

Sommaire

Introduction :	5
<u>partie1 : Bibliographie</u>	7
<u>I-Aperçu de AICHA</u>	7
<u>I-1-Présentation</u>	7
<u>I-2-Les coordonnés de l'entreprise.</u>	7
<u>I-3-Historique</u>	7
<u>II-Définition</u>	8
<u>III-Composition chimique de l'huile d'olive</u>	8
<u>III-1-Fraction saponifiable</u>	8
➤ <u>Les acides gras</u>	8
➤ <u>Les triglycérides</u>	9
<u>III-2-Fraction insaponifiables</u>	9
<u>III-3-Les catégories d'huile d'olive élaborée par AICHA</u>	10
<u>III-3-1 Huile d'olive vierge</u>	10
<u>III-3-2 Huile d'olive raffinée (propre à la consommation)</u>	10
<u>III-3-3 Huile d'olive (propre à la consommation)</u>	10
<u>III-3-4 Huile de grignons d'olives</u>	10
<u>IV-Les variétés de l'huile d'olive élaborés par AICHA</u>	10
<u>IV-1-Huile d'olive Picual</u>	11
<u>IV-2-l'huile d'olive Arbequine</u>	11
<u>IV-3-l'huile d'olive picholine marocaine</u>	12
<u>V-Caractéristiques sensorielles</u>	12
<u>V-1-Amer</u>	12
<u>V-2-Fruité</u>	12
<u>V-3-Piquant</u>	12
<u>V-4-Chômé/lies</u>	13
<u>V-5-Moisi/humide</u>	13
<u>V-6-Métallique</u>	13
<u>V-7-Rance</u>	13
<u>Deuxième partie : Description des Processus du traitement de l'huile d'olive : raffinage analyses et conditionnement</u>	14

<u>I-Raffinage</u>	14
<u>I-1-Définition</u>	14
<u>I-2-But</u>	14
<u>I-3-Diagramme de Raffinage</u>	15
<u>I-4-les grands étapes du raffinage</u>	16
<u>I-4-1La Démucilagation (étape particulière pour l’huile de soja et degrignon)</u>	16
<u>I-4-2-Neutralisation</u>	16
<u>I-4-3Lavage</u>	17
<u>I-4-4Séchage</u>	17
<u>I-4-5Décoloration</u>	17
<u>I-4-6 Filtration</u>	17
<u>I-4-7 Désodorisation</u>	18
<u>I-4-8 Fortification</u>	18
<u>II-Analyses effectuées au laboratoire</u>	18
<u>II-1-Dosage de l'acidité de l'huile d’olive Extra</u>	18
<u>II-2-Détermination de la composition d’acides gras dans l’huile d’olive extra</u>	19
<u>II-2-analyse des stérols par chromatographie en phase gazeuse</u>	21
<u>II-3-détermination de l’absorbance dans l’ultra-violet pour l’huile d’olive extra et l’huile d’olive raffiné</u>	24
<u>III- Résultats et discussion</u>	25
<u>III-1-Première partie</u>	25
<u>III-2 résultats des analyses des acides gras et des stérols</u>	25
<u>III-3-interprétation des résultats de la première partie</u>	27
<u>III-4-Deuxième partie</u>	29
<u>III-5-Résultats des analyses de l’extinction spécifique en UV pour l’huile d’olive extra et raffiné</u>	29
<u>III-6-interprétation des résultats de la 2^{ème} partie</u>	29
<u>IV -stockage et conditionnement</u>	30
<u>IV-1.Stockage</u>	30
<u>IV-2 Conditionnement</u>	30
<u>IV-2-1Soufflage</u>	31
<u>IV-2-2Remplissage</u>	31
<u>IV-2-3Capsulage</u>	32
<u>IV-2-4 Etiquetage</u>	32
<u>IV-2-5 Mise en carton</u>	32
<u>Conclusion</u>	33

Liste des figures

<u>Figure 1:Diagramme de raffinage de l'huile d'olive vierge et l'huile vierge lampante</u>	15
<u>Figure 2 : schéma de l'étape de dimucilagination de l'huile de doja et de grignon</u>	16
<u>Figure 3: schéma de neutralisation continue à la soude</u>	17
<u>Figure 4: schéma d'un désodorisateur</u>	18
<u>Figure 5: Tableau des masses des prises d'essai selon l'indice d'acide présumé</u>	21
<u>Figure 6: composition en acides gras pour les 3 variétés d'huile d'olive extra</u>	26
<u>Figure 7 : composition en stérols pour les 3 variétés d'huile d'olive extra</u>	27
<u>Figure 8: extinction spécifique en UV pour l'huile l'olive raffiné et l'huile d'olive extra</u>	29
<u>Figure 9: Schéma du principe de soufflage</u>	31

Liste des abréviations

Acide gras	Nom
C16 :0	AG palmitique
C16 :1	AG 9Z-hexadécénoïque
C17 :0	AG heptadécénoïque
C18 :0	AG octodécénoïque
C18 :1	AG 9Z-octadétécénoïque
C18 :2	W-6
C18 :3	W-3
C20 :0	AG icosanoïque
C22 :0	AG docosanoïque
C22 :1	AG 13Z-dicosaénoïque

Introduction

Le secteur agroalimentaire est un pilier de l'économie marocaine et une source importante de rentrée de devises. Il permet également de répondre à la plupart des besoins alimentaires du pays en produits de première nécessité.

Le secteur agroalimentaire est également l'un des secteurs qui contribuent activement à la création d'emplois, du fait de la diversification des branches qui le constituent.

Les huiles d'olives ont toujours constitué une part importante de ce secteur, elle est la principale source de matières grasses du régime méditerranéen qui sont bien connues pour leurs effets bénéfiques sur la santé humaine. Si l'huile d'olive est un produit intéressant de point de vue nutritionnel, c'est tout d'abord, par sa composition en acide gras. En effet, elle est largement insaturée et contient une petite partie d'acides gras essentiels. L'huile d'olive contient du polyphénol en faible quantité. L'intérêt de ces composés phénoliques réside dans leur forte capacité antioxydante qui pourrait prévenir ou ralentir l'apparition de certaines maladies dégénératives ainsi que les maladies cardiovasculaires.

C'est pour ces raisons que j'ai choisi ce secteur et particulièrement la société AICHA pour effectuer mon stage. Elle est considérée l'une des grandes sociétés marocaines spécialisées dans la production et la commercialisation de quelques produits agroalimentaires comme l'huile d'olive, huile de table, huile de grignon,...

Mon stage vise à suivre le processus des analyses des huiles d'olive effectuées dans le laboratoire afin de déterminer sa qualité.

Pour décrire ce que j'ai fait au long de ce stage, mon travail sera divisé en deux parties :

- La première partie : Bibliographie
- La deuxième partie : Description des Processus de traitement de l'huile d'olive : raffinage, analyses et conditionnement. Stockage et expédition

Partie1 : Bibliographie

I-Aperçu de AICHA

I-1-Présentation

Les conserves de Meknès « **LCM = les conserves de Meknès** » est une compagnie considérée parmi les plus anciennes et les plus performantes sociétés à l'échelle nationale qu'il s'agisse de la section des matières premières, de l'introduction de nouvelles technologie ou l'adaptation de ses produits à l'évolution des consommateurs..

I-2-Les coordonnées de l'entreprise

- Elle se situe à la ville de Meknès , Q.I. Ain Sloughi ;
- Effectif : 240 personnes (permanant) dont environ :
25% de cadres ou agents de maitrise ;
75% d'employées et ouvriers ;
- Auquel s'ajoute le personnel saisonnier qui varie en fonction des besoins de l'entreprise ;
- Tél : 035.50.17.90 à 94 ;
- Fax : 035.50.16.42 ;
- Email : aicha@aicha.com <http://www.aicha.com> ;
- Superficie : les conserves de Meknès , une exploitation qui s'étend sur une superficie d'environ 5000m2 dont 2500 couvertes.

I-3-Historique

LCM est une S.A au capital de 1800000000DH le siège social se situe sur le même lieu que l'uniwxsté de production .née en 1962 de la piste de la société Paul Cie .

LCM est une conserverie de fruits, et légumes dont le domaine d'activité s'étend autour de la fabrication de confitures de fruits, de double concentré de tomate, sauce de tomate , truffes , citron beldi , huile d'olive raffinée, huile de grignon d'olive raffinée, huile de table et huile de tournesol, fruits au sirop et conserves de légumes. Cependant ses principales productions sont le double concentré de tomate , les huiles végétales et le confitures. Les produits sont majoritairement vendus sous la marque **AICHA** .

L'activité de **LCM** est basée sur la saisonnalité des fruits et légumes traités. Sa fabrication varie au cours de l'année. La variété des produits traités assure un fonctionnement continu sur l'année

LCM mis en place d'un système de management intégrant : Compte tenu de cette vision ,et pour répondre aux exigences réglementaires légales et celles des consommateurs et des clients une démarche d'amélioration continue :

- 1998 : obtention du certificat ISO 9002 VERSION 1994 ;
- 2003 : passage à la nouvelle version NM ISO 9001 ;
- 2003 et accréditation du laboratoire central selon le référentiel NM ISO 17025 ;
- 2005 : mise en place du système HACCP pour l'activité de production de double concentré de tomate selon le référentiel NM 08.0.002 ;
- 2007 mise en place iso 22000 v 2005 du double concentré de tomate ;
- 2009 passage a la nouvelle version NM iso 9001 v 2008 ;
- 2009 obtention du certificat de conformité aux exigences du référentiel PIAQ ;
- 2010 mis en place iso22000 v 2005 production de confiture, marmelade d'orange huile végétale et double concentré de tomates ;
- 2016 certification BIOS d'huile d'argan et d'huile d'olive ;
- 2016 mise en place iso22000 v 2005 et le label du Maroc ;
- 2017 mise en place FSC22 000.

II-Définition

L'huile d'olive est l'huile obtenue à partir du fruit de l'olivier (*Oléa europaea sativa*) à l'exclusion des huiles obtenues par extraction avec des solvants, par des procédures de ré estérification, ou par n'importe quel mélange avec d'autres types d'huiles.

III-Composition chimique de l'huile d'olive

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).

III-1-Fraction saponifiable

➤ Les 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 .

Il existe deux grandes familles d'AGPI : la série en n-6 (ou oméga 6) et la

série n-3 (ou oméga 3). Dans l'huile d'olive on trouve de l'acide linoléique(oméga 6) et de l'acide alpha-linolénique (oméga 3).

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

La composition en acide gras est très variable et dépend de la variété d'olives, de la région de production et de l'année de la récolte (influence des conditions environnementales) .

➤ Les triglycérides

Les substances saponifiables sont constituées d'environ 97 à 99% de triglycérides. En outre, ces derniers 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.

III-2-Fraction insaponifiables

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 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 .

III-3-Les catégories d'huile d'olive élaborée par AICHA

III-3-1 Huile d'olive vierge

- Huile d'olive extra vierge(propres à la consommation)

L'huile d'olive vierge, dont l'acidité libre exprimée en acide oléique, est au maximum de 0,8 gramme pour 100 grammes.

- Huile d'olive vierge (fine) (propres à la consommation)

L'huile d'olive vierge, dont l'acidité libre exprimée en acide oléique, est au maximum de 2 grammes pour 100 grammes.

- Huile d'olive vierge courante(propres à la consommation)

L'huile d'olive vierge, dont l'acidité libre exprimée en acide oléique, est au maximum de 3,3 grammes pour 100 grammes.

- Huile d'olive vierge lampante (non propres à la consommation)

C'est l'huile d'olive vierge dont, l'acidité libre exprimée en acide oléique, est supérieure à 3,3 grammes pour 100 grammes.

III-3-2 Huile d'olive raffinée (propres à la consommation)

C'est l'huile obtenue à partir d'huile d'olive vierge par des méthodes de raffinage qui n'altèrent pas la structure de l'huile.

III-3-3 Huile d'olive (propres à la consommation)

C'est un mélange d'huile raffinée et d'huile vierge destiné à la consommation.

III-3-4 Huile de grignons d'olives

C'est une huile obtenue à partir des huiles raffinées.

- Huile de grignons d'olives brute :
Cette huile est obtenue à partir des grignons à des fins de consommation.

- Huile de grignons d'olives raffinée :
C'est l'huile obtenue par extraction d'huile brute sans altérer sa structure

IV-Les variétés de l'huile d'olive élaborés par AICHA

IV-1-Huile d'olive Picual

C'est la variété la plus étendue et possiblement la plus connue d'Espagne.

- Caractéristiques

Au niveau de son goût :se caractérise par son amertume, et quand l'huile est jeune, son picotement aussi ;

Elle a un contenu élevé en acide oléique (mono insaturé) qui peut dépasser 80% de tout son profil lipidique. Cela associé à son faible contenu en acides polyinsaturés font de l'huile d'olive Picual l'une des huiles d'olive les plus stables à l'oxydation et au rancissement ;

La plus appropriée pour être utilisée pour la cuisine à haute température, puisqu'elle maintient ses propriétés pendant plusieurs cycles de fritures.

- Propriétés

Caractérisé par Sa stabilité à l'oxydation, au rancissement, et aux cycles de température en friture.

Étant donné qu'elle a un contenu élevé d'acide oléique, et comme c'est l'un des responsables de la réduction du mauvais cholestérol (LDL) et de l'augmentation du bon cholestérol (HDL), l'huile picual est très conseillé pour les personnes avec un taux de cholestérol élevé.

L'huile Picual, avec ses niveaux élevés de polyphénols, aide à réduire l'oxydation des graisses du flux sanguin.

IV-2-l'huile d'olive Arbequine

L'huile d'olive Arbequine est l'huile d'olive typique de la Catalogne, au nord de l'Espagne. Cependant, ces dernières années sa culture s'est étendue dans le reste de l'Espagne, spécialement en Andalousie et en Castille-La Manche.

- Caractéristiques et propriétés

C'est une huile douce, c'est-à-dire elle n'a pas d'arrière-goût amer.

Elle est habituellement assez aromatique, et donne des parfums fruités, de banane, de pomme.

Ce parfum vient du pourcentage élevé d'acides polyinsaturés qu'elles ont tendance à contenir. Comme ces acides sont plus instables que l'acide oléique (mono insaturé), l'huile arbequina a le désavantage d'être moins stable par rapport à d'autres variétés d'huile d'olive.

L'huile arbequina, comme le reste des huiles d'olive, a un fort pourcentage d'acide oléique, ce qui fait qu'elle contribue à réduire le cholestérol mauvais (LDL) et à augmenter le bon (HDL).

Elle a des valeurs de polyphénols légèrement inférieures au reste de variétés.

IV-3-l'huile d'olive picholine marocaine

- Caractéristiques

Très fruitée et verte, cette huile à l'amertume et au piquant léger est caractérisée par des arômes de fruits à pépins (pomme et poire) avec des notes herbacées de foin.

V-Caractéristiques sensorielles

Une simple analyse chimique ne peut suffire pour déterminer la qualité d'une huile. En effet, les composés volatiles qui se développent au cours du procédé de fabrication de l'huile puis pendant son stockage sont capables de modifier l'odeur et la saveur de l'huile. Pour cela une analyse sensorielle codifiée et détaillée a été développée par le (**C.O.I** et **CEE, 2007**).

Les attributs sensoriels d'une huile ont été classés en deux catégories : les attributs positifs et les défauts.

Il existe trois grands attributs positifs (**C.O.I, 2007**) :

V-1-Amer

Il est défini comme le goût élémentaire caractéristique de l'huile obtenue d'olives vertes ou au stade de la véraison, perçu par les papilles caliciformes formant le V lingual.

V-2-Fruité

Ensemble des sensations olfactives caractéristiques de l'huile, dépendant de la variété des olives, provenant de fruits sains et frais, perçues par voie directe ou rétro nasale. Le fruité vert correspond aux caractéristiques rappelant les fruits verts à l'inverse du fruité mûr qui témoigne d'une récolte des olives plus tardive.

V-3-Piquant

Sensation tactile de picotement, caractéristique des huiles produites au début de la campagne, principalement à partir d'olives encore vertes, pouvant être perçue dans toute la cavité buccale, en particulier dans la gorge.

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

- Les principaux défauts sont :

V-4-Chômé/lies

Flaveur caractéristique de l'huile tirée d'olives entassées ou stockées dans des conditions telles qu'elles se trouvent dans un état avancé de fermentation anaérobie, ou de l'huile restée en contact avec les « boues » de décantation, ayant elles aussi subi un processus de fermentation anaérobie, dans les piles et les cuves.

V-5-Moisi/humide

Flaveur caractéristique d'une huile obtenue d'olives attaquées par des moisissures et des levures par suite d'un stockage des fruits pendant plusieurs jours dans l'humidité.

V-6-Métallique

Flaveur qui rappelle les métaux. Elle est caractéristique de l'huile qui est demeurée longtemps en contact avec des surfaces métalliques, au cours du procédé de broyage, de malaxage, de pression ou de stockage.

V-7-Rance

Flaveur des huiles ayant subi un processus d'oxydation intense. D'autres attributs négatifs moins courants ont également été décrits par le Comité Oléicole .

Deuxième partie : Description des Processus du traitement de l'huile d'olive : raffinage analyses et conditionnement

I-Raffinage

I-1-Définition

Le raffinage est une technologie relativement récente, est l'ensemble des opérations qui servent à transformer l'huile brute en un produit comestible en éliminant les impuretés qui le rendent impropre à la consommation.

L'huile contient des éléments désirables et utiles (vitamines, insaponifiable...) et d'autres indésirables comme (cires, peroxyde, acides gras libres...).

I-2-But

En effet ,le raffinage a pour but de maintenir ou d'améliorer les caractères organoleptiques : (Gout, Odeur neutre, limpidité, couleur jaune clair), nutritionnels et la stabilité des corps gras, généralement l'huile d'olive vierge lampante et l'huile d'olive vierge sont les deux types d'huile qui passent par ce traitement de raffinage.

Pour ce faire, il met en œuvre plusieurs étapes pour éliminer des composés indésirables (gommes ; cires, acides gras libres, pigments, traces métalliques...) qui sont nuisibles à leur qualité.

I-3-Diagramme de Raffinage

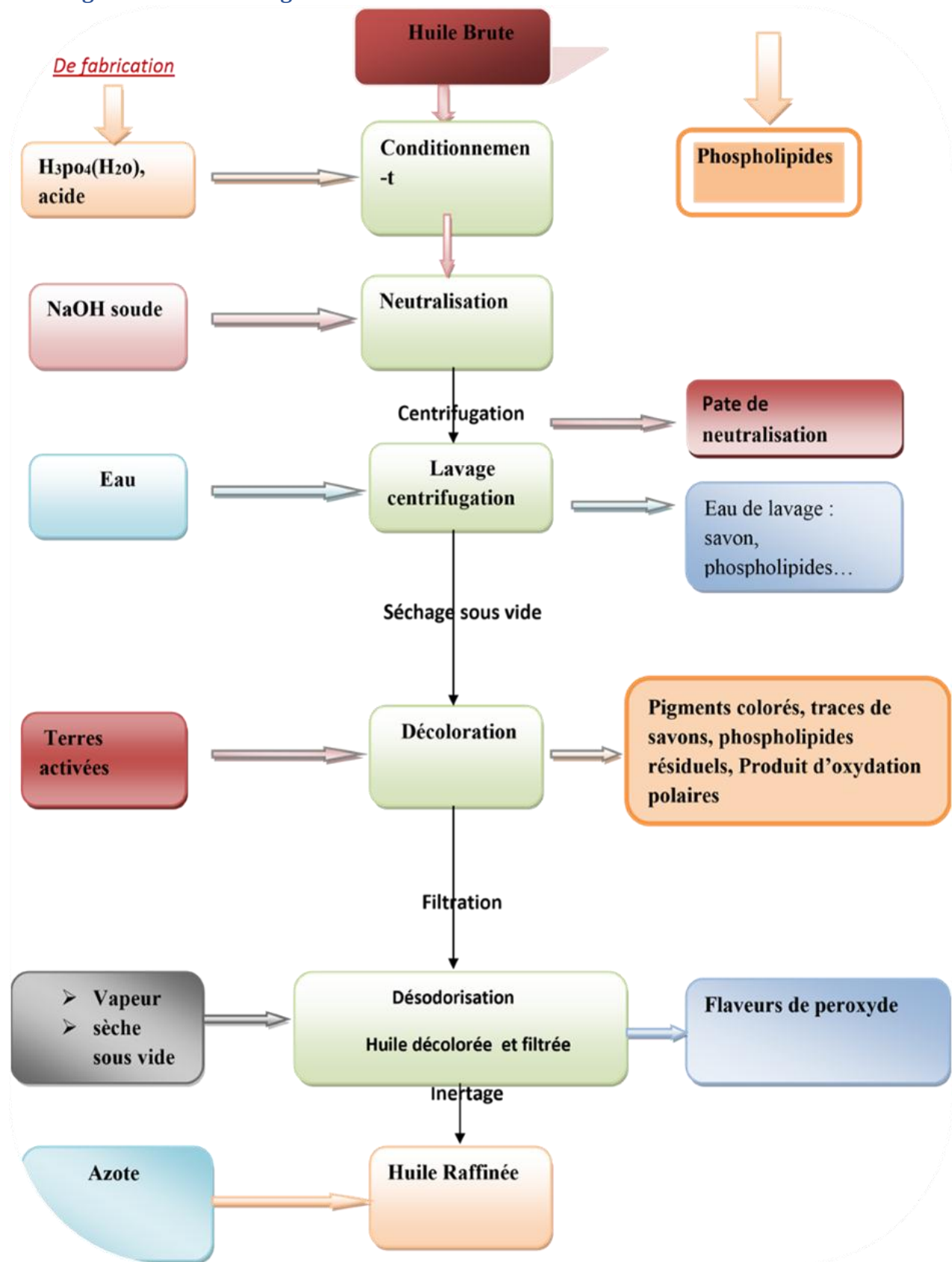


Figure 1:Diagramme de raffinage de l'huile d'olive vierge et l'huile vierge lampante

I-4-les grands étapes du raffinage

Le raffinage est un processus qui se base sur trois grandes lignes

- Neutralisation.
- Décoloration.
- Désodorisation.

I-4-1La Démucilagination (étape particulière pour l'huile de soja et de grignon)

Est la première opération du procédé de raffinage, cette étape consiste à éliminer de l'huile brute toutes les substances dites mucilages qui sont des phospholipides, protéines, lécithines et autres impuretés contenues dans l'huile brute.

Cette opération est réalisée que sur des huiles de soja, tournesol qui sont riches en phospholipide puisque leur extraction se fait par un solvant hexane.

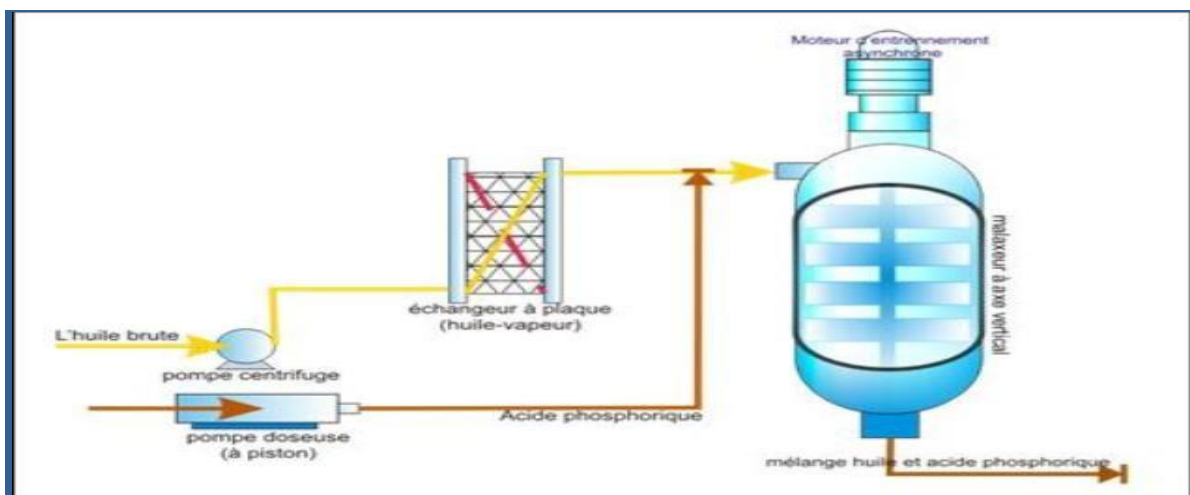


Figure 2 : schéma de l'étape de dimucilagination de l'huile de doja et de grignon

I-4-2-Neutralisation

Cette étape est la plus importante dans le procédé de raffinage qui consiste à éliminer les acides gras par la soude (**NaOH**) sous forme des savons qui sont appelées aussi pâtes de neutralisation qui comprennent outre les savons de sodium et la soude, du sel ,de phosphate ,de l'eau ,de mucilages ,des produits d'oxydations et des contaminants divers, etc.

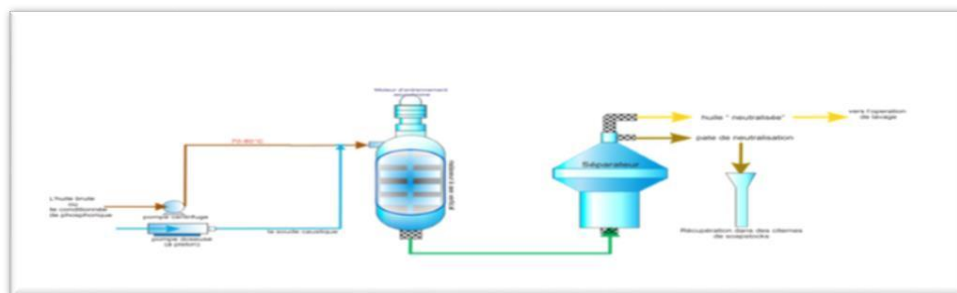
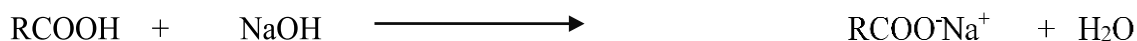


Figure 3: schéma de neutralisation continue à la soude

I-4-3Lavage

Cette opération permet d'éliminer les substances alcalines (Savon et Soude) présentes dans l'huile sortante de séparateur de neutralisation, ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides et autres impuretés. Il est essentiel que l'huile brute subi une bonne préparation si non elle produit des émulsions importantes et une partie de savon risque de ne pas être éliminé.

I-4-4Séchage

Cette étape consiste à éliminer l'humidité présente dans l'huile lavée car la présence des traces d'eau diminue l'activité de la terre décolorante et provoque le colmatage rapide des filtres.

La technique de séchage est basée sur l'évaporation de l'eau à une température inférieure à sa température normale d'évaporation, en appliquant des pressions élevées.

I-4-5Décoloration

Cette étape consiste à éliminer les substances colorées (**carotènes et chlorophylles**) que l'huile contient encore, et que la neutralisation n'a que partiellement détruit.

Elle permet aussi de débarrasser de différents composés indésirables et contaminants éventuels tels que les composés d'oxydations, les traces métalliques, et celles des phospholipides, des savons, etc.

I-4-6 Filtration

L'huile qui sort de la décoloration passe à la filtration. Cette dernière se fait à travers un milieu poreux constitué par de la toile filtrante, dont le diamètre de pores est inférieur au diamètre des particules de la terre, ce qui permet le passage de l'huile seule à travers le filtre.

I-4-7 Désodorisation

La désodorisation, comme son nom l'indique, a pour but d'éliminer les substances volatiles comme les aldéhydes et les cétones provenant de la décomposition des peroxydes instables, qui donnent une odeur et une saveur désagréables à l'huile, ainsi que les acides gras libres encore présents dont certains sont très sensibles à l'oxydation et d'éliminer aussi d'autres produits (stérols...). Cette étape de désodorisation prolonge la durée de conservation durant l'entreposage après son emballage.

Pour obtenir ce résultat on effectue une distillation sous vide, à une température relativement élevée avec injection de vapeur.

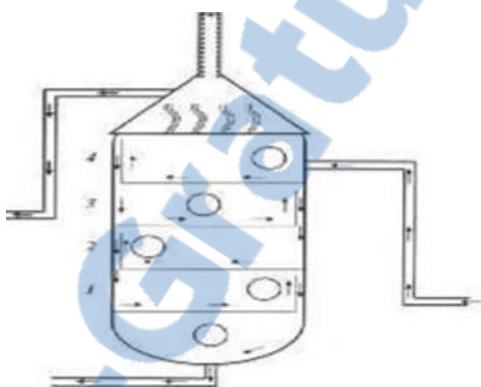


Figure 4: schéma d'un désodorisateur

I-4-8 Fortification

La fortification des aliments est définie comme tout traitement ayant pour but essentiel d'augmenter la teneur en principe nutritif de ces aliments au-dessus de la valeur considérée. La fortification des aliments A et D3, est une stratégie très efficace pour lutter contre les troubles dus aux carences en ces deux vitamines.

II-Analyses effectuées au laboratoire

II-1-Dosage de l'acidité de l'huile d'olive Extra

- principe

Acidité oléique d'une huile : en g d'acide oléique par 100 g d'huile

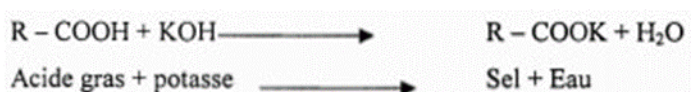
L'acidité oléique indique la quantité d'acide oléique pur qui donnerait la même acidité que celle de l'huile. Elle s'exprime en g pour 100 g d'huile.

Une acidité élevée est le résultat d'une oxydation poussée, qui se traduit par un rancissement de l'huile et qui est due à la dégradation des acides gras insaturés (acide oléique et linoléique) et à la production de composés secondaires d'oxydation dont certains ont été prouvés nuisibles à la santé.

- **Protocole**

Il s'agit de dissoudre la matière grasse dans de l'éthanol chaud neutralisé, puis titrer les (AGL) présents au moyen d'une solution titrée de KOH en présence de phénolphthaléine comme indicateur.

L'équation de la réaction est la suivante:



On pèse 1g de corps gras et on l'introduit dans un erlenmeyer en verre, on Ajoute 5 ml d'éthanol à 95% et 5 gouttes de phénolphthaléine (PP) à 0,2%, puis on neutralise en ajoutant grâce avec une solution éthanoïque de KOH (0,1mole /l) jusqu'à obtention d'une couleur rose persistante.

➤ **Méthode de calcul**

L'indice d'acide est calculé par la formule suivante (Wolff, 1968)

$$I_a = \frac{V \times 56,1 \times N}{P} \quad (\text{en mg de KOH / g d'huile})$$

56,1 g = Masse moléculaire relative de KOH

V : Volume de KOH (0,1mole /l) en ml

N : Normalité de la solution de KOH (0,1mole /l)

P : Poids de la prise d'essai en g

C'est cette forme d'expression qui est utilisée dans le commerce :

Indice d'Acide = 2 X Acidité Oléique.

La norme commerciale est de 2 % d'acidité oléique soit 4 mg/g d'indice d'acide.

II-2-Détermination de la composition d'acides gras dans l'huile d'olive extra

Une huile de table est essentiellement constituée d'un mélange de triesters.

Cependant une quantité faible et variable d'acides gras libres peuvent être présente.

Le protocole proposé nous renseigne sur cette quantité d'acide gras libre.

- Principe

Cette méthode décrit la détermination des acides gras libres dans les huiles d'olive et les huiles de grignons d'olive. La teneur en acides gras libres est exprimée en acidité, calculée comme pourcentage d'acide oléique.

On va se baser sur la mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange de solvants puis titrage des acides gras libres dans une solution d'hydroxyde de potassium ou d'hydroxyde de sodium.

- Liste du matériel

Étherdiéthylique ; éthanol à 95% , mélange à parts égales en volume ;

Neutraliser précisément au moment de l'emploi avec la solution d'hydroxyde de potassium , en présence de 0,3 ml de solution de phénolphthaléine pour 100 ml de mélange ;

Hydroxyde de potassium ou hydroxyde de sodium, solution éthanolique ou aqueuse titrée, $c(\text{KOH})$ environ 0,1 mol/l ;

La concentration exacte de la solution d'hydroxyde de potassium (ou de la solution d'hydroxyde de sodium) doit être connue et vérifiée avant l'emploi ;

Phénolphthaléine, utilisé comme un indicateur coloré.

- Protocol

1-Préparation de la prise d'essai

Si la solution est trouble, elle devra être filtrée.

2-Masse de la prise d'essai

Prélever une masse suffisante de la prise d'essai selon l'indice d'acide présumé, d'après les indications du tableau suivant :

Indice d'acide présumé (acidité oléique g/100g)	Masse de la prise d'essai (g)	Précision de la pesée de la prise d'essai (g)
0 à 2	10	0.02
> 2 à 7.5	2.5	0.01
> 7.5	0.5	0.001

Figure 5: Tableau des masses des prises d'essai selon l'indice d'acide présumé

Peser la prise d'essai dans la fiole conique.

- **Détermination**

Dissoudre la prise d'essai dans 50 à 100 ml du mélange d'éther diéthylique et d'éthanol préalablement neutralisé.

Titre, tout en agitant, avec la solution à 0,1 mol/l d'hydroxyde de potassium jusqu'au virage de l'indicateur (la couleur de l'indicateur coloré persiste pendant au moins 10 secondes).

- **Expression des résultats**

L'acidité, exprimée en pourcentage d'acide oléique en poids est égale à :

$$V \times c \times \frac{M}{1000} \times \frac{100}{m} = \frac{V \times c \times M}{10 \times m}$$

où :

V = volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de potassium ;

c = concentration exacte en moles par litre, de la solution titrée d'hydroxyde de potassium utilisée ;

M = 282 g/mol, la masse molaire en grammes par mole d'acide oléique ; m = la masse, en grammes, de la prise d'essai.

II-2-analyse des stérols par chromatographie en phase gazeuse

- **Réactifs pour l'isolement des stérols**

Hexane ;

Solvant de développement : chloroforme ou mélange de toluène-acétone ;

Acétone ;

Révélateur, dichloro-2.7 fluorescéine solution à 0.5 g /l dans l'éthanol à 95% ;

Ethanol à 95%.

- **Réactifs pour chromatographie en phase gazeuse**

Gaz vecteur : Hélium ;

Stérol purs : solution étalon ,1 stérol pur dans l'oxyde diétylique à raison de 20 g/ 11 ou un échantillon dont la composition en stérols est connue.

- **Matériel pour l'analyse des stérols**

Chromatographie en phase gazeuse avec détecteur à ionisation de flamme ;

Une colonne capillaire de 30 m de long et de 0.32 mm du diamètre et une épaisseur du film 0.32µm.

- **Mode opératoire**

1-Prise d'essai et extraction de l'insaponifiable

Peser 5g de l'échantillon pour essai ;

Extraire l'insaponifiable en suivant le mode opératoire ;

Éliminer le solvant jusqu'à obtention d'environ 1ml de solution .

2-Isolement des stérols par chromatographie sur couche mince

- **Préparation des plaques**

Sécher la plaque en silice déjà prête à l'emploi (20*20cm) à 103 °C dans l'étuve pendant environ 20 min ;

Les laisser refroidir dans le dessiccateur jusqu'à la température ambiante ;

Verser le contenu dans un bécher de 100 ml.

- **Isolement des stérols**

A l'aide de la micro seringue déposer 50 à 60 μ l de la solution obtenue à une distance d'environ 1.5cm des deux côtés de la plaque et à 2 cm de la base , et en une bande continue de gouttelettes ;
Déposer 0.3 à 0.4 μ l de la solution de cholestérol à 1cm du bord gauche ;
Faire de même sur le bord droit ;
Introduire une quantité suffisante de chloroforme dans la cuve à développement et y placer immédiatement la plaque ;
Mettre le couvercle et laisser migrer jusqu'à ce que le front du solvant arrive à environ 10 mm du bord de la plaque ;
Retirer la plaque de la cuve et laisser s'évaporer le solvant à température de laboratoire ;
Pulvériser la solution le révélateur l'occurrence le dichlorofluorescéine ;
Placer la plaque en lumière ultraviolette et marquer à l'aide d'une aiguilles l'emplacement des stérols qu'est la première bonde à partir de la base de la plaque.

- **Récupération des stérols**

Prélever à l'aide d'une spatule la zone délimitée ou se situe les stérols. Elle devrait être complètement séparée des taches des bonde des autres constituants ;
Récupérer la silice contenant la fraction stérique dans un ballon à col rodé ;
Ajouter 5ml de chloroforme ;
Adapter le réfrigérant et porter à ébullition douce pendant 15 min ;
Reprendre la silice , y ajouter 5 ml de chloroforme et répéter l'extraction trois fois ;
Réunir les filtrats et éliminer le solvant sous un léger courant d'azote. la fraction stérique est prête .

- **Formation des silyléthers**

Introduire les stérols dan un tube ;
Ajouter dans l'ordre : 0.5 ml de pyridine ; 0.1 ml d'hexaméthylidisilazane.
Et 0.04l de triméthylchlorosilane ;
Laisser reposer 5 min ;
Evaporer à sec le mélange sylilant sous un courant d'azote ;
Diluer par 0.5 ml d'heptane .

- **Chromatographie sur colonne capillaire**

Pour la mise en marche du chromatographe d'utilisation ;
Une fois les conditions de travail se stabilisent : température de la colonne 250 à 260 °C et la température de l'injecteur et de détecteur 30°C au-dessus de celle de la colonne ;

Injecter environ 0.1µl à 0.2 µl de l'échantillon ;

Identifier les stérols en se basant sur les temps de rétention des stérols dans les échantillons de référence ;

Imprimer le chromatogramme ;

La réponse de chaque stérol est en relation directe avec les conditions d'emplois du détecteur ;

L'appréciation qualitative se fera par comparaison des temps de rétention de chaque composé aux temps de rétention référence obtenus lors de l'analyse périodique des échantillons de référence et celle du circuit inter laboratoires ;

L'appréciation quantitative sera donnée par le logiciel ;

On exprime les résultats à 0.1 unité près.

II-3-détermination de l'absorbance dans l'ultra-violet pour l'huile d'olive extra et l'huile d'olive raffiné

- **Principe**

Une huile de table est essentiellement constituée d'un mélange de triesters.

Cependant une quantité faible et variable d'acides gras libres peuvent être présente ;

Le protocole proposé nous renseigne sur cette quantité d'acide gras libre ;

L'oxydation des corps gras en particulier ceux contenant l'acide linoléique, conduit à la formation d'hydroxypéroxyde linoléique, diène conjugué qui absorbe au voisinage de 223nm ;

Si l'oxydation se poursuit, il se forme des produits secondaires en particulier des dicétones et des cétones insaturés qui absorbent vers 270 nm ;

L'extinction à 232 nm et à 270 nm d'un corps gras brut peut donc être considérée comme une image de son état d'oxydation ;

Plus l'extinction à 232 est forte, plus l'huile n'est riche en produits secondaires d'oxydation .

- **Mode opératoire**

Peser 5g d'huile dans une fiole de 50ml ;

Compléter au trait de jauge avec du cyclohexane ou de l'hexane. o Introduire l'échantillon ainsi préparé dans une cuve de 1cm et procéder à la détermination de son absorbance par rapport à celle de l'hexane ou du cyclohexane dans la cuve témoin ;

Les absorbance sont déterminées aux longueurs d'ondes 270 nm et 232 nm ;

Si l'absorbance est inférieure à 0,2 recommencer la mesure sur une solution plus concentrée. o Si elle est supérieure à 0,8 recommencer la mesure sur une solution diluée.

- **Méthode de calcul**

L'extinction spécifique aux longueurs d'ondes précisées est calculée par la formule suivant :
Equation

$$E = \frac{A_{\lambda}}{C}$$

A_{λ} : L'absorbance mesurée à la longueur d'onde (λ).

C : La concentration en g/100 ml de la solution.

Cette analyse prévoit aussi la détermination de la variation de l'extinction spécifique ΔK selon l'équation suivante : $\Delta K = K_m - (K_{m-4} + K_{m+4}) / 2$ où K_m est l'extinction spécifique à la longueur d'onde d'absorbance maximale m , aux environs de 270 nm.

III-Résultats et discussion

- Mon travail se divise en deux parties :

III-1-Première partie

J'ai travaillé sur 3 échantillons (ou trois variété) d'huile d'olive extra qui sont : huile d'olive Picholine , huile d'olive Arbiquina , et l'huile d'olive Picaul .

J'ai effectué deux analyses sur ces trois variétés d'huile d'olive vierge extra :

L'analyse de la composition en acide gras dans l'huile d'olive vierge extra, qui va nous donner un pourcentage précis pour chaque types d'acides gras contenus dans l'huile (acides gras saturés acides gras monoinsaturés, acide gras poly-insaturé) ceci a pour le but de nous informer sur la qualité de l'huile , sur le type d'emballage et sur son avantage sur la santé .

L'analyse des stérols par chromatographie en phase gazeuse, ces stérols constituent une fraction importante de l'insaponifiable; ils en représentent entre 10 à 15 % , cette analyse a pour but de montrer l'influence de la variété des olives sur la teneur des stérols, et de classer ces variétés selon la variété nutritionnelle .

III-2 résultats des analyses des acides gras et des stérols

- Pourcentage de chaque type d'acide gras pour les 3 variétés d'huile d'olive vierge extra

Acide gras	Pourcentage% pour l'Arbiquine	Pourcentage % pour la picholine	Pourcentage % pour la picaul
C16 :0	17.2	11.0	13.8
C16 :1	1.8	0.9	1.3
C17 :0	0.1	0.1	0.1
C17 :1	0.2	0.1	0.1
C18 :0	2.0	2.6	2.9
C18 :1	63.5	69.7	71.2
C18 :2	14.1	14.2	9.3
C18 :3	0.6	1.0	0.9
C20 :0	0.3	0.2	0.3
C20 :1	0.2	0.3	0.2
C22 :0	0.0	0.0	0.0
C22 :1	0.0	0.0	0.0
AUTRES	0.0	0.0	0.0

Figure 6: composition en acides gras pour les 3 variétés d'huile d'olive extra

- Composition en stérols de chaque type d'acide gras pour les 3 variétés d'huile d'olive extra

Stérols	% pour la picaul	% pour la l'Arbiquine	% pour la la picholine	Norme
<u>Cholesterol</u>	0.3	0.3	0.1	< 0,5
<u>Brassicastérol</u>	0.0	0.0	0.0	< 0,1
<u>Campestérol</u>	3.3	3.9	3.3	< 4,0

Stigmastérol	1.2	1.0	0.9	< <u>campestérol</u> pour les huiles comestibles
Béta-sitostérol + <u>stigmastérol</u>	94.2	94.2	95.1	> 93,0
Delta-7-Avéna-stérol	0.5	0.4	0.4	< <u>0,5</u>
Autres	0.1	0.0	0.0	-----
Totale	99.6	99.8	99.8	-----

Figure 7 : composition en stérols pour les 3 variétés d'huile d'olive extra

III-3-interprétation des résultats de la première partie

D'après les résultats ci-dessus on remarque qu'il existe une différence entre ces trois variétés d'huile étudiées au niveau de leurs compositions en acides gras ainsi que leurs compositions en stérols.

En effet , les acides gras saturés se présentent sous forme solide à la température ambiante , l'abondance de ce type d'acide rend l'huile moins susceptibles de rancir ,elle supportent la chaleur de la cuisson . Mais elle donne souvent une mauvaise réputation car leur consommation **en excès** fait augmenter le taux de mauvais cholestérol sanguin (LDL-c) ;

Les acides gras mono insaturés (W-7 et W-9) se présentent sous forme liquide à la température ambiante , l'abondance de ce type d'acide donne à l'huile le pouvoir de supporter relativement la chaleur de la cuisson , on peut donc l'utiliser pour cuisiner . Ces acides sont souvent Bons pour la santé et jouent un rôle essentiel dans la prévention des maladies cardiovasculaires.

- **Pour la composition en acides gras**

L'arbutina : se caractérise par un pourcentage élevé de

- ✓ L'acide palmitique C16: 0 qui est un acide gras saturé ;
- ✓ L'acidepalmitoléique C16: 1 qui est un acide gras monoinsaturé , et c'est un W-7 .

La picaul : se caractérise par un pourcentage élevé de

- ✓ L'acide gras stéarique C18: 0 qui est un acide gras saturé ;
- ✓ L'acide oléique C18:1 qui est un acide gras monoinsaturé , qui appartient aux W-9.

La picholine: se caractérise par un pourcentage élevé de

- ✓ L'acide linoléique C18: 2 qui est un acide gras poly-insaturé qui appartient à la série des W-6 ;
- ✓ L'acide alpha-linoléique C18 : 3 (9,12,15) qui est un acide gras poly-insaturé et qui appartient aux W-3.

La composition en acides gras insaturés de l'huile d'olive joue un rôle important au niveau de sa qualité nutritionnelle ;

D'après les résultats, L'huile d'olive Arbiquina et l'huile d'olive Picaul se caractérisent par une abondance d'acides gras monoinsaturés, mais on remarque la présence d'acides gras saturés (C16 :0) avec un pourcentage légèrement élevé par rapport à la Picholine ;

Le profil d'acides gras de la variété «Picholine» est nettement amélioré par rapport aux deux autres variétés. Cette amélioration se manifeste par une augmentation de la teneur en d'acides gras poly-insaturés comprennent les oméga-3 et les oméga-6. Ces deux acides gras sont dit essentiels car ils sont indispensables à une bonne santé cardiovasculaire et ne peuvent pas être synthétisés par l'organisme, d'autre part ces acides rendent l'huile plus facile à rancir, ce rancissement est une réaction complexe causée par l'oxygène et elle aboutit à la perte de denrées alimentaires devenues souvent inconsommables en raison de l'altération de la saveur. Au plan nutritionnel le rancissement conduit peu à peu à une perte de leur qualité.

• Pour la composition en stérols

Les résultats des analyses par chromatographie en phase gazeuse de l'huile d'olive des variétés étudiées, montre ci-dessous la variation des stérols en fonction de la variété d'olive.

- Il faut noter que tous ces résultats appartiennent aux intervalles fixés par les normes internationales du (COI Conseil Oléicole International, 2011). La **figure 7** montre la variation moyenne en stérols pour les trois variétés étudiées ;
- Les résultats présentés dans la figure (**figure 7**) montrent que le Béta-sitostérol est le stérol le plus dominant pour toutes les variétés étudiées. De point de vue variétal, on remarque que le Béta-sitostérol + de la variété Picholine marocaine est légèrement supérieur à ce des variétés Arbequine et Picaul ;
- Concernant le Delta-7-Avémostérol, le campestérol et le stigmastérol, les résultats montrent que ces stérols se présentent par une faible quantité pour toutes les variétés. Le Delta-7-Avémostérol est légèrement majoritaire pour la variété Picaul, alors que chez les variétés l'arbequine et la picholine ce stérol ne présente pas une différence significative. Contrairement, le campestérol est important chez l'Arbequine (3.9%), alors qu'il est inférieur à 3.9 % pour les autres variétés. Pour le stigmastérol, il est supérieur chez la variété Picaul.
- Pour le cholestérol avec des teneurs moyennes inférieures à 0,5 %, il est minime chez la Picholine et légèrement supérieur pour les autres variétés.
- En ce qui concerne la richesse des variétés étudiées en Béta-sitostérol +, la supériorité se présente chez la variété Picholine, La moyenne inférieure se présente chez les deux autres variétés ;

- Le pourcentage totale des stérols est légèrement inférieure chez la Picaul, par rapport aux 2 autres variétés , cette différence paraît négligeable mais comme même elle diminue la qualité nutritionnel de cette huile , puisque ces stérols limitent la polymérisation des huiles ;
- D'après les résultats obtenus, nous pouvons conclure que les teneurs des différents composés sont parfois dépendantes de la variété.

III-4-Deuxième partie

J'ai travaillé sur 2 échantillons différent :l'huile d'olive extra, et l'huile d'olive raffiné

➤ Extinction spécifique en UV pour l'huile d'olive raffiné et l'huile d'olive extra

Les extinctions spécifiques K232 et K270 sont calculées comme suit : on a pris 0,1g de l'huile d'olives à laquelle on a ajouté 10ml de cyclohexane. Après homogénéisation, on mesure les extinctions aux longueurs d'onde 232 et 270nm. En ce qui concerne la (ΔK), on mesure les extinctions spécifiques aux longueurs d'onde 266 et 270nm (on utilise le cyclohexane comme référence). Pour l'extinction spécifique K268, on utilise l'isooctane comme solvant ;

L'oxydation de l'huile entraîne la formation de systèmes diènes et triènesconjugués , qui absorbent l'ultraviolets à des longueurs d'ondes situées entre 232 et 272 nm ;

L'extinction spécifique des huiles dans l'ultraviolet constitue un paramètre important de leur qualité. En effet, à 232 nm, elle permet d'évaluer la présence de produits primaires d'oxydation des acides gras (hydroperoxydes linoléiques...), alors qu'à 270 nm les produits secondaires d'oxydation des acides gras (alcools, cétones,...) sont détectés,Pour la variation de l'extinction spécifique (ΔK), on mesure l'absorbance de l'échantillon d'huile d'olive aux longueurs d'onde 266 nm et 274 nm (Conseil Oléicole International, 2011) .

III-5-Résultats des analyses de l'extinction spécifique en UV pour l'huile d'olive extra et raffiné

Absorbance dans l'UV	Huile d'olive extra	Norme pour l'huile extra	Huile d'olive raffiné	Norme pour l'huile raffiné
A 232 nm (cyclohexane)	1,91	< 2,50	2,46	-----
A 270 nm	0,13	< 0,22	0 ,77	< 1,10
ΔK	0 ,005	< 0,01	0,086	< 0,16

Figure 8: extinction spécifique en UV pour l'huile l'olive raffiné et l'huile d'olive extra

III-6-interprétation des résultats de la 2^{ème} partie

Les résultats indiquent que l'huile d'olive raffiné contient plus de produits secondaires d'oxydation des acides gras (alcools , cétones ,...) par rapport à l'huile d'olive extra puisqu'elle présente une forte absorbance à 270 nm et ΔK ;

On remarque aussi que l'huile d'olive raffiné contient plus de produit première de l'oxydation des acides gras (hydroperoxydes linoléiques...) car il présente une forte absorbance à 232 nm par rapport à l'huile d'olive extra ;

on effet plus la valeur de ΔK est faible plus l'huile est pure et fraîche ;

Pour la valeur ΔK l'huile d'olive raffiné présente toujours une forte absorbance, par rapport à l'huile extra ce qui montre que l'huile raffiné présente une qualité inférieure de fraîcheur et de pureté ;

D'une façon générale, Une absorption plus élevée à ces longueurs d'onde indique un degré supérieur d'oxydation et donc une qualité inférieure , dans notre cas on peut conclure que l'huile d'olive raffiné a une qualité inférieure par rapport à l'huile d'olive extra.

IV -stockage et conditionnement

IV-1. Stockage

Le stockage des huiles raffinées se fait particulièrement dans des cuves en inox équipées d'un système d'injection d'azote. Cette injection se fait d'une manière périodique, elle protège l'huile raffinée d'oxydation par la création d'une couche empêchant la pénétration et le contact de l'air aux huiles.

IV-2 Conditionnement

Le conditionnement de l'huile d'olive se fait dans des bouteilles de différents formats et calibres de 1l à 5l, des bouteilles faites d'une matière de plastique Polyéthylène téréphtalique, une matière transparente qui laisse passer la lumière, en mettant en évidence, la clarté et le bon couleur de l'huile.

Le conditionnement de l'huile d'olive au sein de **LCM** « Aicha » se fait d'une manière semi automatique. C'est un système qui comprend 5 étapes qui sont les suivants :

- Soufflage
- Remplissage
- Capsulage
- L'étiquetage



- Mise en carton

IV-2-1 Soufflage

Avant de commencer à la mise en carton, une machine automatique qui assure l'étape de soufflage et qui fabrique ces bouteilles.

Son principe est simple, une pièce faite d'une matière en plastique appelée préforme subit une déformation forcée d'une élévation de température pour prendre une nouvelle forme celle d'une forme de bouteille d'huile.

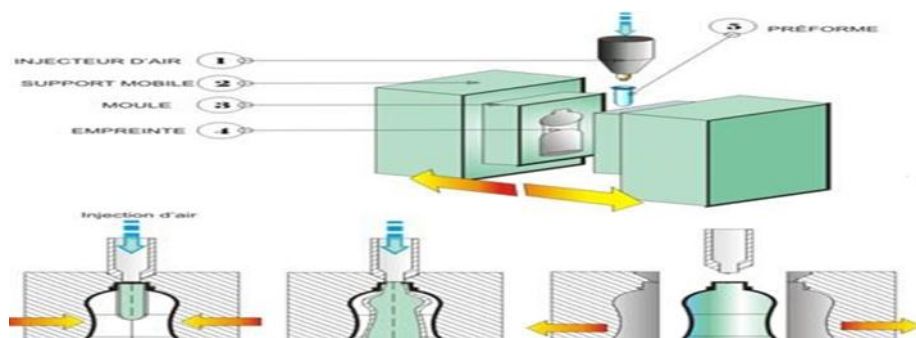


Figure 9: Schéma du principe de soufflage

Fermeture du moule Début de soufflage Ouverture du moule et éjection

De bouteille

IV-2-2 Remplissage

Le remplissage se fait à l'aide d'une remplisseuse automatique.

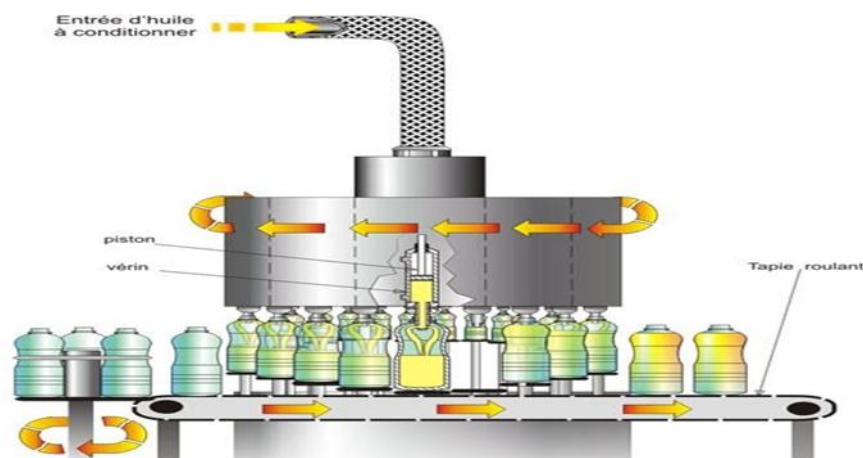


Figure 6: Schéma du principe de fonctionnement d'une remplisseuse automatique.

Son principe est simple, une pièce faite d'une matière en plastique appelée préforme subit une déformation forcée d'une élévation de température pour prendre une nouvelle forme celle d'une forme de bouteille d'huile.

IV-2-3 Capsulage

Le capsulage est l'opération qui se fait après le remplissage des bouteilles, à l'aide d'une capsuleuse automatique, qui produit des bouteilles bien fermées par des bouchons de plastique.

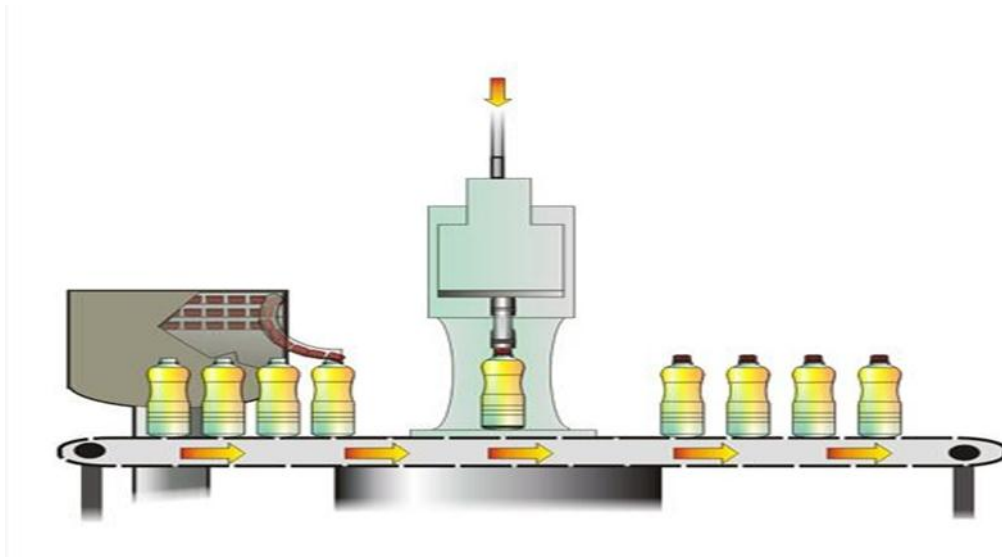


Figure 7 : Schéma du principe de fonctionnement d'une capsuleuse automatique.

IV-2-4 Etiquetage

Opération consiste à coller les étiquettes sur les bouteilles à l'aide d'une étiqueteuse automatique.

IV-2-5 Mise en carton

Les bouteilles sont mises en carton avant qu'elles soient stockées dans les entrepôts de stockage du produit fini.

Conclusion

Dans la présente étude, l'intérêt est donné aux huiles d'olives d'une part en déterminant sa qualité à partir des analyses effectuées dans le laboratoire, et d'autre part en suivant le processus du raffinage et du conditionnement.

Il faut noter que les résultats d'analyses des huiles et les méthodes utilisées dans le conditionnement le raffinage conformément aux normes établies par le C.O.I (**CONSEIL OLÉICOLE INTERNATIONAL**).

Bref, mon stage était une occasion de mettre en valeur la formation reçue et qui m'a permis d'étudier de l'intérieur le fonctionnement de la société AICHA avec ses particularités humaines, techniques et organisationnelles.

Il m'a permis de confronter des situations réelles et c'était une occasion pour me sensibiliser aux questions relatives à la vie du travail en équipe.