



**UNIVERSITE SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH
FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES
Département de chimie**

Licence Sciences et Techniques (LST)

**Technique d'Analyse et Contrôle de Qualité
« TACQ »**

PROJET DE FIN D'ETUDES

Analyse et étude comparative entre deux types d'huiles d'olives par chromatographie (Picholine Marocain, Arbequine Espagnol).

Présenté par :

◆ **BOUHAJA El Mahdi**

Encadré par :

- ◆ **Mr Jawad ABILLOUCH (HSB)**
- ◆ **Pr El Houssine EL GHADRAOUI (FST)**

Soutenu Le 08 Juin 2017 devant le jury composé de:

- Pr **E. H. EL GHADRAOUI** FST
- Pr **O. SQALLI** FST
- Pr **A. ZEROUALE** FST
- Mr **J. ABILLOUCH** HSB

**Stage effectué à L'Huilerie de Souss Benhasan
Année Universitaire 2016 / 2017**

Remerciement :

Je tiens à remercier et à présenter toute ma gratitude à tous ceux qui m'ont aidée à l'accomplissement de mon projet de fin d'étude et parmi ces personnes je cite :

- 🚩 Les membres de la direction des huileries de Souss Belhassan pour m'avoir accepté et accueillie dans leur établissement.**
- 🚩 Pr El Houssine EL GHADRAOUI : Mon encadrant à la FST, pour ses conseils et son soutien**
- 🚩 Mr Jawad ABILLOUCH : Responsable de qualité au sein des huileries de Souss Belhassan pour m'avoir encadré durant la durée de mon stage.**
- 🚩 Ainsi que Mrs Lahcen ELADDALI, Lahcen CHAFIQUE, Rachid BOULALAM, M'hand BOURKOUZ, Mohammed GHAFIR, Abdellah ASSILI, Abderrahim EL JAAFARI, Ahmed WAKTIR, Khalid, Sanae et Lamiae pour leurs précieux conseils et leurs soutiens et assistance durant toute la durée de mon stage.**
- 🚩 Sans oublier tous les employés et ouvriers pour m'avoir intégré dans leurs équipes.**

SOMMAIRE

Introduction.....	1
I. Présentation des huileries de Souss Belhassan.....	2
1-Historique :.....	2
2- Fiche technique.....	3
3- Organigramme de l'entreprise :.....	4
4- Objectifs de l'huilerie de Souss Belhassan.....	5
5- Présentation des différentes huiles traitées au niveau des Huileries de Souss Belhassan.....	6
a- Huile de Soja.....	6
b- Huile de Tournesol :.....	6
c- Huile d'olive :.....	8
II. L'huile d'olive.....	10
1- L'olivier marocain.....	10
a- Importance et aire de culture.....	10
b- Exigences agro-écologiques.....	10
c- Les variétés :.....	11
d- Cycle végétatif et productif de l'olivier.....	11
e- Les techniques culturales.....	11
f- Entretien du sol et fertilisation.....	12
g- Irrigation.....	13
h- Taille.....	13
i- Maladie, Ravageurs et protection.....	14
j- récolte et conservation.....	15
2- Picholine marocaine.....	15
a- Origine.....	15
b- Caractéristiques.....	15
3- L'Arbequine.....	16
a- Origine.....	16
b- Caractéristiques.....	16
III. Analyses physico-chimiques.....	18
1- Analyse de l'acidité :.....	18
2- Indice de peroxyde.....	19
3- L'Absorbance dans l'ultraviolet (UV).....	20
4- Normes au Maroc.....	22
IV. Teste et analyse chromatographique.....	23
1- Acides gras.....	23
2- Stéroïdes.....	27
3- Les cires.....	33
Conclusion.....	37

[Bibliographie](#)8

Introduction

Toute entreprise nationale ou internationale cherche toujours à améliorer la qualité de ses produits et de ses services afin d'avoir un meilleur produit que la concurrente, ou ce qu'on peut appeler un produit de meilleur qualité.

Les méthodes d'optimisation et de contrôle de qualités sont différentes et nombreuse, Dans le cas des huileries de Souss Belhassan, la chromatographie est une des éléments essentielles d'un système de qualité afin d'optimiser et maîtriser sa production selon une démarche assurance qualité. Tout ceci, est bien évidemment, dans le cadre du respect de la réglementation et maîtrise des couts de qualités.

Durant mon stage, je me suis intéressé à l'étude comparative entre deux types d'huile d'olive qui sont extraites de deux oliviers différents :

- La Picholine marocaine***
- L'Arbequine***

I. Présentation des huileries de Souss Belhassan

1-Historique :

Créée en 1976 par Belhassan, Les huileries de Souss Belhassan est une entreprise située au quartier industriel ANZA à Agadir, sur une superficie de 3.3 Hectares, comptant 1066 employés parmi son effectifs, et ouverte 24h/24 et 7j/7.

Les huileries de Souss Belhassan avait droit à 3.5% de la quantité totale en huile brute importé grâce à la libération du marché avec la disparition du bureau marocain d'approvisionnement, favorisant ainsi l'expansion de l'entreprise non seulement sur l'échelle local mais aussi au niveau national, afin de subvenir au besoin du marché devenu de plus en plus exigeant et de plus en plus concurrentiel.

Les huileries de Souss Belhassan sont classées parmi les rares entreprises autonomes d'Afrique, produisant ses propres besoins en plastique (Préformes, Bouteilles, Bidons, Poignets et bouchons) avec une capacité de production de 11 000 Tonnes d'huile raffinée grâce à l'installation de nouvelles machine répondant aux exigences quantitatives et qualitatives du marché et des clients.

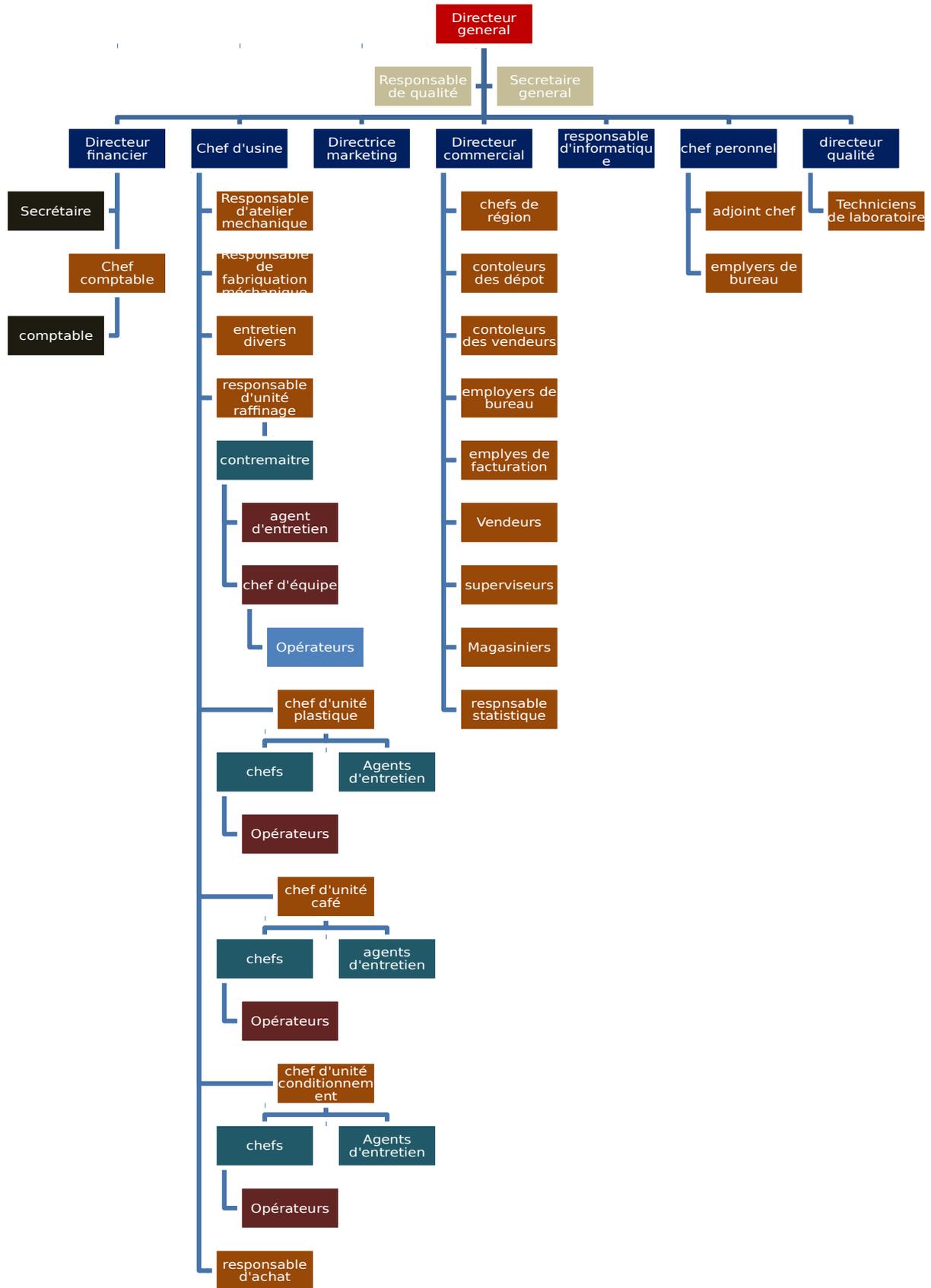
Les huileries de Souss Belhassan (HSB) possèdent 3 sites d'activités :

- ✓ **HSB Fès** : s'occupe de la trituration des olives, des graines de soja et de tournesol, ainsi que de l'extraction de l'huile de grignon, raffinage chimique, soufflage et conditionnement.
- ✓ **HSB Anza** : son activité principale est le raffinage chimique des huiles alimentaire et l'emballage du thé et de la torréfaction du café.
- ✓ **HSB Tassila** : se distingue principalement pour la production d'hydrogène, raffinage physique et la fabrication de la margarine.

2- Fiche technique

Forme Juridique	SARL
Raison social	Huileries de Souss Belhassan
Siège social	Rue Al Milaha – Zone d’Anza BP : 135- Agadir
Identification fiscal	0690 2754
N° D’affiliation à la CNSS	1688524
N° Téléphone	05 28 20 45 02
N° FAX	05 28 20 45 04
Date de création	1976
Capital social	386 850 000 Dirhams
Moyens Humains	1066 Personnes

3- Organigramme de l'entreprise :



4- Objectifs de l'huilerie de Souss Belhassan

- ✓ Maintenir la certification ISO 9001-2008
- ✓ Satisfaire le client a 100%

- Département raffinage
 - ✓ Augmentation de la production de 20%.
 - ✓ Diminution du temps d'arrêt à 48h par mois.

- Département plastique et conditionnement :
 - ✓ Le temps d'arrêt ne doit pas dépasser 5% du temps total alloué à la production.
 - ✓ Assurer au minimum 95% du rendement des machines.

- Département achat :
 - ✓ Avoir un taux de 80% des fournisseurs avec la cote.

5- Présentation des différentes huiles traitées au niveau des Huileries de Souss Belhassan

a- Huile de Soja

L'huile de soja est extraite de la fève de soja, une plante originaire d'Asie. Elle est jaunâtre, légère et onctueuse. Cette huile est facilement absorbée et elle est riche en vitamine E.

L'huile de soja provient de graines de soja. Sa couleur est ambre pâle et sa consistance très épaisse. Elle ne supporte pas la chaleur et doit être utilisée uniquement en assaisonnement. Elle s'emploie surtout à froid dans la cuisine. C'est une excellente huile de table.

Enfin, L'huile de soja convient à tous les types de peau, mais il est spécialement recommandé pour celles qui présentent des problèmes d'acné ou qui ont un certain âge. Et elle permet de contrôler le taux de cholestérol dans le sang. Consommée régulièrement, elle est efficace dans le traitement de l'eczéma. Elle répare et régénère les tissus de la peau.

Elle est connue depuis près de 4 mille ans. La graine de soja est assez pauvre en huile de l'ordre de 20%. C'est de loin le 1^{er} oléagineux à être consommé, fournie principalement par les Etats-Unis, le Brésil et la Chine, L'huile de soja est une huile polyinsaturée, riches en acides linoléique et alpha linoléique et a plus de tendance à s'oxyder et à rancir.

b- Huile de Tournesol :

Le tournesol est une plante annuelle, cultivée dans toutes les parties tempérées et chaudes du monde. En Afrique, il est surtout présent Afrique du sud et au Maroc. Les travaux d'améliorations génétiques et de sélections ont permis de renforcer sa résistance au froid et la sécheresse. Son développement est favorise par une pluviométrie peu abondante pendant la période de floraison et de fructification. La quantité de chaleur que revoit la plante pendant la maturation des graines se révéle déterminante : une température trop élevée peut réduire la teneur en huile de moitié.

La croissance du tournesol est très rapide, la tige atteint à terme une taille qui varie entre un et trois mètres et la capitule peut avoir, en sa terminaison, un diamètre de 10 à 30 Cm.

Ses graines ont une teneur en huile comprise entre 30 à 50%, c'est une huile riche en acide gras polyinsaturée en vitamine E.

La plus riche des huiles en vitamine E, l'huile de tournesol est aussi un gros fournisseur d'oméga 6 qui sont des acides gras essentiels indispensables au bon fonctionnement de l'organisme qu'il ne peut pas synthétiser. Sa forte teneur en oméga 6, l'indique comme un excellent moyen de prévenir le cholestérol, de favoriser la croissance des cellules, de renforcer le système immunitaire mais aussi de prévenir le vieillissement tout en étant un régulateur endocrinien et nerveux, à moindre prix. Mais ces avantages ne s'arrêtent pas là puisque son excellente source en vitamine E en fait un des antioxydants majeurs.

L'huile de tournesol ne contient pas du tout d'oméga 3 qui sont également des acides gras essentiels, indispensables.

Avec son goût neutre, l'huile de tournesol a l'avantage d'être multi-usage et de s'associer facilement avec tout. On peut même la faire chauffer sans dégradation de ses qualités nutritionnelles si on ne dépasse pas les 180 ° C. Il existe cependant des variétés de tournesol (tournesol oléique) qu'on retrouve souvent sous forme de mélanges d'huiles avec un profil nutritionnel différent.

L'huile de tournesol oléique est bien moins riche en oméga 6 mais très riche en oméga 9 qui sont d'autres acides gras, des acides gras mono insaturés mais qui ne sont pas du tout essentiels à l'organisme !

c- Huile d'olive :

L'olivier existe dans une aire de culture qui définit la zone méditerranéenne, laquelle couvre les pays du moyen orient, ceux du Maghreb, Espagne, la Grèce, l'Italie et la France. Cependant on retrouve l'olivier au Portugal, en Californie et en Amérique du sud.

L'olive contient entre 35% à 50% d'une huile dont la couleur varie du jaune d'or au vert foncé selon les variétés. L'huile d'olive de première pression est un produit souvent fraudé, mais les méthodes modernes d'analyse permettent de déceler les adultérations à un niveau très bas.

L'huile d'olive considérée comme u produit de luxe, est en partie appréciée à cause de sa faible teneur en acides gras saturée. Ce type d'huile contient des quantités importantes de graisses mono-insaturées et d'acide oléique, deux éléments qui sont en lien avec une réduction du risque de survenance d'une maladie coronarienne.

De plus, l'huile d'olive vierge extra contient des antioxydants, ainsi que d'autres nutriments anti-inflammatoires, qui permettent de réduire les niveaux élevés de mauvais cholestérol, de combattre les radicaux libres et de prévenir le vieillissement prématuré de la peau.

L'huile d'olive vierge extra peut être d'une grande aide pour les personnes qui cherchent à perdre du poids.

Cela est dû à la sensation de satiété qu'elle apporte, et aux graisses saines qu'elle contient, capables de stimuler durablement la perte de poids. Il est tout de même recommandé d'en consommer avec modération, car elle peut avoir des [effets laxatifs](#) sur l'organisme.

Grâce à sa teneur en oléocanthal, l'huile d'olive dispose d'une action anti-inflammatoire qui permet de réduire les douleurs liées aux articulations et aux muscles. De nombreuses études sont arrivées à la conclusion que les personnes qui consomment régulièrement de l'huile d'olive, souffrent moins que celles qui n'en consomment pas.

[Le système immunitaire](#) est très important pour la santé, car il est responsable de la lutte contre les virus, les bactéries et les micro-organismes qui provoquent les maladies communes et chroniques.

L'huile d'olive est riche en antioxydants, et en nutriments essentiels, qui lui permettent d'aider le système immunitaire à nous protéger contre les maladies.

Trois cuillères par jour d'huile d'olive peuvent aider une personne à diminuer sa pression artérielle.

Selon de nombreuses études, les graisses saines contenues dans l'huile d'olive peuvent aider à réduire la pression artérielle diastolique et systolique.



I.

II. L'huile d'olive

1- L'olivier marocain

a- Importance et aire de culture

Principale espèce fruitière cultivé au Maroc, l'olivier occupe une surface de 560.000 hectare dont 220.000 hectare en zone irriguée (Haouz, Tadla, Souss-Massa, Moulaya, Nador, Boulemane, Oujda, El Kalaâ, Marrakech, Chichaoua, Béni Mellal, Ouarzazate, Tafilalet, Figuig, Essaouira), 200.000 hectare en zone montagneuse (Chefchaouen, Taounate, Taza, Tanger, Tétouan, Azilal, Khénifra, Al Hoceima), 100.000 hectare en zone bour favorable (Séfrou, El Hajeb, Fès, Meknès, Sidi Kacem, Gharb, Loukkos, Ben Slimane) et 40.000 hectare dispersés entre Safi, Settat, Khémisset et Khouribga.

L'olivier contribue à l'emploi en milieu rural avec 11 million de journées de travail annuellement. La production d'olives se situe autour de 560.000 Tonnes et permet de générer 50.000 Tonnes d'huiles d'olives et 90.000 Tonnes de table industrielles.

b- Exigences agro-écologiques

Les températures, la pluviométrie, le vent et la lumière

L'olivier résiste jusqu'à -8 à -10°C en repos végétatif hivernal. Mais de 0 à -1°C, les dégâts peuvent être très importants sur la floraison. A 35-38°C, la croissance végétative s'arrête et à 40°C et plus, des brûlures endommagent l'appareil foliacé et peuvent faire chuter les fruits, surtout si l'irrigation est insuffisante.

Avec 600 mm de pluie bien répartis, l'olivier végète est produit normalement. Entre 450 et 600 mm, la production est possible à condition que les capacités de rétention en eau du sol soient suffisantes (sol profond argilo limoneux). Avec une pluviométrie inférieure à 200 mm, l'oléiculture est économiquement non rentable.

Les vents chauds au cours de la floraison, les brouillards et les fortes hygrométries, la grêle et les gelées printanières sont autant de facteurs défavorables à la floraison et à la fructification.

L'olivier étant exigeant en lumière, l'insolation est à considérer dans le choix de l'orientation des arbres, la densité de plantation et les tailles d'éclaircie. Le sol Le sol doit être profond, perméable, bien équilibré en éléments fins (50% d'argile + limons) et 50% en éléments grossiers (sables moyens et grossiers). Le pH peut aller jusqu'à 8 à 8,5 avec, cependant des risques d'induction de carence en fer et en magnésie (cas de sols trop calcaires).

c- Les variétés :

L'Oléiculture marocaine est constituée à 96% de la variété population "Picholine marocaine", variété à double fin, huile et conserve, d'une richesse normale en huile, mais sensible à la maladie de l'Œil de paon. Le reste du patrimoine est constitué de Meslala, olive de conserve, de Picholine du Languedoc, Dehbia, concentrées essentiellement en irrigué (Haouz, Tadla, El Kalaâ), Ascolana dura, Manzanille, Frantoïo, Picual, Gordale Sévillane, l'Arbequine etc...

d- Cycle végétatif et productif de l'olivier

Au cours de son cycle annuel de développement, l'olivier passe par les phases suivantes: (1) Janvier, Février: induction, initiation et différenciation florale; (2) courant Mars: croissance et développement des inflorescences à l'aisselle des feuilles que portent les rameaux de l'année précédente; (3) Avril: pleine floraison; (4) Fin Avril-début Mai: fécondation et nouaison des fruits; (5) Juin: début de développement et grossissement des fruits; (6) Septembre: véraison; (7) Octobre: maturation du fruit et son enrichissement en huile et (8) Mi-Novembre à Janvier: récolte des fruits.

La période la plus intense du cycle annuel se déroule de Mars à Juin. Au cours de cette phase, les besoins en eau et en nutriments de l'arbre sont les plus intenses.

La durée de vie de l'olivier s'étale sur plusieurs dizaines d'années à des siècles.

Les rendements sont variables en fonction de l'âge des arbres, des densités de plantation et des soins culturaux. Pour des vergers de 400 arbres/ha conduits en irrigué, les rendements sont de 3 T/ha à 4-5 ans et de 15 T/ha à 8-9 ans.

e- Les techniques culturales

Multiplication, plantation et entretien de la culture

L'olivier se multiplie selon deux types de procédés: (1) les méthodes traditionnelles (bouturage ligneux, division de souchets, greffage sur oléastre), et (2) les méthodes intensives (semis de noyau suivi de greffage, bouturage semi-ligneux avec traitement hormonal des boutures, leur élevage en serre équipée de nébulisation et leur durcissement en serre d'adaptation). C'est ce dernier procédé qui tend à se développer dans les pépinières modernes. La plantation doit être précédée d'une étude de faisabilité incluant les contraintes climatiques, agro-pédologiques et l'analyse des tendances du marché.

Les travaux préparatoires à la plantation comprennent la plantation des brise-vents (cyprès, Casuarina, Olivier Dehbia), un sous salage croisé à une profondeur de 60-80 cm, l'épierrage, un labour moyen (30-40 cm) et un cover-cropage.

En culture moderne, les densités de plantation sont de 6x4 m, soit 416 arbres/ha. La fumure de fond se compose respectivement de 5 kg de fumier, de 100 g de superphosphate et 100 g de sulfate de potasse par pied. Ces apports sont enfouis par un labour à 30-40 cm de profondeur. L'azote sera apporté en fin d'hiver (février) à raison de 2 quintaux/ha de sulfate d'ammoniaque à 21% N, et de 2 quintaux/ha ammonitrate à 33% N en avril. Le désherbage et l'irrigation seront réalisés dès la première année. La taille de formation commencera la 2^{ème} ou 3^{ème} année après plantation. L'état sanitaire doit aussi être contrôlé.

f- Entretien du sol et fertilisation

Au cours de la phase d'installation de l'olivieraie, le sol devra être maintenu propre par le passage de scarificateur. Dès la 3^{ème} 4^{ème} année, on pourra désherber chimiquement les rangs et continuer à traiter les inter-rangs mécaniquement. On utilise généralement la Simazine (1 à 2 kg de ma/ha) associée au gramoxone (Diquat/Paraquat) à 1 à 2 l/ha.

Ces désherbants agissent sur les adventices annuels. Les plantes à rhizomes (Chiendent) sont traitées avec du Glyphosate à 0,5 à 1 l/ha de produit commercial. Eviter de toucher les feuilles d'olivier avec ces produits. L'analyse des feuilles, des fruits et du bois de taille de l'olivier révèle que les exportations en N P K à la récolte sont dans l'équilibre suivant: 1-1,3/0,35-0,9/1,2.

Compte tenu des pertes par lessivage et de la mobilisation des réserves par l'arbre lui-même, la fumure minérale à préconiser pour une oliveraie (400 arbres/ha) conduite sur un sol pauvre en matière organique (< à 1%) et d'un pH voisin de 8 se présente comme suit:

- Jeunes arbres:

20 à 40 kg de fumier, 80 à 100g d'N/arbre et par année d'âge, 60 à 80 g de P 2 0 5 /arbre et par année d'âge et 80 à 120 g de K 2 0/arbre et par année d'âge.

- Arbres adultes en production:

60 à 80 kg de fumier, 600 à 1500 g d'N par arbre (5 à 7 kg de sulfate d'ammoniaque), 800 à 1000 g P 2 0 5 par arbre (1,8 à 2,2 kg de super triple 45%) et 1000 à 1500 g K 2 0 par arbre (2 à 3 kg de sulfate de potasse).

g- Irrigation

En dehors des mesures d'évapotranspiration et en l'absence d'appareil de mesure ou de contrôle (tensiomètres, bac californien), l'expérience personnelle de l'oléiculteur permet seule, par un compromis permanent entre la nature du sol, la densité de plantation et les variations climatiques, d'apporter les doses nécessaires aux besoins en eau de l'olivier. Dans certaines zones où les précipitations sont de 450 à 650 mm/an, les apports d'eau en gravitaire sont estimés de 6000 à 8500 m³/ha/an entre Mars et Septembre.

En irrigation localisée et pour une oliveraie de 400 arbres/ha (olive de table), le volume d'eau apporté est de 3200 m³/ha/an (capillaire d'un débit de 4 l/heure avec 4 goutteurs/arbre, 8-10 h par irrigation tous les 3 jours). La durée de fonctionnement du système d'irrigation est de 5 à 6 mois/an.

h- Taille

La taille a pour objectifs d'accroître la production, de limiter l'alternance, de freiner le vieillissement, d'éliminer le bois mort et le bois superflu.

On distingue la taille de formation, la taille annuelle d'entretien et de fructification et la taille de régénération. La taille de formation s'effectue en deux phases: (1) Lorsque l'arbre atteint 1,5 m de hauteur, on veille à la formation d'un mono tronc en éliminant les branches basses et en conservant la tige centrale et (2) lorsque l'arbre dépasse 1,50 m de hauteur, on sélectionne un maximum de 5 branches charpentières en éliminant la tige centrale au-dessus du départ d'une charpentière.

La taille d'entretien et de fructification a pour effet d'exposer tout le feuillage à la lumière, de stimuler l'apparition du feuillage jeune en éliminant le bois épuisé (la feuille est le lieu de synthèse des éléments carbonés et elle a une durée de vie de 3 ans). Par cette taille aussi, le rapport feuilles/bois est maintenu le plus élevé possible et l'air doit circuler dans toute la frondaison sans rencontrer de zones à feuillage trop dense. La taille de régénération s'applique à des arbres qui ont été abandonnés sans taille ni soins depuis une longue période. Elle fait apparaître de nouvelles branches et rend la fructification plus accessible à la cueillette.

i- Maladie, Ravageurs et protection

Phytopathologie Les ravageurs les plus répandues au Maroc sont:

- Les Mouches de l'olive (*Dacus oleae*) qui pondent des larves dans la pulpe des fruits et entraînent leur dépréciation. Avant de traiter, il faut effectuer des contrôles par piégeage dans les gobe-mouches. Le traitement est déclenché dès que la moyenne des individus capturés est égale à 1 mouche par piège et par jour. Utiliser le Fenthion (Lebaycid) à 0,5 l/100 litres de bouillie.
- La Teigne de l'olivier (*Prays oleae*): C'est un papillon dont les larves dévorent les organes floraux, les amandes des fruits et le parenchyme des feuilles. Il peut causer de graves dégâts sur la productivité des arbres (grappes florales desséchées, olives à terre, trouées à la hauteur du pédoncule). Le traitement doit commencer au début de la floraison (3 à 4% de fleurs ouvertes) et consiste en une pulvérisation d'une solution de *Bacillus thuringiensis* (Bactospeine koppert) 50 g/100 l.

- Les autres ravageurs (la cochenille noire de l'olivier (*Saissetia oleae*), le Psylle (*Euphyllura olivina*), le Neiroun, l'Hylesine, les Pyrales, le Thrips, l'Otiorrhynque ...etc.) sont plus facilement contrôlables. Les maladies de l'Olivier sont:
 - L'Œil de paon (*Cycloconium oleaginum*): tâches arrondies sur feuilles adultes pouvant entraîner la défoliation de l'arbre. Lutte: traitement avec une bouillie cuprique en février et novembre.
 - La Verticilliose (*Verticillium dahliae*) maladie grave qui affecte les oliveraies en irrigation pérenne. Une branche ou une charpentière se dessèche brutalement. Lutte: réduire les irrigations dans les oliveraies en sols lourds; modérer la fertilisation azotée; proscrire les cultures maraîchères ou oléagineuses en intercalaire.
 - La Fumagine: se développe sur les arbres touffus, non taillés. Lutte: aérer l'arbre par des tailles, bouillie cuprique.
 - La Bactériose: (Tuberculose = *Pseudomonas syringae* pv *savastanoi*), maladie bactérienne en progression dans les oliveraies du nord du Maroc où l'humidité de l'air et le gaulage favorisent sa dissémination. Lutte: contrôle des parcs à bois des pépinières; désinfecter les outils de taille; éliminer les ramifications atteintes de galles et les brûler; traiter au cuivre les plaies occasionnées par la taille ou la chute de grêle; éviter le gaulage.

j- récolte et conservation

La récolte nécessite de disposer des sacs de cueillettes et d'échelles mobiles légères pour améliorer la productivité et exécuter une cueillette de qualité. L'utilisation de filets plastiques étendus sous les arbres évite de salir les olives. Les peignes de récolte améliorent le rendement des cueilleurs et réduisent les lésions sur les fruits destinés à la conserve.

Suivant le degré de maturité des fruits, ceux-ci sont classés en: olives vertes, tournantes, noires et noires ridées. Le rendement d'un cueilleur sur des arbres portant en moyenne 40 kg de fruits est de 120 kg/jour (3 arbres/jour). Pour 416 arbres/ha, il faut compter 140 journées ouvrières. Il faut éviter le transport en vrac des olives destinées à l'extraction d'huile (échauffement des fruits, lésions donnant une huile de forte acidité). Il faut utiliser des caisses de faible hauteur

2- Picholine marocaine

a- Origine

La picholine est une variété d'olive française. Bien qu'originaires du Gard, elle est aujourd'hui cultivée partout dans le monde.

Au cours du XVII^e siècle s'installèrent à Saint-Chamas les deux frères Picholini, d'origine italienne. Ils popularisèrent une recette pour rendre les olives consommables sans qu'elles perdent leur couleur verte. Il suffisait de les mélanger, à volume égal, avec de la cendre, de les recouvrir d'eau, puis de les placer dans une saumure aromatisée. Elles prirent le nom d'olives à la *picholine*. Cette recette fut d'abord pratiquée sur une variété des environs de Saint-Chamas, la Saurine. Ensuite, une variété du Gard se révéla supérieure pour cette recette. Il s'agit d'une variété de la région de Collias, entre Uzès et Remoulins, qui devint alors la *Picholine*.

b- Caractéristiques

La Picholine est à double fin, surtout connue comme olive verte de table ou olive de cocktail, elle est également utilisée pour élaborer de l'huile d'olive. 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.

3- L'Arbequina

a- Origine

L'arbequina est une variété d'olivier catalan qui tire son nom de la commune d'Arbeca dans la comarque des Garrigues.

Cette variété, originaire de [Palestine](#), a été introduite en [Europe](#) au cours du XVII^e siècle par le [duc de Medinaceli](#). En [Espagne](#), elle est surtout cultivée en [Catalogne](#), où elle occupe 55 000 hectares, en [Aragon](#) et en [Andalousie](#).

L'arbequina s'est acclimatée en [Argentine](#), au [Chili](#) et en [Australie](#). Elle est devenue la variété dominante d'olive en [Californie](#), où elle est très utilisée dans les vergers à haute densité à cause de sa faible vigueur.

En France, on la trouve en abondance dans les [Pyrénées-Orientales](#) et dans quelques plantations à haute-densité.

b- Caractéristiques

L'arbequina donne des petites olives très aromatiques, elles sont symétriques et de couleur brun foncé, avec un sommet arrondi et une large cavité pédonculaire.



PARTIE EXPERIMENTALE

Au cours de mon stage de fin d'étude effectué au sein du laboratoire des huileries de Souss Belhassan, j'ai pu observer plusieurs analyses effectuées sur les différents types d'huile telle que la teneur en savon ou bien le pourcentage de l'huile perdu dans les eaux de lavage etc... « Analyses faites pour les huiles de soja et tournesol »

J'ai pu également effectuer des analyses physico-chimiques sur les deux types d'olivier (Picholine et Arbequine) telle que :

- L'acidité.
- L'indice de peroxyde.
- L'absorbance dans l'ultraviolet.

Et j'ai aussi effectué les analyses chromatographiques sur les deux types d'huile d'olive, la picholine et l'Arbequine pour :

- La détermination de composition en acides gras.
 - La détermination de composition en stérols.
 - Le calcul de pourcentage des cires.
-

III. Analyses physico-chimiques

1- Analyse de l'acidité :

a- But

Le but de cette manipulation est de contrôler la concentration d'acide gras libre contenu dans l'huile

b- Mode opératoire

Prendre une prise d'essai désignée de matière grasse puis ajouter une quantité déterminée d'alcool éthylique 95% préalablement neutralisé et 2 gouttes de phénophtaléine (à 0.1% dans l'alcool 95%)

Agiter et titrer par la soude caustique jusqu'à apparition de couleur rose permanente

❖ Relation :

$$A = \frac{\text{Tombé} \times 2.82}{\text{Prise d'essai}}$$

c- Résultat

❖ L'huile de picholine :

	échantillon 1	échantillon 2	échantillon 3
prise d'essai (ml)	10,17	10,11	10,02
Tombée (ml)	1,4	1,4	1,4
A%	0,38820059	0,39050445 1	0,39401197 6
Moyenne	0,39090567 2		

❖ L'huile d'Arbequine :

	échantillon 1	échantillon 2	échantillon 3
prise d'essai (ml)	10,16	10,14	10
Tombée (ml)	1	1	1
A%	0,277559055	0,27810650 9	0,282
Moyenne	0,27922185 5		

On peut remarquer que d'après les résultats expérimentaux que l'acidité de l'huile d'Arbequine est inférieure à celle de l'huile de picholine donc cette dernière contient plus d'acide gras libre que la

2- Indice de peroxyde

a- But

Le but de cette manipulation est de détecter s'il y a oxydation de l'huile

b- Mode opératoire

Prendre une prise d'essai de 5g dans un erlenmeyer de 250ml et ajouter 25ml du mélange solvant (acide acétique + chloroforme).

Puis 1 ml d'iodure de potassium, boucher aussitôt l'erlenmeyer et agiter pendant 1 minute et l'abandonner 5 min à l'abri de la lumière.

Puis on titre l'iode libéré par une solution de thiosulfate 0.01N en agitant vigoureusement et en présence d'empois d'amidon 0.5 à 1% récemment préparé.

Effectuer deux déterminations sur deux prise d'essaye prélevées sur le même échantillon.

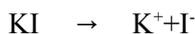
Effectuer parallèlement et simultanément de la même façon un essai à blanc sans corps gras.

Si le résultat de l'essai blanc excède 0.05ml de thiosulfate de sodium 0.01N, de nouveaux réactifs doivent être préparés.

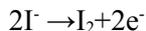
❖ Relation :

$$IP = \frac{V - V_0}{\text{Prise d'essai}} \times 10$$

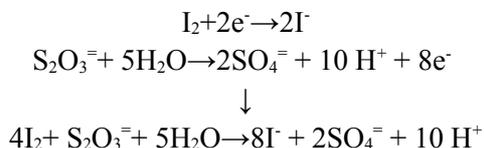
c- Résultat



La présence de peroxyde « oxydant » va oxyder les ions I⁻ en ions I₂



L'iode libéré est titré par le thiosulfate :



❖ L'huile de Picholine

- Jour 01 : IP= 18.8
- Jour 15 : IP= 16.4
- Jour 30 : IP= 14.7
- Jour 40 : IP= 12.5

❖ L'huile d'Arbequine

- Jour 01 : IP= 16.7
- Jour 15 : IP= 14.4
- Jour 30 : IP= 13.2
- Jour 40 : IP= 11.6

Cet indice s'intéresse au nombre d'oxygène actif dans les chaînes organiques d'un corps gras (lipides, acides gras libres, mono-, di- et triglycérides) ou d'une résine. Cet oxygène actif peut être sous forme d'époxyde ou sous forme d'hydroperoxyde.

Cet indice permet d'évaluer le degré d'oxydation des acides gras insaturés de la matière grasse (rancissement). Plus celui-ci est élevé, plus la matière grasse est oxydée. Cependant, cet indice n'est qu'un indicateur de début d'oxydation. Celui-ci augmente pour atteindre un pic puis diminue avec l'état d'oxydation avancée.

Les peroxydes forment alors des composés aldéhydiques volatils (exemple : éthanedial (glyoxal)) et non volatils (aldéhydes à longue chaîne carbonée).

3- L'Absorbance dans l'ultraviolet (UV)

a- But

L'absorbance dans l'ultraviolet est un moyen d'évaluation de l'état de conservation de l'huile. C'est également un indicateur sur la douceur de la méthode d'extraction et sur l'oxydation par surexposition de l'huile à l'air lors de la trituration.

Plus l'extraction se fera à température basse (<28°) et moins il y aura de contact avec l'air pendant l'extraction, et plus les valeurs de E₂₃₂, E₂₇₀, seront faibles.

b- Mode opératoire

Peser dans un bécher de 50ml une quantité de l'échantillon préalablement filtré.

Faites une dilution à 1% avec le cyclohexane et procéder à la lecture aux longueurs d'onde suivantes :

- $\lambda=232\text{nm}$
- $\lambda=266\text{nm}$
- $\lambda=270\text{nm}$
- $\lambda=274\text{nm}$
- ❖ Relation :

$$\Delta E = E_{270} \frac{E_{266} + E_{274}}{2}$$

c- Résultat

- L'huile de Picholine

	274	270	266	232	ΔE
Echantillon 1	0,3808	0,3906	0,3637	2,3992	0,01835
Echantillon 2	0,3118	0,3208	0,2939	2,2632	0,01795

- L'huile d'Arbequine

	274	270	266	232	ΔE
Echantillon 1	0,2478	0,2553	0,235	2,2195	0,0139
Echantillon 2	0,2389	0,248	0,2323	1,93	0,0124

Les valeurs de l'IP $\leq 20\text{meq O}_2/\text{Kg}$ d'huile ne signifient pas toujours l'absence du phénomène d'oxydation. Le recours à la détermination des coefficients (E_{232} , E_{270}) d'absorbance dans l'ultraviolet, renseigne sur la présence ou l'absence de produits d'oxydation secondaire dans l'huile.

Les hydroperoxydes des premiers stades de l'oxydation absorbent à 232 nm, alors que les produits d'oxydation secondaires tels que les cétones insaturées-dicétones absorbent au voisinage de 270 nm.

La norme du COI [7] : $E_{232} \leq 2,5$; $E_{270} \leq 0,25$, $\Delta E \leq 0,01$.

4- Normes au Maroc

Caractéristiques physico-chimiques des huiles d'olive produites dans les unités traditionnelles et industrielles				
Indice de qualité	Valeur de l'indice	Type d'huile d'olive	La picholine marocaine	L'Arbequine
Acidité	$\leq 1,0$	Extra		
	$\leq 2,0$	Fine	0,39	0.28
	$\leq 3,3$	Courante	Extra	Extra
	$> 3,3$	Lampante		
Indice de peroxyde	≤ 20	Extra - Fine -	De 12,5 à 18,8	De 11,6 à 16,7
	> 20	Courante	Extra-fine	Extra-fine
		Lampante		
Extinction spécifique à 270nm	$\leq 0,25$	Extra – Fine	$E_{270} > 0.30$	$E_{270} < 0.25$
	$\leq 0,30$	Courante	Lampante	Extra-fine
	$> 0,30$	Lampante		
ΔE	$\leq 0,01$	Extra - Fine -	$\Delta E > 0.01$	$\Delta E > 0.01$
	$> 0,01$	Courante	Courante	Courante
		Lampante		

IV. Teste et analyse chromatographique

La chromatographie est une méthode d'analyse chimique consistant à séparer les constituants d'un mélange. Elle est utilisée aussi bien dans les services de recherche et développement que dans le domaine du contrôle.

C'est une méthode d'analyse physico-chimique, sépare les constituants d'un mélange (les solutés) par entraînement au moyen d'une phase mobile (liquide ou gaz) le long d'une phase stationnaire (solide ou liquide fixé), grâce à la répartition sélective des solutés entre ces deux phases. Chaque soluté est donc soumis à une force de rétention (exercée par la phase stationnaire) et une force de mobilité (due à la phase mobile).

1- Acides gras

a- Objectif :

La méthode décrit un procédé pour la détermination de la composition en acides gras dans les matières grasses. La méthode peut être employée notamment pour différencier les différents types d'huile.

b- PRINCIPE DE LA METHODE :

La matière grasse est estérifiée par addition d'une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium KOH 2N. Après agitation et chauffage sous reflux pendant environ 10 min (jusqu'à obtention d'une solution limpide) on procède à la matière grasse de la solution limpide obtenue est extraite par 10ml d'heptane, puis filtrée sur sulfate de sodium. On procède à l'injection de 2 μ l de cet éluat au chromatographe en phase gazeuse.

c- Mode opératoire :

Peser exactement 1g de l'échantillon dans un ballon de 100ml, ajouter 2ml de KOH méthanolique et 10ml du méthanol, chauffer sous reflux en agitant jusqu'à avoir une solution limpide. Verser la solution dans une ampoule à décanter, ajouter 10 ml d'heptane, agiter vigoureusement, laisser décanter, éliminer la phase aqueuse, faire 2 lavages successifs avec de l'eau distillée. Si il y'a émulsion ajouter quelques gouttes d'éthanol. Filtrer la fraction organique (heptane) sur le sulfate de sodium anhydre. Injecter 0,2 μ l de la solution obtenue sur chromatographe en phase gazeuse.

d- Résultat

- ❖ Huile de Picholine
- ❖ Le chromatogramme obtenu sur l'échantillon de l'huile d'Arbequine est donnée sur la figure suivante

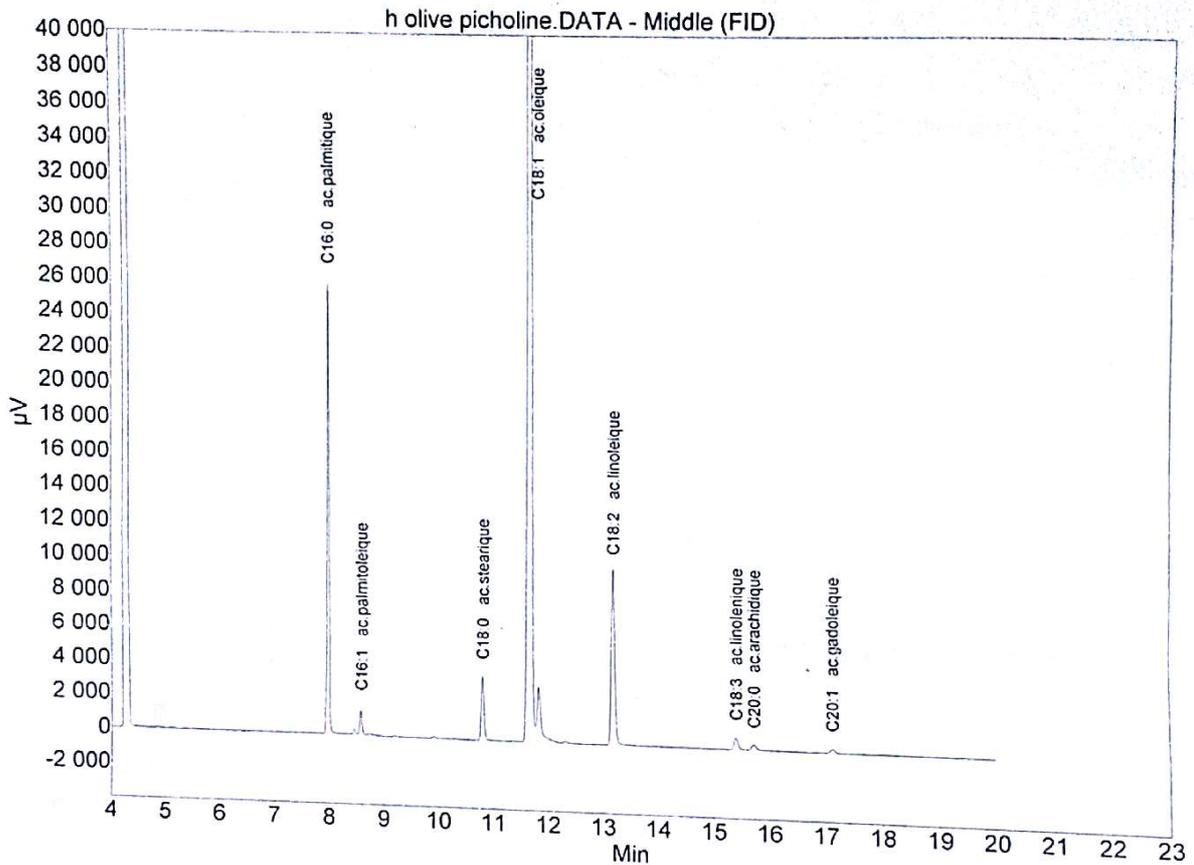


Figure 1 : Chromatogramme de l'huile de picholine

Ce chromatogramme nous donne une idée sur la composition en acides gras de l'huile de Picholine marocain.

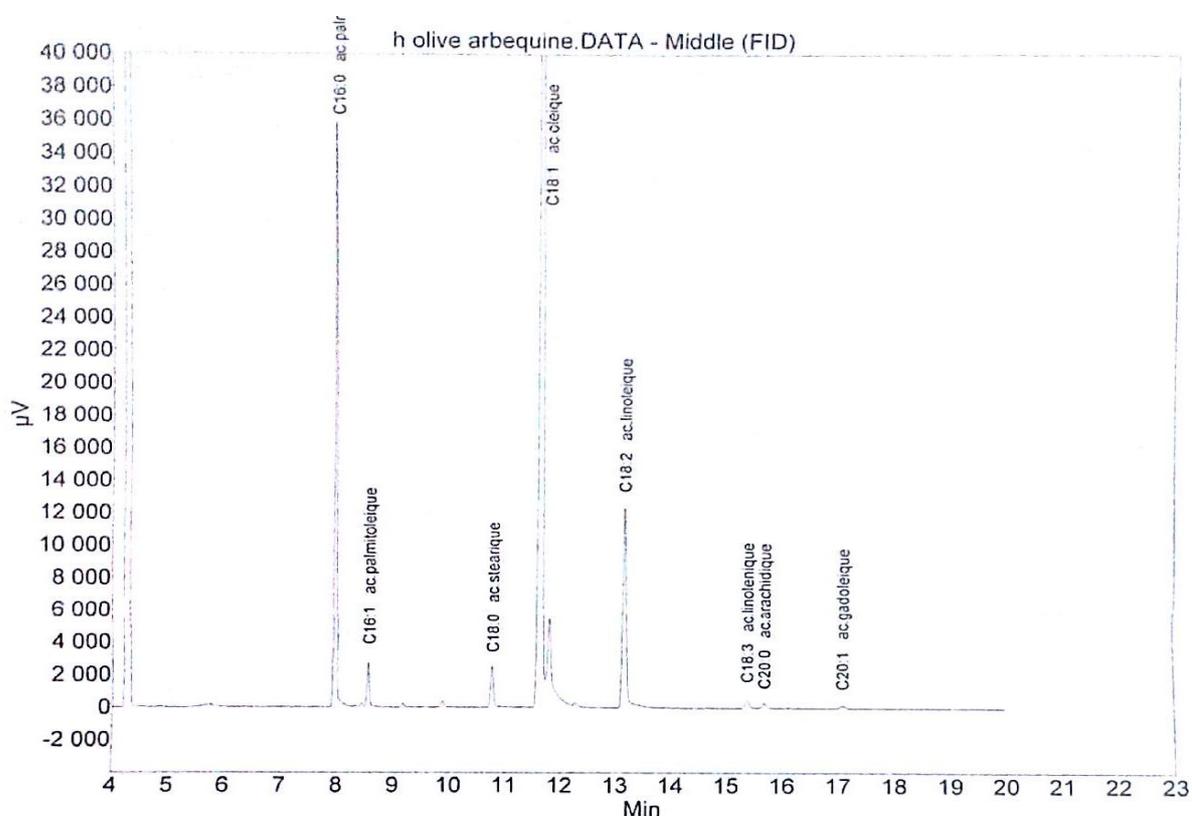
A partir de ce chromatogramme on a pu rédiger un tableau nous donnant le pourcentage ainsi que le temps de rétention de chaque composé.

❖ La composition d'acide gras de l'huile de picholine est donnée dans le tableau suivant :

Index	Name	Quantity [% Area]	Time [Min]	Area [µV.Sec]
1	C16:0 ac.palmitique	11.59	7.97	64072.1
8	C16:1 ac.palmitoleique	0.67	8.57	3686.6
2	C18:0 ac.stearique	2.36	10.79	13060.4
7	C18:1 ac.oleique	76.49	11.68	422695.1
3	C18:2 ac.linoleique	7.77	13.17	42932.7
4	C18:3 ac.linolenique	0.59	15.39	3252.7
5	C20:0 ac.arachidique	0.30	15.71	1656.7
6	C20:1 ac.gadoleique	0.23	17.11	1243.4
Total		100.00		552599.7

- huile d'Arbequine

❖ Le chromatogramme obtenu sur l'échantillon de l'huile d'Arbequine est donnée sur la figure suivante



Ce chromatogramme nous donne une idée sur la composition en acides gras de l'huile de Picholine marocain.

Figure 2 : Chromatogramme de l'huile d'Arbequine

A partir de ce chromatogramme on a pu rédiger un tableau nous donnant le pourcentage ainsi que le temps de rétention de chaque composé.

➤ La composition d'acide gras de l'huile d'Arbequine est donnée dans le tableau suivant:

Index	Name	Quantity [% Area]	Time [Min]	Area [µV.Sec]
1	C16:0 ac.palmitique	17.86	7.96	96300.7
2	C16:1 ac.palmitoleique	1.42	8.56	7679.0
3	C18:0 ac.stearique	1.70	10.78	9171.4
8	C18:1 ac.oleique	68.30	11.65	368325.1
4	C18:2 ac.linoleique	9.83	13.16	52994.3
5	C18:3 ac.linolenique	0.42	15.37	2261.9
6	C20:0 ac.arachidique	0.30	15.68	1614.8
7	C20:1 ac.gadoleique	0.17	17.08	941.9
Total		100.00		539289.1

e- Normes

f-

Variétés étudiées

Nom	C16-0	C16-1	C17-0	C17-1	C18-0	C18-1	C18-2	C18-3	C20-0	C20-1	C22-0
Valeur	7.5~20	0.3~3.5	≤ 0.3	< 0.3	0.5~5	55~83	3.5~21	<1	≤ 0.6	≤ 0.3	≤ 0.2

g- Conclusion

On peut constater d'après les résultats obtenues que les pourcentages des acides gras varie entre un olivier et un autre mais reste dans le cadre des normes de composition d'acide gras d'huiles végétales destinées à l'alimentation humaine.

2- Stérols

a- OBJET :

La méthode décrit le procédé de détermination du contenu en stérols et en dialcools triterpéniques, individuels et totaux, des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive.

b- PRINCIPE :

Les huiles, additionnées d' α -cholestanol comme étalon interne, sont saponifiées avec de l'hydroxyde de potassium en solution éthanolique, puis l'insaponifiable est extrait avec de l'éther éthylique. La fraction stérolique et des dialcools triterpéniques est séparée de l'extrait insaponifiable par chromatographie sur couche mince sur plaque de gel de silice. Les fractions récupérées dans le gel de silice sont transformées en triméthylsilyléthers et analysées par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire.

c- MATÉRIEL :

L'équipement normal de laboratoire et en particulier le matériel suivant :

1. Ballon de 250 ml muni d'un réfrigérant à reflux avec embouts rodés.
2. Ampoule à décanter de 500 ml.
3. Ballons de 250 ml.
4. Équipement complet pour chromatographie en couche mince avec plaques de verre de 20 x 20 cm.
5. Émetteur ultraviolet longueur d'onde 366 ou 254 nm.
6. Micro seringues de 100 μ l et 500 μ l. COI/T.20/Doc.
7. Ampoule cylindrique filtrante à filtre poreux G 3 (porosité 15 - 40 μ m) de 2 cm de diamètre environ et de 5 cm de hauteur, appropriée à la filtration sous vide avec embout rodé mâle.
8. Fiole à vide de 50 ml avec embout rodé femelle adaptable à l'ampoule filtrante (7).
9. Tube à fond conique, de 10 ml, avec bouchon hermétique en verre.
10. Appareil de chromatographie en phase gazeuse approprié au fonctionnement avec colonne capillaire, avec injecteur diviseur, constitué de :
 - 10.1. Enceinte thermostatée pour la colonne, permettant de maintenir la température désirée avec une précision de $\pm 1^\circ$ C ;
 - 10.2. Ensemble d'injection thermo-réglable avec insert en verre persilanisé et diviseur
 - 10.3. Détecteur à ionisation de flamme (FID) ;
 - 10.4. Système d'acquisition de données approprié au fonctionnement avec le FID (10.3) permettant l'intégration manuelle ;
11. Colonne capillaire en silice fondue, de 20 à 30 m de long, de 0,25 à 0,32 mm de diamètre intérieur, recouverte intérieurement de 5 % Diphényle – 95 % Dimethylpolysiloxane (phase stationnaire SE-52 ou SE-54 ou équivalent), avec une épaisseur comprise entre 0,10 et 0,30 μ m.
12. Micro-seringue pour chromatographie en phase gazeuse de 10 μ l avec aiguille rigide adaptée à l'injecteur diviseur.
13. Dessiccateur contenant du chlorure de calcium.

d- Réactifs

1. Hydroxyde de potassium de titre 85 % minimum.
2. Solution éthanolique d'hydroxyde de potassium, environ 2 N. Dissoudre 130 g d'hydroxyde de potassium (1) en refroidissant dans 200 ml d'eau distillée puis compléter jusqu'à 1 litre avec l'éthanol (11). Conserver la solution dans des bouteilles en verre opaque bien fermées et conserver maximum 2 jours.
3. Éther éthylique pour analyse.
4. Solution éthanolique d'hydroxyde de potassium, environ 0.2 N. Dissoudre 13 g d'hydroxyde de potassium (1) en refroidissant dans 20 ml d'eau distillée puis compléter jusqu'à 1 litre avec l'éthanol (11). COI/T.20/Doc.
5. Sulfate de sodium anhydre pour analyse.
6. Plaques de verre recouvertes de gel de silice sans indicateur de fluorescence de 0,25 mm d'épaisseur (disponibles dans le commerce).
7. Toluène, pour chromatographie.
8. Acétone, pour chromatographie.
9. n-Hexane, pour chromatographie.
10. Éther éthylique pour chromatographie.
11. Éthanol pour analyse.
12. Acétate d'éthyle pour analyse.
13. Solution de référence pour la chromatographie sur plaque: cholestérol ou phytostérols, et solution d'érythrodiol 5 % dans l'acétate d'éthyle (12).
14. 2,7-dichlorofluorescéine, 0,2 % dans solution éthanolique rendue légèrement basique en ajoutant quelques gouttes d'une solution alcoolique d'hydroxyde de potassium 2N (2).
15. Pyridine anhydre, pour chromatographie.
16. Hexaméthylsilicane pour analyse.
17. Triméthylchlorosilane pour analyse.
18. Solutions échantillons des triméthylsilyléthers de stérols. À préparer au moment de l'emploi à partir des stérols et de l'érythrodiol obtenus des huiles les contenant.
19. α -cholestanol, pureté supérieure à 99 % (la pureté doit être vérifiée par analyse GC).
20. α -cholestanol solution étalon interne, solution 0,2 % (m/V) dans l'acétate d'éthyle (12).
21. Solution de phénolphaléine, 10 g/L dans l'éthanol (11).
22. Gaz vecteur : hydrogène ou hélium, pour chromatographie en phase gazeuse.
23. Gaz auxiliaires : hydrogène, hélium, azote et air, pour chromatographie.

24. Mélange de n-hexane (9)/éther éthylique (10) 65:35 (V/V).

25. Réactif de silylation composé d'un mélange 9:3:1 (V/V/V) de pyridine/hexaméthylidisilazan/triméthylchlorosilane.

e- Mode opératoire :

❖ EXTRACTION :

Peser 2g de l'huile dans un ballon de 100ml.

Ajouter 4ml de soude à 40% dans l'eau et 16ml d'éthanol absolu à 96%.

Porter sur plaque chauffante à agitateur magnétique pour la saponification (agitation et chauffage sous reflux pendant 10 à 15 min) jusqu'à obtention d'une solution limpide.

Après la saponification ajouter 30ml d'eau distillée.

Verser dans une ampoule à décanter.

Ajouter 40ml d'éther de pétrole (ou n-Hexane).

Éliminer la phase aqueuse et faire deux lavages successifs avec 20ml d'un mélange alcool/eau (50/50).

NB : s'il y a émulsion ajouter environ 10ml d'éthanol 96%.

Récupérer la phase étherée dans un ballon de 100ml préalablement desséché, évaporer l'éther.

Après séchage ajouter 0,5ml de chloroforme et procéder au dépôt d'une bande de 5cm de long (env.30à40µl) sur une plaque CCM à l'aide d'une micro-seringue ou d'un appareil automatique de dépôt sur couche mince.

La migration se fait dans une cuve où le niveau du chloroforme ne dépassant pas 0,5cm et demande environ une heure.

NB : si on n'a pas le temps pour réaliser la migration, les plaques doivent être mises dans un dessiccateur.

❖ LA REVELATION :

La révélation se fait par pulvérisateur : le Dichlorofluorescéine (1% dans l'éthanol) sécher la plaque à l'azote.

-Pour reconnaître la bande de stérols, on doit normalement calculer le rapport frontal qu'on compare à celui des stérols :

$$R_f = D/d$$

D: Distance parcourue par la bande des stérols.

d: Distance parcourue par le solvant.

-On peut également déposer un standard qui nous permettra de reconnaître la tâche des stérols.

-Gratter et récupérer la tâche des stérols dans un ballon de 100ml qu'il faut mélanger à environ 1ml de Chloroforme, porter sur plaque chauffante en agitant sous reflux . -Filtrer

dans un tube à essai et évaporer le solvant à sec dans un bain marie (60 à 70°C) à la fin d'évaporation une tache des stérois sous forme d'empreinte plus ou moins apparente en fonction des stérois sur les parois du fond du tube. -Sécher par l'azote et passer à la silylation.

❖ **La silylation :**

Dans le tube conique contenant les stérois, ajouter environ 0,5ml du réactif de silylation (mélange de pyridine / hexaméthylidisilazan / triméthylchlorosilane, 3/9/1 : (V/V/V)) à raison de 50 µl par mg de stérois (verser sur les parois pour récupérer la totalité des stérois et mélanger.

Evaporer la pyridine à sec par un courant d'azote sur les parois.

Diluer par 0,5ml d'heptane ou d'hexane.

Enfin injecter 2 µl au chromatographe en phase gazeuse.

f- Résultat :

La composition en stérols est déterminée à partir du chromatogramme.

❖ L'huile de picholine

- Le chromatogramme obtenu sur l'échantillon de l'huile de Picholine est donnée sur la figure suivante :

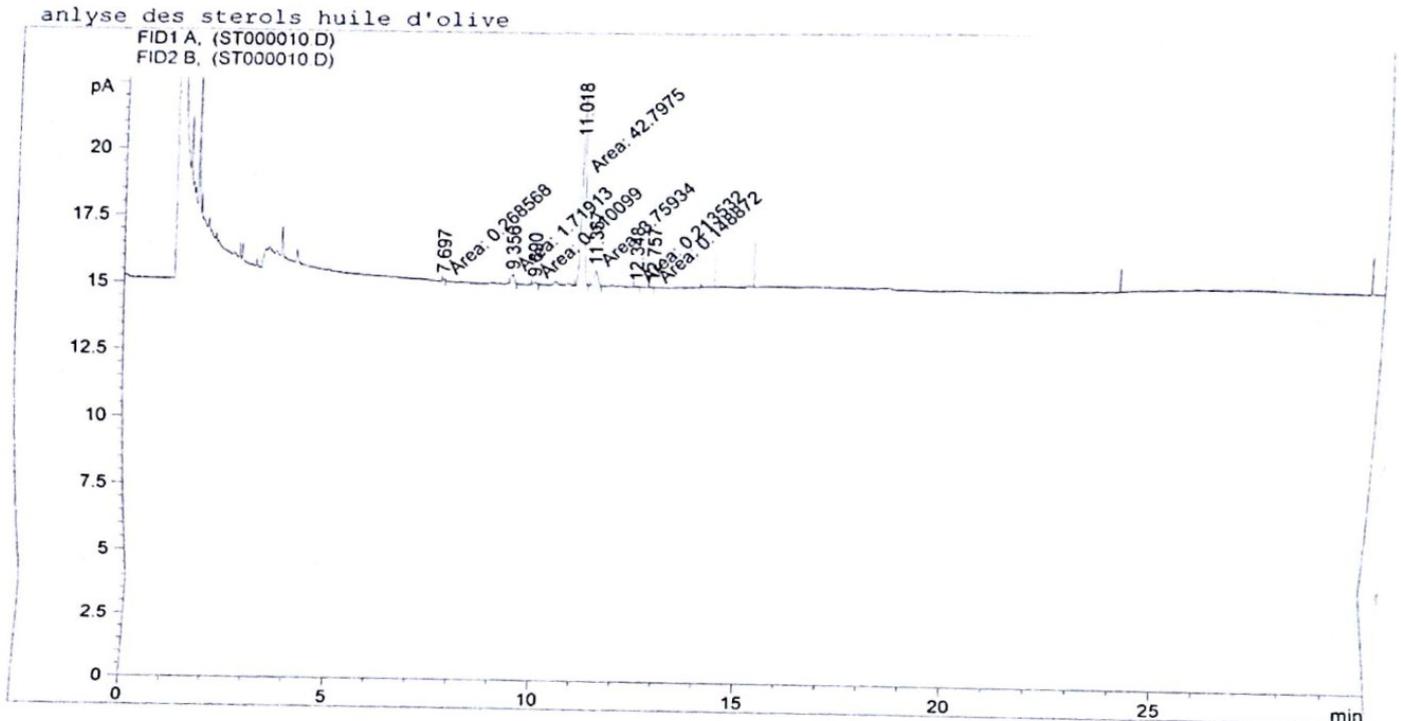


Figure 3 : Chromatogramme de l'huile de Picholine

Le chromatogramme des stérols de l'huile de picholine nous permet de rédiger le tableau suivant :

- Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau suivant :

Stérols	Temps de rétention (min)	Quantité (%)
Cholestérol	7.697	0.54347
Campestérol	9.356	3.47883
Stigmastérol	9.890	1.03223
β--Sitostérol	11.018	86.60472
Δ-5-Avénaatérol	11.357	7.60739
Δ-7- Stigmastérol	12.348	0.43210
Δ-7-Avénaatérol	12.757	0.30126

❖ Huile d'Arbequine

- Le chromatogramme obtenu sur l'échantillon de l'huile d'Arbequine est donnée sur la figure suivante :

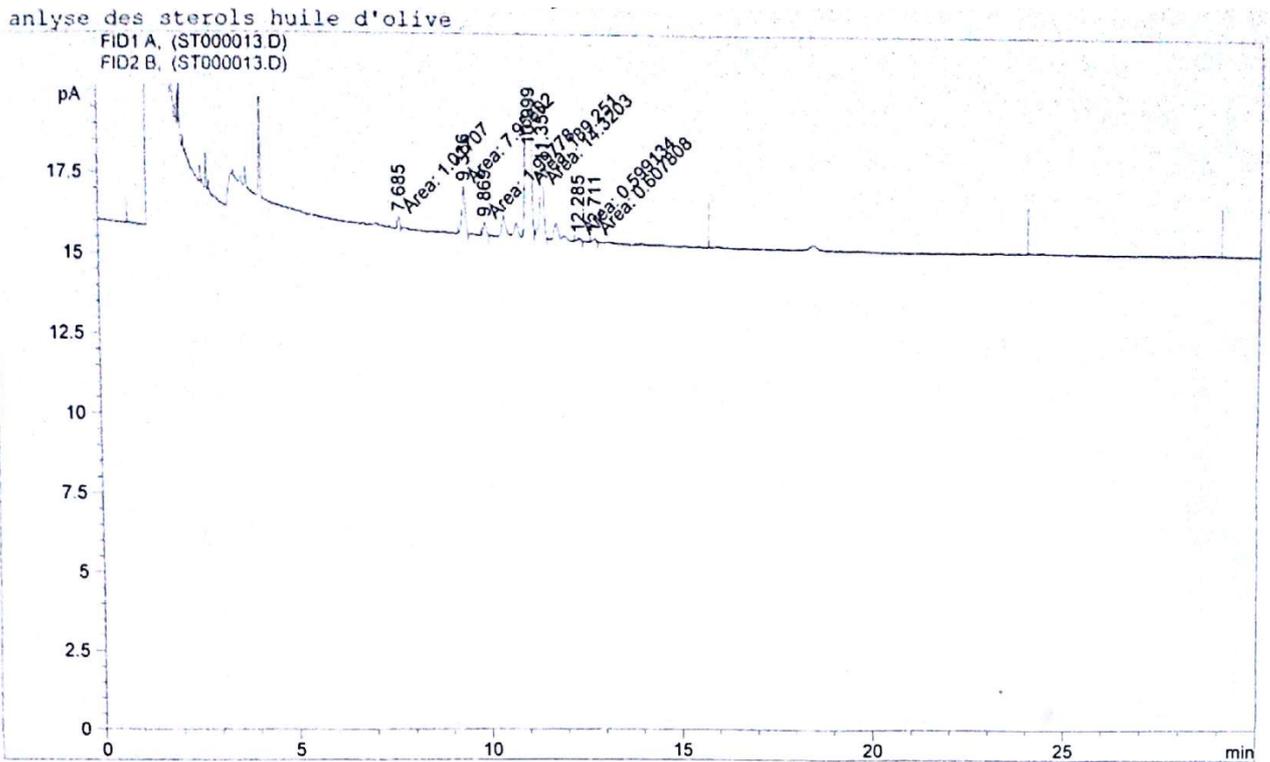


Figure 4 : Chromatogramme de l'huile d'Arbequine

Le chromatogramme des stérols de l'huile d'Arbequine nous permet de rédiger le tableau

➤ Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau suivant :

Stérols	Temps de rétention (Min)	Quantité (%)
Cholestérol	7.685	0.47141
Campestérol	9.336	3.68763
Stigmastérol	9.869	0.92598
β -Sitostérol	10.999	87.71807
Δ -5-Avénaatérol	11.354	6.63749
Δ -7- Stigmastérol	12.285	0.27770
Δ -7-Avénaatérol	12.711	0.28172

g- Normes

	Variétés étudiées						
h- Nom	Cholestérol	Campestérol	Stigmastérol	β -Sitostérol	Δ -5-Avénaatérol	Δ -7-Stigmastérol	Δ -7-Avénaatérol
Valeur	≤ 0.5	≤ 4	≤ 4	80~90		≤ 0.5	

i- Conclusion

On constate d'après les résultats obtenus sont identiques même si on varie le type d'olivier. Les pourcentages de stérols dans la Picholine et l'Arbequine sont très proches. On constate aussi que les huiles étudiées sont conformes aux normes.

3- Les cires

a- Objectif :

La méthode décrit un procédé pour la détermination de la teneur en cires de certaines matières grasses dans les conditions de l'essai.

La méthode peut être employée notamment pour différencier l'huile d'olive de pression de celle d'extraction (huile de grignon).

b- PRINCIPE DE LA METHODE :

La matière grasse, additionnée d'un étalon interne approprié, est fractionnée par chromatographie sur colonne de gel de silice hydratée ; la fraction élue en premier dans les conditions de l'essai (à polarité inférieure à celles des triglycérides) est récupérée puis analysée directement par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire.

c- Matériels :

- Colonne en verre pour chromatographie diamètre interne 15 mm, hauteur 30 à 40cm.
- Appareil de chromatographie en phase gazeuse apporté pour le fonctionnement avec colonne capillaire, équipé d'un dispositif d'injection on colonne constitué par :
 - Four pour les colonnes permettant de maintenir la température souhaitée à $\pm 1^{\circ}\text{C}$
 - Injecteur à froid pour l'introduction directe dans la colonne.
 - Révélateur à ionisation des flammes et convertisseur-amplificateur.
 - Enregistreur intégrateur approprié pour le fonctionnement avec le convertisseur
- amplificateur. Vitesse de réponse non supérieure à une seconde de vitesse de déroulement du papier variable.
- Colonne capillaire en verre ou en silice fondue, longueur 10 à 15m de diamètre intérieur 0,25 à 0,32mm recouverte à l'intérieur d'un liquide : SE-54 ou équivalent, épaisseur uniforme comprise entre 0,10 et 0,30 μm
- Micro-seringue pour injection en colonne de 10 μl équipée d'une aiguille cimentée.

d- Verrerie :

- Ballon en verre fond rond de 100ml, rodage conique 29/32.
- Ballon en verre fond rond de 250ml, rodage conique 29/32.
- Eprouvette graduée de 100ml.
- Erlenmeyer de 25ml.

e- Réactifs :

-Gel de silice 70-230 mesh art 7756 Merck. Le gel de silice doit être placé dans le four à 500°C pendant 4h .Après refroidissement, y ajouter 2% d'eau. Agiter convenablement afin d'homogénéiser la masse. Conserver à l'obscurité pendant au moins 12h avant l'emploi.

-N-Hexane, pour chromatographie.

-Ether éthylique pour chromatographie.

-N-Heptane, pour chromatographie.

-Solution étalon de Lauril Arachidate, solution à 0,1%(m/v) dans l'heptane : étalon interne.

-Gaz vecteur : hydrogène pur pour chromatographie en phase gazeuse.

-Gaz auxiliaires :

-Hydrogène pur pour chromatographie en phase gazeuse.

-Air pur pour chromatographie en phase gazeuse.

f- Mode opératoire :

- Séparation de la fraction des cires :

- Préparation de la colonne chromatographique :

Suspendre 15g de gel de silice hydraté de 2% dans le n-hexane anhydre et les introduire dans la colonne. Après tassement spontané, agiter la colonne avec un agitateur pour rendre la couche chromatographique plus homogène .Percoler 30ml de n-hexane afin d'éliminer les impuretés éventuelles.

- Conduite de la chromatographie sur colonne :

-Peser exactement 500mg de l'échantillon dans l'erlenmeyer de 25ml, ajouter la quantité appropriée d'étalon interne, en fonction du contenu présumé de cires.

Exemple : ajouter 0,1mg de Lauril Arachidate dans le cas de l'huile d'olive et 0,25 à 0,5mg dans le cas de l'huile de grignon.

Verser l'échantillon ainsi préparé dans la colonne chromatographique préparée à l'aide de deux portions de 2ml chacune de n-Hexane

g- Résultat :

Relation :

$$\%cire = \frac{\left(\frac{C_{42} + C_{44} + C_{46}}{0.5} \right)}{\text{Lauril Arachidate}} \times 100$$

➤ L'huile de Picholine

- Le chromatogramme obtenu sur l'échantillon de l'huile de Picholine est donnée sur la figure suivante :

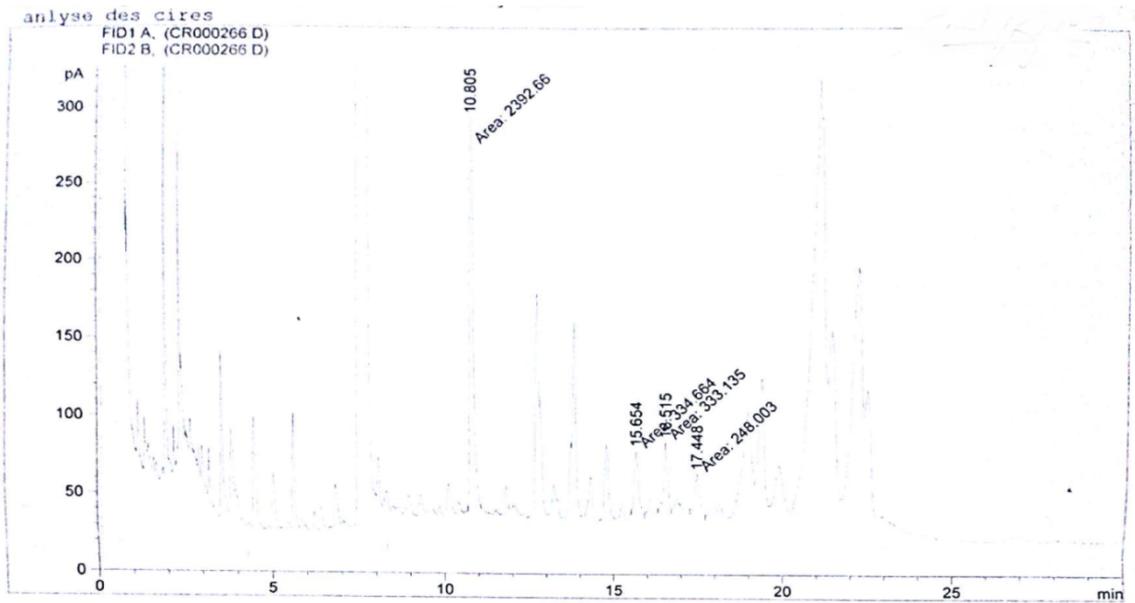


Figure 5 : Chromatogramme de l'huile de Picholine

Le digramme nous permet de calculer le pourcentage des cires présent dans l'huile.

❖ Les pourcentages de cires dans l'huile de picholine est donnée dans le tableau suivant :

Nom	Lauril Arachidate	C42	C44	C46
Temps de rétention	10.805	15.656	16.515	17.448
Quantité (%)	72.31940	10.11539	10.06919	7.49602

➤ L'huile d'Arbequine

• Le chromatogramme obtenu sur l'échantillon de l'huile d'Arbequine est donnée sur la figure suivante :

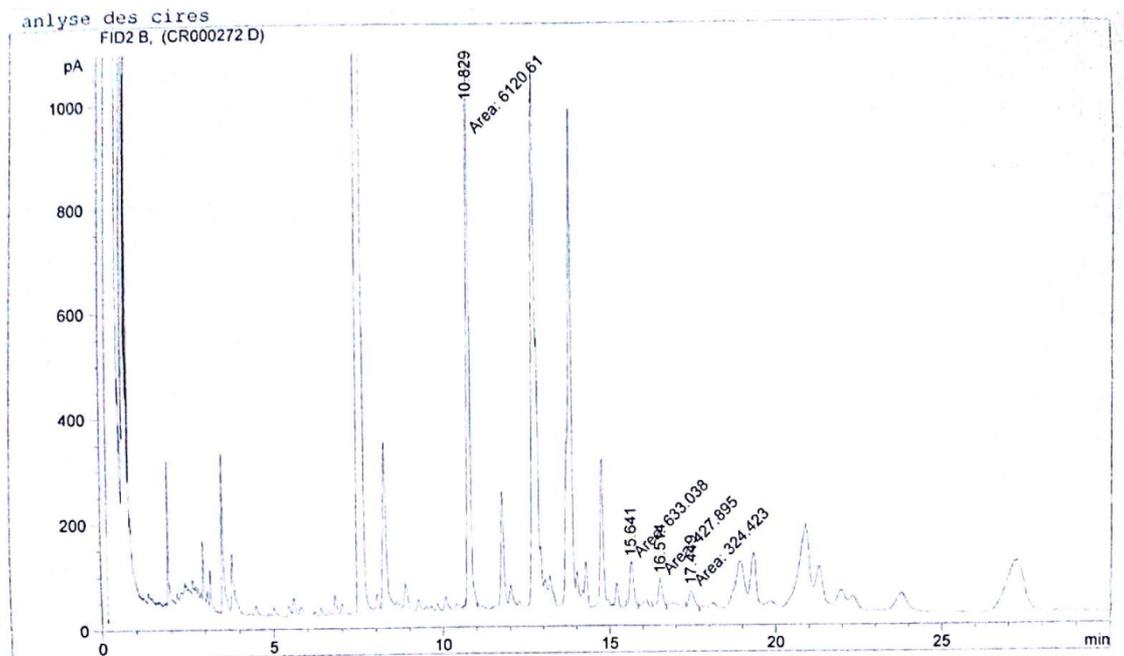


Figure 6 : Chromatogramme de l'huile d'Arbequine

Le digramme nous permet de calculer le pourcentage des cires présentent dans l'huile.

❖ Les pourcentages de cires dans l'huile de picholine est donnée dans le tableau suivant :

Nom	Lauril Arachidate	C42	C44	C46
Temps de rétention	10.829	15.641	16.514	17.449
Quantité (%)	81.54328	8.43379	5.70073	4.32219

- Huile de Picholine :

%cires= 76,55097 ppm

- Huile d'Arbequine :

%cires= 45,2685 ppm

- Normes

Type d'huile	Huile d'olive vierge	Huile d'olive courante
Norme	<150 ppm	<250 ppm

Conclusion

Mon stage de fin d'étude effectuer au laboratoire des huileries de Souss Belhassan m'a permis de me frotter et à découvrir l'environnement industrielle.

Pendant ces quarante-cinq jours j'ai pu effectuer des analyses nécessaire afin de contrôler la qualité de l'huile d'olive ainsi que quelque analyse effectuer pour le contrôle de qualité de l'huile raffinée.

J'ai pu par la même occasion me familiariser avec les méthodes de séparations chromatographiques via les types d'huile qui sont : l'huile de Picholine et l'huile d'Arbequine que j'ai pu analyser et comparer entre eux et enfin soumis aux normes afin de vérifier leurs conformité.

Bibliographie

- ❖ Malika Haddam, Hammadi Chimi, Aziz Amine. Formulation d'une huile d'olive de bonne qualité. OCL 2014, 21(5) D507.
- ❖ Prof. L.D. Walali, Prof. A. Skiredj et Prof. H. Ellatir Institut Agronomique et vétérinaire Hassan II, Rabat
- ❖ Prof. Hammadi CHIMI département de science alimentaire de l'institut agronomique et vétérinaire Hassan II, Rabat
- ❖ Conseil Oléicole International. (2009). Norme commercial applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignon d'olive. COI/NCn°3 / Rev.4.
- ❖ Manuel de laboratoire d'analyse et de contrôle de qualité HSB
- ❖ Manuel de qualité et management ISO 9001-2008
- ❖ www.internationaloliveoil.org
- ❖ www.ocl-journal.org