

# Table des matières

Présentation du laboratoire .....	3
<b>I. HISTORIQUE :</b> .....	4
<b>II. Mission de L.O.A.R.C :</b> .....	4
<b>III. Les domaines d'intervention de L.O.A.R.C :</b> .....	5
<b>IV. Moyens :</b> .....	5
1. Ressources humains : .....	5
2. Equipement ; .....	5
<b>V. Organigramme :</b> .....	6
<b>VI. Taches de chaque section :</b> .....	6
Revue bibliographique .....	8
Chapitre I : Généralités sur la culture de l'olivier .....	9
<b>I. Histoire de l'olivier :</b> .....	9
<b>II. L'olivier :</b> .....	9
1. Morphologie de l'olivier : .....	9
2. Physiologie de l'olivier : .....	10
3. Les espèces de l'olivier : .....	10
<b>III. L'olivier au Maroc :</b> .....	11
1. Situation géographique des plantations : .....	11
2. Variétés : .....	12
3. Caractéristiques du secteur oléicole au Maroc : .....	12
Chapitre II : Généralités sur la culture de l'olivier .....	13
<b>I. Production d'huile d'olive :</b> .....	13
<b>II. Méthodes de fabrication de l'huile d'olive :</b> .....	14
1. Récolte des olives et stockage des olives : .....	15
2. Trituration des olives : .....	16
<b>III. Caractéristique et composition de l'huile d'olive :</b> .....	18
1. Définition : .....	18
2. Composition chimique de l'huile d'olive : .....	19
3. Qualités des huiles d'olive : .....	22
Chapitre 3 : Technique de la chromatographie en phase gazeuse .....	25
<b>I. Chromatographie phase gazeuse CPG .....</b>	25
1. Principe .....	25
2. Appareillage et caractéristiques : .....	26

<b>Partie expérimentale</b> .....	28
<b>I. Matériels et méthodes :</b> .....	29
1. Protocole expérimental : .....	29
<b>II. Résultats :</b> .....	32
1. Échantillons.....	32
2. Caractérisation physicochimique.....	32
<b>Conclusion :</b> .....	44

Rapport-Gratuit.com

## Liste des tableaux

Tableau 1 : Répartition de la production mondiale d'huile d'olive (campagne 2015/2016) (COI, 2016)	13
Tableau 2 : Répartition de la consommation mondiale d'huile d'olive (campagne 2015/2016)	14
Tableau 3 : Pourcentages d'acidité des différents types des huiles d'olive	23
Tableau 4 : Teneur en d'erythrodiol et uvaol en mg/Kg de la région du Nord	39
Tableau 5 : Teneur en d'erythrodiol et uvaol en mg/Kg de la région du Sud	40
Tableau 6 : Résultats des calculs du test de SHAPIRO et WILK pour la série du Nord	42
Tableau 7 : Résultats des calculs du test de SHAPIRO et WILK pour la série de Sud	42
Tableau 8 : Résultats de test d'égalité des variances	42
Tableau 9 : Test d'égalité des espérances : deux observations de variances égales	43

## Liste des figures

Figure 1 : organigramme de LOARC	6
Figure 2 : Morphologie de l'arbre d'olivier	10
Figure 3 : la cueillette des olives qui s'effectue en laissant tomber les olives sur un filet	15
Figure 4 : Manière de broyage des olives par un broyeur à marteau	17
Figure 5 : Système de malaxage et le séparateur de l'huile de grignon	17
Figure 6 : broyeur à meule avec traction animale	18
Figure 7 : Principaux stérols de l'huile d'olive	21
Figure 8 : Principaux dialcools tri terpéniques de l'huile d'olive	22
Figure 9: schéma de la phase stationnaire de la CPG	25
Figure 10 : schéma d'appareillage de la CPG	26
Figure 11 : Histogrammes des teneurs en stérols totaux(mg/Kg) et teneur en erythrodiol et uvaol relative (Région Nord)	35
Figure 12 : : Histogrammes des teneurs en stérols totaux(mg/Kg) et teneur en erythrodiol et uvaol relative (Région Sud)	35
Figure 13 : Histogrammes des teneurs en stérols totaux(mg/Kg) et teneur en erythrodiol et uvaol relative (Région Sud)	37

# Listes des abréviations

**COI** : Conseil Oléicole international

**CPG** : Chromatographie en Phase gazeuse

**D.R.A** : Direction de la Recherche Agronomique

**ECD** : Détecteur à capture d'électrons

**FID** : Détecteur à ionisation de flamme

**HOV** : Huile d'Olive Vierge

**HPLC** : Chromatographie en Phase Liquide à Haute Performance

**LOARC** : Laboratoire Officiel d'Analyses et de recherches Chimiques Casablanca

**NPD** : Détecteur thermoionique

**UV** : Ultra-Violet

## INTRODUCTION

L'amélioration de la productivité, de la qualité des produits oléicoles et la mise en valeur de leur spécificité constituent aujourd'hui l'une des priorités de la stratégie de développement de la filière oléicole nationale adoptée dans le cadre du plan Maroc Vert.

Cependant l'un des défis majeurs actuel de la filière oléicole marocaine reste la conformité des huiles produites et commercialisées aux critères de composition, de qualité et de pureté prévus par les normes en vigueur dans ce domaine.

L'huile d'olive est un produit à forte valeur ajoutée, très encadrée par la réglementation internationale. La classification des huiles d'olive vierges tient compte des critères physico-chimiques mais aussi des caractéristiques organoleptiques des huiles, de manière à assurer aux consommateurs un produit de qualité, en particulier sur le plan sensoriel.

Elle est commercialisée selon la norme du Conseil Oléicole International qui définit les différentes dénominations et les critères physico-chimiques et organoleptiques permettant d'attester de sa qualité et de vérifier sa pureté pour sauvegarder le caractère original de cette huile et la protéger contre les diverses adultérations.

La détermination des dialcools triterpéniques (érythrodiol + uvaol) est le paramètre utilisé pour distinguer l'huile de grignon des huiles d'olive.

La détermination des dialcools triterpéniques en tant que teneur relative par rapport à la somme des stérols ne donne pas une représentation complètement correcte de la situation réelle d'un point de vue pondéral. Lorsque le raffinage est appliqué, les stérols diminuent plus que les dialcools triterpéniques et c'est ainsi que leur quantité peut être surestimée.

De même, la maturité des olives de petite taille a une influence sur la teneur totale en stérols. C'est-à-dire, les huiles d'olive produites à partir des olives plus mûres, ont une teneur en stérols plus basse et par conséquent une teneur élevée en dialcools triterpéniques.

Notre étude a pour but la détermination de la teneur absolue en (érythrodiol + uvaol) qui peut donner une information plus précise sur les caractéristiques des huiles d'olive.

Ce paramètre est en cours de révision par le conseil oléicole international et le point critique est la limite qui sera adoptée.



Dans ce cadre, nous allons réaliser cette étude sur 44 échantillons provenant de deux régions différentes, le Nord et le sud du Maroc, afin de déterminer la teneur absolue en (érythrodiol + uvaol) des huiles d'olive marocaines et pouvoir ainsi défendre nos huiles au niveau des instances internationales au moment de la fixation des limites réglementaires.

*Rapport-gratuit.com*   
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES



## **Présentation du laboratoire**

## I. HISTORIQUE :

Le laboratoire Officiel d'Analyses et de Recherche chimiques de Casablanca (L.O.A.R.C) est une institution créée en 1914 chargée par le contrôle des marchandises. Ce contrôle est organisé dans les pays, ayant atteint un certain niveau de développement, pour assurer la protection de la santé du consommateur et la transparence de la transition commerciale. L'importance et la sensibilité du sujet en font donc un domaine exclusif du pouvoir publics. Vu la prépondérance des denrées alimentaires dans le domaine de contrôle, le L.O.A.R.C fut placé de sa création sous tutelle du ministère de l'agriculture (il en est de même dans la majorité des pays).

Après l'indépendance du Maroc, le LOARC s'est vu attribuer le rôle de service rattaché aux diverses structures du ministère ; d'abord à l'ancienne direction de la recherche agronomique (D.R.A) ; puis la direction de la protection des végétaux, des contrôles techniques et de la répression des Fraudes. Après un long processus entamé en 1979 le L.O.A.R.C fut érigé en établissement public, doté de personnalité morale et d'autonomie financière, par la loi 22/82 promulguée par le dahir n°1.83.179 du 9 moharrem 1405 (05 octobre 1984). Les organes de la gestion du L.O.A.R.C sont définis par le décret n° 2.84.31 du rabbi II 1405.

## II. Mission de L.O.A.R.C :

*La loi 22/82 définit les prérogatives du L.O.A.R.C et étend le champ de ses activités :*

- Au contrôle de la qualité marchande des produits agricoles, des denrées alimentaires des fertilisants et des pesticides.
- Au contrôle des marchandises pour le compte de l'administration des douanes.
- A la participation, à la demande de l'état, à toute étude et recherche chimique nécessaire au développement de l'agriculture et de l'élevage.
- A la réalisation des juridictions, d'opération d'expertises en matière d'analyse chimique et physicochimique conformément aux textes législatifs à cet effet.
- A l'exécution ; à la demande de l'état, de personnes morales de droit public ou de particulier ; d'analyse et d'expertise de tout produit et marchandises.
- A la participation et à l'élaboration de la législation et de la réglementation en matière de répression des Fraudes et des falsifications.

### **III. Les domaines d'intervention de L.O.A.R.C :**

**Le laboratoire traite plus de 25000 échantillons annuellement, représentant plus de 120 produits différents appartenant aux familles suivantes :**

- ✓ Laits et produits laitiers ;
- ✓ Céréales et produits céréaliers ;
- ✓ Cafés, thé et infusions ;
- ✓ Epices et condiments ;
- ✓ Sucres et produits sucrés ;
- ✓ Boissons non alcoolisées ;
- ✓ Additifs alimentaires ;
- ✓ Boissons alcoolisées ;
- ✓ Matières grasses ;
- ✓ Conserves animales ;
- ✓ Formulation de pesticides ;
- ✓ Produits agricoles ;
- ✓ Produits industriels.

### **IV. Moyens :**

#### **1. Ressources humains :**

**L'effectif est composé de 91 personnes réparties comme suit :**

- 22 cadres (ingénieurs et universitaires) ;
- 49 techniciens ;
- 28 autres (agents d'exécutions) ;

#### **2. Equipement ;**

**Le L.O.A.R.C est doté d'équipements sophistiqués et adaptés à chaque type d'analyse :**

##### **a- Equipement chromatographique :**

- HPLC avec détecteur réfractométrie, UV visible et fluormétrie, barrettes diode.
- CPG avec détecteur FID, ECD, TST, NPD, FPD et spectromètre de masse.

##### **b- Equipement spectroscopique**

- UV visible, infrarouge, spectrofluorimétrie, absorption atomique.

##### **c- Equipement optique :**

- Réfractomètres, polarimètres
- d- Equipement électrochimiques :
  - Potentiomètres, ampèremètres, conductimètres.
- e- Equipement électro phorétique.
- f- Equipement de mesure de la radioactivité.
- g- Equipement courant du laboratoire

## V. Organigramme :

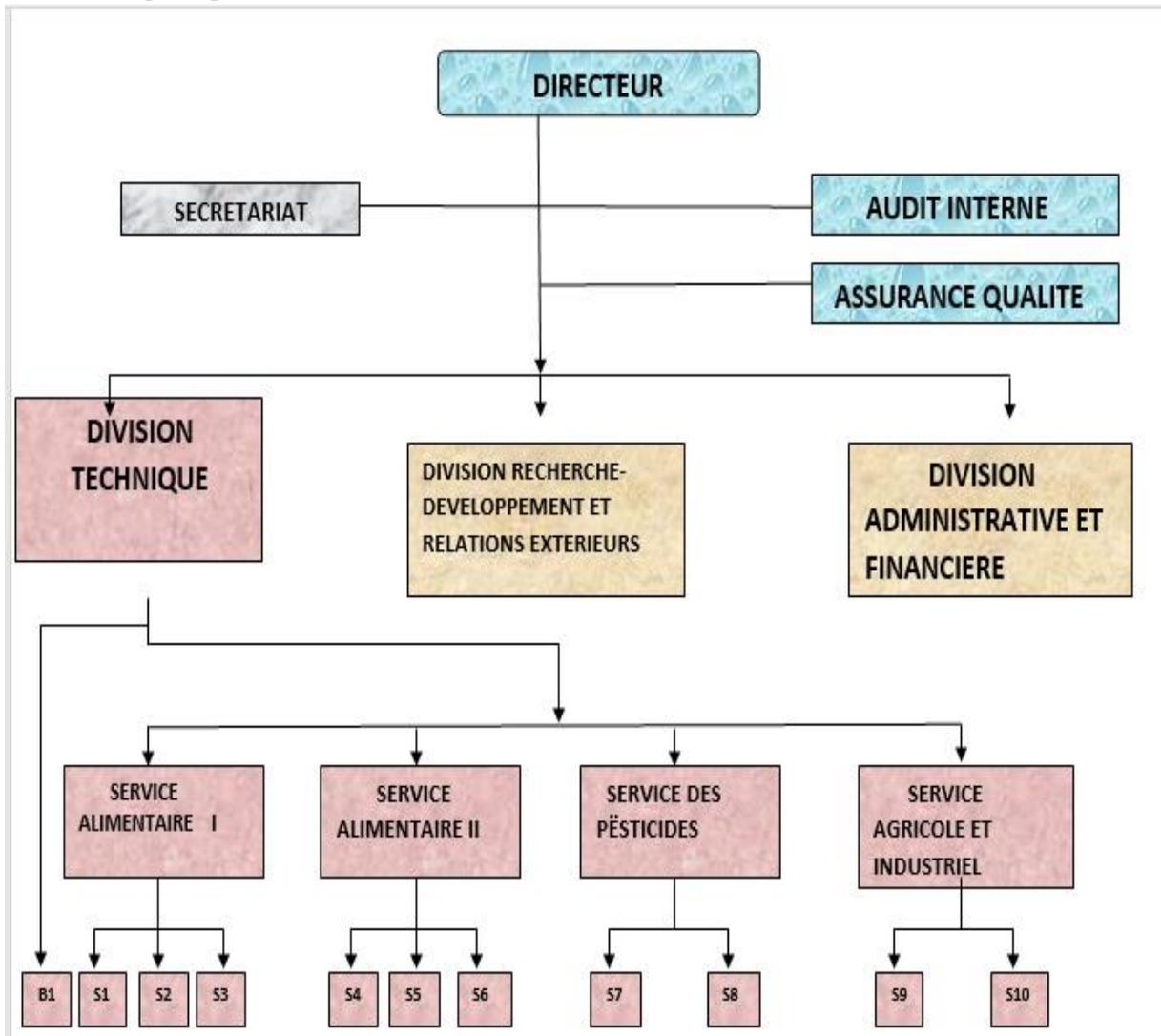


Figure 1 : organigramme de LOARC

## VI. Taches de chaque section :

- Section 1** : Section laits et produits laitiers, céréales et dérivés, légumineuses et levures.
- Section 2** : Section café, thés, stimulants, épices et condiments

-**Section 3** : Section sucres et produits sucrés, boissons non alcoolisées et boissons alimentaires

-**Section 4** : Section boissons alcoolisés.

-**Section 5** : Section matières grasses.

-**Section 6** : Section conserves animales et végétales.

-**Section 7** : Section pesticides formulations.

-**Section 8** : Section résidus de pesticides.

-**Section 9** : Section agricole.



## Revue bibliographique

## Chapitre I : Généralités sur la culture de l'olivier

### I. Histoire de l'olivier :

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 avant Jésus Christ 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.

Il y a aujourd'hui près d'un milliard d'oliviers 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.

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

Dans la religion islamique, le Coran parle de « cet arbre sacré », et produit de l'huile et un condiment (Sourate XXII « les croyants, verset 20 ») et Sourate XXIV « la lumière, verset 35 »). Au troisième millénaire avant le Christ, il est cultivé en Syrie, en Palestine, puis au gré des conquêtes et de l'expansion commerciale, on le retrouve en Sicile, Italie, Tunisie, Algérie au Maroc et dans le midi de la France. La propagation de l'olivier s'est faite par les grecs, les romains et les arabes au cours de leur colonisation.

### II. L'olivier :

#### 1. Morphologie de l'olivier :

Son système racinaire est un chevelu très dense, il a ainsi un ancrage solide dans le sol qui lui permet de résister aux vents, à la sécheresse et à l'érosion. Parfois il présente de gros reliefs qui sont des réserves permettant à l'arbre de résister aux variations climatiques.

Son système aérien est composé :

- ✓ **D'un tronc plus ou moins haut (de 50 centimètres à un mètre) chez les arbres taillés et cultivés pour que le ramassage soit plus aisé.**
- ✓ **De branches principales au nombre de 3 à 8 : celles-ci donnent la forme de l'arbre.**
- ✓ **De branches secondaires.**
- ✓ **De rameaux porteurs qui assurent la fructification de l'année en cours.**
- ✓ **De drageons ou rejets ou éclats qui se développent à partir du collet et qui peuvent donner un nouvel arbre. [12]**



*Figure 2 : Morphologie de l'arbre d'olivier*

## 2. Physiologie de l'olivier :

Le jeune fruit multiplie ses cellules jusqu'au fin juin, date à laquelle le noyau se durcit. Le fruit continue alors de grossir jusqu'à la véraison (c'est-à-dire le changement de couleur) par la biosynthèse des pigments. Du début juillet jusqu'à la récolte à savoir le mois de novembre ou décembre, le fruit est le siège de transformations biochimiques qui permettent la synthèse de l'huile à maturité.[15]

## 3. Les espèces de l'olivier :

IL existe au moins 5 sous-espèces d'Olea europea répandues autour de la méditerranée et actuellement on compte plus de 2 000 variétés d'olivier qui sont recensées. Les arbres adultes font généralement de 2 à 10 m de la hauteur en culture mais peuvent atteindre jusqu'à 20 m à l'état sauvage. La plantation recommandée étant celle de la variété d'olive 'Cipressino' en raison d'une autofertilité et abondance. [15]

### III. L'olivier au Maroc :

Comme principale espèce fruitière cultivée au Maroc, l'olivier occupe une surface de 560.000 ha dont 220.000 ha en zone irriguée (Haouz, Tadla, Souss-Massa, Moulouya, Nador, Boulemane, Oujda, El Kelaâ, Marrakech, Chichaoua, Bénimellal Ouarzazate, Tafilalet. Figuig, Essaouira), 200.000 ha en zone de montagne (Chefchaouen, Taounate, Taza, Tanger, Tétouan, Azilal ,Al Hoceima), 100.000 ha en zone bour favorable (Sefrou, El Hajeb, Fès, Meknès, Sidi Kacem, Gharb, Loukkos, Benslimane) et 40.000 ha dispersés entre Safi, Settat, Khémisset et Khouribga. L'Olivier contribue à l'emploi en milieu rural avec 11 millions de journées de travail annuellement. La production d'olive se situe autour de 560.000 T et permet de générer 50.000 T de l'huile d'olives et 90.000 T d'olives de table industrielles. L'oliveraie nationale est constituée pour plus de 96%, par la variété population Picholine marocaine et deux dérivés la Haouzia et la Menara représente à elle seule plus des 9/10eme des olives produites au Maroc. Elle est très charnue avec un tout petit noyau et en bouche elle présente un goût aux arômes de noisette et de beurre. On trouve aussi d'autres variétés issues d'autres pays comme la Picholine du Sud de la France, l' Arbequina ou la Manzanille d'Espagne ou encore la Leccino d'Italie . [10].

En ce qui concerne la densité, une distinction doit être faite entre les exploitations en régime sec et en régime irrigué. Les plantations non irriguées, principalement situées dans les régions oléicoles du Nord et du Centre, présente une densité de 100 arbres/ha, contrairement aux plantations irriguées dans le Sud du pays dont la densité est de 160 arbres/ha.

Il existe deux systèmes d'irrigations : l'irrigation pérenne pratiquée dans les zones d'action des Offices régionaux de mise en valeur agricole telles que Haouz, Tadla, Errachidia, Souss-Massa, etc., et l'irrigation d'appoint, principalement présente dans les régions de Marrakech, Beni Mellal, Azilal, Taza, El Kelâa, Boulemane, Oujda et Nador.

#### 1. Situation géographique des plantations :

Les principales zones de production s'étendent à travers tout le pays, à l'exception de la côte atlantique, bien que se distinguent, dans la répartition géographique des plantations, trois grandes régions :

- Le Nord : Chefchauen, Taounate et Ouezzane qui présentent des sols pauvres, un terrain accidenté et un niveau de précipitations de 1 000 mm/an.
- Le Centre : Taza, Fez et Meknès qui présentent des sols riches et profonds, un terrain peu accidenté et des précipitations entre 450 et 500 mm/an.

- Le Sud : Haouz, Tadla, Safi et Essaouira qui présente des sols très riches, un terrain plat et une pluviométrie de moins de 400 mm/an. Les plantations y reçoivent une irrigation pérenne ou d'appoint.

## 2. Variétés :

La principale variété cultivée au Maroc est la Picholine marocaine, présente à plus de 96 % dans les plantations du pays. Les 4 % restants se composent de la Picholine Languedoc, de la Dahbia et de la Meslala, qui sont cultivées en régime irrigué (Haouz, Tadla, El Kelâa) et de quelques variétés espagnoles et italiennes telles que la Picual, la Manzanilla, la Gordal et la Frantoio. (Source : ministère de l'Agriculture du Maroc)

- **Picholine marocaine :**

Variété qui s'adapte bien aux sols et aux conditions climatiques de tout le pays,

- **Meslala, Haouzia et Menara :**

Variété productive et moyennement rustique, elle est cultivée dans les zones irriguées ou présentant une bonne pluviométrie. [11]

## 3. Caractéristiques du secteur oléicole au Maroc :

En dépit des potentialités que recèle le secteur, les niveaux de production atteints sont encore très modestes et ne valorisent que partiellement les atouts dont dispose notre pays en la matière. En effet les rendements moyens actuels ne représentent que 12 % en zone « bour » et 26 % en zone irriguée des rendements potentiels obtenus au niveau des stations expérimentales. Ces rendements résultent des effets négatifs engendrés par des contraintes liées aux incertitudes des conditions climatiques, à la complexité des statuts juridiques des terres agricoles, à la dispersion et à l'irrégularité des plantations, au matériel génétique peu performant et aux pratiques culturales peu évoluées. La faiblesse des hauteurs pluviométriques enregistrées dans certaines zones oléicoles conjuguées à l'irrégularité inter et intra annuelle des précipitations et à la fréquence élevée du Chergui compromettent l'amélioration de la productivité de l'olivier en zone « bour », qui a enregistré ces dernières années une augmentation de 2,3 %/an pour atteindre 1,5 tonnes d'olive /Ha. En zones irriguées le caractère aléatoire des disponibilités hydrique et la concurrence d'autres cultures font que l'olivier ne reçoit pas les doses d'irrigation requises, malgré ces contraintes lors de ces dernières campagnes oléicoles, le rendement a enregistré également une augmentation de 2,3%/an pour arriver à 3 tonnes d'olives/ha. [7]

## Chapitre II : Généralités sur la culture de l'olivier

Dans ce chapitre on va s'intéresser aux pays producteurs d'huile d'olive, toutes les étapes et les différents mécanismes inclus dans la production de l'huile d'olive ainsi que la composition et les différents critères des huiles d'olives.

### I. Production d'huile d'olive :

Parmi les principaux pays producteurs, seule l'Espagne a une production d'huile d'olive très significativement élevée.

*Tableau 1 : Répartition de la production mondiale d'huile d'olive (campagne 2015/2016) (COI, 2016)*

Pays	Production (% Total Monde)
Espagne	<b>46,03%</b>
Italie	<b>13,96%</b>
Grèce	<b>9,58%</b>
Tunisie	<b>5,89%</b>
Syrie	<b>5,31%</b>
Turquie	<b>6,40%</b>
Maroc	<b>4,01%</b>
Portugal	<b>2,62%</b>
Algérie	<b>1,80%</b>
Jordanie	<b>0,91%</b>
Argentine	<b>0,72%</b>
Palestine	<b>0,60%</b>
Autres	<b>5,11%</b>

**Tableau 2 : Répartition de la consommation mondiale d'huile d'olive (campagne 2015/2016)**

Pays	Consommation (%Total Monde)
Italie	26,16%
Espagne	20,33%
Etats-Unis	10,07%
Grèce	8,42%
Syrie	4,70%
Turquie	4,21%
France	4,16%
Maroc	3,29%
Portugal	2,64%
Brésil	2,25%
Algérie	1,65%
Australie	1,61%
Canada	1,46%
Japon	1,28%
Tunisie	1,10%
Chine	1,06%
Autres	7,60%

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. Le Maroc fait partie des pays du pourtour méditerranéen dont le climat est le plus favorable 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 au monde d'huile d'olive.

## ***II. Méthodes de fabrication de l'huile d'olive :***

L'huile d'olive vierge est l'huile obtenue du fruit de l'olivier uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions thermiques notamment, qui n'entraînent pas d'altération de l'huile, et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration. Elle comporte trois types d'huiles d'olive propres à la consommation en l'état : l'huile d'olive vierge extra (acidité inférieure ou égale à 0,8%), l'huile d'olive vierge (acidité inférieure ou égale à 2%) et l'huile d'olive vierge courante (acidité inférieure ou égale à 3,3%). Selon la norme internationale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive, les constituants chimiques de l'huile d'olive vierge peuvent être

subdivisés en deux catégories : la fraction saponifiable (triglycérides, phospholipides, etc.) et la fraction insaponifiable (stérols, alcools tri-terpéniques, etc.).

## 1. Récolte des olives et stockage des olives :

La récolte est une opération importante de la culture de l'olivier et, par conséquent, elle doit être contrôlée de près étant donnée ses répercussions sur le coût de la production, la qualité du produit obtenu et la qualité de l'huile d'olive. Cette dernière est affectée aussi bien par les modalités de récolte (système, durée) que par l'époque à laquelle intervient celle-ci.

### 1.1. Système de récolte des olives :

La cueillette peut s'effectuer à la main. C'est l'opération qui convient le mieux pour obtenir la meilleure qualité de l'huile vierge car les olives sont cueillies sélectivement selon leur degré de maturité. C'est la manière couteuse en main d'œuvre. [10]



Figure 3 : la cueillette des olives qui s'effectue en laissant tomber les olives sur un filet

### 1.2. Stockage des olives :

Dans le souci de conserver les caractéristiques de qualité que les olives possèdent au moment de la récolte sur l'arbre, ils s'avèrent nécessaire de les acheminer immédiatement vers les moulins. Le moyen le plus approprié pour le stockage des olives est représenté par les caisses à claire voie en plastic permettant la circulation de l'air et évitant des réchauffements préjudiciables causés par l'activité catabolique des fruits. Ces caisses limitent la couche d'olive et réduisent donc le danger d'écrasement, tout en représentant un moyen idéal pour le stockage en attendant la mouture. Au cours du stockage ; les olives subissent des altérations qui sont dues à la durée et au conditionnement du stockage, ces altérations sont entraînées par l'activité enzymatique propre à la matière (lipolyse) mais également par un développement microbien

pendant la durée du stockage, une chose qui se manifeste par une augmentation de l'acidité, de l'indice de peroxyde et une détérioration des critères organoleptique des huiles. Afin d'atténuer ces altérations on opère des stockages en silos ventilé ou greniers à olive, en bacs superposés en matière plastique avec utilisation des fongicides. Ces modes de stockage sont très coûteux et peu efficaces et la seule manière pour réduire l'altération reste la réduction de la durée du stockage au minimum possible.

## 2. Trituration des olives :

Dans cette partie on va s'intéresser à voir les différentes étapes conduisant à l'obtention des huiles d'olive par les deux procédés à savoir ; la manière industrielle ainsi que celle traditionnelle.

### 2.1. Procédé industriel :

#### a. Effeillage :

Etape très importante car la présence des feuilles durant la trituration des olives entraîne une coloration trop verdâtre de l'huile qui est due à la présence des pigments chlorophylliens qui favorisent l'oxydation des huiles et celles-ci se conserve mal. [14]

#### b. Lavage :

Opération fondamentale pour éviter certaines contraintes :

- Interférences des terres avec les propriétés organoleptiques (couleur, odeur, gout.) des huiles.
- Réduction des rendements ; vu que les terres accompagnant les olives absorbent plus de 25 % de leur poids en huile. [20]

#### c. Broyage :

Réalisé à l'aide d'un broyeur à marteau, dont le broyage ne doit pas être ni grossier ni trop fin, il doit être adapté à l'état physique des olives ainsi que leur degré de maturité. La durée de broyage selon le conseil oléicole international ne doit pas dépasser 20 à 30 min car si cette durée est prolongée, les phénols et les inhibiteurs naturels ainsi que l'huile produite s'oxydent.



*Figure 4 : Manière de broyage des olives par un broyeur à marteau*

#### *d. Malaxage et séparation :*

Dans le cas des huileries disposant d'un équipement de centrifugation, l'opération de malaxage s'avère nécessaire et doit être réalisée pendant 60 min au minimum et à des températures supérieures à celle ambiante tout en ne dépassant pas les 25°C. Pour l'unité équipée de chaîne continue ; système à deux phases le rendement est meilleur ainsi que la qualité des huiles élaborées. [9]



*Figure 5 : Système de malaxage et le séparateur de l'huile de grignon*

### **2-2 Procédé traditionnel :**

Le processus traditionnel de l'extraction de l'huile est fréquemment pratiqué par des « maâsra » localisées dans les zones montagneuses. Ces « maâsra » sont au nombre de 16000, et participent à la trituration de 50 % de la production d'olive. Les « maâsra » sont équipées en pression métallique ou en bois, elles utilisent des meules pour broyer les pattes des olives, et qui fonctionnent avec de l'énergie humaine ou animale dont l'huile produite est stockée dans des bacs de décantation en ciment, faïence ou argile. [14]



Figure 6 : broyeur à meule avec traction animale

### III. Caractéristique et composition de l'huile d'olive :

#### 1. Définition :

L'huile d'olive est l'huile provenant uniquement des fruits de l'olivier à l'exclusion des huiles obtenues par solvant ou de tout mélange avec des huiles d'autre nature. [6]

Les dénominations de vente de l'huile d'olive font l'objet d'une réglementation européenne selon une méthodologie définie par le COI. Elle comporte à la fois des analyses physico-chimiques visant à évaluer la qualité des matières premières et la fraîcheur des produits ainsi qu'une dégustation par un jury d'experts. L'huile d'olive est le seul produit alimentaire pour lequel l'évaluation organoleptique est prise en compte pour déterminer sa classification.

***L'huile d'olive vierge*** : est l'huile obtenue de fruit de l'olivier uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions, thermiques notamment, qui n'entraînent pas d'altération de l'huile, et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration

Il existe trois catégories d'huiles d'olive vierges :

- ✚ **Huile d'olive vierge extra** : l'acidité, exprimée en acide oléique doit être inférieure à 0,8 g/100 g d'huile. Au niveau des caractéristiques organoleptiques, cette huile a une présence de fruité et une absence de défaut ;
- ✚ **Huile d'olive vierge** : l'acidité, exprimée en acide oléique doit être inférieure à 2 g/100 g d'huile. Au niveau des caractéristiques organoleptiques, cette huile a une présence de fruité et une présence possible de défauts légers ;

- ✚ **Huile d'olive vierge lampante** : ce type d'huile a une acidité supérieure à 2 g/100 g d'huile. Cette huile est qualifiée d'impropre à la consommation et doit être destinée au raffinage. [6]

***L'huile de grignons d'olive*** : est l'huile obtenue par traitement aux solvants des grignons d'olive à l'exclusion des huiles obtenues par des procédés de réestérification et de tout mélange avec d'autres huiles. [6]

## 2. Composition chimique de l'huile d'olive :

L'huile d'olive vierge est un système chimique complexe constitué de plus de 250 composés. La composition de l'huile d'olive change selon la variété, les conditions climatiques et l'origine géographique. Les composés peuvent être classés en deux grands groupes :

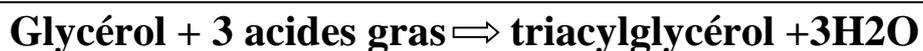
- ✚ **Les substances saponifiables (triglycérides, acides gras,) (de 96 à 98% de l'huile).**
- ✚ **Les substances insaponifiables (de 2 à 4% de l'huile). [1]**

### 2.1. Fraction saponifiable :

#### a. Acides gras :

Les acides gras présents dans l'huile d'olive se trouvent sous forme d'ester de glycérol ou sous forme libre. Ce sont des monoacides linéaires à nombre pairs (majoritaires) et impairs d'atomes de carbone dont le nombre varie de 14 à 24. Leur chaîne aliphatique est soit saturée soit mono ou polyinsaturée. Ils se composent en moyenne de 72% d'acides gras mono insaturés, de 14% d'acides gras polyinsaturés et de 14% d'acides gras saturés (norme européenne). La prédominance de l'acide oléique constitue la principale originalité de l'huile d'olive et lui confère les caractéristiques d'un corps gras mono-insaturé.

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 selon la formule :



Dans le cas de l'huile d'olive les triacylglycérides représentent entre 98% et 99% de la masse

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).[9] Des normes telles que celle du **COI** régulent cependant cette variabilité en plaçant des limites hautes et basses sur les proportions de chacun des acides gras

### *b. Les triglycérides*

Les substances saponifiables sont constituées d'environ 97 à 99% de triglycérides. Les triglycérides sont les véritables constituants des huiles d'olive vierge. Ils proviennent de l'estérification des trois fonctions alcools du glycérol par des acides gras. La présence d'une part des différents acides gras et d'autre part des trois possibilités d'estérification sur le glycérol conduit à un grand nombre de combinaisons possibles pour les triglycérides de l'huile d'olive. Les triglycérides sont couramment désignés par trois lettres correspondant aux abréviations des acides gras qui estérifient le glycérol. Ainsi à titre d'exemple, OOO est le trioléoyl glycérol ou trioléine et POO, le pamitoyl, dioléoyl glycérol ou palmitoyl dioléine. Les triglycérides qui se trouvent dans des proportions significatives dans l'huile d'olive sont :

***OOO (40-59%); POO (12-20%); OOL (12,5-20%); POL (5,5-7%); SOO (3-7%) [5]***

### ***2.2. Fraction insaponifiable :***

Les substances insaponifiables représentent l'ensemble des constituants (naturels) qui ne réagissent pas avec un hydroxyde alcalin pour donner des savons et qui, après saponification restent solubles dans des solvants classiques des corps gras (hydrocarbures saturés, éthers diéthylique ou diisopropylique, solvants chlorés, etc.). Ces substances représentent de 2 à 4% de l'huile et constituent un mélange complexe de composés appartenant à des familles chimiques diverses :

- + Les hydrocarbures.**
- + Les tocophérols (vitamine E).**
- + Les alcools triterpéniques et aliphatiques.**
- + Les stérols.**
- + Les composés phénoliques (antioxydants).**
- + Les chlorophylles et carotène.**

L'huile d'olive se caractérise par son parfum délicat et unique. Cet arôme très particulier est dû à toute une gamme de composants présents à très faibles concentrations. Les constituants

mineurs de l'huile d'olive sont des indicateurs de son authenticité, de même que ses caractéristiques sensorielles. [2]

### a. Les stérols

Les stérols végétaux appelés phytostérols occupent la plus grande partie de la matière insaponifiable des huiles constituants non glycéridique, ils représentent en poids environ 50% de l'insaponifiable. La composition stérolique est spécifique pour chaque espèce végétale. Plusieurs études ont identifié trois principaux stérols dans les huiles d'olive : le  $\beta$ - sitostérol, le campestérol et le stigmastérol. La composition stérolique peut varier avec les conditions agronomiques et l'état de conservation de l'huile. [11]

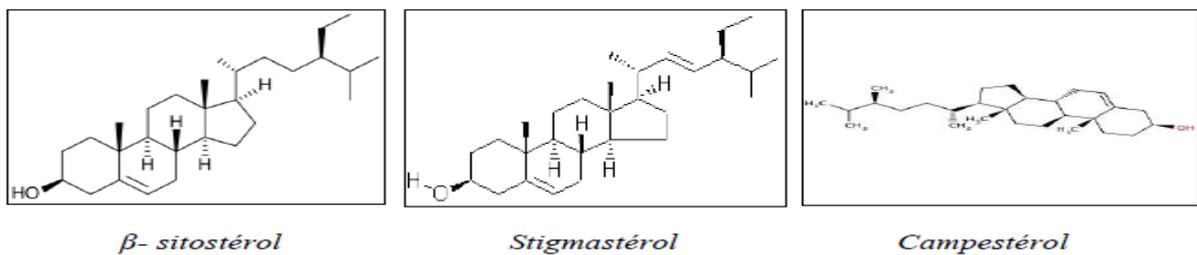
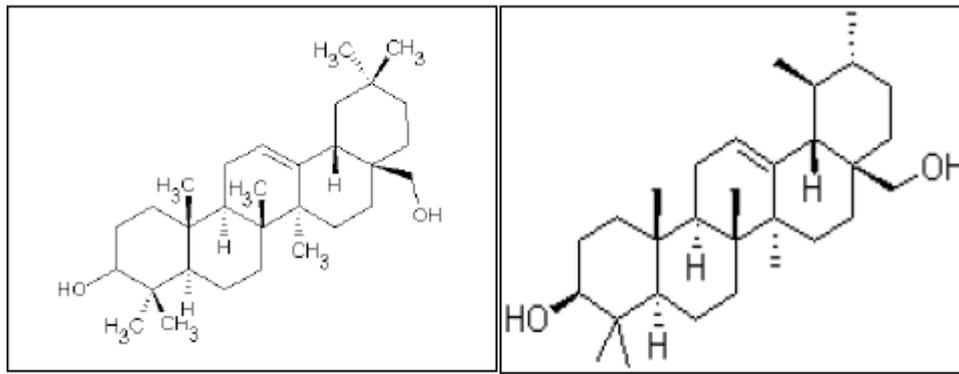


Figure 7 : Principaux stérols de l'huile d'olive

### b. Les alcools

Les dialcools triterpéniques : La fraction insaponifiable de l'huile d'olive contient deux composés alcooliques triterpéniques pentacycliques : l'erythrodiol et l'uvaol. La détermination de ces deux composés peut être utile pour la détection de l'huile de grignon dans l'huile d'olive vierge. D'après la réglementation CE, le taux de l'erythrodiol + uvaol ne doit pas excéder 4.5% pour une huile d'olive vierge. [4]



*Erythrodiol*

*Uvaol*

*Figure 8 : Principaux dialcools tri terpéniques de l'huile d'olive.*

### *c. Les tocophérols*

Les tocophérols sont reconnus pour leur double action bénéfique. En effet ils ont tout d'abord l'atout d'être une vitamine liposoluble (vitamine E) et ils ont également une forte activité anti oxygène. [4]

### *d. Les pigments colorants*

La coloration de l'huile d'olive vierge est due essentiellement à la présence de pigments colorants appartenant à la famille des caroténoïdes et chlorophylle. [4]

## 3. Qualités des huiles d'olive :

Les huiles d'olive vierges se classent en différentes catégories en fonction de leurs caractéristiques physicochimiques et organoleptiques (**Règlement (CEE) N°2568/91 ; C.O.I. 2005**).

De nombreux paramètres physico-chimiques ainsi que ses qualités gustatives (caractéristiques organoleptiques) permettent de caractériser une huile d'olive vierge. L'huilerie doit disposer d'un laboratoire pour procéder à la détermination des critères physico-chimiques des huiles extra vierge selon des normes. A cet effet, elle bénéficie d'une normalisation de commercialisation et d'une réglementation bien fournies. Dans ce cadre, différents textes existent :

- ✚ Au niveau international, la norme du Codex Alimentarius qui est d'application volontaire mais sert de référence dans le règlement des litiges du commerce international, la norme du Conseil Oléicole Internationale applicable par les pays

membre dans les transactions commerciales et les règlements européens qui sont d'application obligatoire par l'ensemble des États membres de l'Union européenne.

- ✚ Au niveau national le Décret n°2-14-268 du 8 Rabii II 1436 (29 janvier 2015), l'Arrêté conjoint n°293-16 du 22 Rabii II 1437 (2 février 2016) et la norme NM 08.5.070.

Ces textes réglementaires et normatifs sont en perpétuelle évolution en raison des progrès technologiques que connaît le secteur oléicole d'une façon générale et de l'évolution des méthodes d'analyses qui en découlent. C'est ainsi qu'actuellement, plus de vingt paramètres permettant d'évaluer la qualité et la pureté des huiles d'olive. Ces paramètres concernent les critères de qualité (l'Acidité, l'Indice de peroxyde, l'Extinction spécifique, les esters éthyliques et les caractéristiques organoleptiques) et les critères de pureté (Composition en acides gras, teneur en acides gras trans, composition en stérols et en dialcools triterpéniques).

### **3.1. Paramètres de qualité :**

#### **a. Indice d'acidité :**

L'acidité apparaît comme un moyen simple et fiable pour évaluer la qualité. L'acidité traduit la qualité des olives avant la trituration, plus elle est faible plus la qualité des olives est bonne. L'analyse de ce paramètre permet de déterminer la teneur en acides gras libres résultant de l'hydrolyse des triglycérides, il est exprimé en % d'acide oléique, Si l'on se base particulièrement sur l'acidité, on peut classer les huiles d'olive en trois catégories.

**Tableau 3 : Pourcentages d'acidité des différents types des huiles d'olive**

Catégorie d'huile d'olive	Pourcentage d'acidité
Extra vierge	<0,8
Vierge	<2
Vierge Courante	2-3,3

#### **b. Indice de peroxydes et absorbance dans l'ultra-violet :**

L'indice de peroxydes révèle l'état d'oxydation d'une huile. Les peroxydes s'obtiennent par fixation d'oxygène sur les doubles liaisons des acides gras insaturés qui sont issues de l'hydrolyse des triglycérides. Cette oxydation est donc liée à l'exposition d'huile à l'air, à sa composition en acides gras insaturés, et est favorisée par la lumière et la chaleur. C'est le processus majeur de dégradation des huiles qui aboutit au stade final à la rupture des chaînes d'acides gras.

L'examen spectrophotométrique dans l'ultraviolet fournit des informations complémentaires sur la qualité et la pureté 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. Elle est utilisée pour détecter les composés oxydés anormaux dans une huile d'olive vierge. Cette huile accuse un pic d'absorption à 203-208 nanomètre. Les composés provenant de l'oxydation de l'huile présentent des absorptions pour les radiations de longueur d'onde suivantes :

- **232 nm pour les hydroperoxydes**
- **270 nm pour les composés carbonylés**
- **260, 268, 280, nm pour les triènes conjugué**

### *c. Analyse organoleptique*

C'est l'analyse déclassante complémentaire aux analyses physico-chimiques, et qui ne concerne que le domaine des huiles vierges. Elle permet de juger à la fois de l'état des olives avant trituration (olives gelées, olives chômées par dégradation anaérobie, olives moisies) et du vieillissement de l'huile (huile oxydée à caractère rance, huile à défaut de lies par fermentation des dépôts).

Cette analyse organoleptique réunit au moins 8 dégustateurs rigoureusement entraînés sur les 5 défauts, ainsi que sur les intensités du fruité, d'amer et du piquant.

### *3.2. Paramètres de pureté*

Ces paramètres de pureté sont en capacité de déterminer l'authenticité d'une huile, par rapport à sa nature (olive ou autre), sa catégorie (vierge ou raffinée) ou son origine.

#### *d. Composition en acides gras et isomères trans*

L'huile d'olive est très finement décrite dans les normes et les textes réglementaires susmentionnés par ses acides gras. La recherche d'acides gras « trans », naturellement synthétisés en isomères « cis », permet la mise en lumière d'un traitement de raffinage.

Les normes de qualité en industries agroalimentaires étant de plus en plus rigoureuses,

#### *e. Composition en dialcools triterpéniques*

L'huile de grignons d'olive est obtenue par extraction au solvant des résidus solides (peaux, résidus de la pulpe et des fragments de noyaux) après obtention de l'huile par pression ou extraction à froid (huile d'olive vierge) de la pâte d'olive. L'action du solvant a pour effet la solubilisation et l'extraction en plus grande quantité de certains composés de la peau de la drupe, présents en moindre quantité dans l'huile vierge. La détection de di alcools triterpéniques (uvaol et erythrodiol) à des teneurs anormalement élevées sont autant de signatures de la présence d'une huile de grignons d'olive.

## Chapitre 3 : Technique de la chromatographie en phase gazeuse

### I. Chromatographie phase gazeuse CPG

#### 1. Principe

Cette chromatographie est un moyen d'analyse qualitative et quantitative des gaz et liquides volatils. Elle est applicable pour des petites quantités et des constituants de mélange complexe. L'échantillon (vapeur ou gaz) est adsorbé sélectivement par une phase stationnaire et il est entraîné à débit constant par une phase mobile. La séparation des différents constituants est due aux différences d'affinité des divers constituants pour la phase stationnaire.

#### ✚ La phase stationnaire :

C'est un liquide à propriétés de partage et très peu volatils. Ce liquide est imprégné en faible quantité sur un support solide poreux. Cette phase stationnaire se trouve dans la colonne.

On distingue les phases apolaires et les phases polaires. Les premières sont à base d'hydrocarbures aliphatiques saturés ou de silicones (squalane, apiezon,...). Les secondes sont des polymères possédant des fonctions polaires : polyols, polyesters, polyamides

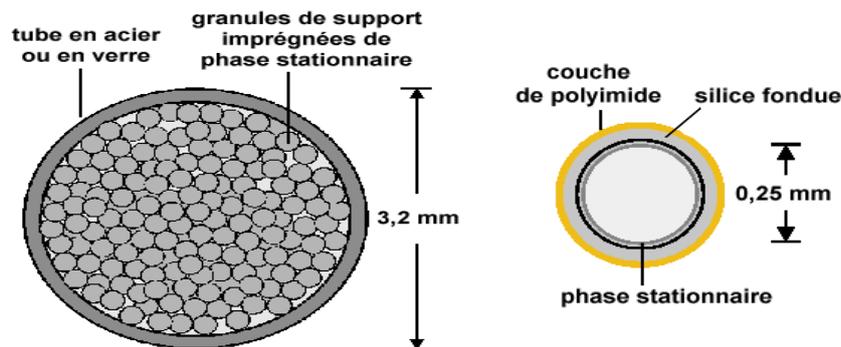


Figure 9: schéma de la phase stationnaire de la CPG

#### ✚ La phase mobile

C'est un gaz inerte appelé gaz vecteur (hélium, argon, hydrogène, azote) obtenu à partir de bouteilles dont on peut régler le débit. Son rôle est d'entraîner de façon uniforme les vapeurs de l'échantillon.

Elle constitue le gaz vecteur. Il s'agit d'un gaz inerte et pur tel que l'hélium, le diazote ou le dihydrogène. La nature du gaz ne modifie pas de manière significative la séparation des composants du fait de l'absence d'interaction entre le gaz et les solutés, seul le facteur température est important.

## 2. Appareillage et caractéristiques :

Un appareil de CPG comprend schématiquement 3 modules spécifiques : un injecteur, une colonne contenue dans une enceinte thermostatée (four) et un détecteur relié à un intégrateur ou un ordinateur sur lequel apparaît le chromatogramme.

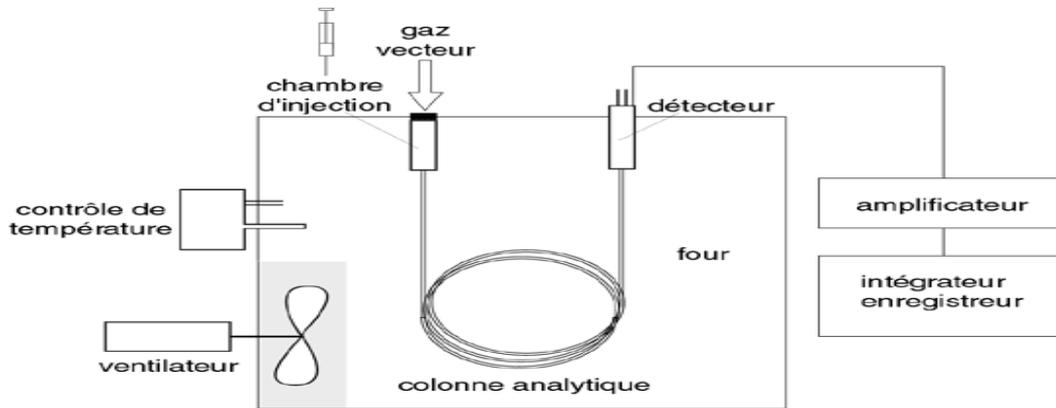


Figure 10 : schéma d'appareillage de la CPG

Le mélange à analyser est injecté sous forme d'un fluide et vaporisé dans l'injecteur. Le gaz vecteur l'entraîne dans la colonne de séparation thermostatée. Les composés se répartissent différemment dans les 2 phases, se déplacent donc à des vitesses différentes puis sortent à des temps différents. A leur sortie, ils sont détectés et un pic apparaît sur l'enregistreur.

### ✚ Injecteur

L'injection se fait par le biais d'une seringue de faible volume (microseringue de 1 à 10  $\mu\text{L}$ ). Il permet l'introduction de l'échantillon, son évaporation et son entraînement par le gaz vecteur vers la colonne : un volume précis est injecté dans l'injecteur qui va vaporiser le liquide et permettre le transfert de l'échantillon vaporisé vers la colonne de chromatographie. Cette injection est faite dans un tube chauffé. Le gaz vecteur arrive par l'une des extrémités du tube et entraîne les solutés vaporisés vers la colonne raccordée à l'autre extrémité.

### ✚ Four

Les colonnes sont placées dans des enceintes chauffées appelées four dont la température peut être régulée au  $1/10^{\text{ème}}$  de  $^{\circ}\text{C}$  près. La température du four peut-être :

- Stable et identique du début à la fin de la manipulation (= conditions isothermes)
- Programmée par palier successif (= en gradients)

### ✚ Colonnes

Elles contiennent la phase stationnaire. Il existe deux types de colonnes :

- **Les colonnes remplies :** Diamètre de 2 à 6 mm et longueur de 1 à 3 m. Elles sont en tubes d'acier ou verre. Elles sont remplies d'un support poreux et inerte sous forme de *grains sphériques* (d'environ 0,2 mm de diamètre) sur lequel est imprégnée la phase stationnaire. Moins résolutive que les colonnes capillaires.
- **Les colonnes capillaires :** Diamètre de 0,1 à 0,53 mm et longueur de 10 à 100 m. Elles sont en tubes d'acier inoxydable ou en silice fondue ; La phase stationnaire est directement déposée sur la paroi interne de la colonne sur une épaisseur de 0,05 à 5  $\mu\text{m}$ .

#### **Détecteurs**

Il existe plusieurs types de détecteurs dont les plus répandus on trouve le FID

**Détecteur à ionisation de flamme (FID) :** Le plus utilisé pour les composés organiques et de grande sensibilité. Les composés (gazeux) qui sortent de la colonne pénètrent dans la flamme du détecteur. Leur combustion entraîne la formation d'ions et de particules chargées qui sont alors collectés par 2 électrodes. Le courant très faible qui en résulte est fortement amplifié et transformé en une tension mesurable par un électromètre. L'air du pic reflète la quantité de composé élué. [14]



## Partie expérimentale

## I. Matériels et méthodes :

### 1. Protocole expérimental :

#### 1.1. Méthode utilisée :

##### ✚ Détermination des stérols, erythrodiol et uvaol

La méthode utilisée est celle décrite par le conseil oléicole international, elle permet de déterminer la teneur en stérols totaux et de di alcools triterpéniques (uvaol erythrodiol) dans les huiles d'olive. Ce critère est utilisé comme un paramètre de pureté pour les huiles d'olive. La détermination de la teneur en stérols totaux permet de détecter la présence d'une huile étrangère dans l'huile d'olive, mais elle ne permet pas d'indiquer la nature de cette huile ni sa quantité introduite. Et la teneur en di alcools triterpéniques (uvaol erythrodiol) à des teneurs anormalement élevées sont autant de signatures de la présence d'une huile de grignons d'olive. [19]

#### 1.2. Principe

Le principe est basé sur la saponification de la matière grasse (l'huile d'olive) avec une solution d'hydroxyde de potassium éthanolique après avoir additionné  $\alpha$ -cholestanol comme étalon interne ; puis l'insaponifiable est extrait avec de l'éther éthylique.

La fraction stérolique et des dialcools triterpéniques obtenue est séparée de l'extrait insaponifiable par chromatographie sur couche mince sur plaque de gel de silice puis Les fractions récupérées dans le gel de silice sont transformées en triméthylsilyléthers et analysées par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire. [19]

#### 1.3. Matériel

- Ballon de 100ml muni d'un réfrigérant à reflux avec embouts rodes.
- Ampoule à décanter de 500 ml.
- Ballons de 250 ml.
- Evaporateur rotatif ;
- Equipement complet pour chromatographie en couche mince avec plaques de verre de 20x 20 cm.
- Micro seringues de 100  $\mu$ l et 250  $\mu$ l.
- Tube à fond conique, de 10 ml, avec bouchon hermétique en verre.
- Appareil de chromatographie en phase gazeuse approprié au fonctionnement avec Colonne capillaire, avec injecteur diviseur, constitué de :

- ❖ Détecteur à ionisation de flamme (FID)
  - ❖ Système d'acquisition de données appropriée au fonctionnement avec le FID Permettant l'intégration manuelle ;
- Colonne capillaire en silice model Agilent 19091J, de 60 m de long, de 250  $\mu\text{m}$
  - Micro seringue pour chromatographie en phase gazeuse de 10  $\mu\text{l}$  avec aiguille rigide adaptée à l'injecteur diviseur.

#### 1.4. Mode opératoire :

##### **Préparation de l'insaponifiable :**

A l'aide d'une micro seringue de 250  $\mu\text{l}$  introduire dans le ballon de 100 ml un volume d'étalon interne de  $\alpha$ -cholestanol contenant une quantité de cholestanol correspondant à environ 10 % des stérols contenus dans l'échantillon. Par exemple, pour un échantillon de 2,5 g d'huile d'olive, ajouter 250  $\mu\text{l}$  de solution de  $\alpha$ -cholestanol .

Evaporer sous un léger courant d'azote dans un bain d'eau chaude jusqu'à dessiccation.

Après refroidissement du ballon, peser  $2,5 \pm 0,01$  g de l'échantillon sec et filtre dans le même ballon.

Ajouter 25 ml de solution éthanolique d'hydroxyde de potassium a 2 N (4.2). Mettre en marche le réfrigérant a reflux, chauffer au bain-marie jusqu'à légère ébullition. Lorsque la saponification s'est produite (la solution devient limpide), continuer à chauffer pendant 20 minutes, puis verser 25 ml d'eau distillée du haut du réfrigérant. Débrancher le réfrigérant et laisser refroidir le ballon a environ 30 °C.

Transvaser le contenu du ballon quantitativement dans une ampoule à décantier de 500 ml en faisant plusieurs lavages à l'eau distillée (50 ml). Ajouter environ 200 ml d'éther éthylique et agiter énergiquement durant environ 60 secondes.

Décompresser régulièrement en retournant le décantier et en ouvrant le robinet. Laisser reposer jusqu'à complète séparation des deux phases.

Après élimination de l'eau de lavage, récupérer la fraction insaponifiable dans un ballon de 100 ml.

Evaporer le solvant par distillation avec un évaporateur rotatif à 30 ° C sous vide.

##### **Séparation de la fraction stérolique et des dialcools triterpeniques (erythrodiol + uvaol)**

L'insaponifiable ainsi préparé est dissout dans 1 ml de l'hexane. Puis on dépose à l'aide d'une micro-seringue à 2 cm du bas de la plaque, en fines gouttelettes, une bande continue, 50 à 60  $\mu\text{l}$

de la solution de l'insaponifiable (environ 1 mg) à 2,5 cm de chaque côté de la plaque. A 1 cm des bords droit et gauche, on dépose une petite quantité de cholestérol pris comme référence.

Introduire le mélange hexane/éther éthylique dans la cuve de développement a une profondeur d'environ 1 cm. Fermer la cuve à l'aide du couvercle approprié et laisser ainsi pendant au moins une demi-heure, dans un endroit frais, de façon à ce que l'équilibre liquide/vapeur s'établisse.

Mettre la plaque dans la cuve de développement préparée. La température ambiante doit être maintenue entre 15 et 20 °C. Fermer aussitôt la cuve avec le couvercle et laisser éluer jusqu'à ce que le haut du solvant arrive à environ 1 cm du bord supérieur de la plaque.

Révéler la plaque à l'aide d'un révélateur

Bandes des stérols et des dialcools triterpeniques peuvent être identifiées par alignement avec les taches obtenues à l'aide de la solution de référence . Indiquer les limites de la bande avec un crayon noir en suivant les bords de la fluorescence.

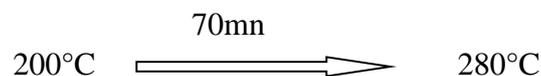
On gratte la bande contenant les stérols les dialcools triterpeniques. On les dissout dans le chloroforme, on filtre et on évapore le solvant.

#### **✚ Préparation des trimethylsilylethers (TMSE) :**

On dissout les stérols avec un réactif de silanisation : pyridine/ hexaméthylsilazane / triméthylchlorosilazane : 9 : 3 : 1 (v/v/v). La silanisation doit être effectuée 15 mn juste avant l'injection.

#### **✚ Analyse par chromatographie en phase gazeuse :**

Le filtrat ainsi obtenu, est analysé par chromatographie en phase gazeuse à l'aide d'un chromatogramme. Selon les conditions suivantes :



- ✓ Température du révélateur : 300°C.
- ✓ Quantité de matière injectée : 2µl de la solution de n-heptane
- ✓ Gaz vecteur : Hélium à la vitesse linéaire optimale pour le gaz sélectionné.

### **+ Identification des pics :**

L'identification des pics individuels est effectuée sur la base des temps de rétention et par comparaison avec les mélanges des TMSE des stérols et des dialcools tri terpéniques, analysés dans les mêmes conditions. [19]

Selon la méthode (COI, 2013), les temps de rétention relatifs des divers stérols et des dialcools triterpéniques (erythrodiol + uvaol) , par rapport au cholestérol se situent dans les limites suivantes : (Voir annexe 1 )

### **+ Evaluation quantitative :**

Pour le calcul de la concentration de chaque stérol en mg/Kg ; des stérols totaux et celle de l'Erythrodiol + uvaol sont déterminés en se référant à la quantité du standard interne,  $\alpha$  – cholestanol , et celle de l'huile d'olive mis au départ et en appliquant la formule donnée par la méthode.

$$\text{Concentration (mg/Kg)} = \frac{Er * ms * 1000}{As * m}$$

Où :

Er = aire de la substance à analyser en unités d'intégration.

As = aire du pic d' $\alpha$ -cholestanol, en unité d'intégration.

ms = masse, en milligrammes, d' $\alpha$ -cholestanol ajoutée

m = masse de l'échantillon utilisée pour la détermination, en grammes.

## **II. Résultats :**

### **1. Échantillons**

44 échantillons d'huiles d'olives vierges ont été collectés dans deux régions du Maroc, la région de Sud et la région du Nord : 22 de la région du Sud et 20 de la région du Nord .

### **2. Caractérisation physicochimique**

Actuellement, il n'est plus une découverte que la composition de l'huile d'olive et ses vertus nutritionnelles et thérapeutiques font d'elle un excellent produit dans la gamme des huiles

végétales. Ainsi, la recherche de la qualité devient plus que jamais la solution pour que ce produit soit concurrentiel vis-à-vis des autres matières grasses. Or celui-ci est fondé sur les caractéristiques physico-chimiques et organoleptiques de l'huile. La connaissance de ces dernières est par conséquent indispensable en vue d'une meilleure promotion, défense et valorisation du produit.

Le tableau ci-dessous présente les résultats des analyses qu'ont été effectués sur les échantillons d'HOV et qui sont :

- ✓ **La teneur en stérols totaux** est la quantité en mg/Kg des stérols contenu dans les huiles d'olive .
- ✓ **Teneur en érythrodiol et uvaol absolue (% des stérols totaux)** est le pourcentage des di alcools tritérpiniques par rapports aux stérols totaux.
- ✓ **Teneur en érythrodiol et uvaol relative (mg/Kg)** est la quantité en mg/Kg des dialcools tritérpiniques contenu dans les huiles d'olive.

**Tableau 4 : répartition des échantillons analysés concernant les paramètres de la teneur totale en stérols, la teneur relative (%) en érythrodiol + uvaol et la teneur absolue en érythrodiol + uvaol.**

<i>Code</i>	<i>Teneur en érythrodiol et uvaol (mg/Kg)</i>	<i>Teneur en érythrodiol et uvaol (% des stérols totaux)</i>	<i>Stérols Totaux (mg/Kg)</i>
<b>CONP3TN4A1</b>	34,19	2,00%	1 861
<b>CONP3TN5A1</b>	33,25	1,70%	1 987
<b>CONP3TN5A2</b>	26,6	1,60%	2 020
<b>CONP3TN6A1</b>	30,59	1,60%	1 808
<b>CONP3TN7A1</b>	24,7	1,60%	1 834
<b>CONP3TN8A1</b>	11,53	1,00%	1 794
<b>CONP3T1A1</b>	17,36	2,80%	1 567
<b>CONP3N4A1</b>	18,18	1,30%	1 351
<b>CONP3Y1A1</b>	35,63	3,80%	1 002
<b>CONP3M5G1</b>	34,4	2,50%	1 365
<b>CONP3N3A1</b>	8,56	0,80%	1 401
<b>CONP3E1A1</b>	27,81	2,30%	1 195
<b>CONP3E1C1</b>	62,17	4,10%	1 346
<b>CONP3E1B1</b>	22,05	2,00%	1 184
<b>CONM5H1</b>	18,73	1,70%	1 502
<b>CONP3N1A2</b>	15,24	3,18%	1 200
<b>CONE1C1</b>	53,48	3,70%	1 191
<b>CONE1B1</b>	45,02	3,10%	1 218
<b>CONP3M5D1</b>	25,36	3,90%	1 078
<b>CONL1A1</b>	62,54	3,90%	1 540
<b>CONP2E1C1</b>	25,77	2,92%	1 301
<b>CONM5H1</b>	43,52	4,00%	1 502
<b>MS 151M10</b>	44,51	3,00%	1 661
<b>MS 151B1</b>	58,02	3,72%	1 537
<b>MS 151M9</b>	38,1	2,26%	1 672
<b>MS 151B4</b>	17,01	0,95%	1 774
<b>MS 151M16</b>	16,38	0,85%	1 923
<b>MS 151M17</b>	17,15	1,23%	1 649
<b>MS 151B3</b>	19,92	0,51%	1 967
<b>MS 151M6</b>	23,34	2,18%	1 504
<b>MS 151M13</b>	18,22	1,00%	1 933
<b>MS 151A11</b>	46,87	2,37%	1 795
<b>MS 151B2</b>	20,48	1,55%	2 108
<b>MS 151A2</b>	25,63	1,63%	1 435
<b>MS 151A4</b>	38,4	1,36%	1 628
<b>MS 151A5</b>	39,64	1,39%	1 559
<b>MS 151A6</b>	28,62	1,92%	1 519
<b>MS 151B2</b>	34,3	1,60%	1 961
<b>MS 151A8</b>	27,42	1,39%	1 811
<b>MS 151A9</b>	30,5	1,47%	2 094
<b>MS 151A10</b>	31,66	1,32%	1 323
<b>MS 151M24</b>	35,82	1,94%	2 016
<b>MS 151B12</b>	31,66	4,30%	1 081
<b>MS 151B13</b>	24,97	1,40%	1 595

NORD

SUD

## Interprétation :

Les figures ci-dessous nous a permis d'analyser mieux la corrélation entre les différents paramètres étudiés.

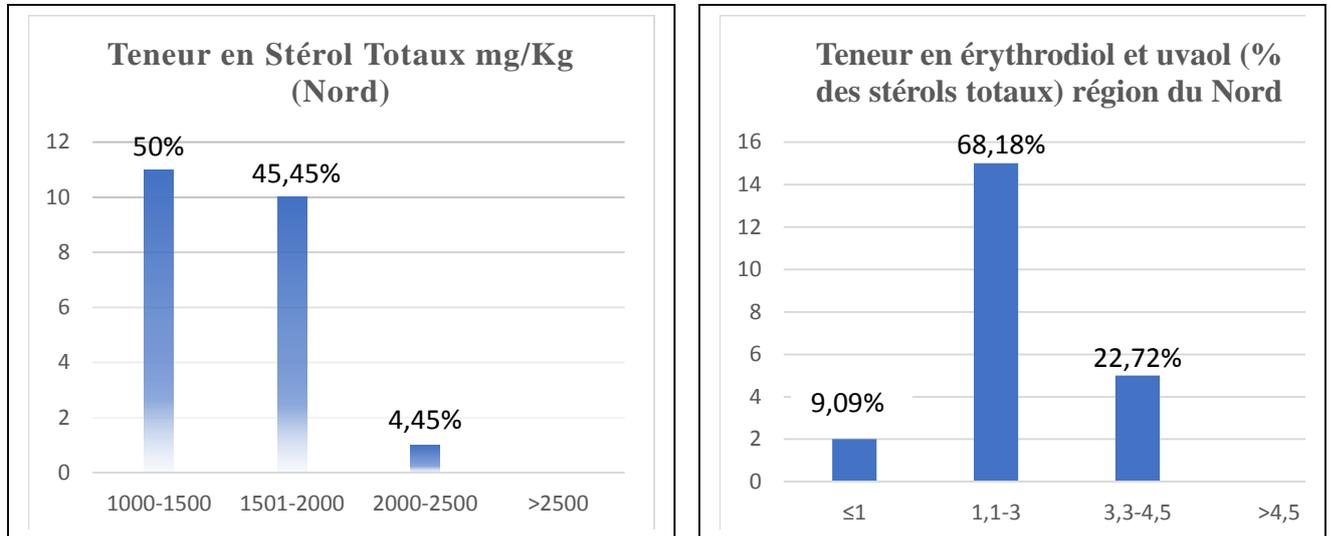


Figure 11 : Histogrammes des teneurs en stérols totaux(mg/Kg) et teneur en erythrodiol et uvaol relative (Région Nord)

Il ressort de ces histogrammes que dans la région nord, 23% des échantillons analysés présentant des teneurs en erythrodiol et uvaol relatives élevées, avoisinant la limite réglementaire supérieure. Ceci est probablement dû aux teneurs basses en stérols totaux des échantillons prélevés dans cette région dont environ 50% présentant des teneurs inférieures à 1500 mg/kg.

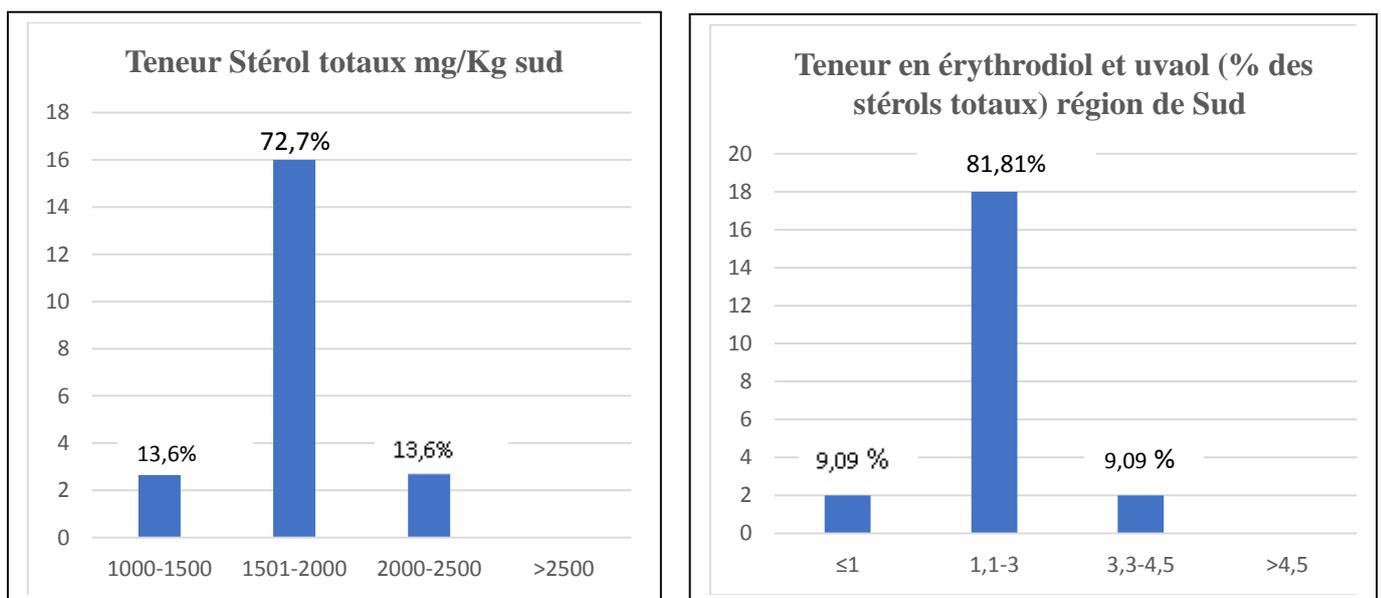


Figure 12 : : Histogrammes des teneurs en stérols totaux(mg/Kg) et teneur en erythrodiol et uvaol relative (Région Sud)

Pour la région de sud, on constate que 9% des échantillons analysés présentant des teneurs en érythrodiol et uvaol relatives élevées et seulement 14% des échantillons présentant des teneurs basses (inférieures à 1500 mg/kg) en stérols totaux.

Donc pour confirmer cette corrélation négative qui existe entre ces deux paramètres on effectue le Test du coefficient de corrélation sur tous les échantillons.

- On formule les hypothèses :

$H_0$  : la teneur en stérols totaux (mg/Kg) et le teneur relative en dialcools tritérpinique sont indépendantes

$H_1$  : la teneur en stérols totaux (mg/Kg) et le teneur relative en dialcools tritérpinique sont significativement corrélés

On calcule le coefficient de corrélation linéaire qui est par définition le nombre  $r_{obs}$  défini comme le quotient de la covariance de X et Y par la racine carrée du produit des variances de X et de Y par la formule suivante :

$$r_{obs} = \frac{cov(XY)}{SX * SY} \quad (1)$$

$$r_{obs} = -0,61$$

- Décision :

La limite de significativité lie dans la table est 0,312 avec un ddl= $n-2=0,313$  ;

Lorsque la valeur de r est moins de -0,312 donc on rejette l'hypothèse nulle et on considère que nos variables est corrélés négativement.

Le présent travail montre alors que la détermination des dialcools triterpéniques en tant que teneur relative par rapport à la somme des stérols ne donne pas une représentation complètement correcte de la situation réelle d'un point de vue pondéral. Chose qui à pousser le COI d'élaborer une nouvelle norme de la teneur en dialcool triterpénique absolue qui sera indépendante de celle du stérol total

La détermination de la teneur en érythrodiol et uvaol absolue (mg/Kg) des échantillons de la région Nord a montré que la valeur minimale est de 8,56mg/Kg ainsi que la valeur maximale tend vers 62,17 mg/Kg ce qui donne une teneur moyenne de 29,41mg/Kg.

De même la détermination de la teneur en érythrodiol et uvaol (mg/Kg) des échantillons de la région Sud a montré que la valeur minimale est de 17,15mg/Kg et la valeur maximale tend vers 66,64 mg/Kg ce qui donne une teneur moyenne de 37,73mg/Kg

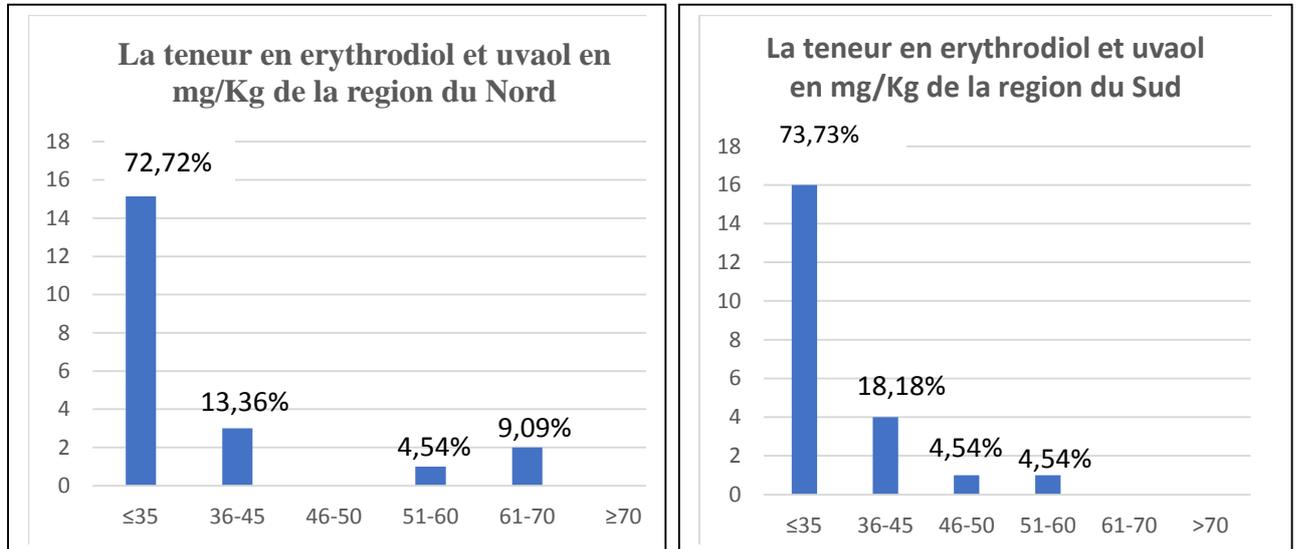


Figure 13 : Histogrammes des teneurs en stérols totaux(mg/Kg) et teneur en érythrodiol et uvaol relative (Région Sud)

La figure révèle que par ailleurs la teneur en érythrodiol et uvaol absolue est inférieure à 35 mg/kg dans 73% des échantillons analysés dans la région nord et 74% des échantillons analysés dans la région sud.

On constate d'après ces résultats que les deux régions ont une teneur en dialcools triterpénique approximativement homogène. Et donc pour bien confirmer cette hypothèse un outil chimiométrique s'avère nécessaire pour étudier cette variabilité.

#### **Comparaison des résultats campagne 2015/2016 des deux régions :**

La **chimiométrie** est une branche de la chimie analytique qui utilise les outils mathématiques et statistiques dans le but d'obtenir le maximum d'informations à partir des mesures réalisées en laboratoire ou sur des procédés industriels ; dans notre cas on va utiliser le test d'hypothèse (test de student).

Le test-t de Student est un test statistique permettant de comparer les moyennes de deux groupes d'échantillons. Il s'agit donc de savoir si les moyennes des deux groupes sont significativement différentes au point de vue statistique.

Le test de Student est dit paramétrique car la formule dépend de la moyenne et de l'écart-type des observations à comparer.

Il existe plusieurs variants du test-t de Student:

- Le test-t de Student pour échantillon unique
- Le test-t de Student comparant deux groupes d'échantillons indépendants (on parle de test de Student non apparié)
- Le test-t de Student comparant deux groupes d'échantillons dépendants (on parle de test de Student apparié).

Dans notre étude on a des échantillons indépendants donc on va procéder avec le test de student non apparié.

### **Application :**

Avant de faire le test paramétrique on doit :

- ✚ S'assurer que les deux séries des échantillons ne contiennent pas des points aberrants.

Pour cela, il est possible d'utiliser le test de GRUBBS simple.

Pour effectuer ce test on doit classer nos données par ordre croissant ; et après on va tester la valeur qu'on trouve la plus éloigné des valeurs qu'on a et qui sera la plus éloigné des autres valeurs « soit la plus petite ou la plus grande ».

On calcule G par l'équation suivante :

$$G = \frac{|X_{\text{suspect}} - \bar{X}|}{\sigma(x)} \quad (2)$$

D'où :

$X_{\text{suspect}}$ : la valeur qu'on veut tester.

$\bar{X}$ : la moyenne de la série suspecte.

$\sigma(x)$  : l'écart-type de la série suspecte.

On compare  $G_{\text{calculé}}$  avec G lue sur la table de GRUBBS simple

- **Formulation des hypothèses :**

$H_0$  : la valeur suspecte n'est pas aberrante.

$H_1$  : La valeur suspecte est aberrante.

Si  $G_{\text{calculé}} < G_{\text{table}}$  avec un risque de 5 % on peut confirmer que notre valeur suspecte n'est pas aberrante.

Si  $G_{\text{calculé}} > G_{\text{table}}$  avec un risque de 5 % on peut confirmer que notre valeur suspecte est aberrante.

Pour la première série du Nord :

*Tableau 4 : Teneur en d'érythrodiol et uvaol en mg/Kg de la région du Nord*

<i>Numéro d'échantillon</i>	<i>Teneur en érythrodiol et uvaol (mg/Kg)</i>
1	8,56
2	11,53
3	15,24
4	17,36
5	18,18
6	18,73
7	22,05
8	24,7
9	25,36
10	25,77
11	26,6
12	27,81
13	30,59
14	33,25
15	34,19
16	34,4
17	35,63
18	43,52
19	45,02
20	53,48
21	62,17
22	62,54

On calcule la moyenne et l'écart-type de cette série :

La moyenne  $\bar{x} = 30,76\text{mg/Kg}$

L'écart-type =  $14,98\text{mg/Kg}$

On calcule G pour la valeur maximale et minimale :

$$G1 = |8,56 - 30,76| / 14,98$$

$$G1 = 1,48$$

$$G2 = |62,54 - 30,76| / 14,98$$

$$G2 = 2,21$$

- **Décision :**

$G_{\text{calculé}}$  des deux valeurs sont inférieures à G lue sur la table qui est égale à 2,603(annexe2) ; donc ces deux séries ne contiennent pas des points aberrants.

La série de Sud :

*Tableau 5 : Teneur en d'érythrodiol et uvaol en mg/Kg de la région du Sud*

<i>Nombre d'échantillon</i>	<i>Teneur en érythrodiol et uvaol (mg/Kg)</i>
1	16,00
2	17,01
3	17,15
4	18,22
5	19,92
6	20,48
7	23,34
8	24,97
9	25,63
10	27,42
11	28,62
12	30,5
13	31,66
14	31,66
15	34,3
16	35,82
17	38,1
18	38,4
19	39,64
20	44,51
21	46,87
22	58,02

On calcule la moyenne et l'écart-type de cette série :

La moyenne  $\bar{x} = 29,99\text{mg/Kg}$

L'écart-type =  $11,62\text{mg/Kg}$

On calcule G pour la valeur maximale et minimale :

$$G1 = |7,5 - 29,99| / 11,62$$

$$G1 = 1,94$$

$$G2 = |58,02 - 29,99| / 11,62$$

$$G2 = 2,41$$

- **Décision :**

$G_{\text{calculé}}$  des deux valeurs sont inférieures à G lue sur la table qui est égale à 2,603 ; donc cette série ne contient pas des points aberrants.

On doit S'assurer aussi que la distribution de l'échantillon est compatible avec l'hypothèse de distribution gaussienne de la variable (**test de normalité**). Sinon on peut essayer de rendre cette distribution compatible avec une distribution gaussienne en réalisant une transformation, par exemple logarithmique.

Pour vérifier que la distribution d'un échantillon suit une loi normale, il est possible d'utiliser le Test de SHAPIRO et WILK

- **On formule deux hypothèses :**

H0 : la série suit une loi normale.

H1 : la série est significativement différente d'une loi normale.

La démarche du test consiste à Ordonner les valeurs par ordre croissant  $y_1 > y_2 > \dots > y_n$

On calcul la moyenne de la série :

$$\bar{x} = \frac{\sum X_i}{n} \quad (3)$$

On calcule le nombre  $T_n$

$$T_n = \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2 \quad (4)$$

Puis on calcule les différences  $d_1 = y_n - y_1, d_2 = y_{n-1} - y_2, \dots, d_i = y_{n-i+1} - y_i$

Remarquons que si  $n = 2p$  ( $n$  pair) on aura  $p$  différences sauf que l'observation médiane  $n$  n'intervient pas.

$$W = \frac{(\sum_{j=1}^p a_j d_j)^2}{T_n} \quad (5)$$

On calcule alors les coefficients  $a_j$  qui sont donnés par la table de SHAPIRO et WILK

La règle du test est la suivante :

Si  $W_{\text{observé}}$  (calculé sur les données)  $> W_{\text{critique}}$  (lue sur la table de SHAPIRO et WILK), on accepte  $H_0$  au risque choisi ( $\alpha = 5\%$ ).

Si  $W_{\text{observé}}$  (calculé sur les données)  $< W_{\text{critique}}$  (lue sur la table de SHAPIRO et WILK(annexe3), on rejette l'hypothèse de normalité des mesures au risque choisi ( $\alpha = 5\%$ )

Les calculs sont résumés dans le tableau suivant :

**Tableau 6 : Résultats des calculs du test de SHAPIRO et WILK pour la série du Nord :**

Moyenne	Tn	$(\sum ai dj)^2$	Wobs	Wcrit	$\alpha$
30,758	4712,577	4399,206	0,934	0,911	5%

**Tableau 7 : Résultats des calculs du test de SHAPIRO et WILK pour la série de Sud :**

Moyenne	Tn	$(\sum ai dj)^2$	Wobs	Wcrit	$\alpha$
29,99	2835,91	2789,930004	0,98	0,911	5%

- Décision :**

Wobs > Wcrit on accepte H0 donc les deux séries suivent une loi normale

- Vérification de l'homogénéité des variances :**

On utilise le test de Fisher pour vérifier l'égalité des variances entre les deux séries. Alors on calcule les deux variances, puis on fait le rapport de la plus grande sur la plus petite.

- Formulation des hypothèses :**

H0 : Les deux variances ont le même ordre de grandeur.

H1 : Les deux variances n'ont pas le même ordre de grandeur.

Les calculs sont résumés dans le tableau suivant :

**Tableau 8 : Résultats de test d'égalité des variances**

Variance de la série du Nord	Variance de la série de Sud	Fcal	Fcrit
224,408	135,043	1,662	2,08

La valeur F<sub>cal</sub> n'excède pas la valeur critique F<sub>0,95</sub> = 2,08, alors les deux variances sont homogènes.

On peut donc appliquer le test de Student à ces échantillons.

### Test student pour deux séries des échantillons indépendants :

- Formulation d'hypothèse :**

H0 : les deux moyennes ont le même ordre de grandeur ( $\bar{x}_1 = \bar{x}_2$ ).

H1 : les deux moyennes n'ont pas le même ordre de grandeur ( $\bar{x}_1 \neq \bar{x}_2$ ).

Risque  $\alpha = 0.05$  (5%)

La valeur t de Student est donnée par la formule :

$$T = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{\sqrt{S^2 \left( \frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2} \right)}} \quad (6)$$

D'où :

L'écart type commun égal :

$$S = \sqrt{\frac{(n_1 - 1)s_1^2 + (n_2 - 1)s_2^2}{(n_1 + n_2 - 2)}} \quad (7)$$

Degré de liberté  $ddl : n_1 + n_2 - 2$

En raison de la nature de l'hypothèse  $H_1$ , nous appliqueront un **test bilatéral**.

**Tableau 9 : Test d'égalité des espérances : deux observations de variances égales**

	<i>Région du Nord</i>	<i>Région de Sud</i>
<b>Moyenne</b>	30,76	29,99
<b>Variance</b>	224,408	135,043
<b>Observations</b>	22	22
<b>Variance pondérée</b>	179,726	
<b>Différence hypothétique des moyennes</b>	0	
<b>Degré de liberté</b>	42	
<b>Statistique t</b>	0,19	
<b>P(T&lt;=t) bilatéral</b>	0,85	
<b>Valeur critique de t (bilatéral)</b>	2,02	

- **Décision :**

On a  $t_{cal} < t_{crit}$  et  $p\text{-value} > 0,05$  alors on accepte  $H_0$ . On peut donc conclure que les deux moyennes sont égales, au seuil de confiance de 0,05.

On constate d'après ces résultats obtenus qu'il n'y a pas une différence significative entre la moyenne des deux régions. Ce qui nous permis de conclure que la teneur en d'érythrodiol et uvaol (mg/Kg) ne varie pas selon l'origine géographique des huiles d'olives vierge.

Ce qu'on peut conclure c'est que l'adoption de la valeur absolue au lieu de la valeur relative sera favorable aux huiles d'olive à faible teneur en stérols totaux.

## Conclusion :

Le paramètre erythrodiol+uvaol qui permet la détection de l'huile de grignon d'olive dans une huile d'olive vierge est en cours de révision par le Conseil oléicole international, les experts chimistes examinent le remplacement de la teneur en erythrodiol+uvaol relative par la teneur en erythrodiol+ uvol absolue.

L'adoption de ce nouveau paramètre entrainera une modification significative des limites officielles.

D'après des études récemment effectuées chez les grecs ils ont proposé une limite de 70 mg/kg comme norme fixé chez eux.

Par ailleurs, d'après les résultats obtenus, la teneur absolue de l'erythrodiol + uvaol dans les huiles d'olive marocaine ayant fait l'objet de notre étude est en moyenne de 30,56 mg/kg avec un écart type de 12,97 mg/kg.

On peut conclure que la limite proposée par les grecques 70mg/Kg sera favorable aux huiles d'olive marocaines.

Cependant Cette étude doit être élargie à l'ensemble des régions oléicole du Maroc ainsi que les différentes catégories des huiles d'olive pour bien étudier la variabilité de ce critère et constituer donc un document de base permettant la négociation des nouvelle limites réglementaire au niveau des normes internationales des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive et particulièrement, celle du conseil oléicole international et celle du codex Alimentarius, conformément aux intérêt de notre pays dans la matière, et éviter ainsi, dans l'avenir les complications de commercialisation de nos huiles.

## Références bibliographiques

- [1] : Alais C., Linden G., Miclo L. (2003). Lipides. In: Biochimie alimentaire. 5e édition de l'abrégé, pp. 51-71. Dunod, Paris
- [2] : Aparicio R., Ferreiro L., Alonso V. (2001). Effect of climate on the chemical composition of virgin olive oil, *Analytica Chimica Acta*, volume 292, p, 235-241.
- [3] :Boskou D., Blekas G., Tsimidou M. (2006). Olive oil composition. Dans D. Boskou (Ed.), *Olive oil, chemistry and technology* (2nd edition). Champaign Illinois: American oil Chemists society.USA. pp 41-72.
- [4] :Catalano M. (1968). The Olive Oil Triglyceride Structures Obtained by Combined Chromatographic Techniques. *Riv. Ital. Sost. Grasse*, 45. DOC.No30/Rev.1
- [5] : Charbonnier A. 1996. L'huile d'olive, aliment santé. Edition Frison Roche, 282 p
- [6] : Conseil oléicole international/T.20/Doc.15/Rév.6 Novembre 2013 P2-P3 et p6-p8
- [7] : Conseil oléicole international/T.20/Doc.15/Rév.6 Novembre 2013 P2-P3 et p6-p8
- [8]: Conseil oléicole international /T.20/DOC.No30/Rev.1
- [9] Daoudi F.D., Cherif A. (1981). Etude comparative des acides gras de quelques huiles d'olives tunisienne – Influence du procédé technologique d'extraction sur la qualité des huiles obtenues, *Revue Française des Corps gras*, Vol. 5, p.236-24
- [10] : Jacotot B. 1993. L'huile d'olive de la gastronomie à la santé. 230p
- [11] : Osland R.E., (2002). Phytosterols in human nutrition. *Annual Review of Nutrition* 22, 533-549.
- [12] : MC.scarpati\_Giovanoti. 1902-2008. L'olivier l'arbre sacré
- [13] : Sanchez Casas J., De Miguel Gordillo C., Marin Exposito J., (1999). La qualité de l'huile d'olive provenant de variétés en Estrémadure en fonction de la composition et la maturation de l'olive. *Olivae* 79. 38-40.
- [14] : Cours sur la chromatographie 2014-2015 Pr K. MOUSTAAID.
- [15] : Thonnat N.2003. L'alimentation équilibrée : cœur et santé. N°135, 2p
- [16]: [www.europa.eu.int/huiled'olive](http://www.europa.eu.int/huiled'olive) Consulté le 12/04/2017
- [17] : <http://jardinage.comprendrechoisir.com/plante/voir/4/olivier#sous-especes> Consulté le 12/04/2017

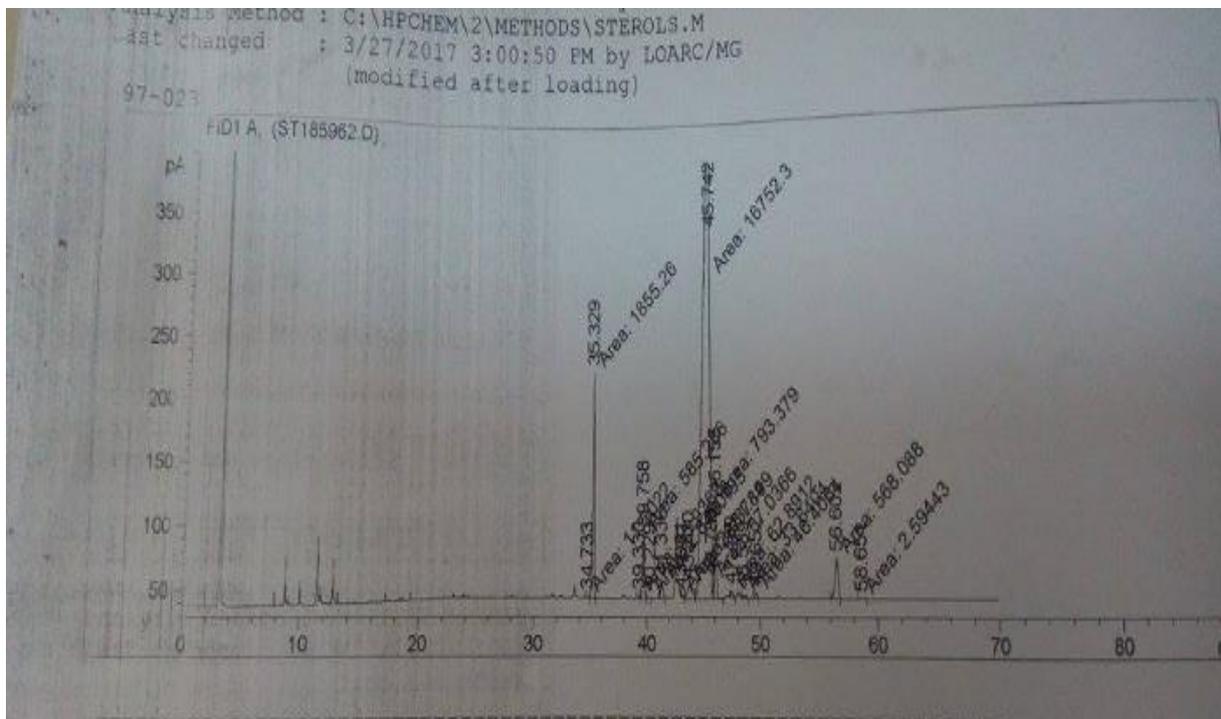
[18] : <http://jardinage.comprendrechoisir.com/plante/voir/5/olivier#sous-especes> Consulté le 12/04/2017

[19] : <http://www.internationaloliveoil.org/documents/viewfile/6787-maroc> Consulté le 12/04/2017

*Rapport-gratuit.com*   
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

# Annexe 1

## Chromatogramme de l'analyse de dialcool tritérpéniques



## Annexe 2

Table : Valeurs critique du test de Grubbs

n	Level of Significance $\alpha$	
	0.01	0.05
3	1.155	1.153
4	1.492	1.463
5	1.749	1.672
6	1.944	1.822
7	2.097	1.938
8	2.221	2.032
9	2.323	2.110
10	2.410	2.176
11	2.485	2.234
12	2.550	2.285
13	2.607	2.331
14	2.659	2.371
15	2.705	2.409
16	2.747	2.443
17	2.785	2.475
18	2.821	2.504
19	2.854	2.532
20	2.884	2.557
21	2.912	2.580
22	2.939	2.603
23	2.963	2.624
24	2.987	2.644
25	3.009	2.663
26	3.029	2.681
27	3.049	2.698
28	3.068	2.714
29	3.085	2.730
30	3.103	2.745
31	3.119	2.759
32	3.135	2.773

n	Level of Significance $\alpha$	
	0.01	0.05
33	3.150	2.786
34	3.164	2.799
35	3.178	2.811
36	3.191	2.823
37	3.204	2.835
38	3.216	2.846
39	3.228	2.857
40	3.240	2.866
41	3.251	2.877
42	3.261	2.887
43	3.271	2.896
44	3.282	2.905
45	3.292	2.914
46	3.302	2.923
47	3.310	2.931
48	3.319	2.940
49	3.329	2.948
50	3.336	2.956

# Annexe 3

Table de SHAPIRO et WILK

n	Risque 5 %	Risque 1 %
	$W_{0,05}$	$W_{0,01}$
5	0,762	0,686
6	0,788	0,713
7	0,803	0,730
8	0,818	0,749
9	0,829	0,764
10	0,842	0,781
11	0,850	0,792
12	0,859	0,805
13	0,866	0,814
14	0,874	0,825
15	0,881	0,835
16	0,887	0,844
17	0,892	0,851
18	0,897	0,858
19	0,901	0,863
20	0,905	0,868
21	0,908	0,873
22	0,911	0,878
23	0,914	0,881
24	0,916	0,884
25	0,918	0,888
26	0,920	0,891
27	0,923	0,894
28	0,924	0,896
29	0,926	0,898
30	0,927	0,900
31	0,929	0,902
32	0,930	0,904
33	0,931	0,906
34	0,933	0,908
35	0,934	0,910
36	0,935	0,912
37	0,936	0,914
38	0,938	0,916
39	0,939	0,917
40	0,940	0,919
41	0,941	0,920
42	0,942	0,922

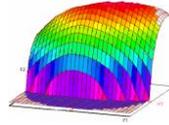


Université Sidi Mohammed Ben Abdellah

Faculté des Sciences et Techniques

[www.fst-usmba.ac.ma](http://www.fst-usmba.ac.ma)

Mémoire de fin d'études pour l'obtention du Diplôme de Master Sciences et Techniques



Nom et prénom : AZIZ Salma

Année Universitaire : 2016/2017

**Titre : Détermination de la teneur en dialcools triterpéniques absolue dans les huiles d'olive vierges marocaines et étude de la variabilité de ce paramètre selon les différentes régions du Maroc**

### Résumé

Dans ce travail nous nous sommes intéressés à une étude spécifique de l'huile d'olive touchant la pureté des huiles d'olives vierge. L'objectif de cette étude est de déterminer la teneur absolue en Erythrodiol et Uvaol dans les huiles d'olive vierges marocaines qui sont considérés comme étant des indicateurs de la présence des huiles de grignons dans les huiles d'olive ainsi que d'étudier la variabilité de ce paramètre vis-à-vis les régions marocaines. L'étude était réalisée sur des échantillons de la campagne 2016 provenant de différentes régions marocaines.

Les résultats obtenus nous ont permis de conclure que la teneur moyennes en Erythrodiol et Uvaol dans les huiles d'olive vierges marocaines est de 30,56mg/Kg cette valeur sera favorable à la limite fixée par les grecques qui ont proposées 70mg/Kg comme limite fixé chez eux.

**Mots clés :** Huile d'olive vierge, conseil oléicole international, Erythrodiol et Uvaol, dialcools triterpéniques, Test de Student.

---

Faculté des Sciences et Techniques - Fès

☒ B.P. 2202 – Route d'Imouzzer – FES

☎ 212 (0) 35 60 29 53 Fax : 212 (0) 35 60 82 14