



+ 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

Filière : Sciences Alimentaires

Département d'Agroalimentaire

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

Spécialité : Agroalimentaire et Contrôle de Qualité

Thème

Essai de valorisation des grignons d'olive.

Etude comparative

Présenté par :

AMROUCHE FATIHA

Encadré par :

Mme FERNANE Samia (MAA)

Mme ABDELLAOUI Zakia (MCB)

Mr AMALOU Djamel (MAA)

TSAMDA IMENE

Promotrice

Président

Examineur

Année universitaire 2019/2020

Remerciements

Avant tout, nous tenons à remercier le bon **Dieu** le tout puissant qui nous a accordé, santé, et courage pour réaliser ce travail.

Nous tenons à remercier également, notre promotrice **Mme Fernane S** qui a accepté de nous encadrer, et qui nous a aidés à réaliser ce travail.

Nous remercions les membres du jury.

Nous remercions également :

- Le chef de département **Dr Megatli S** de nous avoir donné la chance d'effectuer notre stage pratique au sein du laboratoire de département de biotechnologie 300.
- A **Dr Bougerra F** responsable de spécialité agro-alimentaire et contrôle de qualité, pour le suivi de notre état d'avancement dans la pratique.

Nos remerciements vont aussi :

- A toute la famille **AMROUCHE** et **TSAMDA**.
- A tous les amis, et aux personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.
- A tous nos enseignants.
- A toute la promotion **Master 2 ACQ2019/2020**.

Merci.

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

A mes très chers parents pour leur soutien et leur sacrifice et leur soutien dans tous mon parcours universitaire.

A ma binôme Imène et sa famille.

A mes frères et mes soeurs.

A tous mes amis (es), surtout la promotion ACQ que j'aime et que je respecte beaucoup Melle Fatiha.

A mes chers parents qui ont cru en moi m'a soutenu et encouragé tout au long de mes études ,

En particulier de la période de master , merci mes parentes , les mots en suffisent pas décrire mon amour .

A mon marié Belkacem et toutes la famille ESSAIDI

A mes frères et mes sœurs spécialement Aya .

A ma binôme Fatiha et sa famille

Mme Iméne

Résumé

L'industrie oléicole engendre, en plus de l'huile, de grandes quantités de déchets dont les grignons. Afin d'y remédier, leur valorisation devient une nécessité. Le présent travail a consisté à valoriser ces grignons d'olive, d'une part, par l'étude de leurs caractéristiques physico-chimiques en comparant entre les grignons issus de l'extraction traditionnelle de l'huile et ceux issus de l'extraction moderne, et d'autre part, par l'extraction de l'huile de grignon d'olive et l'étude de ses caractéristiques.

Les résultats de l'analyse physicochimique ont montré que les grignons traditionnels étaient plus humides (78.20%) que ceux issus de l'extraction moderne (10.78%), alors que le taux de cendres de ces derniers était plus faible (1.04%) que ceux des grignons traditionnels (4.77%). De plus, le rendement en huile extraite des grignons traditionnels (3.44%) était plus important que celui extrait des grignons modernes (2.88%). L'acidité de l'huile pour les deux types de grignons était bonne, bien que l'indice d'acidité de l'huile extraite des grignons traditionnels était plus élevé (24.12%) que celui des grignons modernes (12.52%).

Mots clé : grignons d'olive, extraction, traditionnelle, moderne, huile de grignon, valorisation.

summary

The olive industry generates, in addition to oil, large quantities of waste including pomace. In order to remedy this, their promotion becomes a necessity. The present work consisted in valuing these olive pomace, on the one hand, by the study of their physico-chemical characteristics by comparing between the pomace resulting from the traditional extraction of the oil and those resulting from the extraction modern, and on the other hand, by extracting olive pomace oil and studying its characteristics. The results of the physicochemical analysis showed that traditional pomace was more humid (78.20%) than those from modern extraction (10.78%), while the ash rate of the latter was lower (1.04%) than those of traditional pomace (4.77%). In addition, the yield of oil extracted from traditional pomace (3.44%) was higher than that extracted from modern pomace (2.88%). The oil acidity for both types of pomace was good, although the acidity of the oil extracted from traditional pomace was higher (24.12%) than that of modern pomace (12.52%).

Keywords: olive pomace, extraction, traditional, modern, pomace oil, valorization.

ملخص

تنتج صناعة الزيتون بالإضافة إلى النفط كميات كبيرة من النفايات بما في ذلك الثفل من أجل علاج هذا يصبح الترويج لها ضرورة يتكون العمل الحالي من تقييم ثفل الزيتون من جهة ، بدراسة خصائصه الفيزيائية والكيميائية من خلال مقارنة الثفل الناتج عن الاستخراج التقليدي للزيت وتلك الناتجة عن الاستخراج حديثة ومن ناحية ، عن طريق استخراج . زيت ، ثفل الزيتون ودراسة خصائصه-.

الحديثة المستخرجة تلك من) 78.20 % (رطوبة أكثر كان التقليدي الثفل أن الكيميائي الفيزيائي التحليل نتائج أظهرت ، ذلك إلى بالإضافة .) 4.77 % (التقليدية الثفل تلك من) 1.04 % (أقل كان الأخير الرماد معدل أن حين في ،) 10.78 % (كان الزيت حموضة كانت .) 2.88 % (الحديث الثوم غلة من أعلى) 3.44 % (التقليدي الثمار ثفل من المستخرج الزيت عائد لكلا الثفل من) 24.12 % (أعلى كانت التقليدي الثفل من المستخرج الزيت حموضة أن من الرغم على ، جيدة الثفل من النوعين) 12.52 % (الحديث

الكلمات المفتاحية ثفل الزيتون: حديث, استخراج تقليدي , ثفل زيت ، تثمين

Table des matières

Introduction	1
Chapitre 1 : Généralités sur l'olivier	
I Historique.....	2
II Importance de la production oléicole.....	2
II.1. Sur le plan mondial	2
II.2. En Algérie.....	3
III L'olivier.....	5
III.1. Description botanique	5
III.2. Classification botanique de l'olivier	6
III.3. Structure de l'olive	6
III.4. Composition chimique de l'olive	7
Chapitre 2 : L'huile d'olive, industrie et utilisation	
I. Utilisation de l'olive et de ses produits.....	9
I.1. Olive de table	9
I.2. Caractéristiques des olives de table	9
I.3. Classification des olives de table	9
I.4. Huile d'olive : catégories	10
I.5. Extraction de l'huile d'olive.....	12
I.5.1. Procédés d'extraction de l'huile d'olive.....	12
I.5.1.1. Procédés d'extraction de l'huile d'olive	12
I.5.1.2. Récolte des olives	12

I.5.1.3. Trituration des olives	12
I.5.1.4. Extraction d'huile	14
II . Caractéristiques de l'huile d'olive	17
II.1. Composition de la fraction saponifiable	17
II .2 Composition de la fraction insaponifiable	21
III . Vertus thérapeutiques de l'huile d'olive.....	24

Chapitre 3 : Principaux sous-produits d'huilerie d'olive et possibilité de valorisation

I. Principaux sous-produits d'huileries	27
II. Composition chimique de grignons d'olive	28
III. Valorisation des grignons	29
III.1. Conditions de conservation des grignons	29
III.2. Différents types de valorisation des grignons d'olive.....	29
III.2.1. Extraction d'huile des grignons d'olive	30
III.2.2. Savon et saponification.....	30
III.2.3. Alimentation du bétail	31
III.2.4 Biocombustible.....	32
III.2.5. Charbon actif.....	32
III.2.6. Ingrédient de matériaux de construction	32
III.2.7. Compostage	32

Chapitre 4 : Matériel et Méthodes

I. Lieu de stage	34
II. Matériel végétal.....	34
III. Analyses physico-chimiques	35
III.1. Analyses physiques	35
III.1.1. Détermination de la teneur en eau	35
III.1.2. Détermination du taux de cendres.....	35
III.2. Analyses chimiques	36
III.2.1. Extraction de l'huile des grignons d'olive	37
III.2.2. Détermination de l'acidité	40

Chapitre 5 : Résultats et discussion

I. Résultats des analyses physiques des grignons d'olives	42
I.1. Teneur en eau	42
I.2. Taux de cendres	44
II. Résultats des analyses chimiques de l'huile des grignons d'olive	44
II.1. Lipides totaux.....	45
II.2. Acidité et indice d'acide	46
II.2.1. Acidité.....	46
II.2.2. Indice d'acide	48
Conclusion	50
Références bibliographiques	52

Liste des figures

Figure 01 : Répartition des zones géographiques de l'oléiculture Algérienne.....	4
Figure 02 : Carte oléicole d'Algérie	5
Figure 03 : Olive vue en coupe	6
Figure 04 : Chaîne continue à trois phases de l'extraction de l'huile d'olive.....	15
Figure 05 : Chaîne continue à deux phases de l'extraction de l'huile d'olive.....	15
Figure 06 : Schéma des deux systèmes d'extraction et sous-produits d'olive.....	15
Figure 07 : Structure des triglycérides.....	16
Figure 08 : Molécule d'oléine.....	31
Figure 09 : Equation de saponification.....	31
Figure 10 : Grignons issus de l'huilerie moderne.....	34
Figure 11 : Grignons issus de l'huilerie traditionnelle.....	35
Figure 12 : Dessiccateur	36
Figure 13 : Appareil de Soxhlet.....	38
Figure 14 : Evaporateur « Rota-Vapeur ».....	39
Figure 15 : Centrifugeuse.....	41
Figure 16 : Teneur en eau des grignons (%).....	42
Figure 17 : Taux de cendres des grignons	44
Figure 18 : Rendement en matière grasse extraite des deux types de grignons.....	45
Figure 19 : Teneur en lipides totaux des grignons.....	46
Figure 20 : Valeurs de l'acidité des grignons.....	47
Figure 21 : Aspect de l'acidité de l'huile extraite des grignons d'olive.....	47
Figure 22 : Aspect de l'acidité de l'huile extraite des grignons d'olive.....	49

Liste des tableaux	Page
Tableau 01 : Composition chimique de l'olive.....	7
Tableau 02 : Classification des olives dans l'ordre de la botanique.....	10
Tableau 03 : Comparaison entre les trois principaux systèmes d'extraction....	17
Tableau 04 : Les limites de la composition acide de l'huile d'olive.....	19
Tableau 05 : Composition chimique générale des grignons et des margines.....	27
Tableau 06 : Teneur en eau des deux types des grignons.....	42
Tableau 07 : Taux de cendre des grignons.....	44
Tableau 08 : Teneur en lipides totaux	45
Tableau 09 : Taux d'acidité des grignons d'olive.....	46
Tableau 10 : Valeurs de l'indice d'acide de l'huile des grignons d'olive.....	48

Liste des abréviations

AG : Acide gras.

COI : conseil oléicole international.

DBO : Demande biochimique en oxygène.

E : Essai

ISO : Organisation internationale de normalisation.

KOH : Hydroxyde de potassium

LDL : Lipoprotéine de basse densité.

NaOH : Hydroxyde de sodium .

MG : Matière grasse.

MS : Matière sèche.

OOO : Trioléine

POO: Dioléopalmitine.

POL: Palmitoolinoléine.

TAC: Triacylglycérols.

Introduction

L'olivier, arbre sacré des civilisations antiques a de tout temps joué un rôle très important dans la vie de population méditerranéenne. La découverte, ces dernières décennies, des bienfaits de son huile qui fait à présent partie intégrante de ce que l'on appelle couramment « le régime méditerranéen », a donné lieu à un retour mérité de la culture de l'olivier (**Villa, 2003**).

L'industrie oléicole engendre, en plus de l'huile comme produit principal, de grandes quantités de sous-produits. Ainsi, 100 kg d'olives produisent en moyenne 35 Kg de grignons et 100 litres de margines, de plus la taille de l'olivier laisse annuellement en moyenne 25 Kg de feuilles et brindilles (**Nefzaoui, 1988**).

La valorisation de ces résidus est devenue une double nécessité écologique et économique. En effet, elle permettrait de réduire une pollution de plus en plus conséquente et de contribuer à l'amélioration de la rentabilité du secteur oléicole, en particulier des pays du sud de la méditerranée, à l'instar de l'Algérie. Par ailleurs, il s'est avéré que la pollution engendrée entre autre par ce secteur, devient de plus en plus inquiétante (**Ballerini, 2006**).

Dans ce contexte, ce travail vise, d'une part, à éliminer l'un des principaux polluants de l'oléiculture qu'est le grignon d'olive par l'extraction et l'étude des caractéristiques de son huile, et d'autre part à comparer ces grignons issus de différents types d'extraction ainsi que leur huile.

Ajoutons enfin, que l'huile utilisée est considérée elle-même comme un sous- produit de la valorisation des grignons d'olives notamment dans les unités de transformation du grignon en aliments de bétail ou en comestible à partir desquels elle doit être éliminée. Ce qui réduit considérablement le coût de revient des nouveaux produits issus de ce sous-produit.

Le présent travail comporte deux parties principales :

- Une synthèse bibliographique, elle-même divisée en trois chapitres : Généralités sur l'olivier, L'huile d'olive, industrie et utilisation et enfin, Principaux sous-produits d'huilerie d'olive et possibilité de valorisation.

Une étude expérimentale comportant deux parties : l'une résumant le matériel et les différentes méthodes utilisées pour l'obtention de l'huile de grignon d'olive, et une autre partie consacrée à la présentation des résultats obtenus avec leur interprétation.

Chapitre 1 : Généralités sur l'olivier

I. Historique

Depuis l'antiquité, l'olivier a toujours été un symbole de paix, de prospérité, de sagesse et d'abondance. Etant l'arbre sacré, il était interdit de le couper. Cultivé depuis l'antiquité et associé à diverses civilisations, l'olivier constitue de nos jours d'être le trait d'union entre les pays méditerranéens **(Benrachou, 2017)**.

L'origine de l'olivier vient de l'Asie mineure depuis six mille ans avant J.C. Il est apparu en premier temps en Palestine, en Syrie et Liban.

La culture de l'olivier a poursuivi son expansion en dehors de la Méditerranée avec la découverte de l'Amérique en 1492. En 1560, l'olivier est trouvé en Mexique, puis en Pérou, en Californie, en Chili et enfin en Argentine. Il a été ensuite connu en Afrique de sud, en Australie, au Japon et la Chine. L'olivier reste cependant une culture méditerranéenne par excellence **(COI, 2006)**.

II Importance de la production oléicole

II.1. Sur le plan mondial

Bien que l'olivier soit présent dans les quatre continents, environ 95% de la production mondiale de l'huile d'olive provient du bassin méditerranéen. L'olivier est considéré comme une espèce caractéristique de la région méditerranéenne. On le rencontre surtout entre le 25ème et 45ème degré de l'altitude, dans l'hémisphère nord aussi bien que sud, on le trouve même en Amérique (Californie, Mexique, Brésil, Argentine, Chili), en Australie et même en Chine **(Benhayoun et Lazziri, 2007)**.

La production mondiale de l'huile d'olive fluctue en fonction des conditions climatiques et de la bisannualité de la récolte. Elle est également l'influencée par la production d'huile d'olive de l'Italie, et de l'Espagne qui représentent environ deux tiers de la production mondiale totale. En effet l'Espagne produit à peu près 41 % de la production mondiale, et l'Italie en produit 18 %. Viennent ensuite les autres producteurs comme la Grèce qui représente 12,1 %, le Portugal 1,7 % et la France avec 0,2 %. Ce qui fait de l'Europe le principal continent producteur d'huile d'olive, car elle présente à elle seule environ 75 % de la production mondiale. Les autres pays producteurs sont la Syrie (5,2 %), la Turquie (5,1 %), la Tunisie (4,9 %), le Maroc (3,3 %) et l'Algérie (1,7 %).

Selon les chiffres du **Conseil Oléicole International** de la fin de l'année 2018, la production d'olive destinée à l'huile d'olive représentait 3 135 000 tonnes pour l'année 2018, et 2 751 000 tonnes d'olives de table (prévisions pour l'année 2018-2019).

Le rendement mondial total d'huile d'olive pour la saison 1019/2020 est estimé à 3.67 millions de tonnes, contre 3.13 millions de tonnes auparavant.

II.2. En Algérie

L'Algérie est un pays méditerranéen dont le climat est propice à la culture de l'olivier, il se positionne après l'Espagne, l'Italie, la Grèce et la Tunisie (**COI, 2015**).

En Algérie, les superficies occupées par l'olivier sont de l'ordre de 281.000 ha auxquels il faut ajouter 110.000 ha qui sont entrés progressivement en production à partir de 2007 (**Ministère de l'agriculture, 2013**).

Selon les chiffres avancés par **l'instance internationale de contrôle de la production d'huile d'olive**, l'Algérie a produit lors de la saison (2016/2017), 66.7 tonnes d'huile d'olive contre 80.000 tonnes en (2017/2018) occupant ainsi la 9^{ème} place au niveau mondial.

Suite à la mise en œuvre du programme national de plantation de 39 millions d'arbres, sous le slogan « un arbre pour chaque citoyen », faut-il le signaler, les services agricoles des 48 wilayas ont mené une campagne de sensibilisation afin d'encourager l'oléiculture, en tant qu'activité économique, source de richesse et génératrice d'emplois.

Les wilayas de Tizi Ouzou, Bouira et Bejaia contiennent le plus grand nombre d'oliviers avoisinant les 5 millions avec une superficie de plus de 50.000 hectares. Mais ces dernières années, cette filière s'est offert de nouveaux espaces, notamment à l'est et au sud du pays, avec à la clé une production appréciable et de qualité aussi.

La figure (1) représente la répartition des zones géographiques de l'oléiculture Algérienne.

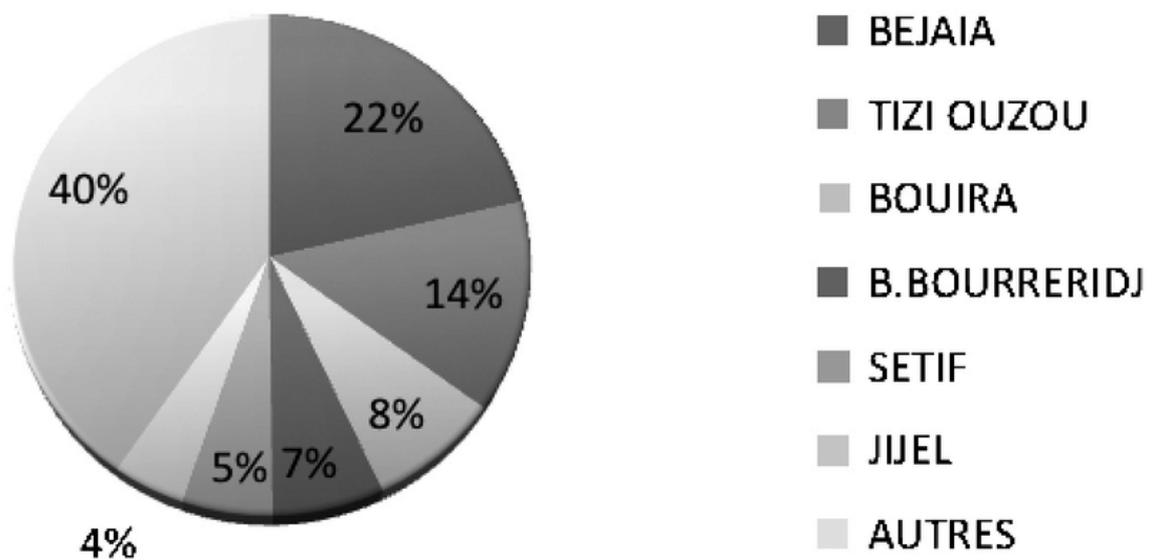


Figure (01) : Répartition des zones géographiques de l'oléiculture Algérienne ([https://www.researchgat.net/figure/Repartition -des-zones-geographiques-de-loleiculture-algerienne_fig1_258209862](https://www.researchgat.net/figure/Repartition-des-zones-geographiques-de-loleiculture-algerienne_fig1_258209862)).

À propos des exportations algériennes d'huile d'olive, elles sont, contrairement aux pays voisins, à un niveau modeste, ne dépassant pas les 2.500 tonnes par an. Elles sont essentiellement destinées à la France, au Canada, à la Belgique, en plus de quelques tentatives récentes vers la Chine. Cela au moment où la consommation locale devient de plus en plus importante. (Services du ministère de l'Agriculture et du développement rural).

La figure(2) représente la localisation de la culture oléicole en Algérie.

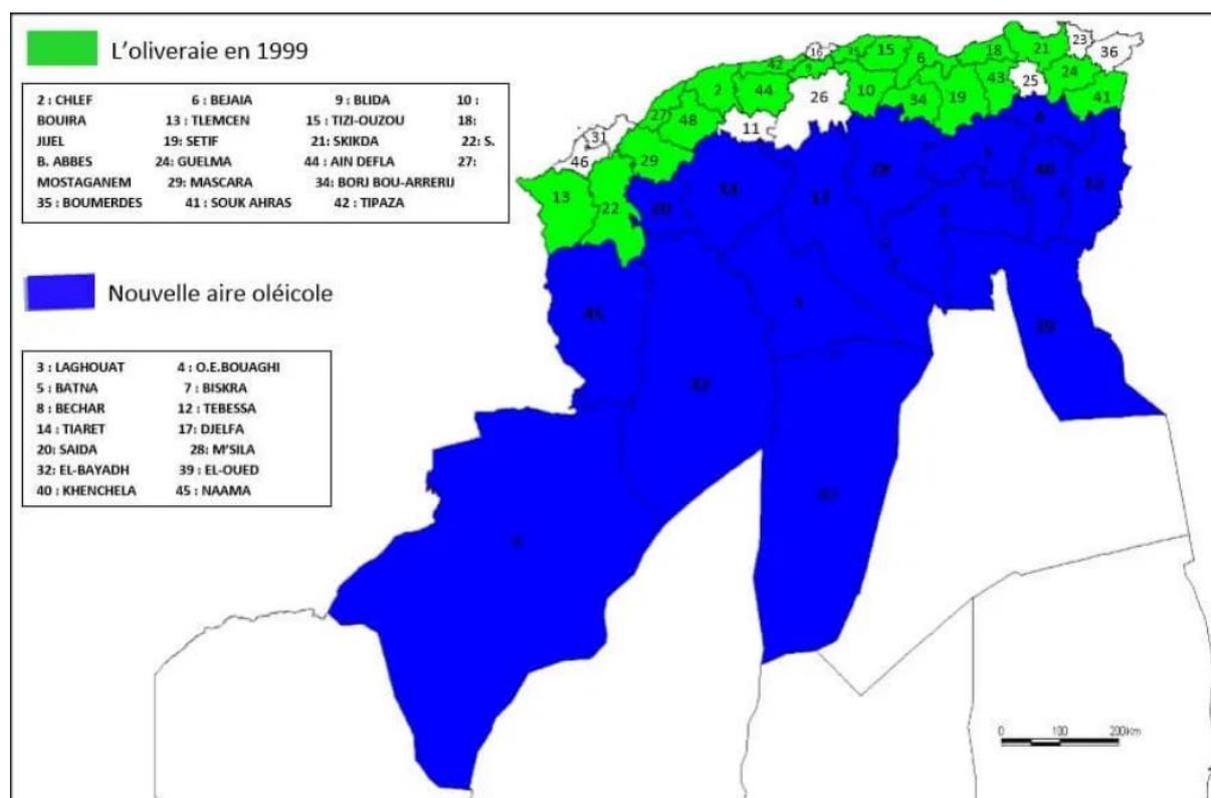


Figure (02) : Carte oléicole d'Algérie (Institut technique des Arbres Fruitiers, ITAF, 2008)

([Http://agronomie.info/fr/oleiculture-en-algerie/](http://agronomie.info/fr/oleiculture-en-algerie/))

III. L'olivier :

L'olivier (*Olea europaea*) est un arbre fruitier, méditerranéen. L'olivier sauvage semble bien adapté aux environnements difficiles tels que la sécheresse, le froid, le sel, les sols pauvres etc. Il est caractérisé par sa longévité où dans de nombreux cas, il peut dépasser les 1000 ans (**Chiappetta et Muzzalupo, 2012**). Il joue donc un rôle écologique important par la résistance aux conditions critiques, son espérance de vie et la qualité de son bois (**Pagnol, 1975**).

III.1. Description botanique :

Les feuilles d'olivier sont de forme ovale, opposées, de couleur vert foncé. Elles sont persistantes, donc gardent leur couleur verte jusqu'à ce qu'elles meurent. Elles prendront alors une teinte jaune et tomberont en été.

La fleur est blanche. Elle est hermaphrodite, petite, comporte une corolle avec un calice de quatre pétales. Les fleurs sont regroupées par groupe de 10 à 15. La floraison débute vers Mars-Avril.

Le fruit de l'olivier est l'olive. C'est une drupe, qui est un fruit charnu à noyau dont la peau est imperméable à l'eau. La pulpe de l'olive est charnue et riche en matière grasse. On trouve l'olive en deux couleurs : elle est verte, mais prend la couleur noire lorsqu'elle est complètement mature. Le noyau est très dur et contient une amande avec deux ovaires dont l'un ne fonctionne pas. L'amande produit un embryon qui donnera peut-être un nouvel olivier.

III.2. Classification botanique

D'après (Argenson et al, 1999) l'olivier est classifié comme suit :

Embranchement :	Spermaphytes
Sous-Embranchement :	Angiospermes
Classe :	Dicotylédones
Ordre :	Ligustrales
Famille :	Oléacées
Genre :	<i>Olea</i>
Espèce :	<i>Olea europaea L.</i>

Le genre *Olea* regroupe 30 à 40 espèces suivant les autres. Ces espèces sont réparties sur les 6 continents (<http://www.fazocosmetic.com>).

III.3. Structure de l'olivier

Selon Loussert, R et Brousse, G(1978), le fruit est une drupe ovoïde. Elle est constituée d'un épicarpe ; d'un mésocarpe et d'un endocarpe (figure3).

- L'épicarpe qui est la peau de l'olive. Elle est recouverte d'une matière cireuse, la cuticule, qui est imperméable à l'eau.
- Le mésocarpe est la pulpe du fruit, elle est constituée de cellules dans lesquelles sont stockées les gouttes de graisses qui forment l'huile d'olive.
- L'endocarpe et le noyau.

- Le noyau très dur, osseux, est formé d'une enveloppe (endocarpe) qui se sclérifie l'été à partir de la fin Juillet, et contient une amande avec deux ovaires, dont l'un est généralement stérile et non-fonctionnel, cette graine (rarement deux) produit un embryon, qui donnera un nouvel olivier si les conditions sont favorables.

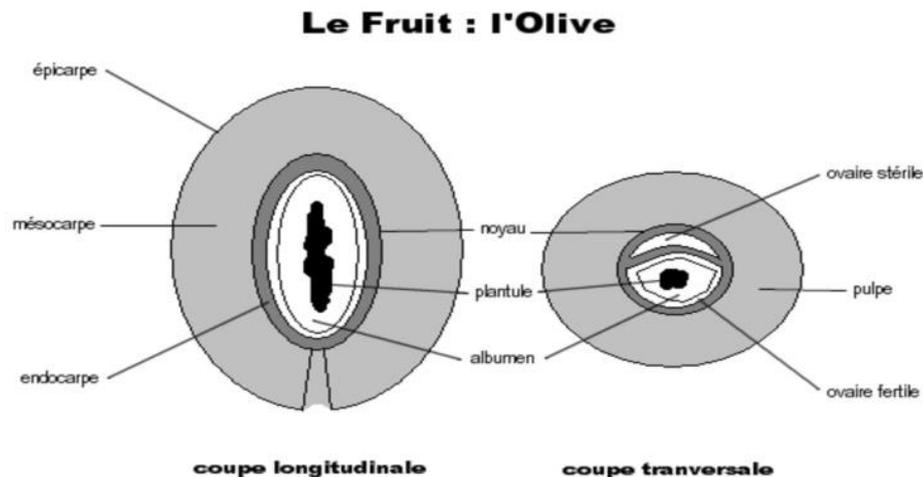


Figure (03) : Olive vue en coupe (Cet et Own, 2008)

III.4. Composition chimique de l'olive

Les composés chimiques se répartissent différemment dans les trois parties de l'olive. Ce fruit renferme de nombreux constituants en particulier des lipides qui lui donnent son fort pouvoir énergétique (Loussert et Brousse, 1978).

Le tableau (1) donne la composition chimique du fruit.

Tableau (1): Composition chimique de l'olive.

Eau	48%
Polysaccharides (hémicellulose, cellulose, pectines)	27%
Huile	21%
Mono et Disaccharides	3%
Cires, Tri terpènes, Phénols	1%
Autres composés : Alcanes, Alkyls, Esters... etc.	traces

(Roehly, 2000).

La grande partie de l'huile (96 à 98%) se trouve dans le mésocarpe. Dans la cellule, l'huile d'olive existe sous deux formes :

- Une forme dite libre dans les vacuoles.

- Une forme liée à l'intérieur du cytoplasme, elle est difficile à extraire du fait qu'elle entraînée avec les pertes (**Roehly, 2000**).

Chapitre 2 : Huile d'olive, industrie et utilisations

I Utilisation de l'olive et de ses produits

I.1 Olive de table

Selon le **Conseil Oléicole International (COI)**, l'olive est une drupe qui contient un principe amer, l'oleuropéine, une faible teneur en sucres (2,6 à 6%), contrairement aux autres drupes qui atteignent 12% ou plus, et une forte teneur en huile (12 à 30%), selon l'époque et la variété. Ces caractéristiques font de l'olive un fruit qui ne peut pas être consommé directement. Il doit être soumis à des traitements qui varient considérablement d'une région à l'autre et qui dépendent également de la variété.

I.2 Caractéristiques des olives de table

Une olive mûre est essentiellement composée d'eau (**Ryan et al, 1998**). Plus l'olive mûrit, plus elle s'enrichit en huile qui représente en fin de maturité un petit tiers du poids du fruit. Cependant elle présente les caractéristiques suivantes :

- **Forme**

Les olives en forme de sphère sont mieux acceptées par le marché, bien que certaines olives allongées jouissent également d'un certain crédit. Les olives moyennes pèsent entre 3 et 5 g et les grandes, plus de 5 g.

- **Noyau**

Le noyau doit se séparer facilement. Le rapport entre le poids de la pulpe et du noyau est généralement de 5 à 1, la valeur commerciale s'améliorant en fonction de l'augmentation de ce rapport.

- **Épiderme**

L'épiderme de l'olive doit être fin, élastique et résistant aux coups et à l'action des alcalins et de la saumure.

- **Teneur en sucre**

La forte teneur en sucres de la pulpe est favorable - une limite inférieure à 4% est admise - surtout dans les olives soumises à fermentation.

- **Teneur en huile**

Il est souhaitable que la teneur en huile soit la plus basse possible, car elle nuit souvent à la conservation du produit et à la consistance du fruit élaboré. Ce n'est que pour certains types d'olives noires qu'une teneur en huile moyenne ou élevée peut être acceptable.

I.3. Classification des olives de tables

Selon **Argenson et al(1999)**, l'olive est classée (tableau 2) dans l'ordre de la botanique comme suit :

Tableau (2) : Classification des olives dans l'ordre de la botanique

Embranchement	Phanérogames
Sous-embranchement	Angiosperme
Classe	Dicotylédones
Famille	<i>Oleaceae</i>
Ordre	Ligustrales
Genre	<i>Olea</i>
Espèce	<i>Olea europaea</i>

(Argenson et al, 1999)

D'après le **Codex Stan 66 (1981)**, on distingue trois types d'olives de tables selon leur degré de maturité :

A. Olives semi mures (vertes).

Obtenues à partir de fruits en état de véraison, cueillies avant leur pleine maturité, elles ont une pulpe assez consistante.

B. Olives tournantes

Obtenues à partir de fruits recueillis pendant le cycle de maturation, avant la véraison et lorsqu'ils atteignent une taille moyenne, les olives sont généralement cueillies à la main, au moment où se produit un léger changement de coloration d'un vert feuille à un vert légèrement jaunâtre, et où la pulpe commence à changer de consistance, mais avant son ramollissement. La véraison de l'olive ne doit pas avoir commencé.

C. Olives mures (noires)

Elles sont obtenues à partir de fruits cueillis au moment de leur presque totale maturité très riche en huile, ayant acquis une teinte noir brillante ou mate notamment au niveau de leur chair (**Balatsouras, 1987**).

I 4. Huile d'olive : catégories

Une huile ne peut être obtenue que par des procédés physiques sans intervention de solvants. Cette définition est cependant incomplète et d'autres critères permettent de diviser les huiles en différentes sous-catégories :

1) Huiles d'olive vierges : Ce sont des huiles obtenues à partir du fruit de l'olivier uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions thermiques notamment, qui n'entraînent pas l'altération de l'huile et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage : la décantation, la centrifugation et la filtration. Elles font l'objet du classement et des dénominations ci-après :

- **Huiles 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 et dont les autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie ;
- **Huile d'olive vierge :** C'est une huile d'olive dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 2 grammes pour 100 grammes et dont les autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie ;
- **Huile d'olive vierge courante :** C'est une huile d'olive dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 3.3 grammes pour 100 grammes et dont les autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie
- **Huile d'olive vierge lampante (non propre à la consommation en l'état) :** Huile d'olive dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est supérieure à 3.3 grammes pour 100 grammes et / ou dont les caractéristiques organoleptiques et les autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie. Elle est destinée au raffinage en vue de son utilisation pour la consommation humaine ou destinée à des usages techniques.

2) Huile d'olive raffinée : C'est une huile d'olive obtenue par le raffinage d'huile d'olive vierges. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0.3 gramme pour 100 grammes et ses autres caractéristiques correspondent à celle prévues pour cette catégorie.

3) Huile d'olive : C'est une huile constituée par un coupage d'huiles d'olive raffinées et d'huiles d'olive vierges propre à la consommation en l'état, son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 1 gramme pour 100 grammes et ses autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie (**CNUCED, 2005**)

Une autre catégorie d'huiles peut être mise en évidence ; il s'agit des huiles de grignons d'olive. Cette huile est obtenue par traitements aux solvants ou d'autres procédés physiques des grignons d'olive à l'exclusion des huiles obtenus par des procédés de ré-estérification et de tout mélange avec des huiles d'autres nature, elle est commercialisée selon les dénominations et définitions ci-après :

- **Huile de grignons d'olive brute** : Destinée au raffinage en vue de son utilisation à l'alimentation humaine ou destinée à dosage technique.
 - **Huile de grignons d'olive raffinée** : C'est l'huile obtenue à partir de l'huile de grignon brute par des techniques de raffinage n'entraînant pas des modifications de la structure glycérique initiale.
 - **Huile de grignons d'olive** : C'est l'huile constituée par le coupage d'huile de grignon d'olive et d'huile d'olive vierge propre à la consommation en l'état.
- (Hammadi, 2006).

I. 5. Extraction de l'huile d'olive

I 5 1 Procédés d'extraction de l'huile d'olive

I 5. 1 .1. Récolte :

Pour fabriquer une huile d'olive riche en arôme, délicatement parfumée et de bonne qualité, la récolte de fruits est la première étape qui doit être faite soigneusement en respectant : la période et la méthode de la cueillette (**Amouretti et al, 1985**).

Avant le transport, l'olive doit être débarrassée des impuretés les plus grossières, feuilles, débris de terre, les défauts de toutes sortes, fruits écrasés, tombés et ramassés à terre, abimés pendant le transport, influent sur la qualité et le rendement en huile. Lorsque le transport passe par des chemins difficiles, il est préférable de limiter les risques de dégradation. La récolte s'effectue en Septembre pour les variétés précoces en vertes, jusqu'en Février pour les variétés tardives à huiles (**Amouretti et al, 1985**). Dans tous les cas, le délai récolte et trituration doit être abrégé (**Argenson et al, 1999**).

I .5 .1.2. Trituration

Le procédé d'extraction d'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, centrifugation et percolation (**Espiard, 2002 ; Boskou, 1999**).

Ce processus est réalisé par une succession d'opérations : lavage, broyage et malaxage de la pâte obtenue, puis l'extraction proprement dite (**Argenson et al 1999**).

- **Effeillage et lavage**

Ces opérations sont effectuées dans l'ordre par des appareils automatiques munis d'un système d'épuration pour l'élimination des feuilles et d'un bassin à circulation forcée d'eau pour le lavage des olives, l'effeuillage et le lavage ont pour but de débarrasser les olives de toutes les impuretés, qu'elles soient d'origine végétale, comme les feuilles et les brindilles ou minérale comme la poussière, la terre, les pierres et autres matières et solides (**Celluar, 1990**).

➤ **Broyage**

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 de manière à ce qu'elles puissent se réunir et former des gouttelettes et des gouttes aux dimensions plus grandes qui soient en mesure de se séparer des autres phases liquides et solides et de pâte. Cette étape est réalisée principalement à l'aide de deux types d'appareils, broyeurs à meules et broyeurs métalliques (**Ceullar, 1990**).

• **Broyeur à meules**

Il présente l'inconvénient d'être lent, encombrant et pas hygiénique. En revanche, ses avantages sont nombreux, il ne réchauffe pas la pâte, ne favorise pas l'émulsion et surtout, libère bien l'huile des olives écrasées grâce à une rupture efficace des cellules (**Amouretti et al, 1985**).

• **Broyeur à marteaux**

Il a l'avantage d'être rapide et de dimension réduite, toutefois, ces appareils sont des vitesses de rotation excessivement élevées, ce qui produit une émulsion et un chauffage de la pâte. D'autre part les marteaux s'usent vite des traces métalliques se trouvant entraînées dans l'huile (**Roger, 1974 ; Boskou, 2006**).

➤ **Malaxage**

L'olive passe dans un malaxeur où s'effectue un chauffage par double enveloppe avec injection d'eau dans certains cas. Cette opération a pour but d'homogénéiser la pâte et de détacher les cellules lipidiques (**Roger, 1974**). Elle a aussi comme but d'augmenter le pourcentage d'huile « libre » tout en favorisant, d'une part la réunion des gouttelettes d'huile en des gouttes plus grosses pour former une phase continue, et d'autre part, la rupture d'émulsion huile / eau (**Cellular 1990**). Cette étape est très importante pour l'amélioration du rendement (**Boskou, 2006**).

➤ **Séparation des phases ou extraction proprement dite**

La séparation des phases liquides de la phase solide est réalisée à l'aide de différents équipements au sein desquels, les olives sont soumises à l'action des forces diverses et qui, en fonction des systèmes d'extraction employés, peuvent être : le pressage, la force centrifuge ou

la différence ou les tensions inter faciales : percolation (**Digiovacchino, 1991 ; Cellular, 1990 ; Niaounakis et al, 2006**).

I.5.1.3.Extraction

1) Extraction discontinue (par pressage)

L'extraction par pression se réalise traditionnellement sur des presse discontinues utilisant pour accessoires des scourtins à disques filtrants, traditionnellement en fibre de cacao et désormais en polyéthylène ou polypropylène aux armatures rigides d'acier, parfois de plastique (**Argenson et al, 1999 ; Foin et al, 2002**).

La pâte issue de broyage et empilée sur les scourtins à raison de 5 à 10 kg par scourtin, l'application de la pression sur la charge des scourtins doit être réalisée de manière progressive, la durée totale de l'opération de pressage réalisée une seule fois, varie entre 45 et 60 mn (**Hammadi, 2006**), la plupart des moulins utilisant désormais des presses hydrauliques (**Foin et al, 2002**).

La pression maximale que les super presses peuvent atteindre varie de 350 à 450 kg/ cm, alors que la pression spécifique peut néanmoins aller de 80 à 250 kg / cm (**Cellular, 1990**).

Le jus sortant des presses est composé d'huile et d'eau. Pendant des siècles, on utilisa le procédé le plus simple : récupérer l'huile par décantation, comme l'huile est moins dense que l'eau, elle surnage à la surface et il suffit de la récupérer à la main grâce à un récipient en métal presque plat que l'on appelle la feuille. De plus, des centrifugeuses verticales prennent leur place. Ces dernières, sont moins encombrantes, plus rapides et donnent un meilleur rendement (**Foin, 2002**).

2) Extraction continue

L'extraction de l'huile des olives par centrifugation directe des pâtes intervient par l'effet de la force centrifuge (3000 / 4000 tours / mn). Cette dernière accentue la différence entre le poids spécifique des liquides non miscibles et de matériel solide, permettant ainsi la séparation continue et simultanée des différentes phases (**Cellular, 1990**).

Deux technologies sont proposées par les constructeurs : la centrifugation à trois phases, la plus utilisées en Algérie, et la centrifugation à deux phases dite : écologique.

A. Extraction à trois phases

L'extraction de l'huile d'olive se fait à travers des phases successives (figure 4) contrairement au procédé discontinu. La pâte issue du malaxage est diluée avec de

l'eau avant d'entrer dans le décanteur centrifuge, afin que les différentes phases se séparent selon leur densité (**El Hajjouji, 2007**) comme suit :

- Grignon ($p = 1.2 \text{ kg / dm}$), qui va dans la partie la plus éloignée de l'axe du tour.
- Margines, ou eau de végétation ($p = 1.015 \text{ à } 1.018 \text{ Kg / dm}$), qui se trouvent sur l'anneau intermédiaire.
- L'huile ($p = 0.916 \text{ Kg / dm}$) qui reste autour de l'axe (**Benyahia et al, 2003**).

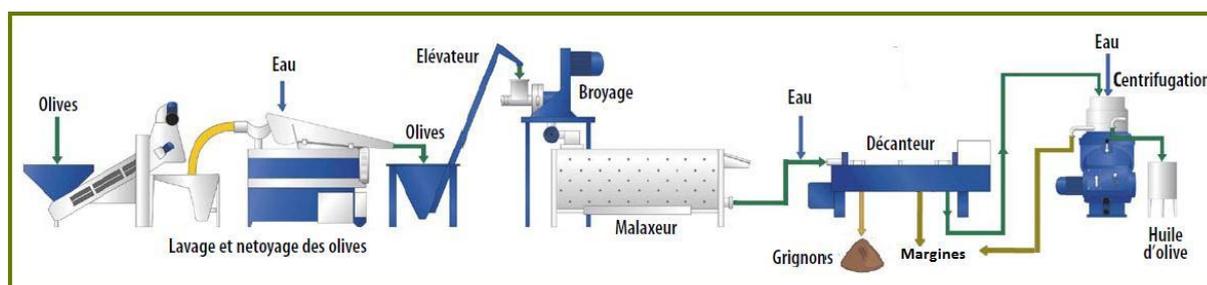


Figure (04) : Chaîne continue à trois phases pour l'extraction de l'huile d'olive (**Hammadi ,2006**)

B. Extraction à deux phases

Le procédé technologique d'extraction de l'huile d'olives fonctionne avec un système de centrifugation à deux phases : huiles et grignon humides (figure 3), qui ne nécessite pas l'adjonction d'eau pour la séparation des phases huileuses et solides. Ce procédé est dit technologique (**Hammadi ,2006**).

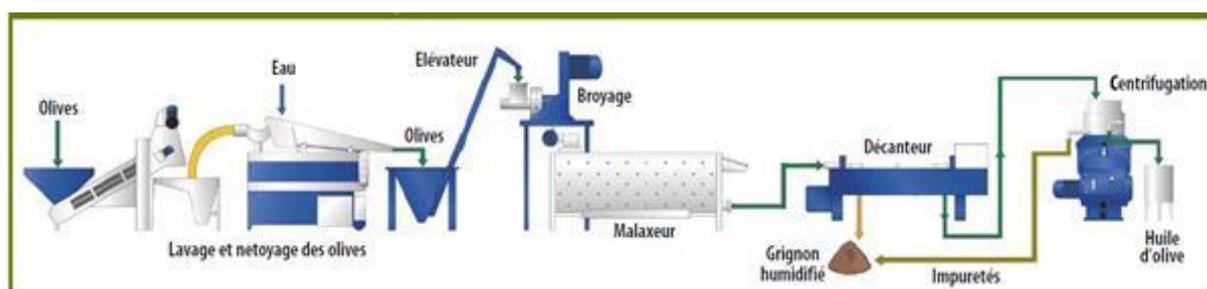
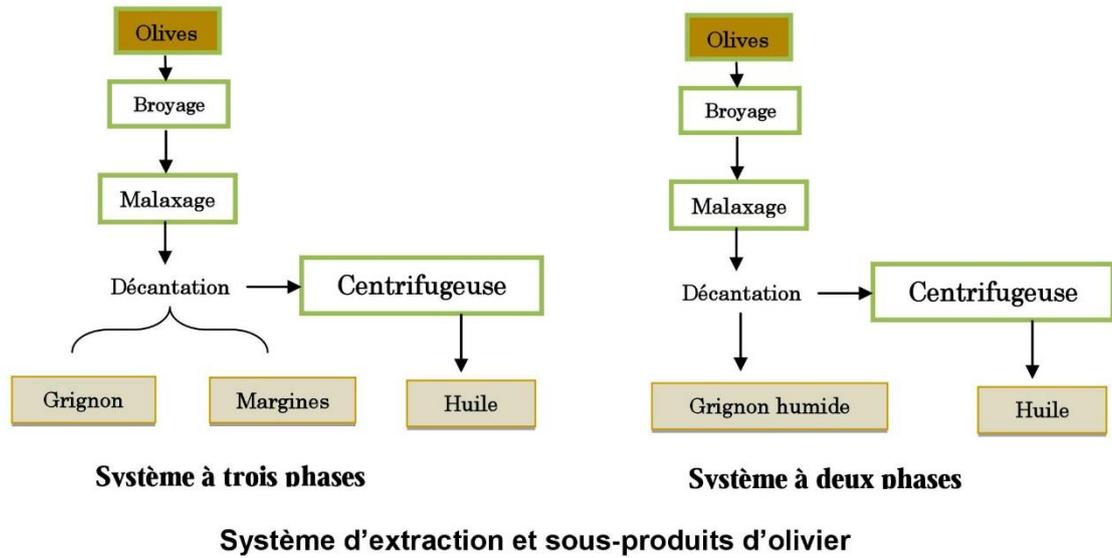


Figure 05: Chaîne continue à deux phases pour l'extraction d'huile d'olive (**Hammadi, 2006**)

La figure (6) regroupe les deux systèmes d'extraction avec les sous-produits qui en découlent.



Figure(06) : Schéma des deux systèmes d'extraction et sous-produits d'olivier (Hammadi, 2006)

3) Extraction par percolation (Sinolea) :

L'extraction de l'huile des pâtes d'olives par percolation est possible grâce à la différence entre les tensions inter faciales de l'huile et des margines, par rapport à une lame d'acier. Par ce phénomène, la lame d'acier immergé dans le magma et imprégnée de préférence d'huile, qu'elles laissent s'égoutter quand elle en sort, en donnant lieu à un flux de moût huileux, constitué presque exclusivement d'huile. Le rendement à l'extraction que l'on atteint par ce système est nettement influencé par les caractéristiques des olives et par la durée de l'opération et varie dans une fourchette de 40 - 45 % : olives dites « difficiles », à 70 - 75% 5 : olives dites « faciles » (Amouretti et al 1985 ; Cellular 1990).

Le rendement de ce procédé est assez faible, c'est pourquoi certains moulins s'équipent à la fois d'un Sinolea et d'une centrifugeuse (Amouretti et al, 1985).

4. Comparaison des procédés de l'extraction des huiles d'olive

Aucun procédé n'est parfait, chacun d'eux possède des avantages et des inconvénients. Le tableau(3) résume la comparaison entre les principaux procédés d'extraction.

Tableau (3) : Comparaison entre les trois principaux systèmes d'extraction

Système traditionnel ‘presse’	Système moderne à trois phases	Système à deux phases
Nécessite une importante main d’œuvre	Permet de réduire la main d’œuvre	Permet de réduire la main d’œuvre
Faible capacité de production	Grande capacité de production	Grande capacité de production
Altération des huiles après exposition de la pâte des olives à l’air libre durant environ 1 heure de trituration parfois plus.	Les opérations des transformations se passent en clos, ce qui protège l’huile de l’altération par l’oxygène de l’air	Les opérations des transformations 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	Faible acidité de l’huile
Quantité moyenne des margines	Très grande quantité de margines	Pas de margines

(Niaounakis et al, 2006).

II. Caractéristiques de l'huile d'olive

II .1 Composition de la fraction saponifiable

Elle est constitué de triacyl glycérols (TAG), mais contient également des acyl glycérols partiels de phospholipides (40-135 mg / kg) ainsi que les glycolipides.

1 Acides gras :

Les acides gras sont les constituants de base de la grande majorité des lipides, ils se trouvent généralement liés au glycérol en formant les triacyl glécérols ou à l’état libre suite à l’hydrolyse de ces derniers. Les acides gras, sont constitués d’une chaîne carbonée dont la longueur peut varier de 4 à 22 atomes de carbone (**Degreyet, 1998**).

L’huile d’olive possède un profil d’acide gras caractéristique (**Boskou, 1996**) dominé par :

- **L'acide oléique (C18 : 1)**, dont la présence en grande quantité distingue l'huile d'olive des autres huiles alimentaires et lui confère les caractéristiques d'une huile mono insaturée, intermédiaire entre les graisses d'origine animale et les huiles de graines polyinsaturés (**Boussenadji, 1995**).
- **L'acide linoléique (C18 : 2)**, dont la présence dans l'huile d'olive en quantités notables peut contribuer à son oxydation au cours de stockage (**Rayan et al, 1998**).
- **L'acide palmitique (C16 : 0)**, dont il constitué le principal acide gras saturé à 16 atomes de carbone et dont il est responsable de la fiabilité de l'huile à basse température (**Rayan et al, 1998**).
- **Les acides gras mineurs** sont les acides : stéarique (C18 : 0), palmitoléique (C16 : 1) linoléique (C18 : 3), arachidonique (C 20 : 0), béhénique (C22 :0), lignocérique (C 24 :0) et eicosénoïque (C20 : 1).

Et selon **Fedeli (1997)**, on trouve de très faibles quantités (< 0.2 %) d'acides : héptadécanoïque (C17 : 0) et héptadécénoïque (C17 : 1).

La composition acide de l'huile d'olive constitue le premier critère de pureté de ce produit exigé par la norme pour le contrôle de l'authenticité de l'huile. Les limites de la composition en acide fixées par la norme du conseil oléicole internationale : (**COI 2016**).

Tableau(4) : Limites de la composition acide de l'huile d'olive

Acides gras	Limites %
Acide myristique (C14 :0)	<0.05
Acide palmitique (C16 : 0)	7.5 - 20
Acide palmitoléique (C16 :1)	0.3-3.5
Acide héptadénoïque (C16 : 1)	<0.3
Acide héptadécanoïque (C17 : 0)	<0.3
Acide héptadécénoïque (C17 : 1)	0.5-5
Acide stéarique (C18 : 0)	55-83
Acide oléique (C 18 : 1)	3.5-21
Acide linoléique (C18 : 2)	<1.0
Acide linoléique (C18 : 3)	<0.6
Acide arachique (C20 : 0)	<0.4

Acide gadoléique (C 22 : 0)	<0.2
Acide béhénique (C 22 :0)	<0.2
Acide lingnocérique (C24 :0)	<0.2

(COI, 2016)

2- Les triacyl glycérols (TAG)

Les triacyl glycérols (figure 7) forment entre 98 à 98.5% de la masse de l'huile d'olive. Ce sont des triples esters d'acides gras (semblables ou différents) et de glycérol (qui est un trialcool). Les TAG sont des molécules très hydrophobes, constituant une forme de réserve de l'énergie (**Boskou, 1996**).

L'étude comparative de la composition des TAG de quelques huiles d'olive vierges d'origine tunisiennes (**Abasa et al ; 2002, Ben Temime et al ; 2006 a**), italiennes (**Baccouri et al ; 2007**) et françaises (**Ollivier et al, 2000**) a permis de distinguer de nombreuses espèces moléculaires de TAG, composants majeurs de l'huile d'olive. Les plus importantes espèces moléculaires sont la trioléine (OOO), suivie par la dioléopalmitine (POO), la dioléolinoléine (OOL), et la palmitooléolinoléine (POL). Les autres espèces moléculaires (POLn, PLL, OLL, PPO, SOO) sont mineures et présentent un faible pourcentage. L'utilisation des techniques diverses dans l'analyse des TAG peut expliquer la différence de la détection de quelques espèces moléculaires dans les huiles analysées. La présence dans l'huile d'un taux élevé en triacylglycérols comportant l'acide oléique et inversement des taux faibles des triacylglycérols avec de l'acide linoléique, constitue un indice favorable de l'authenticité de l'huile d'olive, Cependant, c'est plutôt le taux de la tri- linoléine qui constitue un paramètre certain pour identifier l'ajout des faibles quantités d'huiles d'olive (**Cunha et Oliveira, 2005**).

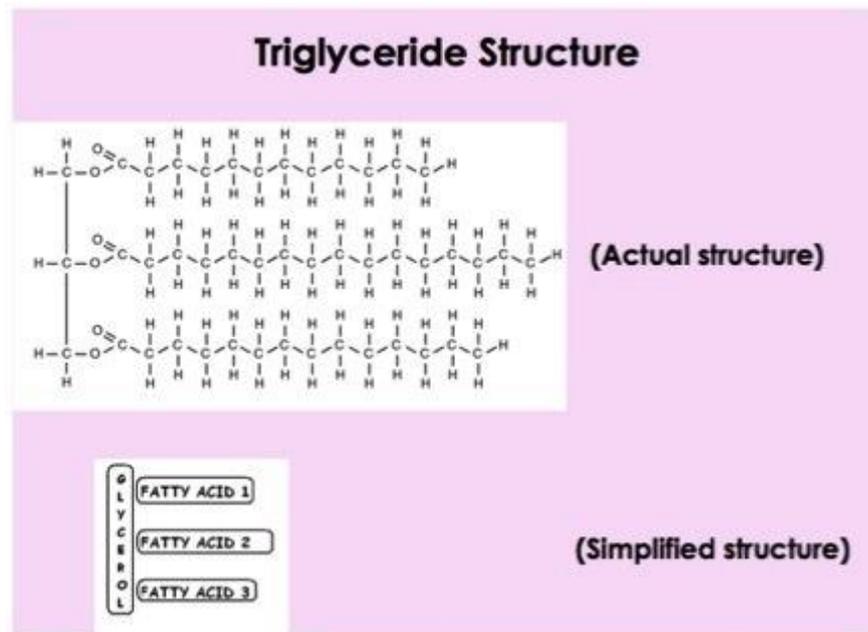


Figure (07) : Structure des triglycérides (<https://www.exprii.com/t/triglyceride-structure-function-10072>)

Parmi les méthodes établies pour le contrôle de l'authenticité de l'huile d'olive, c'est la détermination de la composition en acide gras et en triacyl glycérols, qui semble être très utile (Ollivier, 2003 ; Cunha et Oliviera, 2005). Il est d'usage de débiter une analyse de recherche d'adultération d'une huile par la caractérisation de sa composition en acide gras. Cette détermination permet de détecter des ajouts d'huile linoléique (% C 18 :2 < 50%) ou d'une huile linoléique (% C18 : 3 < 7%) à des teneurs de l'ordre de 10 à 20% dans l'huile d'olive est particulière et caractéristique (Ollivier, 2003). Ce type d'analyse a montré des faiblesses depuis l'apparition sur le marché du tournesol oléique, d'où l'importance de l'analyse de triac glycérols. En effet la détermination de la teneur en (LLL) dont les conditions opératoires ont été décrites à l'Annexe VIII du règlement CEE n° 2568/ 91 (COI, 2016) est propre à résoudre.

Le mélange complexe de TAG en les séparant par groupe caractérisés par le même nombre de parties (ECN) et par espèces chimiques.

3. Les phosphatides (phospholipides)

Les phosphatides ou les phospholipides sont constitués de molécules de glycérol estérifié en position 1 et 2 par des acides gras et en position 3 par un phosphate, ce dernier est lié à un acide aminé ou à un sucre. Dans les huiles végétales, on rencontre souvent les

phosphoglycériques, qui sont des phosphatides dans les quels un hydrogène libre de l'acide phosphorique est substitué par un groupe amino- alcool (**Marchal ,1989**).

II 2. Composition de la fraction insaponifiable

Si l'huile d'olive est constituée pour l'essentiel de triacylglycérols, elle contient par ailleurs, un très grand nombre de composants de nature non glycéridique, présentant une faible quantité (1 à 2 % d'huile d'olive). Ces composants dits « mineurs » sont structurellement très hétérogènes et forment la partie insaponifiable de l'huile d'olive, ils sont responsables du goût et du parfum unique de ce produit ainsi que de sa stabilité (**Velasco et al, 2002 ; Gallina et al, 2005**). Ils sont également bénéfiques pour la santé humaine en prévenant des processus délétères comme l'oxydation des lipides par les radicaux libres (**Bendini et al, 2007**). On peut séparer les composés mineurs de l'huile d'olive en composés phénoliques, tocophérols, pigments, composés aromatiques hydrocarbures terpéniques et stérols.

- **Les pigments**

La couleur de l'huile est une caractéristique de base de la qualité des huiles d'olive vierges. La couleur vert- jaune est attribuée à la présence de nombreux pigments : les chlorophylles, les caroténoïdes et les anthocyanes (**Giuffrida et al, 2007**). Les chlorophylles a et b sont les principaux pigments chlorophylliens identifiés dans l'huile d'olive qui montrent une absorbance optimale à 670 nm (**Kiritsakis etMarkakis, 1978**).

1 chlorophylle

Les pigments chlorophylliens se trouvent dans l'huile d'olive sous forme a et b. Ces pigments possèdent dans leur structure un atome de magnésium qui se dégradent facilement sous l'action de la lumière en donnant naissance aux phéophytines a et b de couleur marron, perdant ainsi l'atome de magnésium responsable de la couleur verte de ces composés (**Degryet, 1998**). Plusieurs travaux de recherche ont montré que ces pigments sont à l'origine de la couleur caractéristique de l'huile d'olive et de l'activité oxydative de ce produit, en effet il est bien établi que les chlorophylles sont dotés de pouvoir pro-oxydant lorsque l'huile d'olive est exposée à la lumière et d'une action antioxydante à l'obscurité (**Rahmani et Csallani, 1991 ; Minguéz–Mosquera, 1991 ; Gandul-Rojas et Minguéz–Mosquera, 1991**). Les chlorophylles jouent un rôle primordial dans l'activité oxydative des produits alimentaires traités grâce à leurs propriétés anti-oxydantes à l'obscurité et pro-oxydantes en présence de la lumière (**Fakourlis et al, 1987**). La présence de ces produits dans l'huile d'olive vierge dépend des facteurs génétiques (**Abaza et al ; 2005**), des conditions climatiques (**Ben**

Temime et al,2006 b) ainsi que des méthodes d'extraction (**Roca et Mingué –Mosquera, 2001**).

Les pertes en pigments de l'huile, principalement des chlorophylles se déroulent au cours du processus d'extraction provoquant la libération des acides causant ainsi la transformation des chlorophylles en phéophytines probablement par l'élimination des ions Mg⁺. Par ailleurs, l'analyse des chlorophylles a été récemment considérée dans l'identification des traitements technologiques, tels que la désodorisation des huiles de mauvaise qualité (**Giuffrida et al ; 2007**).

Selon **Fedeli et al (1997)**, les teneurs en chlorophylle a et b et en phéophytines dans l'huile d'olive varie respectivement de 7 à 48 ppm dans les huiles extraites d'olives mi noires. La teneur en chlorophylles dans les huiles d'olive est en relation très étroite avec plusieurs facteurs tels que le cultivar, le type du sol, les conditions d'extraction et le degré de maturation des olives.

2. Carotènes

Des études récentes ont signalé la présence de néoxantine et violaxantine (**Giuffrida et al ; 2007**).

3 Anthocyanes

La pulpe de l'olive renferme des substances hydrosolubles qui sont les qui dépendent principalement de la variété du fruit, de sa phase de maturation, du climat plus au moins ensoleillé, de l'endroit où il est cultivé et de l'exposition directe des olives aux rayons solaires.

Ces composés se trouvent généralement dans les eaux de végétation (margines) au moment de l'extraction à cause de leur solubilité maximale dans l'eau, alors qu'une très petite quantité de ces composés passe dans l'huile d'olive (**Rahmani, 1998**).

➤ **Les tocophérols**

Les tocophérols sont des composés phénoliques apolaires. Ils représentent une famille très homogène de composés, constitués d'un reste hydroquinone substitué par un ou plusieurs groupes méthyls, et d'une chaîne poly isoprénique plus au moins saturée. Ils présentent plusieurs sous familles : l' α – tocophérols (c'est la vitamine E proprement dite), le β – tocophérol, l' γ tocophérol et le δ tocophérol (**Mäkinen, 2002**).

➤ **Les stérols**

Le nom stérol dérive du mot Grec « Stéréos » (solide) auquel est ajoutée la terminaison « ol » caractéristique des alcools, sa signification étymologique est donc « alcool solide ». Ce sont des alcools tétracycliques formés de quatre bancs comportant 17 atomes de carbone, une

fonction OH et C 3, deux groupements méthyl en C10 et en C13 et une chaîne latérale aliphatique greffée en C17 (**Degreyet, 1998**).

Les stérols végétaux ou phyto stérols sont naturellement présents dans les huiles et les aliments d'origine végétale, ils représentent une proportion substantielle de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive vierge d'environ 30 à 60 %. Jusqu'à nos jours, on a identifié plus de 40 phyto stérols (**Soulier et Farines, 1992**).

La composition stérolique de l'huile d'olive est spécifique, elle est caractérisée par un taux particulièrement élevé en β - sitostérol (70 à 90 %), substance qui s'oppose à l'absorption du cholestérol (**Kamal Eldin et al, 1998**), suivi du Δ^7 avanesterol (5 à 20 %), du campesterol (1 à 5%) et du stigmasterol (0.5 à 2%).

De nombreux autres stérols sont présents dans l'huile d'olive en très faibles teneurs, on peut citer en particulier : le cholestérol, le campestenol, le Δ^7 - campéstérol, le cholestérol (**Guietérrez et al ; 1999, Stiti et al ; 2002, Gorinsten et al ; 20033**).

Ces composés se trouvent dans l'huile d'olive sous forme libre et estérifiée avec les acides gras. La structure des principaux composés stéroliques de l'huile d'olive (**Boskou ,1996**).

Sous l'angle thérapeutiques, les phytostérols possèdent certaines propriétés qui les rendent très intéressants pour la santé humaine, ainsi une quantité élevée en β - sitostérols, ce qui est le cas de l'huile d'olive, peut avoir une action hypocholestérolémiant (**Law, 2000 ; Normen et al, 2005 ; Demonty et al, 2009**). Sous un autre angle, les stérols sont les constituants des membranes cellulaires, ils sont à l'origine de la biosynthèse des autres stéroïdes. Le cholestérol par exemple joue le rôle de précurseur pour la biosynthèse de nombreuses hormones indispensables au fonctionnement de l'organisme. Une quantité suffisante en cholestérol et une teneur élevée en β - sitostérols sont nécessaires pour l'organisme humain (**Saenez et al : 1998**).

4 Les alcools

➤ Les dialcools tri terpéniques

L'erythrodiol et l'uvaol sont des triterpènes penta cycliques bi-fonctionnels, composant typique de l'épicarpe de l'olive (**Sanchez, 2004**).

➤ Les alcools aliphatiques

Les alcools aliphatiques les plus rencontrés dans l'huile d'olive sont : le docosanol C22, le tetracosanol C24 et l'hexacosanol C26. L'identification des alcools aliphatiques est un paramètre très utile pour l'authentification des huiles d'olive (**Rivera et al : 2004**).

5 Les hydrocarbures terpéniques

Les hydrocarbures de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive ont affirmé que le squalène (C₃₀H₅₀) est l'hydrocarbure majeur de l'huile d'olive. En effet, ce triterpène représente entre 85 à 90% de la fraction totale hydrocarbures. Le squalène est un triterpène qui apparait dans la voie de la biosynthèse du cholestérol dans le règne animale et végétale. En effet, c'est le précurseur biochimique des stérols (**Psomiadou et Tsimadou, 1999**). La présence des hydrocarbures dans l'huile d'olive dépend du cultivar (**De Leonardis et al ; 1998**) et de la méthode d'extraction de l'huile (**Nergiz et Unal, 1990**). En effet, ils diminuaient remarquablement durant le processus de raffinage (**Lanzon et al, 1994**).

6. Les composés phénoliques

Macheix et al (1990) ont défini les composés phénoliques comme étant des métabolites secondaires de grande diversité structurale, ayant une large distribution phylogénique et possédant un noyau aromatique lié à un ou plusieurs substituants hydroxyles (**Rayen et al ; 1998**).

De même, ils contribuent à accroître la stabilité de l'huile d'olive au cours de stockage (**Kiritsakis, 1998**).

II.3. Autres constituants de l'huile d'olive

1. Les substances inorganiques

La pulpe d'olive est riche en substances inorganiques minérales dont principalement le potassium, suivi de calcium, du magnésium, du chlore, de phosphore... etc. Ces substances se perdent en grande partie dans les eaux de lavage au cours des différentes phases d'extraction de l'huile. Cependant, la quantité restante de ces substances inorganiques à la fin du traitement permet de considérer l'huile d'olive comme une bonne source de minéraux nécessaires au développement de l'organisme humain (**Heredia –Moreno, 1989**).

2. Les composés aromatiques

L'huile d'olive convenablement extraite à partir des fruits frais et en bon état, se distingue par un arôme délicat et unique fortement apprécié par les consommateurs. Les spécificités organoleptiques d'une huile d'olive vierge par rapport aux huiles raffinées sont attribuées à toute une gamme de composés volatils présents à très faibles concentrations, appartenant à différentes classes chimiques : les aldéhydes, les alcools, les esters, les hydrocarbures, les cétones, les furanes et probablement d'autres composés volatils non encore identifiées (**Kaula et al, 2007**).

III. Vertus thérapeutiques de l'huile d'olive

Elément clé du « régime méditerranéen », l'huile d'olive est largement plébiscité par le corps médical, qui a démontré son action bénéfique dans la prévention de certaines maladies.

Ses bienfaits pour la santé proviennent de la composition même de l'huile d'olive, riche en acides gras mono-insaturés et en antioxydants naturels tels que les phyto stérols, les caroténoïdes, les tocophérols et les phénols hydrophiles (**Perez –Jimenez, 2005**).

1) Intérêt nutritionnel des acides gras insaturés

Les modifications oxydatives des LDL, liées à l'oxydation des acides gras polyinsaturés constituent une étape clé de la pathogénie de l'athérosclérose. Plusieurs études ont démontré que les LDL d'individus consommant des graisses mono insaturées sont moins sensibles aux modifications oxydatives que les LDL des individus recevant des régimes riches en acides gras polyinsaturés (**Abuajah et al, 2015**).

2) Intérêt nutritionnel des pigments

Les chlorophylles et les caroténoïdes ne sont pas synthétisés par les tissus animaux, cependant les cellules animales sont capables de le modifier chimiquement afin de les assimiler.

De nombreuses études ont montré que ces pigments végétaux jouent un rôle important dans la santé humaine (**Francechi et al, 1994**). Des investigations récentes ont indiqué un avantage potentiel d'une alimentation riche en caroténoïdes sur la santé. En effet, ces molécules ont présenté des propriétés anti oxydantes et semblent agir comme des agents préventifs contre les maladies cardiovasculaires et des pathologies dégénératives ophtalmologiques (**Landrum et Bone, 2001**), en outre, d'autres travaux, ont souligné l'activité anti cancérigène du β – carotène et d'autres caroténoïdes (**Van Poppel etGoldbohm, 1995**).

3) Intérêt nutritionnel des stérols

Les effets anti tumoraux des phyto stérols, et tout particulièrement du β - sitostérols, ont été largement étudiés. **Van Holtz et al (1998)** ont observé sur des cellules cancéreuses humaines de la prostate, traitées par le β -sitostérol une diminution de 24% de la croissance par rapport aux mêmes cellules traitées par le cholestérol. Par ailleurs, il semble que le β - sitostérols soit efficace dans le traitement de l'hyperplasie bénigne de la prostate (**Wilt et al ; 1999, Klippel et al ; 1997**). Outre ces découvertes, des recherches ont rapporté des effets du β - sitostérols in vitro sur des cellules tumorales du colon et du sein (**Awad et al ; 2000**). En revanche, **De Stefani et al (2000)** ont mis en évidence une corrélation intéressante entre les apports totaux de phyto stérols et le cancer de l'estomac.

4. intérêt nutritionnel des composés aromatiques

(**Kubo et al 1995**) ont prouvé l'activité antimicrobienne des molécules appartenant au vaste groupe des composés aromatiques, parmi ces molécules figurent des composés non cycliques comme l'hexanal, le nonanal, le 1 –héxanal, le 3- héxanal, le 2 heptenal ou le 2 nonenal, ainsi que des hydrocarbures cycliques mono et ses qui terpéniques comme le 3 carène ou le α

farnésène. La plupart de ces composés exercent une activité antimicrobienne contre toute une gamme de germes parmi lesquels *Staphylococcus aureus*, *Streptococcus mutans*, *Escherichia coli*, *Candida utilis* et *Aspergillus Niger*. Comme certaines de ces bactéries et champignons, ou les toxines qu'ils produisent, sont dangereuses pour l'être humain, cette protection antimicrobienne constitue un facteur supplémentaire susceptible de contribuer aux effets bénéfiques de l'huile d'olive sur la santé.

Chapitre 3 : Principaux sous- produits d’huilerie d’olive et possibilités de valorisation

I. Principaux sous-produits d’huilerie :

L’industrie oléicole engendre, en plus de l’huile comme produits principal, de grandes quantités de sous-produits. 100 Kg d’olive produisent en moyenne 35 Kg de grignon et 100 litres de margine. La taille de l’olivier laisse en moyenne 25 Kg de feuilles et brindilles annuellement (Nafzaoui, 1991).

➤ Feuilles collectées et brindilles

Ce ne sont pas les résidus de la taille, mais des feuilles recueillent après le lavage, et le nettoyage des olives à l’entrée de l’huilerie. Leur quantité est estimée à environ 5 à 6 Kg de matière sèche par arbre par an (Nafzaoui, 1987).

➤ Margines

Les margines posent un sérieux problème de contamination pour tous les pays oléicoles. Il est en relation avec l’industrie et l’environnement. Sachant qu’un habitant correspond à environ à 54 g de DBO par jour, 1 mètre Cube de margines équivaut à la pollution engendrée par 1200 habitants. 25 à 40 millions de mètres Cubes de margines sont produites annuellement, dont 90% sont localisées dans le bassin méditerranéen et déversés dans la nature sans traitement préalable. De plus, le nouveau système d’extraction à trois phases de l’huile multiplie par 3 la quantité d’eau utilisée et donc de margine (Nafzaoui, 1991).

Tableau (5) : Composition chimique générale des grignons et des margines

Composant	Teneur (%)
Eau	83 -88
Matière organique	10.5 -15
Matière minérale	1.5- 2
Matière Azotée totale	1.25- 2.4
Matières grasses	0.03-1
Polyphénols	1.0 -1.5

(Ben Yahiaet al, 2003)

➤ Grignons

Les grignons sont les résidus solides issus de la première pression ou centrifugation, constitués de pulpes et de noyaux d'olives (CNUCED, 2010).

II. Composition chimique des grignons d'olive

La biomasse lignocellulosique est essentiellement constituée par les parois végétales qui comprennent la cellulose, l'hémicellulose et la lignine comme composants majeurs.

➤ Cellulose brute

La cellulose est le principal constituant de la paroi des cellules végétales et du bois, c'est un glucide constitué de monomères de D-glucose qui sont liés par des liaisons β (1 \rightarrow 4) conduisant à des polymères linéaires. Ces polymères s'associent par des liaisons intermoléculaires de type de liaisons hydrogène, conférant une structure fibreuse à la cellulose (Jean – Blain, 2002).

➤ Hémicellulose

Les hémicelluloses sont des hétéro ou homopolymères d'unités pentoses (D-xylose, l'arabinose) et d'unités hexoses (D- glucose, D-galactose, D –mannose liées par des liaisons glycosidiques, elles se localisent au niveau de la paroi primaire des cellules végétales ou s'insèrent avec la cellulose, la pectine et les glycoprotéines. Elles se trouvent également dans les parois secondaires chez les cellules âgées. Les hémicelluloses des feuilles sont en majorité composées de xylane, alors que les hémicelluloses du bois résineux sont composées en majorité de glucocummane(Negro, 1991).

➤ Lignine

La lignine représente 10 à 25% de la biomasse lignocellulosique sèche.C'est un polymère aromatique tridimensionnel complexe, composé d'unités d'hydroxyphénylpropanoïdes liées par des liaisons C-C et C-O-C. C'est une substance poly phénolique, qui s'incruste dans la paroi cellulaire pour cimenter les cellules végétales entre elles, ce qui confère à la lignine son rôle de résistance aux dégradations biologiques (Fengel et Wenger, 1984 ; Frassoldati et al, 2006).

➤ Matières grasses

Les grignons d'olive contiennent une quantité d'huile résiduelle qu'il n'est pas possible d'extraire par des moyens physiques et qui est obtenue dans les installations d'extraction

d'huile de grignon par l'utilisation de solvants comme l'hexane. Cette matière grasse est très riche en acides gras en C16 et C18 insaturés qui constituent 96% du total des acides gras (FAO, 1984).

➤ **Matières minérales (cendres)**

Les teneurs des matières azotées totales varient selon le type de grignon et restent relativement modestes. L'azote protidique constitue plus de 95% de l'azote total et sa solubilité est particulièrement faible (3%). D'ailleurs, une grande partie des protéines (80 à 90 %) est liée à la fraction lignocellulosique (Nafzaoui, 1984).

➤ **Polyphénols**

L'olive contient des quantités élevées de polyphénols (0.3 à 0.5% de la MS), ce sont surtout des ortho phénols, l'oleuropéineglucoside amer (Vazquez et al, 1970). Les travaux de Nefzaoui entre 1983 et 1987 ont montré que ces teneurs ne dépassent pas 1% de la MS. Les polyphénols de l'olive sont éliminées dans les margines et l'huile durant la trituration et donc les grignons contiennent peu de produits de nature phénolique. Par ailleurs, les travaux de Ziadet al (2009) ont montré que les grignons d'olive renferment divers composés phénoliques, des poly phénols attachés aux parois cellulaires et qui représentent une fraction importante des phénols totaux du grignon, des flavonoïdes et tanins.

III. Valorisation des grignons d'olives

III .1 Conservation des grignons d'olive

Le problème principal qui se pose pour la conservation des grignons d'olive bruts est leurs teneurs relativement élevées en eau et la présence d'une quantité encore importante de matière grasse. 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).

III. 2 Différents types de valorisations des grignons d'olive

Les grignons d'olive sont un déchet de l'industrie oléicole, ce dernier est un danger pour l'environnement. Actuellement, beaucoup de débouchés se présentent, notamment dans les pays développés.

III.2.1. Extraction d'huile des grignons d'olive

Les grignons issus des huileries travaillant à la presse ou à un système continu à trois phases ont une teneur en huile résiduelle de l'ordre 4 -8%, ce qui justifie leur extraction par solvant (hexane) avec un procédé similaire à celui utilisé pour l'extraction de l'huile de graines (soja, tournesol, colza) (CAR/PP, 2000). En Algérie, le pourcentage d'huile résiduelle dans les grignons peut atteindre des taux très élevés, cela est dû à la non adaptation des procédés technologiques à la qualité d'olives triturés.

L'huile brute des grignons d'olive est l'huile obtenue par traitement aux solvants de grignons d'olive à l'exclusion des huiles obtenues par des procédées de reestérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature (COI, 2001).

III.2.2. Savon et saponification

On trouve dans le commerce un très grand choix de savon, du fait d'une très grande variété de matières premières parmi les corps gras naturels. Ainsi, il peut y avoir autant de savons à l'huile d'olive.

Historiquement, une teneur de 72 % en masse d'acides gras étant garantie dans le savon de Marseille traditionnel, uniquement préparé à partir d'huile d'olive.

La réaction de saponification est réalisée de nos jours, à l'échelle industrielle, en chauffant des corps gras en présence de soude NaOH ou de potasse KOH. On obtient des ions carboxylates à longues chaînes carbonées.

Avec la soude, on obtient des carboxylates de sodium donnant des savons durs, et avec la potasse des carboxylates de potassium, donnant des savons mous ou liquides.

La saponification est l'action d'une solution concentrée de base forte (hydroxyde de sodium ou de potassium) sur un ester. Les graisses animales ou végétales sont constituées par des triesters du glycérol et d'acides gras. Comme exemple: l'oléine présente dans l'huile d'olive (figure 8).

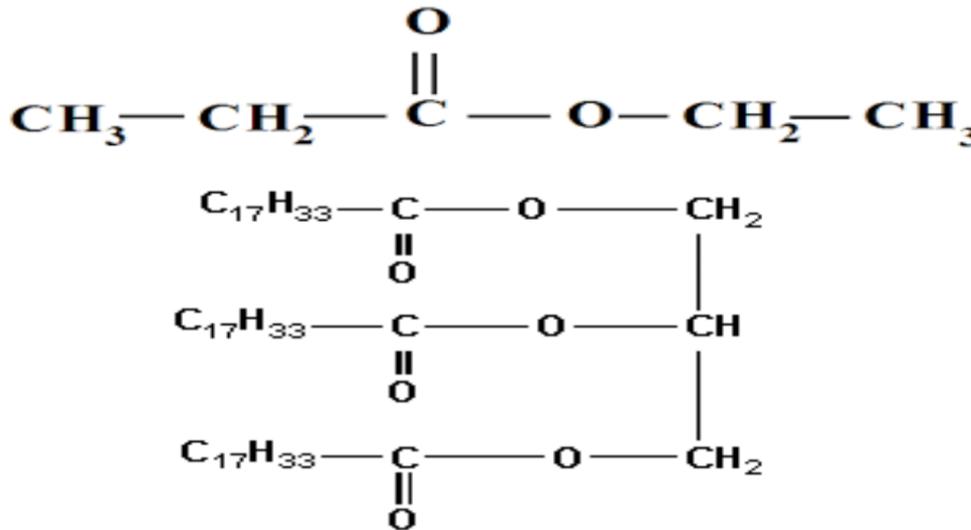


Figure (08): Molécule d'oléine (<http://jfx-soaps-25.websself.net/nouvelle-page>)

La figure (9) donne l'équation de la réaction de saponification

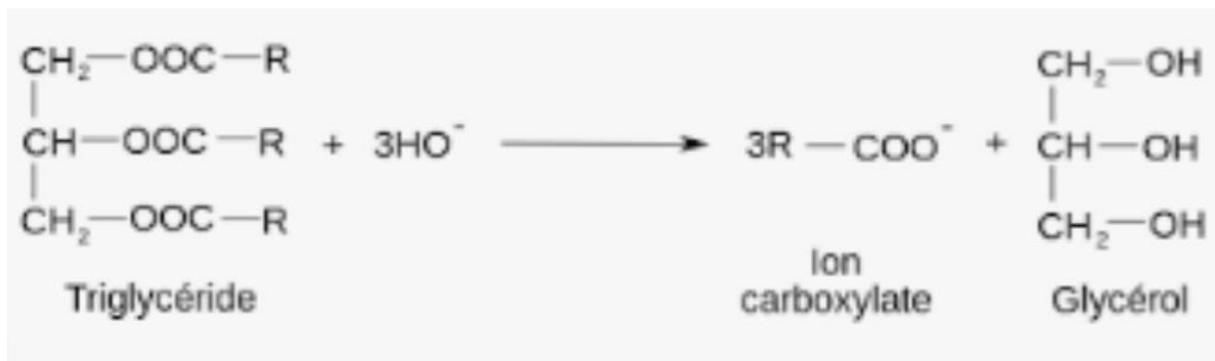


Figure (09):Equation de saponification (<http://jfx-soaps-25.websself.net/nouvelle-page>)

III.2.3. Alimentation du bétail :

La digestibilité de la matière sèche et de la matière organique reste faible (20 -50%) quel que soit le type de grignons, les matières grasses ont toujours une digestibilité élevée (60 à 90%), les matières azotées ont une moyenne et faible digestibilité de l'ordre de 20 à 25%, mais très variable et la cellulose brute a une digestibilité estimée de 0 à 40%.

Les grignons d'olive, vu leur nature hautement lignocellulosique ont, selon **Nefzaoui et al (1987)**, une dégradabilité très lente et les valeurs maximales atteintes sont très modestes (32% de MS), elle est dégradée par un séjour de 72 h dans le rumen pour le grignon tamisé épuisé. La dégradabilité des protéines est aussi très faible, cela peut être expliqué par le fait que 75 à 90 % de l'azote sont liés à la fraction ligno cellulosique entraînant ainsi une très

faible solubilité qui n'est que de 2.3% (N soluble /%N total) pour le grignon brut, et de l'ordre de 0.2 à 0.4 % pour les grignons tamisés.

De nombreuses expériences ont rapporté une mauvaise utilisation digestive de grignons d'olive, celle-ci pourrait avoir pour cause une réduction de l'activité du rumen qui (mesurée pour le dégagement gazeux) peut être réduite de 40% suite à l'ingestion du grignon brut (**Theriez et Boule ,1970**) citée par **Kernou (2015)**.

L'ingestion de grignons épuisés tamisés se traduit par un comportement alimentaire très comparable à celui obtenu avec du foie haché. Ce résultat est important en soi, car malgré la faible taille des particules alimentaires du grignon, il assure une rumination normale (**Nefzaoui, 1991**). La mauvaise digestibilité est due à l'influence de matières grasses, certains facteurs inhibiteurs (phénols) et la lignine.

III.2.4. Biocombustible :

Avec un pouvoir calorique de 3500 (kcal / Kg), les grignons sont utilisés, comme combustibles, pour alimenter en énergie le secteur oléicole et d'autres secteurs (**Fedeli,1997**), cette quantité de chaleur est apportée principalement par la coque qui a un pouvoir calorifique relativement élevé (4000 kcal / Kg). La pulpe n'apporte que peu de calories (1400 Kcal / Kg). De plus, la coque représente une fraction sans intérêt pour l'animal, ce qui assure l'intérêt du tamisage (**Nefazaoui, 1997**).

III.2.5. Charbon actif

Le grignon d'olive possède toutes les caractéristiques propices pour qu'il bénéficie, en subissant au préalable des traitements chimiques et thermiques, d'un très important pouvoir adsorbant vis-à-vis des matières organiques (**Hemsas, 2008**).

III.2.6. Ingrédient de matériaux de construction

L'usage de grignons d'olive dans la fabrication de la brique constitue un débouché intéressant à plusieurs points de vue ; il diminue la masse volumique des briques, ce qu'il les rend plus légères. Il crée aussi des pores, c'est une caractéristique recherchée aujourd'hui dans le but d'économiser l'énergie, car la présence des pores dans les matériaux, contribue à diminuer la conductivité thermique et à augmenter ainsi son pouvoir d'isolation (**Djadouf et al, 2011**).

III.2.7. Compostage

Le compostage est la méthode la plus utilisée pour la préparation des amendements organiques et pour la fertilisation des sols. Il permet de détoxifier ces résidus solides contenant des substances phytotoxiques et antimicrobiennes à cause de la présence des phénols, des acides gras et des acides organique, le produit génère par ce processus : du dioxyde de carbone, de l'eau, des minéraux et de la matière organique décomposée, il convient souvent, pour le compostage efficace de grignons, d'ajouter d'autres déchets végétaux, à savoir les feuilles, la biomasse de taille d'olivier, les margines et les pailles de céréales (**Roussous et al ,2009**).

Chapitre 04 : Matériel et méthodes

L'objectif de ce travail est de contribuer à la possibilité de valoriser l'un des principaux sous-produits de l'industrie oléicole, qu'est le grignon d'olives par l'extraction de son huile en utilisant deux types d'échantillons (moderne et traditionnelle). Afin de faire une étude comparative entre eux.

I. Lieu de stage

La présente étude a été réalisée au laboratoire pédagogique du département de biotechnologie, à la faculté des sciences de la nature et de la vie, université Saad Dahlab, Blida 1.

II. Matériel végétal

L'étude a porté sur deux types d'échantillons de grignons d'olives, le premier a été fourni par l'entreprise Boudjekdji (huilerie moderne) de Blida, et le deuxième par l'huilerie traditionnelle de Blida (Zaouïa).

Les échantillons ont été conservés à une température de 4°C.

Les grignons fournis de l'huilerie moderne sont d'un aspect lisse, compact et humide (Figure 09), alors que les grignons provenus de l'huilerie traditionnelle ont un aspect grossier, craquant et un peu sec (Figure 10).



Figure (10) : Grignons issus de l'huilerie moderne (**Photo originale**)



Figure (11) : Grignons issus de l’huilerie traditionnelle (Photo originale).

III. Analyses physico-chimiques

III.1. Analyses physiques

III.1.1. Détermination de la teneur en eau (ISO 662,2016)

- **Définition**

C'est la perte en masse subite par l'échantillon après chauffage exprimée en pourcentage de masse.

- **Principe**

L’humidité des huiles a été déterminée par la norme (ISO 662 2016) en calculant la différence entre le poids de l'échantillon humide et celui de l'échantillon sec.

- **Mode opératoire**

- 1- Peser 5 g de grignon d’olive.

2- Mettre l'échantillon dans une étuve à 103°C pendant 3 heures, celui-ci a été régulièrement pesé après refroidissement au dessiccateur (figure 11) jusqu'à l'obtention d'un poids constant.



Figure (12) : Dessiccateur (Photo d'originale).

- **Expression des résultats**

La teneur en eau a été déterminée au moyen de la formule ci- après :

$$\text{Humidité (\%)} = \frac{(M_1 - M_2)}{(M_2 - M_0)} \cdot 100$$

- M_0 : masse en g de capsule vide
- M_1 : masse en g de capsule avec la prise d'essai avant séchage
- M_2 : masse en g de la capsule avec la prise d'essai après séchage.

III-1 -2 Détermination du taux de cendres (ISO 6884 :2008)

- **Définition**

La cendre est un résidu minéral obtenu après incinération du produit, dans des conditions de détermination et à une température comprise entre 550°C et 900°C, exprimé en pourcentage.

- **Principe**

La détermination de la teneur en cendres fait l'objet de la norme (NF ISO 6884 :2008). Chauffer préalablement la capsule dans le four réglé à 550 à 600 °C, puis la refroidir au dessiccateur et la peser.

- **Mode opératoire**

1- Sécher les nacelles au préalable pendant 15 min dans une étuve entre 130 et 133° C, (elles doivent être nettoyées dans une solution aqueuse d'acide chlorhydrique puis rincées à l'eau distillée).

2- Peser 5 g de grignon dans une capsule tarée.

3- Placer l'échantillon dans le four réglé, et chauffé au préalable à 550 °C pendant 4 heures.

4- Retirer les nacelles du four lorsque l'incinération est terminée.

5- Mettre à refroidir dans un dessiccateur, entre 30 à 45 min.

6- Récupérer l'échantillon après refroidissement et les peser.

- **Expression des résultats :**

Le taux de cendres est exprimé en pourcentage (%) par rapport à la matière sèche et il est donné par l'équation suivante :

$$\text{Teneur en cendres \%} = M_1 (100 / M_0) (100 / 100 - H)$$

Où :

- M_0 : masse en gramme de la prise d'essai
- M_1 : masse en gramme du résidu
- H : teneur en eau de l'échantillon analysé exprimée en %.

III.2. Analyses chimiques

III.2.1. Extraction de l'huile de grignons (ISO5509 :2000)

Deux types d'échantillons de grignons d'olives ont été utilisés pour extraire l'huile, des grignons issus de l'huilerie traditionnelle et d'autres de l'huilerie moderne, nous avons mené trois essais dans chaque type.

- **Définition**

L'extraction par solvant au Soxhlet (figure 12), consiste à dissoudre la substance contenant l'huile essentielle recherchée dans un solvant, puis à éliminer le solvant et récupérer l'huile.

- **But :**

Le but de cette manipulation est d'extraire et de déterminer la teneur en lipides (l'huile) dans les grignons d'olives.

- **Principe de fonctionnement de l'extracteur Soxhlet**

Un extracteur Soxhlet est un appareil de laboratoire. Il a été conçu à l'origine pour l'extraction d'un lipide à partir d'un matériau solide. Typiquement, un extracteur Soxhlet est employé quand le composé désiré a une solubilité limitée dans un solvant, et l'impureté est insoluble dans ce solvant. Il permet un fonctionnement non surveillé et non géré tout en recyclant efficacement une petite quantité de solvant pour dissoudre une très grande quantité de matériel.



Figure (12) : Appareil de Soxhlet (Photo d'originale).

- **Mode opératoire**

- 1- Prendre 300 ml d'hexane pour 100 g de grignon.
- 2- Introduire les grignons dans la cartouche de Soxhlet.
- 3- Mettre l'hexane dans le ballon.
- 4- Chauffer le ballon pendant 4 h (20 siphonage /h) jusqu'à épuisement de la matière grasse et obtention du mélange (solvant + huile).
- 5- Lancer le mélange (solvant +huile) dans l'évaporateur« Rota- vapeur » (figure 13), pour la récupération de l'huile.
- 6- La distillation à l'évaporateur se fait à 68 °C pendant 10 min (Température d'ébullition de l'hexane).



Figure (13) : Evaporateur « Rota- vapeur » (Photo originale).

- **Expression de résultats**

$$\text{MG}\% = ((P_2 - P_1) \cdot 100) / P_3$$

MG% : pourcentage de la matière grasse.

P₁ : poids du ballon vide 145,50 g.

P₂ : est le poids du ballon + l'huile extraite.

P₃ : masse de la prise d'essai (100 g).

III.2.2. Détermination de l'acidité (NF T60 -204)

- **Principe**

Les huiles et graisses ne sont pas totalement exemptes d'impuretés, celles-ci proviennent de leur dégradation naturelle ou de leur utilisation, dans le cas de produits de récupération, ces composés sont nommés, acides gras libres, détériorant la qualité de l'huile, elles doivent être le plus possible éliminées. On détermine l'acidité totale de l'huile en mesurant la quantité de l'hydroxyde de potassium nécessaire à la neutralisation d'un gramme d'échantillon.

- **Mode opératoire**

- 1) Peser 2.5 g de grignons d'olive, puis les dissoudre dans 15 ml d'éthanol dans un tube à essai.
- 2) Mettre le tube à essai qui a le mélange (grignons d'olive + éthanol) dans une centrifugeuse (figure 14), pendant 10 min.
- 3) Récupérer le culot et le surnagent après la séparation.
- 4) Ajouter 3 à 5 gouttes de phénophtaléine à 2%.
- 5) Titrer les acides gras par solution de KOH à 0.1 N.
- 6) Noter le volume (V) versé à l'équivalent de l'apparition de la couleur rose.



Figure (14) : Centrifugeuse (Photo originale)

• **Expression de résultats :**

-Pourcentage d'acidité :

$$A\% = (N \cdot M \cdot V)$$

- L'indice d'acide IA :

$$IA = (V \cdot M' \cdot N)$$

- V : Volume de la solution titrée de KOH (en ml).
- M' : Masse molaire du KOH (56,1 g /mol).
- N : Normalité de KOH (0,1 N).
- m : Masse des grignons pesés en g (2 ,5 g).

Chapitre 5 : Résultats et discussion

I. Résultats de l'analyse physique des grignons d'olives

I.1. Teneur en eau

La teneur en eau des grignons analysés, est donnée par le tableau (6) et la figure (15). Les grignons humides possèdent une grande quantité de matière organique mais également les polyphénols, les polyalcools et les acides gras volatiles. Ils contiennent aussi des sucres dissous qui gênent le processus d'extraction de l'huile, car la caramélisation de la pâte favorise la formation de poches d'hexane non évaporées présentant un risque élevé d'explosion.

Tableau (6) : Teneurs en eau des grignons (%)

Paramètre	Traditionnelle	Moderne
Humidité % (E1)	77.31	10.90
Humidité % (E2)	80.72	10.61
Humidité % (E3)	76.58	10.83
Moyenne %	78.20	10.78
Ecart type	2.20	0.15

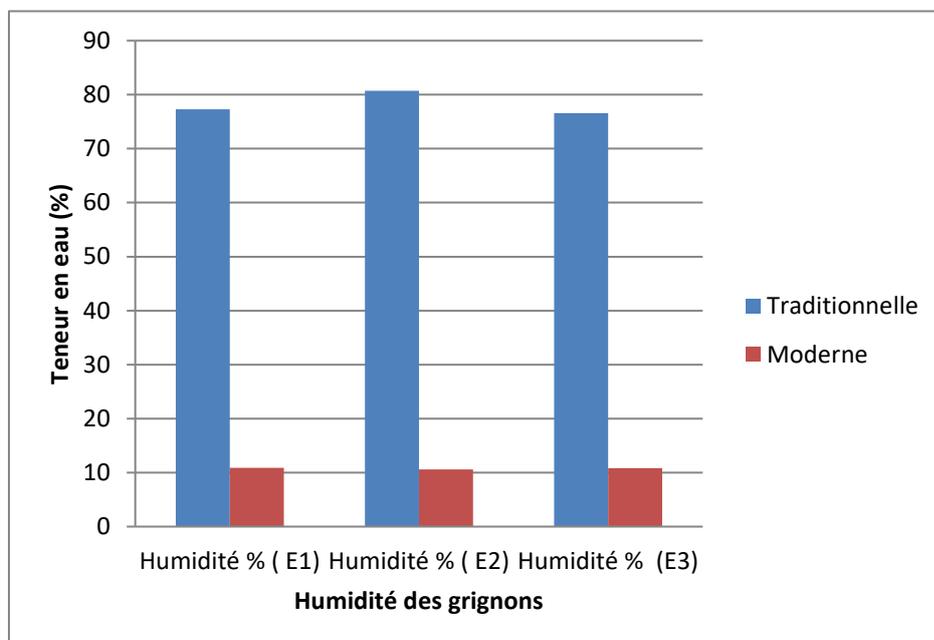


Figure (16) : Teneur en eau des grignons (%)

Les valeurs de l'humidité issues des grignons traditionnels sont plus élevées (**78.20%**) que celles de grignons moderne (**10.78%**). L'humidité élevée des grignons traditionnels est vraisemblablement due à son exposition à l'air libre et aux aléas climatiques. En effet, les grignons sont généralement jetés dans la nature et se retrouvent ainsi exposés au soleil et à la pluie.

Selon le conseil oléicole international (COI) et le guide de gestion de la qualité de l'industrie d'extraction de l'huile de grignons d'olive (T33 -1/n°4 2006) :

- L'humidité des grignons d'olive de presse traditionnelle est entre 25% à 35%.
- L'humidité des grignons de centrifugation (3 phases) est située autour de 45%.
- L'humidité des grignons à deux phases (grignons humides) est située autour de 70%.

Dans cette étude, les valeurs de l'humidité des échantillons des grignons issus de l'extraction traditionnelle ne sont pas conformes à la norme (78.20%), elles dépassent 35%, ils sont donc trop humides. Ils dépassent aussi de loin les valeurs obtenues par **Fridi et Makhoulf (2019)**, dans leur qui étaient de **39.29%** et proches de la norme de 35%.

Les valeurs de l'humidité des grignons de l'extraction moderne ne sont pas aussi conformes à la norme (10.78%), elles sont très inférieures à 45%, ils sont donc moins humides (secs). Ceci

est dû à la bonne pression appliquée lors de la trituration. En comparant avec les valeurs obtenues par **Fridi et Mkhoulouf (2019)** qui étaient de 59.38% et bien supérieures à nos résultats et à la norme se situant autour de 45%.

I.2. Taux de cendres

Les valeurs obtenues des taux de cendres recherchés sont représentées par le tableau (7) et la figure (16).

Plusieurs paramètres influent sur le taux de cendres, tels que la variété d'olives, la distribution des éléments minéraux dans le sol, le stade de maturité des olives et les différentes méthodes de transformation (**Sanchez et al.,1996**).

Tableau (7) : Taux de cendres des grignons (%).

Paramètres	Traditionnels	Modernes
Teneur en cendres % E1	4.90	1.02
Teneur en cendres % E2	4.56	1.22
Teneur en cendres % E3	4.68	0.89
Moyenne	4.71	1.04
Ecart type	0.17	0.16

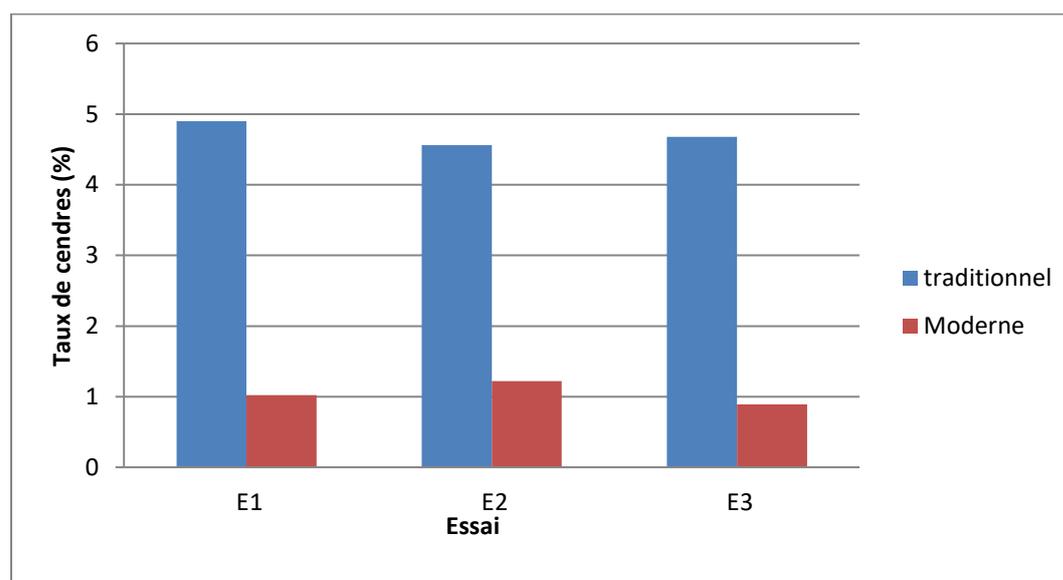


Figure 17 : Taux de cendres des grignons (%)

Les valeurs du taux de cendres issues des grignons traditionnels sont plus élevées (4.77%) que celles des grignons modernes (1.04%), alors que les résultats de **Fridi et Makhlouf (2019)** ont donné des valeurs de taux de cendres des grignons traditionnels plus élevées (4.3366%) que celles des grignons modernes (1.1506%). Selon **Nefzaoui (1983)**, **Nefzaoui (1985)** et **Nefzaoui (1987)**, la teneur en cendres devrait être faible et comprise entre de **3 à 5%**. Nos valeurs, sont donc dans l'ensemble, dans les normes. Les teneurs élevées qu'on rencontre sont dues au fait que le lavage n'a pas été effectué, et à la présence d'olives ramassées à même le sol.

II. Résultats de l'analyse chimique de l'huile extraite par des grignons d'olive

II.1. Lipides totaux

L'huile des deux types des grignons (Figure 17) est de couleur clair, jaune à vert est d'une saveur et odeur acceptables. À 20°C pendant 24 heures l'huile de grignon devient limpide.



Figure (18) : Rendement en matière grasses extraites des deux types de grignons d'olive traditionnels et modernes (**Photo originale**).

D'après le tableau (7), et la figure (18), les résultats de la matière grasse obtenus, montrent que les valeurs du rendement de l'huile issue des grignons traditionnels sont plus élevées (3.44%) que celles des grignons modernes (2.88%).

Tableau (8) : Teneur en lipides totaux des grignons

Paramètres	Traditionnels	Modernes
MG%(1ère extraction)	2.05	1.48
MG% (2ème extraction)	4.19	3.78
MG% (3ème extraction)	4.10	3.39

Moyenne	3.44	2.88
Ecart type	1.21	1.23

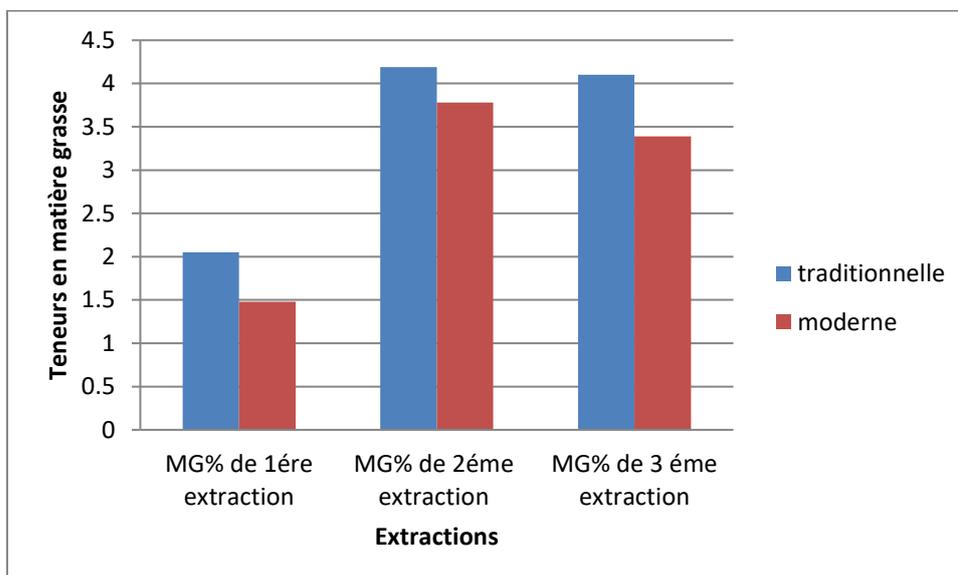


Figure (19) : Teneur en matière grasse des grignons.

Selon **Roger (1974)**, **Mr Touati (2013)**, et Les normes, fixent le rendement en matière grasse entre 8 -15 %.

Dans cette étude les valeurs de l'huile issue des grignons traditionnels (3.44%) ne sont pas conformes à la norme, ceci peut s'expliquer par le non-respect des normes techniques du procédé technologique. En effet, le temps du couple broyage /malaxage et la pression qu'on exerce sur la presse influencent considérablement le rendement.

II.2. Acidité et indice d'acidité :

II.2.1. Acidité

On détermine l'acidité totale de l'huile en mesurant la quantité d'hydroxyde de potassium nécessaire à la neutralisation d'un gramme d'échantillon.

L'indice d'acide (IA) est le nombre de milligrammes de potasse (KOH) nécessaire pour neutraliser les acides gras libres contenus dans un gramme (1g) de corps gras.

Le tableau (8) et la figure (20) donnent le taux d'acidité de l'huile des deux types de grignons analysés, alors que la figure (21) montre l'aspect de l'acidité de l'huile extraite des grignons.

Tableau (9) : Taux d'acidité de grignons d'olive

Paramètres	Traditionnels	Modernes
------------	---------------	----------

A% E1	0.00164	0.00108
A% E2	0.000156	0.0008
A% E3	0.000196	0.0008
Moyenne	0.000664	0.0008
Ecart type	0.0008	0.00016

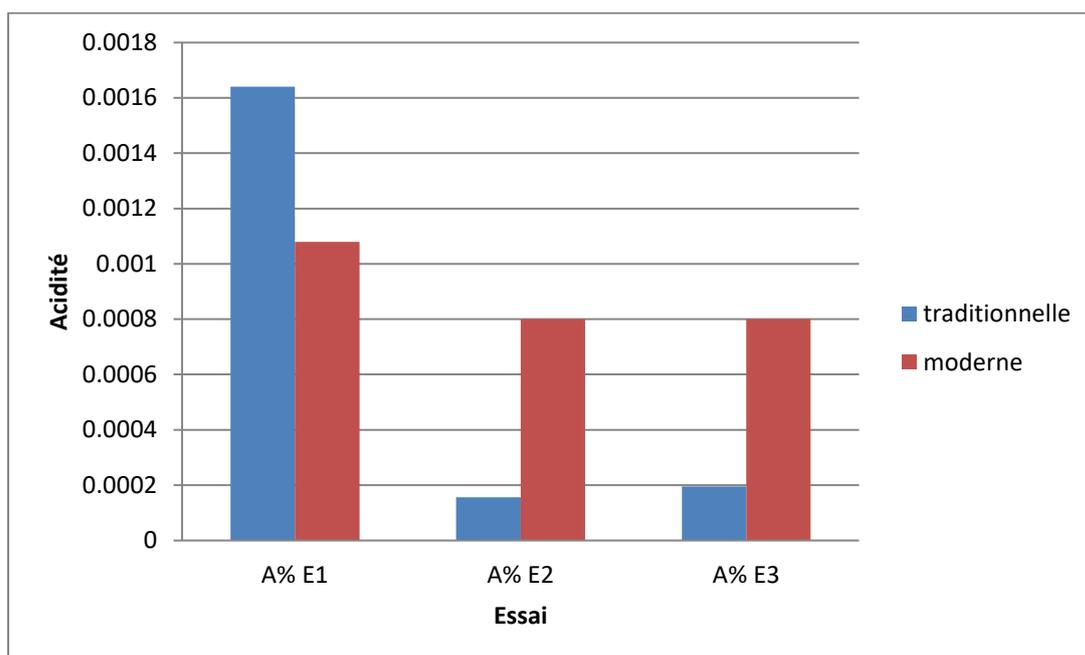


Figure (20) : Valeurs de l'acidité de l'huile des grignons d'olive.

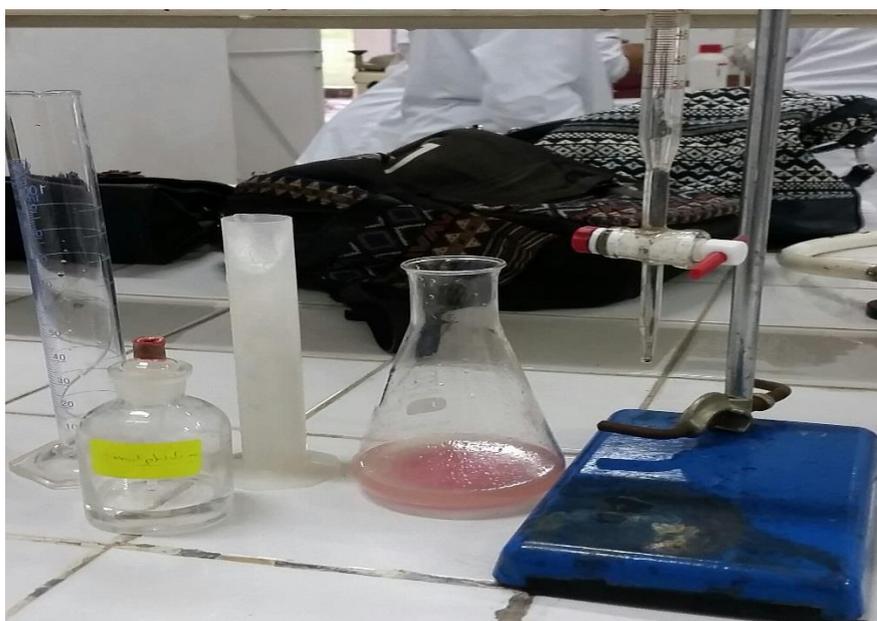


Figure (21) : Aspect de l'acidité de l'huile « couleur rose » **(Photo originale)**

Le taux d'acidité de l'huile du grignon moderne est élevée (0.0008%) et celui du grignon traditionnel est de 0.0006%.

Selon la norme **(ISO 660 /1996)**, amendée en 2003 et le conseil oléicole international **(COI, 2015)**, l'acidité de l'huile du grignon d'olive doit être <1 %, les valeurs obtenues sont donc conformes aux normes pour les deux types des grignons (traditionnels et modernes).

D'après **(COI 2001)**, les acides gras libres détériorent la qualité de l'huile, le taux d'acidité est un indicateur de la dégradabilité de l'huile pendant les procédés de récolte, telle que la cueillette par gaulage, où les olives peuvent être abimées du fait de coups de bâton ou de gaule assenés aux branches. La couche protectrice (pellicule) de l'olive s'en trouve endommagée, l'huile contenue est alors exposée aux risques externes comme les intempéries, ainsi l'oxygène de l'air et les microorganismes peuvent être responsables de la détérioration de la qualité de l'huile.

Le confinement des olives dans des sacs en plastique pendant le transport et le stockage avant trituration détériore la qualité de l'huile sous l'effet de la température (exposition au soleil), de la micro atmosphère et de l'eau (intempérie, écrasement, transpiration). Les olives entassées s'écrasent et s'abiment contribuant ainsi à la fermentation, l'oxydation et l'hydrolyse de l'huile. Le stockage des olives pendant une longue durée dans ces conditions, peut contribuer fortement à la dégradation de la qualité des huiles. Ces faits sont les résultats de l'incapacité des huileries à traiter de grandes quantités d'olive à la fois, et aux traditions populaires croyant que de telles conditions donnent à l'huile une meilleure qualité et ou un meilleur rendement.

En outre, le procédé utilisé pour la trituration et le mauvais traitement des olives lors de la trituration telle l'ajout de l'eau chaude et le manque d'hygiène peuvent contribuer à la détérioration de l'huile.

II.2.2. Indice d'acidité

Les valeurs de l'indice d'acidité des deux types d'huile des grignons d'olives, sont représentées dans le tableau (9). Alors que l'aspect de l'acidité est illustré par la figure (21).

Tableau (10) : Valeurs de l'indice d'acidité de l'huile des grignons d'olives

Paramètre	Traditionnels	Modernes
IA E1	23.001	15.147
IA E2	21.879	11.22
IA E3	27.489	11.22
Moyenne	24.123	12.529
Ecart type	0.87	0.93



Figure (22) : Aspect de l'acidité de deux types de l'huile du grignon d'olive (**Photo originale**).

Les valeurs de l'indice d'acidité de l'huile issue des grignons traditionnels sont élevées (24.12%), alors que celles du moderne sont de moitié (12.52%).

Plus l'indice d'acidité est bas plus, l'huile est de meilleure qualité, donc l'huiles du grignon moderne est meilleure par rapport à celle du traditionnel, ceci d'une part, d'autre part, ces valeurs dépassent largement les 2%, ce qui donne à l'huile, d'après **Abaza et al (2002)**, un goût de savon.

Ces résultats pourraient être influencés par la maturité du fruit, par les variétés de l'olivier et la durée de conservation (**Touati et al ,2012**).

Conclusion

Notre travail a été consacré à une étude comparative entre deux types de grignons d'olive issus d'extraction traditionnelle et moderne, et à un essai de valorisation de ce sous-produit par l'extraction de son huile. La qualité des grignons a été mesurée par l'analyse des caractéristiques physico-chimiques, qui dépend principalement de la matière première (l'olive) et du processus d'extraction.

Cette étude nous a permis, selon les moyens disponibles, de déterminer les principales caractéristiques chimiques et physiques des grignons, afin d'en faire une comparaison entre les différents grignons utilisés (traditionnels et modernes).

A la lumière des résultats obtenus, les conclusions suivantes peuvent être tirées :

- Les grignons issus de l'extraction traditionnelle dont la teneur en eau est de 8.20% étaient trop humides par rapports aux normes, alors que les grignons issus de l'extraction moderne en étaient plus secs avec une teneur en eau de 10.78%.
- Le taux de cendres des grignons traditionnels (4.77%) était plus élevé que celui des grignons modernes (1.04%).
- L'acidité pour les deux types de grignons, était bonne, alors que l'indice d'acidité des grignons traditionnels était plus élevé (24.12%) que celui des grignons modernes (12.52%).
- Le rendement en matière grasse issue des grignons traditionnels était plus élevé (3.44%) que celui des grignons modernes (2.88%). Les deux types d'huiles présentaient une odeur et une saveur acceptables.

Afin d'atteindre les objectifs souhaités par la valorisation des grignons d'olives, des perspectives pour l'avenir sont proposées. On cite, entre autres :

- Le respect des techniques adéquates de cueillette et de stockage des olives.
- La subvention par l'état de l'oléiculture et la production de l'huile d'olive, d'une part, du fait de ses vertus sur la santé des consommateurs, et d'autre part, pour développer l'économie nationale dans ce domaine, tout en encourageant la diffusion de ce produit sur le marché international.
- L'application et la mise en œuvre du système HACCP au niveau des huileries, afin de garantir une meilleure qualité de l'huile.

- Le renforcement des services de contrôle de la qualité, d'analyse et d'évaluation qualitative.
- L'élimination de l'un des principaux polluants de l'oléiculture qu'est le grignon d'olive en le transformant en nouveaux produits à valeur ajoutée, dont l'huile de grignon d'olive issue de l'extraction de ces grignons par des solvants, qui est, elle même utilisée, notamment dans les unités de transformation du grignon en aliments de bétail ou en cosmétique dans la fabrication du savon.

Références bibliographiques

A

- **Abasa L., Ben Temime S., Mssalem M., Daoud D., Zarrouk M., Cherif A. 2002** . Etude comparative de la lipogenèse chez quelques variétés d'oliviers cultivées en Tunisia , Riv .Ital .dell Sostanze Grasse , 80 , 297 – 306 .
- **Abaza L., Taamali W, Ben Temime S, Daoud D., Guitiérrez F. Zarrouk M (2005)** .Composition antioxydante du naturel en corrélation avec la stabilité des mêmes huiles d'olive vierges tunisiennes. Riv .Ital .dell Sostanze Grasse, 80, 12-18.
- **Abuajah CI, Ogbonna AC, Osuiji CM (2015)**, Composants fonctionnels et propriétés médicinales du bois. Revue .J. Food Sci .Technol. 52 (5): 2522 -2529.
- Argenson C.9 RegisS., Jordan J.M Vayasse P (1999)** . L'olivier .Isbn : 2- 8791 – 66
- Amouretti M.C .Comet .G (1985)** le livre de l'olivier, édition Edisud, 1985. 173 pages.
- **Amelotti G, Morchio Sulla G (1985)** compositione sterolica de olio di oliva dipressione della provnincia di Lumperia Riv .Ital .Sost, Grasse, 55,107 – 110.
- **Awad A.B., Downie A.C., Fink C.S. (2000)**. Inhibition de la croissance et stimulation de l'apoptose par traitement au bêta-sitostérol des cellules cancéreuses du sein humaines MDA-MB-231 en culture. Int.J Mol.Med; 5, 541-555.

B

- Balatsouras (1987)** Encyclopédie mondiale de l'olivier conseil oléicole international, Pp, 295 – 342.
- Baccouri B., Ben Temime S., Campeol., E Cioni P. L., Daoud K., Zarrouk M (2007)**. Applications de la micro-extraction en phase solide à l'analyse des composés volatils dans les huiles d'olive vierges de cinq nouveaux cultivars. Food Chem .120, 850 -856.
- **Ben Temime S., Campeol E., Luigi Cioni P., Daoud D., Zarrouk M. (2006 b)** .Composés volatils de l'huile d'olive de Chétoui et variations induites par la zone de culture. Food Chem., 99, 315-325.
- Benrachou,N, (2017)**. Etude des caractéristiques physicochimiques de la composition biochimique d'huile d'olive issue de trios cultivars de l'Est algérien. Mémoire de doctorat . université Badji mokhtar annaba.
- Bendini A., Cerretani L., Carrasco - Pancorbo A., Gómez-Caravaca A.M., net al. (2007)**. Molécules phénoliques dans les huiles d'olive virigine: étude de leurs propriétés

sensorielles, effets sur la santé, activité antioxydante et méthodes analytiques. Un aperçu de la dernière décennie. *Molécules*, 12, 1679, 1719.

-Benhayoun G, Lazzeri Y. (2007). L'olivier en Méditerranée : du symbole à l'économie. Paris(France). L-

-Benyahia N, Zein K, (2003) analyse des problèmes de l'industrie de l'huile d'olive et solutions récemment développées. contribution spéciale de « Sustainable Business Associates » à l'atelier « Pollution and Development issues in the Mediterranean Basin » 2eme conférence internationale « Swiss Environmental solutions for Emerging Countries » (SECCEC) du 28-29 JANVIER 2003 à Lausanne, suisse .

- Boskou D. (1996). Huile d'olive, chimie et technologie. AOCS Press, Champaign IL., USA, pp.96-100.

- Bousсенadjı R (1995). Contribution à la connaissance analytique de l'huile d'olive algérienne *Olivae* 57 50- 53.

Boskou D., (2006). Chimie et technologie de l'huile d'olive, 2 ème édition, AOCS Press, 2006.

C

- CAR/PP (centre d'activités régionales pour la production propre), Catalogne , prévention de la pollution dans la production de huile d'olive , plan d'action pour la méditerranée ,2000.

-Cuellar .L.R, (1990) Amélioration de la qualité de l'huile d'olive de grignons d'olive, COI (T-15 / NC n °2 /Rév.10 .1990.

Cunha S.C., Oliveira M. B.P.P. (2005). Discrimination des huiles végétales par l'évaluation des triacylglycérols du profil par HPLC / ELSD. *Food Chem.*

-Cnuced (2005). CONFERENCE des NATIONS UNIES sur les COMMERCE et DEVELOPEMENT (2005) Accord international sur l'huile d'olive et les olives de table, Nations unies TD/OLIVE .10 /6.

-Conseil Oléicole Internationale (COI) 2000 Instituté de statistique Madagascar.

- COI norme commerciale applicable à l'huile d'olive et à l'huile de grignons d'olive, COI /T .15/NC n ° 2 / Rév .10 , 2001 .

-Conseil Oléicole Internationale (COI) T 33/doc n°2-4 2004 .guide de gestion de la qualité de l'industrie de l'huile d'olive : les moulins

-COI. L'olivier. 2006, p.1-2.

- Conseil oléicole internationale (COI) 15/NC n°3 RèV/8 février 2015 .norme commerciale applicable aux huiles d'olive et huiles de grignons d'olive.

-COI (Conseil Oléicole International). (2016) .T .15 /NC N ° 3 / Rév. 6 .Normes commerciales applicables aux huiles d'olive et huiles de grignon d'olive.

-Chiappetta, A., et Muzzalupo, I. (2012). Descriptio botanique. Dans Olive Germplazme - L'industrie de la culture de l'olive de table, et de l'huile d'olive en Italie, I. Muzzalupo, éd. (InTech).).

- **Codex Stan 66, 1987** (Normes codex pour les olives des tables) collaboration du conseil oléicoles international et du codex alimentarius 1981 (Rev -1-1987).

- Cunha S.C., Oliveira M. B.P.P. (2005). Discrimination des huiles végétales par l'évaluation des triacylglycérols du profil par HPLC / ELSD. Food Chem.

D

- Djaouf samia (2011), étude de l'influence des ajouts (grignon d'olive et foin) sur les caractéristiques physico – mécaniques de la brique de terre cuite, communication science and technologie, N° 9 Janvier 2011 COST .

- Degreyet W.I (1998). Effet du raffinage physique sur les composants mineurs sélectionnés dans les huiles végétales, 6 -8.

-De Leonardis A., Macciola V., De Felice M. (1998). Détermination rapide du squalène dans les huiles d'olive vierges par chromatographie gaz-liquide. Il. J. Food Sci. 1, 75-80.

- Di Giovacchino L(1991). l'extraction de l'huile des olives par les systèmes de pression de la centrifugation et de percolation : incidence de technologie d'extraction sur le rendement en huile , olivae , N° 36 .P , 15 , 1991 .

-Demonty I., Ras R.T., van der Knaap H.C., Duchateau G.S., Meijer L., Zock P.L., - Geleijnse J.M., Trautwein., E.A. (2009). Relation dose-réponse continue de l'effet hypocholestérolémiant LDL de l'apport en phytostérol. J Nutr 139, 271 284.

-De Stefani E., Boffetta P., Ronco A.L, (2000) .Stérols végétaux et risque de cancer de l'estomac: une étude cas-témoins à Uru.

E

-Echantillonnage méthodes iso 5555 : 2001.

-El Hajjouji H (2001): évolution des caractéristiques physico- chimiques , spectroscopiques et écotoxicologiques des effluents d'huileries d'olive au cours de traitements biologiques et chimique ,2007.

F

-Fakourelis N., Lee E.C., Minn D .B (1987) .Effects of chlorophyll and b-carotène on the oxydability stabil of oil oils .J.Food Schi., 52,234-235.

- Fedeli E .(1997) « Contrôle de qualité » In « Encyclopédie mondiale de l'olivier , Plaza & Janés éd –Barcelonne –Espagne , 2000 ,pp .286 – 287.

-Franceschi S., Bididi E., Vecchia C., Talami R., D Avanzo B., Wegni E. (1994). Tomates et risque de cancers de la voie digestive. Int. J. Cancer, 59, 181 184.

-Fedeli E .(1997) « Contrôle de qualité » In « Encyclopédie mondiale de l'olivier , Plaza & Janés éd –Barcelonne –Espagne , 2000 ,pp .286 – 287.

-Fouin J et Safari C;(2002). Le guide des huiles d'olive, éditions du Rouergue , 335p.

-Fouin J, Claude C, (2002) le guide des huiles d'olive, édition du Rouergue, 2002.

G

-Gallina Toshi T., Cerretani L., Bendini A., Bounli-Carbognin M., Lercker G. (2005). Stabilité oxydative et teneur phénolique de l'huile d'olive vierge: une approche analytique par des techniques traditionnelles et à haute résolution. J. Sep., 28,859_870.

- Giuffrida D., Salvo F., Salvo A., La Pera L., Dugo G.,(2007). Pigments composition in monovarietal virgin olive oils various Sicilian olive varieties . Food Chem 188 :279 -285.

-Giuffrida D, Salvo F, Salvo A., La Pera L., Dugo G (2007). Composition des pigments dans les huiles d'olive vierges monovariétales diverses variétés d'olives siciliennes. Chem Chem 188: 279-285

H

-Hammadi C., (2006) technologie d'extraction de l'huile d'olive et gestion de sa qualité ;

Bulletin mensuel d'information et de liaison du PNTTA. Rabat. N °143.

Argenson C., Regis S., Jourdain JM., vaysse P., 1999. L'olivier. les éditions (tifi 1999, 204 pages).

-Heredia-Moreno A.J., Fernandez-Bolonas R; Bejarano G. (1989). Grasas y Aceites, 40, 190-193.

K

-Kiritsakis A., Markakis P. (1987). L'huile d'olive: une revue. Adv. Food Res. 31, 453 -482.

-Kiritsakis A.K., Nanos G. D., Polymenopoulos Z., Thomai T., Sfakiotakis E. Y. (1998). Effet des conditions de stockage des fruits sur la qualité de l'huile d'olive. J. Am.Oil Chem.Soc., 75, 721 724.

-Kamal-Eldin A., Maatta K., Toivo J., Lampi A. M., Piironen V. (1998). Isomérisation catalysée par l'acide du fucostérol et du delta5-avénastérol. Lipids, 33: 1073 1077.

-Kaula C.M, Allen M.S, Bedgood D.R, Bishop, A. G., Prenzeler P. D, Robards K (2007) .Composés volatils de l'huile d'olive, développement de la saveur et qualité: examen critique. Food Chem. 100, 273-286.

-Klippel K.F., Hiltl D.M., Schipp B.A. (1997). Essai clinique multicentrique, contrôlé par placebo, en double aveugle, de bêta-sitostérol (phytostérol) pour le traitement de l'hyperplasie bénigne de la prostate. Groupe d'étude allemand BPH-Phyto. Br.J. Urol .; 80, 427-432.

-Kubo, A. Lunde, C.S. et Kubo, L. (1995). Activité antimicrobienne des composés d'arôme d'huile d'olive. J Agric. Food Chem, 43: 1629-1633. guay .Nutr .Cancer 37.ss 140-144.

L

-La norme (NF T60 -204) corps gras d'origines animale et végétale .Détermination de l'indice d'acide et l'acidité

-Loussert, R et Brousse, G(1978).L'olivierG.P. Minsonneuve.et larousse. France.pp.1-127-164-283.

-Law M. (2000). Plantez des margarines stérol et stanol et santé. BMJ; 25 mars; 320: 861 4.
Normen L., Holmes D., Frohlich J(20515). Stérols végétaux et leur rôle dans l'utilisation combinée avec des statines pour abaisser les lipides. Curr Opin Investig Drugs 2005; 6 mars 307 16.

-Lanzon A., Albi, T., Cert A., Gracian J. (1994). La fraction hydrocarbonée de l'huile d'olive vierge et les changements résultant du raffinage. Confiture. Oil Chem. Soc., 71, 285-291.

-Landrum J.T., Bone R.A. (2001). Lutéine, zéaxanthine et pigment maculaire. Archives de biochimie et de biophysique, 385, 28 40.

M

-Marchal P, (1989).Génie de la cristillation : application à l'acide adipique .INPT .Paris , France .
Mäkinen M. (2002). Hydroperoxydes lipidiques. Effets des tocophérols et de l'acide ascorbique sur leur formation et leur décomposition. (Thèse). Série EKT 1253. Université d'Helsinki. Département de chimie appliquée et de microbiologie. 44-90.

-Macheix J.J., Fleuriet A., Billot J. (1990). Phénoliques des fruits. CRC Press, Boca Raton, FL.

- Mejri, S., (2007). Traitement d'olives par des radiations gamma : effets sur certaines activités enzymatiques et sur la qualité de l'huile extraite. Thèse de master : science de l'environnement. L'institut National des sciences appliquées et technologie. P5. XS_066f T

-Mr Touati Lounis (2013) indice lipides et dosage des polyphénols et différentes échantillons Mémoire Valorisations des grignons d'olive Etude de cas : Essai de valorisation en Biocarburant en vue de l'obtention du diplôme de magister en filière alimentaire, Option technologie alimentaire d'université M' HAMES BOUGERARA BOUMERDESE

N

.Nefzaoui A, (1984,1985,1987, 1988) ; Valorisation des sous produits de l'olivier, In : Tisseran d J L (ed), Alibes X , (ed) : Fourrages et sous produits méditerranéens , Zaragoza : --
CIHEAM , 1991 ,p, 101-108 (options méditerranéennes : série A, séminaires méditerranéens ; n,16)

-**Nefzaoui A., Vanbelle M., (1983)**. Valorisation des sous-produits de l'olivier dans l'alimentation des ruminants en Tunisie. In : Valorisation des sous-produits de l'olivier, réunion du comité technique. FAO, Madrid, 17 Nov, p. 37-47.

-**Nefzaoui ,A . , (1991)** .Valorisation des sous – produits de l'olivier .Options Méditerranées. Série A. Séminaires Méditerranéens, 16 :101 -108.

- **Norme codex pour les olives de table. (CODEX STAN 66-1981)**.

-**Niaounakis .M, Malvadakis .c.P (2006)**. Gestion des déchets de traitement des olives (revue de la littérature et enquête sur les brevets) 2006.

-**Nergiz C., Unal K. (1990)**. L'effet des systèmes d'extraction sur les alcools triterpéniques et la teneur en squalène de l'huile d'olive vierge. Grasas Aceites, 41, 117-121.

O

- **Ollivier D (2003)** .Recherche d'adultération dans les huiles végétales : Application à la qualité des huiles vierges et notamment de l'huile d'olive .OCL.10, 315 -319.

- **Ollivier D., Souillol S., Guère M., Pinatel J. (2000)**. Donnés récents sur la composition en acides gras et en triglycérides d'huile d'olive vierges francaises.Nouvel olivier 13.13-18.

P

- **Pagnol, J. (1975)**. L'Olivier (Avignon: Aubanel). Perez- Jimenez F .(2005) . International conference on the healthyeffect of virigin olive oil .Eur . J.Clinic . Invest ., 35 , 421- 424 .

-**Perez-Jimenez F. (2005)**. Conférence internationale sur l'effet sain de l'huile d'olive vierge. EUR. J. Clinic. Invest., 35, 421 424

R

-**Rahmani M.(1989)**. Photooxydation des huiles d'olive : influence de la composition chimique. *Rev. Franç. Corps Gras*, 36 (9/10), 355-360.

-**Rivera del Álamo R M., Fregapane G., Aranda F., Gómez-AlonsoS., Salvador M D. (2004)**. Composition de stérol et d'alcool de l'huile d'olive vierge Cornicabra: la teneur en campestérol dépasse la limite supérieure de 4% établie par la réglementation de l'UE. *Food Chem*84: 533 537.

-**Roussoss ,praud G ., LakhtarH , .Aouid F ,.Labrousse Y ., BelkacemN ,.Macarie H et Artoud J (2009)** .Valorisation biotechnologique des sous-produits de l'olivier par fermentation en milieu solide ,P 293 – 300

- **Roger F, (1974)**. les industries des corps gras, édition Technique et documentation, 1974.

-**Roehilly, Y. (2000)**. La fabrication de l'huile d'olive : une étude bibliographique. CBEARC de Montpellier, 2000, p.6-22.

-Rayan D, Robards k (1998). Composés phénoliques dans l'olive analysée 123, 31-44.

S

-Sansouy R (FAO, ROME) (1984) : Utilisation des sous produits de l'olivier en alimentation animale dans le bassin méditerranéen: sur la base d'étude effectuée par : Ailles x , et Berge Ph en Espagne . Martilotti F en Italie, Nefzaoui A en Tunisie et Zoiopoulos P en Grèce M-23 isbn 92-5-201488-8.

-Sansouy , R., (1991). Problèmes généraux de l'utilisation des sous- produits agro-industriels en alimentation animale dans la région méditerranéenne. Options Méditerranéennes –Série Séminaires , 16 : 75-79

-Sánchez C J., Osorio Bueno E., Montaña García A. F., Martínez Cano M. (2004). Teneur en stérol et érythrodiol + uvaol des huiles d'olive vierges des cultivars d'Estrémadure (Espagne). Chimie alimentaire, 87, 25-230.

-Sanchez Cases G, De Nigiel Gordillo C, et Narin Exposito G 1999. La qualité de l'huile provenant de variété en Est trémadure en fonction de la composition et la maturation de l'olive, Olivariae 75 :31-6.

-Soulier J. Farines M. (1992). «» Dans Manuel des Corps Gras, Lavoisier éd. Tec et Doc, Paris, p. 95-104.

T

-Touati L ; 2012 : Valorisation des grignons d'olive, étude de cas : Essai de valorisation en biocarburant. 68p.

-Touati L ; 2012 : Valorisation des grignons d'olive, étude de cas : Essai de valorisation en biocarburant. 68p.

V

- Velasco J., Doabarganes C. (2002). Stabilité oxydative de l'huile d'olive. EUR. J.Lipid Sci. Technol., 104 (9-10), 66-676.

-Van Poppel G., Goldbohm R. A. (1995). Données épidémiologiques pour - prévention du carotène et du cancer. Amer.Clinical Nutrition, 62, 1493 1503.

W

-Wilt T.J., MacDonald R., Ishani A. (1999). Bêta-sitostérol pour le traitement de l'hyperplasie bénigne de la prostate: une revue systématique. BJU.Int., 83 976-983.

Z

<https://www.crespo.fr/notre-matiere-premiere/histoire-de-l-olive.html>

<https://www.planetoscope.com/fruits-legumes/1354-production-mondiale-d-olives.html>

- <https://www.planetoscope.com/fruits-legum> <https://www.agroligne.com/actualites/18934-1-huile-d-olive-algerienne-compte-se-positionner-sur-le-marche-mondial.html#1354-production-mondiale-d-olives.html>

- <https://www.agroligne.com/actualites/18934-1-huile-d-olive-algerienne-compte-se-positionner-sur-le-marche-mondial.html>

<https://www.capalgerie.dz/huile-dolive-lalgerie-9e-producteur-mondial/>

<https://www.algerie360.com/elle-enregistre-une-nette-hausse-durant-la-campagne-2014-2015-la-production-oleicole-seleve-a-49-millions-quintaux/>

<http://www.elmoudjahid.com/fr/mobile/detail-article/id/53859>

<https://www.oleiculteur.com/arbre.html>

<https://www.oliveoiltimes.com/fr/business/first-estimates-for-2019-2020-world-olive-oil-production-released-in-spain/68518>

<https://www.quechoisir.org/glossaire-huiles-d-olive-glossaire-n15993/#:~:text=Les%20huiles%20d'olive%20vierges,d%C3%A9cantation%2C%20la%20centrifugation%20et%20la>

<https://www.flehetna.com/en/lhuile-dolive-caracteristiques-et-vertus#:~:text=L'huile%20d'olive%20vierge,d%C3%A9cantation%2C%20la%20centrifugation%20et%20la>