

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي الجمهورية

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

المديرية العامة للبحث العلمي و التطوير التكنولوجي

Direction Générale de la Recherche Scientifique et du Développement Technologique



Rapport d'activité détaillé

1. DOMICILIATION DU PROJET

Organisme de domiciliation

Université de Guelma

Organisme pilote

INRAA

2. IDENTIFICATION DU PROJET

Intitulé du projet:	Label de qualité de l'huile d'olive d'Algérie
Intitulé du domaine	Alimentation et industries alimentaires
Intitulé de l'axe	Qualité et sécurité sanitaire des aliments
Intitulé du thème	Normes et qualité des produits alimentaires

3. Identification de l'Equipe de recherche

Equipe de recherche			
Nom et prénom	Grade	Etablissement de rattachement	Observation
OUMEDDOUR Rabah	Professeur	Université de Guelma	Chef de projet
NIGRI Soraya	M.C	Université de Guelma	
DJEROUROU Abdelhafid	Professeur	Université de Annaba	Existe sur un autre projet
SELAIMIA Radia	M.A	Université de Skikda	
KHRIBECHE Azedine	M.A	Université de Skikda	
OUMEDDOUR	Assia	Coopérative agricole Guelma	Partenaire socio économique

Table des matières

I Introduction	p. 3
II Contenu du travail (théorie et expérimentation)	p.5
1 Analysis of volatile compounds	p.7
2 Caractérisation de l'huile d'olive produite en Algérie	p.13
3 Récupération de l'huile de grignon d'olive	p.19
4 <i>Les méthodes chimométriques</i>	p.21
III Conclusions	p.26
IV Bibliographie	p.25
V Information financière	p. 34

I Introduction

Les pouvoirs publics ont également décidé d'instituer un label pour l'huile d'olive algérienne pour qu'elle puisse s'exporter. Il s'agit d'améliorer sa qualité et son conditionnement. Pour le moment seul 1% des quantités exportées est conditionné, le reste est vendu en vrac et est mis, sur les marchés extérieurs, par des sous-traitants étrangers. Améliorer la qualité de l'huile d'olive lui ouvrirait des perspectives sur le marché mondial de plus en plus demandeur et de plus en plus exigeant des normes et qualité. Le label est une garantie pour le produit 100 % algérien qui cherche à se positionner sur le marché international.

L'Algérie dispose actuellement de plus de 32 millions d'oliviers, couvrant approximativement quelque 300.000 hectares. Cependant, l'Algérie ne produit qu'un tiers de ses capacités, ce qui la place loin derrière ses voisins immédiats le Maroc et la Tunisie. Les pays du Bassin méditerranéen concentrent 98% des plantations d'oliviers et fournissent 90% de la production mondiale d'huile d'olive.

En Algérie l'olivier (*Olea europea* L.) occupe 2,3% de la superficie totale du pays, l'oléiveraie algérienne génère une production moyenne annuelle d'huile oscillant autour de 192 000 t et environ 45 000 t d'olives de table.

En plus des caractéristiques relatives à l'aspect et à l'arôme, c'est le taux d'acidité qui est le plus pris en compte pour apprécier la qualité de l'huile d'olive. Un taux inférieur à 1% serait l'idéal, mais rares sont les huiles qui répondent à ce critère de sélection car certains paramètres liés à la cueillette, à l'entreposage des olives et au conditionnement de l'huile influent sur sa qualité. Cela dit, et malgré l'absence de circuits de commercialisation, l'huile d'olive algérienne est bel et bien exportable. A l'heure de la mondialisation, certaines entreprises privées se sont lancées à la conquête des marchés internationaux, mais les normes de qualité imposées constituent un motif valable pour développer une recherche dans le domaine.

L'absence de label de qualité remet en cause la traçabilité des produits de terroir et les confronte à une concurrence déloyale et à la contrefaçon. La Tunisie et le Maroc, pays voisins

devenus en si peu de temps des concurrents potentiels puisqu'ils arrivent à placer, sur le marché mondial, environ 30 % de leurs productions nationales d'huile d'olive.

II Contenu du travail (théorie et expérimentation)

En plus des caractéristiques relatives à l'aspect et à l'arôme, c'est le taux d'acidité qui est le plus pris en compte pour apprécier la qualité de l'huile d'olive. Un taux inférieur à 1% serait l'idéal, mais rares sont les huiles qui répondent à ce critère de sélection car certains paramètres liés à la cueillette, à l'entreposage des olives et au conditionnement de l'huile influent sur sa qualité. Cela dit, et malgré l'absence de circuits de commercialisation, l'huile d'olive algérienne est bel et bien exportable. A l'heure de la mondialisation, certaines entreprises privées se sont lancées à la conquête des marchés internationaux

1/ Etude de l'adultération de l'huile d'olive extra vierge par infrarouge à transformée de Fourier avait des objectifs multiples : le premier était d'étudier la capacité de la spectrométrie infrarouge à transformée de fourrier IRTF comme une approche rapide d'évaluation la qualité de l'huile d'olive extra vierge et la détection des fraudes. Le deuxième objectif était de lier les données spectrales aux indicateurs de qualité grâce à l'analyse chimiométrique. Différentes méthodes chimiométriques telle que les régressions multiples, les régressions en sens des moindres carrés partiels (PLS) et l'analyse en composantes principales ont été appliquées pour traiter ces données spectrales.

2/ un autre thème a été réalisé avec un étudiant master intitulé : Suivi de l'oxydation de l'huile d'olive par spectrométrie Infrarouge et UV-Visible. L'objectif de ce travail était de développer et d'explorer le potentiel des méthodes spectrales (UV-visible et IRTF) comme des méthodes rapides d'évaluation de la stabilité et la qualité d'une huile au cours de chauffage.

3/ La spectrométrie IRTF appliquée aux huiles étudiées a montré une diminution d'intensité des bandes d'absorbance correspondant aux vibrations d'élongation des groupes CH_3 et CH_2 . Ces évolutions sont liées à l'évolution du degré d'oxydation de l'huile d'olive extra vierge et de la longueur relative des chaînes carbonée. Nous avons également observé que la bande de déformation du groupe CH_2 présente une diminution d'intensité qui peut être mise en relation avec la diminution de la longueur des chaînes.

4/ L'examen spectrophotométrique dans l'ultraviolet peut fournir des indications sur la qualité d'une huile, sur son état de conservation, et sur les modifications dues aux processus technologiques. L'analyse par UV-visible a montré que le traitement thermique peut détruire les chlorophylles et les caroténoïdes.

Le chauffage de l'huile peut aussi modifier les propriétés physiques comme la viscosité et la densité.

Pour trouver des explications chimiques aux phénomènes observés, nous avons combiné l'infrarouge à transformée de fourier à l'analyse chimiométrique d'où le thème ci-dessous

3) Etude de l'oxydation de l'huile d'olive extra vierge par IRTF : apport des méthodes chimiométriques. Le but de cette étude était de lier les informations chimiques et physico-chimiques aux données spectrales grâce à l'analyse statistique et chimiométrique, afin de trouver une explication chimique aux phénomènes observés, et pour caractériser l'influence du traitement thermique sur la composition et la qualité des huiles végétales.

L'objectif général du projet était d'établir une banque de données précises sur la composition des huiles d'olive algériennes et sur leurs qualités alimentaires.

Après une étude statistique détaillée, les modèles de régression de trois et quatre variables ont montré que l'oxydation de l'huile d'olive est caractérisée par des intensités élevées des bandes; ces bandes peuvent être utilisées comme des marqueurs d'oxydation. Le modèle des moindres carrés partiel, PLS, à deux composantes retenues par validation croisée a été exposé. Les résultats obtenus par l'analyse en composantes principales et l'analyse hiérarchique sont analogues et permettent de faire une classification des huiles étudiées en quatre sous groupes différents : huile extra vierge, huile vierge, huile oxydée et huile dégradée.

Une étude a été réalisée avec deux étudiantes master qui porte sur la stabilité thermique de l'huile d'olive en se basant sur l'effet des métaux sur sa qualité. Nous avons proposé des couplages des méthodes d'analyse et la chimiométrie. Ces outils permettent d'obtenir soit des indicateurs de qualité ou de non-conformité d'une huile soit de construire une empreinte analytique.

Objectifs spécifiques

- Etude bibliographique sur les huiles d'olive : composition, normes de qualité
- Valorisations et analyses des extraits organiques.
- Caractérisation des divers échantillons : indice d'acide, indice d'iode, indice de saponification, indice de peroxyde

- Chromatographie en phase gazeuse de divers échantillons, CG/MS
- Caractérisation des huiles par spectroscopie FT-IR
- Extraction SPME des substances volatiles
- Suivi de la stabilité des huiles par spectroscopie IR au cours du temps
- Suivi de la stabilité des huiles par spectroscopie IR en fonction de la température
- Etude de la qualité de l'huile d'olive vierge par région et par variété en vue d'améliorer ses qualités alimentaires
- Détermination des différences structurales en vue d'une labellisation des produits
- Amélioration des rendements et de la qualité de l'huile d'olive algérienne
- Corrélation variété-composition

L'huile d'olive extra vierge est un produit sain qui peut être utilisé pour les préparations chaudes et froides. Les acides gras contenus dans l'huile sont principalement des omega-9 mono insaturés (le plus connu est l'acide oléique). Ces acides gras font diminuer légèrement le mauvais cholestérol (LDL) et maintiennent le bon cholestérol à niveau (HDL) ou le font même augmenter un peu. Ils contribuent donc de cette manière à la protection de l'organisme contre les maladies cardiovasculaires. L'huile d'olive non raffinée, comme l'huile d'olive extra contient, entre autres, de la vitamine E et des polyphénols (des antioxydants).

1 Analysis of volatile compounds

Volatile profile of virgin olive oils was established using SPME and gas chromatography coupled to mass spectrometry.

GC analyses were carried out using an Agilent 6890 Gas Chromatograph equipped with a Flame Ionization Detector (FID) and coupled to an Agilent 5973 Mass Selective Detector (quadrupole), equipped with two fused silica capillary columns HP-1 (polydimethylsiloxane 50 m × 0.2 mm i.d., film thickness: 0.33 µm for GC-FID and 0.5 µm for GC-MS). The carrier gas was the helium (constant flow: 1 mL/min). The column temperature program was as follows: 60 to 250 °C at 2 °C/min and then held isothermal for 20 min. The FID temperature was set at 250 °C and the temperature of ion source and the transfer line were 170 and 280 °C; energy ionization, 70 eV; electron ionization

mass spectra were acquired over the mass range 35-350 atomic mass units. Before sampling, the fiber was reconditioned for 5 min in the injection port at 250 °C, and blank runs were carried out periodically during the study.

1.1 Identification

Quantitative analysis of the volatile fraction was performed by means of HS-SPME/GC-MS. Volatile compounds present in Algerian virgin olive oils were identified by computer matching their mass spectra with reference mass spectra with those of the laboratory library (wiley6N, Nist98). Then, comparing their GC retention indices (RI) on apolar column, determined relative to the retention times of a series of n-alkanes (C₅-C₂₈) with those of reported in the Literature. The relative proportions of the constituents were obtained by FID peak area normalization. Three replicates were performed for each sample; the average of these values and the standard deviation were determined for each component identified.

1.2 Results and discussion

The aroma of olive oil is attributed to aldehydes, alcohols, esters, hydrocarbons, ketones, furans, and probably, other as yet unidentified volatile compounds.

Hexanal, (*E*)-2-hexenal, 1-hexenol, (*Z*)-3-hexenol and 3-methyl butanol are found in the most virgin olive oils in Europe. A previous study of Italian, Spanish and Moroccan extra virgin olive oil confirmed the richness of C₆ volatile compounds in Italian oils but showed that they were poor in fruity esters. The fruity esters, ethyl isobutyrate, ethyl butyrate, ethyl 2-methylbutyrate, ethyl 3-methylbutyrate and ethyl cyclohexylcarboxylate were rich in Moroccan extra virgin olive oil [29].

The headspace of Tunisian virgin olive oils were particularly rich in C₆ aldehydes (Hexanal, (*E*)-2-hexenal and (*Z*)-3-hexenal) [26,30].

A list of different compounds identified by HS-SPME-GC-MS of Algerian virgin olive oil is reported in Table II.

Ninety-two compounds were isolated and seventy-eight were identified representing about 90 % of the total amount. The number of identified compounds depends on the quality of the virgin olive oil

and the methodology adopted for their determination, the temperature and the time used for obtaining the volatile fraction [31].

The major compounds identified were hexanal, (*E*)-2-hexenal, (*E*)-2-hexenol, 1-hexenol and (*Z*)-3-hexenol.

In addition, the aroma of Algerian virgin olive oils contains reasonable amount of pentene dimmers and C₅ compounds (Table II). The presence of these compounds indicates the existence of an additional branch of the LOX pathway, which leads to production of C₅ compounds through the alkoxy radical already proven in soy seeds. Similar results were observed for Tunisian virgin olive oils [2].

In all oil samples analyzed, the most representative C₆ compounds are aldehydes which accounted for 87.9% to 40.6% respectively of whole C₆ fraction of Azeradj of Oued Souf and Chemlel of Bejaia region. Furthermore, the percentage of alcohols differed according to the cultivar. It ranged from 47.3 to 11.4%, respectively in Chemlel of Tizi Ouzou and Blanquette of Guelma oils. Esters, one differed also from a cultivar to another; it varied from 46.9% to 0%, respectively in Chemlel of Bejaia and Azeradj of Oued Souf (Figure 1).

The nature of the cultivar can be evidenced by different concentration of C₆ compounds arising from the enzymatic oxidation of linolenic acid of oils (Table III).

The results of Table III prove that genetic effect related to the cultivar is one of the most important aspects of volatile composition of olive oil.

It is worth to mention that a non-identified component represented by 1203 retention indice is present in large amounts in Oued Souf olive oil.

1.3 Materials and Methods

Olive oil samples

Six virgin olive oil samples, extracted from olives of the Chemlel, Azeradj and Blanquette varieties from different regions of Algeria were used for the investigation of this study.

A and B are respectively Chemlel and Azeradj of Oued Souf in the south, C and D are Blanquette of Guelma and Heliopolis in the north east and E and F are Chemlel of Tizi Ouzou and Bejaia in the middle of Algeria (Table I).

3 Results and discussion

The aroma of olive oil is attributed to aldehydes, alcohols, esters, hydrocarbons, ketones, furans, and probably, other as yet unidentified volatile compounds.

Hexanal, (*E*)-2-hexenal, 1-hexenol, (*Z*)-3-hexenol and 3-methyl butanol are found in the most virgin olive oils in Europe. A previous study of Italian, Spanish and Moroccan extra virgin olive oil confirmed the richness of C₆ volatile compounds in Italian oils but showed that they were poor in fruity esters. The fruity esters, ethyl isobutyrate, ethyl butyrate, ethyl 2-methylbutyrate, ethyl 3-methylbutyrate and ethyl cyclohexylcarboxylate were rich in Moroccan extra virgin olive oil [29].

The headspace of Tunisian virgin olive oils were particularly rich in C₆ aldehydes (Hexanal, (*E*)-2-hexenal and (*Z*)-3-hexenal) [26,30].

A list of different compounds identified by HS-SPME-GC-MS of Algerian virgin olive oil is reported in Table II.

Ninety-two compounds were isolated and seventy-eight were identified representing about 90 % of the total amount. The number of identified compounds depends on the quality of the virgin olive oil and the methodology adopted for their determination, the temperature and the time used for obtaining the volatile fraction [31].

The major compounds identified were hexanal, (*E*)-2-hexenal, (*E*)-2-hexenol, 1-hexenol and (*Z*)-3-hexenol.

In addition, the aroma of Algerian virgin olive oils contains reasonable amount of pentene dimers and C₅ compounds (Table II). The presence of these compounds indicates the existence of an additional branch of the LOX pathway, which leads to production of C₅ compounds through the alkoxy radical already proven in soy seeds. Similar results were observed for Tunisian virgin olive oils [2].

The SPME analysis of Chemlel oils of Oued Souf allowed to the identification among the main volatiles: hexanal 21.5%, (*E*)-2-hexenal 12.6%, (*E*)-2-hexenol 9.6%, 1-hexenol 4.8% and formic acid 2.8%.

2 CARACTERISATION DE L'HUILE D'OLIVE PRODUITE EN ALGERIE

1.Introduction

Le traitement de l'olive et l'huile qui en dérive imposent des défis environnementaux à relever en amont et en aval de la filière oléicole. La problématique environnementale des margines et des grignons d'olives demeure entière dans les pays oléicoles et plus particulièrement dans les pays des rives sud et est de la Méditerranée, qui connaissent de vastes programmes de plantation et de modernisation du secteur industriel pour l'accroissement et l'amélioration de la qualité de leur production oléicole.

Depuis le tournant du siècle, les huiles végétales ont progressivement remplacé les huiles animales comme source principale de graisse alimentaire. En fait, les huiles végétales comptent pour plus de 70% de la production de la graisse alimentaire dans le monde. On estime que la valeur économique de la graisse végétale sur le marché mondial est d'environ 32 milliards d'Euros [33]. L'oléiculture couvre une superficie de 240.000 ha en Algérie ref, dont 80 % de la récolte est destiné à la production de l'huile. La labellisation de l'huile d'olive algérienne tarde à voir le jour. Depuis le temps qu'on en parle, aucun texte de loi n'est venu conforter l'idée. L'Algérie veut accroître les surfaces consacrées à la culture de l'olivier, pour couvrir les besoins en huile du marché local mais aussi pour exporter.

L'huile d'olive vierge se compose principalement d'acides gras mono-insaturés 72%, de 14% d'acides gras poly-insaturés, et de 14% d'acides gras saturés [34]. Les constituants mineurs de l'huile d'olive peuvent être utilisés comme des indicateurs de son authenticité physico-chimique, et lui prêtent ses propriétés sensorielles et biologiques distinctives.

Par ailleurs, la classification des huiles d'olive vierges tient compte des critères physicochimiques, mais aussi des caractéristiques organoleptiques, de manière à assurer aux consommateurs un produit de qualité, particulièrement sur le plan sensoriel [35].

Il faut noter que dans la plupart des cas, les paramètres de qualité changent avant que l'huile n'arrive au consommateur. L'huile d'olive est susceptible à des réactions hydrolytiques et oxydantes qui peuvent compromettre sa qualité [36].

L'acidité de l'huile d'olive est évaluée par la quantité d'acides gras libres, exprimée, en gramme d'acide oléique par 100g d'huile d'olive. Elle est apparue comme moyen simple et efficace pour l'évaluation qualitative et la classification par catégorie commerciale des huiles d'olive. Fraîchement extraite à partir d'olives saines et selon de bonnes pratiques de trituration, l'huile d'olive présente une très faible acidité. Dans le cas contraire et au cours du stockage, l'huile d'olive peut s'altérer et son acidité augmente suite à la libération d'acides gras par hydrolyse des triglycérides. Des huiles d'olive ayant une acidité supérieure à 3.3% ne sont pas comestibles, et doivent être raffinées [37]. La composition en acides gras est un paramètre de qualité et un indicateur d'authenticité d'huiles d'olive vierges [38]

L'indice de peroxyde quant à lui est exprimé généralement en milliéquivalent d'oxygène par kg d'huile, cet indice sert à évaluer l'état de conservation d'une matière grasse au cours du stockage, et ne doit pas dépasser 20 meq O₂/Kg pour toutes les catégories d'huile d'olive. Il indique l'état de rancissement de l'huile d'olive qui pourrait être lié à l'état avancée de maturation des olives, à l'exposition des olives et/ou l'huile d'olive à l'oxydation lors des différentes étapes de trituration et lors du stockage. L'indice de peroxyde sert à évaluer la quantité de peroxydes présents dans l'huile (quantité d'acide gras à l'état rance) [39].

La spectroscopie infrarouge de transformée de Fourier (FTIR) est devenue une alternative à ces techniques en raison de sa simplicité dans la manipulation d'échantillon et le prétraitement inutile [40].

2. Partie expérimentale

2.1. Matériels, méthodes d'extraction

Les échantillons d'huile d'olive ont été collectés au niveau d'unités régionales de trituration d'olives E1=Guelma, E2=Lakhdaria, E3=Collo, E4=Béjaia, E5=Constantine, E6=Tiziouzuou. Ceux utilisés lors de la réalisation de ce travail proviennent de la campagne oléicole 2007/2008-2008/2009-2009/2010.

Les analyses des caractéristiques chimiques de divers échantillons d'huiles d'olive, collectés au niveau d'unités de trituration régionales, ont été effectués selon les normes commerciales établies par le COI applicables à l'huile d'olive et à l'huile de grignons d'olive.

Détermination de l'indice d'acide

L'acidité libre a été déterminée par mise en solution d'une prise d'essai de 1g dans 50 ml d'éthanol en présence de phénophtaléine, comme indicateur coloré, puis titrage des acides gras libres présents avec une solution d'hydroxyde de potassium 0.1N .

Détermination de l'indice de peroxyde

L'indice de peroxyde a été évalué comme suit: 1g d'huile d'olive est dissoute dans 12.2 ml d'une solution d'acide acétique/ chloroforme (3:2, V:V). 15 ml d'une solution de KI saturée sont additionnés au mélange, on place celui ci à l'obscurité pendant 5min, ensuite 60ml d'eau distillée sont ajoutées. Dans une seconde étape on ajoute 1ml d'une solution d'empois d'amidon (une couleur violette apparaît), avant le titrage par la solution de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ à 0,01N, jusqu'à la disparition de la couleur violette. Un essai à blanc est réalisé dans les mêmes conditions.

3. RESULTATS ET DISCUSSION :

A partir des résultats obtenus, on note que la majorité des échantillons d'huiles d'olive étudiés respectent la limite permise par la norme du COI pour la classification en tant que huile d'olive vierge extra. Certains échantillons sont situés à la valeur limite supérieure au dessus de laquelle ces huiles se déclassent en catégorie d'huile d'olive vierge courante. Ce résultat peut être lié à une exposition excessive des olives et des huiles extraites à l'air et à la lumière. Le réchauffement de la pâte d'olive et une longue durée de malaxage ne sont pas à écarter non-plus.

3.1 Détermination de l'Indice d'acide

Détermination de l'acidité de l'huile d'olive. Un récapitulatif de l'acidité (exprimée en % d'acide oléique) et la comparaison qualitative des échantillons d'huile d'olive analysés.

Sur la base de cet indice ; toutes les huiles analysées et quel que soit leurs origines semblent se classer dans la catégorie « Huile d'olive «vierge extra » puisque la teneur en acide gras libre des échantillons analysés reste en dessous de 0,8%.

Selon les échantillons analysés, une faible variation de l'acidité libre est observée. Elle peut être attribuée aux pratiques technologiques lors du processus de trituration et également au temps de séjour des olives avant la trituration. Les acides gras libres résultent de l'action des lipases sur les triglycérides, ou de toute autre activité hydrolytique de ces triglycérides pouvant se produire avant, pendant ou après la trituration des olives. Cependant, un niveau élevé d'acidité peut être également attribué à l'état de maturité avancé du fruit et/ou au stockage prolongé et inadéquat avant trituration. Les olives peuvent subir dans ce cas des lésions qui peuvent engendrer des contaminations de l'huile [41] et donner des huiles avec une forte acidité et des caractères organoleptiques altérés.

Ce paramètre d'acidité a, pour longtemps, été considéré comme un critère principal de qualité et de norme commerciale d'huile d'olive [42]. Actuellement d'autres critères de qualité, physico chimiques et principalement organoleptiques, lui sont associés.

3.2 Détermination de l'indice de peroxyde

Pour les échantillons étudiés, les teneurs en peroxyde vont de 6.09 à 17.62 meq O₂/ kg d'huile

En comparant ces valeurs à ceux de la norme commerciale du COI, on constate également que tous les échantillons analysés sont conformes à la norme ce qui permet aussi de classer ces huiles dans la catégorie vierge extra ($IP \leq 20$).

La détermination de la teneur en peroxydes dans les huiles permet d'évaluer le niveau d'oxydation primaire produite au cours du stockage et/ou l'élaboration de l'huile. La formation des peroxydes est due à la présence de l'oxygène dissout dans l'huile et de certains facteurs favorisants (UV, eau, enzyme, trace de métaux, etc.). En particulier, deux types d'oxydation peuvent être distingués: l'auto-oxydation et la photo-oxydation. Dans les deux cas, un radical libre se forme à partir d'un acide gras insaturé qui réagit avec une molécule d'oxygène provoquant la formation d'un radical peroxydique, ceci réagit avec une autre molécule d'acide gras et forme par la suite un hydroperoxyde (auto-oxydation). Dans le cas de la photo-oxydation, les radiations lumineuses (U.V) excitent une molécule du pigment (par exemple la chlorophylle) qui initie le processus de l'oxydation en présence d'oxygène [43-47]

3.3 Spectroscopie infrarouge à transformé de fourrier (FTIR)

3.3.1. Appareillage

Le spectromètre Spectrum One FT-IR de PerkinElmer est un instrument autonome à poser sur la surface de travail et qui offre les caractéristiques suivantes :

- Un large compartiment à échantillons que l'on peut purger. Le spectrum One peut fonctionner en mode rapport, faisceau simple ou interférogramme.
- Un système optique qui vous permet de recueillir les données sur un éventail total de 7800 à 370 cm^{-1} (220 cm^{-1} avec le fractionneur de faisceau CsI) avec une résolution idéale de 0.5 cm^{-1} .
- Un détecteur à infrarouge central.
- Un système électronique basé sur le processeur à signaux numériques.

Une à deux gouttes d'huile est déposées et bien étalées sur la surface centrale du KBr à l'aide d'un compte-gouttes, Pour chaque huile les mesures sont effectuées automatiquement

Le nettoyage de la cellule après chaque mesure est effectué avec du chloroforme.

3 Récupération De L'huile De Grignon D'olive

L'huile de grignon représente une perte en rendement de la production de l'huile d'olive algérienne. Elle constitue une source de pollution des fleuves jouxtant les huileries. Il est donc nécessaire de trouver une méthode efficace de récupération de quantités importantes d'huile d'olive. Le procédé d'extraction liquide –liquide permet de récupérer des quantités appréciables de cette denrée rare et coûteuse. Les teneurs en huile d'olive montrent que 4 à 10 % d'huiles sont perdues annuellement dans la nature, ce qui constitue aussi un problème majeur pour l'environnement du essentiellement à la dégradation chimique et biologique de ce produit.

La valorisation du produit, pour un usage industriel, doit constituer un facteur de stimulation en vue de l'accroissement des rendements.

Le rendement de l'extraction de huile à partir du grignon d'olive augmente en fonction de l'addition de l'éthanol à l'hexane. Après plusieurs essais avec et sans ultrasons, le mélange le plus intéressant semble être celui qui est constitué de 30% d'éthanol et de 70% d'hexane.

L'extraction solide liquide est une opération de séparation qui consiste à extraire un composant d'une phase solide en comportement plusieurs, en le transférant sélectivement vers une phase liquide, soit par simple dissolution, soit par l'intermédiaire d'une réaction chimique [48]. Les grignons sont les résidus solides issus de la première pression ou centrifugation et sont formés des pulpes et noyaux d'olives. Ce produit peut être transformé en un produit destiné à l'alimentation animale ou en huile dite de grignons d'olive après extraction chimique

Avec une population approximativement de 20 millions d'oliviers distribués à travers 200,000 ha, l'Algérie produit chaque année des quantités considérables de grignon, ce sous-produit des huileries a une petite valeur économique jusqu'à présent, La grande majorité de celui-ci est simplement jetée dans la nature [49]. Dans le but d'optimiser l'extraction de l'huile de grignon d'olive et des semences huileuses, plusieurs solvants en ont été testés.

Des quantités énormes d'huiles sont déversées dans les fleuves à cause d'une mauvaise récupération de l'huile de grignon. La récupération de l'huile de grignon est aussi nécessaire à la fois pour préserver l'environnement et pour accroître les rendements. L'huile de grignon sera soumise à une extraction liquide-liquide pour une récupération en vue d'usages industriels. Nous expérimenterons en particulier un procédé d'extraction à deux phases aqueuses utilisant des agents tensio-actifs non ioniques ou encore l'extraction sous ultrasons.

La valorisation du produit, pour un usage industriel, doit constituer un facteur de stimulation en vue de l'accroissement des rendements.

Le rendement de l'extraction de l'huile à partir du grignon d'olive augmente en fonction de l'addition de l'éthanol à l'hexane. Après plusieurs essais avec et sans ultrasons, le mélange le plus intéressant semble être celui qui est constitué de 30% d'éthanol et de 70% d'hexane.

Dans le but d'optimiser l'extraction de l'huile de grignon d'olive et des semences huileuses, plusieurs solvants en ont été testés.

Dans le présent travail, on cherche à déterminer l'influence de la concentration d'éthanol dans l'hexane sur le rendement d'extraction de l'huile de grignon d'olive.

L'extraction est réalisée à température ambiante dans un cristalliseur contenant 100 ml de solvant et 100 g de grignon d'olive.

Pour étudier l'effet du solvant sur le rendement de l'extraction de l'huile de grignon différents mélanges de solvants d'extraction ont été utilisés. Toutes les expériences ont été répétées trois (3) fois.

Le grignon d'olive qui est utilisé dans cette investigation provient d'une huilerie à chaînes continues qui se trouve à Lefdjoudj, localité sise à deux (2) km ouest de Guelma. Ce grignon d'olive a été utilisé telle qu'il a été reçu. D'après la littérature les grignons d'olive contiennent à peu près 40% d'humidité.

Dans le présent travail, on cherche à déterminer l'influence de la concentration d'éthanol dans l'hexane sur le rendement d'extraction de l'huile de grignon d'olive.

Méthodes d'extractions

L'extraction est réalisée à température ambiante dans un cristalliseur contenant 100 ml de solvant et 100 g de grignon d'olive.

Matériel

Le grignon

Le grignon d'olive qui est utilisé dans cette investigation provient d'une huilerie à chaînes continues qui se trouve à Lefdjoudj, localité sise à deux (2) km ouest de Guelma. Ce grignon d'olive a été utilisé telle qu'il a été reçu. D'après la littérature les grignons d'olive contiennent à peu près 40% d'humidité .

4 Les méthodes chimiométriques:

En effet, les spectres sont le résultat d'une interaction rayonnement-matière. En plus de la spectroscopie en tant que méthode analytique, on peut envisager de recourir à une modélisation des résultats expérimentaux de nombreux substrats même les plus complexes. Dans certains cas, les modèles obtenus peuvent être plus ou moins acceptables.

De très nombreuses méthodes d'exploitation des données spectrales ont été décrites et utilisées. L'approche chimiométrique permet d'exploiter la plus grande partie de l'information tirée de la spectroscopie sans pour autant remettre l'approche théorique.

II.1. Qu'est-ce que la chimiométrie ?

La chimiométrie est un outil utilisé afin d'extraire de l'information pertinente et utile à partir de données physicochimiques mesurées ou obtenues à partir de la littérature. Elle est basée sur la construction, puis l'exploitation d'un modèle de comportement à l'aide d'outils statistiques ; elle peut traiter des systèmes complexes et donc généralement multivariables. [] Elle s'applique à toutes les étapes de l'analyse, depuis la première conception de l'expérience jusqu'à ce que les données soient complètement exploitées. [Site]

On distingue 2 opérations:

- L'étalonnage en laboratoire (ou modélisation) où toutes les mesures de variables doivent être réalisées et où le modèle (ou « prédicteur ») est calculé.
- La prédiction, utilisation courante « sur le terrain », où seules les variables X « faciles » sont mesurées, les autres, Y, étant calculées à l'aide du modèle.

II.2. Classement des méthodes chimiométriques :

Les méthodes chimiométriques potentiellement utilisables sont extrêmement nombreuses et disparates. Les méthodes se classent tout d'abord en deux grands groupes, selon qu'elles reposent sur un modèle linéaire ou non-linéaire. Dans une approche linéaire, on

fait l'hypothèse que l'information peut être extraite à partir d'une combinaison linéaire des variables considérées.

Les méthodes non linéaires actuelles sont essentiellement connexionnistes. Ces méthodes font partie du domaine de l'intelligence artificielle. Dans de telles méthodes, le modèle prédictif est sous la forme d'un réseau de petites unités connectées entre elles. Chaque unité, appelée neurone traite de manière très simple une partie de l'information, et communique les résultats à un autre élément du système. Le système connexionniste le plus connu est le réseau neuromimétique multicouche, qui est une alternative aux méthodes prédictives telles que la régression ou l'analyse discriminante.

Un deuxième élément de classification des méthodes chimiométriques porte sur le mode de construction du modèle. Dans certaines situations, on ne dispose pas d'informations autres que celles provenant des données spectrales. On parle, dans ce cas, de méthodes non-supervisées.

Ces deux méthodes permettent, par des procédés mathématiques très différents, de construire des cartes de ressemblance entre les différents objets étudiés. Dans les méthodes supervisées, l'établissement du modèle se fait en exploitant une connaissance a priori, associée à une collection d'étalonnage.

II.3. les méthodes chimiométriques :

II.3.1. Les méthodes exploratoires :

Correspondent à l'objectif de description des données et comprennent à la fois des méthodes élémentaires tels que le calcul de la moyenne et de l'écart-type des spectres ou des méthodes plus sophistiquées comme l'analyse en composantes principales que nous présenterons de manière assez détaillée. Le regroupement des spectres dans des classes homogènes est l'objet des méthodes de classification.

II.3.2. Les méthodes prédictives :

Leurs objectif est de prédire (ou estimer) au mieux à partir des données, les valeurs d'une ou plusieurs variables pour de nouveaux échantillons. Dans les applications analytiques,

le cas le plus fréquemment rencontré correspond à la prédiction d'une variable quantitative, telle que la concentration d'un composant présent dans le produit étudié. La méthode très connue appelée Partial least square (PLS) est bien adaptée aux données spectrales. [site] <http://www.csim.cnrs.fr/Chimiometrie.html>

II.3.2.1. Les régression simple et multiple :

La Régression linéaire simple cherche à « expliquer » les valeurs prises par une variable y par les valeurs prises par une autre variable x , ces deux variables étant supposées avoir entre elles une relation linéaire :

$$y = ax + b + \varepsilon(x)$$

Où ε est un bruit aléatoire qui dépend a priori de x .

Le modèle :

Les régressions linéaire simple cherche à faire passer une droite « au mieux » (c'est-à-dire au sens des moindres carrés) à travers le nuage de points représentant les données dans le plan (x, y) . Il va en être de même pour la Régression Linéaire Multiple, si ce n'est que la représentation visuelle devient maintenant impossible, sauf, «de justesse», lorsqu'il n'y a que deux variables explicatives x_1 et x_2 ; la Régression Linéaire Multiple va alors faire passer « au mieux » un plan à travers le nuage de points représentant les données dans l'espace (x_1, x_2, y) .

Dans l'illustration ci-dessus, le plan des moindres carrés est celui qui minimise la somme des carrés des longueurs des segments bleus parallèles à l'axe y . Ces longueurs (signées) s'appellent les résidus du modèle. Le plan des moindres carrés est donc celui qui minimise la somme des carrés des résidus.

$$Y^* = \beta_0^* + \beta_1^*x_1 + \beta_2^*x_2 + \dots + \beta_p^*x_p$$

Où les coefficients β_j^* s'appellent les paramètres estimés du modèle.

Valeurs ajustées

Les n valeurs prises par Y^* pour les différents jeux de valeurs des $\{x_j\}$ sont appelées les valeurs ajustées du modèle. Ainsi, la $i^{\text{ème}}$ valeur ajustée y^* est :

$$Y^*_i = \beta_0^* + \beta_1^* x_{i1} + \beta_2^* x_{i2} + \dots + \beta_p^* x_{ip}$$

Dans l'illustration ci-dessus, les valeurs ajustées sont les hauteurs des points du plan des moindres carrés à la verticale des points rouges (données).

Prédictions

Une fois construit sur les données disponibles, le modèle sera probablement utilisé par la suite pour prédire les valeurs prises par y pour des jeux de données $\{x\}$ ne figurant pas dans les données initiales (modélisation prédictive).

Ainsi, la valeur de y prédite pour le nouveau point $x_{n+1} = \{x_{n+1.1}, \dots, x_{n+1.p}\}$ sera :

$$Y^*_{n+1} = \beta_0^* + \beta_1^* x_{n+1.1} + \beta_2^* x_{n+1.2} + \dots + \beta_p^* x_{n+1.p}$$

Et y^*_{n+1} sera appelé la prédiction du modèle pour x_{n+1} . **[nigri]**

Logiciels :

Tous les calculs ont été réalisés en utilisant Matlab (MathWorks Inc., Natick, MA, Etats-Unis, 2005). En plus des programmes internes, les modèles PARAFAC ont été construits avec la toolbox Multi voies [Nway] d'Andersson et Bro, (2000). L'Analyse en Composantes Indépendantes ACI a été calculée avec l'algorithme JADE (Cardoso, 1999). De plus, les données chimiques ont été traitées par Biplot "Biplot and Singular Value Decomposition Macros for Excel", 2002.[thèse] ben5330.PDF. Après collections des données, les spectres FT-IR obtenus seront traités.

Conclusions

De nombreuses recherches récentes ont confirmé les bienfaits de l'huile d'olive pour la Santé, riche en acides gras insaturés, principalement l'acide oléique, en antioxydants (polyphénols), en vitamine E et autres constituants, l'huile d'olive diminue le risque des maladies cardiovasculaires, le taux du mauvais cholestérol (LDL) (pelletier et al, 1995) dans le sang et protège contre la formation de cellules cancérogènes.

En effet, depuis la fin des années 50, des études épidémiologiques ont permis de constater que les maladies cardio-vasculaires, c'est-à-dire l'athérosclérose, la maladie coronarienne et l'infarctus et la mortalité dont ils sont responsables, n'avaient pas du tout la même fréquence dans les pays du nord de l'Europe et ceux du pourtour méditerranéen. Dans les pays méditerranéens où l'huile d'olive constitue la principale source de matières grasses dans l'alimentation quotidienne, on constate qu'il y a moins des gens souffrant de maladies cardio-vasculaires (hertog et al, 1995 ; jialal et devaraj, 1996 ; mata et al, 1996).

L'huile d'olive contient des anti-oxydants qui s'opposent à l'oxydation des lipoprotéines LDL, une des premières étapes importantes dans le développement de l'athérosclérose. Elle s'oppose, dans une certaine mesure, à l'agrégation des plaquettes et à la formation des caillots qui peuvent déclencher l'infarctus du myocarde par ailleurs, plusieurs études ont montré qu'un supplément en vitamine E entraîne une augmentation des taux du tocophérol, aussi bien dans le plasma que dans les particules des LDL (reavan, 1996 ; Simons et al, 1996).

Les perspectives envisagés se situent dans la continuité de ce que nous avons entrepris depuis quelques années, au laboratoire d'analyses industrielles et génie des matériaux et au sein de l'équipe d'analyses chromatographiques et spectrochimiques, matériaux organiques, les axes vers lesquels nous entendons orienter nos recherches concernant l'étude de la qualité des produits agroalimentaires.

1) Tout d'abord il serait intéressant de préparer une base de données des composés volatils caractéristiques des huiles d'olive algériennes puis élargir l'étude pour la fraction lourde surtout avec la disposition du laboratoire dernièrement d'un chromatographe en phase gazeuse couplé à la masse.

2) Application de la chimiométrie et spécialement l'analyse en composantes principales pour faire sortir des marqueurs spécifique de chaque variété et chaque région dans le territoire algérien.

L'huile de grignon représente une perte en rendement de la production de l'huile d'olive algérienne. Elle constitue une source de pollution des fleuves jouxtant les huileries. Il est donc nécessaire de trouver une méthode efficace de récupération de quantités importantes d'huile d'olive. Le procédé d'extraction liquide –liquide permet de récupérer des quantités appréciables de cette denrée rare et coûteuse. Les teneurs en huile d'olive montrent que 4 à 10 % d'huiles sont perdues annuellement dans la nature, ce qui constitue aussi un problème majeur pour l'environnement du essentiellement à la dégradation chimique et biologique de ce produit.

La valorisation du produit, pour un usage industriel, doit constituer un facteur de stimulation en vue de l'accroissement des rendements.

Dans le but d'optimiser l'extraction de l'huile de grignon d'olive et des semences huileuses, plusieurs solvants en ont été testés.

Dans le présent travail, on cherche à déterminer l'influence de la concentration d'éthanol dans l'hexane sur le rendement d'extraction de l'huile de grignon d'olive.

L'extraction est réalisée à température ambiante dans un cristalliseur contenant 100 ml de solvant et 100 g de grignon d'olive.

Une première série d'extractions est effectuée sous agitation à l'aide d'un agitateur magnétique et une deuxième série sous ultrason, pendant 1h 30 min. Après la filtration, le solvant est évaporé totalement dans un rota- vap, l'huile ainsi obtenue est pesée.

Le grignon d'olive qui est utilisé dans cette investigation provient d'une huilerie à chaînes continues qui se trouve à Lefdjoudj, localité sise à deux (2) km ouest de Guelma. Ce grignon d'olive a été utilisé telle qu'il a été reçu. D'après la littérature les grignons d'olive contiennent à peu près 40% d'humidité.

IV Bibliographie

- [1] S. Vichi, L. Pizzale, L.S. Conte, S. Buxaderas, E. López-Tamames. Solid-phase microextraction in the analysis of virgin olive oil volatile fraction: Characterization of virgin olive oils from two distinct geographical areas of northern Italy. *J. Agric. Food Chem.* 51, 6572-6577 (2003)
- [2] W. Dhifi, F. Angerosa, A. Serraiocco, I. Oumar, I. Hamrouni, B. Marzouk. Virgin olive oil aroma: Characterization of some Tunisian cultivars. *Food Chem.* 93, 697-701 (2005)
- [3] P. Luaces, A.G. Perez, C. Sanz. Role of olive seed in the biogenesis of virgin olive oil aroma. *J. Agric. Food Chem.* 51, 4741-4745 (2003)
- [4] F. Visioli, G. Bellomo, G.F. Montedero, C. Galli. Low density lipoprotein oxidation is inhibited in vitro by olive oil constituents. *Atherosclerosis* 117, 25-32 (1995)
- [5] C. Manna, P. Galletti, V. Cucciola, G. Montedero, V. Zappia. Olive oil hydroxytyrosol protects human erythrocytes against oxidative damages. *Nutr. Biochem.* 10, 159-165 (1999)
- [6] A.K. Kiritsakis. Flavor components of olive oils. A review *Am. Oil Chem. Sci.* 75, 673-681 (1998)
- [7] D. Tura, P.D. Prenzler, D.R. Bedgood, M. Antolovich, K. Robards. Varietal and processing effects on the volatile profile of Australian olive oils. *Food Chem.* 84, 341-349 (2004)
- [8] S. Ben Temime, E. Campeol, P.L. Cioni, D. Daoud, M. Zarrouk. Volatile compounds from Chétoui olive oil and variations induced by growing area. *Food Chem.* 99, 315-325 (2006)
- [9] F. Angerosa. Influence of volatile compounds on virgin olive oil quality evaluated by analytical approaches and sensor panels. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* 104, 639-660 (2002)
- [10] I. M. Lorenzo, J.L.P. Pavón, M.E.F. Laespada, C.G. Pinto, B.M. Cordero. Detection of adulterants in olive oil by headspace-mass spectrometry. *J. Chromatogr. A* 945, 221-230 (2002)
- [11] J.F. Cavalli, X. Fernandez, L. Lizzani-Cuvelier, A.M. Loiseau. Characterization of volatile compounds of French and Spanish virgin olive oils by HS-SPME: Identification of quality- freshness markers. *Food Chem.* 88, 151-157 (2004)

- [12] G. Flores, M.L. Ruiz del Castillo, G. P. Blanch, M. Herraiz. Detection of the adulteration of olive oils by solid phase microextraction and multidimensional gas chromatography. *Food Chem.* 97, 336-342 (2006)
- [13] F. Angerosa, N. d'Alessandro, C. Basti, R. Vito. Biogeneration of volatile compounds in virgin olive oil: Their evolution in relation to malaxation time. *J. Agric. Food Chem.* 46, 2940-2944 (1998)
- [14] E. Campeol, G. Filamini, S. Chericoni, S. Catalano, R. Cremonini. Volatile compounds from three cultivars of *olea europaea* from Italy. *J. Agric. Food Chem.* 49, 5409-5411 (2001)
- [15] G. Shiers, M. Adechy. Use of multi-sensor array devices to attempt to predict shelf-lives of edible oils. *Semin. Food Anal.* 3, 43-52 (1998)
- [16] A. Ranalli, G. De Mattia, M. Patumi, P. Proietti. Quality of virgin olive oil as influenced by origin area. *Grasas y Aceites* 50, 249-259 (1999)
- [17] A. Ranalli, A. Tombesi, M. L. Ferrante, G. Demattia. Respiratory rate of olive drupes during their ripening cycle and quality of oil extracted. *J. Sci. Food Agric.* 77, 359-367(1998)
- [18] F. Angerosa, R. Mostallino, C. Basti, R. Vito, A. Serraiocco. Virgin olive oil differentiation in relation to extraction methodologies. *J. Sci. Food Agric.* 80, 2190-2195 (2000)
- [19] G. Montedero, M. Bertuccioli, F. Anichini In: G. Charalambous, G.E. Inglett., Ed. Aroma analysis of virgin olive oil by headspace (volatiles) and extraction (polyphenols) techniques. *Flavor of Foods and Beverages.* Academic Press, New York, 247-281 (1978)
- [20] E. Fedeli. Lipids of olives. *Prog. Chem. fats other lipids* 15, 57-74 (1977)
- [21] S. Vichi, A.I. Castellote, L. Pizzale, L.S. Conte, S. Buxaderas, E. López-Tamames. Analysis of virgin olive oil volatile compounds by headspace solid-phase microextraction coupled to gas chromatography with mass spectrometric and flame ionization detection. *J. Chromatogr. A* 983, 19-33 (2003)
- [22] S. Vichi, L. Pizzale, L.S. Conte, S. Buxaderas, E. López-Tamames. Solid-phase microextraction in the analysis of virgin olive oil volatile fraction: Modifications induced by

oxidation and suitable markers of oxidative status. *J. Agric. Food Chem.* 51, 6564-6571 (2003)

[23] C.L. Arthur, J. Pawliszyn. Solid phase microextraction with thermal desorption using fused silica optical fibers. *Anal. Chem.* 62, 2145-2148 (1990)

[24] M. Contini, M. Esti. Effect of the matrix volatile composition in the headspace solid-phase microextraction analysis of extra virgin olive oil. *Food Chem.* 94,143-150 (2006)

[25] C.M. Kalua, D.R. Bedgood, P.D. Prenzler. Development of a headspace solid phase microextraction-gas chromatography method for monitoring volatile compounds in extended time-course experiments of olive oil. *Anal. Chim. Acta* 556,407-414 (2006)

[26] F. M. Haddada, H. Manai, D. Daoud, X. Fernandez, L. Lizzani-Cuvelier, M. Zarrouk. Profiles of volatile compounds from some monovarietal Tunisian virgin olive oils. Comparison with French PDO. *Food Chem.* 103, 467-476 (2007)

[27] L. Louadj, A.M. Giuffrè. Analytical characteristics of olive oil produced with three different processes in Algeria. *Riv. Ital. Sostanze Grasse* 87(3), 187-195 (2010)

[28] J.F. Cavalli, X. Fernandez, L. Lizzani-Cuvelier, A. M. Loiseau. Comparison of static headspace, headspace solid Phase microextraction, headspace sorptive extraction, and direct thermal desorption techniques on chemical composition of French olive oils. *J Agric. Food Chem.* 51, 7709-7716 (2003)

[29] J. Reiners, W. Grosch. Odorants of virgin olive oils with different flavor profiles. *J. Agric. Food Chem.* 46, 2754-2763 (1998)

[30] W. Zarrouk, B. Baccouri, W. Taamalli, A. Trigui, D. Daoud, M. Zarrouk. Oil fatty acid composition of eighteen Mediterranean olive oil varieties cultivated under the arid conditions of Boughrara (southern Tunisia). *Grasas y Aceites* 60 (5), 498-506 (2009)

[31] F. Angerosa, M. Servili, R. Selvaggini, A. Taticchi, S. Esposto, G. F. Montedero, Volatile compounds in virgin olive oil: Occurrence and their relationship with the quality. *J. Chromatogr. A* 1054, 17-31 (2004)

[32] R. Przybylski, N.A.M. Eskin. In: K. Warner, N.A. Michael, I.L. Champaign, ed. Methods to measure volatile compounds and the flavor significance of volatile compounds. Methods to

Assess quality and solubility of oils and fat-containing foods. AOCS Press, USA, 107-132 (1994)

[33] Food Authenticity – Issues and Methodologies, F.A.I.M. Concerted Action, n°AIR3-CT94-

2452, *Eurofins Scientific* (1998), 214-257.

[34] Harwood John., Ramon. Aparicio. Handbook of olive oil – Analysis and properties, An Aspen

publication, Aspen Publishers, Inc., Gaithersburg, Maryland, (2000) 1-513.

[35] Tanouti K., Elamrani A., Serghini-Caid H., Khalid A., Bahetta Y, Benali A., Harkous M. Et Khir M., Caractérisation d'huiles d'olive produites dans des Cooperatives pilotes (Ikrarna et Kenine) au niveau du Maroc Oriental, les technologies de laboratoire – 2010, Volume 5, N°18

[36] Kalua C.M., Allen M.S., Bedgood Jr D.R., Bishop A.G., Prenzler P.D., Robards K. (2006). Olive oil volatile compounds, flavor development and quality: A critical review. *J. Food Chemistry*, Vol. 100, p: 273–286.

[37] ISO 660:1996 : Corps gras d'origines animale et végétale -- Détermination de l'indice d'acide et de l'acidité

[39] Harun Diraman • Hülya Saygi • Yasar Hisil. Relationship Between Geographical Origin and Fatty Acid Composition of Turkish Virgin Olive Oils for Two Harvest Years. *J. Am Oil Chem Soc* (2010) 87:781–789

[40] ISO 3960:2007 : Corps gras d'origines animale et végétale -- Détermination de l'indice de peroxyde -- Détermination avec point d'arrêt iodométrique.

[41] Enriqueta Bertran, Marcelo Blanco, Jordi Coello, Hortensia Iturriaga*,

Santiago MasPOCH, and Ivan Montoliu.(1999) .Determination of Olive Oil Free Fatty Acid by Fourier Transform Infrared Spectroscopy, JAOCS, Vol. 76, no. 5

[42] Judde A. (2004). Prévention de l'oxydation des acides gras dans un produit cosmétique : mécanisme, conséquences, moyens de mesure, quels antioxydants pour quelle application ? OCL- Vol. 11- N. 6, p:414-418.

[44] Ledrole R., Siciliano A., Ramu L. (2004). L'olivier pas à pas .Groupement des oléiculteurs de Haute Provence et du Luberon. Edisud ed. Paris, p : 82-83.

[45] Osawa C. C., Guaraldo A.L., Ragazzi S. (2007). Correlation between free fatty acids of vegetable oils evaluated by rapid tests and by the official method. J. of Food Composition and Analysis, Vol.20, p: 523–528.

[46] Osawa C. C., Guaraldo A.L., Ragazzi S. (2007). Correlation between free fatty acids of vegetable oils evaluated by rapid tests and by the official method. J. of Food Composition and Analysis, Vol.20, p: 523–528.

[47] Yang, H., and J. Irudayaraj(2000), Characterization of Semi-Solid Fats and Oils by Fourier Transform Infrared Photoacoustic Spectroscopy, *J. Am. Oil Chem. Soc.* 77:291–295.

[48] A.DJILANI, B.LEGSEIR Développement des techniques et des méthodes des extractions des métabolites secondaires. Application aux

alcaloïdes et huiles essentielles. Thèse doctorat .2005.60

[49] R. MOUSSAOUI, A. YOUYOU Oil extraction from olive foot cake with acidic ethanol
Journal of food, agriculture & environment 2006, 61

V Information financière

5. Annexe financière : Budget et postes de dépenses prévisionnels (exprimés en DA)

<i>Intitulés des postes de dépenses par année</i>	Crédit alloués	Crédits consommés
Frais de séjour scientifique et de déplacement à l'étranger	100.000	60.000
Frais de séjour scientifique et de déplacement en Algérie		
Frais d'organisation de rencontres scientifiques		
Honoraires des enquêteurs		
Honoraires des guides		
Frais de travaux et de prestations		
Matériels et instruments scientifiques	350.000	47.500
Matériel informatique	200.000	163.300
Matériels d'expérience (animaux, végétaux, etc..)		
Mobilier de bureau et de laboratoire		
Entretien et réparation		
Produits chimiques	200.000	
Produits consommables		
Composants électroniques, mécaniques et audio- visuels		
Accessoires et consommables informatiques	100.000	99.000
Papeterie et fournitures de bureau	50.000	20.000
Périodiques		
Ouvrages et documentation scientifiques et techniques		
Logiciels	500.000	245.402
Impression et Edition		
Affranchissements Postaux		

Communications téléphoniques, Fax, Internet		
Droits de douanes, Assurances		
Carburant		
TOTAL DES CREDITS OUVERTS : dinars	1.500.000	692.385 Soit 46.16%

***Remarque :** Les besoins financiers en devises doivent être exprimés en Dinars Algériens, après conversion au taux de change en cours.*