



MAST 641.3-31 / 33  
République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université Abou Bekr Belkaid Tlemcen  
Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie  
et des Sciences de la Terre et de l'Univers

Département de Biologie

Mémoire de Fin d'Etudes

**Pour l'obtention du diplôme de MASTER en Biologie**

**Option : Sciences des aliments**

Présenté par

M<sup>elle</sup> BOUSSAFI Saliha

Inscrit sous le N° : .....
Date 2013 .....
Cote: 7790

**Thème**

**ESSAI D'AMÉLIORATION D'EXTRACTION D'HUILE D'OLIVE  
- ANALYSE PHYSICOCHIMIQUE ET ÉVALUATION  
SENSORIELLE**

**Soutenu le 26 Juin 2013 devant le jury composé de :**

Président :	Mr	BENMANSOUR.A	Professeur	U.A.B.Tlemcen
Encadreur :	Mr	BELLOUT.B	Maitre assistant	U.A.B.Tlemcen
Examineur:	Mr	LAZOUNI.HA	Maitre de conférences	U.A.B.Tlemcen
Examineur :	Mr	LEKHAL.A	Maitre de conférence	U.A.B.Tlemcen

*Année universitaire 2012-2013*



## Remerciement

Au premier, nous désirons adresser tous notre remerciements au dieu «*ALLAH SOBHANNAAHO WA TAALAA*» qui nous donné la volonté et le courage pour avoir réalisé ce travail.

Notre infinie gratitude et nos remerciements vont à l'endroit Mr. *BELLOUT.B*, maitre assistant dans le département de Biologie, Faculté des Sciences, Université Abou Bekr Belkaid de Nemcen, de m'avoir dirigé, orienté dans ce travail, je tien à lui exprimer mes profondes reconnaissances et sincères gratitudes.

A monsieur *BENMANSOUR.A*; Professeur au département de Biologie, Faculté des Sciences, Université de Nemcen qui a bien d'accepté de présider la commission de jury.

A Mr. *ALZOUNI.A*, maitre de conférences au département de Biologie, Faculté des Sciences, Université Abou Bekr Belkaid de Nemcen, qu'il veuille bien trouver ici l'expression de mes respectueux remerciements pour sa gentillesse, ainsi d'avoir m'honoré de

A Mr. *LEKHAL.A*, maitre assistant chargé de cours au département de Biologie, Faculté des Sciences, Université Abou Bekr Belkaid de Nemcen, pour ces gestes et sa gentillesse, et pou avoir accepté d'examiner notre travail.

Nous tenons à exprimer nos vifs remerciements à Mr. *DJALIL* et Mm *NADJA*, ingénieurs au laboratcire de *CGA*.

Sans oublier les personnes ayant aidé de prés ou de loin afin d'élaborer ce travail.

## Résumé

L'huile d'olive est un produit ancestral largement reconnu pour ses effets bénéfiques sur la santé humaine. Sa technique de fabrication a beaucoup évolué au cours du dernier siècle, notamment ces dernières années avec l'automatisation croissante des chaînes de production. La première partie de ce travail fait le bilan de ces différentes évolutions, puis la seconde détaille l'impact de chacune des étapes de fabrication sur sa composition nutritionnelle.

Nous avons ainsi étudié l'influence du broyage, des séparations liquide-liquide et solide-liquide. L'optimisation de ces étapes permet l'obtention d'une huile enrichie de façon endogène puisque tous les nutriments étaient présents dans l'olive. Mes travaux ont donc été réalisés dans le but de répertorier les différentes techniques de fabrication de l'huile, de les analyser étape par étape et d'optimiser les procédures dans les moulins de façon à obtenir une huile de très haute valeur nutritionnelle.

**Mots-clés :** huile d'olive, techniques d'extraction, composition, valeur nutritionnelle, analyse sensorielle.

## Abstract

Olive oil is an ancient product widely recognized for its beneficial effects on human health. Its manufacturing technique has evolved over the last century, particularly in recent years with the increasing automation of production lines. The first part of this work takes stock of these developments, and the second describes the impact of each stage of manufacturing its nutritional composition.

We have studied the influence of grinding, liquid-liquid and solid-liquid separation. The optimization of these steps allows oil enriched endogenously since all nutrients were present in the olive. My work has been performed in order to identify the various techniques of oil production, analyze step by step and to optimize processes in the mills to obtain an oil of high nutritional value.

**Keywords :** olive oil , extraction techniques , composition, value nutrition, sensory analysis.

## ملخص

زيت الزيتون منتج قديم معروف بصف واسعة لتأثيره الإيجابي على صحة الإنسان. تكنولوجيا التصنيع تطورت على مدى القرن الماضي وبخاصة في سنوات الأخيرة مع تدخل التشغيل الآلي في عملية التصنيع

الجزء الأول من هذا العمل يأخذ الأسهم من هذا التطورات و الثاني يصف تأثير كل دورة من تصنيع علي المكونات الغذائية

لقد درسنا تأثير عملية الطحن فصل السائل عن السائل و المواد الصلبة عن السائل. الاستفادة المثلي من هذه الخطوات سمح الحصول علي زيت غني

عملي كان يهدف إلي تحليل مختلف طرق تصنيع زيت الزيتون من أجل التعرف علي التقنيات المختلفة لتحليل انتاج الزيت خطوة بخطوة و تحسين العمليات في المطاحن للحصول على زيت ذو قيمة غذائية عالية

**كلمات مفتاحية:** زيت الزيتون, تكنولوجيا استخراج, مكونات, قيمة غذائية, التحليل الحسي .

## Liste des abréviations

COI : Conseil Oléicole International

L : litre

% : pourcentage

MEB : microscope électronique à balayage

°C : degré Celsius

CNUCED : Conférence des Nations Unies sur le Commerce Et le Développement

CEE : Communauté Economique Européenne

CA : codex alimentaire

AGMI : acides gras monoinsaturés

AGPI : acides gras polyinsaturés

AGS : acides gras saturés

BPH : Bonnes Pratiques d'Hygiène

K1 : constance de vitesse d'extraction du modèle de Pelgeon du modèle global (min  
x100g solide/g d'huile )

K2 : constance de capacité du modèle de Pelgeon du modèle global (100g solide/g  
d'huile )

mg : milligramme

kg : kilogramme

ml : millilitre

meq O<sub>2</sub>/kg : milliéquivalent d'oxygène par kilogramme

## Liste des figures :

<b>Figure 1</b> : Récolte des olives à la main (a) et au peigne manuel (b).....	9
<b>Figure 2</b> : Meule de granit à deux roues .....	11
<b>Figure 3</b> : Marteaux à 6 bras métalliques .....	11
<b>Figure 4</b> : Broyeurs à marteaux.....	12
<b>Figure 5</b> : Image au MEB de coalescence de gouttelettes d'huile.....	13
<b>Figure 6</b> : Bacs de malaxage.....	14
<b>Figure 7</b> : Presse hydraulique.....	15
<b>Figure 8</b> : Grignons secs à la sortie de la presse.....	16
<b>Figure 9</b> : Centrifugeuse 3 phases.....	16
<b>Figure 10</b> : Sortie d'une centrifugeuse 3 phases, à droite les grignons humides, à gauche l'émulsion huile/eau.....	17
<b>Figure 11</b> : (a) système à 2 phases ouvert, (b) huile d'olive à la sortie du système.....	18
<b>Figure 12</b> : Représentation de l'intérieur d'un système à deux phases et réglage de l'aiguille de prélèvement.....	19
<b>Figure 13</b> : Cuve de décantation en inox .....	20
<b>Figure 14</b> : Centrifugeuse. A droite sortie de l'huile d'olive, à gauche sortie des margines...	21
<b>Figure 15</b> : Avantages et inconvénients des systèmes de broyage.....	21
<b>Figure 16</b> : Avantages et inconvénients des systèmes de séparation solide/liquide.....	22
<b>Figure 17</b> : Avantages et inconvénients des systèmes de séparation huile/eau.....	23
<b>Figure 18</b> : Hydrolyse du glycérol et libération des acides gras.....	26
<b>Figure 19</b> : Auto-oxydation d'acide linoléique (Frankel, 1984).....	26
<b>Figure 20</b> : Schéma technologique de l'huile d'olive élaboré.....	41
<b>Figure 21</b> : Méthode d'analyse des germes totaux d'huile d'olive.....	47
<b>Figure 22</b> : fiche d'évaluation sensorielle (test hédonique).....	51
<b>Figure 23</b> : profile du test hédonique.....	56

## Liste des tableaux :

<b>Tableau 1</b> : Répartition de la production mondiale d'huile d'olive (campagne2009/2010) (COI, 2009a) .....	6
<b>Tableau 2</b> : Répartition de la consommation mondiale d'huile d'olive (campagne2009/2010) (COI, 2009b).....	6
<b>Tableau 3</b> :résultats de l'acidité et de l'indice de peroxyde et du pH .....	53
<b>Tableau 4</b> :résultats du test hédonique .....	55
<b>Tableau 5</b> :résultats microbiologie.....	56

## Sommaire :

Introduction :	1
I. Synthèse bibliographique:	4
1. Classification	4
2. Variété de l'olivier	4
3. Production d'huile d'olive	5
3.1. De l'olivier à l'huile d'olive	5
3.2 Méthodes de fabrication de l'huile d'olive	7
3.2.1 La récolte des olives :	8
3.2.2 Evolutions concernant la trituration des olives	10
3.2.3 Le malaxage	13
3.2.4 La séparation solide/liquide	14
3.2.5 Séparation huile/eau	19
3.2.6 Avantages et inconvénients des techniques	21
6 .Classification des huiles d'olive	24
7 . Caractéristiques qualitatives des huiles	25
7.1. Données physico-chimiques	25
7.2. Caractéristiques sensorielles	27
8 .Composition générale des huiles d'olive	29
8.1. Les acides gras	30
8.2. Les composés phénoliques	31
8.3. Les tocophérols	32
8.4. Les composés aromatiques	33
9 .les bénéfices sante associes a l'huile d'olive	33
10 .Hygiène et qualité	34
10.1 Hygiène des locaux et du matériel	34
10.2 Hygiène du personnel	34
10.3 Hygiène du matériel	35
10.4 Hygiène de l'eau	35
10.5 Gestion de la qualité des huiles produites	36
10.6 Les propriétés organoleptiques	37
11 .Gestion technique de la commercialisation	37
11.1Le conditionnement des huiles	37

11.2L'étiquetage de l'huile d'olive.....	37
11.3Instruction relative au jury de dégustation.....	38
II .Matériel et méthodes .....	40
1. Chaîne de fabrication de l'huile d'olive :.....	40
2. analyses physicochimiques.....	42
2.1 Acidité libre.....	42
2.2 indice de peroxyde.....	43
2.3 pH.....	46
3. Analyses microbiologique :.....	46
4.Analyse sensorielle .....	48
4.1 Test hédonique.....	50
III .Résultats et discussions.....	53
1. Résultats des Analyses physicochimiques.....	53
1.1 Indice d'acide.....	53
1.2 Acidité libre ou % en acide oléique.....	54
1.3 Indice de peroxyde.....	54
1.4 pH .....	55
2. Résultats d'analyses sensorielles.....	55
3. Résultats d'analyses d'analyse microbiologie .....	56
IV .conclusion.....	58
V .Références bibliographiques	

### **Introduction :**

L'huile d'olive est le produit méditerranéen par excellence. On la retrouve à travers l'histoire, depuis la civilisation grecque jusqu'à nos jours. Elle est la principale source de matières grasses du régime crétois ou du régime méditerranéen qui sont bien connus pour leurs effets bénéfiques sur la santé humaine. Si l'huile d'olive est un produit intéressant du point de vue nutritionnel ; c'est tout d'abord pour sa composition en acides gras. En effet elle est largement insaturée et contient une petite partie d'acides gras essentiels. Outre cette composition particulière en acides gras, l'huile d'olive est surtout intéressante pour ses composés minoritaires tels que les polyphénols. L'intérêt nutritionnel de ces composés phénoliques réside dans leur forte capacité anti-oxydante qui pourrait prévenir ou ralentir l'apparition de certaines maladies dégénératives ainsi que les maladies cardiovasculaires. Optimiser leur contenu dans l'huile d'olive présente donc un réel intérêt de santé publique.

L'huile d'olive est une huile de table directement issue d'un fruit sans recourir à des étapes de raffinage. En effet, selon les normes officielles, l'huile d'olive ne peut être obtenue qu'à partir du fruit de l'olivier et uniquement par utilisation de procédés physiques. L'absence d'étape de raffinage permet à l'huile d'olive de conserver tous ses antioxydants car ils ne vont pas être éliminés lors de ce procédé. L'olive étant un fruit riche en antioxydants (oleuropéine, ligstroside...), l'huile brute qui en résulte est elle aussi riche en composés antioxydants. Les principaux antioxydants de l'huile d'olive sont des dérivés de l'oleuropéine et du ligstroside et font donc partie de la classe des composés phénoliques. Ces composés vont permettre une bonne conservation de l'huile d'olive dans le temps puisque ces molécules ainsi que le tocophérol vont prévenir son oxydation.

C'est la principale espèce fruitière plantée en Algérie. Elle est présente à travers l'ensemble du territoire national, en raison de ses capacités d'adaptation à tous les étages bioclimatiques. Elle assure de ce fait des fonctions multiples de lutte contre l'érosion de valorisation des terres agricoles et fixation des populations dans les zones marginales. La production de l'huile d'olive a toujours été le principal objectif de la culture de l'olive malgré la préférence de sa consommation en tant que fruit.

Cependant et en parallèle de ce plan de développement, l'industrie de transformation des olives et par voie de conséquence la production de l'huile d'olive doit subir des ajustements.

Pour atteindre ces objectifs, nous avons mené en première partie une étude sur la consommation et la production d'huile d'olive à travers le monde. En suite nous avons étudié

**SYNTHÈSE**  
**BIBLIOGRAPHIQUE**

## I. Synthèse bibliographique:

### 1. Classification :

Selon Pagnol (1975), la position taxonomique de l'olivier est la suivante :

Règne	: Planta
Embranchement	: Spermaphytes
Sous Embranchement	: Angiospermes
Classe	: Monocotes
Sous Classe	: Gamopétales
Ordre	: Gentianales
Famille	: Oléacées
Genre	: Olea
Genre-espèce	: Olea europea

Selon Quezel et Santa (1963) on peut distinguer deux formes principales de l'olivier :

#### - **Olea europa sylvestris**

C'est l'olivier sauvage, caractérisé par des rameaux longs, des fruits très petits et un aspect buissonnant de l'arbre, l'olivier est appelé en arabe Zeboudj.

#### - **Olea europa sativa**

C'est l'olivier cultivé, interne, dont les fruits plus gros que ceux du précédent, sont destinés à la consommation. L'arbre est plus gros que celui de l'olivier sauvage.

### 2 .Variété de l'olivier

- **Le chemlal** : variété cultivée essentiellement en grand Kabylie, elle se trouve dans d'autres régions en Algérie. Elle représente 40% des oliviers cultivés, le rendement en huile est de 18 à 22% .

- **La limli** : c'est une bonne variété à huile. Elle est cultivée dans la vallée ouest de la Soummam et en grande Kabylie en association avec le chemlal elle représente 8% du verger oléicole algérien, le rendement de l'huile est de 20 à 24%
- **Rougette et Blanquette de guelma** : ces deux types d'huile se trouvent en mélange dans les régions de l'est du pays, avec un rendement de 18 à 22%
- **L'azeradj** : occupe 10% de la superficie oléicole nationale, se trouve en Kabylie, les fruits sont assez gros 3 à 5g avec un rendement en huile de 24 à 28%.
- **Rougette de mitidja** : cette variété fréquente dans la plaine Mitidja et sur les piedmonts de l'Atlas, à faible altitude. Le rendement est de 18 à 20%.
- **Sigoise** : variété d'Oranie est beaucoup appréciée.

### 3. Production d'huile d'olive

#### 3.1. De l'olivier à l'huile d'olive

Si la production de l'huile d'olive est actuellement en plein essor, celle-ci n'est pas un produit du XXI<sup>e</sup> siècle. En effet des fossiles de fragments d'olivier datant du XII<sup>e</sup> millénaire ont été retrouvés autour de la Méditerranée (Conseil Oléicole International, COI, 1997). L'olivier et l'huile d'olive font partie intégrante de l'histoire du bassin méditerranéen et on les retrouve au fil des siècles à travers différents mythes et croyances. De tout temps l'olivier a été associé à des vertus telles que la sagesse, la paix, la victoire, la richesse et la fidélité.

Il y a aujourd'hui près d'un milliard d'oliviers (*Olea europaea L.*) cultivés à travers le monde et cela sur presque tous les continents. Plus de 90% des oliviers sont cultivés dans le bassin méditerranéen, notamment en Espagne, en Italie et en Grèce. Il existe plus de cent variétés d'oliviers, cultivées en fonction de leur objectif final. Les olives peuvent avoir deux grandes utilisations : la première est l'utilisation en tant que fruit entier ou encore appelée "olives de table", la seconde est pour la production d'huile d'olive. La production mondiale d'olives de table est d'environ un million de tonnes soit 10 % de la récolte totale d'olives. La grande majorité des olives est donc utilisée pour la fabrication de l'huile d'olive.

Après une forte augmentation au cours des années 1990, la production mondiale d'huile d'olive reste relativement stable depuis le début des années 2000 avec une production annuelle située entre 2,4 et 3,2 millions de tonnes (COI, 2009a). Les variations observées d'une année à une autre sont dues à la fois aux conditions climatiques et au fait que les olives

ne grandissent que sur des bois de 2 ans (récolte bisannuelle). La production mondiale est grandement influencée par celles de l'Espagne et de l'Italie qui représentent à eux seuls près des 2/3 de la production mondiale (Tableau 1).

**Tableau 1 :** Répartition de la production mondiale d'huile d'olive (campagne 2009/2010) (COI, 2009a)

Pays	Production (1000 tonnes)	Production (% total Monde)
Espagne	1200	41,6
Italie	540	18,7
Grèce	348	12,1
Portugal	50	1,7
France	5	0,2
<b>Total Europe</b>	<b>2148,4</b>	<b>74,6</b>
Syrie	150	5,2
Turquie	147	5,1
Tunisie	140	4,9
Maroc	95	3,3
Algérie	50	1,7
<b>Total Monde</b>	<b>2881,5</b>	

**Tableau 2 :** Répartition de la consommation mondiale d'huile d'olive (campagne 2009/2010) (COI, 2009b)

Pays	Consommation (1000 tonnes)	Consommation (% total Monde)
Italie	710	25,0
Espagne	560	19,7
Grèce	220	7,7
France	108,8	3,8
Portugal	74	2,6
Royaume	55,5	2,0
Allemagne	51,4	1,8
<b>Total Europe</b>	<b>1856,5</b>	<b>65,4</b>
Etats Unis	260	9,2
Syrie	120	4,2
Turquie	98	3,5
Maroc	70	2,5
Algérie	50	1,8
Brésil	42,5	1,5
Tunisie	35	1,2
Japon	29,5	1,0
<b>Total Monde</b>	<b>2839</b>	

Parmi les principaux pays producteurs européens, seule l'Espagne a très significativement augmenté sa production d'huile d'olive depuis la campagne 1999/2000, le

reste des pays européens a eu une production stable voire légèrement décroissante (Italie, Grèce). La production française a été multipliée par 4 entre 1990 et 2000 et se situe autour des 4 000 tonnes depuis le début des années 2000 soit seulement 0,2% de la production européenne. Les principaux pays producteurs sont également les principaux consommateurs de cette huile. Le tableau 2 donne la consommation globale des principaux pays consommateurs d'huile d'olive.

L'Italie et l'Espagne apparaissent une nouvelle fois en première ligne de ce classement, cependant ce tableau ne tient pas compte de la population des différents pays.

En effet, si l'on calcule la consommation par habitant, la Grèce arrive en tête avec environ 20 L d'huile par an et par habitant, loin devant les 12 L annuels des Espagnols et des Italiens. En France, 1,5 L d'huile d'olive est consommé par habitant chaque année. La production et la consommation de cette huile française se fait principalement dans les régions proches de la Méditerranée.

Les tableaux 1 et 2 montrent que l'huile d'olive est principalement un produit méditerranéen, tant pour ce qui est de sa production que pour sa consommation. Cette production millénaire joue un rôle important dans l'économie de ce bassin et elle fait également partie de sa culture et de son régime alimentaire (Keys, 1980 ; Viola, 1987). Cependant, à l'échelle mondiale, les 3 millions de tonnes d'huile d'olive ne représentent qu'environ 2,5% des huiles de tables (Boskou, 1996), loin derrière l'huile de soja, l'huile de palme, l'huile de colza et l'huile de tournesol (Harwood, 2000).

### **L'oléiculture en Algérie**

L'Algérie fait partie des principaux pays méditerranéens dont le climat est des plus propices à la culture de l'olivier. Elle se positionne après l'Espagne, l'Italie, la Grèce et la Tunisie qui sont par ordre d'importance, les plus gros producteurs d'huile d'olive (**Tsagariki et al., 2007**).

Le patrimoine oléicole algérien est estimé à 32 millions d'oliviers, ce qui représente 4,26% du patrimoine mondial. La production annuelle en huile a atteint 35.000 tonnes et celle de l'olive de table 80.000 tonnes.

Comparée à celle de la Tunisie, la production de l'Algérie en huile d'olive ne représente qu'un tiers. La Tunisie produit environ 110000 tonne dont elle exporte 30% essentiellement en Europe et 70% est réservée à la consommation locale (**Bensemmane, 2009**).

### **3.2 Méthodes de fabrication de l'huile d'olive :**

Selon le COI, l'huile d'olive est une huile obtenue à partir du fruit de l'olivier, à l'exclusion des huiles obtenues par extraction avec des solvants, par des procédures de réestérification, ou par n'importe quel mélange avec d'autres types d'huiles. A la différence des autres huiles végétales ou d'autres produits tels que le vin, l'huile d'olive ne requiert aucune étape de raffinage ni aucune transformation chimique. Grâce à cette simplicité procédurale, l'huile d'olive a pu être fabriquée depuis l'antiquité. La technique a subi de nombreuses évolutions au cours du temps qui peuvent être regroupées en deux grandes catégories : les évolutions relatives au broyage des olives et les évolutions relatives à la séparation des différentes phases. Entre ces deux grandes étapes, la pâte d'olive est malaxée afin d'être homogénéisée et de permettre la coalescence des gouttelettes d'huile.

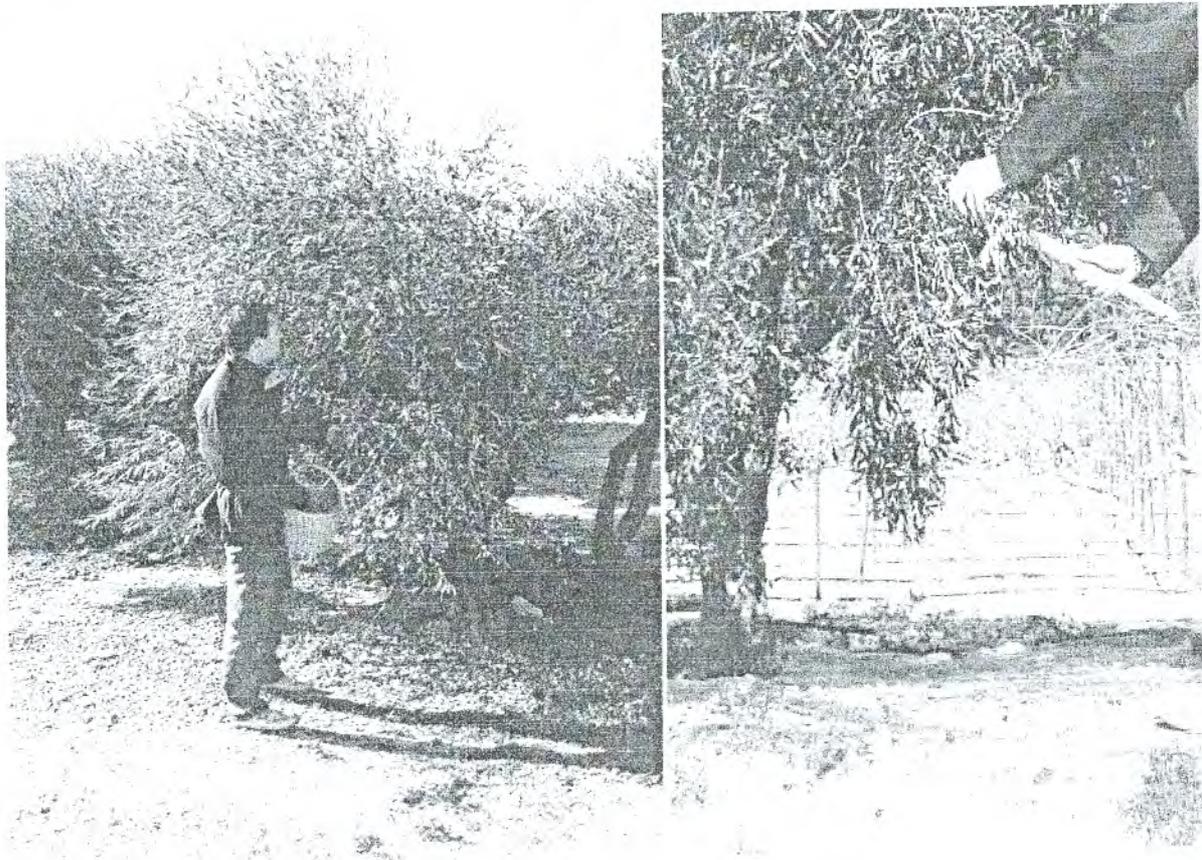
Lors de leur arrivée chez un moulinier, les olives sont pesées puis passent généralement dans un système de laveuse-effeuilleuse qui va les nettoyer et permettre d'en retirer les impuretés (terre, cailloux, feuilles...) avant le broyage. Le broyage (ou trituration) des olives a pour but de détruire les cellules des olives afin que celles-ci puissent ensuite libérer leur contenu. A ce stade du procédé les olives sont réduites en une pâte plus ou moins homogène qui devra être malaxée. Outre le rôle d'homogénéisation de la pâte, le bac de malaxage permet la coalescence des gouttes d'huile : les microgouttelettes d'huile qui viennent d'être libérées de leurs lipovacuoles cellulaires vont se regrouper afin de former des gouttes de plus grande taille qui seront plus faciles à extraire de la pâte. La pâte malaxée va ensuite être pressée ou centrifugée horizontalement afin de séparer les phases solides et liquides. La phase solide contient les restes des noyaux ainsi que la peau et la pulpe des olives dépourvue de son huile. Cette phase solide s'appelle « grignons » et constitue l'un des deux principaux coproduits de la fabrication de l'huile d'olive. La phase liquide est un mélange d'eau et d'huile qu'il faut séparer. Cela se fait soit par simple décantation gravitationnelle, soit par centrifugation. Dans les deux cas la phase aqueuse aussi appelée « margines » est séparée de l'huile et constitue le second coproduit de la fabrication de l'huile d'olive. La phase grasse est l'huile d'olive pure ; comme aucun traitement ni aucune réaction chimique supplémentaire n'est nécessaire, l'huile d'olive est comestible en l'état.

#### **3.2.1 La récolte des olives :**

La période de récolte des olives va de septembre à février en fonction de l'utilisation des olives (olives de table plus précoce que pour l'huile) ainsi qu'en fonction de la variété

d'olives (*Picholine* variété précoce, *Tanche* variété tardive). Les conditions climatiques ainsi que la région de production ont également un impact sur la vitesse de maturation des olives et donc sur la période optimale de récolte.

Il existe de nombreuses techniques de récolte des olives variant en fonction de la destination finale de ces olives, de la nature du sol et de la superficie de l'exploitation. La méthode traditionnelle est la récolte à la main (Figure 1a); c'est la plus respectueuse de l'arbre mais la récolte est fastidieuse et très longue donc cette technique n'est plus utilisée que pour les olives de table (car elles ne doivent pas être abimées). La méthode la plus communément utilisée en Provence est la cueillette au peigne manuel (Figure 1b) : les oléiculteurs déposent un filet sur le sol et utilisent un peigne qui va arracher les olives de la branche et les faire tomber sur le filet.



**Figure 1** : Récolte des olives à la main (a) et au peigne manuel (b)

Il existe maintenant des systèmes de peignes mécaniques équipés d'un moteur faisant tourner les peignes au bout d'un manche télescopique. Cette technique permet une récolte plus rapide des olives et reste peu traumatisante pour les oliviers. En Espagne ou en Italie la

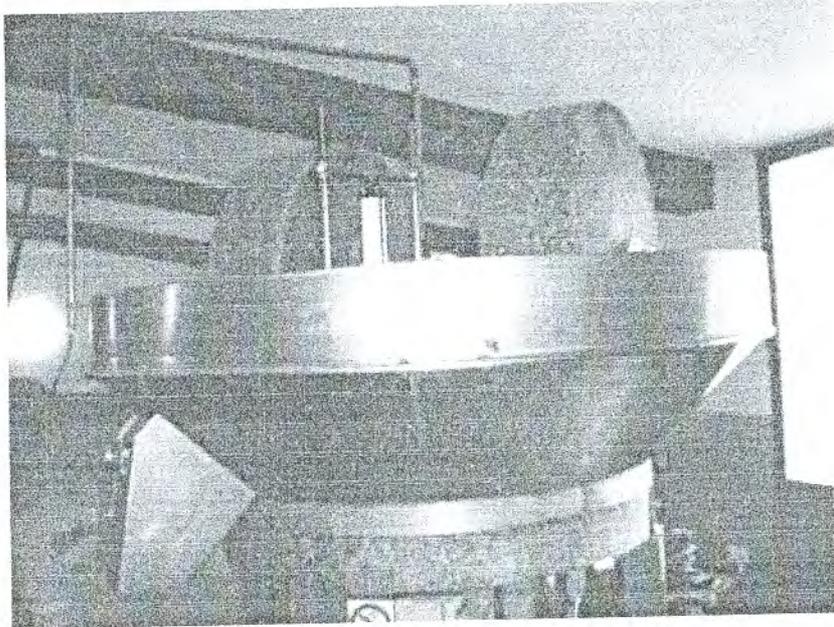
technique la plus utilisée sur les grandes exploitations est celle par vibration des branches : des pinces métalliques viennent enserrer le tronc de l'olivier et une vibration à haute fréquence va être appliquée au tronc. Les olives mûres vont alors tomber de l'arbre et peuvent être utilisées pour la production d'huile. Le principal inconvénient de ce système, outre son coût à l'achat, est les dégâts qu'il peut occasionner aux jeunes rameaux des oliviers.

### **3.2.2 Evolutions concernant la trituration des olives :**

Les tous premiers systèmes de trituration des olives fait pilait les olives dans de grands mortiers. La pâte obtenue était alors extrêmement grossière et très peu d'huile pouvait en être retirée.

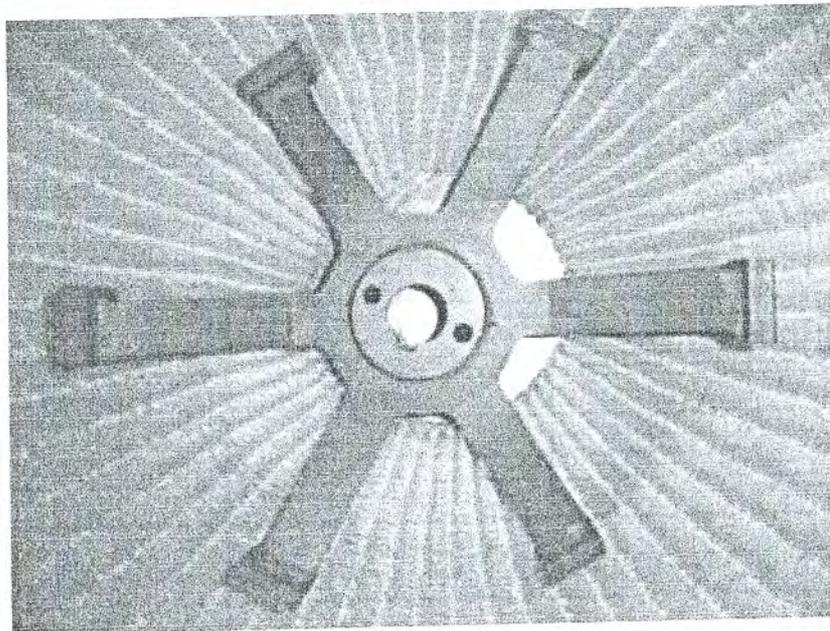
Cette technique peu pratique car difficilement applicable à grande échelle et surtout peu efficace, a peu à peu été remplacée par des broyeurs à meule. La forme des meules (conique, cylindroconique, cylindrique) a évolué au cours des siècles, mais le principe de base est toujours le même : le poids de la pierre et sa rotation sur les olives vont détruire les olives et ainsi libérer le contenu cellulaire des drupes. Les premiers moulins disposant de roues de granit faisaient partie de la catégorie des moulins à sang (moulin nécessitant une force animale ou humaine pour effectuer les rotations). Les animaux de la ferme servaient alors de force motrice pour entraîner la roue de granit. Les animaux les plus souvent utilisés étaient les chevaux et les vaches. Les principaux défauts de cette technique est la place nécessaire pour permettre le mouvement circulaire de l'animal autour du pressoir et la lenteur du procédé.

Les moulins à sang ont ensuite été remplacés petit à petit par des moulins à eaux qui ont permis d'augmenter le nombre de meules en action et donc de réduire les temps de trituration. Au cours du XXe siècle, les moulins se sont modernisés et électrifiés. Les roues de granit sont aujourd'hui entraînées par des moteurs électriques, ce qui facilite le travail et permet de travailler avec de 2 à 5 roues de granit identiques (Figure 2) ou de différentes tailles.



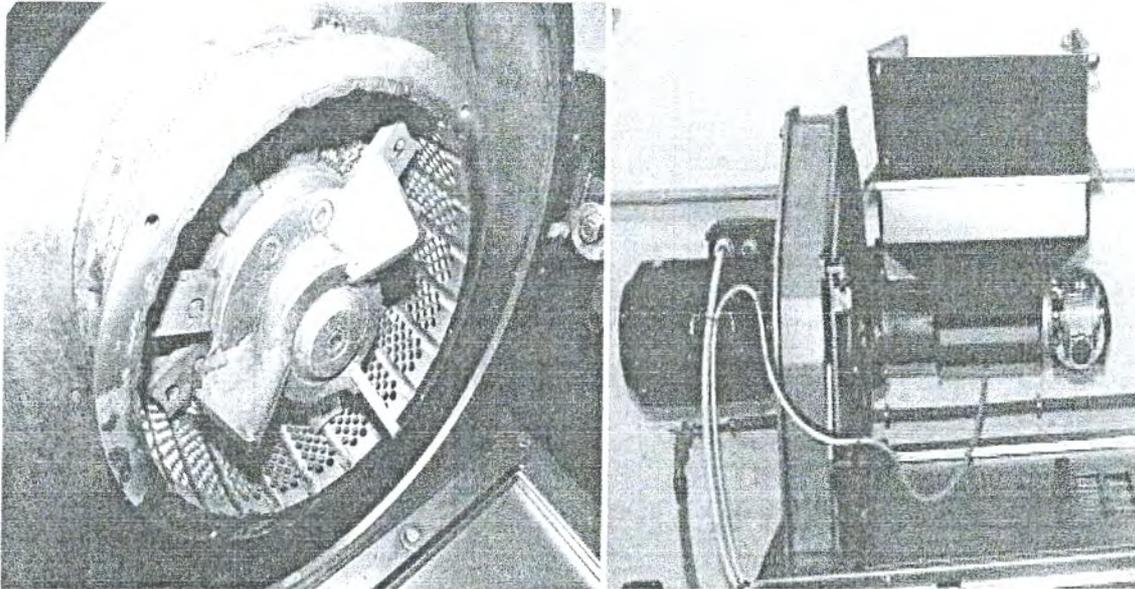
**Figure 2 :** Meule de granit à deux roues

Même si l'électrification des systèmes de trituration des olives a permis d'augmenter l'efficacité du système et de réduire le travail des mouliniers, ce procédé reste relativement long compte-tenu de l'augmentation de la demande en huile et de l'accroissement en taille des moulins. Pour cela, différents systèmes de broyeurs métalliques ont été développés (Figure 3). Ils peuvent être regroupés en trois catégories : les broyeurs à marteaux (Figures4), les broyeurs à couteaux et les broyeurs à disques.



**Figure 3 :** Marteaux à 6 bras métalliques

Dans tous les cas, les bras métalliques avec des arêtes vives sont placés sur un axe entraîné par un moteur électrique à une vitesse de 1000 à 3000 tours par minute. Les olives sont introduites dans le broyeur et elles vont être déchiquetées par la vitesse de rotation des bras métalliques. Dans le cas des marteaux, différents bras de différentes longueurs sont placés autour d'un axe central (Figure 3). Afin de mieux broyer les olives, ces bras sont également légèrement désaxés les uns par rapport aux autres.



**Figure 4 :** Broyeurs à marteaux

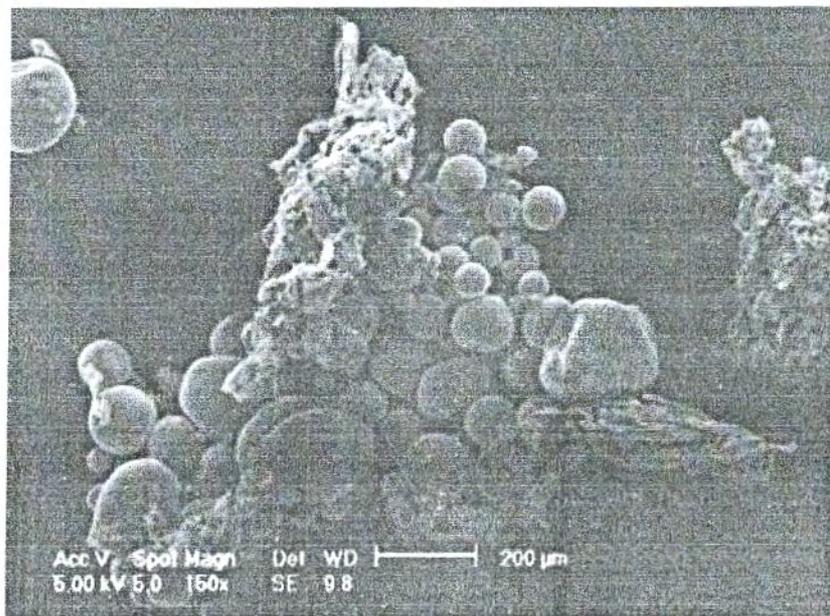
La cavité dans laquelle tournent les bras métalliques n'est pas hermétique mais entourée d'une grille. Le diamètre des trous de la grille peut être variable mais c'est un paramètre important car il va déterminer la granulométrie de la pâte d'olive. En effet, une fois broyées, les olives devront passer à travers la grille avant de tomber dans le bac de malaxage. Les systèmes métalliques permettent d'accélérer le processus de broyage, donc d'augmenter les volumes de production journaliers et ils sont particulièrement adaptés pour des systèmes de production en continu. Dans ce type de système, le moulinier n'a jamais à manipuler directement la pâte d'olive car celle-ci est convoyée automatiquement d'un appareil à un autre.

Depuis quelques années de nouvelles innovations sont apparues sur le marché. La plus importante est sûrement celle du dénoyautage des olives avant le broyage. Les résultats obtenus par cette nouvelle technique semblent assez contradictoires donc il est difficile d'évaluer son impact réel. Certaines publications vantent les bienfaits du dénoyautage sur la

teneur en phénols (augmentation de 75 à 110%, (Amirante, 2006)) dans l'huile d'olive et l'expliquent par le fait que de nombreuses enzymes de dégradation sont présentes dans les noyaux. Del Caro *et coll.* (2006) ont trouvé de plus faibles teneurs en phénols dans les huiles issues d'olives dénoyautées mais une meilleure stabilité de l'huile dans le temps (notamment grâce à une plus forte teneur en tocophérols). Une étude parue dans le « Journal of American Oil Chemist Society » qui est souvent utilisé comme référence pour l'analyse des huiles, montrait quand à elle qu'aucune différence significative entre une huile obtenue à partir d'olives dénoyautées ou non dénoyautées ne pouvait être attribuée à cette technologie (Patumi, 2003).

### 3.2.3 Le malaxage

Quelle que soit la technique de trituration, une étape est indispensable avant la séparation des différentes phases de la pâte, il s'agit du malaxage. Le malaxage a pour but d'homogénéiser la pâte d'olive, mais il va également et surtout permettre la coalescence des gouttelettes d'huile. La figure 5 est une photographie de microscope électronique à balayage (MEB) montrant le regroupement de ces gouttelettes d'huile qui formeront ensuite de grosses gouttes facilement séparables de la matière solide.

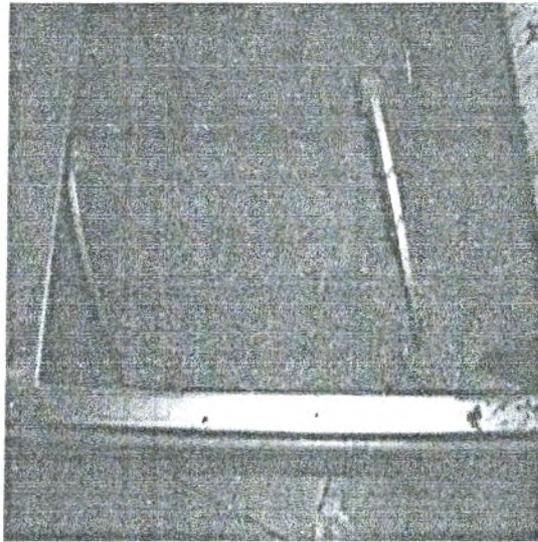


**Figure 5 :** Image au MEB de coalescence de gouttelettes d'huile

Le malaxage est une étape très contrôlée car les mouliniers ont la possibilité de chauffer la pâte d'olive afin de faciliter la coalescence et donc d'augmenter les rendements, mais la pâte d'olive ne doit en aucun cas dépasser les 27°C pour que l'huile d'olive puisse porter la

mention « extraction à froid ». Les bacs de malaxage sont le plus souvent fermés, de façon à retenir les arômes de la pâte et à limiter son oxydation.

Selon le procédé de trituration utilisé, de 1 à 3 bacs de malaxage peuvent être montés en série (Figures 6). Le malaxage se fait par rotation lente d'une vis sans fin qui va retourner continuellement la pâte. Les broyeurs métalliques ont tendance à augmenter l'émulsion entre l'huile et l'eau, par conséquent les temps de malaxage et/ou le nombre de bacs de malaxage sont plus importants que pour les systèmes à meule de granit. Le temps de malaxage varie en général entre 15 et 30 minutes.



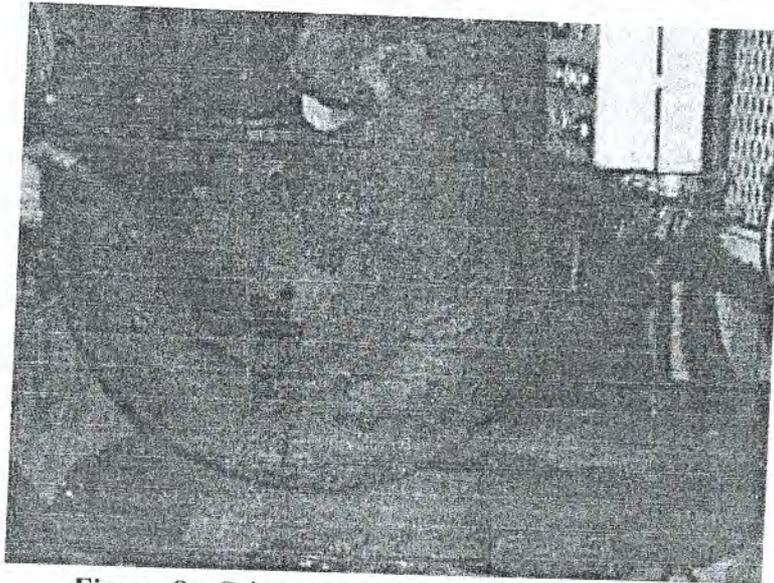
**Figure 6 :** Bacs de malaxage

### **3.2.4 La séparation solide/liquide :**

Une fois la pâte d'olive homogénéisée et la coalescence effectuée, l'étape suivante consiste en la séparation de la phase solide et de la phase liquide. Deux systèmes de séparation de phases sont utilisés : un système de presse et un système de centrifugation horizontale.

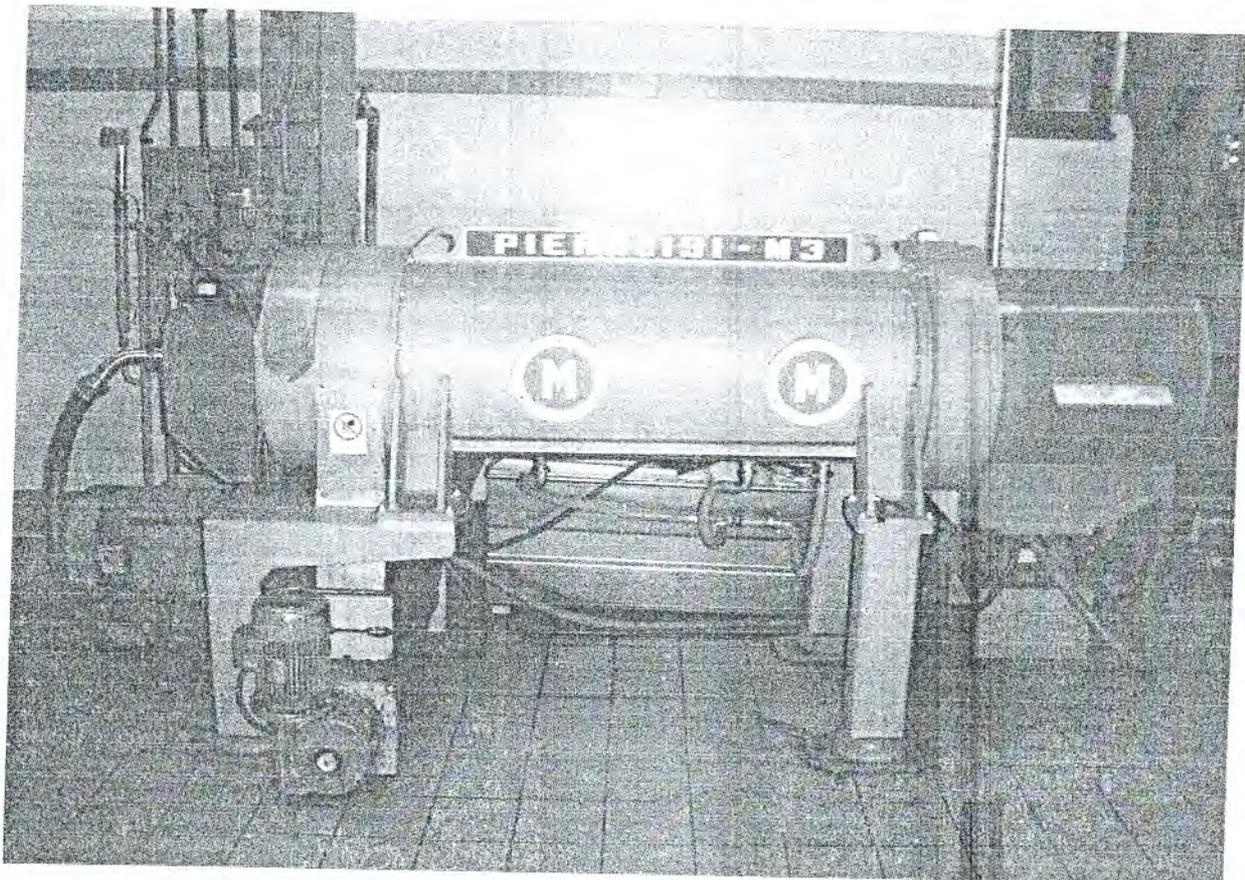
La presse est utilisée depuis les débuts de la fabrication de l'huile d'olive. A l'origine, la pâte d'olive était placée dans des doubles disques de fibre de coco tressée, reliés par le bord extérieur et percés au centre, appelés « courtins ». Le moulinier chargeait la pâte dans ces derniers, puis empilait les disques avant de les presser à la force des bras.

Le principe reste le même aujourd'hui, mais les fibres de coco ont été remplacées par des fibres de nylon et les disques ne sont plus reliés entre eux par le bord extérieur. Cela permet un meilleur nettoyage des disques et ainsi une limitation des phénomènes de moisissure et de



**Figure 8 :** Grignons secs à la sortie de la presse

Le progrès technologique a permis le développement de systèmes automatisés et moins fastidieux que les presses : il s'agit des centrifugeuses horizontales à 2 ou à 3 phases, aussi improprement nommées décanteurs. Les centrifugeuses horizontales à 3 phases ont été les premières à être développées (Figure 9).

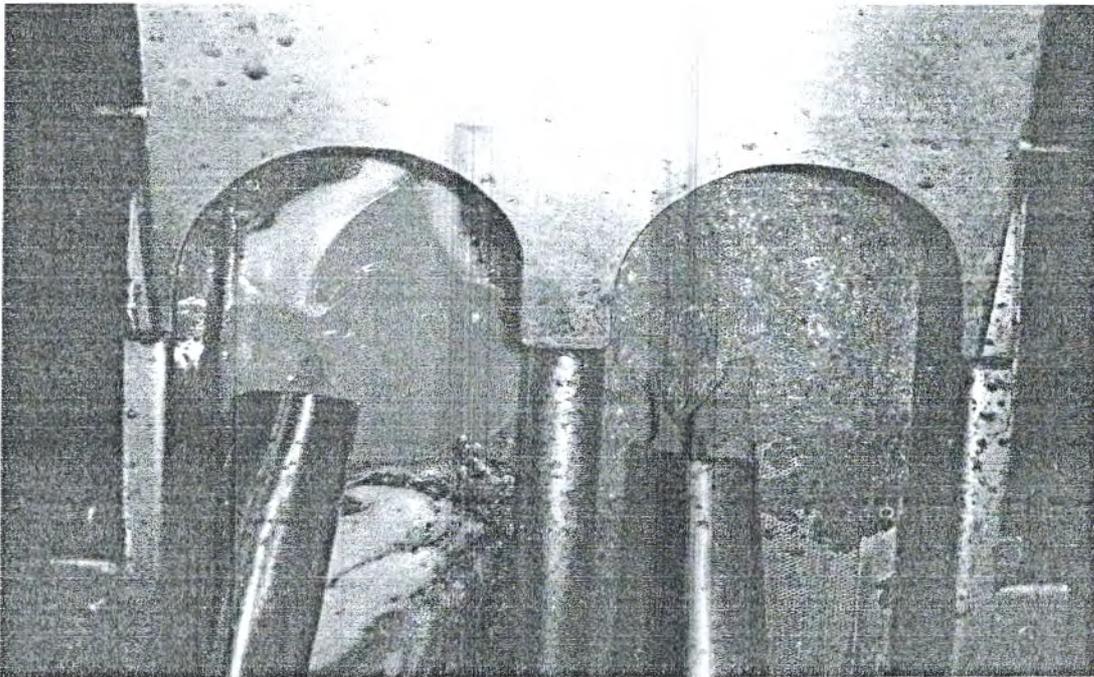


**Figure 9 :** Centrifugeuse 3 phases

Ces centrifugeuses sont dites à trois phases car elles séparent :

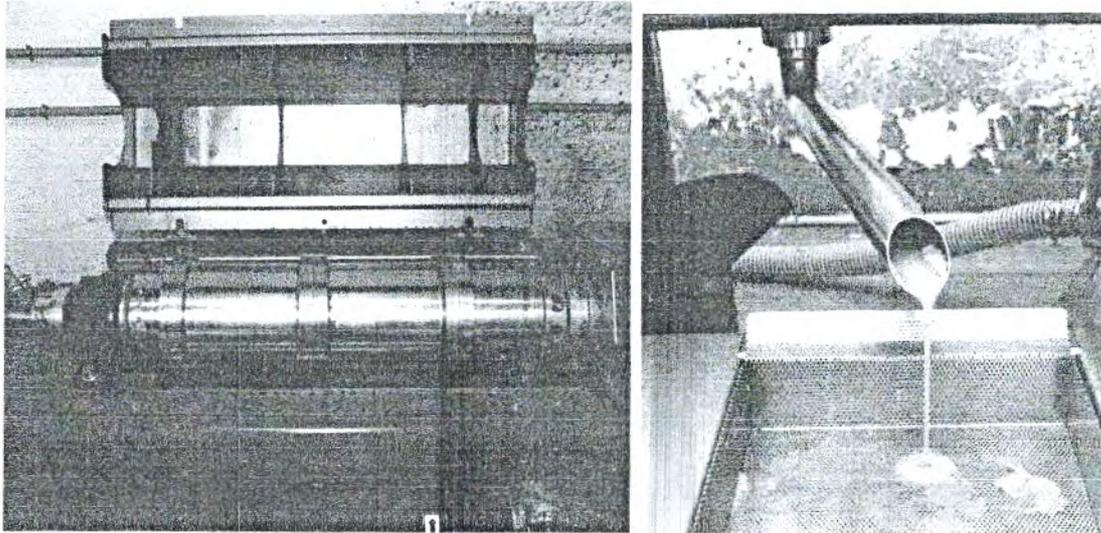
- Les grignons
- L'huile avec un peu d'eau
- Les margines avec un peu d'huile

Les deux phases liquides n'étant pas bien séparées, les deux dernières phases sont regroupées et envoyées dans une centrifugeuse verticale (voir plus bas). Le principal inconvénient de ce type de système est qu'il requiert un grand ajout d'eau pour fonctionner. L'eau ajoutée va se mélanger aux margines et donc grandement augmenter le volume de coproduits à éliminer. A la sortie de la centrifugeuse, on se retrouve avec d'un côté des grignons très humides et de l'autre une émulsion huile/eau (Figure 10).



**Figure 10 :** Sortie d'une centrifugeuse 3 phases, à droite les grignons humides, à gauche l'émulsion huile/eau

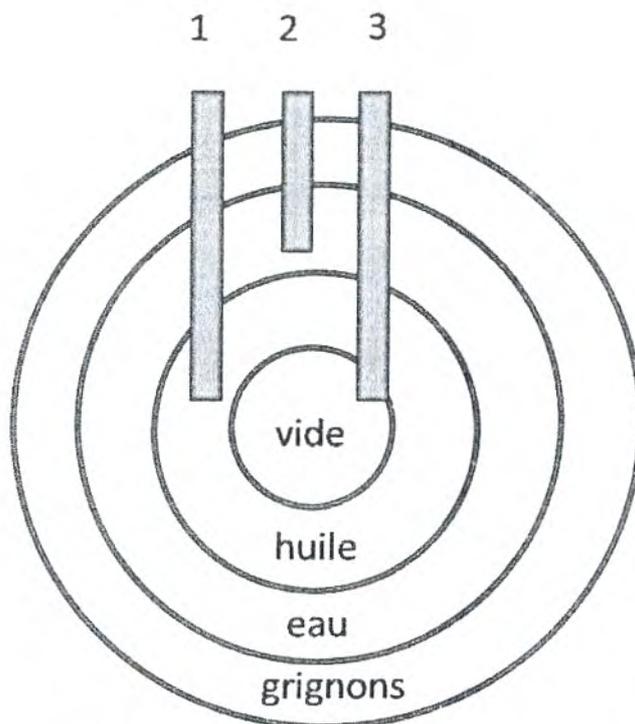
Les avancées technologiques et une meilleure compréhension des phénomènes se passant au sein de la centrifugeuse ont permis de développer des centrifugeurs horizontaux à 2 phases (Figure 11a). L'intérêt majeur de ce type de système est qu'aucune étape supplémentaire n'est requise après centrifugation : lorsque l'appareil est bien réglé, l'huile d'olive sera directement séparée des grignons humides (Figure 11b).



**Figure 11 :** (a) système à 2 phases ouvert, (b) huile d'olive à la sortie du système

Différents réglages permettent d'obtenir ce résultat. Tout d'abord le moulinier doit régler la quantité d'eau à ajouter au système afin de ne pas colmater la centrifugeuse. Ceci est à adapter à chaque lot d'olives à triturer car il dépend de sa teneur de départ en eau.

Ensuite le paramètre le plus critique à régler est celui de la profondeur de l'aiguille de prélèvement de l'huile. Comme indiqué figure 12, un réglage défectueux va engendrer une huile de très mauvaise qualité ou un très faible rendement.



**1 :** Prélèvement idéal, la sonde plonge dans la couche d'huile sans margines ni grignons

**2 :** Prélèvement pas assez profond: le moulinier sortira un mélange eau/huile avec beaucoup de boues

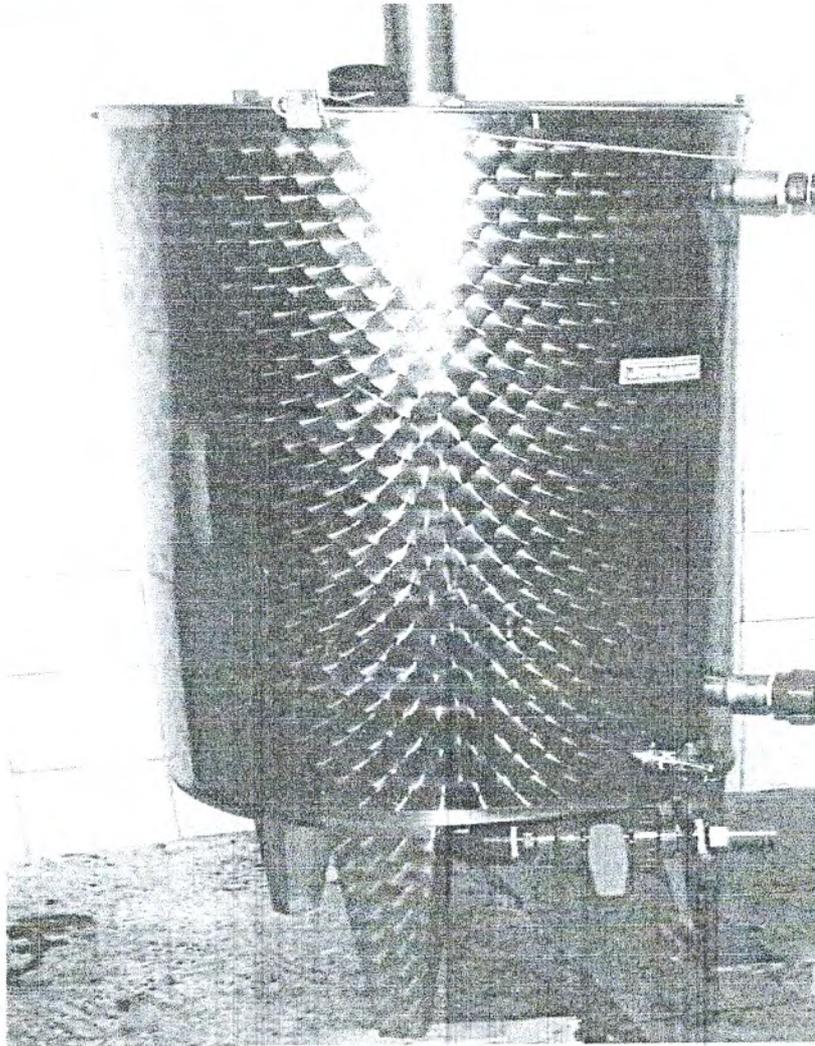
**3 :** Prélèvement trop profond: l'huile sera très claire et il y aura beaucoup de perte d'huile dans les grignons, donc baisse de rendement

**Figure 12 :** Représentation de l'intérieur d'un système à deux phases et réglage de l'aiguille de prélèvement

D'autres systèmes moins couramment utilisés ont également été développés, c'est notamment le cas de la méthode Sinolea (Sinolea 1991). Après broyage des olives, les peignes métalliques du dispositif Sinolea vont alternativement plonger dans la pâte d'olive, se soulever puis l'huile qui se sera déposée sur le peigne va être raclée. Ce système est basé sur un phénomène physique simple : l'eau et l'huile ont des tensions superficielles très différentes, ce qui fait que l'huile adhère plus facilement que l'eau sur une surface métallique. Lorsque le peigne du Sinolea plonge dans la cuve de pâte, les gouttelettes d'huile vont adhérer à la surface métallique, il suffira donc ensuite de retirer ce peigne de la pâte d'olive et de le racler pour en déloger l'huile d'olive pure. A chaque cycle seules quelques gouttes d'huile vont être retirées ce qui fait du Sinolea un procédé relativement long. L'autre principal défaut de cette technique est le faible rendement de la méthode. Afin de pallier ce défaut, les systèmes Sinolea sont le plus souvent couplés à des systèmes traditionnels.

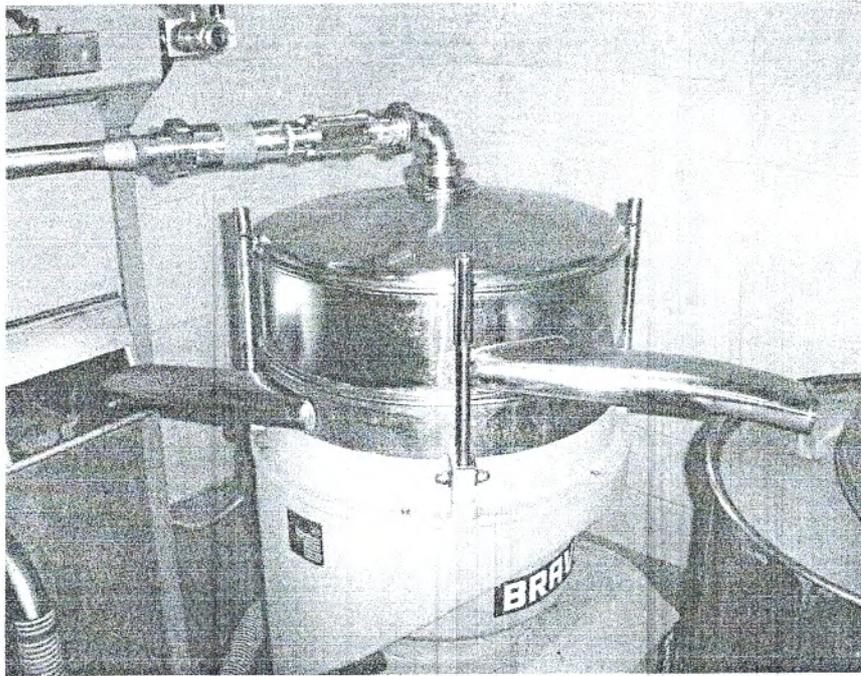
### **3.2.5 Séparation huile/eau :**

Cette étape est devenue facultative pour certaines techniques (Sinolea et systèmes à deux phases) mais reste d'actualité pour la majorité des autres systèmes. L'huile d'olive et l'eau ont des densités très différentes (0,913 pour l'huile d'olive, 0,9982 pour l'eau à 20°C) ce qui fait que ces deux liquides ne sont pas séparables par gravité dans des conditions standards. La méthode la plus simple pour les séparer est donc la décantation gravitationnelle. Pour cela les phases liquides sont placées dans des cuves en inox (Figure 13) et le moulinier laisse reposer les phases, puis retire l'eau de végétation afin de ne conserver que l'huile d'olive.



**Figure 13 :** Cuve de décantation en inox

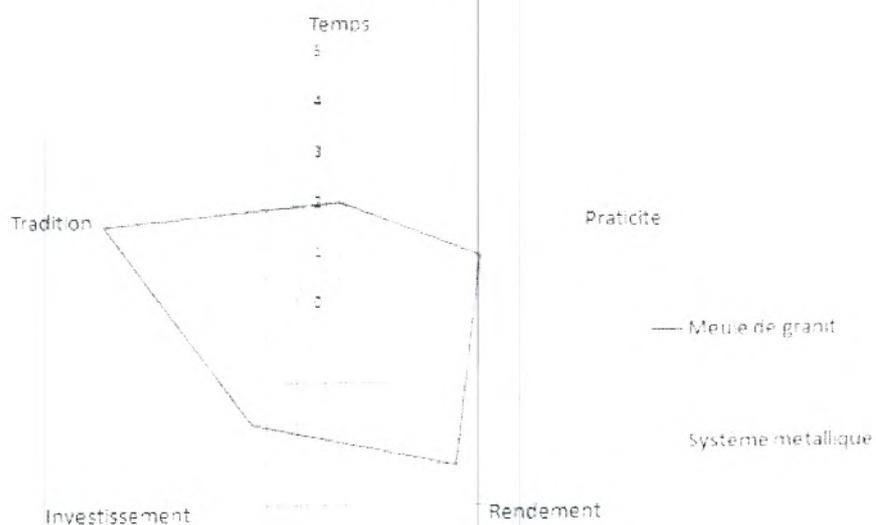
Ce procédé de décantation gravitationnelle possède cependant quelques inconvénients. En effet, le temps de séparation des phases peut être relativement long (quelques heures à quelques jours), or le temps de contact entre l'eau et l'huile a une influence négative sur la qualité finale de l'huile d'olive. De plus, les systèmes de trituration métalliques augmentent l'émulsion huile/eau et cette émulsion est trop stable pour être séparée par simple décantation à échelle industrielle. Afin d'accélérer la séparation des phases, le mélange huile/eau est passé dans une centrifugeuse (Figure 14). La vitesse de rotation de la centrifugeuse va rompre l'émulsion et favoriser la séparation des deux phases liquides.



**Figure 14 :** Centrifugeuse. A droite sortie de l'huile d'olive, à gauche sortie des margines

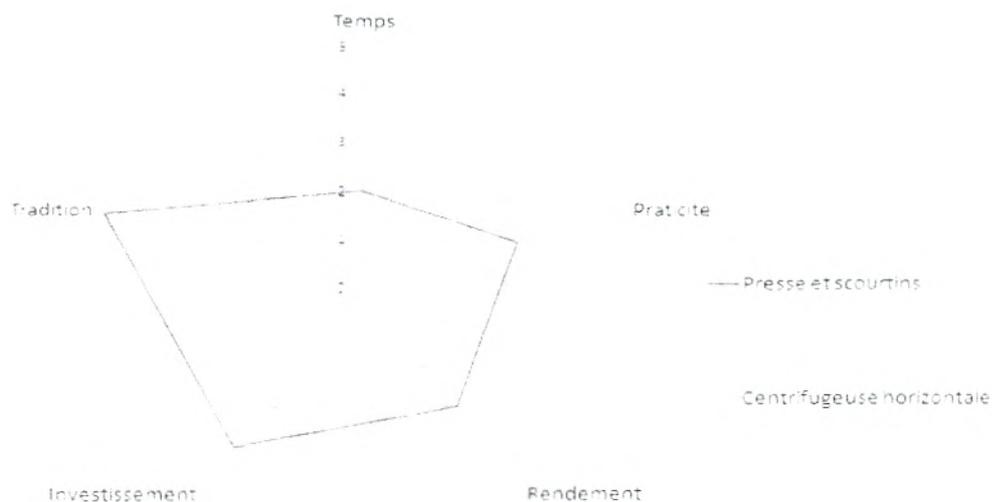
### 3.2.6 Avantages et inconvénients des techniques

Si de nombreuses techniques sont disponibles sur le marché, c'est que chacune d'elles présente des avantages et des inconvénients. Tout d'abord concernant le procédé de broyage des olives : les deux types de systèmes à comparer sont les meules de granit et les systèmes métalliques dans leur ensemble.



**Figure 15 :** Avantages et inconvénients des systèmes de broyage

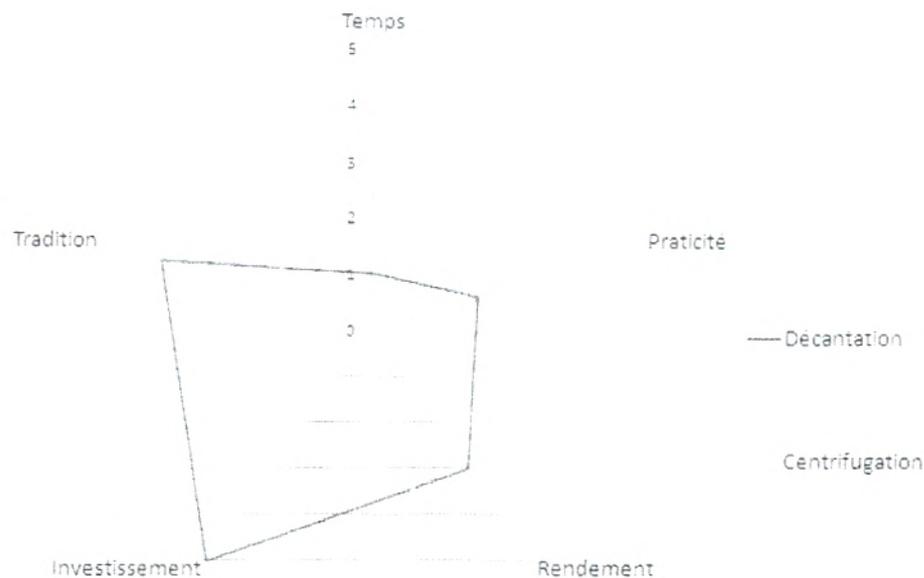
La figure 15 est une représentation graphique des avantages et inconvénients des deux systèmes : plus on se place sur l'extérieur de la toile, plus le critère est favorable. Ce graphique met en avant la rapidité des systèmes métalliques et leur praticité. En effet, là où il faut 20 à 30 minutes de broyage pour un système de meules de granit, quelques secondes suffisent pour les broyeurs métalliques. De plus ces systèmes s'intègrent mieux dans un procédé continu et l'encombrement du matériel est inférieur à celui des meules tournantes. Si on ne s'intéresse qu'au processus du broyage, les systèmes à meule pourraient donner de meilleurs rendements du fait de leur plus faible degré d'émulsion huile/eau. Ceci n'est pas réel dans les faits car les systèmes de centrifugation sont suffisamment puissants pour rompre cette émulsion et ne pas réduire les rendements. L'atout principal des meules tournantes est qu'elles rappellent les pratiques traditionnelles qui peuvent ensuite être valorisées sur les étiquettes : le consommateur a envie de produits naturels, faits de façon traditionnelle, donc les meules sont un réel atout d'un point de vue commercial pour les mouliniers.



**Figure 16 :** Avantages et inconvénients des systèmes de séparation solide/liquide

Dans les procédés traditionnels, les meules tournantes sont suivies d'un système de presse. Là encore l'impact visuel de ce type de procédé joue un rôle déterminant pour le consommateur, même si pour le moulinier ce système présente quelques désavantages par rapport aux systèmes plus modernes (Figure 16). En effet, les centrifugeuses horizontales travaillent plus rapidement que la presse, prennent moins de place et surtout sont beaucoup plus faciles à intégrer dans un moulin en continu. Des systèmes de convoyage de pâte par

pompage existant entre le bac de malaxage et la centrifugeuse, ce qui évite toute manipulation de pâte pour le moulinier. Au contraire, dans les systèmes de presse, le moulinier a au minimum à vider les scourtins après la presse et les nettoyer régulièrement afin d'éviter les phénomènes de moisissure. L'autre intérêt des centrifugeuses est le faible temps de contact entre la pâte d'olive et l'air ambiant, ce qui limite les phénomènes d'oxydation de la pâte et donc de l'huile.



**Figure 17 :** Avantages et inconvénients des systèmes de séparation huile/eau

Les mêmes critères de différenciation ont été utilisés pour évaluer les avantages et inconvénients des deux principaux systèmes de séparation de l'huile et de l'eau (Figure 17). On peut constater que la centrifugation possède un réel avantage par rapport à la décantation en ce qui concerne le temps de séparation des phases. En effet l'huile n'a besoin que de passer quelques secondes dans la centrifugeuse pour être séparée des margines alors que selon le degré d'émulsion, ce processus peut prendre plusieurs heures par décantation gravitationnelle. La centrifugation est également un atout pour rompre les émulsions générées par les systèmes de broyage métalliques et elle s'intègre très bien dans les systèmes de moulin en continu. L'investissement reste plus lourd que celui pour la simple décantation car dans ce cas seules des cuves avec une ou deux sorties sont nécessaires.

De même que pour l'utilisation des meules tournantes, l'utilisation de cuves de décantation fait appel aux aspects traditionnels de la fabrication de l'huile d'olive. Ce critère peut constituer un argument de vente s'il est mis en valeur par le moulinier.

### **6 .Classification des huiles d'olive :**

Comme spécifié dans le paragraphe précédent, pour être nommée en tant que telle, une huile d'olive ne peut être obtenue que par des procédés physiques sans intervention de solvants. Cette définition est cependant incomplète et d'autres critères permettent de diviser les huiles en différentes sous-catégories (Conférence des Nations Unies sur le Commerce Et le Développement, (CNUCED), 2005).

- Huiles d'olive vierges : 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 :

o Huile d'olive vierge extra : huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,8 gramme pour 100 grammes et dont les autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie ;

o Huile d'olive vierge : 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 ;

o Huile d'olive vierge courante : 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 ;

o Huile d'olive 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.

- Huile d'olive raffinée : huile d'olive obtenue par le raffinage d'huiles 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 celles prévues pour cette catégorie. Huile d'olive : huile constituée par un coupage d'huile d'olive raffinées et d'huiles d'olive vierges propres à la consommation en l'état. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 1

gramme pour 100 grammes et ses autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie.

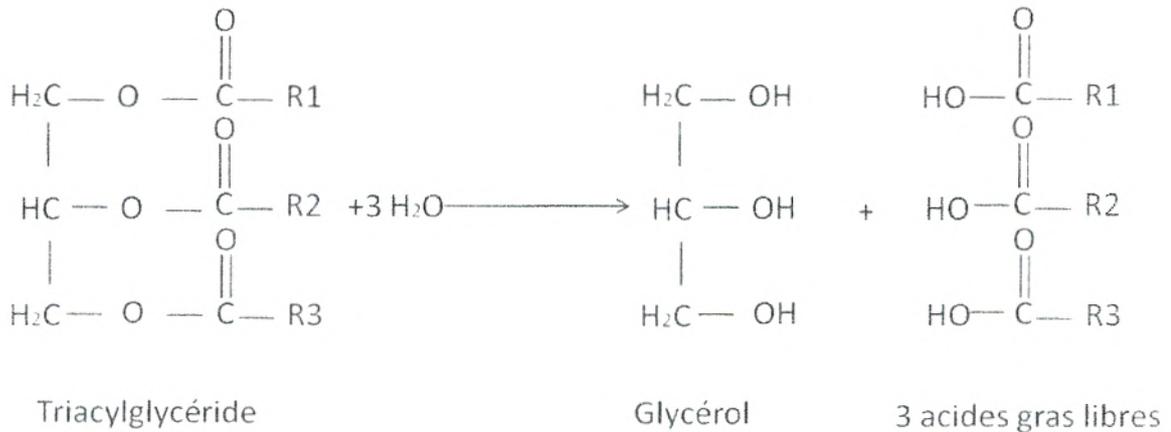
Une autre catégorie d'huiles peut être mise en évidence ; il s'agit des huiles de grignons d'olive. Cette huile est obtenue par traitement aux solvants ou d'autres procédés physiques des grignons d'olive, à l'exclusion des huiles obtenues par des procédés de réestérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature.

## **7. Caractéristiques qualitatives des huiles**

### **7.1. Données physico-chimiques**

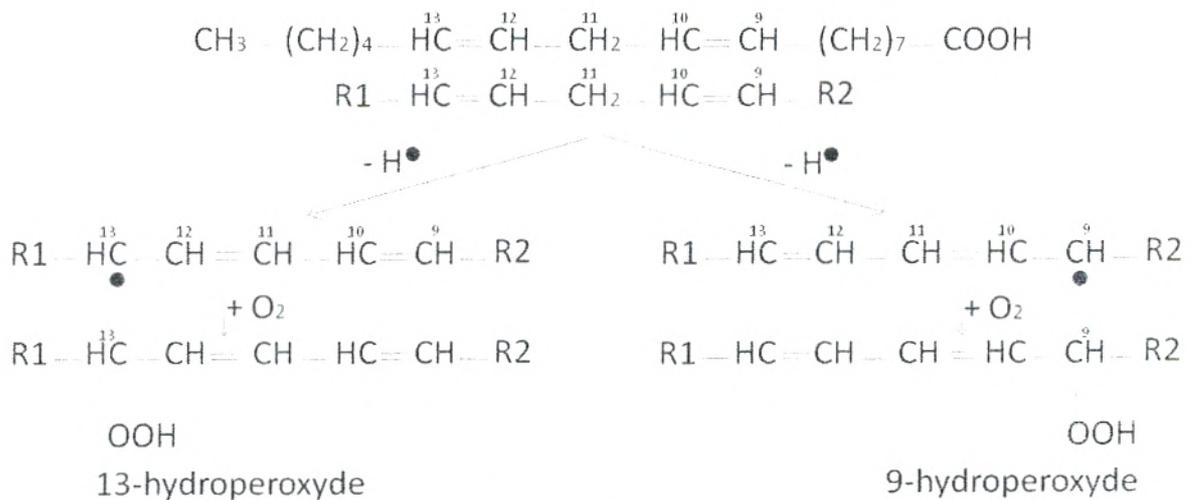
Le CNUCED propose une classification rapide des huiles en fonction de leur acidité libre. Cependant les critères de sélection ou d'exclusion d'une huile dans une catégorie sont très nombreux. Ils peuvent être spécifiques à une catégorie d'huile ou plus généraux. Le suivi de ces différents critères est nécessaire car une dégradation de la qualité de l'huile peut avoir de nombreuses conséquences tant d'un point de vue nutritionnel que d'un point de vue risque sanitaire. En effet, certains composés tels que les acides gras poly-insaturés (acides gras essentiels) ou la vitamine E sont parmi les acteurs principaux de l'intérêt nutritionnel de l'huile d'olive, mais ils sont très sensibles à l'oxydation. Une huile oxydée aura un intérêt nutritionnel plus faible qu'une huile bien conservée. Les produits d'oxydation des acides gras (radicaux peroxydes) pourraient potentiellement entraîner des mutations génétiques à l'origine de certains cancers.

Dans une huile, les acides gras naturels sont essentiellement présents sous forme de triglycérides (98-99%). L'hydrolyse de ces derniers libère les acides gras (Figure 18) donc leur dosage permet d'avoir un état de l'avancement de la dégradation de l'huile. On remarque que c'est le principal critère distinctif entre les huiles commercialisées car les trois catégories d'huile vierge ont des seuils de qualité différents. Les seuils de tolérance sont plus faibles sur les huiles raffinées car cette étape doit supprimer presque toute trace d'acides gras libres.



**Figure 18 :** Hydrolyse du glycérol et libération des acides gras

L'oxydation des acides gras insaturés aboutit à la formation d'hydroperoxydes (Figure 19). Cette étape est aussi appelée initiation de la peroxydation lipidique. Ces hydroperoxydes sont instables et peuvent réagir avec d'autres molécules pour générer de nouveaux radicaux. Ceci constitue l'étape de propagation dans la peroxydation des acides gras. Topallar *et coll.* ont démontré en 1997 que l'oxydation des acides gras dépend directement de la capacité de l'oxygène à réagir avec les radicaux peroxydes. Leur dosage permet donc d'avoir un état de l'avancement ou non de l'oxydation de l'huile.



**Figure 19 :** Auto-oxydation d'acide linoléique (Frankel, 1984)

L'examen spectrophotométrique dans l'ultraviolet fournit des informations complémentaires sur la qualité d'une huile. Le coefficient d'extinction à 270 nm est un bon révélateur de la teneur de l'huile en peroxyde. Cette analyse peut donc venir en complément

de la précédente ou peut intervenir en amont afin de vérifier si un dosage précis des hydroperoxydes est nécessaire.

Ces trois analyses (acidité libre, valeur peroxyde et examen à spectrophotométrie à 270 nm) sont rapides et nécessitent peu de matériel onéreux. Il est donc possible de connaître rapidement l'état général de la qualité de l'huile d'olive à analyser. Les normes de qualité en industries agroalimentaires étant de plus en plus rigoureuses, d'autres critères doivent cependant être pris en considération.

Des dispositions sur la teneur des huiles en métaux lourds et métaux de transition sont également à prendre en compte car ceux-ci, même à l'état de traces, peuvent servir de catalyseur pour des réactions d'oxydation et donc faciliter la dégradation des huiles. La commission du codex alimentaires a également établi des limites maximales de résidu pour ce qui concerne les pesticides dans l'huile.

Si la caractérisation physico-chimique des huiles d'olive est une étape essentielle dans la classification des huiles, elle n'est pas suffisante. En effet les caractères organoleptiques sont également à respecter :

- l'huile d'olive vierge est une huile claire, de couleur jaune à vert, d'odeur et de saveur spécifiques, exempte d'odeurs ou de saveurs révélant une altération ou une pollution de l'huile
- l'huile d'olive raffinée est une huile claire, limpide, sans sédiment, de couleur jaune clair, sans odeur ou saveur spécifique et exempte d'odeurs ou de saveurs révélant une altération ou une pollution de l'huile
- l'huile de grignons d'olive raffinée est une huile claire, limpide, sans sédiment, de couleur jaune clair à jaune brun, sans odeur ou saveur spécifique et exempte d'odeurs ou de saveurs révélant une altération ou une pollution de l'huile

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

### **7.2. Caractéristiques sensorielles**

Une simple analyse chimique ne peut suffire pour déterminer la qualité d'une huile. En effet, les composés volatiles qui se développent au cours du procédé de fabrication de l'huile puis pendant son stockage sont capables de modifier l'odeur et la saveur de l'huile.

Pour cela une analyse sensorielle codifiée et détaillée a été développée par le COI et la Communauté Economique Européenne (CEE). Les attributs sensoriels d'une huile ont été classés en deux catégories : les attributs positifs et les défauts.

Il existe 3 grands attributs positifs (COI, 2007):

- Amer : il est défini comme le goût élémentaire caractéristique de l'huile obtenue d'olives vertes ou au stade de la véraison, perçu par les papilles caliciformes formant le V lingual.
- Fruité : ensemble des sensations olfactives caractéristiques de l'huile, dépendant de la variété des olives, provenant de fruits sains et frais, perçues par voie directe ou rétronasale. Le fruité vert correspond aux caractéristiques rappelant les fruits verts à l'inverse du fruité mûr qui témoigne d'une récolte des olives plus tardive.
- Piquant : sensation tactile de picotement, caractéristique des huiles produites au début de la campagne, principalement à partir d'olives encore vertes, pouvant être perçue dans toute la cavité buccale, en particulier dans la gorge.

Toute caractéristique autre que ces trois attributs sera perçue comme un défaut de l'huile. Il est à noter que pour être classée comme « huile d'olive vierge extra », l'huile ne doit présenter aucun de ces défauts. Les principaux défauts sont :

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

Parmi ceux-ci le cuit ou brûlé (dû à un réchauffement excessif et prolongé de la pâte lors du malaxage), le « vers » (olives ayant subi une attaque de la mouche de l'olivier, *Bactrocera Oleae*) ou encore le bois humide (olive ayant subi une congélation sur l'arbre avant récolte).

Les facteurs pouvant influencés les mesures sont comme suit :

- Les caractéristiques du verre utilisé pour la dégustation des huiles ;
- La température des huiles qui doivent être examinées à  $28 \pm 2^{\circ}\text{C}$ .

Les conditions essentielles de la salle de dégustation :

- i) La température et l'hygrométrie considérant que  $20^{\circ}\text{C}$  et 70% d'humidité représentent des valeurs optimales.
- ii) Le bruit, la luminosité, la turbulence et des odeurs étrangères.

En effet, le bruit diminue d'une façon générale les performances sensorielles et les impressions de persistance. Concernant l'éclairage, la lumière du jour est recommandée. Le milieu doit être dépourvu de toute odeur pouvant fausser le test.

Aucun courant d'air ne doit être enregistré lors du test.

- iii) Dimensions des cabines et dispositions du matériel.

Ces modifications dépendent aussi du changement de composition de la salive. Le dégustateur doit se rincer la bouche entre chaque dégustation avec de l'eau distillée pour la neutraliser. Notons aussi que les meilleurs délais de dégustation se situent vers 10h du matin et vers 16h. Notant aussi que les heures optimales sont celles de la matinée.

### **8. Composition générale des huiles d'olive :**

Les huiles d'olive vierges jouent un rôle important dans l'industrie agroalimentaire et sont importantes en nutrition humaine pour plusieurs raisons. En premier lieu car les lipides sont la principale source d'énergie pour le corps humain en comparaison de leur masse. De plus l'intérêt pour les huiles d'olive a été accru depuis la découverte de leur richesse en vitamines liposolubles et en polyphénols qui sont des antioxydants. Elles sont également une source importante d'acides gras poly-insaturés essentiels car non synthétisables par le corps humain. Si les acides gras sont les constituants majeurs de l'huile d'olive, ce sont les constituants mineurs qui permettent l'authentification d'une huile, tant sur le plan de la provenance géographique que sur sa qualité physico-chimique.

### 8.1. Les acides gras :

Les acides gras appartiennent à la famille des lipides. Ces lipides contiennent une fraction principale dite saponifiable (phospholipides, triglycérides) et une fraction mineure insaponifiable (stéroïdes, vitamines liposolubles, caroténoïdes). Les lipides sont caractérisés par leur insolubilité dans l'eau et la solubilité dans les solvants organiques.

Les acides gras sont des molécules organiques comprenant une chaîne carbonée terminée par un groupement carboxyle. Cette chaîne carbonée peut être dépourvue de toute double liaison carbone-carbone, dans ce cas les acides gras sont dits « saturés ». Elle peut également contenir une double liaison (acides gras monoinsaturés AGMI) ou plusieurs doubles liaisons (acides gras polyinsaturés AGPI). Pour les acides gras insaturés, ils sont souvent référencés selon la position de la première double liaison par rapport au groupement méthyl terminal. Il existe 2 grandes familles d'AGPI : la série en n-6 (ou oméga 6) et la série n-3 (ou oméga 3). Dans l'huile d'olive on trouve de l'acide linoléique (oméga 6) et de l'acide alpha-linolénique (oméga 3). Ces acides gras sont dits « essentiels » car ils ne peuvent pas être synthétisés par l'homme et doivent donc être apportés par l'alimentation. Dans la nature, les acides gras sont généralement sous forme de triesters entre des acides gras et du glycérol .

La composition en acide gras est très variable et dépend de la variété d'olives, la région de production et de l'année de la récolte (influence des conditions environnementales). Des normes telles que celle du codex alimentaires régulent cependant cette variabilité en plaçant des limites hautes et basses sur les proportions de chacun des acides gras.

La variabilité en acides gras est relativement importante, mais en moyenne, l'huile d'olive vierge se compose à 72% d'acides gras mono-insaturés (AGMI), 14% d'acides gras poly-insaturés (AGPI) et 14% d'acides gras saturés (AGS) (Harwood, 2000). L'acide gras majoritaire est l'acide oléique qui représente à lui seul près de 70% des acides gras. Les acides gras poly-insaturés représentent une fraction non négligeable de l'huile et sont majoritairement composés d'acide linoléique. Les acides gras insaturés sont généralement de configuration *cis*, mais certains acides gras peuvent présenter une configuration spatiale *trans*, notamment dans les produits issus de transformations industrielles. L'isomérisation *cis-trans* se fera d'autant plus facilement que l'acide gras sera insaturé et que le traitement thermique sera poussé (Judd, 1994). Des risques cardiovasculaires sont associés à l'absorption de ces acides en grande quantité, cependant les acides gras *trans* d'origine naturelle semblent non nocifs pour la santé humaine (Motard-Bélanger, 2003).

### 8.2. Les composés phénoliques :

Si les acides gras représentent la très grande majorité de la composition de l'huile d'olive en terme de masse, les composés mineurs tels que les composés phénoliques jouent un rôle très important dans la caractérisation des huiles et pour leur intérêt nutritionnel (Brenes, 2002 ; Visioli, 1998). L'huile d'olive contient des composés phénoliques simples et complexes qui augmentent sa stabilité et lui confère des propriétés antioxydantes et modulent sa saveur (Fedeli, 1977). Les composés phénoliques contribuent fortement au goût piquant, à l'astringence et à l'amertume des huiles (Brenes, 2000). Mais si les composés phénoliques sont aujourd'hui au centre de nombreuses études, c'est surtout pour leur potentiel en matière de prévention de la santé humaine (Garcia, 2010 ; Vierhuis, 2001).

Différentes familles de composés phénoliques sont présentes dans les olives et dans les huiles:

- Les dérivés sécoiridoïdes qui sont des composés glycosylés issus du métabolisme secondaire des terpènes (Soler, 2000). Parmi eux, l'oleuropéine est le composé majoritaire dans les feuilles d'olivier et dans les olives et c'est le principal responsable de l'amertume des olives (Andrews, 2003 ; Soler, 2000 ; Shasha, 1961). Le ligstroside (un groupement hydroxyle de moins que l'oleuropéine) est également présent en grande quantité dans l'olive. Cependant, lors de la transformation en huile d'olive, ces molécules sont hydrolysées en de nombreux dérivés de masses moléculaires très variables, les plus grosses molécules résiduelles étant leurs dérivés aglycones.
- les lignanes telles que le pinorésinol, l'acetoxypinorésinol et l'acide élenolique sont également détectées dans les huiles (Yang, 2007 ; Brenes, 2000)
- des flavonoïdes font également partie des composés majoritaires trouvés dans l'huile, il s'agit de l'apigénine et de la lutéoline (Ocakoglu, 2009 ; Murkovic, 2004 ; Ryan, 2003).
- les phénols simples : deux sous catégories avec les alcools phénoliques et les acides phénoliques Dans le premier groupe on retrouve l'hydroxytyrosol et le tyrosol (Romero, 2002; Mazza, 1993 ; Macheix, 1990). Ces deux composés sont directement dérivés de l'hydrolyse de l'oleuropéine et du ligstroside. Dans le groupe des acides phénoliques on peut citer l'acide caféique, l'acide férulique, l'acide p-coumarique ou encore l'acide vanillique qui sont également généralement retrouvés dans les huiles (Yang, 2007 ; Pinelli, 2003 ; Garcia, 2003 ; Tuck, 2002 ; Ryan, 1998)."

Les composés phénoliques sont très variables d'une huile à une autre, tant sur le plan quantitatif que qualitatif. Il est généralement admis que l'activité phénolique se situe entre 200 et 600 mg d'équivalents d'acide gallique par litre d'huile. Si la composition Phénolique peut servir de marqueur pour l'identification des huiles c'est parce que l'origine géographique a une forte influence sur le développement de certains phénols (Vinha, 2005).

Le second facteur influençant la composition phénolique est la culture de l'olivier, notamment les systèmes d'entretien des arbres ou les systèmes d'irrigation (Gomez, 2009). En effet, un stress hydrique engendrera une plus grande richesse des huiles en composés phénoliques.

Si l'entretien des parcelles ainsi que les systèmes d'irrigation peuvent être optimisés ou standardisés, le facteur climatique ne peut pas être maîtrisé par les oléiculteurs or différentes conditions météorologiques engendreront des compositions phénoliques très variables. Enfin le facteur le plus déterminant de tous est la variété des olives cultivées. De nombreuses études ont montré que certaines variétés d'olives étaient plus riches en composés phénoliques que d'autres (Gomez, 2008 ; Tura, 2008 ; Tura, 2007 ; Vinha, 2005). Les auteurs ont par exemple trouvé que la variété *Cornicabra* avait beaucoup plus de composés phénoliques que *Picolimon* (Espagne) ou encore que la variété *Madural Fina* était plus riche en composés phénoliques que la *Borrenta* (Portugal).

Une forte teneur en composés phénoliques semble constituer un attrait nutritionnel et donc pourrait favoriser une variété d'olive plutôt qu'une autre.

### **8.3. Les tocophérols :**

Les tocophérols sont reconnus pour leur double action bénéfique. En effet ils ont tout d'abord l'atout d'être une vitamine (vitamine E) et ils ont également une forte activité antioxygène (Burton, 1986). La teneur totale en tocophérols dans les huiles d'olive est très variable puisqu'elle a été reportée dans une gamme allant de quelques mg à 450 mg/kg d'huile (Grigoriadou, 2007 ; Boskou, 2006 ; Gutierrez, 1999). L'alpha-tocophérol représente à lui seul 90% de la totalité des tocophérols (Sherwin, 1976), mais on trouve également un peu de beta et gamma tocophérols, alors que le delta tocophérol n'est présent qu'à l'état de traces (Psomiadou, 2000).

### **8.4. Les composés aromatiques :**

Si l'huile d'olive est intéressante d'un point de vue nutritionnel, elle est surtout appréciée pour son goût et ses arômes particuliers. Les composés aromatiques sont des molécules de faible poids moléculaire possédant une volatilité à température ambiante. L'odeur de l'huile est due à la capacité de certaines de ces molécules volatiles à atteindre les récepteurs olfactifs du nez (Angerosa, 2002). Ces composés volatiles sont majoritairement des produits de l'oxydation des acides gras. D'une manière générale, les enzymes endogènes présentes dans l'olive, vont dégrader les acides gras par des voies de lipoxygénases et ces produits de dégradation vont être associés aux perceptions positives des arômes de l'huile d'olive. A l'inverse, les produits d'oxydation chimique ou dus à des enzymes exogènes (activité microbiologique) seront généralement associés à des défauts sensoriels (Venkateshwarlu, 2004).

Plus de 70 molécules composent la fraction volatile des huiles d'olive. Elles sont réparties en aldéhydes, alcools, esters, hydrocarbures et cétones. La majorité des composés a 5 ou 6 atomes de carbone et parmi eux on trouve l'hexanal, le trans-2-hexenal, l'hexan-1-ol et le 3-méthylbutan-1-ol (Angerosa, 2002 ; Kiritsakis, 1998 ; Aparicio, 1997).

Aucune de ces molécules ne peut être à elle seule responsable d'un arôme caractéristique d'une huile, cependant des corrélations positives ou négatives ont été observées entre Hexanal 2-hexenal 3-hexen-1-ol Hexanol 1-penten-3-one 3-méthylbutanol36 concentration de certaines molécules et développement de certains attributs de l'huile. Ainsi le 1-penten-3-one est positivement corrélé à la sensation d'amer alors que le 3-hexen-1-ol et l'hexanal sont eux corrélés de façon négative avec l'amertume (Angerosa, 2000). De même, concernant la sensation de piquant, le 1-penten-3-one est positivement corrélé à la sensation de piquant alors que le 2-hexenal et l'hexanal sont eux corrélés de façon négative avec le piquant (Angerosa, 2000).

### **9. les bénéfices sante associes a l'huile d'olive :**

L'huile d'olive est la principale source d'apport de matière grasse dans les régimes alimentaires méditerranéens. Ce type de régime a souvent été associé à une meilleure résistance à certaines maladies, notamment les maladies cardio-vasculaires et les maladies dégénératives. De nombreuses études scientifiques se sont donc intéressées au contenu nutritionnel de l'huile d'olive afin de comprendre les mécanismes d'action pouvant expliquer ces phénomènes.

La première explication est sa composition spécifique en acides gras. La proportion d'acides gras saturés est très faible (14%) alors que l'acide gras très majoritaire est l'acide oléique qui est un acide gras mono-insaturé. La mono-insaturation de l'acide oléique confère à l'huile une certaine stabilité car il est peu sensible à l'oxydation. Les acides gras polyinsaturés essentiels sont également présents en proportions intéressantes dans l'huile et leurs bienfaits, notamment au niveau de la protection vis-à-vis des maladies cardiovasculaires et des cancers, ont largement été étudiés.

Par contre ces molécules sont très sensibles à l'oxydation ce qui pourrait provoquer un rancissement prématuré des huiles.

Pour protéger ses principales molécules de l'oxydation, l'olive a développé des moyens de défense : les composés phénoliques. Ces composés phénoliques sont partiellement retrouvés dans l'huile (même si la majorité des composés phénoliques est très hydrosoluble et est donc éliminée dans les margines) ce qui permet de prolonger sa durée de vie. S'ils permettent de protéger l'huile de l'oxydation, c'est surtout sur leur rôle *in vivo* que les scientifiques ont travaillé. En effet les radicaux générés par le stress oxydant ont souvent été désignés comme pouvant être à l'origine des principales causes de mortalité dans les pays développés : les maladies cardio-vasculaires et le cancer. Leur stabilisation semble donc être un enjeu majeur et c'est ce qui explique l'engouement de plus en plus important pour les antioxydants.

L'huile d'olive est riche en antioxydants, cependant de nombreuses études ont montré que la qualité d'une huile peut être grandement influencée par son procédé de fabrication.

## **10. Hygiène et qualité :**

Les règles d'hygiène sont précisées dans le manuel BPH (Bonnes Pratiques d'Hygiène) maintenu au niveau des unités de trituration des olives :

### **10.1 Hygiène des locaux et du matériel :**

L'hygiène et l'entretien des locaux et du matériel dans un bon état de propreté sont indispensables au fonctionnement correct des unités de trituration des olives. Des locaux spéciaux doivent être à la disposition du personnel : vestiaires, avec casiers individuels pour les vêtements ; toilettes munies de papier hygiénique ; lavabos avec savon (liquide ou en poudre de préférence) et essuie-mains. Un plan de nettoyage et de désinfection régulière des locaux, doit être appliqué.

### **10.2 Hygiène du personnel :**

Le personnel doit porter des vêtements de travail (blouses ou combinaisons), entretenus propres et se laver les mains à la sortie des toilettes avant de regagner le poste de travail. Le tabac doit être interdit et des distributeurs d'eau potable doivent être mis à la disposition des ouvriers.

### **10.3 Hygiène du matériel :**

Le nettoyage de l'équipement de production est indispensable pour assurer de bonnes conditions d'hygiène et éviter une corrosion accélérée de cet équipement.

Des soins particuliers doivent être apportés à la manutention de tous les organes mécaniques de l'unité afin d'éviter l'usure des parties métalliques.

Les installations doivent faire l'objet, enfin de campagne de trituration, des opérations suivantes :

- o Nettoyage des broyeurs, avec élimination mécanique (ainsi qu'au moyen de l'eau), des débris végétaux qui sont demeurés sur les parois internes et externes du broyeur ;
- o Nettoyage nécessaire des organes internes de l'unité disposant de centrifugeuse horizontale. Il convient de répéter l'opération de lavage plusieurs fois avec de l'eau chaude sous pression avant le commencement de la nouvelle campagne ;
- o Graissage des différents organes de la machine ;
- o Nettoyage et manutention des récipients d'emballage. Des soins particuliers doivent être apportés aux conduites qui permettent la sortie de l'huile et du grignon humidifié ;
- o Contrôle de toutes les parties électriques, des fusibles et des moteurs.

### **10.4 Hygiène de l'eau :**

L'huilerie doit être approvisionnée en eau de bonne qualité (eau potable) et en quantité suffisante. Dans l'unité de trituration des olives, l'eau est utilisée à diverses fins : lavage, triage, nettoyage du local et des appareils, protection contre le feu, etc.

Pour être considérée comme potable, une eau doit répondre aux exigences prévues dans la réglementation mise en vigueur. Conformément à ces textes une eau potable doit satisfaire à des normes visant à la fois des caractères physiques, microbiologiques et chimiques énumérés ci-dessous. Il est indiqué également que l'eau ne doit pas présenter ni odeur ni saveur désagréable, ce qui n'est malheureusement pas toujours le cas pour les eaux de distribution.

Lorsqu'il n'est pas fait appel à de l'eau de distribution publique, l'eau utilisée doit soit satisfaire naturellement aux normes bactériologiques ci-dessous, soit être traitée par un procédé approuvé, à moins qu'elle ne subisse au cours des opérations une stérilisation de quelque nature que ce soit.

Caractères physiques : Des limites sont fixées pour la turbidité, pour le pouvoir colmatant et pour la coloration.

Caractères microbiologiques : L'eau doit être exempte d'organismes *parasites ou pathogènes* et ne pas contenir d'*Escherichia coli* dans 100 ml, de *streptocoques fécaux* dans 50 ml, de *clostridium sulfito-réducteurs* dans 20 ml.

### 10.5 Gestion de la qualité des huiles produites :

L'huilerie doit disposer d'un laboratoire pour procéder à la détermination des critères physico-chimiques selon les méthodes du Conseil Oléicole International (COI). Ces critères sont l'indice de maturité des olives, leur humidité et leur teneur en huile, l'acidité, l'indice de peroxyde et les absorbances à 270 nm et au voisinage de 270 nm et à 232 nm des huiles produites, ainsi que l'huile résiduelle dans les grignons. Les critères physico-chimiques de l'huile d'olive vierge propre à la consommation : Selon son acidité, exprimée en acide oléique, son indice de peroxyde et son absorbance dans l'ultraviolet, l'huile produite propre à la consommation est dite :

*Huile d'olive vierge Extra* lorsque l'acidité libre ne dépasse pas 0,8 grammes pour cent grammes, l'indice de peroxyde ne dépasse pas 20 milliéquivalents d'oxygène des peroxydes par kg d'huile et l'absorbance dans l'ultraviolet (K270) ne dépasse pas 0,25 à 270 nm. (K1% 1cm) est inférieure ou égale à 0,22 à 270 nm,  $\Delta K$  est inférieure ou égale à 0,01, (K1% 1cm) est inférieure ou égale à 2,50 à 232 nm, la teneur en eau et en matières volatiles (%m/m) est inférieure ou égale à 0,2, la teneur en impuretés insolubles dans l'éther de pétrole (% m/m) est inférieure ou égale à 0,1 et les teneurs en traces métalliques du fer et cuivre sont respectivement inférieures ou égales à 3,0 et 0,1 mg/kg.

*Huile d'olive vierge*, lorsque l'acidité libre ne dépasse pas 2 grammes pour cent grammes, l'indice de peroxyde ne dépasse pas 20 milliéquivalents d'oxygène des peroxydes par kg d'huile et l'absorbance dans l'ultraviolet (K270) ne dépasse pas 0,25 à 270 nm. (K1% 1cm) est inférieure ou égale à 0,25 à 270 nm,  $\Delta K$  est inférieure ou égale à 0,01, (K1% 1cm) est inférieure ou égale à 2,60 à 232 nm, la teneur en eau et en matières volatiles (%m/m) est inférieure ou égale à 0,2, la teneur en impuretés insolubles dans l'éther de pétrole (% m/m)

est inférieure ou égale à 0,1 et les teneurs en traces métalliques du fer et cuivre sont respectivement inférieures ou égales à 3,0 et 0,1 mg/kg.

*Huile d'olive vierge Courante*, lorsque l'acidité libre ne dépasse pas 3,3 grammes pour cent grammes, l'indice de peroxyde ne dépasse pas 20 milliéquivalents d'oxygène des peroxydes par kg d'huile et l'absorbance dans l'ultraviolet (K270) ne dépasse pas 0,3 à 270 nm. (K1% 1cm) est inférieure ou égale à 0,30 à 270 nm,  $\Delta K$  est inférieure ou égale à 0,01, la teneur en eau et en matières volatiles (%m/m) est inférieure ou égale à 0,2, la teneur en impuretés insolubles dans l'éther de pétrole (% m/m) est inférieure ou égale à 0,1 et les teneurs en traces métalliques du fer et cuivres sont respectivement inférieures ou égales à 3,0 et 0,1 mg/kg.

### **10.6 Les propriétés organoleptiques :**

La valeur intrinsèque des matières n'est que l'un des éléments de la qualité du produit. En effet divers réactions et traitements technologiques auxquels sont soumis les olives peuvent affiner ou non la qualité de l'huile d'olive produite. On s'aperçoit alors que l'analyse sensorielle doit compléter les déterminations analytiques rendues possibles au fur et à mesure du développement de l'analyse chimique ou physique et qu'elle demeure un élément prépondérant. L'homme, comme « appareil de mesure », doit connaître les différentes stimulations qu'il va ressentir pendant la dégustation. Ces propriétés organoleptiques à évaluer peuvent concerner l'aspect, la couleur, la texture, le goût, l'arôme, la saveur, etc. La formation et l'apprentissage pratique sont indisponibles pour réaliser une évaluation correcte.

## **11 .Gestion technique de la commercialisation :**

La mise en vente des huiles obéit à certaines règles et conditions :

### **11.1 Le conditionnement des huiles :**

La production nationale d'huile d'olive est destinée essentiellement à la consommation intérieure. Les prix oscillent d'une année à l'autre, selon la production d'olives. Il semble que le marché local restera pour longtemps encore la force motrice pour ce sous-secteur étant donné le potentiel de la demande intérieure.

Cependant, la différenciation minime des prix entre l'huile d'olive vierge "extra" de meilleure qualité et les autres catégories d'huiles d'olive vierges n'encourage pas les tritrateurs à produire une huile d'olive de bonne qualité.

Une sensibilisation du consommateur à la notion de qualité de l'huile d'olive est plus que nécessaire. Un consommateur bien averti acceptera facilement de payer plus cher une huile d'olive de bonne qualité.

### 11.2 L'étiquetage de l'huile d'olive :

La question importante pour la protection et l'information du consommateur est l'étiquetage. Dans ce sens, le Conseil Oléicole International a retenu, pour l'étiquetage des huiles d'olive, les prescriptions de la Norme générale du Codex Alimentarius pour l'étiquetage des denrées alimentaires préemballées : Codex 1-1985. Celle-ci vise essentiellement les indications suivantes :

- o Nom de l'huile d'olive (dénominations des huiles d'olive): nom générique et dénomination spécifique de l'huile d'olive contenue conforme en tous points aux dispositions pertinentes de la norme en vigueur ;
- o Contenu net de l'huile d'olive : Le contenu net doit être déclaré selon le système métrique ;
- o Nom et adresse : Le nom et l'adresse du fabricant, de l'emballleur, du distributeur, de l'importateur, de l'exportateur ou du vendeur doivent être déclarés. Ces indications sont très utiles, dans le cas de fraude, pour délimiter les responsabilités ;
- o Pays d'origine : Le nom du pays d'origine doit être déclaré ;
- o Indication de provenance et appellation d'origine : Identification des lots ;
- o Datage et conditions d'entreposage : Il s'agit de la date de durabilité minimale et les instructions d'entreposage qui doivent être indiqués sur l'étiquette.

### 11.3 Instruction relative au jury de dégustation

La technique de dégustation utilisée est celle du COI, qui consiste à classer les huiles produites par rapport à un produit standard (de référence) à défaut et sans défaut. Pour évaluer la qualité organoleptique de chaque échantillon on doit utiliser les critères de perception positifs et négatifs précités.

Pour évaluer la qualité organoleptique de chaque échantillon on doit utiliser les critères suivants : i) Critères de perception positifs (goûts fruité, amer et piquant) et ii) Critères de perception négatifs (chaumé, moisi humide, vinaigre, métallique, margine, rance, autres spécifications, etc.).

Le dégustateur donne, pour chaque critère, une seule note. L'échantillon étant jugé, le dégustateur choisit la note qu'il préfère pour chaque critère. Il met une croix devant l'attribut qui lui semble le plus approprié.

MATÉRIEL  
ET MÉTHODES

## II .Matériel et méthodes

Ce travail a été réalisé au niveau de laboratoire de contrôle qualité et analyses.

Nous avons réalisé une série d'analyses pour déterminer quelques propriétés physicochimiques et organoleptiques de trois l'huiles d'olives différents le premier produit par une l'huilerie de SIDI BELABES l'autre de SEBRA et la troisième par une l'huilerie de Chetouane TLEMCEN .

### 1. Chaîne de fabrication de l'huile d'olive :

Dans les trois cas les huiles ont été placées dans des récipients hermétiques à l'air et à la lumière et conservées en attendant les analyses. Afin de limiter l'altération des huiles, les analyses ont été conduites le plus rapidement possible après extraction. Des échantillons d'huile d'olives ont également été prélevés à chaque récolte, placés dans des bouteilles hermétiques et stockés en attendant d'être utilisés lors de la mise au point des protocoles expérimentaux.

L'huile obtenus apartir d'olive récolté en mois de décembre 2013 dans la chaîne de production est comme suite :

**Récolte des olives :** les olives sont récoltées à l'aide moyen manuel. L'objectif principal pour avoir une huile de bonne qualité est d'avoir un fruit sain et frais.

**Transport des olives :** à l'aide des camions.

**Stockage des olives avant transformation :** après la réception de l'olive se fait le triage et le stockage.

**Effeillage et Lavage :** se fait dans le but de nettoyer les olives pour les séparer de la terre des petits rameaux et d'autre déchets ; L'effeuillage s'effectue grâce à une machine munie de ventilation et le lavage est réalisé par trempage des olives dans un bac à circulation d'eau forcée.

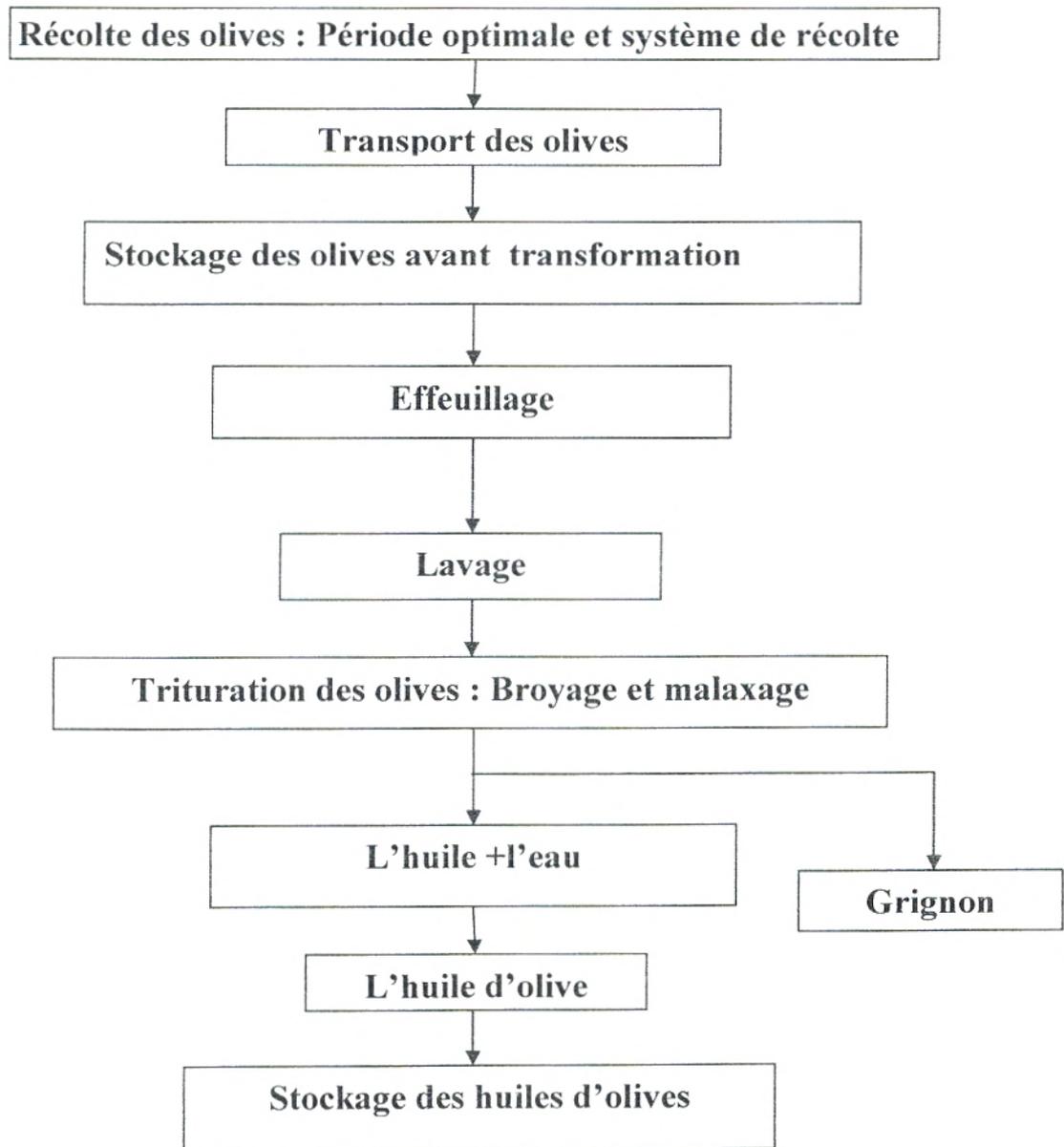
**Broyage :** il à pour objet de briser les parois des cellules et d'en faire sortir les suc.

**malaxage :** les malaxeurs sont équipés pour ramener la pâte à une température située entre 25 et 30°C cette température ne devant pas être dépassée si on veut éviter un accroissement d'acidité et une perte d'arome.

**L'huile et l'eau :** le malaxage et le broyage conduit à la formation d'une pâte qui contient de la matière solide et des fluides .la matière solide appelée grignon est formé de noyaux, d'épiderme, de paroi cellulaire...etc , alors que la matière fluide est composée d'huile et d'eau appelée margine.

**L'huile d'olive :** la séparation de la phase huileuse se fait par une simple décantation ou par centrifugeuse, elle et basé sur la différente de densité entre l'huile et l'eau.

**Stockage des huiles d'olives :** se fait dans des grandes cuves elle doit respecté l'aspect organoleptique de l'huile.



**Figure 20 :** Schéma technologique de l'huile d'olive élaboré

## 2 .analyses physicochimiques

Toutes les extractions et les analyses ont été réalisées en trois fois dans un même intervalle de temps .

### 2.1 Acidité libre

L'indice d'acide est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire pour la neutralisation des acides libres contenus dans un gramme de corps gras (Lion,1955).

**Principe :** Il consiste à neutraliser les acides libres par une solution alcoolique d'hydroxyde de potassium titrée.

#### **Mode opératoire**

- Peser 2g d'huile dans un erlenmeyer.
- Ajouter 75 ml d'éthanol à 95°.
- Neutraliser en présence de quelques gouttes de phénophtaléine à 1%
- Agiter énergiquement et titrer avec la solution d'hydroxyde potassium (la solution éthanolique titrée est à 0,1 N) jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante.
- On note le volume de la solution éthanolique de KOH ajoutée.

#### **Détermination du facteur « F » de la solution de potasse alcoolique**

On prend un volume exact d'acide oxalique ( $C_2H_2O_4$ ) de normalité présumée 0,1N et on le dose avec de la potasse alcoolique (KOH) préparée à 0.1 N, en présence de la phénophtaléine. Le facteur F est alors donné par la relation :

$$F = \frac{\text{volume exact de } C_2H_2O_4 \text{ à } 0.1 \text{ N}}{\text{Volume titré de KOH à } 0.1 \text{ N}}$$

F est toujours compris entre 0,99 et 1,5

#### **Méthode de calcul**

L'indice d'acide est calculé selon la formule suivant (WOLFF, 1968)

$$IA = \frac{56,11 \cdot V \cdot N}{P} \quad (\text{mg de KOH /g d'huile})$$

Ou :

P : Masse (g) de la prise d'essai.

56,11 : Masse molaire, exprimée en g /mole, d'hydroxyde de potassium.

V : Volume en ml de KOH (0,1 N) nécessaire au titrage.

N : Normalité de la solution de potasse (0,1 N).

Le pourcentage en acide oléique est calculé selon la formule ci-dessous (**Wolff, 1968**)

$$\% \text{ acide oléique} = \frac{282 \cdot N \cdot V \cdot 100}{P \cdot 1000}$$

282 : Poids moléculaire de l'acide oléique.

V : Volume en ml de KOH (0,1 N) nécessaire au titrage.

N : Normalité de la solution de potasse (0,1 N).

P : Masse (g) de la prise d'essai.

### **2.2 indice de peroxyde**

#### **Définition :**

L'indice de peroxyde est une mesure permettant d'estimer la quantité de peroxydes présents dans une matière grasse. Les peroxydes sont des constituants caractéristiques de l'oxydation des acides gras insaturés, ils sont déterminés en se basant sur leur propriété de libérer l'iode de l'iodure de potassium dans les milieux acides. L'iode libéré est mesuré par la réaction avec le thiosulfate, sachant que 1ml de thiosulfate 0,01 N correspond à une quantité de 80 mg d'oxygène fixé sur les acides gras (Lion, 1955).

**Principe :** Il est basé sur le traitement de l'huile en solution dans le l'acide acétique et du chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI), c'est le titrage de l'iode libéré par une solution titrée de thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ )

### Préparation des solutions :

. **Préparation de la solution d'emplois d'amidon :** on pèse environ 1 g d'amidon et on le dissout dans 100 ml d'eau tiède.

. **Préparation de la solution de thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) à 0,01 N :** dissoudre 2,48g de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5(\text{H}_2\text{O})$  dans un litre d'eau distillée.

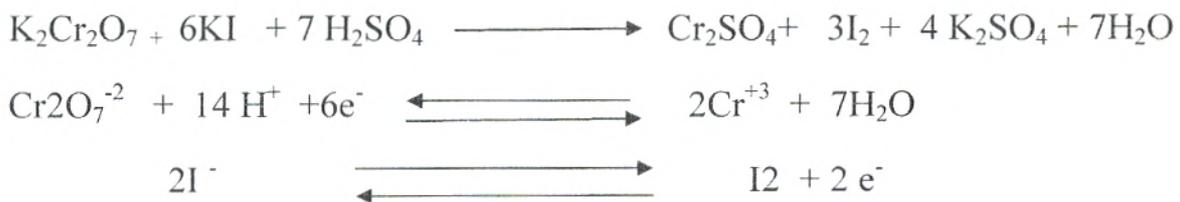
### Détermination du facteur « F » de la solution de thiosulfate de sodium (0.01 N) :

On établit le facteur « F » de la solution de thiosulfate de sodium d'après l'oxydant :

$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (0,01 N), On n'utilise pas la réduction directe de l'oxydant par le thiosulfate de sodium.

Préalablement, on oxyde KI (Solution saturée) par celui-ci dans le milieu acide (solution 2 N d'acide chlorhydrique) ou l'acide sulfurique ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )

La détermination de la normalité de la solution de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  d'après  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  est basée sur la réaction suivante :



### Mode opératoire :

- Après neutralisation de l'iodure de potassium (KI) par le thiosulfate de sodium verser successivement 40 ml de solution 2 N d'acide sulfurique ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) et par l'éprouvette 30 ml de  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (0,01 N).

-Boucher l'erenmeyer avec un verre de montre afin d'éviter les pertes dues à la volatilisation de  $\text{I}_2$ (l'iode).

- Agiter et laisser le mélange reposer 5 minutes.
- Ensuite dissoudre le mélange dans 150 ml d'eau distillée (à cette étape l'iode est libéré).
- Titrer l'iode libéré par la solution étalon de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  (0.01N), d'abord sans indicateur jusqu'à ce que la solution se colore en jaune clair.
- Ajouter 3 gouttes d'empois d'amidon et continuer le titrage par le thiosulfate jusqu'à la disparition de la coloration bleue de la solution, la solution ne se décolore pas complètement parce que les ions  $\text{Cr}^{+3}$  conférant à la solution une coloration verdâtre.

### Calcul du facteur « F » :

$$F = \frac{\text{volume exact de } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}{\text{Volume titré de } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ à } 0.01 \text{ N}}$$

F est toujours compris entre 0,99 et 1,05

### Mode opératoire :

- Dans un flacon peser exactement 2g d'huile d'olive.
- Ajouter 10 ml du chloroforme et dissoudre rapidement la prise d'essai en agitant.
- Ajouter 15 ml d'acide acétique, puis 1ml de la solution d'iodure de potassium.
- Boucher aussitôt le flacon, l'agiter durant 1 mn et laisser 5 mn exactement à l'abri de la lumière et une température comprise entre 15 et 25°C.
- Ajouter ensuite 75 ml d'eau distillée.
- Titrer l'iode libéré avec la solution de thiosulfate en agitant vigoureusement en présence de quelques gouttes d'empois d'amidon.
- Effectuer de la même façon un essai à blanc.

### Méthode de calcul :

$$IP = \frac{V-V_0}{P} \times 10 \text{ en milliéquivalents /Kg}$$

$$IP = \frac{V-V_0}{P} \times 5 \text{ en millimolles /Kg}$$

$$IP = \frac{V-V_0}{P} \times 80 \text{ en microgrammes/Kg}$$

Avec :

1 millimole /kg=2 milliéquivalents /Kg=16 microgrammes /g.

V .. : Volume (ml) de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> à 0.01 N nécessaire pour titrer l'essai à blanc.

V : Volume (ml) de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> à 0.01 N nécessaire pour titrer l'échantillon.

P : Prise d'essai (g) de l'échantillon.

### **2 .3 pH**

Determination en unité pH de la différence de potentiel existant entre deux électrodes plongées dans le produit objet de mesure.

#### **Matériel :**

Matériel courant de laboratoire ;pHmètre à éléctrode de verre.

#### **Méthode :**

Rincez la sonde du pH-mètre à l'eau distillée puis l'essuyer avec du papier absorbant.

Versez l'huile dans un bécher : remplissez environ la moitié du récipient.

Trempez la sonde dans l'huile. Inclinez si nécessaire le bécher afin de bien immerger la cellule de mesure .

Après stabilisation de l'afficheur, relevez le pH.

On doit réaliser plusieurs mesures pour l'échantillon.

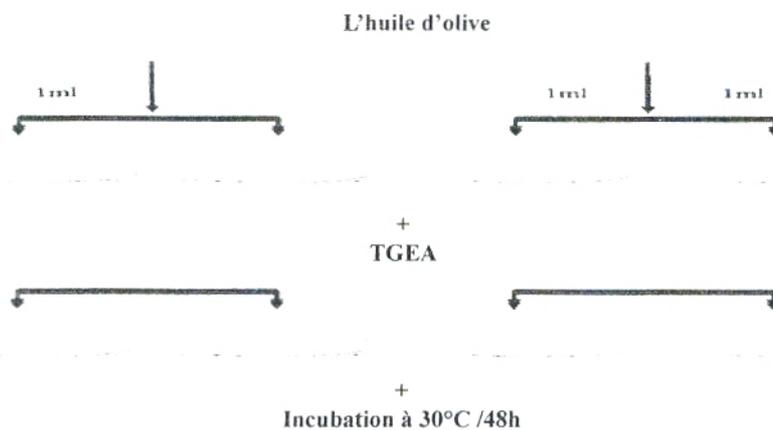
### **3. Analyses microbiologique :**

**Recherche et dénombrement des germes totaux :** Les germes totaux ou flores aérobies mésophiles totales restent les meilleurs indicateurs d'appréciation de la qualité microbiologique générale des aliments, un nombre élevé de microorganismes visibles viables traduit souvent une contamination des aliments par manque d'hygiène et une température inadéquate de stockage et de manutention (Bourgeois, 1991).

### Technique :

On liquéfie la gélose TGEA au bain marie à 100°C puis on le refroidit à 60°C.

On prélève stérilement avec une pipette pasteur un 1ml de l'huile d'olive, on la met dans une boîte de pétri, on coule la gélose TGEA, on fait des mouvements de va et vient et on incube à 30°C pendant 48h on répète la méthode avec les trois échantillons.



**Figure 21** : Méthode d'analyse des germes totaux d'huile d'olive

### Dénombrement des levures et moisissures :

On liquéfie le milieu OGA au bain marie à 100°C puis on le refroidit à 60°C

On coule dans chaque boîte de pétri une quantité suffisante du milieu OGA après sa solidification on prend 1ml de l'huile et on étale à la surface de la boîte, et on incube à 25°C pendant 5 jours .

Le comptage se fait à l'œil nu, les levures sont identiques aux colonies des bactéries, de formes plates, pigmentée, tandis que les moisissures sont des organismes filamenteux.

### 4. Analyse sensorielle

L'analyse sensorielle est une technique qui permet : D'évaluer les qualités organoleptiques d'un produit, de mesurer les caractéristiques sensorielles des aliments, de rechercher des préférences, de faire intervenir les 5 sens de l'être humain.

Elle permet aussi : Le contrôle de la constance du produit et la mise au point de nouveaux produits, de nouvelles recettes.

L'analyse sensorielle fait partie de la démarche qualité de l'entreprise, elle est utilisée pour décrire les sensations que les humains perçoivent avec leur 5 sens (ouïe, toucher, vue, odorat, goût) lors d'un contact avec un produit.

#### Sens et sensations

**La vue** fait référence à la perception de la lumière, des couleurs, des formes;

**L'ouïe** à la perception des sons;

**le goût** à la perception des saveurs par la langue au cours de la dégustation;

**L'odorat** à la perception des molécules odorantes ou odeurs soit par inhalation directe, soit au cours de la mastication (voie rétro-nasale);

**le toucher** à la perception de la consistance du produit (dur, croquant, collant, élastique, etc) et des sensations trigémინées (température, fraîcheur, astringence, métallique, piquant, etc).

**Une sensation** désigne le phénomène par lequel une stimulation physiologique (externe ou interne) provoque, chez un être vivant et conscient, une réaction spécifique produisant une perception; état provoqué par ce phénomène.

#### Les trois composantes d'une sensation

- La qualité : fait référence à la qualification, la description de la sensation.
- L'intensité : de la sensation est fonction de la concentration du stimulus
- L'hédonisme : est liée au caractère agréable / désagréable de la sensation.

## Les tests

### a- Tests consommateurs

- Traitent uniquement de la partie hédonique (c'est-à-dire j'aime / je n'aime pas), des sensations perçues (ressenti personnel)
- Aucune question sur la qualité ou l'intensité des sensations perçues
- Les réponses obtenues sont liées à un contexte : date, pays, environnement... Il s'agit d'une photographie des préférences d'une population donnée, à un moment donné.
- Font appel à des consommateurs naïfs (tout le monde est capable de dire s'il aime ou non un produit)
- Les consommateurs sont sélectionnés selon la cible marketing souhaitée (consommateur du produit évalué ou de la famille de produits, ou encore de la cible visée dans le cas d'innovation)
- Les conditions de test doivent être les plus proches possible des conditions réelles de consommation: le plus souvent au foyer, dans la rue, dans une salle ou un laboratoire.

### b- Tests analytiques(discriminatifs et descriptifs)

- Abordent les dimensions qualitative et/ou quantitative des sensations perçues.
- Ne traitent jamais de l'aspect hédonique
- L'objectif est de recueillir une évaluation objective du produit
- Font appel à des sujets au minimum initiés (c'est-à-dire qui connaissent la méthodologie d'analyse)
- Impliquent une formation des sujets : sur la méthodologie, mais aussi la reconnaissance des sensations perçues, l'appropriation du vocabulaire commun et la quantification de ces sensations
- Exigence en termes de sensibilité, de fiabilité des résultats
- Toujours menés en laboratoire d'analyse sensorielle avec box individuels.

## **Tests réalisés**

En se basant sur les principes et l'utilité de chacun des tests, on a réalisé un test hédonique pour évaluer les propriétés sensorielles de chaque l'huile d'olive.

L'analyse sensorielle est réalisée au laboratoire de contrôle qualité et analyses, département de biologie, université de Tlemcen. Ils ont été réalisés par un panel de 12 individus de sexe féminin et masculin ayant des âges de (20ans - 33ans).

L'analyse qui a été réalisée pour l'évaluation des trois échantillons de l'huile d'olive est :

✓ Test hédonique.

Ce test consiste à donner une note (on va utiliser une échelle) pour chacune des caractéristiques de notre produit afin d'établir un profil sensoriel pour notre produit.

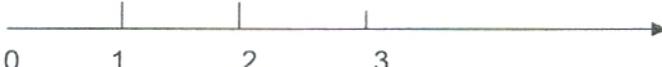
Le panel sera prié de remplir la fiche décrite en annexe.

# Analyse sensorielle

## FEUILLE DE PROFIL

### L'HUILE D'OLIVE VIERGE

#### Perception des défauts

Chômé	
Moisi	
Vineux-Vinaigré-Acide-Aigre	
Métallique	
Rance	

#### Perception des attributs positifs

Fruité	
Amer	
Piquant	

Nom du dégustateur : .....

Code de l'échantillon : .....

Date : .....

Figure 22: fiche d'évaluation sensorielle (test hédonique)

RÉSULTATS  
ET DISCUSSIONS

### III .Résultats et discussions

#### 1. Résultats des Analyses physicochimiques

Les résultats de l'acidité et de l'indice de peroxyde et du pH sont exprimés dans le tableau suivant :

**Tableau 3:** résultats de l'acidité et de l'indice de peroxyde et du pH

	Huile de SIDI BELABES	Huile de SEBRA	Huile de chetouane	Normes
Indice d'acidite (mg KOH /g huile	0,96	1,7	3 ,04	
Acidité libre (% acide oléique)	0 ,48	0,85	1,52	< 3,3
Valeur peroxyde (meq O <sub>2</sub> /kg)	3,17	4,15	3,96	< 20
pH	4 ,7	4 ,8	5 ,2	4.2 à 5.9

#### Interprétation physicochimique

##### 1.1 Indice d'acide

Cet indice est un critère de pureté de l'huile. Sa connaissance pour un corps gras est un moyen pour déterminer son altération par hydrolyse.

Les corps gras, en s'hydrolysant naturellement, donnent naissance à des acides gras libres et du glycérol. Dans la plus part des corps gras les glycérols est rapidement détruit au cours du stockage à l'exception de l'huile de palme ou les corps gras bruts ne contiennent plus de glycérols libre.

L'entreposage prolongé des olives à l'air libre (oxydation et action des bactéries et moisissures) qui ne doit pas excéder cinq jours ; le manque de lavage et de tri des récoltes sont les facteurs qui influent négativement sur l'acidité de l'huile.

La non maîtrise des techniques de purification et de séparation incomplète du jus de fruit des margines accentue l'acidité et altère le gout d'une l'huile (**Bouhireb, 2005**).

Les indices d'acides des échantillons étudiés sont représentés dans le tableau 3.

On remarque une légère différenciation de l'indice d'acide de l'huile d'olive entre SIDI BELABES et SEBRA alors que l'indice est un peu élevé pour Chetouane mais dans les trois cas elle ne dépasse pas les normes (annexe) . On conclue qu'il ya une hydrolyse des acides gras en contact de l'air et la lumière, ce qui a permis une augmentation des acides gras libres.

### 1.2 Acidité libre ou % en acide oléique

Elle indique la teneur en pourcentage d'acides gras libres exprimée en acide oléique présent dans l'huile et constitue un paramètre important pour la classification du produit.

Les valeurs obtenues sont représentées dans le tableau 3.

Les huiles qui ont une acidité inférieure à 3,3 % sont considérées respectivement comme des huiles d'olives vierges fines ou des huiles d'olives vierges semi fine.(C .O .I.,1992).

Ce qui nous amène à dire que les échantillons sont considérés comme huile d'olive vierge.

Les échantillons ont une acidité inférieure à la norme établie par le codex alimentarius et le conseil oléicole international, cependant nous remarquons une légère augmentation dans l'huile de Chetouane .

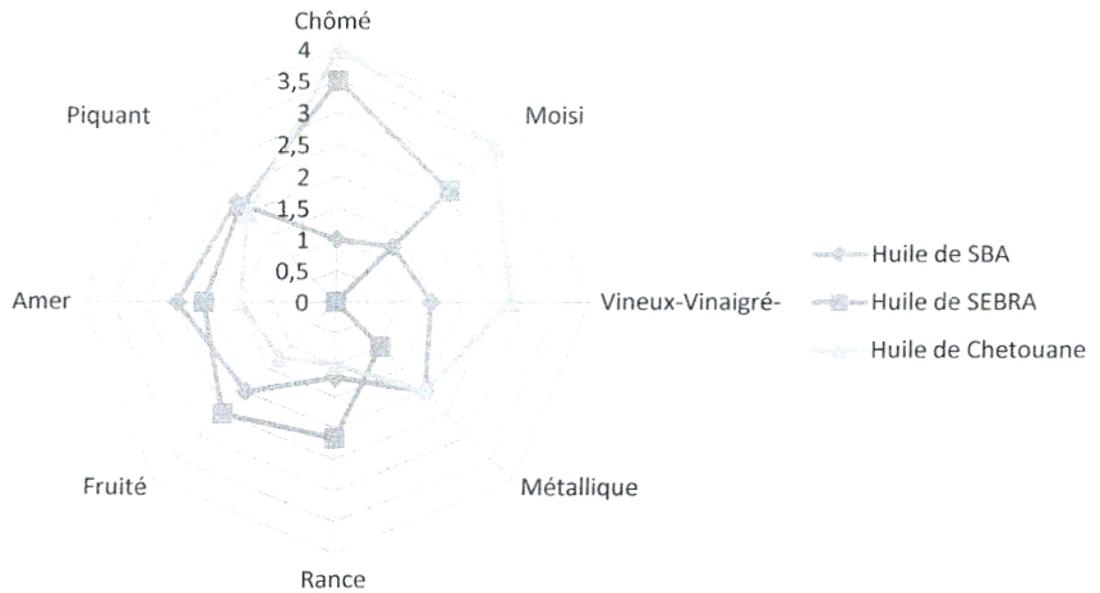
### 1.3 Indice de peroxyde

Cet indice est un bon indicateur de l'état de conservation d'un corps gras, il mesure les hydroperoxydes totaux qui sont les premiers produits d'oxydation en contact de l'oxygène (Kiritsakis, 1998 a).

Le tableau 3, représente les valeurs de l'indice de peroxyde obtenues pour les trois échantillons.

Selon la norme codex alimentarius et le conseil oléicole international, toute les huiles vierges à indice de peroxyde inférieur ou égale à 20 meq O<sub>2</sub>/kg d'huile sont considérées comme étant bonne et celles dont l'indice de peroxyde est supérieur à 20 meq O<sub>2</sub>/kg d'huile sont considérées comme étant des huiles lampantes (**Kiritsakis, 1998 a**).

On conclue que nos trois échantillons d'huile sont classé dans la catégorie des huiles d'olive bonnes malgré la légère augmentation de l'indice de peroxyde de l'huile de SEBRA



**Figure 23 : profil du test hédonique**

Le test hédonique nous a permis d'établir un profil sensoriel du produit déterminant quelques unes de ses caractéristiques, ce profil nous a permis de montrer que l'huile de SBA détermine les caractères positifs plus que les caractères négatifs alors que c'est le contraire pour l'huile de chetouane et l'huile de SEBRA.

### 3. Résultats microbiologie :

Les résultats d'analyse microbiologie sont résumés dans le tableau suivant :

**Tableau 5:** résultats microbiologie

	Huile de SBA	Huile de SEBRA	Huile de Chetouane
Germes totaux	Absence	Absence	Absence
Levures et moisissures	Absence	Absence	Absence

Les résultats obtenus sont conformes avec les normes (annexe) ce qui explique que le conditionnement de l'huile d'olive est un élément important.

# RÉFÉRENCES

# BIBLIOGRAPHIQUES

**Amirante P., Clodoveo M. L., Dugo G., Leone A. & Tamborrino A. (2006)**

Advance technology in virgin olive oil production from traditional and de-stoned pastes: Influence of the introduction of a heat exchanger on oil quality.

*Food Chemistry*. 98 (4) pp 797-805.

**Andrews P., Busch J. L. C. H., Joode T. D., Groenewegen A. & Alexandre H. (2003)**

Sensory properties of virgin olive oil polyphenols: identification of deacetoxy-ligstroside agglycon as a key contributor to pungency.

*Journal of Agricultural and Food Chemistry* 51 (5) pp 1415-1420.

**Angerosa F. (2000)**

Sensory quality of olive oil. Dans J. Harwood & R. Aparicio (Eds.), Handbook of olive oil: analysis and properties.

Gaithersburg, Maryland, USA: Aspen publications, Inc.

**Angerosa F., Mostallino R., Basti C. & Vito R. (2000b).**

Virgin olive oil odour notes: their relationships with volatile compounds from the lipoxygenase pathway and secoiridoid compounds.

*Food Chemistry*. 68 (3) pp 283-287.

**Angerosa F. (2002)**

Influence of volatile compounds on virgin olive oil quality evaluated by analytical approaches and sensor panels.

*European Journal of Lipid Science and Technology*. 104 (9-10) pp 639-660.

**Aparicio R., Roda L., Albi M. A. & Gutiérrez F. (1999)**

Effect of various compounds on virgin olive oil stability measured by Rancimat.

*Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 47 (10) pp 4150-4155.

**Asfaw N., Licence P., Novitskii A. A. & Poliakoff M. (2005)**

Green chemistry in Ethiopia: the cleaner extraction of essential oils from *Artemisia afra*: a comparison of clean technology with conventional methodology.

*Green Chemistry*. 7 (5) pp 352-356.

**Association Française Interprofessionnelle de l'Olive - UGO - UNIGC (2009)**

Graphique: Huile d'olive extraite des olives de production française dans les moulins à huile de France depuis 1980.

**Bensemmane A. (2009).**

Le trait d'union des opérateurs économiques pour renouveau du monde agricole et rural.

1<sup>er</sup> forum méditerranéen de l'oléiculture, 1111-4762.

**Caponio F., Alloggio V. & Gomes T.(1999)**

Phenolic compounds of virgin olive oil: influence of paste preparation techniques.  
*Food Chemistry*. 64 (2) pp 203-209.

**Charbonnier, A. (1982).**

Main conclusion dawn from the International Symposium on the recent medical researches on the value of the olive oil to health (pp. 1–4) Paris, 17 Novembre.

**Codex alimentarius (1989)**

Norme codex pour les huiles d'olive vierges et raffinées et pour l'huile de grignons d'olive raffinée.

Codex STAN 33-1981 (Rév. 1-1989).

**Conférence des Nations Unies sur le Commerce Et le Développement (2005)**

Accord international de 2005 sur l'huile d'olive et les olives de table.

Nations Unies TD/OLIVE.OIL.10/6.

**Conseil Oléicole International (1997)**

Encyclopédie Mondiale de l'Olivier. Plaza and James Editors S. A.

**Conseil Oléicole International (2007)**

Analyse sensorielle de l'huile d'olive: méthode d'évaluation organoleptique de l'huile d'olive vierge.

COI/T.20/Doc.n°15/Rev.2. septembre 2007.

**Conseil Oléicole International (2009a)**

Production mondiale d'huile d'olive, tableau 1.Novembre 2009.

**Conseil Oléicole International (2009b)**

Consommation mondiale d'huile d'olive, tableau 4.Novembre 2009.

**Da Silva T. M., Munhoz R. P., Alvarez C., Naliwaiko K., Kiss A., Andreatini R. & Ferraz A.C. (2008)**

Depression in Parkinson's disease: a double-blind, randomized, placebo-controlled pilot study of omega-3 fatty acid supplementation.

*Journal of Affective Disorders*. 111 (2-3) pp 351-359.

**Del Caro A., Vacca V., Poiana M., Fenu P. & Piga A. (2006)**

Influence of technology, storage and exposure on components of extra virgin olive oil (Bosana cv) from whole and de-stoned fruits.

*Food Chemistry*. 98 (2) pp 311-316.

**Moreno J. J. (2003).**

Effect of olive oil minor components on oxidative stress and arachidonic acid mobilization and metabolism by macrophage raw 264.7.

*Free Radical Biology and Medicine*. 35 (9) pp 1073-1081.

**Motard-Bélanger A., Charest A., Grenier G., Paquin P., Chouinard P. Y., Lemieux S., Couture P. & Lamarche B. (2008)**

Study on the effects of trans fatty acids from ruminants on blood lipids and other risk factors for cardiovascular disease.

*American Journal of Clinical Nutrition*. 87 (3) pp 593-599.

**Murkovic M., Lechner S., Pietzka A., Bratacos M. & Katzogiannos E. (2004)**

Analysis of minor components in olive oil.

*Journal of Biochemical and Biophysical Methods*. 61 (1-2) pp155-160.

**Nergiz C. & Ergönül P. G. (2009)**

Organic acid content and composition of the olive fruits during ripening and its relationship with oil and sugar.

*Scientia Horticulturae*. 122 (2) pp 216-20.

**Ocakoglu D., Tokatli F., Ozen B. & Korel F. (2009)**

Distribution of simple phenols, phenolic acids and flavonoids in Turkish monovarietal extra virgin olive oils for two harvest years.

*Food Chemistry*. 15 (2) pp 401-410.

**Official Method Ca 5a-40 (1989)**

Free Fatty Acids. *American Oil Chemists' Society*, Champaign, IL, USA.

**Official Method Cd 8-53 (1989)**

Peroxyde Value: Acetic Acid-Chloroform Method.

*American Oil Chemists' Society*, Champaign, IL, USA.

**Ollivier D., Artaud J., Pinatel C., Durbec J. P. & Guérère M. (2003)**

Triacylglycerol and fatty acid compositions of French virgin olive oils. Characterization by chemometrics.

*Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 51 (19) pp 5723-5731.

**Owen R. W., Giacosa A., Hull W. E., Haubner R., Spiegelhalder B. & Bartsch H. (2000)**

The antioxidant/anticancer potential of phenolic compounds isolated from olive oil.

*European Journal of Cancer*. 36 (10) pp 1235-1247.

**Venkateswarlu G., Let M. B., Meyer A. S & Jacobsen C (2004)**

Modeling the sensory impact of defined combinations of volatile lipid oxidation products on fishy and metallic off-flavors.

*Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 52 (6) pp 1635-1641.

**Vierhuis E., Servili M., Baldioli M., Schols H. A., Voragen A. G. J. & Montedoro G. F. (2001)**

Effect of enzyme treatment during mechanical extraction of olive oil on phenolic compounds and polysaccharides.

*Journal of Agriculture and Food Chemistry*. 49 (3) pp. 1218–1223.

**Vinha A. F., Ferreres F., Silva B. M., Valentao P., Gonçalves A., Pereira J. A., Oliveira M. B., Seabra R. M. & Andrade P. B. (2005)**

Phenolic profile of Portuguese olive fruits (*Olea europaea L.*): Influence of cultivar and geographical origin.

*Food Chemistry*. 89 (4) pp 561-568.

**Viola P. (1987)**

Olive oil and health, International Olive Oil Council, Madrid, Spain.

**Virost M., Tomao V., Colnagui G., Visinoni F. & Chemat F. (2007)**

New microwave-integrated Soxhlet: an advantageous tool for the extraction of lipids from food products.

*Journal of Chromatography A*. 1174 (1-2) pp 138-144.

**Visioli F. & Galli C. (1998)**

The effect of minor constituents of olive oil on cardiovascular disease: new findings.

*Nutrition Reviews*. 56 (5) pp 142-147.

**Wolff J.P., 1968.**

Manuel d'analyses des corps gras . Ed.Azoulay , Paris

**Yang D. P., Kong D. X. & Zhang H. Y. (2007)**

Multiple pharmacological effects of olive oil phenols.

*Food Chemistry*. 104 (3) pp 1269-1271.

[http://fr.wikipedia.org/wiki/Extraction\\_de\\_l'huile\\_d'olive](http://fr.wikipedia.org/wiki/Extraction_de_l'huile_d'olive)

<http://www.lhuiledolivealecoledeschefs.org/secrets/extraction-huile>

[www.agrimaroc.net/141.pdf](http://www.agrimaroc.net/141.pdf)

<http://www.labalmeenne.fr/huile-olive-fabrication-la-balmcenne.php>

<http://r0.unctad.org/infocomm/francais/olive/technologie.htm>

[www.unido.org/fileadmin/.../Guide\\_du\\_producteur\\_de\\_huile\\_olive.pdf](http://www.unido.org/fileadmin/.../Guide_du_producteur_de_huile_olive.pdf)

# ANNEXES

TABLEAU IX  
CRITERES MICROBIOLOGIQUES DES SEMI-CONSERVES

PRODUITS	n	c	m
<b>1. Semi-conserves d'origine animale (1) :</b>			
<b>1.1. Semi-conserves pasteurisées :</b>			
— germes aérobies à 30° C	5	1	10 <sup>4</sup>
— coliformes	5	0	absence
— <i>Staphylococcus aureus</i>	5	0	absence
— clostridium sulfite-réducteurs à 46° C	5	0	absence
— <i>Salmonella</i>	5	0	absence
<b>1.2. Semi-conserves non pasteurisées (anchois au sel ou à l'huile...) :</b>			
— germes aérobies à 30° C	5	1	10 <sup>5</sup>
— coliformes	5	0	absence
— <i>Staphylococcus aureus</i>	5	0	absence
— clostridium sulfite-réducteurs à 46° C	5	0	absence (2)
— <i>Salmonella</i>	5	0	absence
<b>2. Semi-conserves d'origine végétale :</b>			
— germes aérobies à 30° C	5	1	10 <sup>5</sup>
— clostridium sulfite-réducteurs à 46° C	5	0	absence
— coliformes	5	0	absence
— <i>Staphylococcus aureus</i>	5	0	absence
— <i>Salmonella</i>	5	0	absence

(1) Revivification de la suspension mère pendant deux (2) heures à la température du laboratoire pour les semi-conserves et pendant 30 mn à 45 mn pour les semi-conserves non pasteurisées.

(2) Cas particulier des anchois au sel : Clostridium sulfite-réducteurs à 46° C : m = moins de 10 par gramme.

## Résumé

L'huile d'olive est un produit ancestral largement reconnu pour ses effets bénéfiques sur la santé humaine. Sa technique de fabrication a beaucoup évolué au cours du dernier siècle, notamment ces dernières années avec l'automatisation croissante des chaînes de production. La première partie de ce travail fait le bilan de ces différentes évolutions, puis la seconde détaille l'impact de chacune des étapes de fabrication sur sa composition nutritionnelle.

Nous avons ainsi étudié l'influence du broyage, des séparations liquide-liquide et solide-liquide. L'optimisation de ces étapes permet l'obtention d'une huile enrichie de façon endogène puisque tous les nutriments étaient présents dans l'olive. Mes travaux ont donc été réalisés dans le but de répertorier les différentes techniques de fabrication de l'huile, de les analyser étape par étape et d'optimiser les procédures dans les moulins de façon à obtenir une huile de très haute valeur nutritionnelle.

**Mots-clés :** huile d'olive, techniques d'extraction, composition, valeur nutritionnelle, analyse sensorielle.

## Abstract

Olive oil is an ancient product widely recognized for its beneficial effects on human health. Its manufacturing technique has evolved over the last century, particularly in recent years with the increasing automation of production lines. The first part of this work takes stock of these developments, and the second describes the impact of each stage of manufacturing its nutritional composition.

We have studied the influence of grinding, liquid-liquid and solid-liquid separation. The optimization of these steps allows oil enriched endogenously since all nutrients were present in the olive. My work has been performed in order to identify the various techniques of oil production, analyze step by step and to optimize processes in the mills to obtain an oil of high nutritional value.

**Keywords :** olive oil , extraction techniques , composition, value nutrition, sensory analysis.

## ملخص

زيت الزيتون منتج قديم معروف بصف واسع لتأثيره الإيجابي على صحة الإنسان. تكنولوجيا التصنيع تطورت على مدى القرن الماضي وبخاصة في سنوات الأخيرة مع تدخل التشغيل الآلي في عملية التصنيع

الجزء الأول من هذا العمل يأخذ الأسم من هذا التطورات و الثاني يصف تأثير كل دورة من تصنيع على المكونات الغذائية لقد درسنا تأثير عملية الطحن فصل السائل عن السائل و المواد الصلبة عن السائل. الاستفادة المثلي من هذه الخطوات سمح الحصول على زيت غني

عملي كان يهدف إلى تحليل مختلف طرق تصنيع زيت الزيتون من أجل التعرف على التقنيات المختلفة لتحليل إنتاج الزيت خطوة بخطوة و تحسين العمليات في المطاحن للحصول على زيت ذو قيمة غذائية عالية

**كلمات مفتاحية:** زيت الزيتون, تكنولوجيا استخراج, مكونات, قيمة غذائية, التحليل الحسي.