes supérieures". Edition Masson and Cie, Paris.
- 29) **Manahan, SE,** Environnement chemistry, 6ème Ed, USA, Lewis Publisher,1994.

- 30) Mébirouk M.**, 2002, Rejets des huileries, développement d'un procédé intégré pour la biodégradation des polyphénols dans les margines .CMPP NEWS n°1
- 31) Mendil M., Sebai A., 2006.** Catalogue des variétés Algériennes de l'olivier,ed. Institut Technique de l'Arboriculture fruitière et de la vigne, Algérie. 97p.
- 32) Nefzaoui, A.;1987.** Contribution à la rentabilité de l'oléiculture par la valorisation optimale des sous-produits. Séminaire sur l'Economie de l'olivier (CEE, CIHEAM, TUNISIE), Tunis, du 20 au 22 Janvier 1987.
- 33) Ollé Michel, 2002.** Analyse des corps gras DGCCRF, Laboratoire interrégional de Montpellier France, Techniques de l'ingénieur, 3325p.
- 34) Osawa C. C., Guaraldo A.L., Ragazzi S. 2007.**Correlationbetween free fatty acids of vegetable oils evaluated by rapid tests and by the official method. J. of Food Composition and Analysis, Vol.20, p: 523–528.
- 35) Oumeddour Rabah, 2012.** Projet Label de qualité de l'huile d'olive d'Algérie ARST Université de Guelma
- 36) Règlement (CEE) de la commission n° 2568/91** du 11 juillet 1991, relatif aux caractéristiques des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive, ainsi qu'aux méthodes d'analyses y afférentes. Journal Officiel des CE n° L 248 du 5 septembre
- 37) Ranalli, A,** recherche sull impiego dei fermenti selezionati biologico delle acque reflue dei frentoi nota preliminarre sostanze Grasse, 1998, LXV,
- 38) Roland Vilagines,** 2ème Edition ,Eau , Environnement et Santé publique,P183-185.
- 39) Tchiégang C.,Dandjouma A., Kapseu C.,Parmentier M. 2005,** Optimisation de l'extraction de l'huile par pressage des amandes de Ricinodendronheudelotii Pierre ex Pax– Journal of Food Engineering, Volume 68, Issue1, May 2005 ,Pages79-87.
- 40) Willmott N J, Guthrie JT, Nelson G.** the biotechnology approach to colour removal from textile effluent.JSDC, 1998, pages : 38-41.

ANNEXES

ANNEXE 01

Photos échantillons



Echantillons des sous produits grignons et margines



Echantillons d'huile d'olive

ANNEXE 02

Analyse statistique de l'évaluation organoleptique

Microsoft Excel - CALC-FR

Echier Edition Affichage Insertion Format Outils Données Fenêtre 2

D70 42.7666866066389

Évaluation organoleptique de l'huile d'olive vierge
COI/T.20/Doc. no. 15/Rev.1

Echant.	Dégust.	Chômé	Moisi	Vineux	Lies	Métallique	Rance	Autres	Fruité	Amer	Piquant
Échantillon 1											
FR0	Mediane	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.10	0.00	1.70	0.00	0.00
	IQR	0.25	0.00	0.30	0.00	0.00	2.15	0.00	2.10	0.25	0.10
	S*	0.07	0.00	0.08	0.00	0.00	0.60	0.00	0.59	0.07	0.03
	CVr%	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	54.57	0.00	34.49	0.00	0.00
	IC sup	0.14	0.00	0.16	0.00	0.00	2.28	0.00	2.65	0.14	0.05
	IC inf	-0.14	0.00	-0.16	0.00	0.00	-0.08	0.00	0.55	-0.14	-0.05
La valeur du coefficient de variation robuste doit être inférieure ou égale à 20%											
Vierge											
Échantillon 2											
PEB	Mediane	1.75	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
	IQR	3.25	0.75	1.25	0.00	0.00	0.00	0.25	0.00	0.00	0.00
	S*	0.87	0.20	0.33	0.00	0.00	0.00	0.07	0.00	0.00	0.00
	CVr%	40.64	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
	IC sup	3.45	0.39	0.85	0.00	0.00	0.00	0.13	0.00	0.00	0.00
	IC inf	0.05	-0.39	-0.85	0.00	0.00	0.00	-0.13	0.00	0.00	0.00
La valeur du coefficient de variation robuste doit être inférieure ou égale à 20%											
Courante											
Échantillon 3											
LA3	Mediane	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	3.15	0.35	0.80
	IQR	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.55	1.15	1.10
	S*	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.41	0.31	0.29
	CVr%	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	13.15	67.82	49.00
	IC sup	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	3.98	0.95	1.19
	IC inf	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	2.34	-0.25	0.02

Prêt NUM

Démarrer Microsoft Excel - CALC...

ANNEXE 04

Méthode de calcul des huiles dans les sous-produits

En prévision la production nationale en huile d'olive pour la campagne 2013/2014 est estimée à 70 000 tonnes (t)

Le rendement moyen de 100 kg d'olive est de 18 litres (l)

- La quantité d'olive pour produire les 70 000 t d'huile = 388 888.8889 t d'olives
- La moyenne de grignons produit par tonne d'olive (moyenne de tous les systèmes confondus) est de : 425 kg par tonne d'olive ce qui fait 388 888.8889 t d'olives triturées généreront : 165 277.7778 t de grignon
- La quantité moyenne de margines produites par tonne d'olives (moyennes de tous les systèmes confondus) est de : 900 litres par tonne d'olives ce qui fait 388 888.8889 t d'olives triturées généreront : 350 000 t de margines

- **Calcul de la matière grasse résiduelle dans les sous-produits :**

1- Dans les grignons :

Les analyses effectuées au laboratoire ont permis d'établir une moyenne nationale de 10.23 % comme matière grasse résiduelle (MG) dans le grignon

Donc pour 100 kg de grignons on a 10.23 kg de MG ce qui fait 165 277. 7778 produiront théoriquement 16 907 t de MG

2- Dans les margines

Les analyses effectuées au laboratoire ont permis d'établir une moyenne nationale de 11.87 % comme matière grasse résiduelle (MG) dans les margines

Donc pour 100 kg de margines on a 11.87 kg de MG ce qui fait 350 000 t produiront théoriquement 41 545 t de MG

NB :

- les calculs ci dessus sont obtenus en appliquant la règle de trois
- Les rendements de MG calculés sont théoriques car il faut souligner que les taux résiduel de MG établit sont des pourcentages par matière sèche.
- Afin d'arriver à établir des taux de pertes concrets il est important d'avoir des échantillons de chaque système, de calculer les taux d'humidité des sous produits par système d'extraction afin de calculer les taux de pertes par matière sèche.

Pour arriver à comprendre ce point voici un exemple :

Chemlal à un rendement moyen en huile de 14 à 18 l par 100 kg d'olive

Chemlal à un rendement de 22 à 32 % par matière sèche (ce qu'on appelle rendement theorique)

ANNEXE 05

Recommandations

Pour obtenir une huile d'olive vierge de bonne qualité, il faut veiller à ce que toutes les opérations soient effectuées avec soin en suivant les recommandations ci-après indiquées:

- ✓ Suivre une conduite culturale raisonnée (travail du sol, taille, fertilisation, irrigation et traitements phytosanitaires);
- ✓ Cueillir les olives à maturité optimale c'est-à-dire, éviter la cueillette aux stades vert et noir;
- ✓ Veiller à ce que les olives soient saines (les systèmes de cueillette manuelle ou les peignes vibreurs avec utilisation des filets en dessous des oliviers);
- ✓ Eviter de mettre les olives dans des sacs en jute;
- ✓ Transporter les olives à l'unité de trituration dans des caisses perforées en matière plastique le plutôt possible;
- ✓ Respecter les conditions d'hygiène aux moulins (hygiène des locaux, du matériel et du personnel);
- ✓ Entreposer les olives dans un endroit frais, sec et bien aéré ne dépassant pas une semaine de stockage avant leur trituration;
- ✓ Effeuilage, élimination des impuretés (terres, cailloux, brindilles...etc.) et lavage des olives avant l'opération du broyage;
- ✓ Respecter la conduite d'extraction selon le type d'huilerie:

❖ **Pour les huileries traditionnelles et semi-modernes:**

- Remplacer la traction animale par la traction électrique pour réduire le temps du broyage des olives car le contact avec l'air et la lumière favorise leur oxydation;
- Utiliser de l'eau tiède (**20-25°C**) à la place de l'eau chaude afin que l'huile produite garde son aptitude de conservation;
- Laver les scourtins une fois par semaine pour éviter l'augmentation de l'acidité et l'apparition du défaut scourtins;
- Séparer périodiquement l'huile surnageant des eaux de végétation (au moins une fois toutes les huit heures) dans le but de limiter le temps de contact de l'huile:
 - avec l'air (risque d'oxydation et d'acidité importante);
 - avec les margines (risque de défauts organoleptiques: lies et margines).

❖ **Pour les huileries modernes:**

- Optimiser les opérations de trituration de telle sorte que:
 - Le broyage ne dépasse pas 20 à 30 minutes pour limiter le contact prolongé avec l'air;
 - Le malaxage s'effectue pendant 60 minutes au maximum où l'ajout d'eau tiède (**20-25°C**) concerne seulement le système fonctionnant à trois phases;

- ✓ Conditionner les huiles produites dans des récipients propres, inodores (éviter les bouteilles de boissons aromatisées);
- ✓ Ne pas utiliser des récipients en métal oxydable;
- ✓ Stocker les huiles dans des endroits frais et à l'abri de la lumière

ANNEXE 06

Variétés Algériennes de l'olivier (Mendil et Sebai 2006)

Dénomination variétale	Localisation géographique
<i>Abani</i>	Oued el Arab- Khenchela
<i>Aberkane</i>	Akbou-Bejaia
<i>Aaleh</i>	Chechar - Khenchela
<i>Aghchren d'el ousseur</i>	Bougaa - Sétif
<i>Aghchren de titest</i>	Hammam Guergour -Sétif
<i>Aghenfas</i>	Bougaa -Sétif
<i>Agrarez</i>	Tazmalt –Bejaia
<i>Aguentaou</i>	Bousselah-Sétif
<i>Aharoun</i>	Haute de Vallée de Soummam
<i>Aimel</i>	Ait Aimel-Bejaia
<i>Akerma</i>	Hammam Guergour
<i>Azeradj</i>	Sedouk-Bejaia
<i>Blanquette de Guelma</i>	Guelma
<i>Bouchouk Guergour</i>	Guergour -Sétif
<i>Bouchouk lafayette</i>	Bougaa-Sétif
<i>Bouchouk soummam</i>	Sidi Aich-Bejaia
<i>Boughenfous</i>	Bouandas- Sétif
<i>Bouichret</i>	Tazmalt-Bejaia
<i>Boukaila</i>	Constantine
<i>Bouricha</i>	Elharrouch- Skikda
<i>Chemlal</i>	Kabylie
<i>Ferkani</i>	Ferkane -Tébessa
<i>Hamra</i>	Jijel
<i>Limli</i>	Sidi Aich -Bejaia
<i>Longue de miliana</i>	KhemisMiliana, Cherchel et Tenès
<i>Mekki</i>	Khenchela
<i>Neb-djemel</i>	Khenchela
<i>Ronde de miliana</i>	Milina-Ain Defla
<i>Rougette de mitidja</i>	Plaine de Mitidja
<i>Sigoise</i>	Plaine deSig- Mascara
<i>Souidi</i>	Chechar-Khenchela
<i>Tabelout</i>	Babors - Bejaia
<i>Tefah</i>	Sedouk- Bejaia
<i>Takesrit</i>	Elkseur- Bejaia
<i>Zeletni</i>	Chechar-Khenchela
<i>Grosse de hamma</i>	Constantine