

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université M'hamed Bougara Boumerdes

Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de Master

Département : génie des procédés

Option : génie alimentaire

THEME :

**Analyse du procédé traditionnel de production
d'huile d'olives appliqué dans certaines régions de
Kabylie (nord algérien)**

Présenté par :

M^{lle} : TAFTIST DALIA

M^{lle} : ZEDEK SALIHA

M^{lle} : BENNAI DEHIA

Soutenu le **13/07/2019**

Jury :

Président : Mr SAHMOUNE MOHAMED NACER /Pr

UMBB

Examineur : Mr ZIDANI SOFIANE / MCP

UMBB

Promoteur : Mr BENAMARA SALAM /Pr

UMBB

Co-promoteur: Mr BOUKHIAR AISSA / MCP

UMBB

2018-2019

Dédicace

*J'ai toujours pensé faire ou
Offrir quelques choses à mes
Parents en signe de reconnaissance
Pour tout ce qu'ils ont consenti d'effort
Rien que pour me voir réussir, Et voilà,
L'occasion est venue.
A ceux qui m'ont donné la vie, symbole de beauté, de fierté,
De sagesse et de patience.
A ceux qui sont la source de mon inspiration et de mon courage,
À qui je dois de l'amour et la reconnaissance.*

- ☉ *A mes très chers parents*
- ☉ *A la mémoire de mon frère « Mohamed » que dieu
Accorde-lui le salut et le pardon et Fais-le entrer au
Paradis et préserver du châtement de la tombe et du
châtement de l'Enfer.*
- ☉ *A mes frères (Mahdi et Oussama)*
- ☉ *A mes sœurs (Amira, Samia, Assia)*
- ☉ *A toute ma grande famille*
- ☉ *A tous mes ami (es) surtout (Zahra (zozo), Zahra,
Amira,
Sarah, Ibtissam, Zahra, yasmin, Hayat, Rabea...)*
- ☉ *À mes trinôme Salîha et dehia et leur famille*
- ☉ *A tous ceux que j'aime et je respecte*
- ☉ *A tous le Groupe GP promotion 2019*

Dalia

Dédicace

*J'ai toujours pensé faire ou
Offrir quelques choses à mes
Parents en signe de reconnaissance
Pour tout ce qu'ils ont consenti d'effort
Rien que pour me voir réussir, Et voilà,
L'occasion est venue.*

*A ceux qui m'ont donné la vie, symbole de beauté, de fierté,
De sagesse et de patience.*

*A ceux qui sont la source de mon inspiration et de mon courage,
À qui je dois de l'amour et la reconnaissance.*

☉ *A ma très chère mère: qui a veillée sur moi pendant
Toute ma vie.*

☉ *A la mémoire A mon très cher père pour ses encouragements
« Mohamed » que dieu Accorde-lui .*

☉ *A mes frères (Rabah et Mohamed)*

☉ *A mes sœurs (Akila, Karima, ChRifa, Lila, Salima , Rafika)*

☉ *A mon mari (Ahmed) et à sa famille*

☉ *A toute ma grande famille*

☉ *A tous mes ami (es) surtout (Zahra, Silia...)*

☉ *À mes trinômes Dalia et dehia et leur famille*

☉ *A tous ceux que j'aime et je respecte*

☉ *A tous le Groupe GP promotion 2019*

Saliha

Dédicace

Je dédie ce modeste travail et ma profonde
Gratitude
A mes très chers parents pour l'éducation,
Qu'ils m'ont prodigué;
Pour les sacrifices qu'ils ont consentis
À mon égard et leur soutien, pour le sens du devoir
Qu'ils m'ont enseigné depuis mon enfance.
Je ne saurais exprimer toute ma reconnaissance
Et tout l'amour que je vous porte.
Que Dieu vous protège et vous accorde une longue vie
Pleine de santé et de bonheur
A mes très chers frères, et à mes très chères sœur
A mon cher mari Abdou,
Aucun mot ne serait t'exprimer ma reconnaissance
Pour ton soutien et ton encouragement
Dont tu m'as toujours entouré
A mes beaux-parents et à mes belles sœurs,
Mes trinômes aussi,
A tous ceux qui me sont chers.

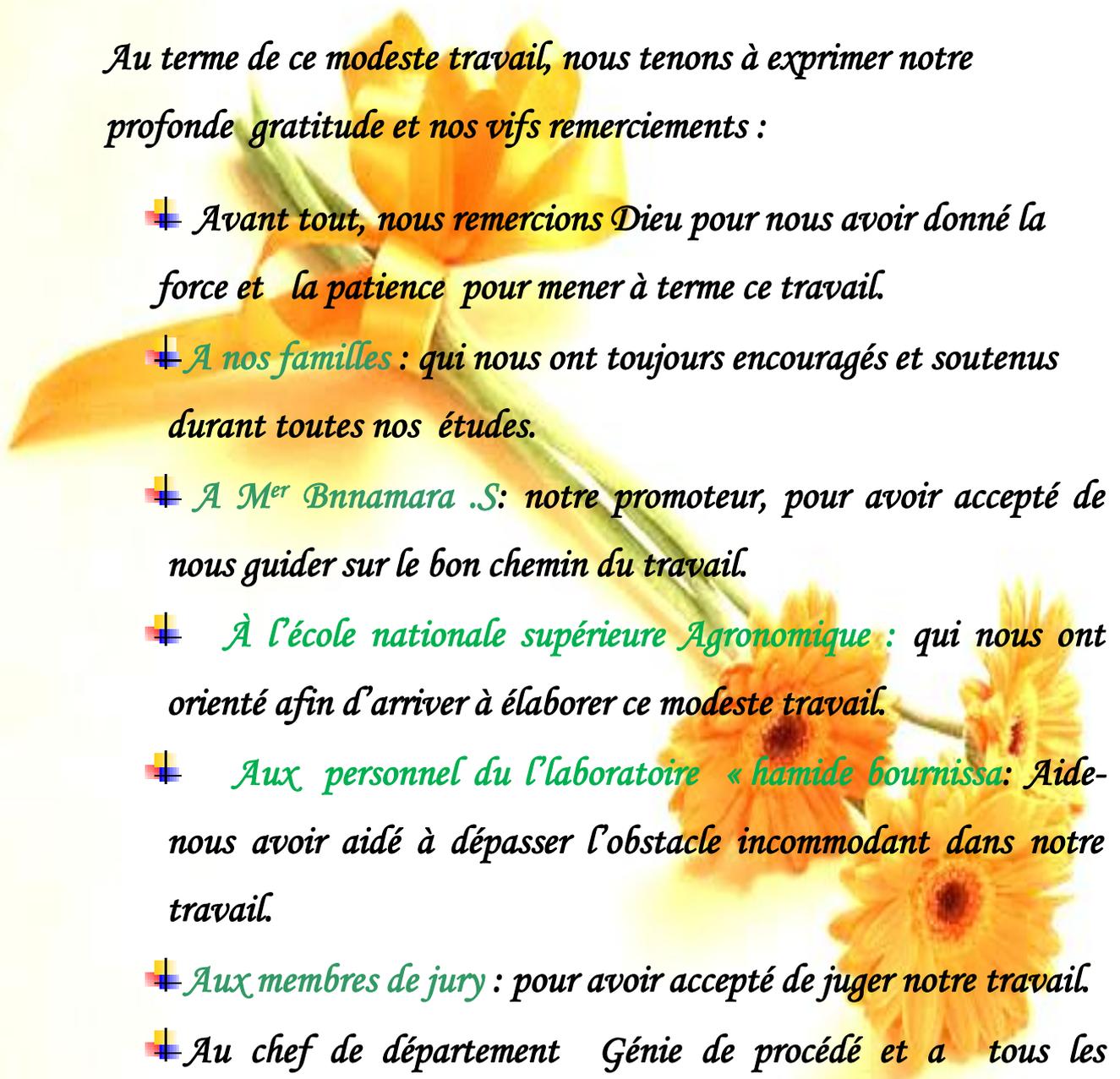
Dehia



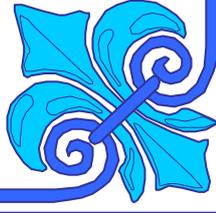
REMERCIEMENT

REMERCIEMENT

Au terme de ce modeste travail, nous tenons à exprimer notre profonde gratitude et nos vifs remerciements :

- 
- ✦ Avant tout, nous remercions Dieu pour nous avoir donné la force et la patience pour mener à terme ce travail.*
 - ✦ A nos familles : qui nous ont toujours encouragés et soutenus durant toutes nos études.*
 - ✦ A M^{er} Bnamara .S: notre promoteur, pour avoir accepté de nous guider sur le bon chemin du travail.*
 - ✦ À l'école nationale supérieure Agronomique : qui nous ont orienté afin d'arriver à élaborer ce modeste travail.*
 - ✦ Aux personnel du laboratoire « hamide bournissa: Aide-nous avoir aidé à dépasser l'obstacle incommodant dans notre travail.*
 - ✦ Aux membres de jury : pour avoir accepté de juger notre travail.*
 - ✦ Au chef de département Génie de procédé et a tous les enseignants, pour leurs soutiens techniques et pédagogiques.*
 - ✦ Sans oublié nos amis et collègues de travail.*

Dalia/Saliha/Dehia



Sommaire

1. Introduction	1
2. Matériel et Méthodes	3
2.1. Les olives	3
2.1.1. Mini-enquête sur la prise de conscience de l'intérêt du séchage auprès de la population locale	3
2.2. Détermination de quelques indices biométriques de l'olive entière.....	3
2.3. Cinétique de séchage solaire	4
2.4. Efficacité d'extraction et qualité des huiles obtenues	6
3. Résultats et discussion	9
3.1. Mini-enquête	9
3.2. Evaluation biométrique.....	9
3.2.1. Cinétique de séchage	11
3.3. Efficacité d'extraction et qualité des huiles obtenues	22
4. Conclusion	37
5. Bibliographie	
6. Annex	

Résumé

Le but du présent travail porte sur l'étude préliminaire et à l'échelle de laboratoire du séchage traditionnel appliqué dans la région de Kabylie comme traitement préalable des olives mûres avant extraction d'huile, en s'intéressant : 1) à la cinétique de séchage des olives soumises à deux techniques de séchages, à savoir le séchage traditionnel (SD) et le séchage indirect (SI) dans un séchoir cabine, 2) à quelques paramètres d'efficacité des deux techniques, et 3) à quelques paramètres de qualité des deux types d'huiles issues des olives séchées par les deux méthodes, l'huile obtenue à partir des olives fraîches (non séchées) étant prise comme référence quand cela est possible. D'abord une enquête a été réalisée auprès de 50 personnes âgées de 50 ans et plus pour rassembler leurs avis concernant la raison de ce recours au séchage solaire avant extraction d'huile.

Quelques paramètres ont été analysés (analyses biométriques des OF, cinétique de séchage, efficacité du processus d'extraction et qualité des huiles obtenus). Cette étude montre que le procédé traditionnel de production d'huile d'olives dans certaines régions de Kabylie est intéressant sur le plan qualité du produit fini. A ce niveau de l'étude, il n'y a pas de différence entre le SD et le SI en termes d'efficacité d'extraction et de qualité des huiles obtenues. Par contre, le SI a impacté positivement l'impact sur l'environnement en réduisant de 90 % la quantité de margines rejetée.

Une analyse plus détaillée du processus, appuyée par l'outil statistique, est vivement souhaitée.

Abstract:

The purpose of this work is to study the preliminary and laboratory-scale study of traditional drying applied in the Kabylie region as a pre-treatment of ripe olives before oil extraction, with an interest in: 1) drying kinetics olives subjected to two drying techniques, namely traditional drying (SD) and indirect drying (SI) in a cabin dryer, 2) to some efficiency parameters of both techniques, and 3) to some quality parameters of both types of oils from the olives dried by both methods, the oil obtained from the fresh (undried) olives is taken as a reference when possible. First, a survey was

carried out among 50 people aged 50 and over to gather their opinions on the reason for this use of solar drying before oil extraction.

Some parameters have been analysed (biometric analyses of OF, drying kinetics, efficiency of the extraction process and quality of the oils obtained). This study shows that the traditional olive oil production process in some areas of Kabylie is interesting in terms of the quality of the finished product. At this level of the study, there is no difference between SD and IS in terms of extraction efficiency and quality of the oils obtained. On the other hand, IS has had a positive impact on the impact on the environment by reducing the amount of marginal's released by 90%.

A more detailed analysis of the process, supported by the statistical tool, is highly desired.

ملخص

الهدف من هذا العمل هو دراسة النطاق الأولي ولمختبري للتجفيف التقليدي المطبق في منطقة القبائل كعلاج مسبق للزيتون الناضج قبل استخراج الزيت ، مع التركيز على: (1) حركية تجفيف الزيتون الخاضع لطريقتين للتجفيف ، وهما التجفيف التقليدي (SD) والتجفيف غير المباشر (SI) في مجفف المقصورة ، (2) بعض معلمات الكفاءة للتقنيتين ، و (3) بعض معايير الجودة من هذين النوعين من زيت الزيتون المجفف بالطريقتين)، يتم أخذ الزيت الناتج من الزيتون الطازج (غير المجفف) كمرجع عند الإمكان. أولاً ، تم إجراء دراسة استقصائية بين 50 شخصاً تتراوح أعمارهم بين 50 عاماً أو أكثر لجمع آراءهم حول سبب استخدام هذا التجفيف الشمسي قبل استخراج الزيت.

تم تحليل بعض المعلمات (من التحليلات الحيوية ، حرا كيات التجفيف ، كفاءة عملية الاستخراج وجودة الزيوت التي تم الحصول عليها). توضح هذه الدراسة أن عملية إنتاج زيت الزيتون التقليدية في مناطق معينة من منطقة القبائل مثيرة للاهتمام من حيث جودة المنتج النهائي. في هذا المستوى من الدراسة، لا يوجد فرق بين SD و SI من حيث كفاءة الاستخراج وجودة الزيوت التي تم الحصول عليها. من ناحية أخرى، أثرت SI بشكل إيجابي على التأثير البيئي من خلال تقليل 90 ٪ من كمية المياه النباتية التي يتم تصريفها بنسبة 90 ٪. من المستحسن للغاية إجراء تحليل أكثر تفصيلاً للعملية ، تدعمه الأداة الإحصائية.

Liste des abréviations

SI : séchage indirect

SD : séchage direct

PFE : poids du fruit entier

PN : poids du noyau

PP : poids de la pulpe

Long : longueur

Larg : largeur

M : moyenne de 10 mesures

ET : écart-type.

RH1 : rendement en huile de première extraction (sans ajout d'eau) (mL/100g),

TM : taux de margines (ml/100 g),

TG : taux de grignons (g/100g),

EP : efficacité du pressage

TB : temps de broyage (min).

HOF : huile d'olive fraîche

Analyse du procédé traditionnel de production d'huile d'olives appliqué dans certaines régions de Kabylie (nord algérien)

1. Introduction

A partir de tous les documents consultés à propos du processus de production d'huile d'olive, celui-ci peut se résumer à cinq opérations unitaires de base (Figure 1).

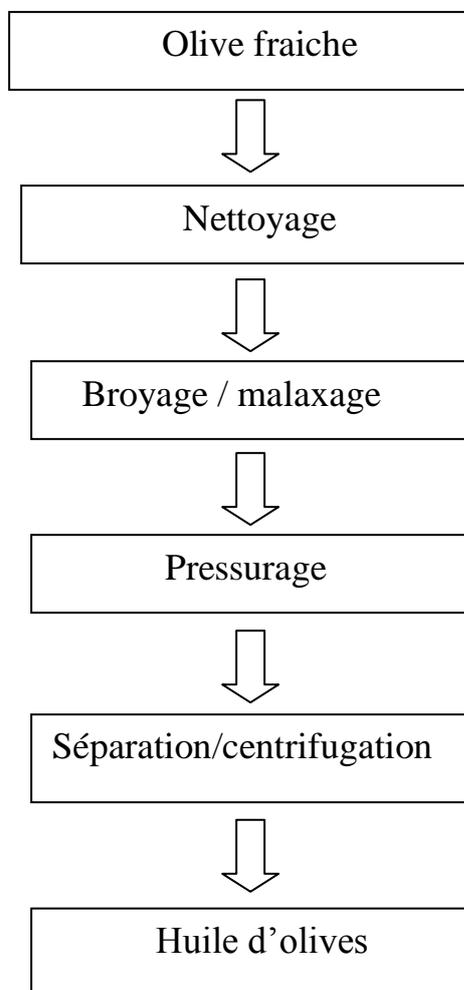


Figure 1 : Schéma technologique de production d'huile d'olives

Le séchage : C'est un procédé universel qui se retrouve, sous différentes variantes, dans toutes les huileries modernes. Ces différentes variantes sont en fait des versions perfectionnées des procédés traditionnels. A ce sujet, il nous paraît utile de relever le procédé utilisé traditionnellement et exclusivement, à notre connaissance, dans la région de Kabylie comme cela a été déjà rapporté par Boukhiar et al. (2017). La caractéristique de ce procédé est l'application d'un séchage naturel (séchage solaire à l'air libre ou séchage solaire direct (SD)) sur les olives avant extraction de l'huile. El-Gharbi et al. (2018) ont investigué un procédé similaire (par l'aspect séchage solaire) appliqué dans la région de Gabes (sud tunisien) mais les conditions de séchage (température, teneur en eau...) ne sont pas précisées.

Il est bien connu que le séchage solaire à l'air libre est la méthode classique la plus répandue pour la conservation des aliments dans les pays en développement (Sheikh et al., 2018). Toutefois, les problèmes d'hygiène représentent l'inconvénient principal de cette méthode (Sheikh et al., 2018). A titre d'exemple, Mercer (2012) trouve que parmi trois méthodes de séchage basiques testées sur la mangue qui est un fruit tropical (séchage à l'air libre sur supports en treillis, séchage solaire dans un modèle de séchoir équipé de ventilateurs à énergie solaire et séchage à air forcé dans un séchoir à plateaux de laboratoire de marque Armfield Model UOP8), le séchage à air forcé s'avère le meilleur en termes d'efficacité générale (élimination d'eau et qualité du produit fini) tandis que le séchage à l'air libre donne les plus mauvais résultats.

Le but du présent travail porte sur l'étude préliminaire et à l'échelle de laboratoire du séchage traditionnel appliqué dans la région de Kabylie comme traitement préalable des olives mûres avant extraction d'huile, en s'intéressant : 1) à la cinétique de séchage des olives soumises à deux techniques de séchages, à savoir le séchage traditionnel (SD) et le séchage indirect (SI) dans un séchoir cabine, 2) à quelques paramètres d'efficacité des deux techniques, et 3) à quelques paramètres de qualité des deux types d'huiles issues des olives séchées par les deux méthodes, l'huile obtenue à partir des olives fraîches (non séchées) étant prise comme référence quand cela est possible.

Notons enfin l'intérêt des produits du terroir qui sont partout ailleurs réglementés sous diverses appellations du genre « indication géographique protégée », « appellation d'origine protégée », « appellation d'origine contrôlée »... (Bérard & Marchenay, 2007). Ce genre de produits en tant que symboles identitaires sont susceptibles de stimuler l'activité de recherche pour mieux les connaître et les valoriser au service d'un développement durable (Bérard & Marchenay, 2007).

2. Matériel et Méthodes

2.1. Les olives

Les olives étudiées (Figure 2) sont cueillies durant décembre/janvier 2019 au lieu-dit Azaghar, dans la commune de Bouzeguène (wilaya de Tizi-Ouzou), 150 km à l'est d'Alger.

Les olives sont entreposées à froid jusqu'à analyse.



Figure 2 Les olives étudiées : a) olives vertes, et b) olives noires.

2.2. *Mini-enquête sur la prise de conscience de l'intérêt du séchage auprès de la population locale*

Une mini-enquête d'opinion par entretien semi-directif a été réalisée auprès de 50 personnes âgées d'environ 50 ans et plus pour recueillir leurs avis concernant la raison de ce recours au séchage solaire avant extraction d'huile. Le questionnaire se ramène à l'unique question:

« Quelle est à votre avis la ou les raisons qui conduisent les gens à sécher les olives avant d'en extraire l'huile ? »

2.3. *Détermination de quelques indices biométriques de l'olive entière*

Puisque les olives récoltées présentent des niveaux de maturité différents, elles ont été par conséquent séparées en deux catégories : les olives noires (ON, mûres) et les olives vertes (OV, immatures). Ces dernières ne sont caractérisées que du point de vue les indices biométriques. Dans la suite du travail, seules les ON sont considérées. Il importe de signaler que dans la pratique traditionnelle, cette séparation n'a pas lieu. En revanche, certains témoignages recueillis

attestent sur le fait que le début de la cueillette varie selon les conditions climatiques et il est corrélé d'expérience avec le rendement en huile, entre autres.

Les indices mesurés sont le poids moyen de 10 fruits entiers, de leurs pulpes, de leurs noyaux, de leurs longueurs et de leurs largeurs. Certains de ces paramètres (poids du fruit et rapport poids de la pulpe/poids du noyau), en plus de la teneur en huile, servent à distinguer trois types d'olives (Giuffrè, 2017) : olives de table, olives à huile et olives à double usage (olives de table et production d'huile). Nous rappelons ici que le séchage des olives avant l'extraction d'huile comme cela se pratique dans procédé traditionnel kabyle est mis à profit par les populations concernées pour se fournir en olives de tables ridées légèrement salées (Boukhiar et al., 2017).

2.4. Cinétique de séchage solaire

A des fins de comparaison, la cinétique de séchage a été étudiée pour deux types de procédures (Figure 3) : 1) séchage solaire direct (SD) (Figure 3a), et 2) séchage solaire indirect (SI) (Figure 3b).



1- Cabine de séchage munie de claies sur lesquelles les olives sont déposées

2- Capteur solaire dont la surface inférieure est noire (capteur) et la surface supérieure est transparente

3- Entrée d'air avec moustiquaire

4- Sortie de l'air de séchage enrichi en vapeur d'eau cédée par les olives

(a)



(b)

Figure 3 : Photos des deux installations de séchage utilisées : a-séchage direct, et b-séchage indirect

Cinq modèles mathématiques appliqués au séchage en couche mince ont été utilisés (Fernando & Amarasinghe, 2016 ; Inyang et al., 2018) :

- Modèle de Lewis/Newton :

$$MR = (X - X_e) / (X_0 - X_e) = \exp(-kt)$$

- Le modèle de Henderson et Pabis :

$$MR = a \exp(-kt)$$

- Modèle parabolique :

$$MR = b + kt + ct^2$$

- Modèle linéaire :

$$MR = b + kt$$

- Modèle de Page :

$$MR = \exp(ct^n)$$

où $MR = moisture\ ratio$ (rapport d'humidité, adimensionnel), $X = teneur\ en\ eau\ à\ l'instant\ t$, $X_e = teneur\ en\ eau\ à\ l'équilibre$, $X_0 = teneur\ en\ eau\ initiale$, $k = constante\ de\ vitesse$, et a, b, c et n sont les constantes des modèles.

A part le modèle linéaire, ces modèles sont connus pour être largement utilisés pour décrire le séchage de la plupart des produits alimentaires (Hussein et al., 2016).

L'adéquation des modèles a été estimée au moyen du coefficient de détermination R^2 et de la corrélation linéaire (r) entre les valeurs expérimentales et les valeurs prédites par chacun des modèles. Le meilleur modèle est celui qui implique une valeur élevée (proche de 1) de R^2 et de r .

2.5. Efficacité d'extraction et qualité des huiles obtenues : Les olives séchées ont été soumises au traitement d'extraction de l'huile selon le processus suivant, adapté du procédé traditionnel (Figure 4)

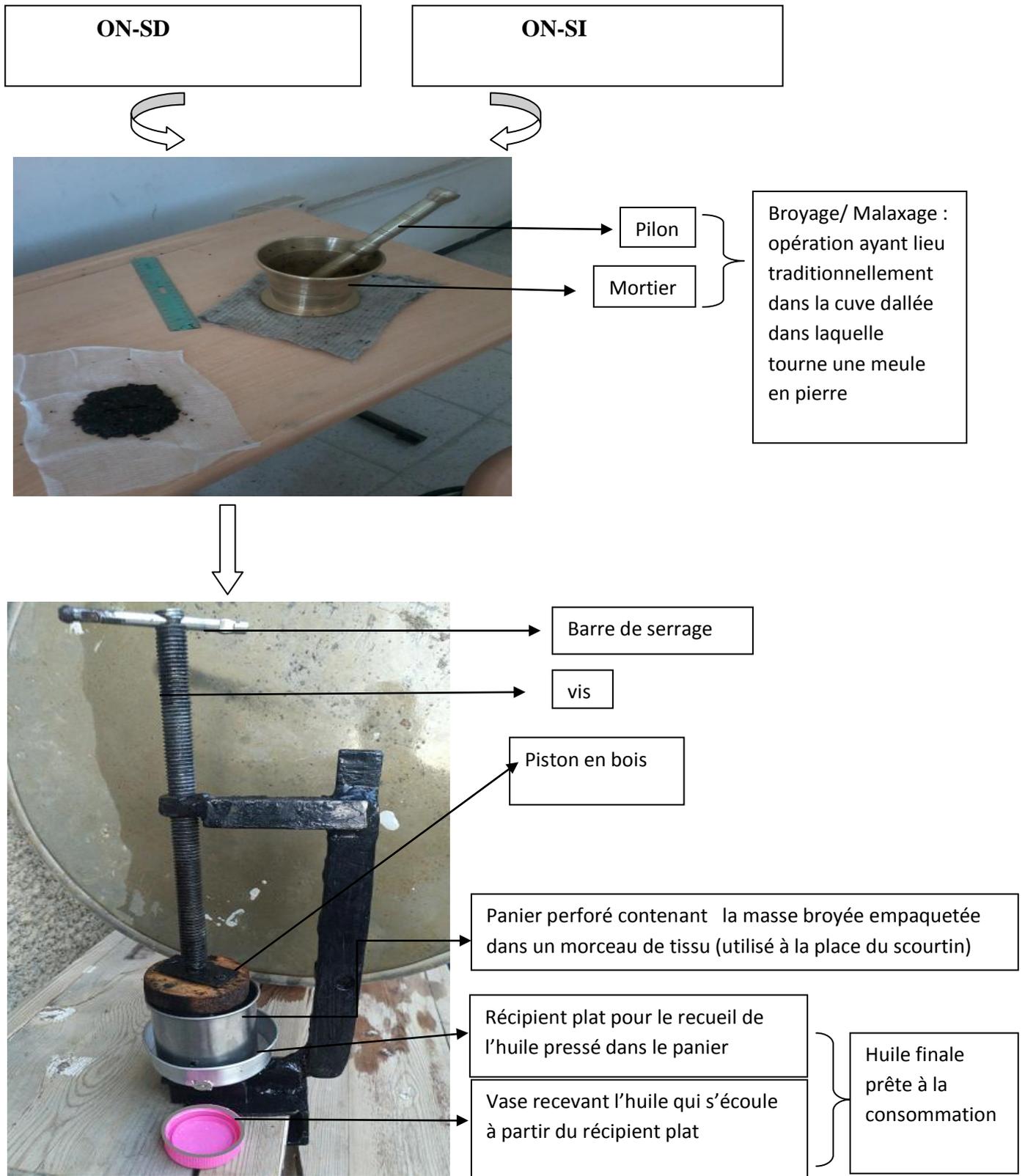


Figure 4 : Processus d'extraction d'huile d'olive appliqué au laboratoire

Dans un premier temps, l'efficacité du processus d'extraction a été évaluée du point de vue du rendement en huile, du taux de margines et de l'efficacité du pressage. Ce dernier paramètre, introduit à notre connaissance pour la première fois dans ce travail, est calculé comme suit :

$$EP = E_g/E_p$$

où E_p = épaisseur de la pâte d'olive broyée dans le panier avant pressage, en cm ;

E_g = épaisseur des grignons après compression, en cm.

En simplifiant, on peut dire que EP varie de 0 (pressage maximal) à 1 (absence d'aucun pressage).

Dans un second temps, la qualité des huiles a été analysée par mesure des paramètres de qualité basiques suivants :

- Indice de réfraction (par réfractométrie).
- Absorbance dans l'UV à 232, 266, 270 et 274 nm puis calcul de l'extinction (K_{232}) et de l'extinction spécifique (Δk) selon la méthodologie décrite dans une note d'application UV/VIS (UV/VIS Application Note, METTLER-TOLEDO M9002 V1.0)

Enfin, la composition en acides gras par CPG a été effectuée à l'école nationale supérieure d'agronomie (ENSA, El-Harrach, Alger). Les conditions opératoires sont données en annexe.

D'autres paramètres ont été aussi analysés mais en raison des résultats douteux (indice d'acide) ou de leur importance quelque peu secondaire en l'état actuel de l'étude (cas des olives moisies) sont donnés en annexe.

3. Résultats et discussion

3.1. Mini-enquête

Les résultats la mini-enquête sont rassemblés dans le tableau 1.

Tableau 1 : Résultats de la mini-enquête d'opinion

Réponse recueillies	% de répondants
Margine	74.44
Ne Sait pas	6.67
Gout	1.1
Conservation	1.1
Acidité	2.2
Rendement	1.1
Santé	2.2
Qualité de l'huile	2.2
Elimination de l'eau	1.1
Quantité d'huile	1.1
Amertume	4.44

Comme on peut le constater, plus de 74 % des gens sont bien conscients de l'intérêt pratique du séchage avant extraction de l'huile comme nous allons le voir plus loin.

3.2. Evaluation biométrique :

Tableau 2: Paramètres biométriques des olives

	PF (g)		PN (g)		PP (g)		PP/PN		Log (mm)		Larg. (mm)		Log/Larg.	
	ON	OV	ON	OV	ON	OV	ON	OV	ON	OV	ON	OV	ON	OV
1	2.8	0.9	0.4	0.1	2.4	0.8	6	8	19.2	13.9	15.1	10.5	1.2	1.3
2	2	1	0.4	0.2	1.6	0.8	4	4	18.2	15.1	13.6	10.5	1.3	1.4
3	2.4	1.1	0.5	0.2	1.9	0.9	3.8	4.5	19.2	19.9	14.1	10	1.3	1.9
4	2.2	1.2	0.4	0.2	1.8	1	4.5	5	18.4	15.3	13.3	11.3	1.3	1.3
5	2.92	0.9	0.4	0.2	1.8	0.7	4.5	3.5	18.3	14.3	14.5	11.5	1.2	1.2
6	2.6	1.1	0.6	0.2	2	0.9	3.3	4.5	19.1	15.6	15.5	10.8	1.2	1.4
7	2.3	0.8	0.4	0.1	1.9	0.7	4.7	7	19.4	13.9	14.4	10.2	1.3	1.3
8	2.2	1.5	0.3	0.2	1.9	1.3	6.3	6.5	18.9	13.6	13.7	10.8	1.3	1.2
9	1.9	0.9	0.3	0.2	1.6	0.7	5.3	3.5	17.6	14.2	14.2	10.6	1.2	1.3
10	2.2	0.8	0.4	0.1	1.8	0.7	4.5	7	17.6	13.1	14.8	10.5	1.1	1.2
M	2.3	1	0.4	0.2	1.87	0.85	4.7	5.1	18.5	14.8	14.3	10.6	1.24	1.35
\bar{x}	\bar{x}	\bar{x}	\bar{x}	\bar{x}	\bar{x}	\bar{x}	\bar{x}	\bar{x}	\bar{x}	\bar{x}	\bar{x}	\bar{x}	\bar{x}	\bar{x}
ET	0.2 ^a	0.1 ^b	0.08 ^a	0.03 ^b	0.2 ^a	0.19 ^b	0.99 ^a	1.6 ^a	0.6 ^a	1.9 ^b	0.6 ^a	0.4 ^b	0.06 ^a	0.19 ^a

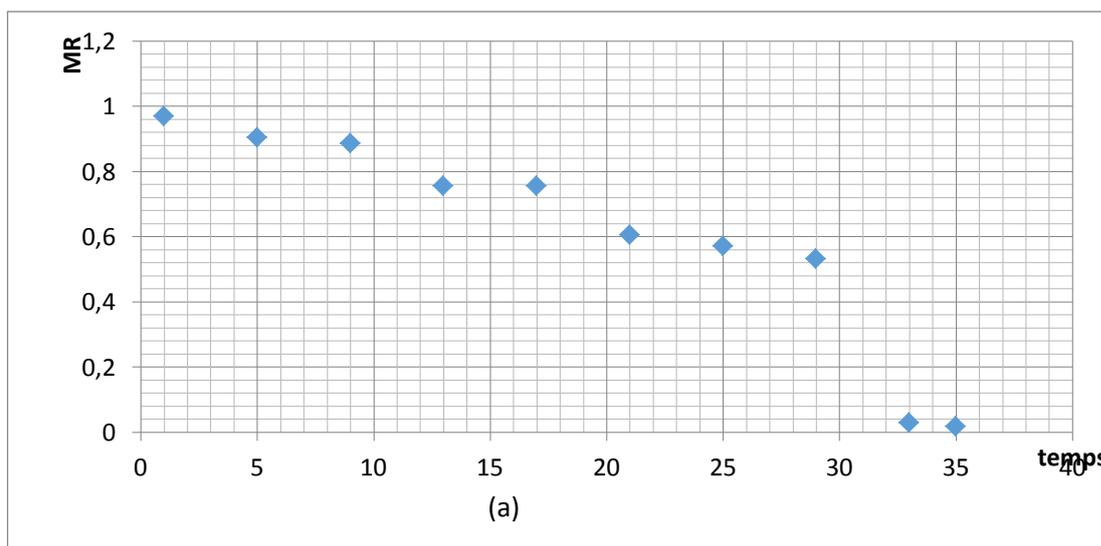
PFE = poids du fruit entier, PN = poids du noyau, PP = poids de la pulpe, Long = longueur, Larg = largeur, M = moyenne de 10 mesures, et ET = écart-type.

* Les mêmes lettres minuscules indiquent l'absence de différences significatives entre les valeurs du paramètre concerné ($p < 0.05$).

Comme on le voit, le PFE (poids du fruit entier) des ON est de plus de deux fois élevé que celui OV ($p < 0,05$), confirmant l'influence du degré de maturité sur ce paramètre. En effet, il a été déjà rapporté que le poids et la teneur en huile des olives augmentent rapidement durant le processus de maturation et que le profil de cette augmentation présente une forme en « S » (Cheng et al., 2017). Il n'y a pas par contre de différence significative entre le rapport PP/PN des OV et des ON ($p \geq 0,05$). Ce résultat est concordant avec ceux trouvés par Desouky et al. (2009) sur les variétés d'olives égyptiennes. D'après les résultats obtenus pour ces deux paramètres, les ON sont des olives à huile (Giuffrè, 2017).

3.2. Cinétique de séchage

La figure 5 montre la variation de MR en fonction du temps pour les deux procédés de séchage étudiés (SD et SI).



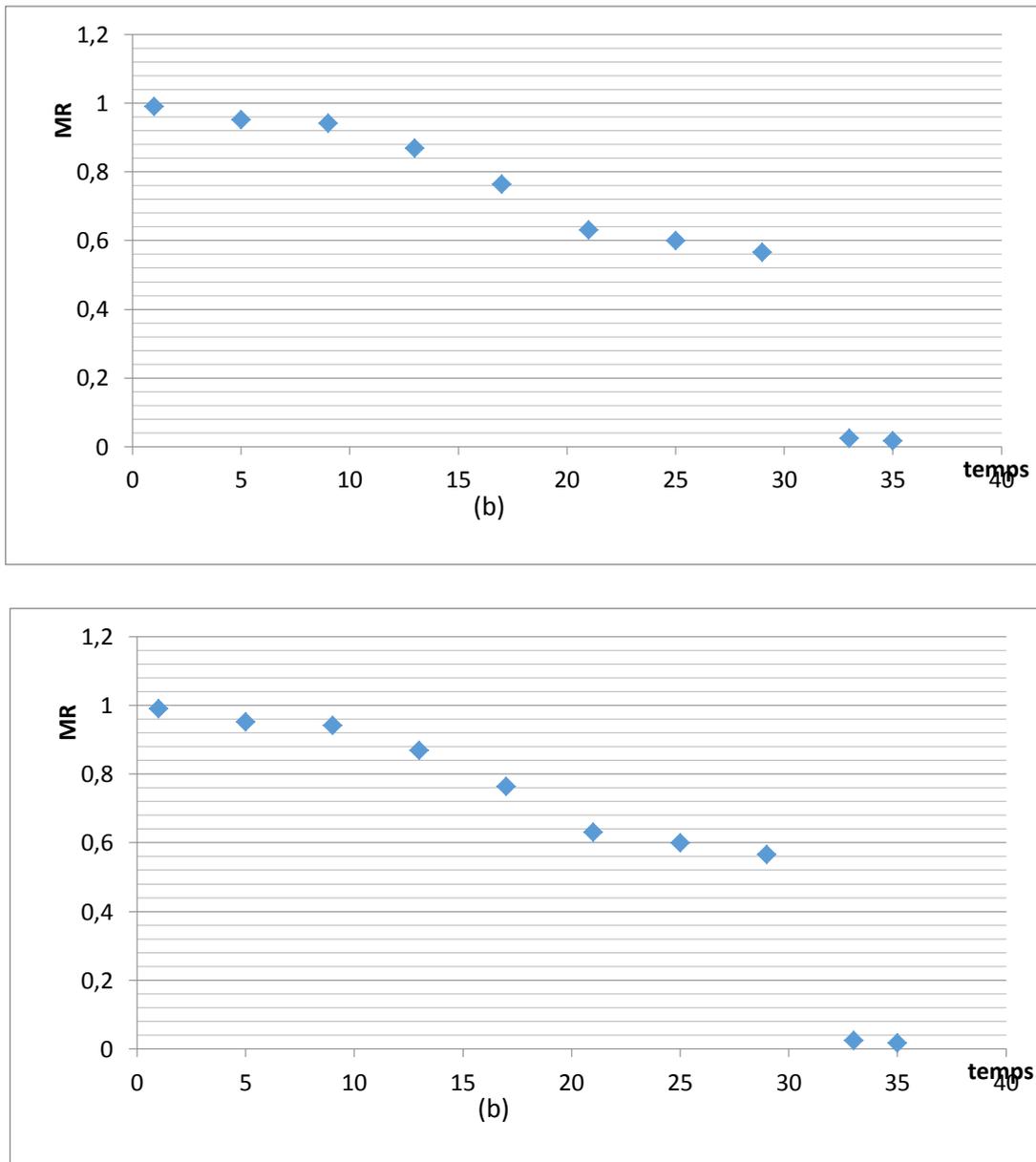


Figure 5: Variation de MR en fonction du temps : cas de SD (a) et cas de SI (b)

Comme on peut le voir, SI provoque un séchage plus rapide par rapport au SD. Ceci peut s'expliquer par l'effet bien connu de la température sur les réactions physico-chimiques en général. Ces observations sont confirmées par la température qui règne à l'intérieur de la cabine de séchage (cas du SI) qui est plus élevée que celle relevée au soleil (cas du SD) (Figure 6). De plus, l'humidité relative de l'air (HR) influe aussi considérablement sur la diffusion de l'eau à partir du produit vers le milieu ambiant. Dans notre cas, HR intervient de la même manière dans les deux cas étudiés puisque les deux processus (SD et SI) ont lieu au même temps. A titre indicatif, nous présentons à la figure 7 la variation de HR pendant toute la période de travail.

Il nous semble utile de souligner que les procédés de séchage ont entraîné des taux de perte variables estimés en termes de la quantité d'olives moisies (Tableau 4). Ces données confirment la bonne efficacité du procédé SI avec un taux de pertes le plus faible.

Tableau4 : Taux d'olives moisies, en %.

Type des olives	Pertes (%)
OF	90
SD	40
SI	30

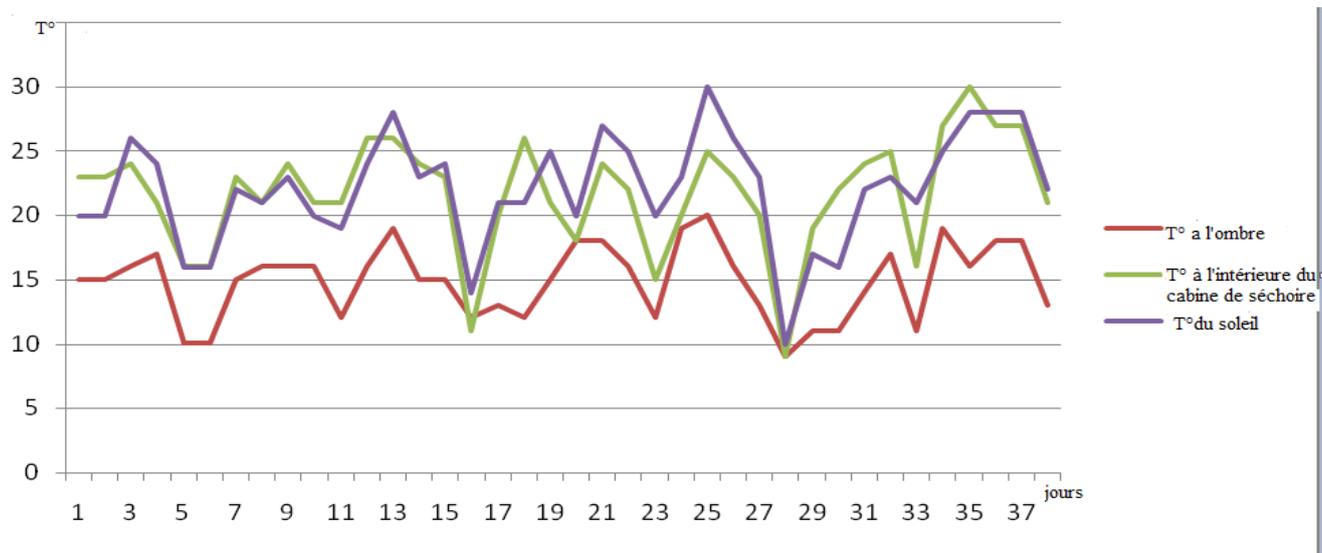


Figure 6 : Evolution de la température au cours du séchage.

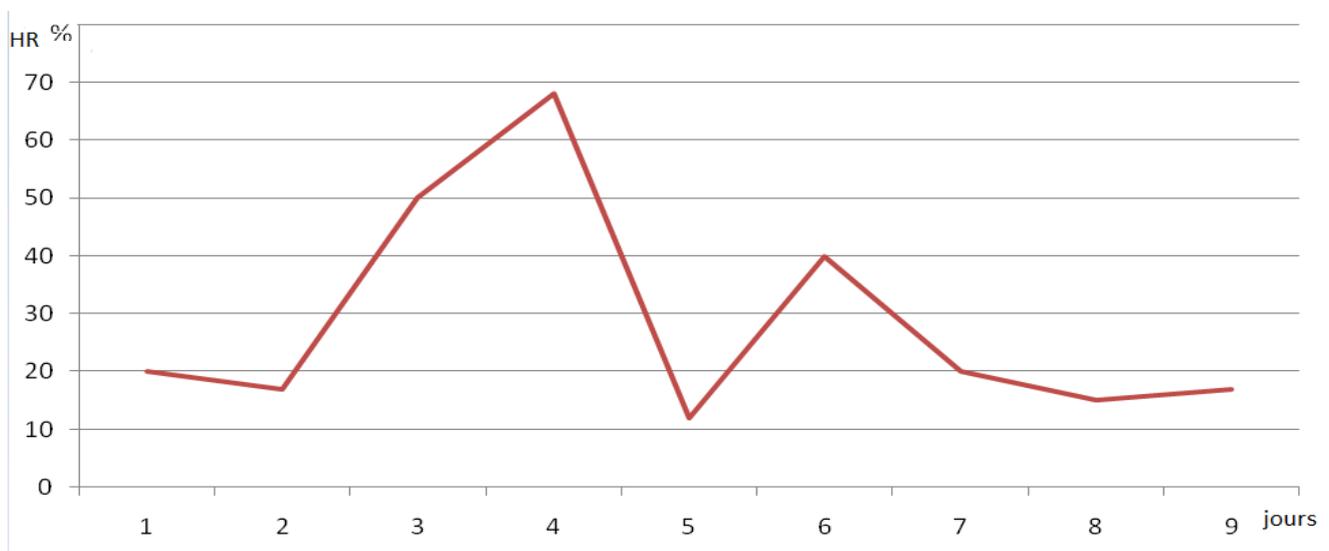


Figure 7 : Evolution de HR au cours du séchage.

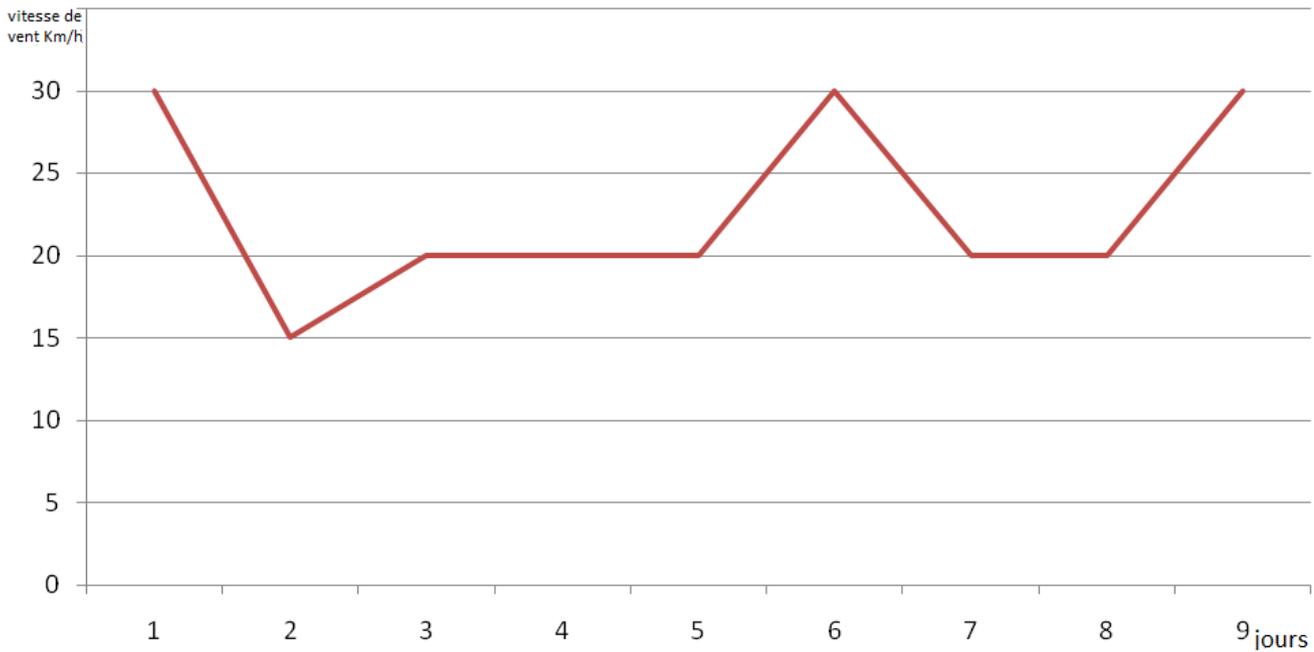
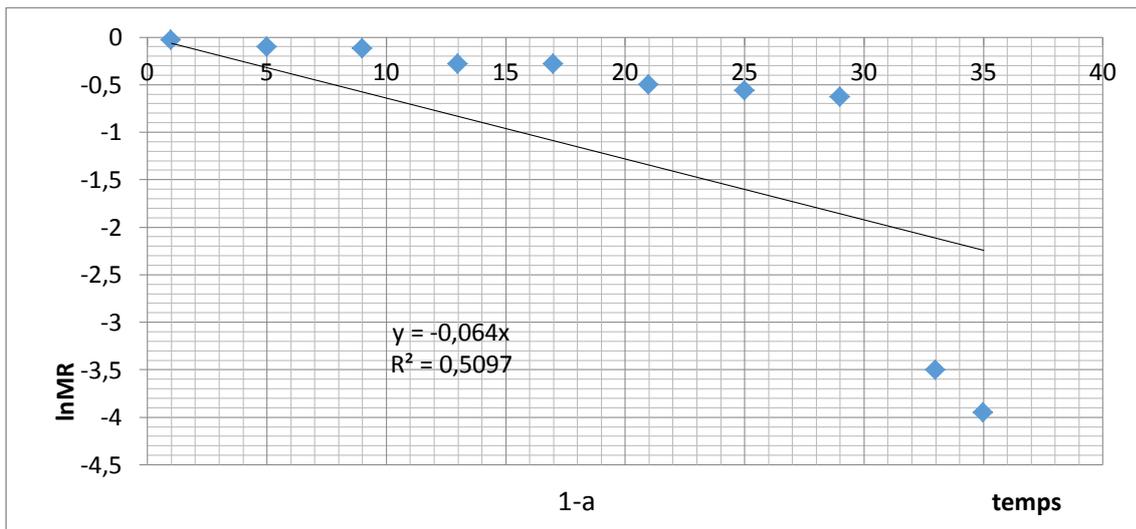
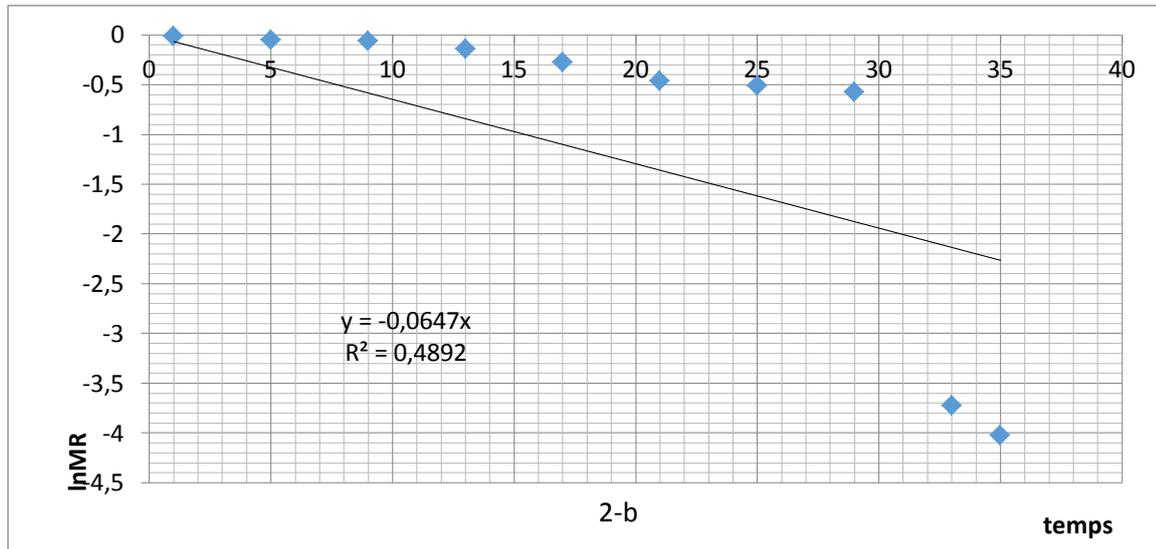


Figure 8 : Evolution de vitesse de vent au cours du séchage.

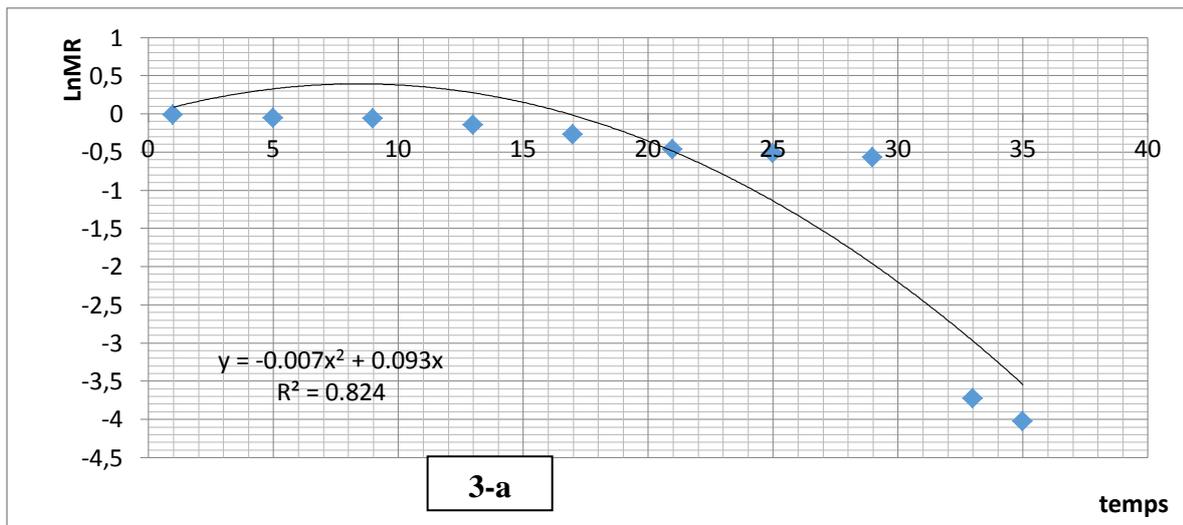
Notons aussi qu'en plus de la température et d'autres paramètres (teneur initiale en eau, charge de produit), la vitesse de circulation de l'air chaud joue aussi un rôle majeur dans la performance d'une installation de séchage solaire (Kapadiya & Desai, 2014).

Les résultats de la modélisation sont récapitulés dans la figure 8 et les tableaux 3(SD)et 4(SI).

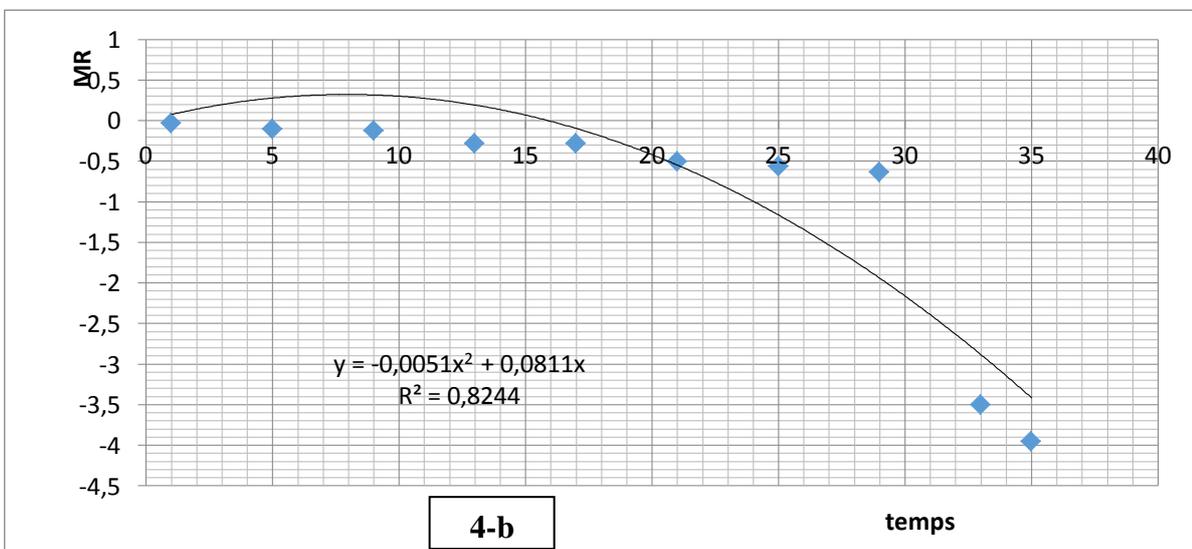




a-Newton (Lewis) : 1-a(SD) et 2-b (SI)

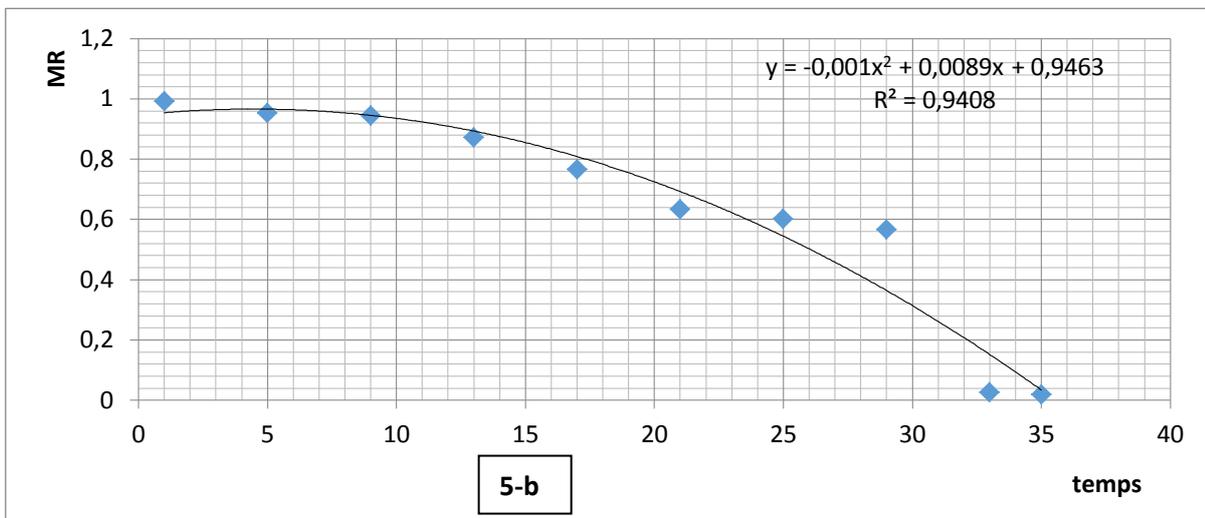
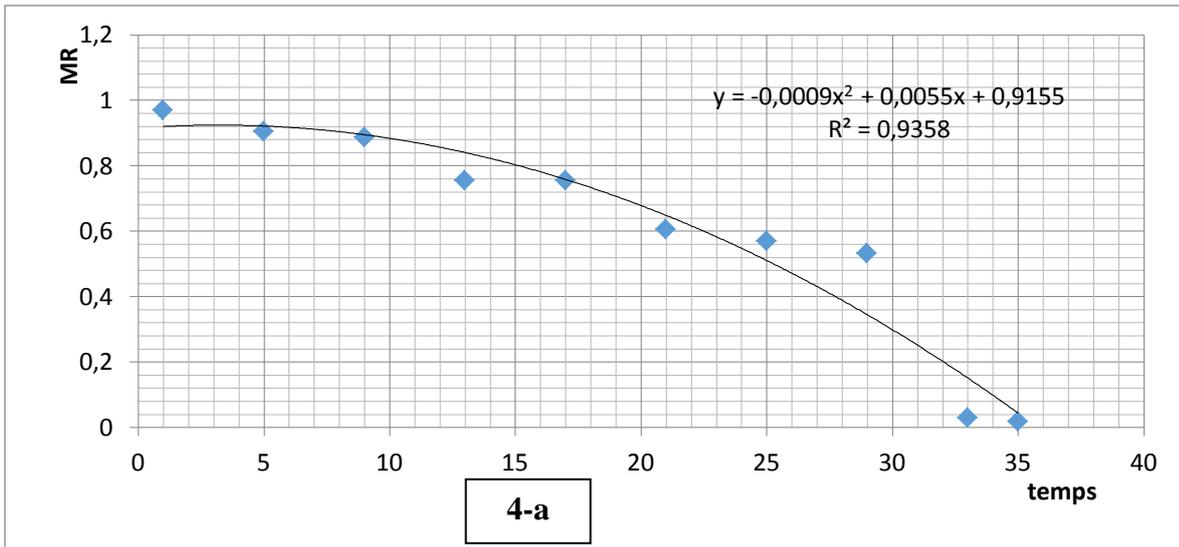


3-a

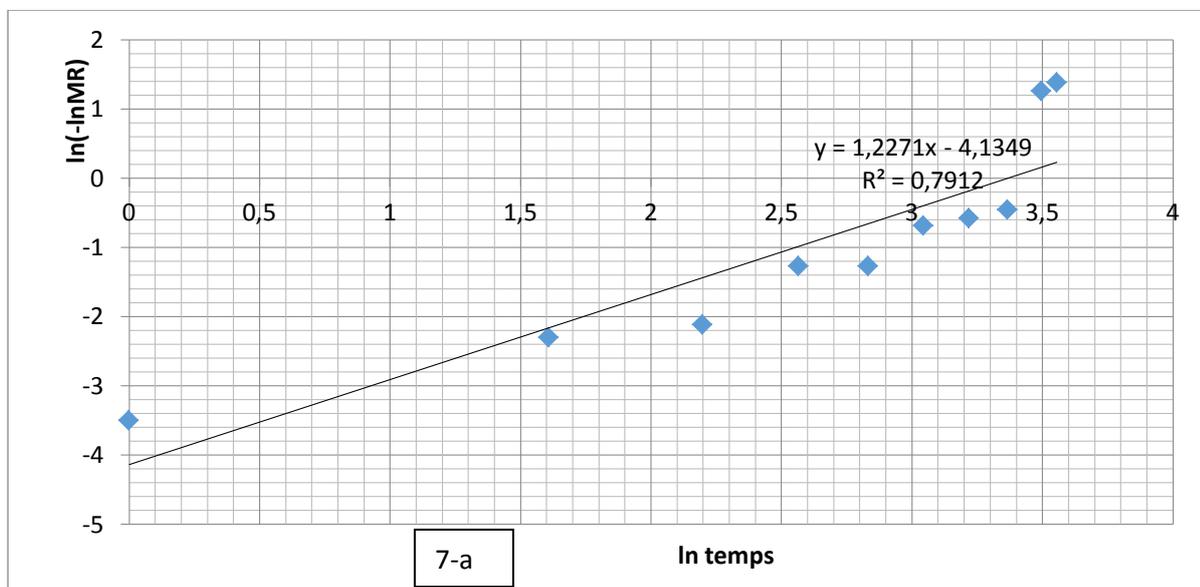


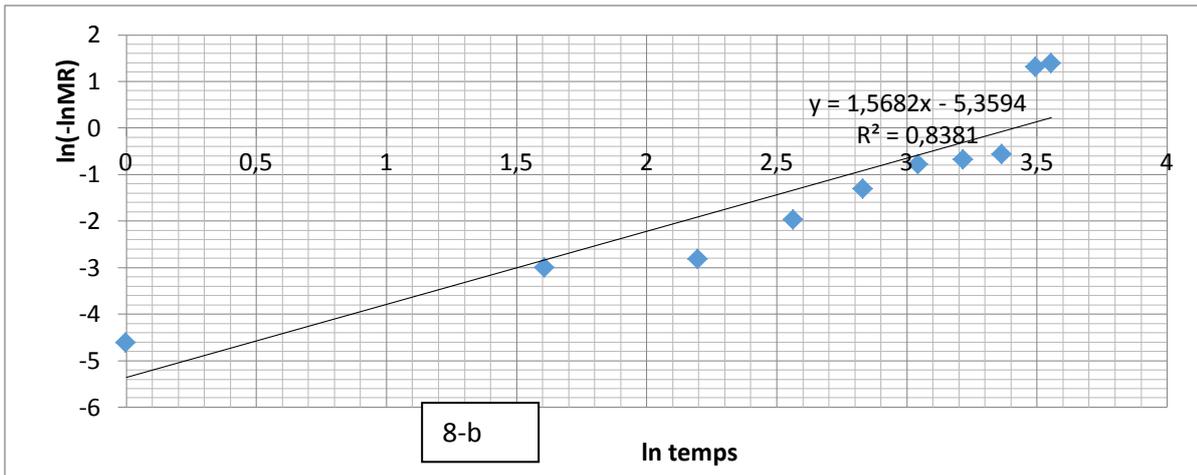
4-b

b)-Henderson et pabis : 3-a (SD) et :4-b (SI)

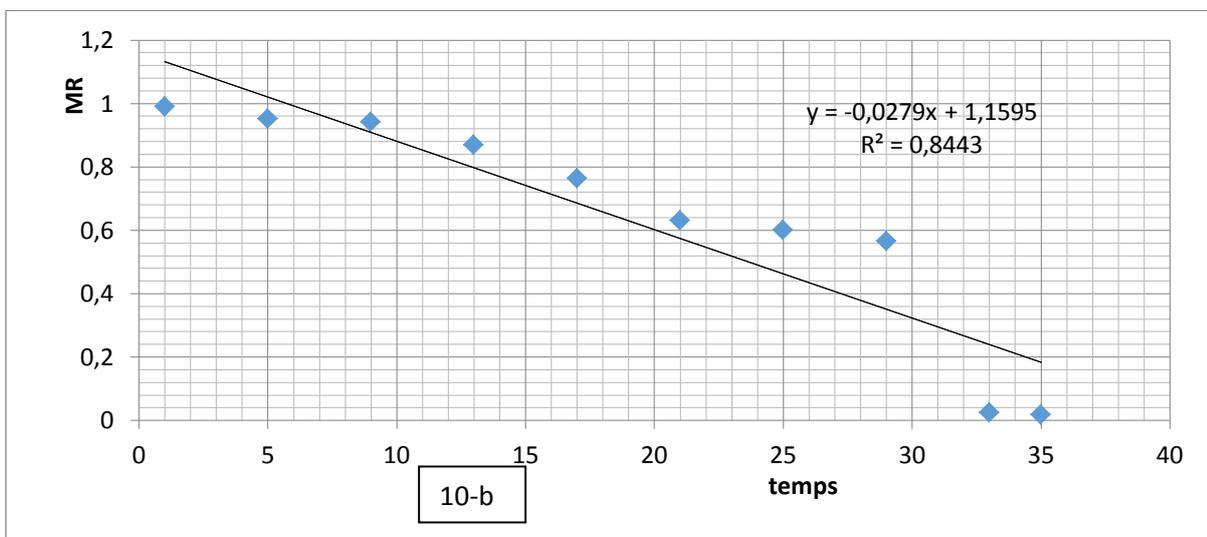
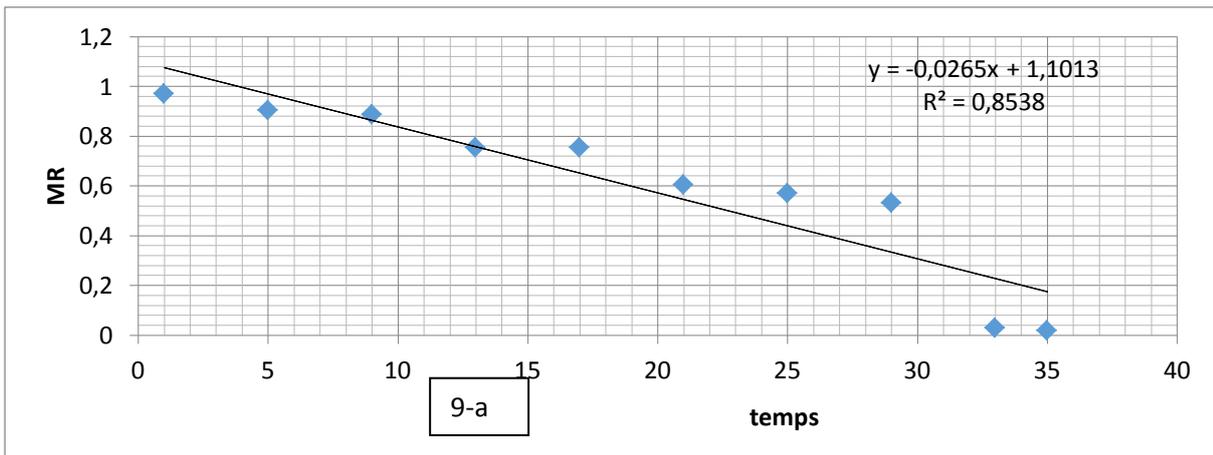


c)-Parabolic :4-a(SD), et 5-b(SI)





e)-Page : 7-a(SD), et 8-b (SI)



d- Linière : 9-a(SD), et 10-b(SI)

Figure 9 : Courbes de régression linéaire correspondant aux différents modèles utilisés : a- Newton (Lewis), b- Henderson et Pabis, c- Parabolic (Polynomial), d- Linéaire et e- Page.

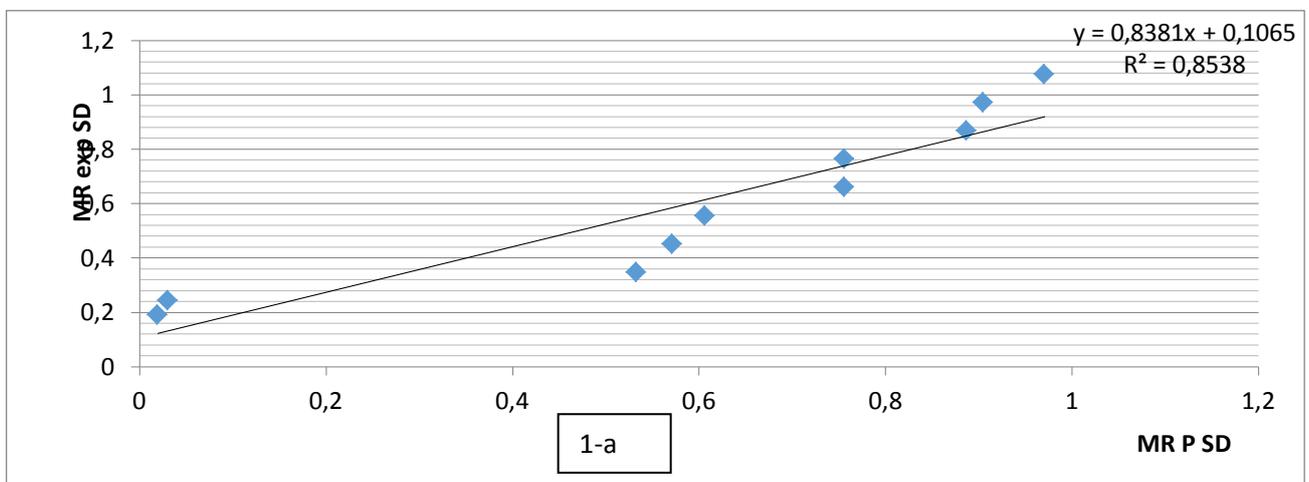
Tableau 4 : Résultats de la modélisation :a- séchage direct , et b- séchage indirect

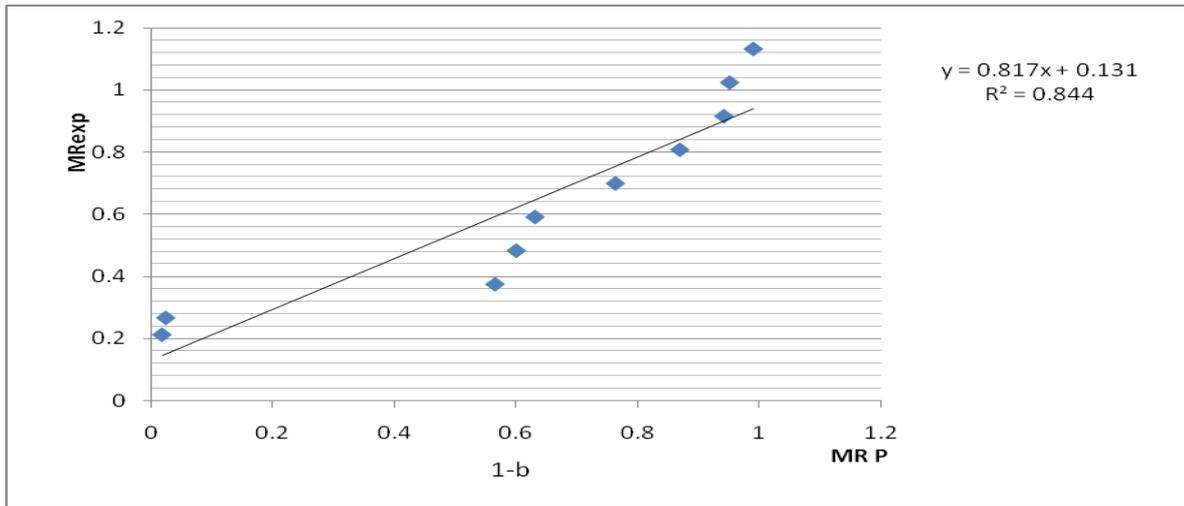
S/N	Model Name	R ²	a	b	c	d	k	n
1.	Newton/Lewis	0,489	-	-	-	-	0.064	-
2.	Page	0,838	-	-	-	-	0.0047	1.568
3.	Henderson and pabis	0,845	0.007	0.157	0.596	-	-	-
4.	Parabolic	0,940	0.001	0.008	0.946	-	-	-
5.	Simplified Fick's diffusion	0,844	-	-	1.159	-	0.027	-

(a)

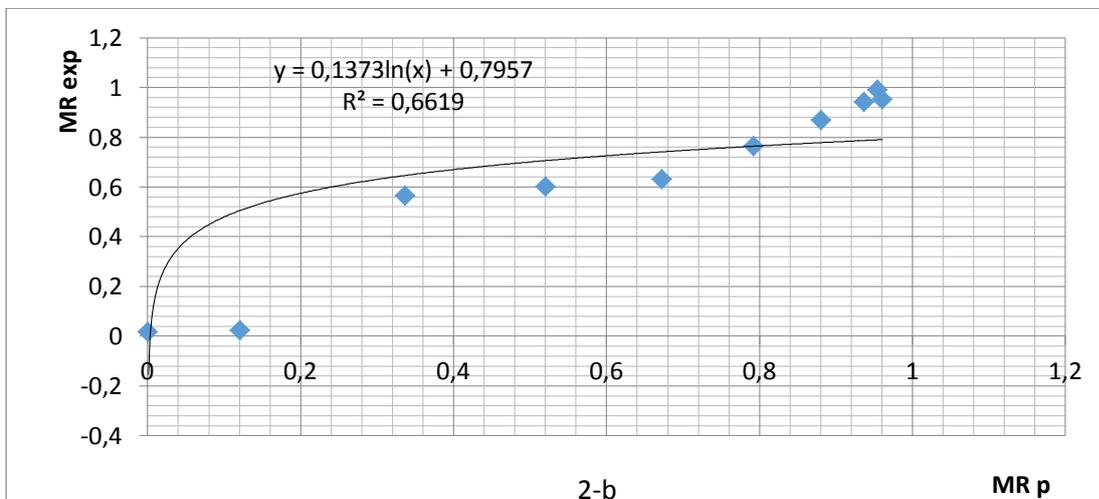
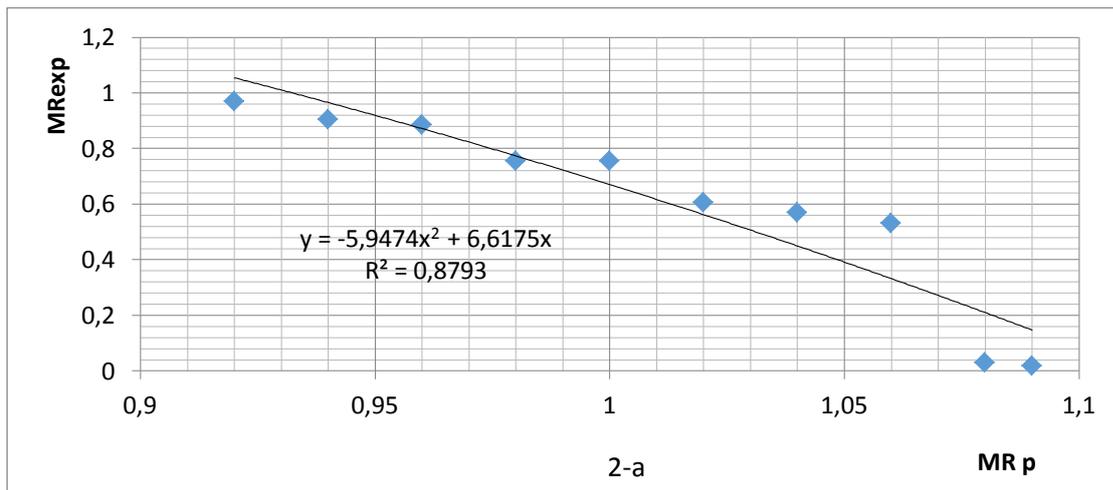
S/N	Model Name	R ²	a	b	c	d	k	n
1.	Newton/Lewis	0.509	-	-	-	-	0.064	-
2.	Page	0,791	-	-	-	-	0.016	1.227
3.	Henderson and pabis	0,848	0.006	0.146	0.600	-	-	-
4.	Parabolic	0,935	0.000	0.005	0.915	-	-	-
5.	Simplified Fick's diffusion	0,853	-	-	1.101	-	0.026	-

(b)

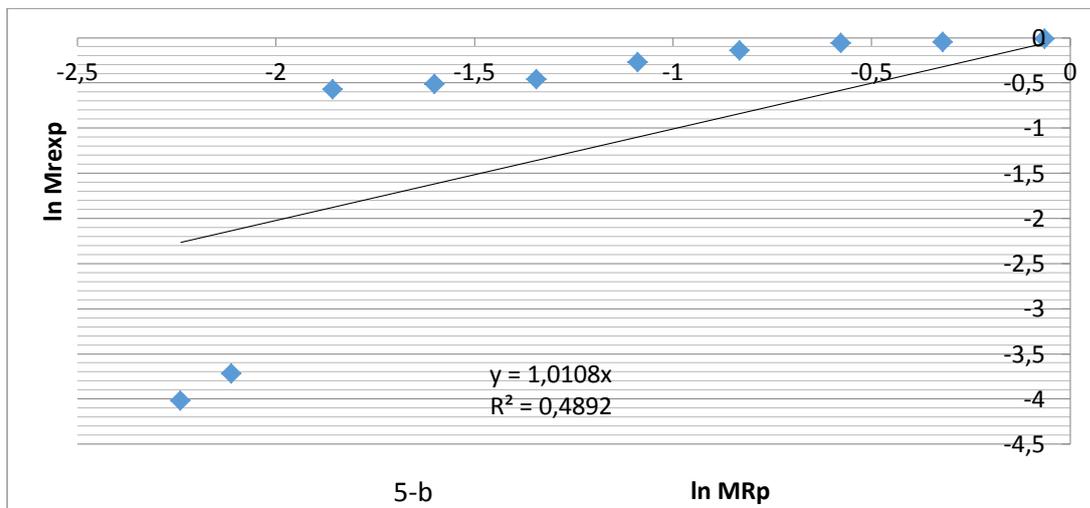
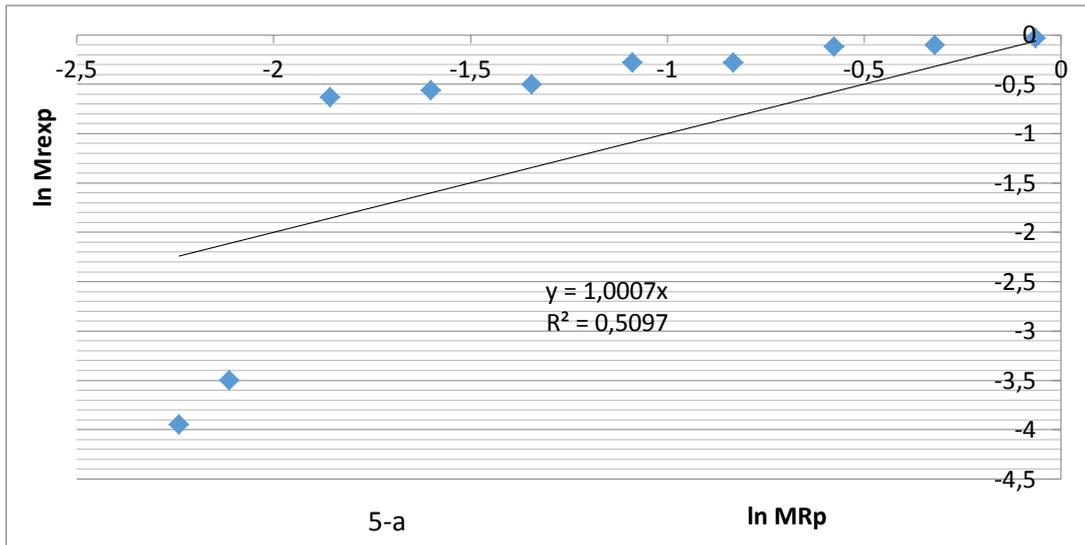




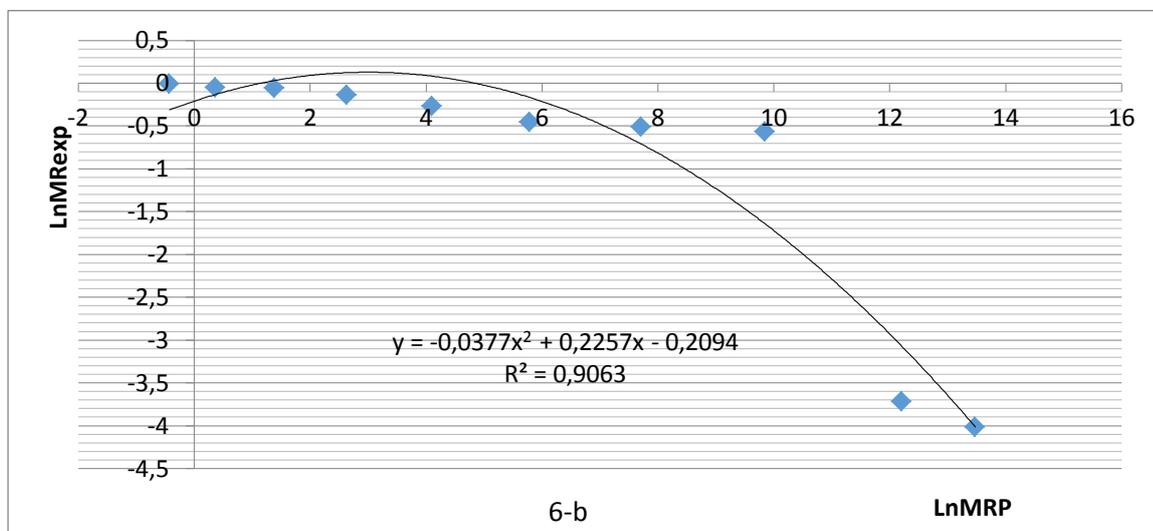
a- Linéaire : 1-a(SD), et 1-b(SI)

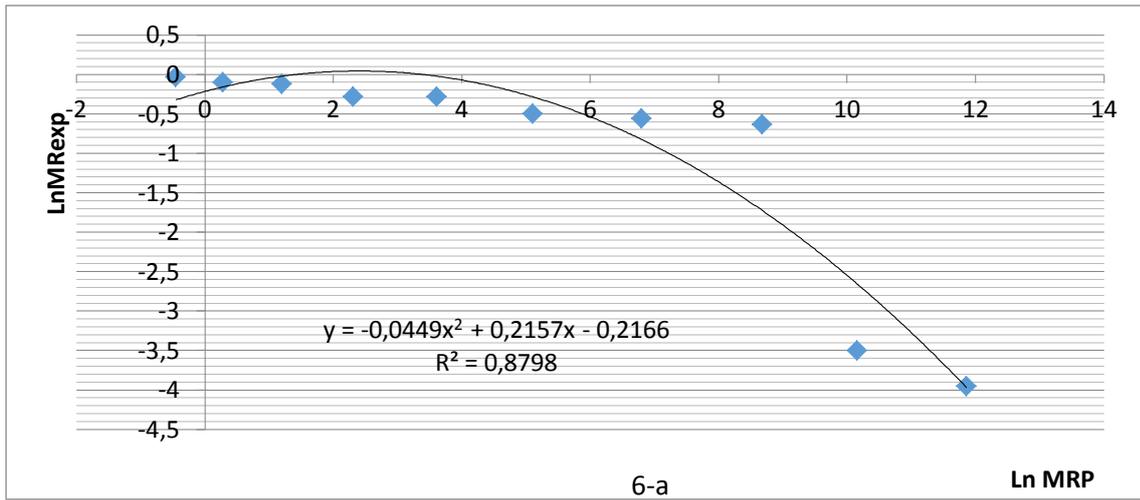


b)-Parabolic :2-a(SD), et2-b(SI)

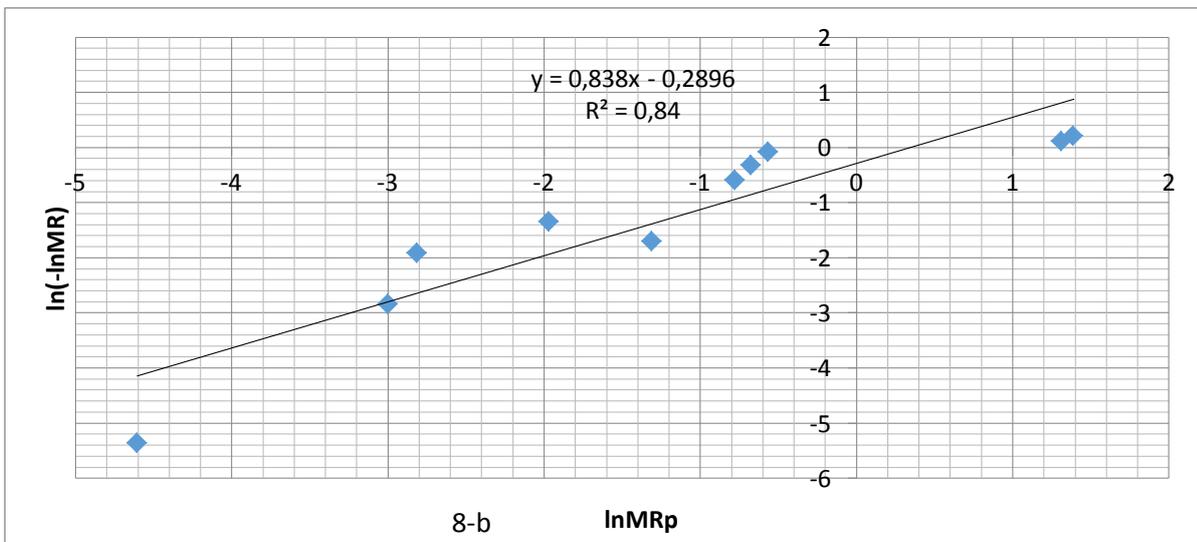
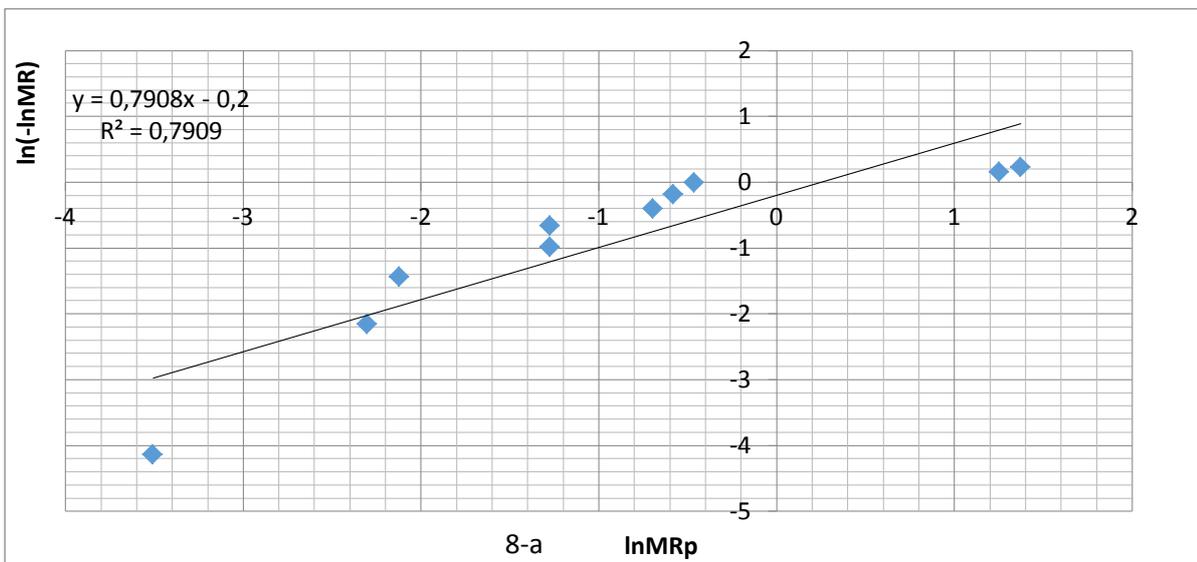


c-Newton (Lewis) : 5-a(SD) et, 5-b (SI)





d- Henderson et Pabis :6-b(SD), et 6-a(SI)



e)-Page : 8-a(SD), et 8-b (SI)

Figure 10 : Corrélation entre les valeurs prédites par le modèle et les valeurs expérimentales

La figure 8 montre qu'il est possible à l'avenir d'améliorer considérablement l'ajustement des modèles employés en modélisant séparément les deux sections de la courbe de régression (cas de Henderson & Pabis, Newton, parabolique et Linéaire).

Parmi les cinq modèles analysés, le modèle parabolique semble être le plus approprié ($R^2 = 0.94$). Malheureusement, ce résultat n'est confirmé que pour le SI avec un coefficient de corrélation de 0,95 entre les valeurs prédites et les valeurs expérimentales (Figure 9).

Le modèle parabolique est proche de celui de Wang et Singh car les deux sont en fait polynomiaux, la différence se situant au niveau de l'ordonnée à l'origine ($t = 0$). Sur sept modèles testés, incluant celui de Wang et Singh, Afolabi et al. (2015) ont trouvé le modèle parabolique comme étant le plus approprié pour décrire le séchage solaire des tranches de cocayoma (racine amydonée tropicale). Pour leur part, Oke et al. (2018) ont révélé que parmi six modèles utilisés pour décrire le séchage des amandes (séchoir cabine), le modèle parabolique est le plus approprié à côté d'autres modèles (Wang et Singh, Parabolique, Logarithmique et Page)

3.3. Efficacité d'extraction et qualité des huiles obtenues

Le tableau 4 donne quelques critères d'efficacité du processus d'extraction d'HO à partir d'olives fraîches et d'olives traitées par SD et par SI.

Tableau 4 : Critères d'efficacité du processus d'extraction de l'HO à l'échelle du laboratoire

Type d'olives	RH	TM	TG1	TG2	EP	TB
Olives fraiche	0, 60	38	16, 07	-	0, 34	2,79
Olives-SD	4, 36 \pm 2.9 ^{a*}	6, 46 \pm 1.0 ^a	43, 66	46, 33	0, 35 \pm 0.09 ^a	4, 21
Olives-SI	6,96 \pm 1.4 ^a	3,33 \pm 1.1 ^b	42,00	44,66	0,68 \pm 0.09 ^b	4,76

RH1 = rendement en huile de première extraction (sans ajout d'eau) (mL/100g), TM = taux de margines (ml/100 g), TG = taux de grignons (g/100g), EP = efficacité du pressage et TB = temps de broyage (min).

* Les mêmes lettres minuscules indiquent l'absence de différences significatives entre les valeurs du paramètre concerné ($p < 0.05$).

Comme on peut le voir c'est le SI qui donne le RH1 le plus intéressant. Ce résultat pourrait s'expliquer par la double efficacité du pressage et du séchage. La vitesse du séchage (c'est-à-dire son efficacité) pourrait s'expliquer par la température élevée dans la cabine de traitement.

Cependant, les olives étudiées présentent un RH très faible (4 et 7 % environ pour SD et SI, respectivement) par rapport à ce qui est attendu des olives à huile pour lesquelles le RH doit dépasser 20% (Vossen, 2015). En réalité, le rendement en huile oscille dans un large intervalle de valeurs allant de moins 10% à environ 30% selon les facteurs génétiques, climatiques, la maturité et la teneur en eau (University of California Cooperative Extension, 2006). En fait, nous nous attendons à ces résultats tenant compte des outils utilisés, en particulier le système de pressage qui ne permet pas d'obtenir des pressions élevées comme avec les presses hydrauliques. Le système d'extraction utilisé au laboratoire ne reflète pas la réalité d'une presse traditionnelle. En effet, selon les informations recueillies auprès des gens qui recourent encore aux huileries traditionnelles, le RH avoisinerait dans ce cas les 25 %.

L'autre paramètre important qui mérite attention est le TM. Dans le cas du SI, il représente moins de 10 % (soit une réduction de 90 % de rejets) de ce que les olives fraîches analysées produisent comme margines. Ce taux est d'environ 15 % dans le cas du séchage solaire direct. Précisons que le taux de margines généré par les olives fraîches investiguées dans le présent travail sont dans les limites (0,40 – 0,55 L/kg) trouvées par Preziuso et al. (2010) lors de l'extraction d'huile à partir de deux variétés d'olives italienne broyées avec différentes méthodes industrielles. Pris sous cet angle, l'utilisation du séchage en général comme traitement préalable avant extraction de l'huile d'olive a un impact considérable en termes de protection de l'environnement. A cet égard, il est unanimement admis que les effluents des huileries affectent la qualité et la biodiversité des eaux de surface en élevant la charge organique et le taux de substances toxiques telles que les polyphénols (Topi et al., n.d.). Quant au taux de grignons, la valeur trouvée est proche de la moyenne (35 kg/100 kg d'olives) admise pour les différents procédés de traitement connus (FAO, 1984).

Concernant l'EP, les valeurs obtenues pour les olives fraîches et le SD sont similaires et elles sont environ deux fois plus élevées par rapport à la valeur obtenue pour le SI. Nous pensons que la teneur en eau pourrait être responsable de ces différences constatées. Globalement, ces constatations sont confirmées par le temps de broyage qui varie dans le sens décroissant suivant : SI > SD > olives fraîches. Il est en outre utile de rappeler que la broyabilité est liée à texture du produit traité (Saravacos et al., 2002) qui est elle-même influencée dans, le cas des produits alimentaires, par la teneur en eau (Figiel, 2016) et donc, dans notre cas, par l'intensité du séchage. Plus précisément, la teneur en eau détermine l'énergie requise pour la trituration de la matrice alimentaire (Jung et al., 2018). Ces résultats suggèrent par ailleurs une corrélation positive entre l'efficacité du pressage et le rendement en huile.

Les quelques paramètres basiques de qualité (indice de réfraction et analyse UV) analysées sur les huiles obtenues sont rassemblés dans le tableau 5.

L'acidité des olives a été aussi analysée mais les résultats obtenus étant erronés, nous préférons donc les ignorer. Nous précisons que l'erreur a été introduit par la mauvaise qualité des réactifs qui étaient périmés.

Tableau 5 : Indice de réfraction (n) et analyse dans UV

Type d'olives	n	K ₂₃₂	K ₂₆₆	K ₂₇₀	K ₂₇₄	ΔK
HOF	1,471	-	-	-	-	-
SD	1,471	1,344±0.04 ^a	0,344±0.04 ^a	0,35±0.04 ^a	0,34±0.05 ^a	0,01±0.004 ^a
SI	1,471	1,349±0.03 ^a	0,379±0.15 ^a	0,39±0.16 ^a	0,39±0.17 ^a	0,006±0.002 ^a

HOF = huile d'olive fraîche, SD = séchage direct et SD = séchage indirect.

* Les mêmes lettres minuscules indiquent l'absence de différences significatives entre les valeurs du paramètre concerné (p<0.05).

Le Codex Alimentarius (CODEX STAN 33-1981) ne considère pas l'indice de réfraction comme un paramètre de qualité essentiel mais suggère l'intervalle de valeurs de 1.4677-1.4705 pour l'huile d'olives vierge, l'huile d'olives raffinée et l'huile d'olive. Toutefois, Bodurov et al. (2013) le proposent, avec d'autres méthodes physiques, comme un outil rapide de discrimination et de contrôle de la falsification de l'HO. La valeur trouvée pour les trois olives analysées est identique et se trouve très proche de la valeur maximale proposé par ce codex.

Conformément aux normes du Conseil Oléicole International (COI, 2015), l'analyse dans l'UV indique que les deux huiles provenant des deux types de séchage solaire sont de types extra vierges pour K232 (≤2,50) et ΔK (≤0,01) mais des huiles d'olives ordinaires pour K270 (≤0,9). Cette contradiction des résultats indique l'utilité de se servir de plusieurs paramètres pour caractériser la qualité des huiles d'olives. Il est intéressant de souligner que la commission d'huile d'olives de la Californie (Olive Oil Commission of California, 2019) considère K232 comme un marqueur crucial de la qualité de l'huile d'olive extra vierge : plus il est faible plus l'huile est fraîche et pure (non additionnée d'huile raffinée ou d'huile de grignons). Dans cet ordre d'idées et par rapport au SD, le SI donne une huile avec une valeur de ΔK qui est 2 fois moins élevée. Nous croyons que le double effet exercé par le SI pourrait expliquer ce résultat (Tiwari, 2016) : 1) effet

accélérateur du séchage par augmentation de la température, et 2) effet protecteur contre le contact direct des rayonnements solaires avec les olives. Les valeurs trouvées pour K232 et K270 sont inférieures à celles (3,80 et 0,43, respectivement) communiquées par El-Gharbi et al.(2018) concernant l'huile d'olives préparée selon la méthode traditionnelle toujours en cours dans la région de Gabs (sud tunisien). Dans ce dernier cas toutefois, l'extraction (de type industriel) a lieu après deux années de stockage à température ambiante des olives séchées au soleil pendant 10-15 jours (El-Gharbi et al., 2018).

La composition en acides gras des huiles étudiées est donnée dans le tableau 6.

Tableau 6 : Composition en acides gras des huiles obtenues (%)

Acide gras	Dénomination	Huile fraîche	SD	SI
C16:0	Acide palmitique	16.93	16.08	16.04
C16:1ω7	Acide palmitoléique	2.54	2.40	2.63
C18:0	Acide stéarique	1.66	1.65	1.68
C18:1ω9	Acide oléique	64.54	64.99	64.70
C18:2ω6	Acide linoléique	13.02	13.16	13.18
C18:3ω3	Acide linoléique	0.51	0.57	0.59
C20:0	Acide arachidique	0.31	0.40	0.42
C20:1ω9	Acide gondoïque	0.36	0.40	0.42
C22:0	Acide béhénique	Trace	0.20	0.15
C24:0	Acide lignocérique	Trace	Trace	Trace

En première approximation, ayant en vue l'absence de répétitions, il n'y a pas de différence nette entre les compositions en principaux acides gras (acides oléique, palmitique et linoléique) des trois huiles analysées. Exceptée l'huile issue du SD laquelle dépasse la concentration en acide gondoïque (acide gadoléique ou acide érucastique acide ou encore acide eicosénoïque) recommandée (>0,40), tous les autres acides présentent des concentrations conformes aux valeurs préconisées par le conseil oléicole international (COI, COI/T.15/NC n° 3/Rév. 8, 2015). Par conséquent, du point de vue de cette composition, les huiles obtenues à partir des olives préalablement séchées par SD et SI ne sont pas différentes de l'huile extraite des olives fraîches. De plus, cette composition confirme les bons résultats obtenus avec les autres indices de qualité précédemment discutés (indice de réfraction et analyse UV). Nous pensons que la faible teneur en eau des olives séchées pendant le processus de broyage et de malaxation pourrait expliquer l'effet

protecteur contre l'oxydation et l'hydrolyse des triglycérides c'est-à-dire l'accumulation des acides gras libres. A ce propos, il a été déjà démontré que des aliments riches en eau of high moisture sont plus vulnérables à l'oxydation des graisses, à la modification de la composition en acides gras que les aliments secs (Al-Bachir & H. Sahloul, 2017, Salek et al. (2017)

Conclusion :

Cette étude montre que le procédé traditionnel de production d'huile d'olives dans certaines régions de Kabylie est intéressant sur le plan qualité du produit fini en se basant sur quelques indices considérés. Il est surtout susceptible d'être amélioré. A ce niveau de l'étude, il n'y a pas de différence entre le SD et le SI en termes d'efficacité d'extraction et de qualité des huiles obtenues. Par contre, le SI a impacté positivement sur l'environnement en réduisant de 90 % la quantité de margines rejetée.

Une analyse plus détaillée du processus, appuyée par l'outil statistique, est vivement souhaitée. Elle doit intégrer d'autres paramètres pouvant influencer sur la qualité du produit fini dont la qualité organoleptique : autres modes de séchage solaire ainsi que le degré de maturité des olives. Dans tous les cas, l'huile obtenue par le procédé traditionnel amélioré mérite toute l'attention des acteurs concernés pour qu'elle puisse bénéficier d'un label alimentaire de valorisation du savoir-faire local.

Bibliographie

- Afolabi T. J., Tunde-Akintunde T. Y., Adeyanju J. A. 2015. Mathematical modeling of drying kinetics of untreated and pretreated cocoyam slices. *Journal of Food Science and Technology*, 52(5): 2731-2740.
- Al-Bachir M., Sahloul H. 2017. Fatty acid profile of olive oil extracted from irradiated and non-irradiated olive fruits. *International Journal of Food Properties*, 20 (11): 2550-2558.
- Bérard L., Marchenay Ph. 2007. Produits de terroir - Comprendre et agir. CNRS – Ressources des terroirs - Cultures, usages, sociétés, pp.64. hal-00280355
- Bodurov I., Vlaeva I., Marudova M., Yovcheva T., Nikolova K., Eftimov T., Plachkova V. 2013. Detection of adulteration in olive oils using optical and thermal methods. *Bulgarian Chemical Communications*, 45 (Special Issue B): 81-85.
- Cheng Z., Zhan M., Yang Z., Zumstein K., Chen H. Huang Q. 2017. The major qualitative characteristics of olive (*Olea europaea* L.) cultivated in southwest china. *Frontiers in Plant Science*, 8 (559). doi: 10.3389/fpls.2017.00559
- CODEX STAN 33-1981. Codex Alimentarius. Standard for olive oils and olive pomace oils. file:///C:/Users/Dell/Downloads/CXS_033e_2015%20(4).pdf
- COI/OH/Doc. n° 1. 2011. Guide pour la détermination des caractéristiques des olives à huile : <http://www.internationaloliveoil.org/>
- El-Gharbi S., Tekaya M., Bendini A., Valli E., Palagano R., Toschi T. G., Hammami M., Mechri B. 2018. Effects of archaic olive and oil storage methods still used in southern tunisia on olive oil quality. *Italian Journal of Food Science*, 30: 102-115.
- Fernando J. A. K. M., Amarasinghe A. D. U. S. 2016. Drying kinetics and mathematical modeling of hot air drying of coconut coir pith. *SpringerPlus* 5:807. DOI 10.1186/s40064-016-2387-y
- Figiel A., Tajner-Czopek A. 2016. The effect of candy moisture content on texture. *Journal of Foodservice*, 17 (4): 189-195.
- FAO. 1984. Utilisation des sous-produits de l'olivier en alimentation animale dans le bassin Méditerranéen : <http://www.fao.org/3/X6545F/X6545F00.htm#TOC>
- Giuffrè A.M. 2017. Biometric evaluation of twelve olive cultivars under rainfed conditions in the region of Calabria, South Italy. *Emirates Journal of Food and Agriculture*, 29(9): 696-709.
- Hussein J. B., Filli K. B., Oke M. O. 2016. Thin layer modelling of hybrid, solar and open sun drying of tomato slices. *Research Journal of Food Science and Nutrition*, 1: 15-27.

- Jung H., Youn Ju Lee Y. J., Won Byong Yoon W. B. 2018. Effect of moisture content on the grinding process and powder properties in food: a review. *Processes*, 6 (69); doi:10.3390/pr6060069
- Kapadiya S., Desai M.A. 2014. Solar Drying of Natural and Food Products: A Review. *International Journal of Agriculture and Food Science Technology* 5 (6): 565-576.
- Mercer D. G. 2012. A comparison of the kinetics of mango drying in open-air, solar, and forced-air dryers. *African Journal of Food, Agriculture, Nutrition and Development*, 12 (7): 6837-6852.
- Serena Maria Preziuso S. M., Di Serio M. G., Biasone A., Vito R., Mucciarella R. M., Di Giovacchino L. 2010. Influence of olive crushing methods on the yields and oil characteristics. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 112: 1345-1355.
- Olive Oil Commission of California: <http://www.oliveoilcommission.org/olive-oil-quality-tests-tell-us/>
- University of California Cooperative Extension. 2006. Newsletter of olive oil production and evaluation. *First Press*, 2 (1): 1-4. <http://cesonoma.ucanr.edu/files/27239.pdf>
- UV/VIS Application Note, METTLER-TOLEDO M9002 V1.0 : <https://www.midlandsci.com/Custom/miscne/docs/Mettler-Olive-Oil-Purity.pdf>
- Règlement CEE N° 2568/91. 1991. C1- relatif aux caractéristiques des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive ainsi qu'aux méthodes d'analyse y afférentes. (JO L 248 du 5.9.1991, p. 1) 1991R2568 — FR — 16.10.2015 — 028.001 — 1
- Salek R. N., Burešová I., Kráčmar S., Lorencová E., Zálešáková L., Dabash V. 2017. Evaluation of selected physicochemical parameters of extra virgin olive oil commercialized in the czech market and stored during a period of 5 months. *Potravinarstvo Slovak Journal of Food Sciences*, 11 (1): 664-672.
- Saravacos G. D., Kostaropoulos A. E. 2002. Mechanical processing equipment. In : *Handbook of Food Processing Equipment*. Springer Science & Business Media, 149-232. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-25020-5>
- Sheikh B., Deshmukh W. A., Wasewar K. L., Varma M. N., Yoo Ch. K. 2018. Mixed mode solar drying characteristics and mathematical modelling of food material: An innovative & cost effective approach. *International Journal for Research in Applied Science & Engineering Technology*, 6 (2): 902-908.
- Tiwari A. 2016. A Review on Solar Drying of Agricultural Produce. *Journal of Food Processing & Technology*, 7 (9): doi: 10.4172/2157-7110.1000623

Topi D., Beqiraj I., Seiti B., Halimi E. (n.d.). Environmental impact from olive mills waste disposal, chemical analysis of solid wastes and waste waters. Journal of Hygienic Engineering and Design,UDC 628.312.5:634.63, 628.4.06:634.63

Vossen, P. Olive oil production: <http://celake.ucanr.edu/files/64463.pdf>

Annex 01

Valeurs de MR et de la température de séchage en fonction du temps (pour SD et SI).

Séchage direct				Séchage indirect		
Temps, h	MR	Tsolaire	Talompres	Temps, h	MR	Tséchoire
0	1	20	15	0	1	23
1	0.9701	20	15	1	0.9848	23
2	0.9447	26	16	2	0.9800	24
3	0.9379	24	17	3	0.9762	21
4	0.9040	16	10	4	0.9504	16
5	0.8988	16	10	5	0.9467	16
6	0.8932	22	15	6	0.9438	23
7	0.8873	21	16	7	0.9403	21
8	0.8824	23	16	8	0.9373	24
9	0.8797	20	16	9	0.9354	21
10	0.7918	19	12	10	0.8726	21
11	0.7844	24	16	11	0.8683	26
12	0.8123	28	19	12	0.8647	26
13	0.7520	23	15	13	0.8608	24
14	0.7649	24	15	14	0.8572	23
15	0.7405	14	12	15	0.7886	11
16	0.7652	21	13	16	0.7813	20
17	0.7508	21	12	17	0.7611	26

18	0.7565	25	15	18	0.7561	21
19	0.6247	20	18	19	0.6370	18
20	0.6161	27	18	20	0.6308	24
21	0.6030	25	16	21	0.6219	28
22	0.5901	20	12	22	0.6094	15
23	0.5895	23	19	23	0.6067	20
24	0.5785	30	20	24	0.6015	25
25	0.5702	26	16	25	0.5962	23
26	0.5484	10	9	26	0.5750	9
27	0.5466	17	11	27	0.5729	19
28	0.5408	16	11	28	0.5693	22
29	0.5304	22	14	29	0.5614	24
30	0.5233	23	17	30	0.5554	25
31	0.0923	21	11	31	0.0923	16
32	0.0369	25	19	32	0.0280	27
33	0.0299	28	16	33	0.0241	30
34	0.0216	28	18	34	0.0200	27
35	0.0192	28	18	35	0.017	27
36	0	22	13	36	0	21

Annex 02

Valeurs de l'humidité relative de l'air et de la vitesse de vent relevées pendant le séchage (SD et SI) des olives.

Jour	1	2	3	4	5	6	7	8	9
H %	20	17	50	68	12	40	20	15	17
V(km/h)	30	15	20	20	40	30	20	20	30

Annex 03

MÉTHODES POUR LA PRÉPARATION DES ESTERS MÉTHYLIQUES D'ACIDES GRAS

1. MÉTHODE A: Transestérification à froid au moyen d'une solution

Méthanolique d'hydroxyde de potassium

1.1. Application

Cette méthode rapide est applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive ayant une teneur en acides gras libres inférieure à 3,3%. Les acides gras libres ne sont pas estérifiés par l'hydroxyde de potassium. Les esters éthyliques d'acides gras se transestérifient plus lentement que les esters glycéridiques et il est possible qu'ils ne se méthylent que partiellement.

1.2. Principe

Les esters méthyliques se forment par transestérification dans une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium comme phase intermédiaire avant la saponification (point 5 de la méthode ISO 5509:2000, point 5 de la méthode IUPAC 2.301).

1.3. Réactifs

Méthanol ne contenant pas plus de 0,5% (m/m) d'eau

Heptane pour chromatographie Hydroxyde de potassium, solution méthanolique d'environ 2 N : dissoudre 11,2 g d'hydroxyde de potassium dans 100 ml de méthanol

1.4. Matériel

Tubes à bouchon vissant (de 5 ml de capacité) avec un bouchon muni d'un joint de PTFE.

Pipettes graduées ou automatiques de 2 ml et 0,2 ml.

1.5. Mode opératoire

Dans un Tube à bouchon vissant de 5 ml, peser environ 0,1 g de l'échantillon d'huile. Ajouter 2 ml d'heptane ou Hexane et agiter. Ajouter 0,2 ml de la solution méthanolique 2N d'hydroxyde de potassium, boucher à l'aide du bouchon muni d'un joint en PTFE, bien fermer et agiter énergiquement pendant 30 secondes. Laisser reposer jusqu'à ce que la partie supérieure de la solution devienne claire. Décanter la couche supérieure, qui est celle qui contient les esters méthyliques. La solution d'heptane est prête pour l'injection dans le chromatographe. Il est conseillé de maintenir la solution au réfrigérateur jusqu'au moment de l'analyse chromatographique. Il n'est pas recommandé de stocker la solution pendant plus de 12 heures.

Tableau 08 : conditions chromatographique pour esters méthylique des huiles

Conditions Chromatographiques pour esters méthyliques des huiles	
Chromatographe	Chrompack CP 9002
Détecteur	FID (250C°)
Injecteur	SPLIT 1/100 (250C°)
Gaz vecteur	Azote
Colonne Capillaire	Cp Sil 88 CB(5%Phenyl+ 95%dimethylpolysiloxane)
Longueur	30 m
Diamètre intérieur	0,32 mm *0.25 UM
Epaisseur	0,25 µm
Injecteur	250°C
Détecteur	280°C
Four	150 C°----- 200 C° (4C°/mn)
Quantité injectée	0.8ul
Vitesse du papier	0.5 cm/ mn

Annex 04



Séchage indirect (SI)



Séchage direct (SD)

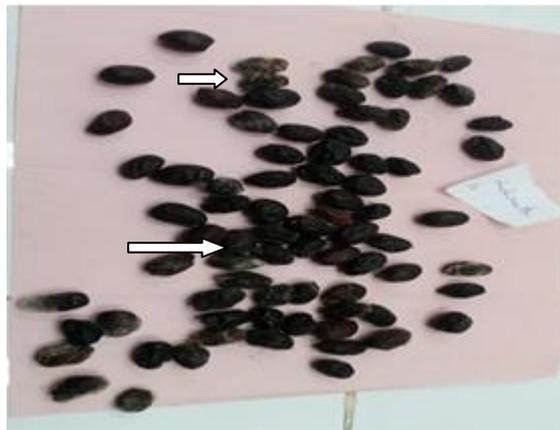


Photo montrant des olives moisies (voir flèches) après séchage indirect.



Vue microscopique des moisissures (cas du SI)



Vue des margines obtenues à partir des olives fraîches : vue globale (photo de gauche) et séparées car obtenues à partir de cinq échantillons de 40 olives chacun (photo de droite).



Photo montrant les conditions d'analyse des huiles dans l'UV : Echantillons d'huiles analysées (SD et SI), solvant utilisé (cyclohexane) et solution prête pour analyse (éprouvettes SD et SI).



Réfractomètre : N7500