

**République Algérienne Démocratique et Populaire**

**Ministère de L'enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**

**Université de Blida 1**



Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie

Département d'Agroalimentaire




**Filière** : Sciences Alimentaires

Mémoire de Projet de Fin d'étude en vue de l'obtention de diplôme de Master en

**Spécialité** : Sécurité Agro-alimentaire et Assurance Qualité

**Etude des caractéristiques des déchets d'huileries  
« les noyaux d'olive » en vue de leur valorisation**

**Présenté par :**

-  **MOUSSI Tahar**
-  **BENOUDIA Omar**
-  **BOUCHERIT Abderrazak**

**Devant le jury :**

Dr REBZANI F (MCB)	Université Blida 1	Président
Dr OURZEDINE W (MCB)	Université Blida 1	Examineur
Dr FERNANE S (MCB)	Université Blida 1	Promotrice

**Année universitaire 2023/2024**

# *Dédicaces*

Je dédie ce travail :

A mes chers parents

A ma grande et petite famille

A tous mes amis et collègues de travail

Tahar

Abderrazak

Omar

## Remerciements

Tout d'abord, on tient à remercier le bon Dieu, le tout puissant de nous avoir donné le courage, la volonté et la patience de mener à terme ce modeste travail.

Nos plus vifs remerciements s'adressent à notre promotrice **Mme FERNANE S** d'avoir accepté de nous encadrer et qui grâce à ses efforts, son orientation à rendu possible la concrétisation de ce projet.

Nous remercions aussi **Mr BOUTOUMI H** Professeur du Département de Génie des Procédés de l'université de Blida 1 pour ses conseils et sa disponibilité tout au long de la réalisation de ce travail.

On tient à remercier particulièrement les membres du jury qui ont bien voulu examiner notre travail.

On n'en profite aussi pour remercier toutes les personnes qui ont mis à notre disposition tous les moyens nécessaires à la mise en œuvre de ce travail par leurs observations et leurs conseils.

## **Résumé**

Dans notre travail, nous avons réalisé l'extraction d'une huile par soxhlet en utilisant l'éther de pétrole 40-60 comme solvant à partir de noyaux d'olive.

Après tamisage, le rendement d'extraction été élevée dans le cas des particules fines par rapport aux grosses particules.

L'huile obtenue a été caractérisé par différente méthodes physico-chimiques tel que : infrarouge, uvi-visible, réfractométrie, taux de cendre, indice d'acide, saponification, ester, peroxyde et densité.

Les résultats de caractérisation montrent un indice d'acidité élevé en comparaison à la norme, des indices de peroxyde, ester et taux de cendre sont dans les normes, à propos l'indice de saponification est moins important que l'huile d'olive et une teneur de polyphénol élevée.

Ce travail a permis de mettre en valeur un déchet d'huilerie « les noyaux d'olive », tant rejeté et négligé, qui pourrait constituer un appui pour la valorisation et l'exploitation des déchets issus des industries agroalimentaires.

### **Mots-clés :**

Noyaux d'olive, huile, valorisation, caractérisation physicochimique, composition, qualité.

## **Abstract**

After sieving, the extraction efficiency was high in the case of fine particles compared to large particles.

The oil obtained was characterized by different physicochemical methods such as: infrared, uvi-visible, refractometry, ash rate, acid number, saponification, peroxide, ester and density.

The characterization results show a high acidity index compared to the standard, peroxide, ester and ash indexes are within the standards, by the way the saponification index is less important than olive oil and a high polyphenol content.

This work made it possible to highlight an oil mill waste “olive pits”, so rejected and neglected, which could provide support for the valorization and exploitation of waste from the agri-food industries.

### **Keywords:**

Olive pits, oil, valuation, physicochemical characterization, composition, quality.

## ملخص

- قمنا في عملنا باستخلاص الزيت من نواة الزيتون بواسطة أداة السوكسلي باستخدام الايثر البترولي 40-60 كمذيب.

-بعد عملية الغرلة كان مردود الاستخلاص مرتفعا في حالة الجزيئات الدقيقة مقارنة بالجزيئات الكبيرة.

-تم تشخيص الزيت التي حصلنا عليها بواسطة التحاليل الفيزيوكيميائية المختلفة مثل: الاشعة تحت الحمراء، الاشعة فوق البنفسجية، قياس الانكسار، محتوى الرماد، درجة الحموضة، مؤشر التصبن والاسترة والبيروكسيد وأخيرا الكثافة.

-أظهرت نتائج التحاليل ارتفاعا في درجة الحموضة مقارنة بالمعايير القياسية اما بالنسبة لمؤشرات البيروكسيد و الاسترة و محتوى الرماد فكانوا ضمن المعايير اما فيما يخص عامل التصبن كان اقل مما هو عليه في زيت الزيتون اما بالنسبة لكمية البوليفينول فوجدناها مرتفع.

-وقد أتاح لنا هذا العمل تسليط الضوء على فضلات معاصر الزيت الا وهي نواة الزيتون المهملة والتي يمكن تثمينها واستغلالها في صناعة الأغذية الزراعية.

## الكلمات المفتاح:

نواة الزيتون، الزيت، التثمين، التشخيص الفيزيائي والكيميائي، التركيب، الجود.

## Table des matières

<b>Introduction</b> .....	1
<b>Partie bibliographique</b>	
<b>Chapitre I Généralités sur l'olivier et l'industrie des huiles</b>	
I.1 Généralités sur l'olivier et les olives.....	3
I.1.1 Classification botanique.....	3
I.1.1.1 Systématique.....	3
I.1.1.2 Morphologie de l'olivier.....	4
I.1.2 Composition chimique.....	6
I.1.3 Importance de l'oléiculture.....	6
I.1.3.1 Origine et expansion de la culture.....	6
I.1.3.2 La répartition de l'olivier.....	7
I.1.4 Intérêts et utilisation de l'olivier.....	10
I.2 Industrie des huiles.....	11
I.2.1 L'olive de table.....	11
I.2.1.1 Définition.....	11
I.2.1.2 Types d'olive de table.....	12
I.2.2 L'huile de l'olive.....	12
I.2.2.1 Définition.....	12
I.2.2.2 Classification de l'huile d'olive.....	12
I.2.2.3 Composition générale des huiles d'olive.....	13
I.2.2.4 Facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive.....	17
I.2.2.5 Les procédés technologiques d'extraction de l'huile d'olive.....	18
I.2.2.6 Vertus thérapeutiques.....	25
<b>Chapitre II Les déchets d'huileries et les possibilités de valorisation</b>	
II.1 Les déchets d'huileries.....	27
II.1.1 Les grignons d'olives.....	27
II.1.1.1 Définition.....	27
II.1.1.2 Composition de grignon d'olive.....	28
II.2 Valorisation des grignons d'olives.....	29
II.2.1 Condition de conservation des grignons d'olives.....	30
II.2.2 Différentes filières de valorisation de grignon d'olive.....	30
<b>Partie expérimentale</b>	
<b>Chapitre I Matériels et méthodes</b>	

I.1	Objectif et lieu de stage.....	33
I.2	Matériel végétal.....	33
I.3	Matériel de laboratoire.....	33
I.3.1	Verrerie utilisée.....	33
I.3.2	Appareil utilisé.....	34
I.3.3	Réactifs.....	34
I.4	Etude granulométrique des noyaux .....	35
I.4.1	Principe.....	35
I.4.2	Mode opératoire.....	35
I.5	Extraction des huiles des noyaux d'olive.....	35
I.5.1	Principe.....	35
I.5.2	Mode opératoire.....	35
I.5.3	Expression des résultats.....	36
I.6	Analyses physicochimiques de l'huile extraite des noyaux d'olive.....	37
I.6.1	Critères chimiques.....	37
I.6.1.1	Indice d'acide.....	37
I.6.1.2	Indice de saponification.....	38
I.6.1.3	Indice d'ester.....	41
I.6.1.4	Indice de peroxyde.....	41
I.6.1.5	Dosage de polyphénols.....	43
I.6.2	Paramètres physiques.....	44
I.6.2.1	Indice de réfraction.....	44
I.6.2.2	Densité relative.....	44
I.6.2.3	Taux de cendres.....	45
I.6.2.4	L'absorbance dans l'ultra-violet.....	46
I.6.2.5	Caractérisation par infrarouge.....	48
<b>Chapitre II Résultats et discussion</b>		
II.1	II.1. Résultats de l'étude granulométrique et du rendement en huile (Rendement selon les classes granulaires pour 200g).....	49
II.2	II.2. Résultats des analyses physicochimiques de l'huile extraite des noyaux d'olive.....	50
II.2.1	Indice d'acide .....	50
II.2.2	Indice de saponification.....	51
II.2.3	Indice d'ester.....	52
II.2.4	La densité .....	53
II.2.5	Indice de peroxyde.....	53
II.2.6	Indice de réfraction.....	54
II.2.7	Taux de cendres.....	55
II.2.8	Teneur en polyphénols.....	56
II.2.9	Caractérisation par infrarouge: Analyse IRTF.....	58
II.2.10	L'absorbance dans l'ultra-violet.....	58
<b>Conclusion.....</b>		<b>60</b>
<b>Références bibliographiques</b>		
<b>Annexes</b>		



## Liste des tableaux

Tableau 1 :	Composition chimique de l'olive (%).....	6
Tableau 2 :	Principaux acides gras présents dans l'huile d'olive (%).....	15
Tableau 3 :	Principaux triglycérides présents dans l'huile d'olive (%).....	15
Tableau 4 :	Principaux composés mineurs de l'huile d'olive.....	16
Tableau 5 :	Caractéristiques physicochimiques de l'huile d'olive.....	18
Tableau 6 :	Comparaison entre les trois principaux systèmes d'extraction de l'huile d'olive	24
Tableau 7 :	Composition physique des différents types de grignon.....	28
Tableau 8 :	Composition chimique indicative des différents types de grignons.....	29
Tableau 9 :	Réactifs utilisés en analyses physicochimiques.....	34
Tableau 10 :	Différentes classes granulométriques et taux de rendement en huile (%).....	49
Tableau 11 :	Taux d'Acidité de l'huile des noyaux d'olive .....	50
Tableau 12 :	Taux d'Indice de saponification de l'huile des noyaux d'olive (%).....	51
Tableau 13 :	Taux d'Indice d'ester de l'huile des noyaux d'olive (%).....	52
Tableau 14 :	Densité de l'huile des noyaux d'olive.....	53
Tableau 15 :	Indice de peroxyde de l'huile des noyaux d'olive (%).....	54
Tableau 16 :	Indice de réfraction de l'huile des noyaux d'olive (%).....	55
Tableau 17 :	Taux de cendres de l'huile des noyaux d'olive.....	56
Tableau 18 :	Teneur en polyphénols totaux de l'huile des noyaux d'olive.....	57
Tableau 19 :	Normes COI.....	59

## Liste des figures

Figure 1 :	Aspect morphologique de la plante <i>Olea europaea</i> L. et leurs parties.....	5
Figure 2 :	Coupe transversale et longitudinale d'olives.....	5
Figure 3 :	Répartition géographique de l'oléiculture.....	7
Figure 4 :	Répartition de la superficie arboricole, au niveau national.....	8
Figure 5 :	Distribution de la superficie oléicole nationale par région.....	9
Figure 6 :	Les principales variétés d'olives cultivées en Algérie.....	10
Figure 7 :	Constituants des huiles végétales.....	14
Figure 8 :	Effeillage et lavage des olives.....	19
Figure 9 :	Broyage des olives.....	20
Figure 10 :	Extraction par pression.....	21
Figure 11 :	Centrifugation horizontale.....	21
Figure 12 :	Principaux processus d'extraction de l'huile d'olive.....	23
Figure 13 :	Différentes filières de valorisation des grignons d'olive.....	31
Figure 14:	Noyaux d'olive .....	33
Figure 15:	Montage de soxhlet avec rota vapeur.....	36
Figure 16:	Indice d'acide avant dosage.....	38
Figure 17 :	Indice d'acide après dosage.....	38
Figure 18 :	Montage à reflux de l'indice de saponification.....	39
Figure 19 :	Indice de saponification avant le dosage.....	40
Figure 20 :	Indice de saponification après le dosage.....	40
Figure 21 :	Indice de peroxyde avant le dosage.....	42
Figure 22 :	Indice de peroxyde après le dosage.....	42
Figure 23 :	Courbe d'étalonnage de l'acide gallique.....	43
Figure 24 :	Huile avant calcination.....	46
Figure 25 :	Huile avant calcination.....	46
Figure 26 :	Evolution du rendement en huile selon les classes granulaires. ....	49

Figure 27 :	Taux de rendement (%).....	50
Figure 28 :	Comparaison du taux d'Indice de saponification des noyaux d'olive avec les l'huile d'olive et des grignons d'olive.....	51
Figure 29 :	Taux d'Indice d'ester de l'huile des noyaux d'olive en comparaison avec l'huile d'olive.....	52
Figure 30 :	Densité de l'huile des d'olive comparée à l'huile d'olive et de grignons d'olive...	53
Figure 31 :	Indice de peroxyde comparé à des travaux antérieurs.....	54
Figure 32 :	Indice de réfraction de l'huile des noyaux d'olive comparé à l'huile d'olive et de grignons d'olive.....	55
Figure 33 :	Taux de Cendres de l'huile des noyaux d'olive comparé à de l'huile de grignons d'olive.....	56
Figure 34 :	Teneur en polyphénols totaux comparée à des travaux antérieurs.....	57
Figure 35 :	Spectre IRTF de l'huile des noyaux d'olive.....	58
Figure 36 :	Absorbance dans l'ultraviolet de l'huile des noyaux d'olive.....	59
Figure 37 :	Lieu de localisation de l'huile des noyaux d'olive.....	59

## Liste des abréviations

A : Absorbance

AGMI : acides gras monoinsaturés

AGPI : acides gras polyinsaturés

AGS : acides gras saturés

C : Concentration

C.E.D.G.A.D.R : Commission Européenne, Direction Générale de l'Agriculture et du Développement Rural.

C° : Degré Celsius

CACQE : Centre Algérien du Contrôle de Qualité et de L'Emballage.

Cholestérol HDL : Cholesterol lipoprotéine de haute densité

Cholestérol LDL : Cholesterol lipoprotéine de basse densité

COI : Conseil Oléicole International

Cu<sup>2+</sup> : ion de cuivre

EFSA : Autorité Européenne de Sécurité des Aliments (European Food Safety Authority)

FAO: Food and Agricultural Organization

Fe<sup>+3</sup> : ion ferrique

g : gramme

HGO : Huile de grignons d'olive

HO : Huile d'olive

Ia : Indice d'acide

IRTF : Infrarouge a Transformée de Fourier

ITAFV : Institut Technique d'arboriculture Fruitière et de la vigne

J-C : Jésus- Christ

Kbr : Bromure de potassium

Kg : kilogramme

L : Acide linoléique

M.S : Matière sèche

MADR : Ministère d'Agriculture et du Développement Rural.

MG : Matière grasse

mn : minute

N :normalité

nm : nanomètre

O : Acide oléique

OOL : dioléolinoléine

OOO : trioléine

P : Acide palmitique

POL : lapalmitooléolinoleine

POO : ladioléopalmitine

S : Acide stéarique

SOO : dioléostéarine

UE : Union Européenne

UV : Ultra-Violet

$\mu\text{m}$  : Micromètre

$\mu\text{g}$  : Microgramme

$\Delta K$  : variation de l'extinction spécifique

# **Partie**

# **Bibliographique**

**Chapitre I**

**Généralités sur l'olivier et**

**l'industrie des huiles**



## **I.1. Généralités sur l'olivier et les olives**

L'olivier est un arbre cultivé pour son fruit, l'olive, qui donne une huile recherchée « l'huile d'olive ». Cette dernière, mais aussi les olives de table, sont des éléments importants de la diète méditerranéenne et sont consommées en grande quantité dans le monde entier (**Cronquist, 1981**).

C'est un arbre à croissance lente qui peut atteindre 15 mètres de hauteur selon la nature du sol et les conditions climatiques. Il est taillé entre 3 et 5 mètres pour en améliorer la productivité. C'est un arbre fruitier à feuilles persistantes toujours vertes (**Assami, 2014**).

**Gargouri et Mhiri (2002)**, signalent que l'olivier est un arbre rustique produisant des fruits souvent, marginal, il est planté là où les autres espèces fruitières ne peuvent convenir.

Il se distingue des autres espèces fruitières par sa rusticité et sa très grande longévité pouvant donner des arbres centenaires. Si le tronc disparaît par vieillissement, les rejets se développant à la base assurent sa pérennité et redonneront un nouvel arbre (**Gaour, 1996**).

Principalement, on cultive l'olivier dans le bassin méditerranéen pour sa capacité à résister à la sécheresse, sa tolérance au sel et à fournir des fruits et une huile de qualité (**Gigon et Le Jeune, 2010**).

### **I.1.1. Classification botanique**

#### **I.1.1.1. Systématique**

La famille des oléacées (*Oleaceae*), de la division des magnoliacées (*Magnoliophyta*), de la classe *Magnoliopsida* et de l'ordre des scrophulariacées (*Scrophulariales*), comporte sept arbres : le frêne, l'olivier, le troène, le Phillyrea, le jasmin, le lilas et le forsythia (**Papanikolaou et al., 2005**).

L'olivier « *Olea europaea L.* » est la principale espèce cultivée appartenant à la famille monophylétique des *Oleaceae* (**Muzzalupo, 2012**).

L'espèce *Olea europaea L.* a été nommée par Linné en raison de son aire géographique. C'est l'unique espèce du bassin méditerranéen représentative du genre *Olea*. On distingue deux sous-espèces : l'olivier cultivé ou olivier commun (*Olea europaea sativa.*) et l'olivier sauvage ou

oléastre (*Olea europaea sylvestris.*) (Guignard et Dupont, 2004 ; Tourte et Bordonean, 2005).

Selon Himour ép cherrier et Yahia (2018), l'olivier « genre Olea » comprend une trentaine de genres, et plus de 600 espèces, elle présente la classification suivante :

- Sous-règne : Tracheobionta
- Embranchement : Spermaphytes (Phanérogames)
- Sous Embranchement : Angiospermes
- Classe : Dicotylédones (ou Thérébinthales)
- Sous-classe : Astéridées (ou Gomopétales)
- Ordre : Gentianales (ou Lingustrales)
- Famille : Oléacées
- Genre : Olea
- Espèce : *Olea europaea .L*

#### **I.1.1.2. Morphologie de l'olivier**

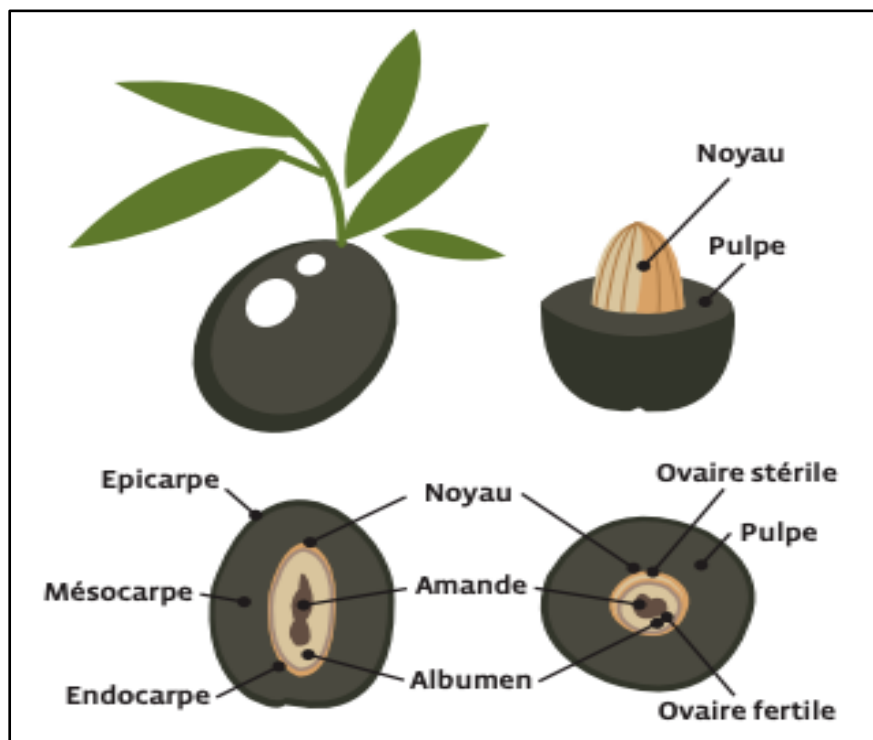
Il se reconnaît facilement à l'aspect tortueux de son tronc (**Figure 1**), à ses feuilles de forme oblongues à ovales-lancéolées et à ses fleurs regroupées en petites inflorescences en forme de grappes dressées (Arab et al., 2013).

Le fruit de l'olivier est une drupe, botaniquement similaire aux amandes, abricots, cerises, nectarines, pêches (Muzzalupo, 2012).

L'olive est une drupe à mésocarpe charnu indéhiscente, à noyau (**Figure 2**). Sa forme est ovoïde ou ellipsoïde. Sa dimension évolue selon les variétés. La paroi de ce fruit est constituée de l'épicarpe (épiderme ou peau) solidement attaché à la pulpe. A maturation, l'épicarpe passe de la couleur vert tendre (olive verte), à la couleur violette ou rouge (olive tournante) puis à la coloration noirâtre (olive noire). Le mésocarpe charnu est riche en huile. L'endocarpe est constitué par un noyau fusiforme, très dur. A l'intérieur du noyau se trouve une seule graine contenant l'embryon et l'albumen (Assami, 2014).



**Figure 1 :** Aspect morphologique de la plante *Olea europaea L.* et leurs parties (Bisset, 2018).



**Figure 2 :** Coupe transversale et longitudinale d'olives (Afidol, 2019).

## I.1.2. Composition chimique

Le fruit d'olive est composé principalement d'eau, d'huile, de protéines, de minéraux (cendres), des composés hydrosolubles (sucres, phénols) (**Tableau1**) et constitué en outre d'une fraction colloïdale insoluble (hémicellulose, celluloses) (**Benlemlih et Ghanam, 2016**).

**Tableau 1** : Composition chimique de l'olive (%)

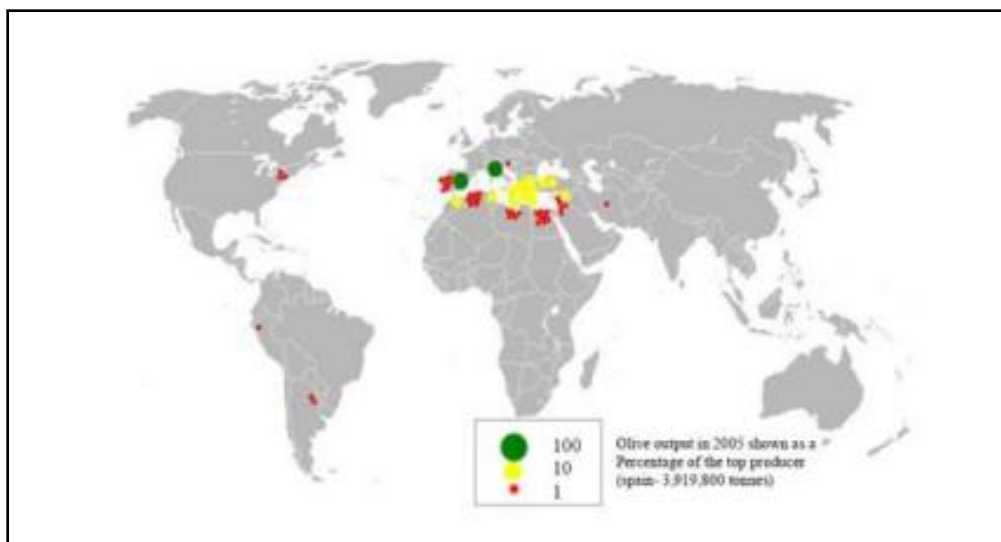
Composition	(%)
Eau	50 (%)
Huiles	22 (%)
Polyphénols	1,5 (%)
Protéines	1,5 (%)
Sucres	18 (%)
Cellulose	5,5 (%)
Minéraux (cendres)	1.5 (%)

(**Benlemlih et Ghanam, 2016**).

## I.1.3. Importance de l'oléiculture

### I.1.3.1. Origine et expansion de la culture

Etant l'arbre sacré, il était interdit de le couper. Les premières traces que l'on a de cet arbre datent de 37 000 ans avant J.-C., sur des feuilles fossilisées découvertes dans les îles de Santorin, en Grèce (**Bartolini et Petruccelli, 2002**). Bien que les historiens et les archéologues ne soient pas unanimes sur le pays d'origine de l'olivier, cet arbre a incontestablement trouvé en Méditerranée des conditions naturelles, principalement climatiques, auxquelles il s'est parfaitement adapté. Dès 3 000 avant J.-C., l'olivier est cultivé dans le croissant fertile (**Figure 3**), aire englobant l'Égypte, la Syrie, la Palestine et la Phénicie (**Leroy, 2011**).



**Figure 3 : Répartition géographique de l'oléiculture (Bisset, 2018).**

L'Algérie compte parmi les pays du bassin méditerranéen où l'olivier trouve son aire d'extension. L'oléastre aurait existé depuis le 12<sup>ème</sup> Millénaire avant notre ère et les différentes invasions qui ont caractérisé notre pays ont eu un impact certain sur la répartition géographique de l'olivier dont nous avons hérité (Mendil, 2004).

### **I.1.3.2. La répartition de l'olivier**

#### **A. Dans le monde**

L'olivier est classé 24<sup>ème</sup> parmi les 35 espèces les plus cultivées au monde (Breton et al., 2006). C'est un fruit préminent et économiquement le plus important du bassin méditerranéen (Breton et al., 2009 ; Esteves da Silva, 2010).

La culture de l'olivier était (et reste) une caractéristique clé de la polyculture méditerranéenne (Wiesman, 2009), car c'est une culture bien adaptée aux conditions environnementales qui prévalent dans cette région (Torres et al., 2017). Plus de 750 millions d'oliviers sont cultivés dans le monde, dont 95% dans la région méditerranéenne (Muzzalupo et Micali, 2015).

La production mondiale d'olives et celle de l'huile qui est une dérivée sont principalement concentrées dans les pays de l'union européenne. Les principaux pays producteurs d'olives et celle de l'huile d'olive sont : l'Espagne, l'Italie, la Grèce, la Turquie, la Syrie, la Tunisie, le Maroc, l'Egypte, l'Algérie, le Portugal et la France (FAO 2003 in Smaini, 2015). La production moyenne d'huile d'olive dans l'UE au cours des dernières campagnes s'élève à 2,2

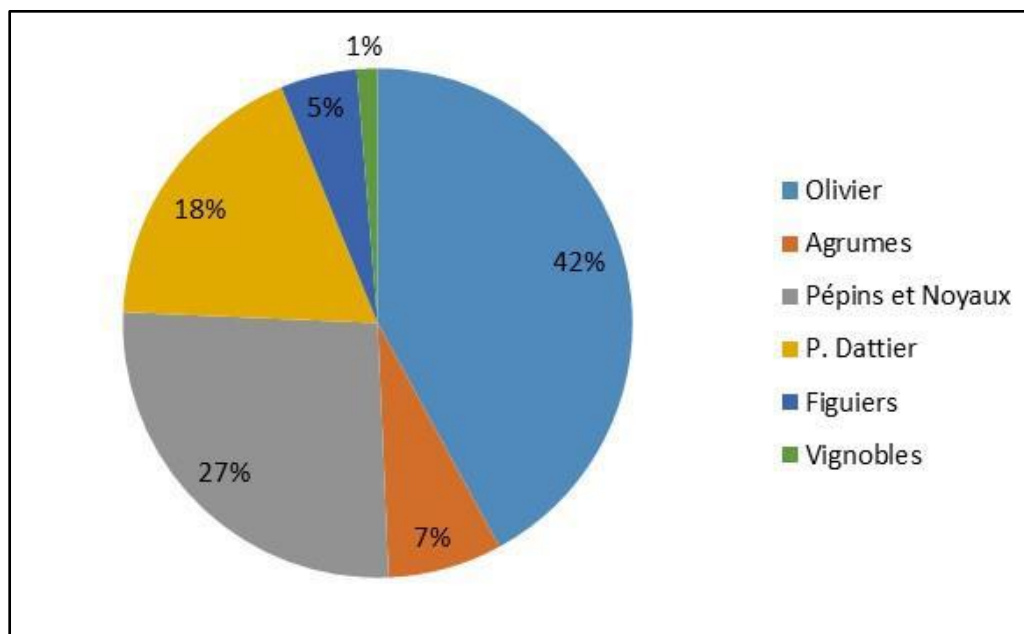
millions de tonnes et représente environ 73 % de la production mondiale. L'Espagne, l'Italie et la Grèce représentent environ 97 % de la production d'huile d'olive de UE dont environ 62 % pour l'Espagne (Smaini, 2015).

Le produit essentiellement obtenu est l'huile d'olive et secondairement l'olive de table. En effet, seulement 10% de la production mondiale d'olive est destinée à la conservation et 90% à la transformation en huile (Civantos, 1998).

### B. En Algérie

Comparativement aux autres pays de la méditerranée, l'Algérie est considérée comme ayant une faible production et consommation (1,7% de la production mondiale et 1,5% de la consommation mondiale) (Hadjou et al., 2013).

L'oléiculture est une activité ancestrale et occupe une place très importante. Elle représente 42% du verger arboricole national (Figure 4) (MADR, 2018).



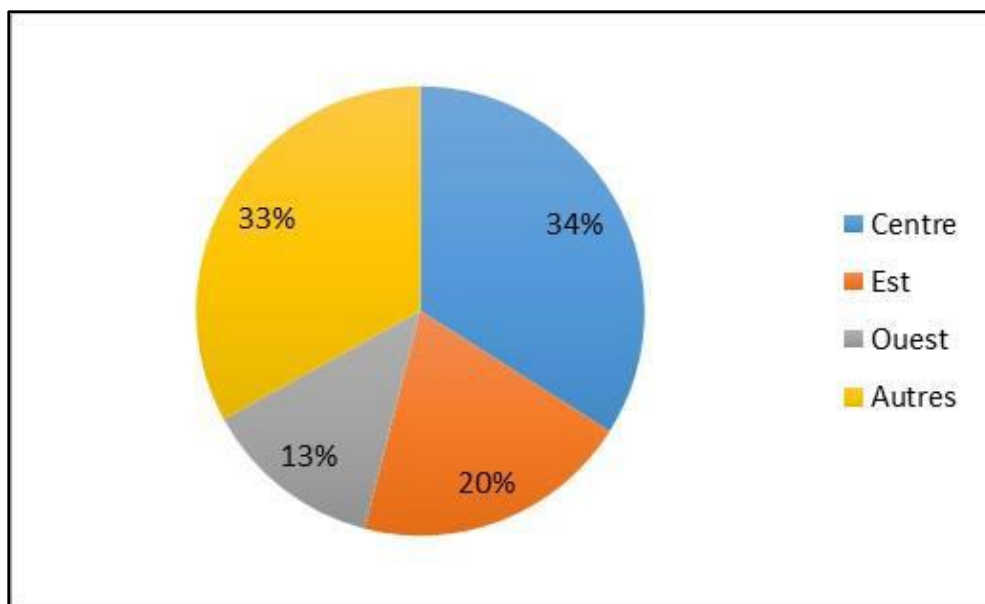
**Figure 4 :** Répartition de la superficie arboricole, au niveau national (MADR, 2018).

Selon MADR (2018), le verger oléicole national est implanté dans trois zones principales (Figure 5) :

- La région du centre occupe la 1<sup>ère</sup> place avec 34% de la superficie oléicole nationale et dont l'essentiel est concentré dans les wilayas de Béjaia, Tizi-Ouzou et Bouira.

- La région Est vient en seconde position avec 18% dont les principales wilayas sont Bordj Bou Arreridj, Sétif, Jijel, Skikda et Mila.
- La région Ouest qui est en dernière position avec 13% dont les wilayas sont Sidi Bel Abbes, Mascara, Relizane, Tlemcen, Mostaganem et Saida.

Dans les régions du centre et de l'Est la production d'olive est destinée à la production d'huile, par contre les olives produites dans la région Ouest sont destinées à la consommation.



**Figure 5 :** Distribution de la superficie oléicole nationale par région (MADR, 2018).

Toutefois, cette filière montre des signes de crise, avec une dualité entre un système traditionnel peu compétitif en raison des conditions géomorphologiques et institutionnelles et un système moderne destiné principalement à la production de l'olive de table. Au contraire, l'huile d'olive algérienne affiche quelques atouts qui peuvent se révéler porteurs s'ils sont valorisés dans le cadre d'une indication géographique (Hadjou *et al.*, 2013).

Les travaux effectués par Loussert et Brousse (1978), montrent que le patrimoine oléicole algérien comporte plus de 150 variétés plus au moins abondantes. Ces variétés présentent des caractéristiques bio agronomiques distinctes (la vigueur, la forme de frondaison, la forme et la couleur des feuilles, la teneur en huile, etc.) suivant leur milieu écologique.

D'après Boukhari (2014), les variétés locales les plus cultivées en Algérie sont Chemlal (la variété la plus dominante), Sigoise, Azeradj, Ferkani, Bouchouk, Limli, Rougette de Mitidja, Rougette de Guelma et blanquette de Guelma (Figure 6).





**Figure 6** : les principales variétés d’olives cultivées en Algérie (**Karim et Sereir, 2021**).

#### **I.1.4. Intérêts et utilisation de l’olivier**

Par sa présence et sa rusticité, l’olivier donne à la nature un décor unique et présente un intérêt dans le développement de l’agriculture de montagne, car il constitue une couverture végétale de qualité pour lutter contre l’érosion du sol. Il contribue également, à la valorisation des terres agricoles ainsi que la fixation des populations dans les zones rurales (**Berrichi, 2002**). Bien que l’olivier ne soit recommandé ni pour la beauté de son feuillage, ni pour le parfum de ces fleurs, il représente un très grand intérêt dans la production des huiles « huiles d’olive » pour lesquelles les spécialistes ont confirmé leurs vertus thérapeutiques et de leurs bienfaits sur la santé de l’homme, et la production d’olive de table, olive de conservation comme produits alimentaires (**Pagnol, 1975**).

A ces deux produits s’ajoute l’importance représentée par les sous-produits de l’olivier :

- ✓ Son bois est utilisé pour le chauffage et en ébénisterie.
- ✓ Ses feuilles sont employées dans l’alimentation du bétail et dans le domaine des cosmétiques. Elles possèdent également de nombreux avantages thérapeutiques contre plusieurs maladies (**Aouidi, 2012**).



✓ Les margines sont des eaux de végétation qui résultent de l'extraction de l'huile d'olive. Elles sont utilisées comme fertilisant agricole (**Nefzaoui, 1991**).

✓ Les grignons sont des résidus solides issus de la première pression, formés de pulpes et de noyaux d'olives. Ce produit peut être transformé pour l'alimentation de bétail et pour l'extraction de l'huile, dite de grignon d'olive, par voie chimique (**Benyahia et Zein, 2003**).

## **I.2. Industrie des huiles**

L'industrie oléicole est une activité importante dans le monde, elle engendre, deux principaux produits : l'olive et son huile.

### **I.2.1. L'olive de table**

#### **I.2.1.1. Définition**

L'olive de table est un aliment fermenté, son fruit est fortement apprécié pour son goût « condiment », aussi bien que pour ses propriétés alimentaires (**Sakouhi et al., 2008**). Cette fermentation est l'une des applications les plus anciennes de la biotechnologie dans le traitement des denrées alimentaires, cela est apparu dans la région méditerranéenne et plus tard réparti à d'autres pays (**Panagou et Katsaboxakis, 2006**).

**Le codex Stan 66 (1987)**, définit l'olive de table comme le fruit de certaines variétés de l'olivier particulièrement reconnus propres à cette destination. Son poids varie de 2 à 12 g et peut atteindre les 20g suivant la variété (**Fedeli, 1997**).

Le fruit est constitué de 3 parties :

- ✓ L'épicarpe (cuticule) représente 1,5 à 3% du poids du fruit ;
- ✓ Le mésocarpe (pulpe) représente 66 à 85% du poids du fruit ;
- ✓ L'endocarpe inclus le grain, représente 13 à 80% (**Roehly et Vanick, 2000**).

On appelle « olive de table » le fruit de variétés appropriées de l'olivier cultivé (*olea europaea Sativa Hoffg, Link*) sain, cueilli à un stade de maturité approprié et de qualité telle que, faisant l'objet des préparations visées à la présente norme, il donne un produit consommable et de bonne conservation, ces préparations pouvant éventuellement comporter l'adjonction d'ingrédients facultatifs y inclus les aromates (**Le codex Stan 66, 1987**).

### **I.2.1.2. Types d'olive de table**

Différents types d'olive de table sont distingués d'après leur stade de maturité :

#### **A. Olives vertes**

Fruits de couleur vert franc à vert jaune, brillant ou pruines, récoltés au moment où ils ont atteint leur complet développement mais nettement avant la véraison (**Duriez, 2004**).

#### **B. Olives tournantes**

Fruits cueillis avant complète maturité, encore peu riches en huiles et ayant une teinte rose à violet (**Balatsouras, 1997**).

#### **C. Olives noires**

Fruits cueillis à maturité, riche en huile, ayant acquis une teinte noir brillant ou mate ou noire violacée ou brune noirâtre, non seulement sur peau mais dans l'épaisseur de la pulpe (**Duriez, 2004**).

## **I.2.2. L'huile de l'olive**

### **I.2.2.1. Définition**

L'huile d'olive vierge est l'huile obtenue à partir du fruit de l'olivier (*Olea europaea* L.) uniquement par des moyens mécaniques ou physiques dans des conditions, notamment thermiques, qui n'entraînent pas d'altérations de l'huile et qui n'ont subi aucun traitement autre que lavage, décantation, centrifugation et filtration (**Pouyet et ollivier, 2014**). Aussi l'huile d'olive vierge, se caractérise par sa saveur qui est différente de celle des autres graisses et huiles comestibles (**Seguro-Carretero et al., 2010**). La couleur de l'huile d'olive varie du jaune clair au doré ; certaines variétés obtenues à partir de fruits non mûrs ont une teinte verdâtre. Des huiles de différentes caractéristiques et qualités sont produites par presque tous les pays qui cultivent des olives, les variations dépendant de la région et de la maturité du fruit (**Karim et Sereir, 2021**).

### **I.2.2.2. Classification de l'huile d'olive**

Selon **COI (2011)**, la classification de l'huile d'olive vierge est basée sur ses caractéristiques physicochimiques et organoleptiques, et il y a deux grands groupes :

- Huile d'olive vierge propre à la consommation en l'état et comprend :
  - Huile d'olive vierge extra : c'est une huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,8 gramme pour 100 grammes ;

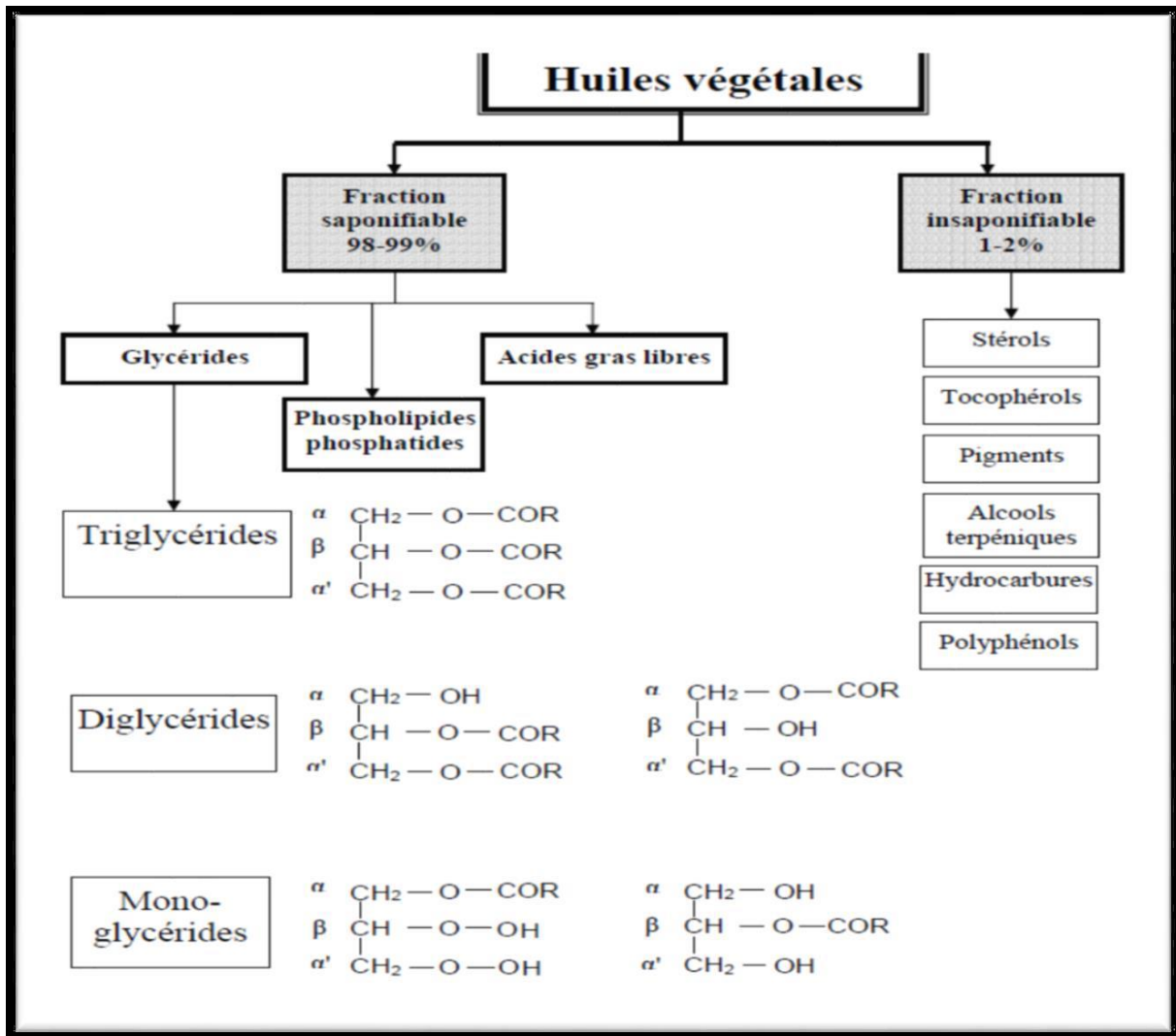
- Huile d'olive vierge : son acidité libre est au maximum de 2,0 grammes pour 100 grammes ;
  - Huile d'olive vierge courante : son acidité libre exprimée est au maximum de 3,3 grammes pour 100 grammes.
- Huile d'olive vierge non propre à la consommation en l'état et correspond à :
- Huile d'olive vierge lampante : son acidité libre est supérieure à 3,3 grammes pour 100 grammes. Elle est destinée aux industries du raffinage ou à des usages techniques.

Nous recensons également d'autres types de l'huile d'olive (**Codex Alimentarius, 1981**) :

- Huile d'olive raffinée : produite à partir d'huiles d'olive vierges par des méthodes de raffinage qui n'entraînent pas d'altérations de la structure glycéridique initiale. Son acidité libre, ne dépasse pas 0,3 gramme pour 100 grammes ;
- Huile d'olive : constituée d'un mélange d'huile d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges propres à la consommation humaine. Son acidité libre, ne dépasse pas 1 gramme pour 100 grammes ;
- Huile de grignons d'olive raffinée : produite à partir d'huile de grignons d'olive brute par des méthodes de raffinage qui n'entraînent pas d'altérations de la structure glycéridique initiale. Son acidité libre, ne dépasse pas 0,3 gramme pour 100 grammes ;
- Huile de grignons d'olive : constituée d'un mélange d'huile de grignons d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges. Son acidité libre, ne dépasse pas 1 gramme pour 100 grammes.

### **I.2.2.3. Composition générale des huiles d'olive**

L'huile d'olive se compose généralement d'une grande variété de constituants (**Figure 7**) et leurs compositions chimiques sont représentées par (98-99 %) d'une fraction saponifiable et (1-2 %) de substances diverses qui constitue sa fraction insaponifiable et qui lui donnent sa couleur, sa saveur et son aptitude à la conservation (**Agroliva, 2015**).



**Figure 7 : Constituants des huiles végétales (Agroliva, 2015).**

### A. Fraction saponifiable (fraction huileuse)

Constituée d'acides gras et de leurs dérivés, les triglycérides sont largement majoritaires et représentent au moins 95% du poids des huiles brutes et 98% du poids des huiles raffinées et lui confère la plupart de ses caractéristiques physiques, chimiques et métaboliques (Ryan et Robards, 1998).

#### ➤ Acides gras

Les acides gras sont des acides carboxyliques et contiennent une longue chaîne aliphatique non ramifiée. Ils sont classés, en fonction de leurs propriétés structurales et chimiques en (AGS), (AGMI) et (AGPI), selon l'absence ou la présence d'une ou plusieurs doubles liaisons dans leurs chaînes carbonées (Lopez et al., 2014).

Selon **Flehetna (2012)**, il y a une nette prédominance de l'acide oléique mono-insaturé, un faible pourcentage d'acides gras saturés et un pourcentage acceptable d'acides gras polyinsaturés. Les limites de variabilité de la teneur des principaux acides gras de l'huile d'olive exprimées en pourcentage des acides gras totaux sont les suivantes (**Tableau 2**).

**Tableau 2** : Principaux acides gras présents dans l'huile d'olive (%)

Acide gras	Dénomination	Teneur (%)
C16 :0	Acide palmitique	7,5 - 20
C16 :1	Acide palmitoléique	0.3 - 3.5
C18 :0	Acide stéarique	0,5 - 5,0
C18 :1	Acide oléique	55 - 83
C18 :2	Acide linoléique	3,5 - 21
C18 :3	Acide linoléique	< 1

(**Flehetna, 2012**).

### ➤ Triglycérides

Les triglycérides sont les composants majoritaires de l'huile d'olive (95,4 %) et les diglycérides ne représentent qu'environ 1-2,8 %. Les principaux triglycérides de l'huile d'olive sont (**Tableau 3**) : la trioléine, ladioléopalmitine, la dioléolinoléine, lapalmitooléolinoleine et la dioléostéarine (Laribi, 2018).

**Tableau 3** : Principaux triglycérides présents dans l'huile d'olive (%)

Triglycéride	Teneur (%)
OOO	40-60
POO	10-20
OOL	10-20
POL	5-7
SOO	3-7

(**Laribi, 2018**).

## B. Fraction insaponifiable

Les constituants mineurs de l'huile d'olive sont des indicateurs des caractéristiques de son authenticité physico-chimique, et lui prêtent ses propriétés sensorielles et biologiques distinctives (**Tableau 4**) (**Veillet, 2010**).

**Tableau 4** : Principaux composés mineurs de l'huile d'olive

Composé	Exemples
Hydrocarbures	Squalène (90%)
	Caroténoïdes
Dialcools triterpéniques	Erythrodiol ( $\leq 4,5\%$ )
	Uvaol ( $\leq 4,5\%$ )
Stérols (Phytostérols)	Béta-sitostérol 80-90%
	Stigmastérol < 2%
Tocophérols	Alpha-tocophérol (90%)
	Béta-tocophérol
Pigments	Chlorophylles
	Caroténoïdes
Composés aromatiques	Aldéhydes
	Cétones
Composés phénoliques	Alcools phénoliques (Phénols simples)
	Oleuropéine (Phénols complexes)

(**Veillet, 2010**).

### ➤ Hydrocarbures

Ce sont les principaux composants de la fraction insaponifiable ou le composant majeur est le squalène. C'est un hydrocarbure polyénique dont la teneur est plus élevée que dans n'importe quelle autre huile végétale ou animale. C'est un précurseur métabolique du cholestérol et autres stérols (**Samaniego-Sanchez et al., 2010**).

➤ **Tocophérols**

Sont reconnus par leur double action bénéfique. En effet, ils ont tout d'abord l'atout d'être une vitamine (vitamine E) et ils ont également une forte activité anti oxygène (**Burton et Ingold, 1986**).

➤ **Stérols**

L'huile d'olive est la seule huile qui contient un taux particulièrement élevé de  $\beta$ -sitostérol, substance qui s'oppose à l'absorption intestinale du cholestérol (**Osland, 2002**). Ce sont des composés importants pour la stabilité de l'huile puisqu'ils agissent comme inhibiteurs des réactions de polymérisation à température élevée et fournissent un important paramètre pour la détection d'adultération des huiles (**García-González et al., 2007**).

➤ **Pigments colorants**

La coloration de l'huile d'olive vierge est due essentiellement à la présence de pigments colorants appartenant à la famille des caroténoïdes et chlorophylle (**Benrachou, 2013**).

➤ **Composés phénoliques**

Ils sont de puissants antioxydants naturels. Ils sont en effet des pièges à radicaux libres et bloquent par conséquent les réactions de propagation en chaîne de l'oxydation, les polyphénols peuvent inhiber l'oxydation des lipides de façon indirecte en désactivant l'oxygène singulet, oxydant très puissant des acides gras insaturés, ou en chélatant les métaux de transition ( $\text{Fe}^{+3}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ) qui accélèrent fortement l'auto oxydation des lipides. Certains, sont des inhibiteurs des enzymes d'oxydation, en particulier la lipoxygénase ou la cyclo-oxygénase (**Pokorny, 2003**).

#### **I.2.2.4. Facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive**

La qualité est la somme d'un certain nombre de caractéristiques ou attributs individuels qui sont importants pour mesurer le degré d'acceptation d'un produit par le consommateur. Conformément à la norme commerciale du **COI (2011)**, les attributs qui déterminent la qualité de l'huile sont l'acidité, les valeurs d'extinction spécifiques dans l'UV à 232 nm et 270 nm, l'indice de peroxyde et la notation organoleptique.

### A. Les caractéristiques physicochimiques de l'huile d'olive :

Nombreuses propriétés physiques et chimiques sont importantes pour l'évaluation de la qualité des huiles comestibles et celles de l'huile d'olive sont liées au degré d'insaturation, la longueur de la chaîne carbonée, la forme isomérique d'acide gras et les variables de traitement (Ali et El Badry, 2015) et sont représentées dans le **Tableau 5**.

**Tableau 5** : Caractéristiques physicochimiques de l'huile d'olive

Densité relative	0,910 – 0,916 (20°C/eau à 20°C)
Indice de réfraction	1,467 - 4705 (nd20)
Indice de saponification	184 - 196 (mg KOH/g d'huile)
Indice d'iode	75 - 94 (Wijs)
Acidité libre	0,3 - 1 % (g d'acide Oléique libre/100g d'huile )
Indice de peroxyde	≤20 - ≤15 (Milliéquivalents d'oxygène actif/kg d'huile)
Absorbance dans l'ultraviolet	2,50 - 2,60 (à 232 nm).

(CACQE, 2021).

### B. Caractères Organoleptiques

Elles sont définies par des « dégustateurs » entraînés et connaissant parfaitement les sensations éprouvées par la consommation d'huiles de bonne qualité. Chaque variété d'huile d'olive possède une couleur, une odeur et une saveur particulière (COI, 2005).

De nombreux facteurs affectent la caractérisation de l'huile d'olive, rassemblés dans quatre groupes principaux : environnemental (sol, climat), agronomique (irrigation, fertilisation), culture (maturité et récolte du fruit d'olive) et technologique (entreposage après la récolte, système d'extraction) (Ollivier et al., 2005).

#### I.2.2.5. Les procédés technologiques d'extraction de l'huile d'olive

La fabrication de l'huile a peu changé au cours des siècles. Deux étapes sont nécessaires : le broyage pour écraser la pulpe et les noyaux puis l'extraction pour recueillir l'huile (Bolmont et al., 1998).



## A. Opérations préliminaires

La transformation de l'olive en huile s'effectue par des moyens mécaniques, très simples, fondés sur la pression ou la centrifugation. Aujourd'hui, il existe plusieurs systèmes de transformation et d'élaboration des huiles d'olives. Deux procédés sont généralement utilisés : un procédé discontinu et un procédé continu dont chacun présente des avantages et des inconvénients (Alev Yuksel, 2017). Néanmoins, le processus général demeure le même, il comprend les étapes suivantes :

### A.1. Récolte

Pour fabriquer une huile d'olive riche en arôme, délicatement parfumée, et de bonne qualité, la récolte des fruits est la première étape qui doit être faite soigneusement en respectant la période et la méthode de la cueillette (Amouretti et Comet, 1985 ; Talhaoui et al., 2016). Avant le transport, l'olive doit être débarrassée des impuretés les plus grossières, (feuilles, débris de terre) et défauts de toutes sortes (fruits écrasés, tombés et ramassés à terre, abimés pendant le transport). La récolte commence à s'effectuer en Septembre pour les variétés précoces, jusqu'au Février pour les variétés tardives à huile (Argenson, 1999 ; ITAFV, 2016).

### A.2. Lavage et Effeillage

Comme l'indique la **Figure 8**, ils sont réalisés d'une part par des équipements munis d'un flux d'air permettant l'élimination des feuilles, brindilles et autres matières végétales puis les olives sont lavées au moyen d'une circulation forcée d'eau potable et propre pour éliminer les boues, la terre et les pierres (COI, 2011 ; Kailis, 2017).



**Figure 8** : Effeillage et lavage des olives (ITAFV, 2014).

### A.3. Trituration

Le procédé d'extraction de l'huile d'olive consiste à broyer l'olive pour éclater les cellules de la pulpe et libérer l'huile, puis à la séparer par tous les moyens disponibles (pression et

centrifugation) (**Boskou, 2006**). Ce processus est réalisé par une succession d'opérations : broyage, malaxage de la pâte obtenue, puis l'extraction proprement dite (**Mchugh, 2015**).

La libération de l'huile des tissus végétaux commence par le broyage des olives. Cette opération a pour but de déchiqueter les cellules de la pulpe et de faire sortir les gouttelettes d'huile des vacuoles (**Figure 9**).



**Figure 9 : Broyage des olives (ITAFV, 2014).**

**a :** broyage traditionnel (meule en pierre) / **b :** broyage à marteau

#### **A.4. Malaxage**

L'olive passe dans un malaxeur où s'effectue un chauffage avec injection d'eau dans certains cas. Cette opération a pour but d'homogénéiser la pâte et de détacher les cellules lipidiques. Elle a aussi comme but d'augmenter le pourcentage d'huile tout en favorisant, d'une part, la réunion des gouttelettes d'huiles en des gouttes plus grosses pour former une phase continue et d'autre part, la rupture de l'émulsion huile/eau (**Cuellar, 1990**). Cette étape est très importante pour l'amélioration du rendement (**Boskou, 2006 ; COI, 2006**).

#### **A.5. Extraction proprement dite**

La séparation des phases liquides de la phase solide est réalisée à l'aide des différents équipements au sein des quels les olives sont soumises à l'action de forces diverses et qui, en fonction du système d'extraction employé, peuvent être : le pressage ou la force centrifuge (**Niaounakis et Halvadakis, 2006 ; Mchugh, 2015**).

##### **➤ Système d'extraction par presse (discontinu)**

Le broyage des olives suivi du malaxage se font sous des meules. La pâte obtenue est composée de grignon et d'un moût contenant l'huile et les margines (**Figure 10**). La séparation des deux phases solide-liquide se fait par simple pression, alors que l'huile est séparée des margines par décantation naturelle (**Aissam, 2003**).

Elle reste donc une méthode peu appropriée aux régions fortement productrices (Benyahia et Zein, 2003).



Figure 10 : Extraction par pression (ITAFV, 2014).

➤ **Système d'extraction par centrifugation (continue)**

L'extraction de l'huile par centrifugation directe des pâtes intervient par l'effet de la force centrifuge (3 000 à 4 000 tours /mn) (Figure 11). Cette dernière accentue la différence entre les poids spécifiques des liquides non miscibles et du matériel solide et permet ainsi, la séparation continue et simultanée des différentes phases (Cuellar, 1990). La séparation des phases solide-liquide se fait, soit par :



Figure 11 : Centrifugation horizontale (ITAFV, 2014).

- **Processus d'extraction par centrifugation à deux phases**

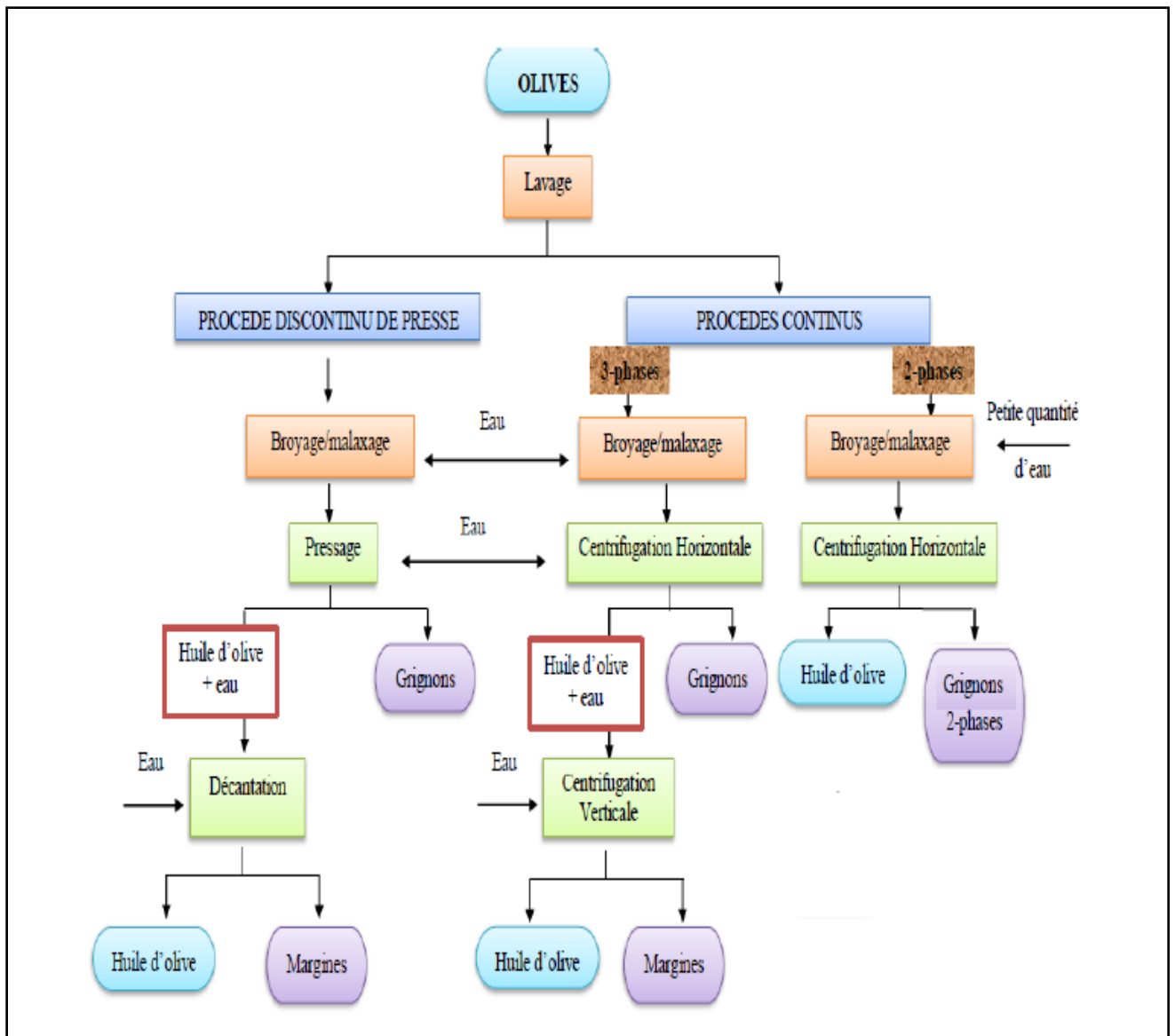
Avec ce type de séparateur, une centrifugation suffit pour séparer l'huile du grignon humidifié par les eaux de végétation sans fluidification de la masse d'olive (**Koutsaftakis et Stefanoudaki, 1995**).

- **Processus d'extraction par centrifugation à trois phases**

Ce système nécessite deux centrifugations : la première vise à séparer les phases solides (grignons) et liquides (huile et margine) et la seconde à séparer les phases liquide-liquide (l'huile des margines). Avec ce système il est nécessaire de fluidifier la masse d'olive par ajout d'une quantité d'eau qui varie selon sa texture (**Chimi, 2006**).

La centrifugation à trois phases, reste la plus utilisée en Algérie (**Benyahia et Zein, 2003 ; COI, 2006**).

La **Figure 12** illustre les principales étapes d'extraction de l'huile d'olive selon les trois procédés



**Figure 12 :** Principaux processus d'extraction de l'huile d'olive (Aggoun-Arhab, 2016).

Aucun procédé n'est parfait, chacun d'eux possède des avantages et des inconvénients, une comparaison entre les différents systèmes d'extraction est récapitulée dans le **Tableau 6**.

**Tableau 6 :** Comparaison entre les trois principaux systèmes d'extraction de l'huile d'olive

<b>Système traditionnel « presse »</b>	<b>Système moderne à trois phases</b>	<b>Système moderne à deux phases</b>
Nécessite une importante main d'œuvre	Permet de réduire la main d'œuvre	
Faible capacité de production	Grande capacité de production	
Altération des huiles après exposition de la pâte des olives à l'air libre durant environ heure de trituration	Les opérations de transformation se passent en clos, ce qui protège l'huile de l'altération par l'oxygène de l'air.	
Consommation moyenne d'eau.	Consommation élevée d'eau.	Très faible consommation d'eau.
Les huiles extraites sont riches en antioxydants.	Les huiles extraites sont pauvres en antioxydants.	Les huiles extraites sont riches en antioxydants.
Généralement l'huile est relativement acide (le respect des règles d'hygiène est difficile)	Faible acidité de l'huile	
Grand risque de contamination	Faible risque de contamination	
Faible résistance de l'huile à l'oxydation à cause des acides gras libres	Faible résistance de l'huile à l'oxydation à cause de sa pauvreté en antioxydants	Stabilité de l'huile à l'oxydation
Quantité moyenne de margines	Très grande quantité de margine	Pas de margines
Faible quantité de grignons (28 ± 4%)	Quantité moyenne de grignons (48 ± 4 %)	Grande quantité de grignons (60 ± 4%)

(Niaounakis et Halvadakis, 2006).

### **I.2.2.6. Vertus thérapeutiques**

- L'huile d'olive fait partie intégrante du régime méditerranéen et de plus en plus de preuves suggèrent qu'il peut avoir des avantages pour la santé (**Stark et Madar, 2002**). Il a été spéculé que la consommation l'huile d'olive contribue à réduire l'incidence des maladies coronariennes et certains cancers, et modification des réponses immunitaires et inflammatoires (**Turk et Hayball, 2002**).
- L'huile d'olive semble être un exemple des aliments fonctionnels, avec des composants variés qui peuvent contribuer à ses caractéristiques thérapeutiques globales. L'huile d'olive est connue pour ses niveaux élevés d'acides gras monoinsaturés et est également une bonne source de composés phytochimiques, y compris les composés polyphénoliques, le squalène et le  $\alpha$ -tocophérol (**Stark et Madar, 2002**).
- À tel point que l'EFSA a accordé des allégations santé pour l'huile d'olive concernant ses effets bénéfiques sur le maintien d'une cholestérolémie normale, la protection des lipides sanguins et des cellules contre le stress oxydatif, ainsi que le maintien d'une coagulation sanguine normale. En effet, la consommation régulière d'huile d'olive a été corrélée à une diminution de risques d'apparition des maladies cardio-vasculaires (**Lambert de Malezieu, 2019**).
- L'huile d'olive diminue les niveaux de cholestérol total, du cholestérol LDL et de triglycérides plasmatiques et augmente le niveau du cholestérol HDL, protecteur et anti-athérogène (**Ghedira, 2008**).
- L'huile d'olive facilite la sécrétion pancréatique exocrine de façon suffisante pour les fonctions digestives. Elle est recommandée dans le traitement de différentes pathologies dans lesquelles la fonction pancréatique est altérée, notamment l'insuffisance pancréatique, la pancréatite chronique, la fibrose kystique, les syndromes de malabsorption (**Ghedira, 2008**).
- En plus de plusieurs études confirmant les effets ci-dessus, les recherches actuelles sur l'effet bénéfique de l'huile d'olive, et en particulier en conjonction avec les régimes de style méditerranéen, se concentrent sur la définition de ses effets sur les nouveaux facteurs de risque cardiovasculaire, tels que l'inflammation, le stress oxydatif, la coagulation, l'agrégation plaquettaire, la fibrinolyse, la fonction endothéliale ou les lipides ou sur la modulation des conditions qui prédisposent les personnes aux événements cardiovasculaires, tels que l'obésité, le syndrome métabolique ou le diabète sucré de type 2 (**Yubero-Serrano, 2019**).

- De plus, la consommation d'huile d'olive a été largement associée à une diminution des marqueurs de stress oxydatif dans le plasma humain, à une augmentation de l'expression et de l'activité des enzymes antioxydantes, et à une diminution des lésions induites par le stress oxydatif lié à l'âge (**Fernández del Río et al., 2016**).



# **Chapitre II**

## **Les déchets d'huileries et possibilités de valorisation**

## II.1. Les déchets d'huileries et possibilités de valorisation

L'industrie oléicole, en plus de sa production principale qui est l'huile, laisse deux principaux résidus : l'un liquide appelé margine et l'autre solide appelé grignon d'olive. En plus, l'olivier, à travers la taille engendre des feuilles, des brindilles et du gros bois (**Nefzaoui, 1991**).

Les grignons et les margines constituent les principaux sous-produits des huileries d'olive. Chaque année, les pays oléicoles enregistrent des volumes importants de ces deux sous-produits. En moyenne, le traitement de 100 kg d'olives produit environ 20 kg d'huile selon les cas, et en fonction des systèmes d'extraction. Il produit également les quantités suivantes :

- 40 kg de grignon (taux d'humidité environ 50%) et plus de 40 kg d'eaux de végétation si l'on utilise le système traditionnel (**Tamburino et al., 1999**).
- 55 kg de grignon (taux d'humidité de 50%) et plus 100 kg d'eaux de végétation, si l'on utilise le système continu à trois phases (**Amirante et al., 1993**).
- 70 Kg de grignons (avec une teneur en humidité de l'ordre de 60%) et jusqu'à 3,5 kg de margines, si l'extraction est effectuée par les systèmes en continu à deux phases (**Di-Giovacchino, 1996**).

Par rapport aux olives traitées, la production mondiale de grignons bruts est environ de 2,9 millions de tonnes sachant qu'en moyenne 100 kg d'olives traitées engendrent 100 litres de margines, la production mondiale de margine serait de 8,4 millions de mètres cubes (**Nefzaoui, 1991**).

### II.1.1. Les grignons d'olives

#### II.1.1.1. Définition

Le grignon d'olive est un résidu solide, de couleur brune, issu de l'extraction totale de l'huile des olives par broyage et sans aucun traitement chimique. Le procédé d'extraction est réalisé par une succession d'opérations : lavage, broyage, malaxage de la pâte obtenue, puis l'extraction proprement dite (**Boskou, 2006 ; Espiard, 2002**).

Selon **Loussert et Brousse (1978)**, le grignon d'olive renferme la plus grande partie de la matière sèche de l'olive (peau, pulpe, petits morceaux de noyau) et une certaine proportion d'eau de végétation qui contient à son tour les composants hydrosolubles de l'olive, proportion qui dépend du système d'extraction utilisé. Le grignon sèche, broyé et dégraissé par solvant.

D'après **Nefzaoui (1987)**, il existe plusieurs types de grignon d'olive classés comme suit :

- Grignon brut : c'est le résidu de la première extraction de l'huile d'olive.
- Grignon épuisé : produit après une seconde extraction avec un solvant chimique tel que l'hexane. Il est caractérisé par une faible teneur en huile et une teneur en eau réduite du fait qu'il a été déshydraté pour permettre le processus de l'extraction.
- Grignon d'olive partiellement dénoyauté : produit après dénoyautage du grignon brut.
- Grignon épuisé et partiellement dénoyauté : constitués essentiellement par la pulpe et contiennent encore une petite proportion de coques qui ne peuvent pas être séparées complètement par les procédés de tamisage ou de ventilation.

### II.1.1.2. Composition de grignon d'olive

#### A. Caractéristique physique

D'après **Nefzaoui (1987)**, ce résidu, qui représente environ 25 % des olives traitées, est constitué par des agrégats (la coque du noyau, réduite en morceaux, la peau et la pulpe broyée de l'olive) et encore une certaine quantité d'huile environ 9,1%.

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. Les grignons épuisés partiellement dénoyautés sont constitués essentiellement par la pulpe (mésocarpe) et contiennent encore une petite proportion de coques qui ne peuvent être séparées complètement par les procédés de tamisage ou de ventilation utilisés.

La composition physique de grignon diffère selon les méthodes d'extraction utilisées (**Tableau 7**).

**Tableau 7** : Composition physique des différents types de grignon

Composition Produit	M.S (%)	Pourcentage (%) en matière sèche			
		Matière grasse	Noyau sec	Amandon sec	Mésocarpe + épicarpe
Olive	51.4	27	14.1	1.3	9
Grignon brut	75.9	9.1	42.1	3	21.2
Grignon épuisé	72.3	4.2	-	5.6	39.3
Grignon tamisé	95.5	18.6	-	11.1	80.2

- : test non effectué

(**Nefzaoui, 1987**).

## B. Caractéristiques chimiques

Selon Nefzaoui (1984), la composition chimique de grignon varie selon le stade de maturité des olives, le procédé d'extraction et l'épuisement par solvants.

Les grignons bruts sont pauvres en matière azotées et riche en cellulose brute. Ils restent relativement riches en matières grasses.

L'épuisement par les solvants diminue les teneurs en matières grasses et augmente relativement les autres teneurs. Le dénoyautage partiel par tamisage ou ventilation réduit les teneurs en cellulose brute.

Les pulpes, du fait de la séparation totale du noyau avant pression, ont la valeur la plus faible en cellulose brute.

La composition chimique des différents types des grignons d'olive est donnée par le **Tableau 8**.

**Tableau 8** : Composition chimique indicative des différents types de grignons

Type de grignon	Matière sèche (%)	Matières minérales (%)	Matière Azotées Totales (%)	Cellulose brute (%)	Matière grasse (%)
Grignon brut	75-80	3-5	5-10	35-50	8-15
Grignon gras partiellement dénoyauté	80-95	6-7	9-12	20-30	15-30
Grignon épuisé	85-90	7-10	8-10	35-40	4-6
Grignon épuisé partiellement dénoyauté	85-90	6-8	9-14	15-35	4-6
Pulpe grasse	35-40	5-8	9-13	16-25	26-33

(Nefzaoui, 1984).

## II.2. Valorisation des grignons d'olives

La valorisation de ces résidus est devenue une nécessité pour éviter une pollution de plus en plus sérieuse (Nefzaoui, 1991).

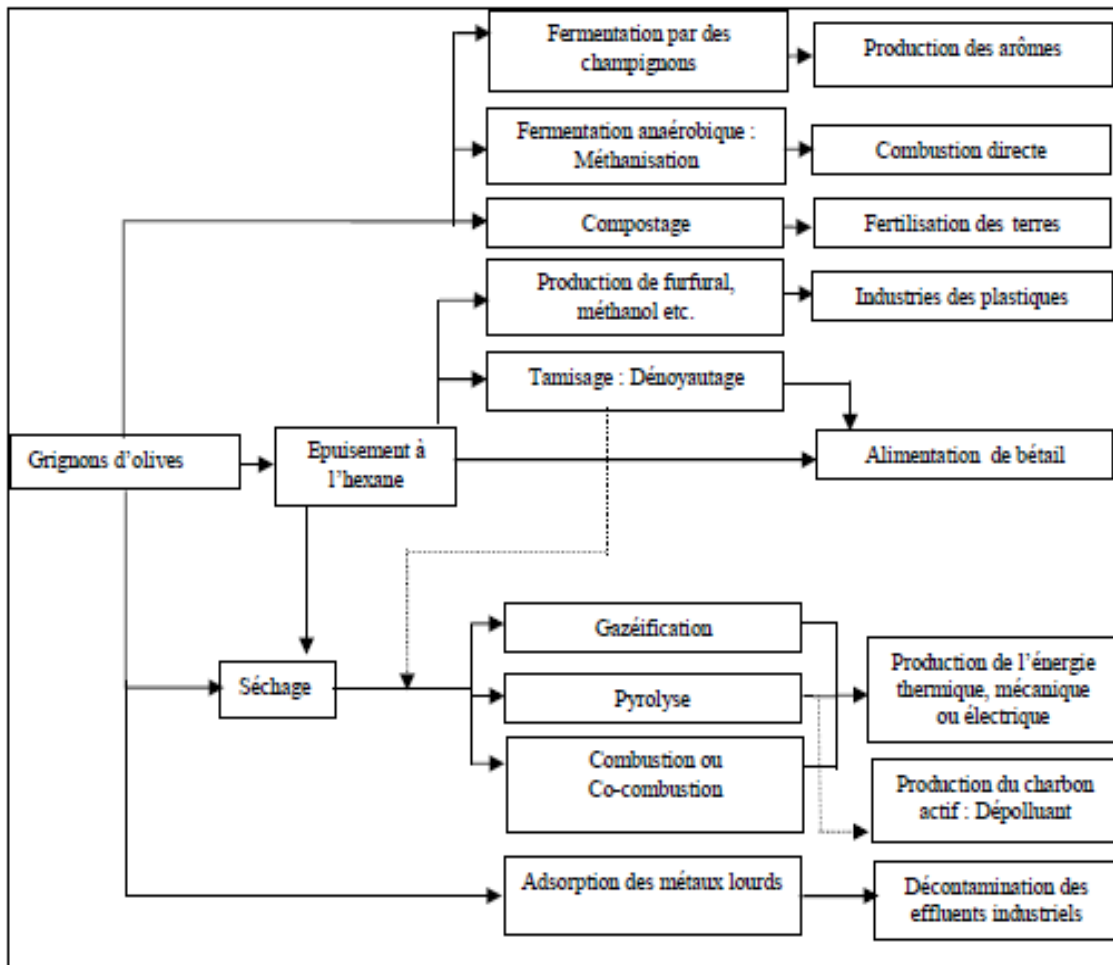
### **II.2.1. Conditions de conservation des grignons d'olives**

Le problème principal qui se pose pour la conservation des grignons bruts est leur teneur relativement élevée en eau et la présence d'une quantité encore importante de matière grasse. Ces grignons abandonnés à l'air libre rancissent rapidement et deviennent vite inconsommables par les animaux.

Il est estimé que les grignons bruts obtenus par centrifugation se détériorent après 4-5 jours, les grignons obtenus par pression après environ 15 jours. Ces mêmes grignons déshydratés ne se conserveraient guère plus de 45 jours. Par contre, les grignons épuisés déshydratés au cours de l'extraction pourraient se conserver plus d'un an (**Sansoucy, 1991**).

### **II.2.2. Différentes filières de valorisation de grignon d'olive**

D'après **Chouchene (2010)**, les grignons d'olive constituent le résidu de l'extraction de l'huile ; majeure partie de cette production en Algérie est abandonnée sur place ou brûlée. Pour cela, la valorisation des sous-produits oléicoles constitue une source potentielle de revenu complémentaire susceptible de contribuer à l'amélioration de la rentabilité des exploitations oléicoles. Les données de la littérature qui décrivent toutes les possibilités de valorisation des grignons sont nombreuses (**Figure 13**).



**Figure 13 :** Différentes filières de valorisation des grignons d'olive (Chouchene, 2010).

- La première étape de valorisation des grignons bruts, quand ils ne sont pas destinés à la fermentation, est l'extraction de l'huile résiduelle par solvant. Cette technique permet la récupération d'au moins 6% d'huile alimentaire appelée souvent «huile de grignons» (Yacoub, 1997), utilisée pour la consommation humaine après le raffinage ou pour la fabrication du savon (Kadi et Fellag, 2001).
- Les grignons épuisés constituent, entre autres une matière première pour la production du Furfural. En effet, les débris de coques sont assez riches en pentosanes (hydrates de carbone complexes) qui, par hydrolyse, engendrent des pentoses et après dessiccation du furfural. La même réaction produit du méthanol et de l'acide acétique (Yacoub, 1997).
- Dans le domaine agricole, les grignons d'olive peuvent être employés comme fertilisant, après avoir subi une pré décomposition ou un compostage pour faciliter sa dégradation et éliminer ses effets phytotoxiques (Nefzaoui, 1984). Par ailleurs, l'analyse de la

composition de cendres issus de la combustion des grignons d'olive permet de les utiliser comme un fertilisant (**Topal et al., 2003**).

- Mieux encore, ce sous-produit de l'industrie oléicole peut être utilisé en tant qu'aliment pour bétail. Les grignons épuisés tamisés (sans noyaux), sont de conservation facile et ont une meilleure valeur alimentaire. Ils constituent des réserves alimentaires disponibles pendant les périodes de disette (**Nefzaoui, 1984**).
- La fermentation des grignons d'olive en milieu solide par des champignons thermophiles et filamenteux produit une panoplie de composés d'arômes d'intérêt dans les domaines agroalimentaire, cosmétique et même pharmaceutique (**Kademi et al., 2003**). De plus, la fermentation anaérobie avec des lisiers de vaches produit du méthane utilisé comme une source d'énergie et en production d'électricité à usage domestique (**Hammad et al., 1999**).

Cela dit, la valorisation thermique des grignons d'olive constitue l'alternative la plus pertinente pour la réduction de ces sous-produits oléicoles. En effet, des procédés thermiques convertissent ces grignons en énergie utilisable sous différentes formes. Les trois principales conversions thermochimiques des grignons d'olive couramment développées correspondent à la combustion, la pyrolyse, et à la gazéification (**Kademi et al., 2003**).

- La biosorption des métaux lourds et de phénols par les grignons d'olive est une technologie alternative dans le traitement des eaux usées et de la margine. De nombreux auteurs ont étudié la biosorption des métaux lourds à l'aide des grignons d'olive traités (grignons d'olive épuisés par solvant ou lavés par l'eau) ou de grignons provenant de différents processus d'extraction de l'huile d'olive. Ils ont conclu que les grignons d'olives ont une capacité élevée de rétention pour : le cadmium, le plomb, le zinc, etc. (**Martinez-Garcia et al., 2006 ; Stasinakis et al., 2008**).

En Algérie, la majeure quantité des grignons d'olive passent par un traitement au solvant afin de récupérer l'huile résiduelle. Les seules filières de valorisation des grignons d'olive sont l'alimentation de bétail et l'utilisation comme combustible dans les huileries (chauffer l'eau) (**Ghedabna, 2016**).

# **Introduction**



## Introduction

L'olivier est considéré dans la culture musulmane comme un arbre sacré et particulier, il fait partie des arbres cités dans le Coran sourate EL-NOOR. Verset : 35. L'olivier « *Olea europaea L* » a été cultivé depuis l'antiquité dans la région méditerranéenne pour produire les olives de table, huile d'olive et les extraits de ses feuilles. Les produits de l'olivier ont été utilisés pendant des siècles comme nourriture, conservateurs naturels et dans la médecine populaire (**Himour Cherrier et Yahia, 2018**).

La diffusion accrue de l'huile d'olive a été favorisée par la reconnaissance scientifique de ses propriétés sanitaires, thérapeutiques et gustatives. Ces propriétés lui valent une demande croissante dans tous les pays du monde (**Tombesi et al., 2007**). Dans ce contexte, la consommation mondiale de l'huile d'olive ne cesse d'augmenter. Elle est passée de deux millions de tonnes au milieu des années 90 à plus de trois millions de tonnes en 2018, soit une croissance de 82,4 % (**COI, 2018**). L'Algérie fait partie des principaux pays méditerranéens, elle se positionne -selon des statistiques anciennes- après l'Espagne, l'Italie, la Grèce et la Tunisie qui sont par ordre d'importance les plus gros producteurs d'huile d'olive (**Sidhoum et Gaouar, 2010**).

L'industrie oléicole a une grande importance économique et sociale pour tous les pays méditerranéens où l'oléiculture est fortement développée. Cependant, cette industrie génère de nombreux problèmes environnementaux inquiétants (pollution des cours d'eau, nappes phréatique, sols, etc.) dus à la pollution engendrée par ses deux résidus : l'un solide « les grignons » et l'autre liquide « les margines » (**Meziane, 2013**). Ainsi, les grignons d'olives comportant la pulpe et le noyau du fruit est un produit riche en carbone et en matière organique facilement dégradable, ils posent donc de sérieux problèmes environnementaux. Par contre, les margines ou eaux de végétation, sont quant à elles des liquides foncés d'odeur désagréable, qui constituent le résidu séparé de l'huile par centrifugation. Elles sont dans la plupart des cas, déversées dans le milieu naturel spécialement dans les cours d'eau, les oueds et les fleuves et à cause de leur pH très acide, et de leur grande teneur en polyphénols et en matière grasse, elles présentent un problème de pollution majeur en Algérie et dans la plupart des pays méditerranéens (**Medjahdi, 2016**).

Pour cela, la gestion des déchets est devenue un des enjeux majeurs du génie urbain des décennies à venir. Il ne s'agirait plus désormais, de se débarrasser des déchets, mais plutôt, d'essayer d'en dégager une valeur ajoutée et utilitaire, notamment dans les conditions actuelles

de raréfaction des ressources naturelles et des matières premières, la solution optimale pour disposer des déchets serait donc, leur valorisation (**REME, 2011**). Différentes filières de valorisation des sous-produits d'huilerie sont possibles. Parmi ces filières, il est possible de citer le compostage, l'extraction de produits à forte valeur ajoutée, l'alimentation du bétail, l'épandage sur les terres ou l'utilisation comme matériaux pour l'adsorption de métaux lourds ou de colorants des effluents industriels (**Chouchene, 2010**). Ceci dit, l'objectif de cette présente recherche est l'étude des caractéristiques physicochimiques d'un exemple de sous-produits d'huilerie « les noyaux d'olive », en vue de leur valorisation pour les utiliser dans l'élaboration de nouveaux produits à valeur ajoutée certaine. Ainsi, ce travail va être réparti en deux parties, l'une théorique comportant une étude bibliographique composée de deux chapitres portant sur l'olivier et l'huile d'olive ainsi que les différents déchets issus des huileries et leur valorisation. L'autre partie est expérimentale contenant les méthodes appliquées et le matériel utilisé, avec les résultats obtenus et leur discussion. Le tout clôturé par une conclusion et des perspectives à proposer.

# **Partie Expérimentale**

# **Chapitre I**

# **Matériel & Méthodes**

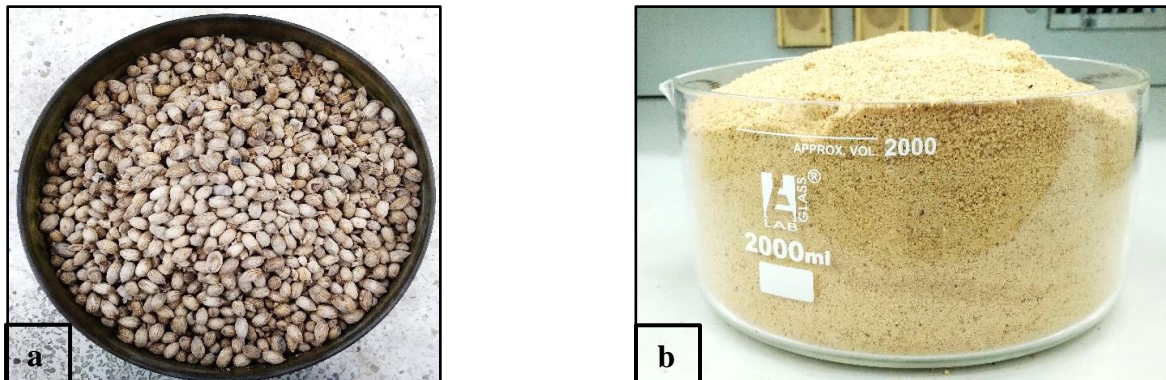
## I.1. Objectif et lieu de stage

L'objectif de ce présent travail est l'étude des caractéristiques physicochimiques des noyaux d'olives, afin de les valoriser, par extraction de leur huile, en vue de l'utiliser dans l'élaboration de nouveaux produits.

L'étude a été réalisée au laboratoire pédagogique de physico-chimie, du département de Génie des Procédés, faculté de Technologie. Université de Blida 1.

## I.2. Matériel végétal

Des échantillons de noyaux d'olive ont fait l'objet de l'étude (**Figure 14**), ils nous ont été fournis par une entreprise de fabrication d'olive de table située au centre de Halouiya, commune de Soumâa. Wilaya de Blida.



**Figure 14:** Noyaux d'olive (a : séchés , b : broyés)  
(photos originales).

## I.3. Matériel de laboratoire

### I.3.1. Verrerie utilisée

La liste suivante présente la verrerie utilisée pour réaliser les analyses physicochimiques :

- ✓ Bêchers en verre de différents volumes : 50, 100 et 250ml
- ✓ Erlenmeyers de différents volumes : 100, 200 et 250ml
- ✓ Fioles de différents volumes : 10, 25, 50 et 100ml
- ✓ Eprouvettes de différents volumes : 10, 25, 50 et 100ml
- ✓ Burette graduée de 25ml, pipettes graduées en verre, pissettes d'eau distillée, barreaux magnétiques, compte-goutte et lunettes de protection

- ✓ Ballon rodé, pycnomètre, réfrigèrent et appareil Soxhlet complet.

### I.3.2. Appareil utilisé

La liste suivante représente le matériel nécessaire utilisé pendant la réalisation de ce travail :

- ✓ Plaque chauffante avec agitation (Annexes)
- ✓ Balance analytique (Annexes)
- ✓ Refractomètre (Annexes)
- ✓ Four à moufle (Annexes)
- ✓ Spectrophotomètre UV-VISIBLE (Annexes)
- ✓ Appareil Infra rouge (Annexes)
- ✓ Tamiseuse (Annexes)
- ✓ Broyeur à marteau (Annexes)
- ✓ Rotavapeur

### I.3.3. Réactifs

Le **Tableau 9** présente les réactifs utilisés pour réaliser les analyses physicochimiques.

**Tableau 9** : Réactifs utilisés en analyses physicochimiques

Réactifs	Formule brute
Éthanol	$C_2H_5OH$
Hydroxyde de potassium	KOH
Iodure de potassium	KI
Phénophtaléine	$C_{20}H_{14}O_4$
Acide acétique	$CH_3COOH$
Chloroforme	$CHCl_3$
Thiosulfate de sodium pentahydraté	$Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$
Empois d'amidon	$(C_6H_{10}O_5)_n$
Acide chlorhydrique	HCl
n-Hexane	$C_6H_{14}$
Réactif de Folin	$C_{10}H_5NaO_5S$
Acide gallique	$C_7H_6O_5$
Carbonate de sodium	$NaCO_3$
Eau distillée	$H_2O$

## **I.4. Etude granulométrique des noyaux**

### **I.4.1. Principe**

L'essai consiste à fractionner au moyen d'une série de tamis un matériau en plusieurs classes granulaires de tailles décroissantes.

### **I.4.2. Mode opératoire**

- Les noyaux d'olives sont lavés afin de les débarrasser des impuretés ;
- Puis ils doivent être bien séchés à l'air libre (pendant quelque jours) ;
- On procède par la suite au broyage à l'aide d'un broyeur à marteaux ;
- Suivi d'un tamisage en choisissant des tamis de 1mm, 800  $\mu\text{m}$  et 400 $\mu\text{m}$ .

## **I.5. Extraction des huiles des noyaux d'olive**

### **I.5.1. Principe**

L'extraction des huiles se fait par un solvant à l'aide de l'appareil Soxhlet, qui comprend trois parties reliées entre elles par deux rodages :

- ✓ Un ballon de 500 ml dans lequel on place le solvant ;
- ✓ Une partie intermédiaire, qui est la partie essentielle de l'appareil à laquelle on place la prise d'essai enveloppée dans une cartouche en papier filtre qui laisse passer le solvant ;
- ✓ Un réfrigérant vertical relié avec un cryostat pour assurer le refroidissement.

### **I.5.2. Mode opératoire**

On prend 200g de chaque classe granulométrique de noyaux et on fait l'extraction comme suit (Figure 15) :

- La prise d'essai est placée dans une cartouche en papier filtre et introduite au fond de la partie intermédiaire ;
- Remplir le ballon pesé vide par 150ml du solvant : éther de pétrole 40-60 (environ le tiers de la contenance du ballon) ;
- Monter l'appareil sans oublier de faire passer l'eau froide dans le réfrigérant ;
- Chauffer le ballon au bain Marie à 60°C;

- Après extraction, on chasse le solvant en utilisant l'évaporateur (Rota vapeur) pour obtenir l'huile ;
- Enfin, peser le ballon avec l'huile extraite.



**Figure 15 : Montage de soxhlet avec rota vapeur (photo originale).**

### **I.5.3. Expression des résultats**

La teneur en matière grasse ou le rendement en huile extraite, est obtenu par la formule suivante :

$$MG\% = \frac{P_2 - P_1}{P_3} \times 100$$

Où :

MG % : Pourcentage de la matière grasse



P<sub>1</sub> : Poids du ballon vide (g)

P<sub>2</sub> : Poids du ballon avec l'huile extraite (g)

P<sub>3</sub> : Masse de la prise d'essai (g)

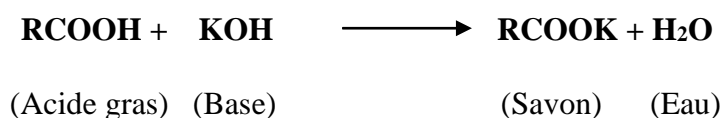
## I.6. Analyses physicochimiques de l'huile extraite des noyaux d'olive

### I.6.1. Critères chimiques

#### I.6.1.1. Indice d'acide (Ia) : (ISO 1242 : 1999)

##### ❖ Principe

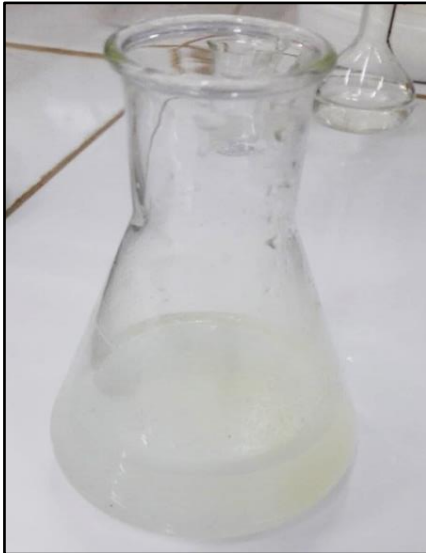
La détermination de l'indice d'acide de l'huile est basée sur un titrage des acides gras libres avec une solution d'hydroxyde de potassium, en présence d'un indicateur coloré selon la réaction suivante :



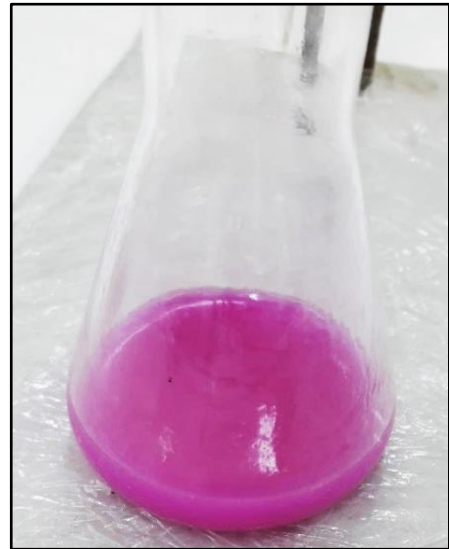
La réaction qui se déroule est une neutralisation des acides gras libres par une base.

##### ❖ Mode opératoire

- Peser 1g d'huile dans un erlenmeyer ;
- Ajouter 5ml d'éthanol à 95°C ;
- Neutraliser le mélange en présence de quelques gouttes de phénolphtaléine à 0.2% (**Figure 16**) ;
- Agiter énergiquement et titrer avec la solution d'hydroxyde de potassium à 0.1N jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante (**Figure 17**) ;
- Noter le volume de la solution de KOH ajoutée.



**Figure 16 :** Indice d'acide avant dosage



**Figure 17 :** Indice d'acide après dosage

(photos originales)

❖ **Expression des résultats**

L'indice d'acide est calculé selon la formule suivante :

$$I_a = \frac{M \times V \times C}{m}$$

Où :

M : Masse molaire du KOH (56.11 g/mol)

V : Volume de KOH de 0.1N, exprimé en millilitres (ml)

C : Concentration de la solution de la potasse KOH

m : masse de la prise d'essai, exprimé en grammes (g)

**I.6.1.2. Indice de saponification (IS) : (Boulfane et *al.*, 2015)**

❖ **Principe**

C'est le nombre en milligramme de KOH nécessaire pour neutraliser les acides gras libres et saponifier les acides gras combinés (ester) présents dans un gramme de corps gras.



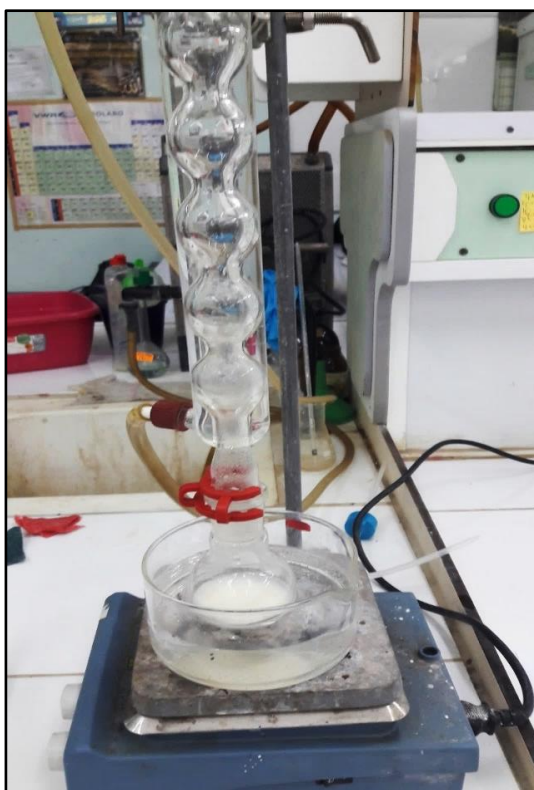
Où :

A-R : acides gras

A-K : sel alcalin (ou savon)

#### ❖ Mode opératoire

- Peser 1g d'huile dans un ballon rodé ;
- Ajouter 25ml de KOH alcoolique à 0,5N (mol /l) ;
- Adopter le mélange contenu dans le ballon à un réfrigérant ;
- Le placer dans un bain Marie ;
- Laisser à ébullition pendant 45 à 60 minutes (**Figure 18**) ;
- Ajouter quelques gouttes de phénolphtaléine (**Figure 19**) ;
- Titrer par une solution d'HCl à 0,5N jusqu'à la disparition de la couleur rose et la réapparition de la couleur initiale du mélange (**Figure 20**) ;
- Effectuer dans les mêmes conditions un essai à blanc.



**Figure 18** : Montage à reflux de l'indice de saponification (photo originale).



**Figure 19:** Indice de saponification avant le dosage (photo originale).



**Figure 20 :** Indice de saponification après le dosage (photo originale).

#### ❖ Expression des résultats

L'indice de saponification est calculé selon la formule suivante :

$$IS = \frac{V_0 - V}{m} \times C \times M$$

Où :

M : Masse molaire du KOH (g/mol)

$V_0$  : Volume en (ml) d'HCL utilisé pour l'essai à blanc

V : Volume en (ml) d'HCL utilisé pour l'échantillon à analyser

m : masse en (g) de la prise d'essai

C : Concentration de la solution d'HCl

### I.6.1.3. Indice d'ester (IE) : (ISO 709 : 2001)

Cet indice représente la différence des deux indices de saponification et d'acidité. Il est calculé selon la formule suivante :

$$IE = I_s - I_a$$

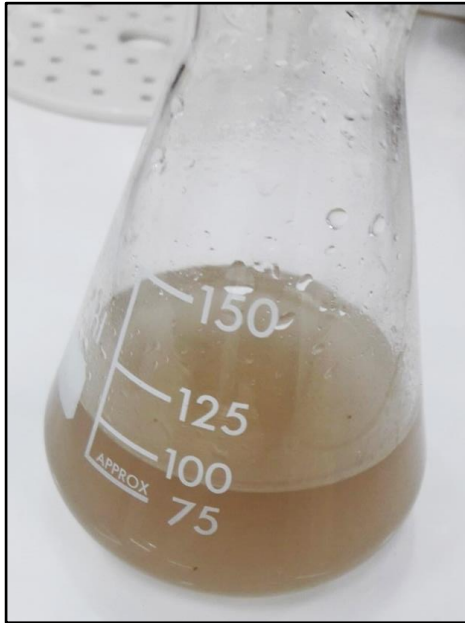
### I.6.1.4. Indice de peroxyde (IP) : (Boulfane et *al.*, 2015)

#### ❖ Principe

Il est basé sur le traitement de l'huile d'olive en solution dans un mélange d'acide acétique et du chloroforme (3:2 V/V) par une solution d'iodure de potassium, c'est le titrage de l'iode libéré par une solution titrée de thiosulfate de sodium.

#### ❖ Mode opératoire

- Peser dans un erlenmeyer 1 g d'huile ;
- Ajouter 2 ml de chloroforme ;
- Ajouter 3 ml d'acide acétique et dissoudre rapidement la prise d'essai en agitant ;
- Ajouter 7.2 ml d'eau distillée ;
- Puis 15 ml d'une solution d'iodure de potassium saturé ;
- Boucher aussitôt l'erlenmeyer avec du papier aluminium ;
- Laisser le mélange 5 mn à l'abri de la lumière à une température ambiante ;
- Ajouter 60ml de la solution d'empois d'amidon comme indicateur coloré (couleur violette) (**Figure 21**) ;
- Titrer l'iode libéré par la solution de thiosulfate de sodium 0.01M en agitant vigoureusement jusqu'à la disparition de la couleur (**Figure 22**) ;
- Effectuer de la même façon un essai à blanc.



**Figure 21 :** Indice de peroxyde avant le dosage (photo originale).



**Figure 22 :** Indice de peroxyde après le dosage (photo originale).

❖ **Expression des résultats**

L'indice de peroxyde est calculé selon les formules ci-dessous :

✓ Indice de peroxyde exprimé en (milliéquivalents / Kg) :

$$IP = \frac{V - V_0}{m} \times 10$$

✓ Indice de peroxyde exprimé en (millimoles / Kg) :

$$IP = \frac{V - V_0}{m} \times 5$$

✓ Indice de peroxyde exprimé en (microgrammes / Kg) :

$$IP = \frac{V - V_0}{m} \times 80$$

Où :

V : Volume en (ml) du thiosulfate utilisé pour l'échantillon à analyser

V<sub>0</sub> : Volume en (ml) du thiosulfate utilisé pour l'essai à blanc

C : Concentration du thiosulfate de sodium

m : masse en (g) de la prise d'essai

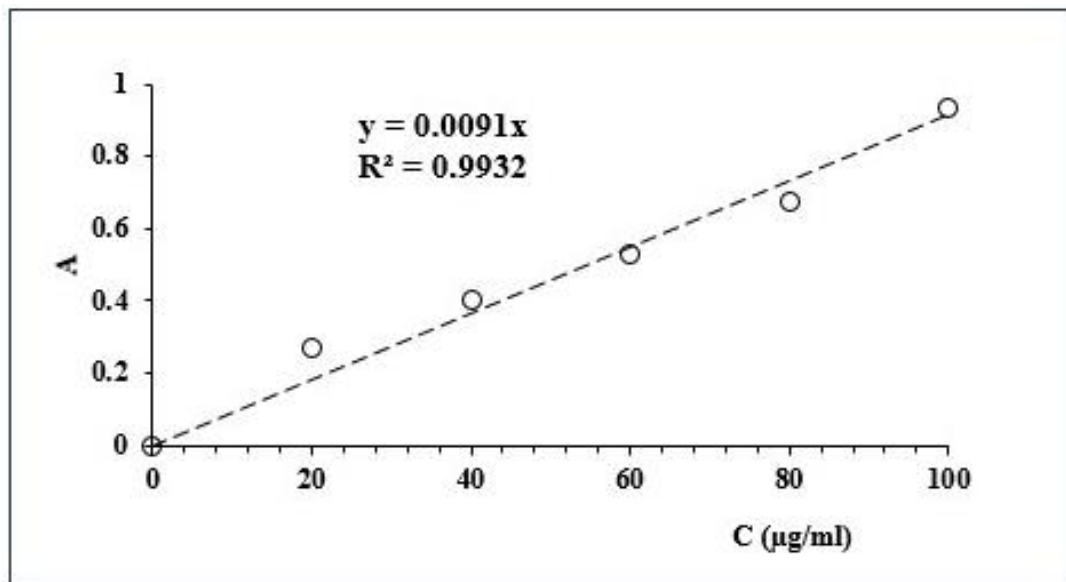
#### I.6.1.5. Dosage des polyphénols : (Singleton et *al.*, 1999)

##### ❖ Principe

Le dosage des polyphénols totaux a été déterminé par spectrophotométrie, selon la méthode colorimétrique utilisant le réactif de Folin. Ce dosage est basé sur la quantification de la concentration totale de groupements hydroxyles présents dans l'extrait.

##### ❖ Mode opératoire

Dans un tube à essai en verre, une quantité de 0,2 g de notre huile, a été ajoutée, avec un mélange de 1 ml de réactif Folin dilué 10 fois, et 800 µl d'une solution de carbonate de sodium à 7,5 %. Le tube est agité et conservé pendant 30 min à l'obscurité. L'absorbance est lue à 765 nm. Une courbe d'étalonnage (**Figure 23**) a été réalisée en parallèle dans les mêmes conditions opératoires en utilisant l'acide gallique à différentes concentrations (0 à 100 µg/ml).



**Figure 23 :** Courbe d'étalonnage de l'acide gallique.

## I.6.2. Paramètres physiques

### I.6.2.1. Indice de réfraction : (Azzouni et Benariba, 2017)

#### ❖ Principe

Le réfractomètre est un appareil de mesure qui détermine l'indice de réfraction de la lumière d'une matrice solide ou liquide (exemple pour l'eau = 1,33). Cet indice s'observe par la déviation d'un faisceau lumineux suivant la nature du milieu dans lequel il se propage.

#### ❖ Mode opératoire

- Etalonner l'appareil par l'eau distillée dont l'indice de réfraction est égal à 1,33 ;
- Nettoyer la lame du réfractomètre ;
- Déposer une goutte d'huile d'olive dans la lame du réfractomètre et régler le cercle de chambre sombre et claire dans la moitié ;
- Effectuer la lecture des résultats en prenant compte de la température.

#### ❖ Expression des résultats

$$n^{20}_d = n^T_d + 0.00045 \times (T-20)$$

Où :

$n^T_d$  : Valeur de la lecture à la température  $t$  à laquelle a été effectuée la détermination

$n^{20}_d$  : Indice de réfraction à la température 20°C

$T$  : Température à laquelle a été effectuée la détermination

### I.6.2.2. Densité relative (d) : (ISO 279 :1998)

#### ❖ Principe

La densité est le rapport de la masse d'un certain volume d'huile à 20°C, à la masse d'un volume égale d'eau distillée à la même température. Elle est déterminée en effectuant des pesées successives de volume égal d'huile et d'eau à la température de 20°C.



### ❖ Mode opératoire

- Nettoyer soigneusement le pycnomètre ;
- Déterminer la masse  $m_0$  du pycnomètre vide ;
- Déterminer la masse  $m_1$  du pycnomètre rempli d'eau distillée ;
- Nettoyer et sécher le pycnomètre ;
- Déterminer la masse  $m_2$  du pycnomètre contenant d'huile d'olive.

### ❖ Expression des résultats

La densité relative est donnée par la formule suivante :

$$D_{20}^{20} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0}$$

Où :

$m_0$  : Masse du pycnomètre vide, exprimée en gramme (g).

$m_1$  : Masse du pycnomètre rempli d'eau distillée, exprimée en gramme (g).

$m_2$  : Masse du pycnomètre rempli d'huile d'olive, exprimée en gramme (g).

### I.6.2.3. Taux de cendres (ISO 6884 : 2008)

#### ❖ Principe

L'incinération d'une prise d'essai dans une atmosphère oxydante a été effectuée jusqu'à combustion complète des matières organiques, suivie d'une pesée du résidu obtenu.

#### ❖ Mode opératoire

- Peser une quantité de 5 g de notre huile dans une capsule tarée et la placer dans le four réglé à 550°C (**Figure 24**) ;
- Introduire l'échantillon à l'intérieur du four. Le temps d'incinération est en général de l'ordre de 4 h.
- Après l'incinération, laisser l'échantillon calciné à refroidir dans un dessiccateur entre 30 et 45 min (**Figure 25**). Peser rapidement.



**Figure 24 :** Huile avant calcination



**Figure 25 :** Huile après calcination

(photos originales).

#### ❖ Expression des résultats

La teneur en cendres, exprimée en pourcentage, est donnée par l'équation :

$$\text{Cendre}\% = \frac{(m_1 - m_0) \times 100}{m_2 - m_0}$$

Où :

$m_0$  : la masse du creuset vide (g).

$m_1$  : la masse du creuset et des cendres (g).

$m_2$  : la masse du creuset et la prise d'essai (g).

#### **I.6.2.4. L'absorbance dans l'ultra-violet : (Azzouni et Benariba, 2017)**

##### ❖ Principe

L'oxydation des corps gras, en particulier ceux contenant l'acide linoléique, conduit à la formation d'hydroxy-peroxyde linoléique, qui absorbe au voisinage de 232 nm. Si l'oxydation se poursuit, il se forme des produits secondaires en particulier des dicétones et

cétones insaturés qui absorbent vers 270 nm. L'extinction à 232 nm et à 270 nm d'un corps gras brut peut donc être considérée comme une image de son état d'oxydation. Pour la variation de l'extinction spécifique, on mesure l'absorbance de l'échantillon d'huile d'olive aux longueurs d'ondes 266 nm et 274 nm.

#### ❖ Mode opératoire

- Mettre 0.1 ml de l'huile dans une fiole de 100ml ;
- Compléter au trait de jauge avec l'hexane ;
- Une autre fois, mettre 0.1ml de la première dilution dans une fiole de 10ml et compléter au trait de jauge avec l'hexane ;
- D'abord, introduire le blanc (hexane) ainsi préparé dans une cuve de 1cm et procéder à la détermination de son absorbance ;
- Ensuite, introduire l'échantillon ainsi préparé dans une cuve de 1cm et procéder à la détermination de son absorbance par rapport à celle de l'hexane dans la cuve témoin ;
- Les absorbances sont déterminées aux longueurs d'ondes 232, 266, 270 et 274 nm.

#### ❖ L'expression des résultats

La variation de l'extinction spécifique  $\Delta K$  est déterminée selon l'équation suivante :

$$\Delta K = \frac{K_m - (K_{m-4} + K_{m+4})}{2}$$

Où :

$K_m$  : est l'extinction spécifique à la longueur d'onde d'absorbance maximale  $m$ , aux environs de 270nm.

$K_{m-4}$  : est l'extinction spécifique à la longueur d'onde d'absorbance maximale  $m$ , aux environs de 266nm.

$K_{m+4}$  : est l'extinction spécifique à la longueur d'onde d'absorbance maximale  $m$ , aux environs de 274nm.

### **I.6.2.5. Caractérisation par infra-rouge : (Bekkar, 2019)**

#### **❖ Principe**

C'est une analyse qualitative pour identifier la composition de l'huile.

#### **❖ Mode opératoire**

- A l'aide d'un mortier, broyer une quantité de 200 mg de KBr ;
- Mettre le KBr broyé dans un moule pour obtenir un comprimé translucide ;
- Mettre le moule dans la presse à pastille et presser jusqu'à 5 tonnes maximum ;
- Démouler la pastille ;
- Etaler une goutte de l'huile sur ce comprimé ;
- Placer la pastille dans le support et analyser directement dans l'appareil infra-rouge.



## **Chapitre II**

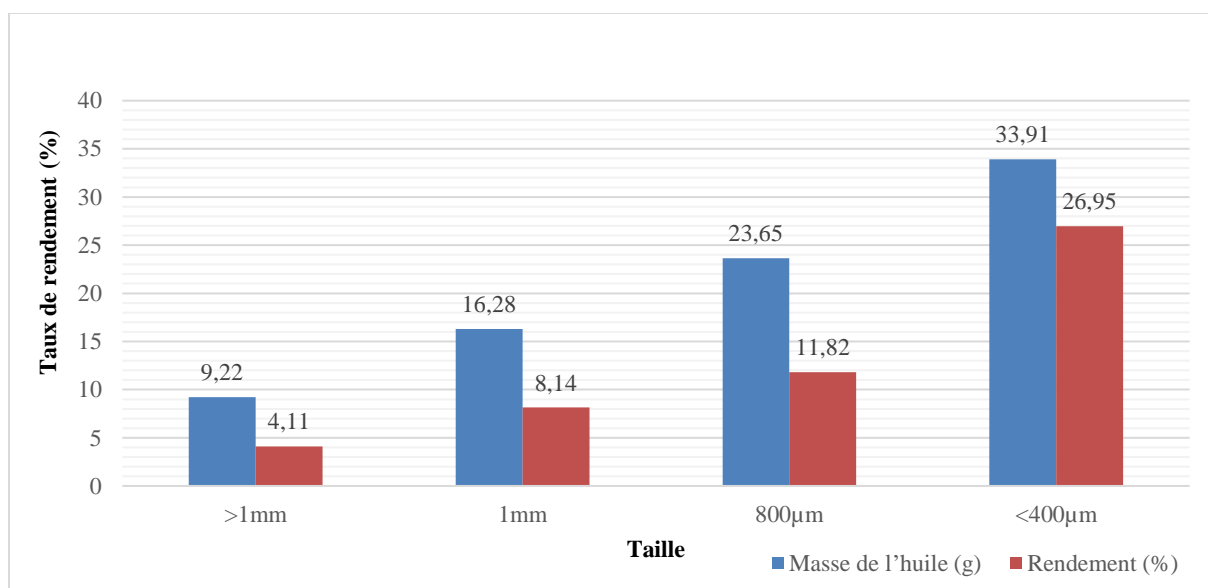
# **Résultats & Discussion**

## II.1. Résultats de l'étude granulométrique et du rendement en huile (Rendement selon les classes granulaires pour 200g)

Les différentes classes granulométriques ainsi que le rendement en huile extraite à partir des noyaux d'olive broyés sont données dans le **tableau 10**. Leur évolution est illustrée dans la **figure 26**.

**Tableau 10** : Différentes classes granulométriques et taux de rendement en huile (%)

Taille	Masse de l'huile (g)	Rendement (%)
>1mm	9,22	4,11
1mm	16,28	8,14
800µm	23,65	11,82
<400µm	33,91	26,95



**Figure 26** : Evolution du rendement en huile selon les classes granulaires.

Le rendement d'extraction avec un solvant apolaire comme l'éther de pétrole 40-60 pour la fraction granulométrique inférieure à 400 µm des noyaux d'olive broyés a atteint (**26.95 %**) par contre la fraction entre 800 et 400 µm a permis d'avoir un rendement de (**11.82 %**). Cependant, des rendements respectifs de (**4.11%**) et (**8.14 %**) ont été obtenus pour les fractions supérieures à 1 mm et ceux compris entre 1 mm et 800 µm. Le rendement le plus élevée est donc enregistrée pour la classe granulométrique la plus petite.

Ceci dit, **Meziane et al (2015)** rapporte que l'analyse statistique des résultats de la récupération par l'alcool éthylique de l'huile à partir du grignon d'olive comprenant une portion considérable en noyaux d'olive, elle a montré que l'extraction de cette huile résiduelle dépend de la taille des particules.

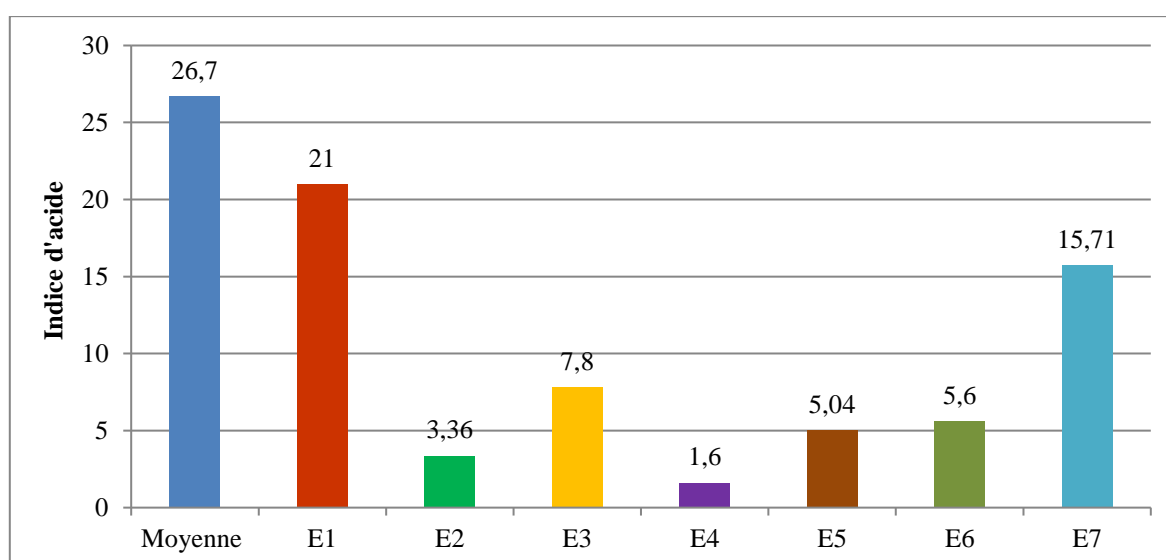
## II.2. Résultats des analyses physicochimiques de l'huile extraite des noyaux d'olive

### II.2.1. Indice d'acide

Le **tableau 11** indique l'indice d'acide calculé, et la **figure 27** montre une comparaison de cet indice avec l'indice d'acidité obtenu de différents échantillons d'huile d'olives analysées par **Nekrouf et al (2019)**.

**Tableau 11** : Taux d'Acidité de l'huile des noyaux d'olive

	Test 1	Test 2	Moyenne (Test)	E1	E2	E3	E4	E5	E6	E7
<b>Indice d'acide</b>	26.48	27.06	26.77	21	3.36	7.8	1.6	5.04	5.6	15.71
<b>Norme C.O. I : &lt; 4,0</b>										



**Figure 27** : Comparaison de l'indice d'acidité avec différents échantillons d'huile d'olives



Une grande différence est constatée entre l'huile extraite des noyaux et celle des échantillons d'huiles analysés par **Nekrouf et al (2019)**. L'huile résiduelle des noyaux a en effet révélé une acidité plus forte avec un indice d'acide d'une moyenne de **26.77**, alors que l'échantillon d'huile d'olive qui a enregistré l'indice d'acide le plus élevé a dépassé à peine une valeur de 20.

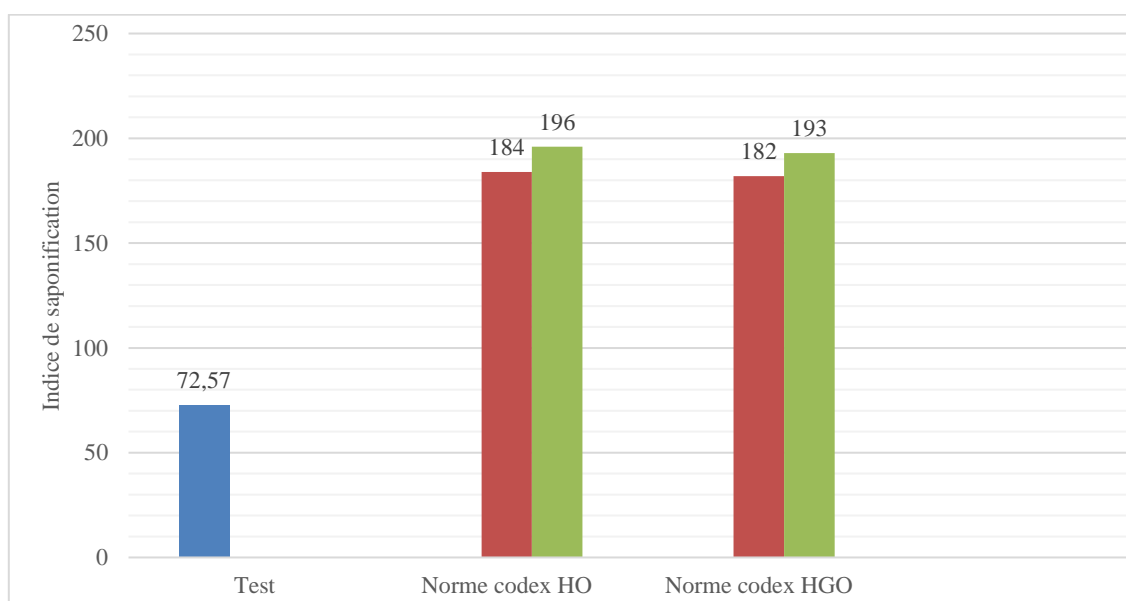
Ainsi, l'acidité de l'huile des noyaux d'olive est identifiée par l'indice d'acide comme dans le cas des huiles essentielles et d'autres huiles non comestibles. L'indice d'acide des huiles de grains d'olive est plus faible comparativement aux huiles non comestibles composées d'esters d'acides gras et dans ce cas l'huile des noyaux d'olives contient une quantité considérable d'acide gras libres qui peut avoir un impact très important sur la valorisation de cette huile.

## II.2.2. Indice de saponification

Le taux d'indice de saponification déterminé pour l'huile extraite des noyaux est donné dans le **tableau 12**, tandis qu'une comparaison avec les normes du Codex en rapport avec l'huile d'olive et des grignons d'olive, est rapportée par la **figure 28**.

**Tableau 12** : Taux d'Indice de saponification de l'huile des noyaux d'olive (%)

Echantillons	Test 1	Test 2	Moyenne (Test)	Norme codex HO	Norme codex HGO
<b>Indice de saponification</b>	72.20	72.94	<b>72.57</b>	<b>184-196</b>	<b>182-193</b>



**Figure 28** : Comparaison du taux d'indice de saponification des noyaux d'olive avec l'huile d'olive et des grignons d'olive

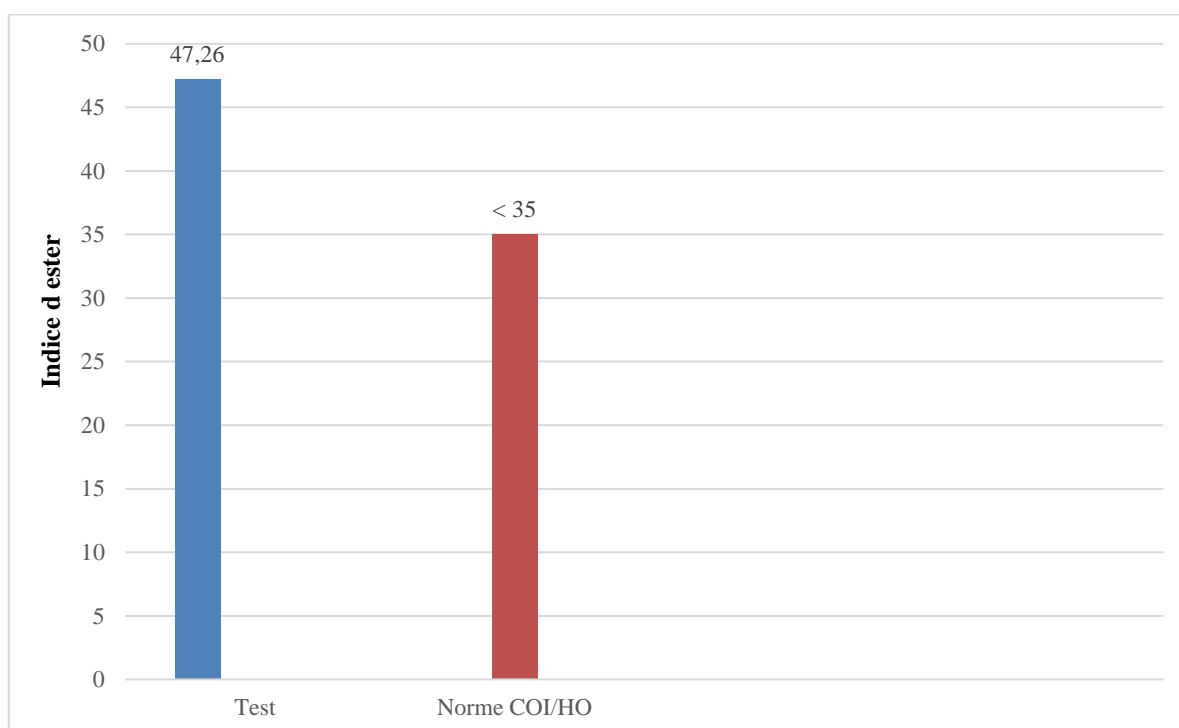
L'indice de saponification de l'huile des noyaux d'olive est moins important (**72.57%**) que celui des huiles d'olive ou même des grignons d'olives fixés par la norme du Codex et qui sont identiques (**184-196%**). Ceci permet de déduire la présence d'une quantité moyenne d'ester dans l'huile des noyaux d'olive.

### II.2.3. Indice d'ester

Le **tableau 13** et la **figure 29**, rapportent l'indice d'ester, calculé dans l'huile extraite des noyaux en comparaison avec celui de l'huile d'olive fixé par la norme de COI.

**Tableau 13** : Taux d'Indice d'ester de l'huile des noyaux d'olive (%)

Echantillons	Test 1	Test 2	Moyenne (Test)	Norme COI (HO)
Indice d'Ester	45.72	48.8	<b>47.26</b>	<b>&lt; 35 mg/kg</b>



**Figure 29** : Taux d'Indice d'ester de l'huile des noyaux d'olive en comparaison avec l'huile d'olive

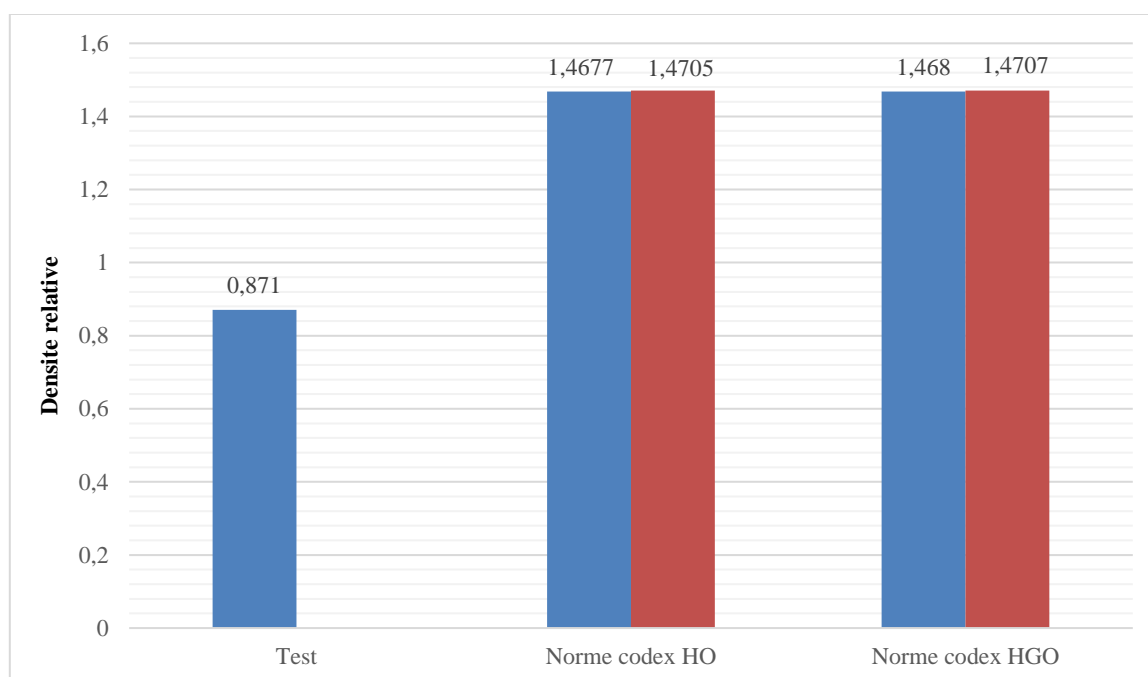
L'indice d'ester de l'huile extraite des noyaux d'olive est plus important (**47.26%**) que celui de l'huile d'olive, fixé par la norme COI à un indice < 35 mg/kg, ceci permet de déduire la présence de molécules d'esters au sein de la fraction d'huile des noyaux d'olive et qui paraît en quantités élevées.

## II.2.4. La densité

Le résultat obtenu pour la densité est rapporté par le **tableau 14**, tandis qu'une comparaison avec la norme Codex pour l'huile d'olive et des grignons d'olive est donnée dans la **figure 30**.

**Tableau 14** : Densité de l'huile des noyaux d'olive

Echantillons	Test	Norme codex HO	Norme codex HGO
Densité relative	0.871	<b>1.4677-1.4705</b>	<b>1,4680-1,4707</b>



**Figure 30** : Densité de l'huile d'olive comparée à l'huile d'olive et des grignons d'olive

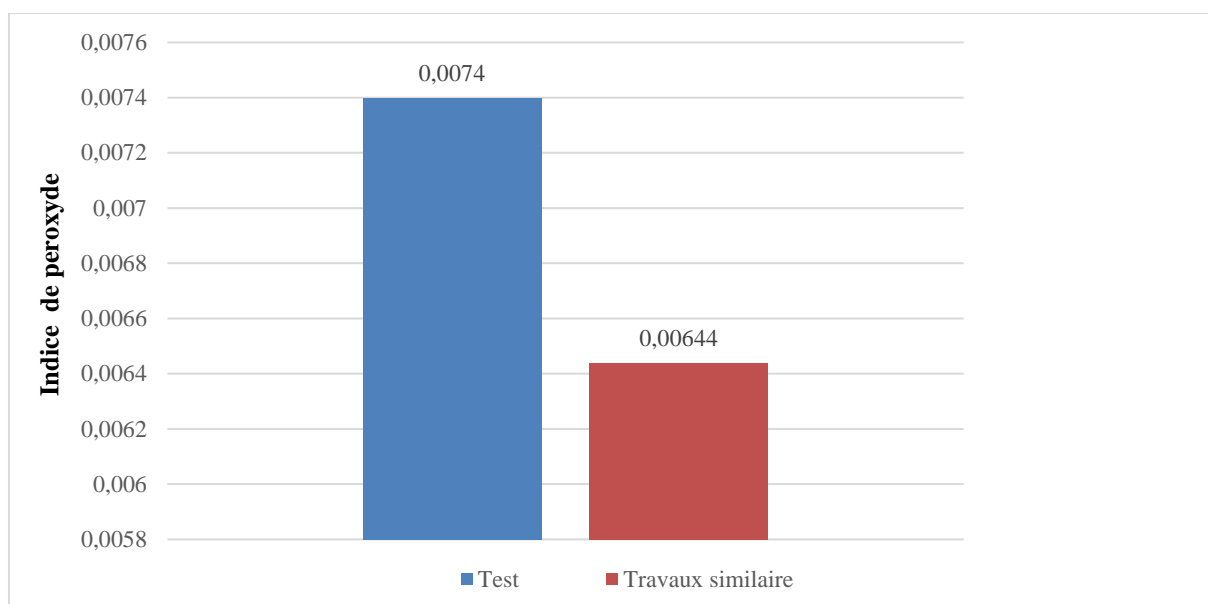
La densité de l'huile des noyaux d'olive est plus faible (**0.871**) que celle des huiles d'olive (**1.4677-1.4705**) et de l'huile des grignons d'olive (**1,4680-1,4707**) permettant ainsi d'en déduire le faible poids moléculaire des esters constituant l'huile des noyaux d'olive. Ceci est due notamment à la longueur des chaînes radicalaires.

## II.2.5. Indice de peroxyde

Le **tableau 15** et la **figure 31** montrent la valeur de l'indice de peroxyde obtenu en citant des résultats de travaux antérieurs et des normes fixées pour l'huile d'olive et des grignons.

**Tableau 15** : Indice de peroxyde de l'huile des noyaux d'olive (%)

Echantillons	Test 1	Test 2	Moyenne (Test)	Travail Similaire	Norme Codex HO	Norme Codex HGO
Indice de peroxyde ( $\mu\text{g}/\text{Kg}$ )	0.005	0.0098	<b>0.0074</b>	<b>0.00644</b>	$\leq 20$	$\leq 15$



**Figure 31** : Indice de peroxyde comparé à des travaux antérieurs

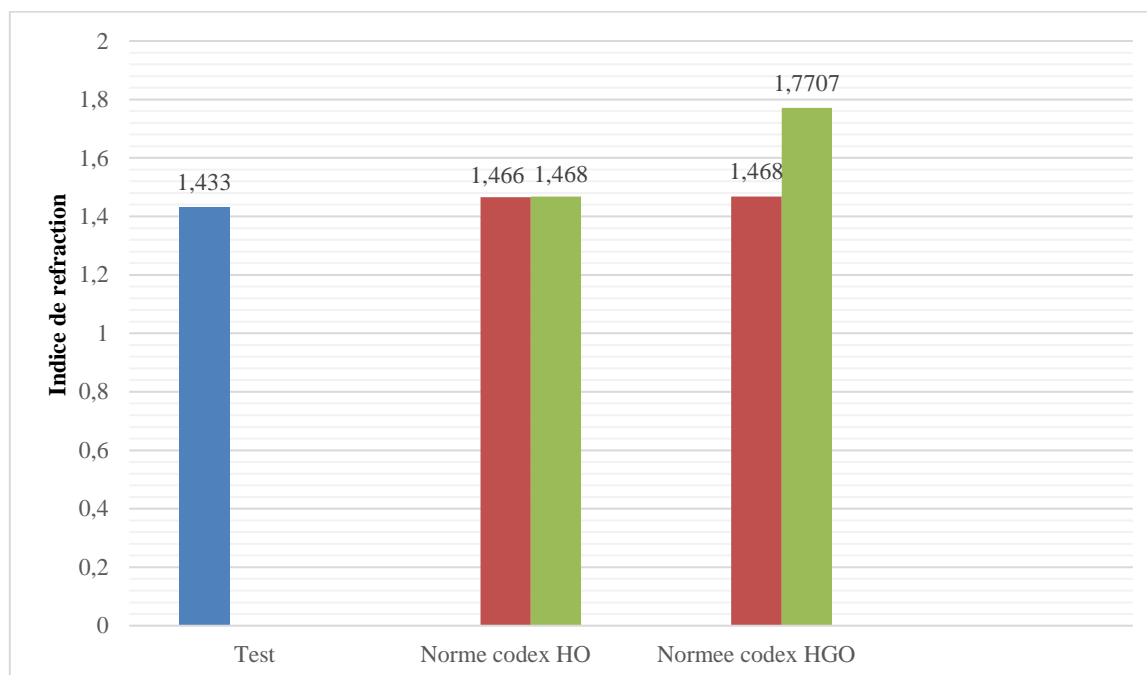
L'indice de peroxyde obtenu de l'huile des noyaux d'olive est largement inférieur (**0.0074**) à celui des huiles d'olive et des grignons d'olive fixé par la norme Codex (qui est respectivement  $\leq 20$  et  $\leq 15$ ) et proche de celui déterminé dans les travaux de **Mosibo et al (2016)**. Ce faible indice peut être expliqué par la présence de cette huile extraite des noyaux d'olive au sein d'un noyau dur et opaque empêchant l'infiltration des radicaux et en particulier le radical oxygène, ce qui va réduire la formation des peroxydes, traduit par un indice de peroxyde faible.

## II.2.6. Indice de réfraction

L'indice de réfractons des échantillons analysés de l'huile des noyaux d'olive, est rapporté par le **tableau 16** et la **figure 32**.

**Tableau 16** : Indice de réfraction de l'huile des noyaux d'olive (%)

Echantillons	Test 1	Test 2	Moyenne (Test)	Norme Codex HO	Norme Codex HGO
<b>Indice de réfraction</b>	1.4599	1.4580	<b>1.433</b>	<b>1,466 – 1,468</b>	<b>1.4680-1.7707</b>



**Figure 32** : Indice de réfraction de l'huile des noyaux d'olive comparé à l'huile d'olive et de grignons d'olive

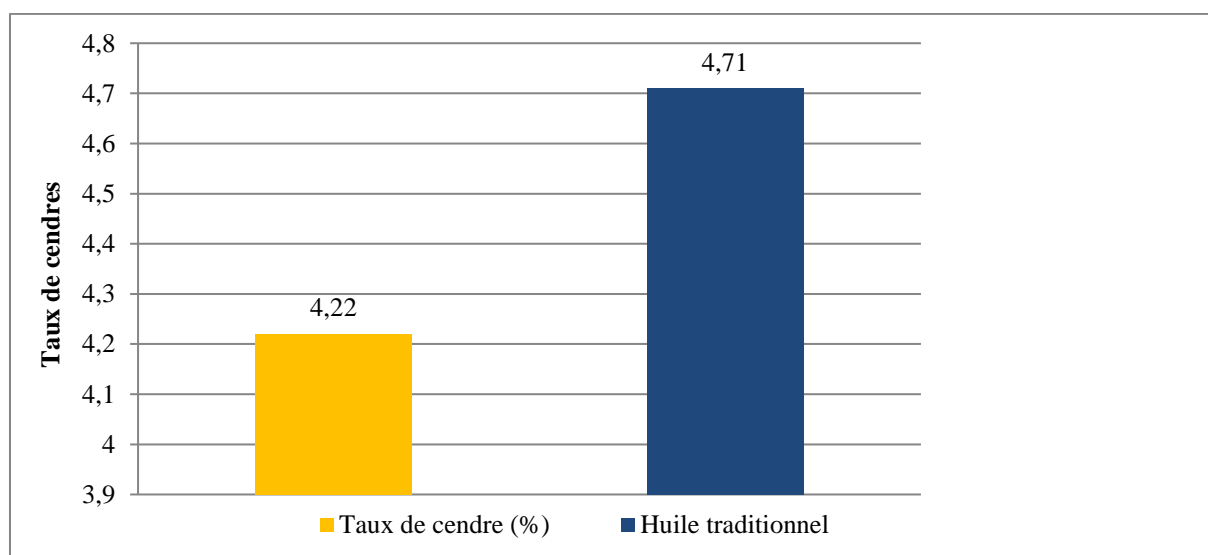
L'indice de réfraction de l'huile des noyaux d'olive se situe dans la même gamme que celle de l'huile d'olive et l'huile des grignons d'olives (**1.433**). Cette valeur est en fait synonyme d'une richesse de l'huile des noyaux d'olive en composés chimiques. En effet, l'indice de réfraction est nécessaire pour déterminer la composition d'un produit.

### **II.2.7. Taux de cendres**

Le **tableau 17** et la **figure 33** rassemblent les résultats de nos échantillons avec ceux obtenus de travaux antérieurs et ceux exigés par la réglementation.

**Tableau 17 : Taux de cendres de l'huile des noyaux d'olive**

	Masse de l'huile (G)	Masse de Cendre (G)	Taux de Cendre (%)	Huile Traditionnel	NORME (NF ISO 6884 :2008)
<b>VALEUR</b>	5.00	0.211	<b>4.22</b>	<b>4.71</b>	3-5 %



**Figure 33 : Taux de Cendres de l'huile des noyaux d'olive comparé à de l'huile de grignons d'olive**

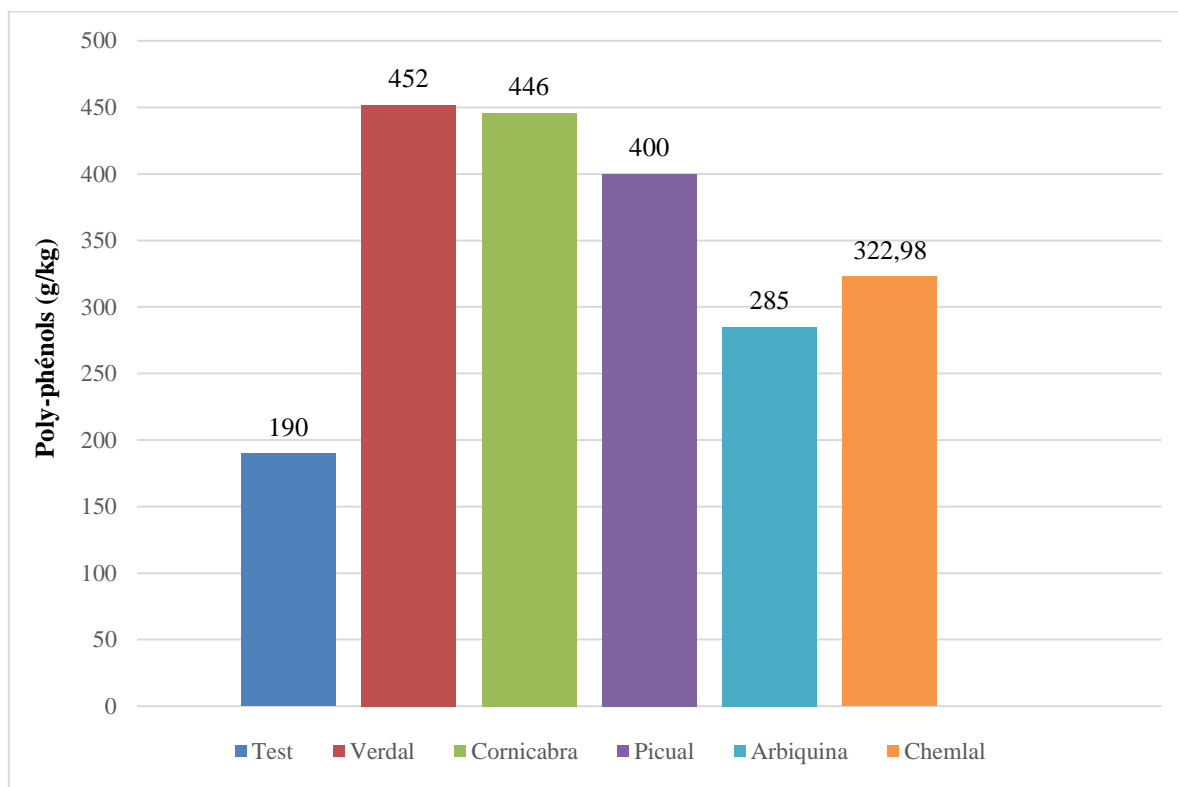
La valeur du taux de cendres de l'huile issue des noyaux d'olive (**4.22%**) est très proche à celui obtenu par **Amrouche et Tsamda (2019)** sur une huile de grignons d'olive traditionnel (**4.71%**). D'après la norme (**NF ISO 6884 :2008**), la teneur en cendres de l'huile extraite des sous-produits d'huilerie devrait être faible et compris entre **3** et **5 %**. Nos échantillons ont donc donné une valeur qui répond dans l'ensemble à la norme en vigueur.

### **II.2.8. Teneur en polyphénols**

Les polyphénols dosés dans l'huile extraite des noyaux d'olive en se référant à une courbe d'étalonnage réalisée dans les mêmes conditions, ont donné une teneur comparée à celle donnée par plusieurs variétés d'huile d'olive analysées lors de travaux antérieurs (**tableau 18 et figure 34**).

**Tableau 18 :** Teneur en polyphénols totaux de l'huile des noyaux d'olive

Echantillons	Test	Verdal	Cornicabra	Picual	Arbiquina	Chemlal
<b>Poly-phénol (mgEAG/kg)</b>	190	452	446	400	285	322.98



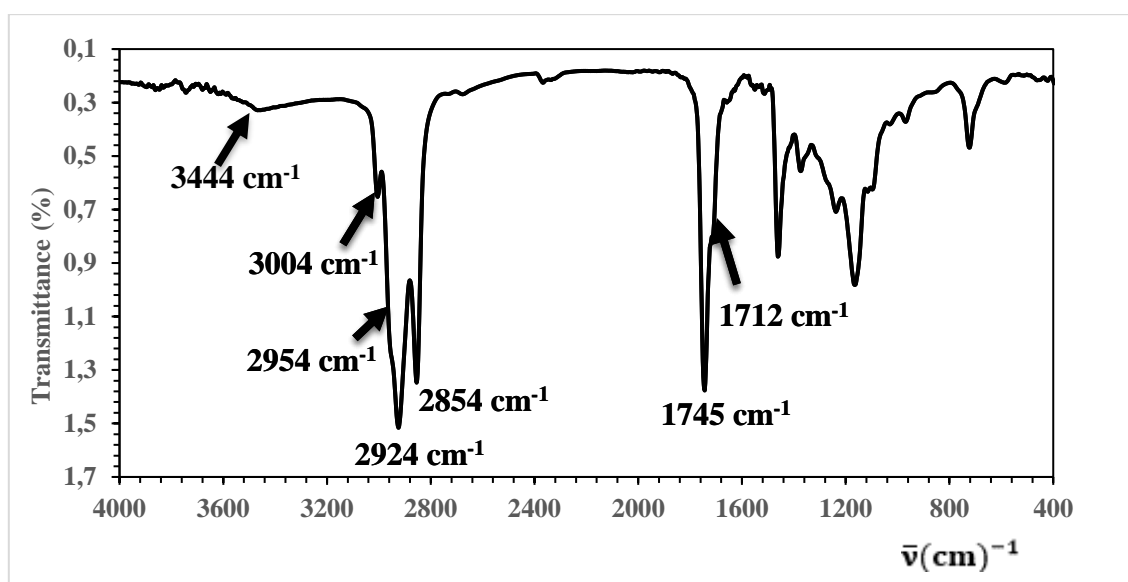
**Figure 34 :** Teneur en polyphénols totaux comparée à des travaux antérieurs

L'huile des noyaux d'olive est riche en polyphénols en quantité appréciable de **190 mg EAG/kg** d'huile. Cette teneur est inférieure à celles obtenues par **Douzane** et **Bellal (2004)** sur 5 variétés algériennes d'huile d'olive dont les teneurs oscillent entre 285 et 446 mg EAG/Kg, elle reste tout de même non négligeable.

Cette quantité trouvée dans les noyaux d'olive constitue avec la paroi de la graine un système de défense efficace pour la survie de ces noyaux et qui sera exploitée comme produit de valeur dans le domaine de cosmétique ou des sciences alimentaires.

## II.2.9. Caractérisation par infrarouge : Analyse IRTF

Le spectre IRTF (**figure 35**), d'huile obtenu par extraction à l'aide d'un Soxhlet en utilisant l'éther de pétrole 40-60 comme solvant, est constitué d'une petite bande située aux environs de  $3444\text{ cm}^{-1}$  caractéristique de la fonction OH des phénols. Juste après cette bande ; un ensemble de pics localisés à  $3004$ ,  $2954$ ,  $2924$  et  $2854\text{ cm}^{-1}$  sont attribués aux vibrations C-H du noyau aromatique, des groupements méthyles et méthylènes. Cependant, le pic le plus important est celui de la fonction ester, situé à  $1745\text{ cm}^{-1}$ , sans oublier de citer aussi le pic de  $1712\text{ cm}^{-1}$  spécifique de la fonction carbonyle d'une cétone. Cette technique est nécessaire pour déterminer la composition de l'huile analysée. Elle constitue en fait une méthode de spectroscopie électromagnétique utilisée pour déterminer la concentration et la structure d'une substance en mesurant l'intensité du rayonnement électromagnétique qu'elle absorbe à des longueurs d'onde différentes.

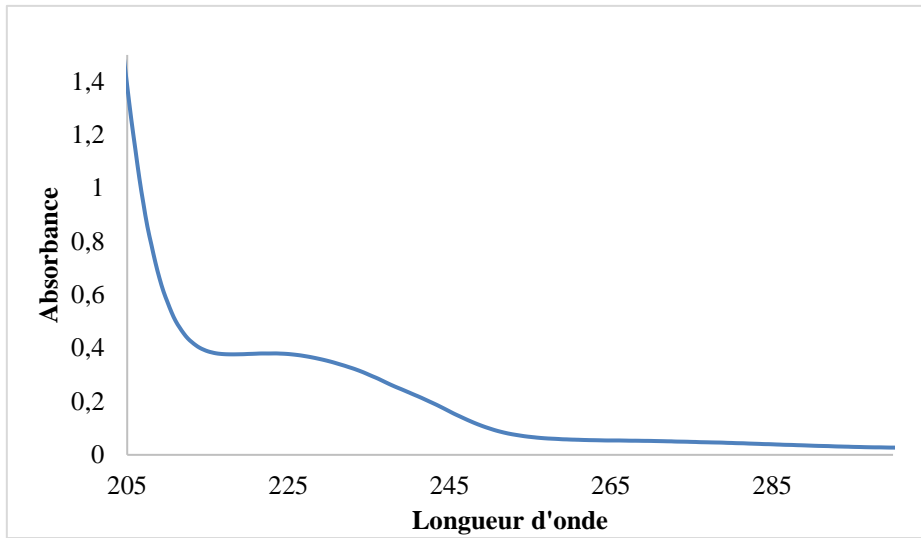


**Figure 35** : Spectre IRTF de l'huile des noyaux d'olive.

## II.2.10. Absorbance dans l'ultra-violet

La variation de l'extinction spécifique  $\Delta K$  (**figure 36**) est de **0.00055** dans l'huile des noyaux d'olive, elle est largement inférieure aux normes de COI imposées même à l'huile d'olive extra vierge qui doit être inférieure à 0.01 (**tableau 19**). Cette valeur de la variation de l'extinction spécifique  $\Delta K$  de **0.00055** est en parfaite concordance au lieu de localisation de cette huile (**figure 37**).

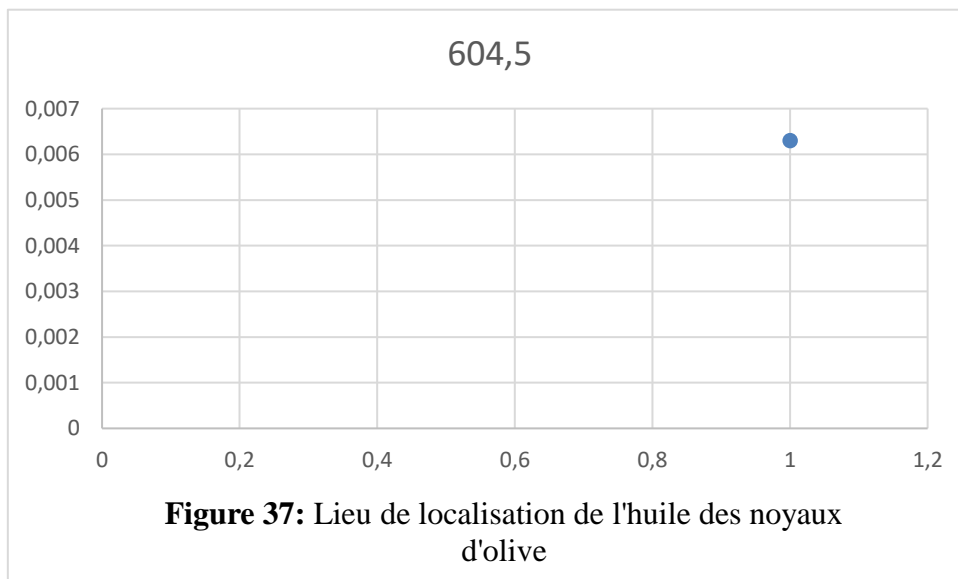




**Figure 36 :** Absorbance dans l’ultraviolet de l’huile des noyaux d’olive

**Tableau 19 :** Normes COI

Paramètre	Huile de noyaux d’olive	Norme C.O.I huile extra vierge
$\Delta K$	<b>0.00055</b>	<0.01



**Figure 37:** Lieu de localisation de l'huile des noyaux d'olive

# Conclusion

## Conclusion

Ce travail a été consacré à une étude des caractéristiques des déchets oléicoles « les noyaux d'olive » en vue de leur valorisation. Issus d'une entreprise de fabrication d'olive de table. Un essai de valorisation de ce sous-produit par l'extraction de son huile a été entrepris. La qualité de l'huile a été mesurée par l'analyse des caractéristiques physico-chimiques, qui dépend principalement de la matière première (l'olive) et du processus d'extraction.

Les résultats obtenus ont permis de conclure un rendement en matière grasse issue de la classes granulaires inférieur à 400µm est plus élevé (**26.95 %**) que les autres classes, l'indice d'acidité est très élevé (**26.77 %**), l'indice de saponification est plus faible (**72.57%**), l'indice d'ester en est supérieur (**47.26%**), la densité est inférieure (**0.871**) à celle de l'huile d'olive et du grignon avec un indice de peroxyde fortement faible (**0.0074%**). Par contre, l'indice de réfraction de l'huile des grains d'olive est semblable aux huiles et grignons d'olives. De plus, l'huile extraite est riche en polyphénols totaux avec une teneur de (**190 mg EAG/kg**) et la variation de l'extinction spécifique est largement faible (**0.00055**).

En final, la valorisation des noyaux d'olive cherche à atteindre les perspectives et les objectifs suivants :

- ✓ L'élimination de l'un des principaux polluants issus des ateliers de fabrication d'olive de table en le transformant en nouveaux produits à valeur ajoutée, par l'extraction des huiles à partir de ce polluant qui est le noyau d'olive.
- ✓ La destination de cette huile issue de l'extraction des noyaux d'olive par pression à la consommation humaine après avoir assuré la conformité des analyses qui est, elle même utilisée, notamment dans les unités de transformation des grignons et des noyaux en aliments de bétail ou en cosmétique dans la fabrication du savon.

# Références bibliographiques

- ❖ Abdelheq, K., et Sereir, F.Z. I. (2021). Amélioration des performances de la chaîne logistique d'olives : Cas d'étude en Algérie. Université Aboubakar Belkaïd. Tlemcen, 14.
- ❖ Afidol, (2019). Carnet de route : A la découverte de l'olivier. Les olives, 12.
- ❖ Aggoun-Arhab, M. (2016). Caractérisation de la composition en microconstituants des margines issues de la production oléicole et utilisabilité comme complément dans la ration chez la vache laitière. Thèse de doctorat. Université de Constantine, 147.
- ❖ Agroliva. (2015). Laboratoire international. Sfax, Tunisie, brochure.
- ❖ Aissam, H. (2003). Etude de la biodégradation des effluents des huileries (margines) et leur valorisation par production de l'enzyme tannase. Thèse de doctorat. Université Sidi Mohamed ben abdellah. Fes. Maroc, 156.
- ❖ Alev Yüksel, A., Bağdatlıoğlu, N., and Köseoğlu, O. (2017). Effect of ultrasound on olive oil extraction and optimization of ultrasound-assisted extraction of extra virgin olive oil by response surface methodology (RSM). *Grasas y Aceites*, 68(2),189.
- ❖ Ali, H.E., and El Badry, N. (2015). Physiochemical evaluation of olive oil extracted from olive fruits treated by gibberellic acid. *Middle East Journal of Applied Sciences*, 5, 307-317.
- ❖ Amirante, P., Di Renzo, G.C., Di Giovacchino, L., Bianchi, B., et Catalano, P. (1993). Evolution technologique des installations d'extraction de l'huile d'olives. *Olivae*, 48.
- ❖ Amouretti, M.C., et Comet, G. (1985). Le livre de l'olivier. Edisud, 173.
- ❖ Amrouche, F., et Tsamda, I. (2019). Essai de valorisation des grignons d'olive. Etude comparative. Mémoire Master.Faculté des Sciences de la Nature et de la vie. Université de Blida 1.
- ❖ Aouidi, F. (2012). Etude et valorisation des feuilles d'olivier (*Olea europea* L) dans l'industrie Agroalimentaire. Thèse de Doctorat. Université de Bejaia, 135.
- ❖ Arab, K., Bouchenak, O., et Yahiaoui, K. (2013). Évaluation de l'activité biologique des feuilles de l'olivier sauvage et cultivé. *Afrique Science : Revue Internationale des Sciences et Technologie*, 9(3), 159-166.
- ❖ Argenson, C. (1999). L'olivier. Ctifl, 204.
- ❖ Assami, K. (2014). Extraction assistée par ultrasons des huiles essentielles et arômes du *Carum carvi* L. d'Algérie. Thèse de doctorat (CHIMIE ORGANIQUE APPLIQUEE). Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene, Faculté de Chimie, 139.

- ❖ Azzouni, M., et Benariba, K. (2017). Comparaison physico-chimique et organoleptique de quelques huiles d'olives de la région de Tlemcen. Mémoire Master. Université de Tlemcen, 73.
- ❖ Balatsouras, G. (1997). Encyclopédie mondiale de l'olivier. Conseil Oléicole International, 300, 330, 309.
- ❖ Bartolini, G., and Petruccelli, R. (2002). Classification, origin, diffusion and history of the olive. Rome. FAO, 74.
- ❖ Benlemlih, M., et Ghanam, J. (2016). Polyphénols de l'huile d'olive trésors santé. 2<sup>ème</sup> édition augmenté imprimé en France. Nouvelle Imprimerie Laballery, 1<sup>ère</sup> partie, chapitre 1, 48.
- ❖ Bekkar, K. (2019). Application de la spectroscopie irtf a l'étude des huiles alimentaires. Thèse de Doctorat. Université de Guelma.
- ❖ Benrachou, N. (2013). Etude des caractéristiques physicochimiques et de la composition biochimique d'huiles d'olive issues de trois cultivars de l'Est algérien. Thèse de doctorat. Université d'Annaba, 57-112.
- ❖ Benyahia, N., et Zein, K. (2003). Analyse des problèmes de l'industrie de l'huile d'olive et solutions récemment développées. 2<sup>ème</sup> Conférence Internationale Swiss Environmental Solutions for Emerging Countries (SESEC II). Lausanne, Suisse, 2-7.
- ❖ Berrichi, M. (2002). Filière oléicole : Situation et perspectives d'avenir, séminaire international, Acquis de recherche et contraintes de secteur oléicole. Marrakech, 32-43.
- ❖ Bisset, S. (2018). Activité antioxydante et inhibitrice vis-à-vis de l'élastase d'extrait de polyphénols d'olive (*Olea europaea* L.). Doctoral dissertation. Université de Sétif.
- ❖ Bolmont, R., Buessler, L., et Jaubert, J. (1998). L'Olivier. BT 1095, 1-41.
- ❖ Boskou, D. (2006). Olive oil: chemistry and technology. 2<sup>ème</sup> édition, AOCS Press.
- ❖ Boukhari, R. (2014). Contribution à l'analyse génétique et caractérisation de quelques variétés d'olivier et l'influence de l'environnement sur leurs rendements au niveau de la wilaya de Tizi-Ouzou. Thèse de magister : Agronomie. Université Abou beker belkaid Tlemcen, 1.
- ❖ Boulfane, S., Maata, N., Anouar, A., et Hilali, S. (2015). Caractérisation physicochimique des huiles d'olive produites dans les huileries traditionnelles de la région de la Chaouia-Maroc. Journal of Applied Biosciences, 87, 8022– 8029.
- ❖ Breton, C., Médail, F., Pinatel, C., et Bervillé, A. (2006). De l'olivier à l'oléastre : Origine et domestication de l'*Olea europaea* L. dans le Bassin Méditerranéen. Cahiers Agricultures, 15(4), 329-336.

- ❖ Breton, C., Terral, J.F., Pinatel, C., Médail, F., Bonhomme, F., and Bervillé, A. (2009). The origins of the domestication of the olive tree. *Comptes Rendus Biologies*, 332(12), 1059-1064.
- ❖ Bureau of Indian Standards (BIS). Methods of sampling and test for natural and synthetic perfumery materials: Part 3 determination of relative density (Third Revision), IS 326:Part 3:2006/ISO 279:1998 (3 Revision)
- ❖ Bureau of Indian Standards (BIS). Methods of sampling and test for natural and synthetic perfumery materials: Part 7 determination of acid value (Third Revision): IS 326:Part 7:2006/ISO 1242: 1999 (3 Revision)
- ❖ Bureau of Indian Standards (BIS). Methods of sampling and test for natural and synthetic perfumery materials part8 determination of ester value (Third Revision): IS 326:Part 8:2005/ISO 709: 2001 (2 Revision)
- ❖ Burton, G., and Ingold, K. (1986). Vitamin E: Application of the principles of physical organic Chemistry to the exploration of its structure and function. *Accounts of Chemical Research*, 19, 194-201.
- ❖ CACQE. (2021). Produits Alimentaires : L'huile d'olive « Zite Ouzemmour ou Zit Zitoun». [https://www.google.com/url?esrc=s&q=&rct=j&sa=U&url=http://www.cacqe.org/fichier\\_etude/12.pdf&ved=2ahUKEwjY\\_pKc9vTyAhWcgf0HHaQPCxQQFnoECAIQAg&usg=AOvVaw1-X0F2W8Q7izxc47DevAnX](https://www.google.com/url?esrc=s&q=&rct=j&sa=U&url=http://www.cacqe.org/fichier_etude/12.pdf&ved=2ahUKEwjY_pKc9vTyAhWcgf0HHaQPCxQQFnoECAIQAg&usg=AOvVaw1-X0F2W8Q7izxc47DevAnX)
- ❖ Chimi, H. (2006). Technologies d'extraction de l'huile d'olive et gestion de sa qualité. Bulletin mensuel d'information et de liaison du Programme National de Transfert de Technologie en Agriculture. IAV Hassan II, Rabat, Royaume du Maroc. 141, 1-4.
- ❖ Chouchene, A. (2010). Etude expérimentale et théorique des procédés de valorisation de sous-produits oléicoles par voies thermique et physico-chimique. Ecole nationale d'ingénieur de Monastir et l'université de Haute-Alsace, 221.
- ❖ Civantos, L. (1998). L'olivier, l'huile et l'olive. Madrid. C.O.I, 121.
- ❖ Codex alimentarius. (1981). International food standards. Standard for olive oils and olive pomace oils, 9.
- ❖ Codex Stain 66. (1987). Norme Codex pour les olives de table. Collaboration du Conseil Oléicole International et du Codex Alimentarius 1981. Rev 1, 1 -21.
- ❖ Conseil Oléicole International. (2005). Méthode d'évaluation organoleptique de l'huile d'olive vierge extra en appellation d'origine. Madrid, Espagne, Coi/T.20/Doc.N°22, 7.
- ❖ Conseil Oléicole International. (2006). Guide de gestion de la qualité de l'industrie de l'huile d'olive : les moulins. T.33/Doc. N°2-4, 20.

- ❖ Conseil Oléicole International. (2011). Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. T. 15/NC N° 3/Rév 6.
- ❖ Conseil Oléicole International. (2018). Analyse sensorielle de l'huile d'olive : méthode d'évaluation organoleptique de l'huile d'olive vierge. COI/T.20/Doc. N° 15, 1-20.
- ❖ Cronquist, A. (1981). An integrated system of classification of flowering plants. Columbia University Press.
- ❖ Cuellar, L.R. (1990). Amélioration de la qualité de l'huile d'olive. Collection: Manuel pratique Conseil Oléicole International.
- ❖ Di Giovacchino, L. (1996). L'influence des systèmes d'extraction sur la qualité de l'huile d'olive. *Olivae*, 63, 52-63.
- ❖ Douzane, M., Daas, M.S., Ait Ouazou, A., C. Anan, C., Moussi, S., A. Abdi, A., Amrani, F.I., Y. Kaidi, Y., et Amrani, S. (2022). Etude de la variabilité physico-chimique de l'huile d'olive de différents cultivars introduits et un cultivar local. *Recherche Agronomique*. Vol 21, N° 1, 5-23.
- ❖ Douzane, M., et Bellal, M.M. (2004). Etude des caractéristiques physico-chimiques des huiles de quelques variétés populations d'olive de la région de Bejaïa. *Sciences & Technologie*. 22: 86-93.
- ❖ Duriez, J.M. (2004). Code de bonnes pratiques loyales pour les olives de table. Fédération des industries condimentaire de France. Association Française interprofessionnelle de l'olive, 7-24.
- ❖ Echantillonnage méthodes ISO 6884: 2008.
- ❖ Espiard, E. (2002). Introduction à la transformation industrielle des fruits. TEC et DOC. France, 259- 265.
- ❖ Esteves da Silva, J.C.G. (2010). Chemometric classification of Cultivars of olives. *Olives and Olive Oil in Health and Disease Prevention*. San Diego. Academic Press, 33-42.
- ❖ Fedeli, E. (1997). Qualité (stockage, conservation et conditionnement de l'huile), réglementation et contrôle, séminaire international sur les innovations scientifiques et leurs applications en oléiculture et oléo technique. Florence. Conseil Oléicole International, 1- 20.
- ❖ Fernández del Río, L., Gutiérrez-Casado, E., Varela-López, A., and Villalba, M. J. (2016). Olive Oil and the Hallmarks of Aging. *Molecules* 21(2).
- ❖ Flehetna. (2012). L'huile d'olive : caractéristiques et bienfaits.



- ❖ Gaour, N. (1996). Apport de la biologie des populations de la mouche de l'olive. *Bactrocera (Dacus) Olea Gmle (Diptera : tephretidea)* à l'optimisation de son contrôle dans la région de Tlemcen. Thèse doctorat. Université de Tlemcen, 116.
- ❖ Garcia-González, D., Viera, M., Tena, N., and Aparicio, R. (2007). Evaluation of the methods based on triglycerides and sterols for the detection of hazelnut oil in olive oil. *Grasas y Aceites*, 58 (4), 344-350.
- ❖ Gargouri, K., and Mhiri, A. (2002). Relationship between soil fertility. Phosphorus and Potassium nutrition of the olive groves in Tunisia. *I.N.A.*, 156-209
- ❖ Ghedabna, D. (2016). Elimination des colorants bleus de méthylène et jaune d'alizarine des eaux par adsorption sur un biomatériau. Université Larbi Ben M'hidi (Oum El Bouaghi), 30.
- ❖ Ghedira, K. (2008). L'olivier. *Phytothérapie*, 6(2), 83-89.
- ❖ Gigon, F., et Le Jeune, R. (2010). Huile d'olive, *Olea europaea L.* *Phytothérapie*, 8(2), 129-135.
- ❖ Guignard, J. L., et Dupont, F. (2004). *Botanique : Systématique moléculaire*, 13<sup>ème</sup> édition. Masson. Paris, 164-179.
- ❖ Hadjou, L., Lamani, O., et Cheriet, F. (2013). Labellisation des huiles d'olive algériennes : contraintes et opportunités du processus. Institut Technique de l'Arboriculture et de la Vigne (ITAFV). Alger, 35-46.
- ❖ Hammad, M., Badarneh, D., et Tahboub, K. (1999). Evaluating variable organic waste to produce methane. *Energy Conversion and Management*, 40, 1463-1475.
- ❖ Himour ép Cherrier, S., et Yahia, A. (2018). Comportements biologique, physiologique, biochimique et l'activité biologique de quatre variétés d'olivier (*Olea europaea L.*) dans l'Est Algérien. Doctoral dissertation. Université de Constantine.
- ❖ Institut Technique d'arboriculture Fruitière et de la vigne ITAFV. (2016).
- ❖ Institut Technique d'arboriculture Fruitière et de la vigne ITAFV. (2014). La culture de l'olivier.
- ❖ Kademi, A., Ismaili-Alaoui, M., et Houde, A. (2003). Des arômes synthétiques...au naturel. Centre de Recherche et de Développement sur les aliments Saint Hyacinthe, Québec.
- ❖ Kadi, H., et Fellg, H. (2001). Modelling of extraction from olive foot cake using hexane. *Grasas y Acetces*, 52(6).
- ❖ Kailis, S.G. (2017). Olives. In *Encyclopedia of Applied Plant Sciences*. Elsevier, 236–245.

- ❖ Kongi Mosibo, O., Laopeng, S., Ferrentino, G., and Scampicchio, M. (2022). Oxidizability of Oils Recovered from Olive Seeds by Isothermal Calorimetry. *Foods*, 11(7) :1016.
- ❖ Koutsaftakis, A., et Stefanoudaki, E. (1995). L'extraction de l'huile par un décanteur à deux phases : résultats obtenus. *Olivae*, 56, 44-47.
- ❖ Lambert de Malezieu, M. (2019). Potentialisation des effets de composés phénoliques combinés de l'huile d'olive : étude des transformations rédox : application dans les maladies neurodégénératives. Doctoral dissertation. Université de Rennes 1.
- ❖ Laribi, R. (2018). Les composés phénoliques de quelques variétés de l'huile d'olive algérienne. Doctoral dissertation. Université de Sétif.
- ❖ Leroy, I. (2011). L'huile d'olive dans tous ses états. Thèse de Doctorat en Pharmacie : Faculté des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques de Lille. Université de Lille 2, 141.
- ❖ Lopez, S., Bermudez, B., Montserrat-de la Paz, S., Jaramillo, S., Varela, L., Ortega-Gomez, A., and Muriana, F. (2014). Membrane composition and dynamics: a target of bioactive virgin olive oil constituents. *Biochimica et Biophysica Acta (BBA) Biomembranes*, 1838(6), 1638-1656.
- ❖ Loussert, R., et Brousse, G. (1978). L'olivier Techniques Agricoles et de Production Méditerranéennes. Maisonneuve et Larose. Paris (France), 464.
- ❖ Loussert, R., et Brousse, G. (1978). L'olivier. Moison neuve et larose. Paris.
- ❖ MADR, (2018). Ministère de l'agriculture et du développement rural.
- ❖ Martinez-Garcia, G., Bachmann, R.Th., Williams, C.J., Andrea, B., et Edyvean, R.G.J. (2006). Olive oil waste as a biosorbent for heavy metals. *International Biodeterioration and Biodegradation*, 231-238.
- ❖ Mchugh, T. (2015). The olive tree is native to the Mediterranean basin. Institute of Food Technologists.
- ❖ Medjahdi, N. (2016). Evaluation du compostage des sous-produits d'huile d'olive sur le rendement de quelques espaces à intérêt agroalimentaire Thèse de doctorat. Université des Sciences et de la Technologie d'Oran Mohamed Boudiaf.
- ❖ Mendil, M. (2004). La culture de l'olivier. Institut Technique de L'arboriculture fruitière et de la vigne, P 37.
- ❖ Meziane, S. (2013). Modélisation de la cinétique du séchage convectif du grignon d'olive. *Revue des Energies Renouvelables Vol. 16 N°2*, 379 – 387.

- ❖ Meziane, S., Kadi, H., et Fellag, H. (2015). Rendement en huile et classes granulométriques Etude statistique de l'extraction de l'huile de grignon d'olive par l'alcool éthylique. *Déchets Sciences et Techniques*, N°51(51).
- ❖ Muzzalupo, I. (2012). Olive Germplasm: The Olive Cultivation, Table Olive and Olive Oil Industry in Italy. *Botanical Description. Books on Demand*, 24-32.
- ❖ Muzzalupo, I., and Micali, S. (2015). *Agricultural and Food Biotechnologies of Olea europaea and Stone Fruits*. Sharjah, United Arab Emirates. Bentham Science Publisher.
- ❖ Nefzaoui, A. (1984). Importance de la production oléicole et des sous-produits de l'olivier. In: *Etude de l'utilisation des sous-produits de l'olivier en alimentation animale en Tunisie. Étude FAO production et santé animales*. Rome, 43.
- ❖ Nefzaoui, A. (1987). Contribution a la rentabilité de l'oléiculture par la valorisation optimale des sous-produits, séminaire sur l'économie de l'olivier. Tunisie. *Science et Technique, Olivae*, 19.
- ❖ Nefzaoui, A. (1991). Valorisation des sous-produits de l'olivier. CIHEAM, *Options Méditerranéennes. Série Séminaires N°16*, 101-108.
- ❖ Nefzaoui, A. (1991). Valorisation des sous-produits de l'olivier. *Laboratoire de nutrition animale Inra de Tunisie*.
- ❖ Nekrouf, C. L., Mendaci, N., et Berkoune, O. (2019). Contrôle qualité de l'huile d'olive de la wilaya de Tizi-Ouzou. *Mémoire Master. Université Mouloud MAMMERRI*.
- ❖ Niaounakis, M., and Halvadakis, C.P. (2006). *Olive Processing Waste Management. Literature Review and Patent Survey. 2nd Edition*, Elsevier.
- ❖ Ollivier, D., Pinatel, C., et Artaud, J. (2005). *Le Nouvel Olivier. Base de données FATG-BD01*, no 44.
- ❖ Osland, R. (2002). Phytosterols in human nutrition. *Annual Review of Nutrition*, 22, 533-549.
- ❖ Pagnol, J. (1975). *L'olivier*. Edition Aubanel, 70.
- ❖ Panagou, E.Z., and Katsaboxakis, C.Z. (2006). Effet of different brining treatments on the fermentation of cv. Conservolea green olives processed by the spanish-méthode. *Food Microbiology*, 199-204.
- ❖ Papanikolaou, I., Barderas, R., Thibaudon, M., et Pauli, G. (2005). Le pollinose au frêne : données palynologiques, description des allergènes et réactivité croisée. *Revue française d'allergologie et d'immunologie clinique*, 45(5), 395-405.

- ❖ Pokorny, J. (2003). Problème de stabilité des produits alimentaires liés à la présence des lipides. *Lipides et corps gras alimentaires*. Paris : Technique et documentation. Lavoisier, 147-87.
- ❖ Pouyet, B., et Ollivier, V. (2014). Réglementations sur l'étiquetage et la présentation des huiles d'olive. *OCL*, 21(5), D508.
- ❖ Réseau des Entreprises Maghrébines pour l'Environnement. (2011). *Gestion de déchets organiques : Valorisation des Déchets dans le Secteur Agroalimentaire au Maghreb*.
- ❖ Roehly, J., et Vanick, L. (2000). La fabrication de l'huile d'olive : une étude bibliographique. *CBEARC de Montpellier*, 6-22.
- ❖ Ryan, D., and Robards, K. (1998). Critical Review. Phenolic compounds in olives. *Analyst*, 123(5), 31R-44R.
- ❖ Sakouhi, F., Harrabi, S., Absalon, C., Sbei, K., Boukhchina, S., and Kallel, H. (2008).  $\alpha$ -Tocopherol and fatty acids contents of some Tunisian table olives (*Olea europea L.*): Changes in their composition during ripening and processing. *Food Chemistry*, 108(3), 833-839.
- ❖ Samaniego-Sanchez, C., Quesada-Granados, J., Lopez-Garcia, H., De La Serrana, M., and Lopez-Martinez, J. (2010). Beta-Carotene, squalène and waxes determined by chromatographic method in Picual extra virgin olive oil obtained by a new cold extraction system. *Journal of Food Composition and Analysis*, 23, 671–676.
- ❖ Sansoucy, R. (1991). Problèmes généraux de l'utilisation des sous-produits agro industriels en alimentation animale dans la région méditerranéenne. *CIHEAM-Option méditerranéennes. Série séminaires, N° 16*, 75-79.
- ❖ Seguro-Carretero, A., Menéndez-Menéndez, J., and Fernández-Gutiérrez, A. (2010). Polyphenols in olive oil: the importance of phenolic compounds in the chemical composition of olive oil. In *Olives and olive oil in health and disease prevention*. First edition Academic Press, pp167-176.
- ❖ Sidhoum, M., et Gaouar, S. (2010). Diversité oléicole au niveau de la wilaya de Tlemcen. Spécialité en agronomie améliorations de la production végétale et biodiversité. Université Abou Bekr Belkaid.
- ❖ Singleton, V.L., Orthofer, R., and Lamuela-Raventos, R.M. (1999). Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of Folin-Ciocalteu reagent. *Methods in Enzymology*, Vol. 299, 152-178.
- ❖ Smaini, M. (2015). Etude épidémiologique comparée de deux maladies foliaires de l'olivier à savoir la sercosporiose (*pseudocercospora cladosporioide sacc*) et la tavelure

(*Spelocaea oligena*) dans deux régions du nord de l'Algérie (Tizi-Ouzou et Bouira). Mémoire de fin d'étude. Université de Tizi Ouzou, 86.

- ❖ Stark, A.H., and Madar, Z. (2002). Olive oil as a functional food: epidemiology and nutritional approaches. *Nutrition reviews*, 60(6), 170-176.
- ❖ Stasinakis, A.S., Elia, I., Petalas, A.V., et Halvadakis, C.P. (2008). Removal of totalphenols from olive-mill wastewater using an agricultural by-product, olive pomace. *Journal of Hazardous Materials*, 160, 408–413.
- ❖ Talhaoui, N., Gómez-Caravaca, M.A., and León, L. (2016). From Olive Fruits to Olive Oil: Phenolic Compound Transfer in Six Different Olive Cultivars Grown under the Same Agronomical Conditions. *International Journal of Molecular Sciences*, 17 (337).
- ❖ Tamburino, V., Zimbone, S.M., et Quottrone, P. (1999). Accumulation et écoulement des margines sur le sol agricole. *Olivae*, 76, 36-45.
- ❖ Tombesi, A., Tombesi, S., Saavedra, M.S., Fernandez-Escobar, R., d'Andria, R., Lavini, A., et Jardak, T. (2007). Technique de production en oléiculture. Conseil Oléicole Internationale Madrid (Espagne). ISBN. 1ère édition, 348.
- ❖ Topal, H., Atimtay, A.T., et Durmaz, A. (2003). Olive cake in a circulating fluidized. *Bed, Fuel*, 82, 1049-1056.
- ❖ Torres, M., Pierantozzi, P., Searles P., Rousseaux, M.C., Georgina García-Inza, G., Miserere, A., Bodoira, R., Contreras, C., and Maestri, D. (2017). Olive cultivation in the southern hemisphere: flowering, water requirements and oil quality responses to new crop environments. *Frontiers in Plant Science*, 8, 1830.
- ❖ Tourte, Y., et Bordonean, M. (2005). Le monde des végétales : organisations, physiologie et génomique. DUNOD. Paris. France, 25-26.
- ❖ Tuck, K.L., and Hayball, P.J. (2002). Major phenolic compounds in olive oil: metabolism and health effects. *J Nutr Biochem*, 13(11):636-644.
- ❖ Veillet, S. (2010). Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : Entre Tradition et Innovation. Thèse de Doctorat. Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse.
- ❖ Wiesman, Z. (2009). Desert Olive Oil Cultivation: Advanced Biotechnologies. First edition Cambridge MA: Academic Press, 416.
- ❖ Yacoub, Y. (1997). Valorisation des sous-produits. *L'investisseur agricole*, 19, 17-18.
- ❖ Yubero-Serrano, E. M., Lopez-Moreno, J., Gomez-Delgado, F., and Lopez-Miranda, J. (2019). Extra virgin olive oil: More than a healthy fat. *European journal of clinical nutrition*, 72(1), 8-17.