



**FACULTE DES SCIENCES ET SCIENCES APPLIQUEES
DEPARTEMENT DE CHIMIE**

**MEMOIRE POUR L'OBTENTION DU DIPLÔME
MASTER EN CHIMIE**

**SPECIALITE : *Chimie*
OPTION : *Chimie de l'environnement***

THEME

**Contribution à la valorisation des sous-produits oléicoles :
Cas de grignon d'olive**

Présenté par :
M^{lle} DAHMANI Aicha
M^{me} SAADI Fatiha

Soutenu le 20/07/2017

Devant le jury :

Président : M ^{me} . IKHLEF Djamila	MCB	Univ. de Bouira
Rapporteur : M ^r . HALOUANE Mourad	MAA	Univ. de Bouira
Co-Rapporteur : M ^r . MAMERI Said	Ingénieur d'Etat C.Q.A.	Univ. de Bouira
Examineur : M ^r . KAOUA Rachedine	MCB	Univ. de Bouira
Examinatrice : M ^{me} . LANASRI Kahina	MAA	Univ. de Bouira

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail :

À la mémoire de ma très chère sœur Wahiba qui nous a quittés très tôt ;

À mes deux sources de lumière

Mon père et ma mère, en témoignage de ma reconnaissance pour leur patience, leurs sacrifices et leur soutien tout au long de mes études. Que

Dieu leur prête santé ;

À mes chères sœurs Kahina, Lynda et Nacira pour le soutien qu'ils m'ont accordé ;

À ma chère Fatiha ainsi qu'à toute sa famille ;

À toute ma famille ;

À tous mes amis.

Aicha

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail :

A mes chers parents

Pour leur patience, leur soutien, leur amour et leurs encouragements ;

A mon mari Amine et toute la famille Temar,

A mon cher frère Ahmed, pour leur appui et leurs encouragements ;

*A mes chères sœurs qui n'ont cessé d'être pour moi des exemples de
persévérance, de courage et de générosité ;*

A ma chère Aicha ainsi qu'à toute sa famille ;

A toute ma famille ;

A tous mes amis.

Fatiha

REMERCIENTS

Ce travail a été réalisé au laboratoire de chimie de l'université Akli Mohand Oulhadj de Bouira.

En premier lieu, nous remercions Dieu le tout puissant de nous avoir donné la santé et la volonté d'entamer et de terminer ce mémoire.

Nous tenons à présenter nos remerciements les plus sincères à notre promoteur Mr. HALOUANE M. d'avoir accepté dirigé ce travail, ainsi que pour son aide, ses conseils et sa disponibilité entière toute au long de la période de l'expérimentation.

Nous tenons notamment à exprimer notre profonde gratitude et nos remerciements à notre co-promoteur Mr. MAMERI S. pour l'aide et pour son soutien précieux,

Nous tiens également à remercier tout particulièrement les membres du jury d'avoir accepté de juger ce travail.

Mme IKHLÉF.DJ de nous avoir fait l'honneur de présider le jury.

Mr KAOUA.R pour avoir accepté d'examiner ce mémoire.

Mme LANASRI.K pour avoir acceptée d'examiner ce mémoire.

Enfin, nous tenons à exprimer nos sincères gratitude à toutes celles et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

TABLES DES MATIERES

Liste des abréviations

Liste des tableaux

Liste des figures

Introduction générale..... 1

Partie I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I : GENERALITES SUR L'HUILE D'OLIVE

I.1. Introduction.....	3
I.2. Huile d'olive	3
I.3. Composition chimique d'huile d'olive	4
I.3.1. La fraction saponifiable	4
I.3.2. La fraction insaponifiable	5
I.4. Caractéristiques de l'huile d'olive	5
I.4.1. Caractères organoleptiques	5
I.4.2. Caractères physico-chimiques	5
I.5. Les différents types d'huile d'olive	6
I.5.1. Huile d'olive vierges	6
I.5.2. Huile d'olive raffinée	6
I.6. Technologie d'extraction d'huile d'olive	6
I.7. Conservation de l'huile d'olive	8
I.8. Les facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive	8
I.9. Utilisations de l'huile d'olive.....	9

CHAPITRE II : GRIGNON D'OLIVE

II.1. Introduction	10
II.2. Description du grignon d'olive	10
II.2.1. Types de grignons d'olive	11
II.2.1. Composition chimique de grignons d'olive	12
II.2.3. Conservation de grignons	12
II.3. La pollution environnementale par les sous-produits oléicoles : cas de grignons d'olive	12
II.4. Valorisation de grignons d'olive	13
II.4.1. Utilisation comme combustible.....	15
II.4.2. Utilisation dans la production de biogaz.....	15
II.4.3. Utilisation dans la production de composts.....	15
II.4.4. Utilisation comme charbon actif	15
II.4.5. Utilisation dans l'alimentation animale	15
II.4.6. Extraction d'huiles de grignon	16

CHAPITRE III : EXTRACTION DES HUILES PAR SOLVANT

III.1. Introduction	17
III.2. Extraction par solvant	17
II.2.1. Facteurs influençant les performances de l'extraction	17
III.3. Les techniques d'extraction par solvants	18
III.3.1. Extraction assistée par Micro-onde	19
III.3.2. Extraction assistée par Ultrason	20
III.3.3. Extraction par Soxhlet	21

Partie II : ETUDE EXPERIMENTALE

I-MATERIELS ET METHODES

1.Position de la problématique	22
--------------------------------------	----

2. Matériel végétal	22
2.1. Provenance de l'échantillon	22
2.2. Préparation de l'échantillon	23
3. Méthodes d'analyse de l'échantillon	23
3.1. Détermination de la teneur en eau	23
3.2. Granulométrie	23
4. Procédé d'extraction de l'huile	24
4.1. Solvant et appareillage	24
4.2. Extraction	25
4.3. Détermination du rendement	27
5. Tests organoleptiques et analyses physico-chimiques de l'huile extraite	27
5.1. Détermination des caractéristiques organoleptiques	27
5.2. Analyses physico-chimiques	27
5.2.1. Détermination de l'indice d'acidité	27
5.2.2. Détermination de l'indice de réfraction	29
5.2.3. Absorbance spécifique au rayonnement UV	29
5.2.4. Analyse par spectroscopie IR	30
5.2.5. Détermination de l'indice de saponification	31
5.2.6. Dosage de l'insaponifiable	33

II : RESULTATS ET DISCUSSION

1. Préparation de l'échantillon	35
1.1. Granulométrie	35
1.2. Teneur en eau	35
2. Rendement d'extraction	36
3. Caractéristiques organoleptiques de l'huile extraite	36
4. Paramètres physico-chimiques de l'huile extraite	37
4.1. Indice d'acidité	38
4.2. Indice de réfraction	38
4.3. Absorbance spécifique dans l'UV	39

4.4. Analyse par IR	39
4.5. Indice de saponification	40
4.5. Fraction insaponifiable	41
Conclusion générale	42

Références bibliographiques

Annexes

Résumé

Abstract

ملخص

LISTE DES ABREVIATION

% : Pourcentage.

C° : Degré Celsius.

CCM : Chromatographie sur Couche Mince.

cm : Centimètre.

COI : Conseil Oléicole International.

g : gramme.

meq : milliéquivalent.

mm : millimètre.

ml : millilitre.

nm : nanomètre.

PM : Poids Moléculaire.

T_{eb} : Température d'ébullition.

LISTE DES FIGURES

Figure 1 : Echantillon d'huile d'olive	3
Figure 2 : Réaction de formation de Triglycéride	4
Figure 3 : Composition chimique de l'huile d'olive	5
Figure 4 : Processus d'extraction de l'huile d'olive	6
Figure 5 : Les différents procédés de fabrication de l'huile d'olive	7
Figure 6 : Grignon d'olive issu d'une huilerie traditionnelle	10
Figure 7 : Coupe transversale de l'olive	11
Figure 8 : Les différentes voies de valorisation des grignons d'olive	14
Figure 9 : Extraction par solvant assistée par micro-ondes	19
Figure 10 : Schéma démonstratif de la cavitation ultrasonore	20
Figure 11 : Extraction par solvant avec Soxhlet	21
Figure 12 : Echantillon de grignon d'olive	22
Figure 13 : Série de tamis	24
Figure 14 : Appareil Soxhlet	25
Figure 15 : Appareil Rotavapor	25
Figure 16 : Extraction de l'huile de grignon d'olive	26
Figure 17 : Détermination de l'indice d'acidité	28
Figure 18 : Appareil Réfractomètre	29
Figure 19 : Appareil Spectrophotomètre UV-Visible	30
Figure 20 : Appareil Spectroscope IR	31
Figure 21 : Détermination de l'indice de saponification	32
Figure 22 : Spectre IR de l'huile de grignon d'olive extraite	39

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I (annexe 1) : Les principales caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive.....	
Tableau II (annexe 2) : Composition chimique des différents types de grignons d'olive.....	
Tableau III (annexe 3) : Caractéristiques physico-chimiques de l'hexane	
Tableau IV : Granulométrie de l'échantillon de grignon d'olive	34
Tableau V : Teneurs en eau et en matières sèches de l'échantillon de grignon d'olive	34
Tableau VI : Teneur en huile	35
Tableau VII : Examen organoleptiques d'huile de grignon d'olive	35
Tableau VIII : Résultats des analyses physico-chimiques	37

INTRODUCTION
GENERALE

INTRODUCION

La pollution de l'environnement est couteuse pour l'Etat. Remédier aux conséquences engendrées par cette pollution, cela nécessite d'engager des moyens financiers, matériels et humains considérables.

Dans le secteur agroalimentaire, les opérations d'extraction des huiles d'olives génèrent des sous-produits polluants pour l'environnement, s'ils viennent à être rejetés en l'état dans la nature. Il s'agit essentiellement du grignon d'olive et de la margine.

Selon la bibliographie, le grignon représente près de 50% du poids des olives dont environ 08 à 15% d'huile [1]. Selon sa composition chimique, il est riche en huile alimentaire, en cellulose et en matières azotées. D'où son utilisation à l'échelle industrielle comme matière première dans la fabrication, notamment, des produits cosmétiques et de savon ou parfois dans la consommation humaine, après avoir subi un raffinage [2].

La présente étude recèle un double intérêt : économique et environnemental. Elle vise comme principal objectif la valorisation du grignon d'olive, et ce, dans l'optique de participer à l'amélioration de la rentabilité des équipements des huileries, l'élargissement des bénéfices de l'activité oléicole à d'autres pratiques agricoles et, enfin, contribuer à la préservation de l'environnement.

Dans ce travail, l'extraction de l'huile a été réalisée à partir du grignon d'olive issu d'une huilerie traditionnelle dans un village de Kabylie et résultant de la production de l'année 2017.

Afin de se prononcer sur la pertinence ainsi que la rentabilité du procédé de valorisation du grignon d'olive, il est nécessaire d'estimer le rendement et de juger la qualité de l'huile extraite.

Pour ce faire, nous avons organisé notre méthodologie de travail selon les étapes successives suivantes :

- Acheminement d'un échantillon de grignon d'olive à partir d'une huilerie traditionnelle vers le laboratoire ;
- Préparation de l'échantillon selon les recommandations de la norme N.F.T60-200 ;

- Détermination des paramètres physiques de l'échantillon ;
- Extraction de l'huile du grignon d'olive par solvant et par l'emploi de la technique "Soxhlet" ;
- Caractérisation des propriétés organoleptiques de l'huile extraite ;
- Etude des caractéristiques physico-chimiques de l'huile extraite.

CHAPITRE I
Généralités sur
l'huile d'olive

GENERALITES SUR L'HUILE D'OLIVE

I.1.Introduction

L'olivier est un arbre sacré des pays méditerranéens, symbole de paix, de longévité et de force. La culture de l'olivier est très ancienne, son histoire se confond avec celle du bassin méditerranéen. L'origine de l'olivier se situe en Asie mineure depuis six mille ans avant J.C., sa culture revêt une importance non négligeable en l'Algérie, surtout en Kabylie. La qualité de l'huile obtenue est reconnue pour ses propriétés thérapeutiques.

Aujourd'hui, c'est en méditerranée que se réalise 95% de la production et 85 % de la consommation mondiale de l'huile d'olive [3]. En Algérie, les superficies occupées par l'olivier sont de l'ordre de 315 000 hectares avec 35 millions d'oliviers et une production moyenne annuelle de 35000 tonnes [4].

I.2. Définition de l'huile d'olive

L'huile d'olive est un jus de fruit naturel et alimentaire, issue de la trituration des olives et obtenue par des procédés mécaniques. Elle est riche en vitamines et bénéfique pour la santé.



Figure 1 : Echantillon d'huile d'olive

I.3. Composition chimique de l'huile d'olive

Elle dépend de la variété du fruit, de la région de culture et des conditions climatiques. L'huile d'olive est composée d'une fraction saponifiable (triglycérides et acides gras) et d'une fraction insaponifiable (composants mineurs).

I.3.1. La fraction saponifiable

Cette fraction représente 98 à 99 % de l'huile d'olive.

a) Les acides gras : Ils peuvent exister à l'état libre dans la nature. Ce sont des composés organiques à base de carbone, d'hydrogène et d'oxygène. Ils sont formés d'une chaîne hydrocarbonée, plus ou moins longue et d'un groupe carboxyle $\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_n - \text{COOH}$ [5 ; 6]

Les principaux acides gras présents dans l'huile d'olive sont [7] : l'Acide oléique (55 à 83%), l'Acide linoléique qui est polyinsaturé (3,5% à 21%), l'Acide palmitique (7,5 à 20%) et l'Acide stéarique (0,5 à 5%) qui sont des acides gras saturés.

L'huile d'olive a une basse teneur en acides gras saturés et une teneur élevée en acide gras mono-insaturés.

b) Les triglycérides : Ce sont des esters d'acides gras et du glycérol. Ces triglycérides résultent de la combinaison d'une molécule de trialcool (glycérol) avec trois molécules d'acides gras.

Chaque molécule d'acides gras ($\text{R}-\text{COOH}$) possède une fonction acide ($-\text{COOH}$) qui peut réagir par estérification avec l'une des trois fonctions alcool ($-\text{OH}$) du glycérol pour former un triester (triglycéride) [8].

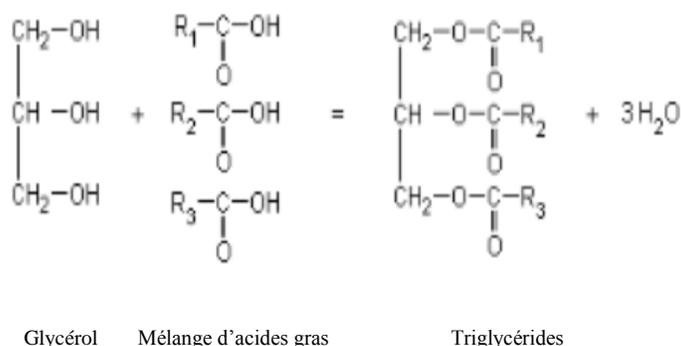


Figure 2 : Réaction de formation de Triglycéride [8]

I.3.2. La fraction insaponifiable

L'insaponifiable correspond à l'ensemble des constituants d'un corps gras qui, après saponification, sont peu solubles dans l'eau et solubles dans les solvants organiques.

Si l'huile d'olive possède des propriétés médicales, cela est en partie dû à sa teneur en acide oléique, mais aussi grâce à sa fraction insaponifiable qui contient des constituants dits «mineurs» qui lui apportent une valeur biologique d'une grande richesse [9].

Elle est constituée de phénols (antioxydants), vitamines (A, D, E, K), alcools, pigments, tocophérols, composés aromatiques, hydrocarbures, stérols, flavonoïdes et de minéraux.

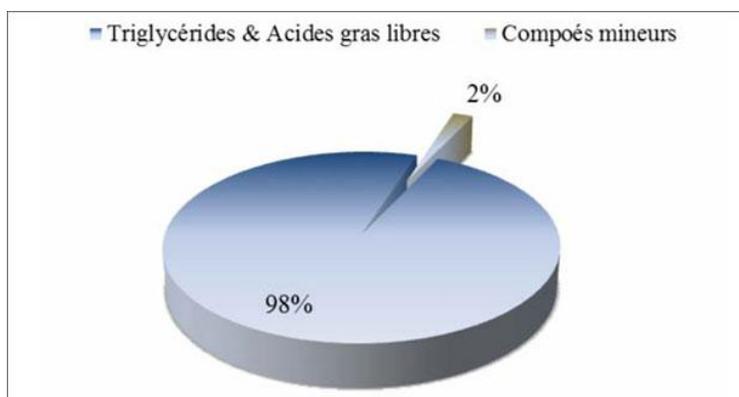


Figure 3 : Composition chimique de l'huile d'olive [10]

I.4. Caractéristiques de l'huile d'olive

I.4.1. Caractères organoleptiques

L'huile d'olive est limpide, sa couleur varie du jaune-or à vert-clair, sa saveur est douce ou fruitée, son goût puissant ou léger, et d'odeur caractéristique.

I.4.2. Caractères physico-chimiques

Les principales caractéristiques physicochimiques de l'huile d'olive sont exprimées à travers les températures de fusion et d'ébullition, les points de trouble et de fumée, la masse volumique, la densité, les indices de réfraction, d'iode et de saponification (Annexe 1).

I.5. Les différents types d'huile d'olive

L'huile d'olive se décline en différentes qualités selon son procédé de production et de manipulation. Elle est définie selon trois critères : l'acidité, l'indice de peroxyde et l'intensité organoleptique.

Le conseil oléicole international (COI) a défini les différents types d'huile d'olive (vierge, raffinée) [11].

I.5.1. Huile d'olive vierge

L'huile d'olive vierge obtenue par simple pressurage dont le taux final d'acidité est comprise entre 1 et 2%, de couleur jaune à vert et d'odeur et saveur spécifiques. Ces huiles vierges se décomposent en 4 sous-catégories : huile d'olive vierge extra, vierge, courante, lampante.

I.5.2. Huile d'olive raffinée

C'est une huile claire, limpide, de couleur jaune-claire, elle est issue des huiles d'olive vierges par des techniques de raffinage ayant pour but de débarrasser l'huile de son goût, son odeur ou sa couleur désagréables, sans altérer la structure glycérique initiale. Son acidité libre est au maximum de 0,3%.

I.6. Techniques d'extraction d'huile d'olive

Les étapes du processus d'extraction de l'huile d'olive sont illustrées par la **Figure 4.**, ci-après.



Figure 4 : Processus d'extraction de l'huile d'olive

Le procédé d'extraction de l'huile d'olive consiste en une succession d'opérations physique et mécanique dont les principales sont : le lavage, le broyage, le malaxage, puis l'extraction proprement dite [12, 13, 14].

Les systèmes de séparation utilisés sont soit par pression (sans l'ajout de l'eau), soit par centrifugation (avec l'ajout de l'eau).

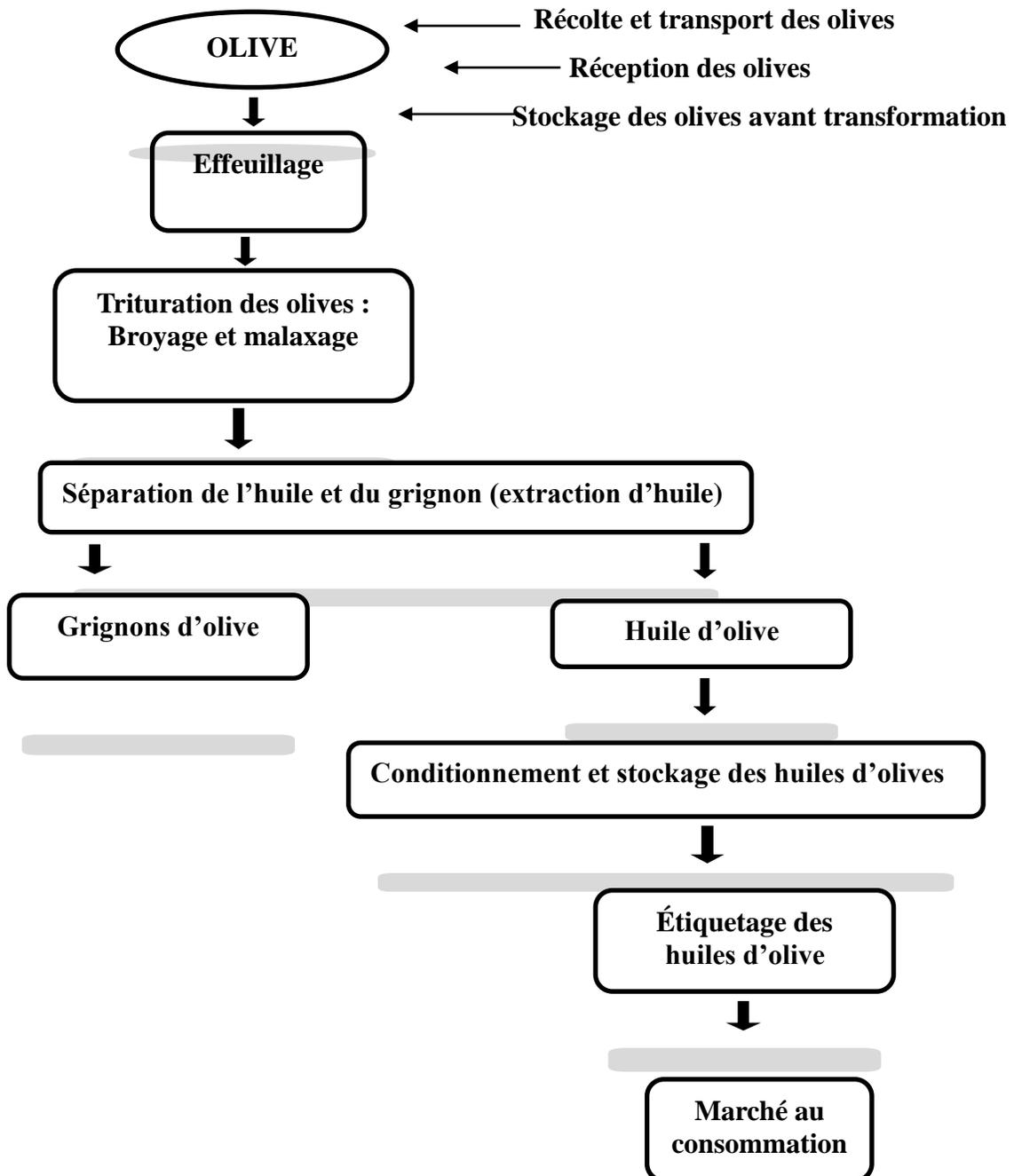


Figure 5 : Les différents procédés de fabrication de l'huile d'olive

I.7. Conservation de l'huile d'olive

L'huile d'olive doit être conservée dans de bonnes conditions : à l'abri de l'air et de la lumière pour éviter le rancissement causé par l'oxydation. Elle doit être mise dans des récipients en plastique ou en verre, en bon état, étanches et inertes. Elle se conserve parfaitement entre 15 et 18°C dans un endroit frais et sombre. La durée maximale de sa conservation est de deux ans. Il serait donc conseillé de consommer l'huile d'olive dans l'année suivant sa production pour apprécier son arôme et sa saveur de manière optimale [15].

I.8. Les facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive

La qualité de l'huile d'olive est influencée par un certain nombre de facteurs en rapport avec les aspects agronomiques, climatiques et technologiques [16].

a) Les facteurs climatiques : Le climat exerce une grande influence sur la maturation du fruit et donc sur la composition chimique et sur la qualité de huile, grâce à l'hétérogénéité des conditions climatiques (température, humidité, pluviométrie, ...etc) [17,18].

b) Les facteurs pédologiques : La nature du sol, le pH et la composition chimique peuvent influencer sur la qualité de l'huile. Ainsi, des terres grasses produisent des huiles moins aromatiques que les terres maigres. De plus, les huiles provenant des sols calcaires ont une acidité plus basse que celles des sols argileux [19].

c) Les facteurs propres au fruit : ils concernent les facteurs variétaux et la maturation des olives.

d) Les facteurs technologiques : Ils dépendent fortement du choix de la technique d'extraction utilisée pour la production de l'huile d'olive (procédé à pression ou par centrifugation), du moment de récolte, et de la température employée tout au long du processus d'extraction de l'huile.

I.9 Utilisation de l'huile d'olive

En fonction de leurs qualités, les huiles obtenues sont utilisées dans l'alimentation pour la consommation directe (Huiles d'olive vierge et extra vierge), et dans l'industrie pour la fabrication des produits cosmétiques (huiles courante et lampante).

L'huile d'olive est employée depuis les temps les plus reculés pour leurs effets thérapeutiques. La diversité moléculaire des composés quelle contient, leur conféré des rôles et des propriétés biologique très variés.

CHAPITRE II
GRIGNON
D'OLIVE

GRIGNON D'OLIVE

II.1. Introduction

Après extraction de l'huile d'olive, l'industrie oléicole génère deux principaux résidus : la margine et le grignon. Le fort tonnage des grignons rejetés constitue une véritable menace pour l'environnement et qui est incompatible avec le principe du développement durable. La valorisation de ces résidus est devenue une nécessité pour éviter une pollution de plus en plus sérieuse. Ainsi, elle permet de résoudre en grande partie les problèmes causés à l'environnement, et ce, par la fabrication de produits utilisés comme combustibles et fertilisants, mais aussi, par l'extraction de l'huile résiduelle contenue dans ces grignons.

II.2. Description du grignon d'olive



Figure 6 : Grignon d'olive issu d'une huilerie traditionnelle

Le grignon d'olive est un sous-produit du processus d'extraction de l'huile d'olive, obtenu soit par pression ou par centrifugation. Il est composé de deux parties : la matière sèche de l'olive ; contenant la pulpe, la peau et les noyaux d'olives représentant 40 % en poids ; et la coque à 60 % [20].

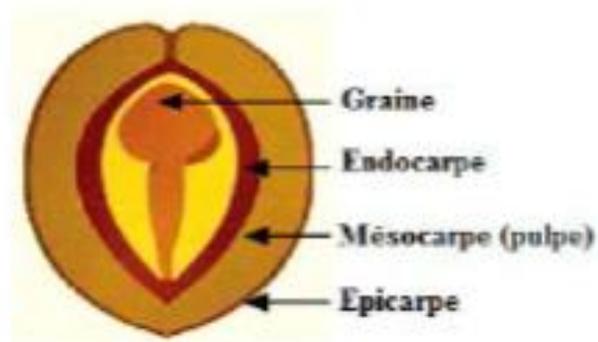


Figure 7 : Coupe transversale de l'olive [21]

II.2.1. Types de grignons d'olive

Les différentes dénominations de grignons d'olive dépendent du système d'extraction de l'huile d'olive [22]. Aussi, leur composition chimique en dépend (Tableau II voire annexe).

Différents types de grignons peuvent être obtenus. On distingue :

a) Grignon brut : C'est le résidu de la première extraction de l'huile d'olive. Ses teneurs sont relativement élevées en eau (24%) et en huile (9%) [23]. Les grignons bruts renferment la coque du noyau, réduite en morceau, la peau et la pulpe broyée de l'olive.

b) Grignon épuisé : C'est le résidu obtenu après déshuilage du grignon brut par un solvant, généralement l'hexane [23]. Il est caractérisé par une faible teneur en huile et une teneur en eau réduite, du fait qu'il a été déshydraté pour permettre le processus de l'extraction.

c) Grignon d'olive partiellement dénoyauté : Il est produit après dénoyautage du grignon brut.

d) Grignon épuisé et partiellement dénoyauté : Les grignons épuisés et partiellement dénoyautés sont constitués essentiellement par la pulpe et contiennent encore une petite proportion de coques. Ils résultent de la séparation partielle du noyau de la pulpe par tamisage ou ventilation.

Le grignon d'olive est dit : "Gras", si son huile n'est pas extraite par solvant ;

"Dégraissé ou épuisé", si son huile est extraite par solvant [23].

II.2.2. Composition chimique

La composition chimique du grignon varie en fonction des variétés d'olives triturées, le stade de maturité des olives, le procédé d'extraction et l'épuisement par solvants [24].

Généralement, le grignon est composé d'une fraction riche en lignine provenant des fragments de noyaux et d'une autre fraction renfermant principalement des glucides, la cellulose et l'hémicellulose, et de faibles teneurs en protéines et en minéraux (Annexe 2).

II.2.3. Conservation des grignons

Les grignons d'olive renferment une forte quantité d'acides gras et d'eau, cette teneur constitue un problème majeur pour leur conservation. Autrement dit, la conservation des grignons dépend totalement de leurs teneurs en ces deux constituants.

Les grignons bruts ont une teneur élevée en eau et en matières grasses, alors ils ne sont pas rentables en conservation. Ces grignons abandonnés à l'air libre rancissent rapidement et deviennent vite inconsommables par les animaux [25].

Il est estimé que les grignons bruts obtenus par centrifugation, plus humides, se détériorent après 4-5 jours, et après environ 15 jours pour ceux obtenus par pression. Ces mêmes grignons déshydratés ne se conserveraient pas plus de 45 jours [26].

Les grignons épuisés pourraient se conserver plus d'une année [27].

Les quelques essais effectués à petite échelle de conservation par ensilage laissent prévoir une possibilité de conservation plus simple, plus économique et plus efficace en utilisant la méthode des silos-taupinières, qui permet de stocker des quantités importantes de grignons.

II.3. La pollution environnementale par les sous-produits oléicoles

Cas des grignons d'olive

Le rejet des grignons d'olive sans traitement préalable est un problème majeur dans les pays producteurs de l'huile d'olive. Ces grignons engendrent de sérieux dégâts environnementaux. L'absence de méthodes de traitement adaptées aux besoins des unités de trituration pousse les propriétaires à rejeter ces grignons dans la nature sans aucun contrôle.

Ils sont considérés comme une source de pollution, soit parce qu'ils sont contaminés par des champignons, ou parce qu'ils rejettent des substances toxiques dans l'environnement. Les composés polyphénoliques contenus dans ces grignons résistent à la dégradation bactérienne et peuvent, alors, se lixivier et polluer les sources d'eau de proximité, menaçant ainsi la santé humaine et animale, et l'environnement.

En effet, les grignons rejetés dans des récepteurs naturels des cours d'eau, nuisent fortement la qualité de ces eaux de surfaces, et peuvent entraîner un dysfonctionnement des stations d'épuration et conduisant à la pollution des sols.

II.4. Valorisation des grignons d'olive

Parallèlement aux recherches réalisées sur le traitement des grignons, des études de valorisation ont été effectuées. Le critère relatif à la richesse des grignons en composés minéraux et organiques a amené les chercheurs à mettre au point de nombreux procédés de valorisation et d'exploitation de ces sous-produits oléicoles.

Cette valorisation a pour objectif l'élimination de ces résidus, d'une part, et leur utilisation dans les domaines de la biotechnologie, de la chimie et de l'agriculture, d'autre part.

Les possibilités de valorisation des grignons sont nombreuses. La figure 8 ci-dessous résume leurs principales utilisations.

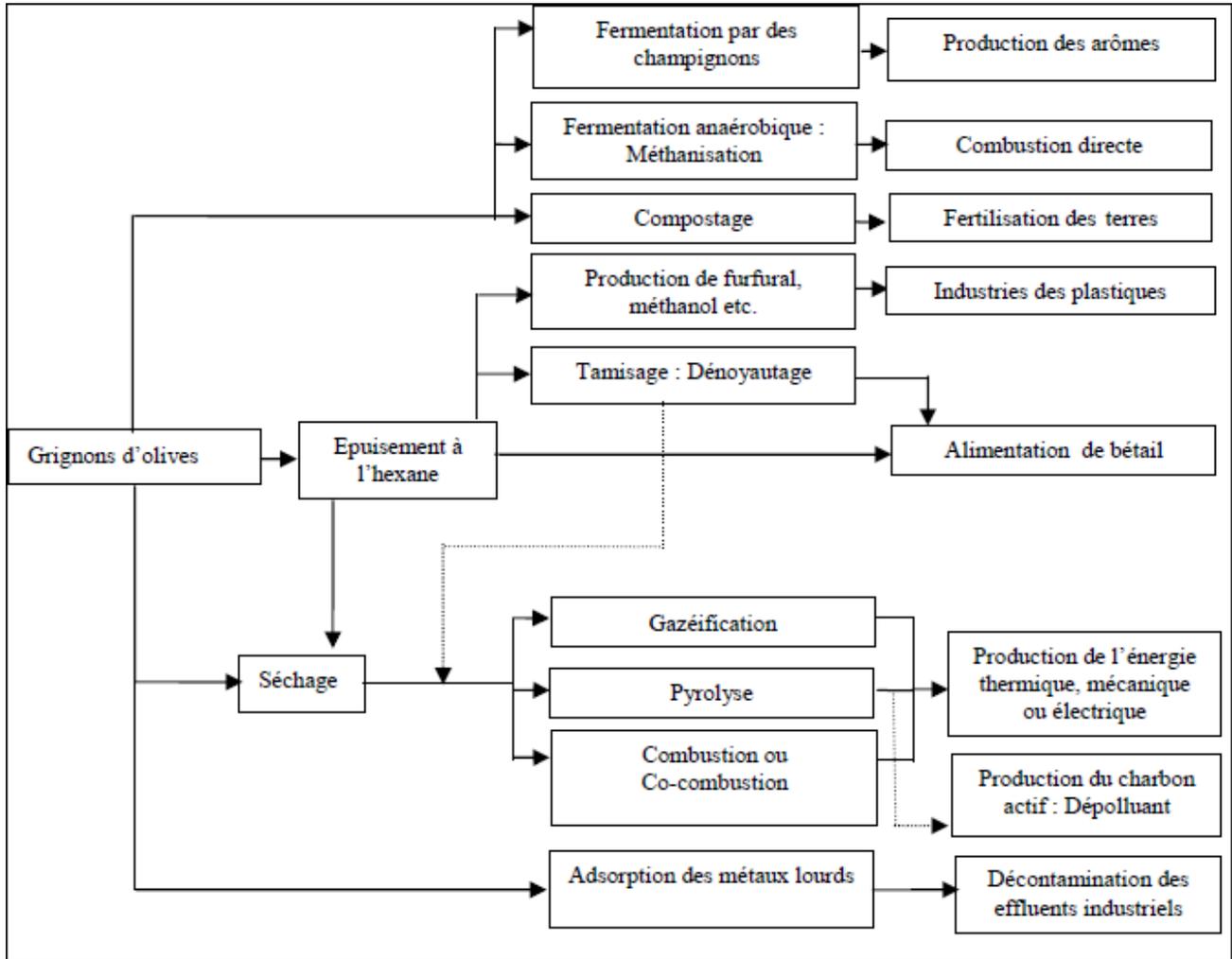


Figure 8 : Les différentes voies de valorisation des grignons d'olive [28]

II.4.1. Utilisation comme combustible

Après séparation du grignon de la pulpe et des fragments de noyaux, il est utilisé comme combustible, d'emploi facile et doté d'un pouvoir calorifique élevé.

II.4.2. Utilisation dans la production de biogaz

La fermentation en anaérobie des grignons d'olive produit du biogaz (57 - 65% du méthane). Le méthane est utilisé comme une source d'énergie pour le chauffage de l'eau et la production de l'électricité à usage domestique [29].

Tandis que la fermentation des grignons d'olive en milieu solide par des champignons thermophiles et filamenteux produit une panoplie de composés aromatiques d'intérêt dans les domaines agroalimentaire, cosmétique et même pharmaceutique [30].

II.4.3. Utilisation dans la production de Composts

Dans le domaine agricole, les grignons d'olive peuvent être employés comme fertilisants [31], après avoir subi un compostage (processus bio-oxydatif contrôlé, sous l'action des microorganismes) pour faciliter leur dégradation et éliminer leurs effets phytotoxiques [30].

Le compost des grignons d'olive est utilisé dans les terres agricoles pour l'amélioration de la fertilité des sols et de la productivité des cultures. Cette technique permet d'une part, de réduire les coûts de fertilisation et d'autre part, de limiter la pollution due à ces rejets.

II.4.4. Utilisation comme charbon actif

La fabrication du charbon de grignon d'olive a été faite en 1992 à EL TEJAR dans une station pilote en phase de validation selon les normes européennes [32]. Le charbon est étudié pour l'adsorption du phénol et des métaux lourds [33 ; 34 ; 35]. C'est un excellent décontaminant des eaux polluées.

II.4.5. Utilisation dans l'alimentation animale

Le grignon d'olive est destiné à l'alimentation des ruminants, en particulier les ovins. Beaucoup d'études pour améliorer la valeur nutritive du grignon d'olive par des procédés de traitement alcalins ont été réalisées [36 ; 37 ; 38].

II.4.6. Extraction d'huiles de grignon

Les grignons d'olive ont un débouché important dans l'industrie agroalimentaire, par l'extraction de l'huile résiduelle à l'aide de solvants [39]. Cette technique permet la récupération d'au moins 6% d'huile alimentaire.

a) Huile de grignon d'olive brute : Cette huile de grignons d'olive brute a été obtenue par une double extraction à l'hexane, elle est destinée au raffinage en vue de son utilisation dans l'alimentation humaine ou destinée à des usages techniques [40].

b) Huile de grignon d'olive raffinée : C'est une huile, limpide, de couleur jaune à jaune brun, sans odeur ou saveur spécifique, obtenue à partir de l'huile de grignons d'olive brute par des techniques de raffinage n'entraînant pas de modifications de la structure glycérique initiale et dont l'acidité ne peut être supérieure à 0.3g pour 100g [40].

c) Huile de grignon d'olive : C'est une huile constituée d'huile de grignons d'olive raffinée que l'on assemble généralement avec de l'huile d'olive vierge, afin de produire l'huile de grignons d'olive. C'est une huile alimentaire et bon marché.

De ce qui précède, il ressort clairement que les grignons sont des aliments grossiers lignocellulosiques, possédant des teneurs élevées en matières sèches et en cellulose brute, et une faible teneur en matières azotées.

La valorisation des grignons engendre des produits à haute valeur ajoutée tels que les composts, le charbon actif et l'huile. L'intérêt de la valorisation est d'ouvrir la voie du marché de la valorisation oléicole dans tous les pays producteurs de l'huile d'olive d'une part, et d'autre part, la protection de l'environnement contre la toxicité que représentent ces déchets [41 ; 42].

CHAPITRE III
EXTRACTION
DES HUILES
PAR SOLVANTS

EXTRACTION DES HUILES PAR SOLVANTS

III.1. Introduction

L'extraction par solvants est une opération ancienne. Elle est largement utilisée dans les industries, notamment agroalimentaire, pharmaceutique et cosmétique, pour retirer à partir des plantes et de certains organes d'animaux des produits alimentaires et pharmaceutiques ou pour récupérer de l'huile dans des tourteaux appauvris, comme le grignon d'olive.

Le premier brevet utilisant un solvant organique pour extraire des graisses a été réalisé par E. Deisse en 1855 [43].

III.2. Extraction par solvant

C'est une opération de transfert ou d'échange de matière, entre une phase solide qui contient la matière à extraire et une phase liquide qui constitue le solvant d'extraction. L'opération fait souvent appel d'un point de vue technologique, à la diffusion d'un liquide au sein d'un solide.

La technique de l'extraction par solvant consiste à placer dans un extracteur un solvant volatil et la matière végétale à traiter. Grâce à des lavages successifs, le solvant va se charger en molécules. L'extraction s'arrête au moment où s'établit un équilibre entre les deux phases. Cependant, si le solvant est renouvelable la diffusion se poursuit jusqu'à épuisement de la phase solide [44]. Les solvants les plus utilisés à l'heure actuelle sont l'hexane, le cyclohexane, l'éthanol et l'acétone.

Une série de processus successifs a lieu, traduisant le mécanisme d'extraction. Il s'agit essentiellement de la diffusion du solvant au sein de la matière solide, la dissolution du soluté dans le solvant, et enfin, le transfert par convection ou diffusion du soluté vers la masse restante du solvant.

III.3. Facteurs influençant les performances de l'extraction

Le processus d'extraction est affecté par plusieurs facteurs caractérisant la matière solide, le soluté et le solvant. Il dépend aussi des conditions opératoires [45].

a) Taille des particules : La taille et la structure de l'échantillon jouent un rôle important dans l'extraction. Plus la matière est divisée finement plus la surface de contact solide-liquide est importante. En effet, la surface de contact entre le solide et le liquide augmente lorsque la taille de

la particule diminue, ce qui favorise la pénétration du solvant dans la matière à extraire et fait augmenter la vitesse d'extraction [46].

b) La nature du solvant : Pour l'extraction des huiles végétales issues des graines oléagineuses et des tourteaux, le choix d'un bon solvant est l'une des préoccupations majeures. Il se fait selon plusieurs critères [47]:

-La régénération du solvant si celui-ci doit être réemployé ;

-Ses propriétés physiques : En plus de la densité et d'être autorisé, le solvant choisi devra posséder une certaine stabilité face à la chaleur, la lumière, sa température d'ébullition sera de préférence basse afin de faciliter son élimination.

-Le solvant doit être sélectif, posséder une grande capacité de dissolution, une faible viscosité et être, si possible, non toxique, ininflammable, non explosif et il ne devra pas réagir chimiquement avec l'extrait.

d) La nature du soluté : Le soluté à extraire contenue dans le corps solide influe considérablement sur la vitesse d'extraction.

e) La température : Il est difficile de cerner l'influence de la température sur l'extraction. Dans la plupart des cas, les gammes élevées de température sont favorables au rendement d'extraction et ceci pour plusieurs raisons [43] :

-La chaleur facilite l'extraction en perméabilisant les parois cellulaires par dénaturation.

-La gamme des hautes températures usuelles augmente la solubilité des matières à extraire.

-Elle diminue la viscosité des solvants d'extraction, ce qui facilite non seulement le passage du solvant à travers la masse du substrat solide, mais aussi les opérations ultérieures de séparation.

f) Le temps d'extraction : C'est un facteur qui doit être pris en considération dans l'extraction de la matière végétale [48 ; 49]. En général, l'augmentation du temps d'extraction augmente le rendement de la matière à extraire.

III.4. Les techniques d'extraction par solvants

Il existe plusieurs techniques d'extraction à partir des sources végétales. Parmi les techniques classiques utilisées depuis longtemps, on citera l'extraction par Soxhlet. C'est une technique qui permet d'avoir de meilleurs rendements.

Au cours de décennies, il y a eu une demande croissante concernant le développement de nouvelles techniques d'extraction permettant des rendements élevés et des temps d'extraction

plus courts. Certaines techniques sont mises au point : l'extraction assistée par micro-onde (EAM) et l'extraction assistée par ultra-son (EAU).

III.4.1. Extraction assistée par micro-onde

L'extraction assistée par Micro-ondes (EAM) a été développée au cours des dernières décennies à des fins analytiques (Figure 9). Les micro-ondes sont des ondes électromagnétiques de longueurs d'ondes intermédiaires entre l'infrarouge et les ondes de radiodiffusion : entre 300 GHz et 300 MHz.

Le procédé consiste à irradier par micro-ondes de la matière végétale broyée en présence d'un solvant partiellement ou totalement transparent [50]. Les solvants qui absorbent fortement les micro-ondes (méthanol) sont destinés à l'extraction des composés polaires, les solvants qui n'absorbent pas les micro-ondes (hexane) pour l'extraction des composés apolaires. Les micro-ondes interagissent simultanément et sélectivement par rotation dipolaire et conduction ionique avec les molécules présentes dans les tissus végétaux, entraînant un échauffement localisé, suivi d'une expansion, puis d'une rupture des membranes cellulaires [51 ; 52].

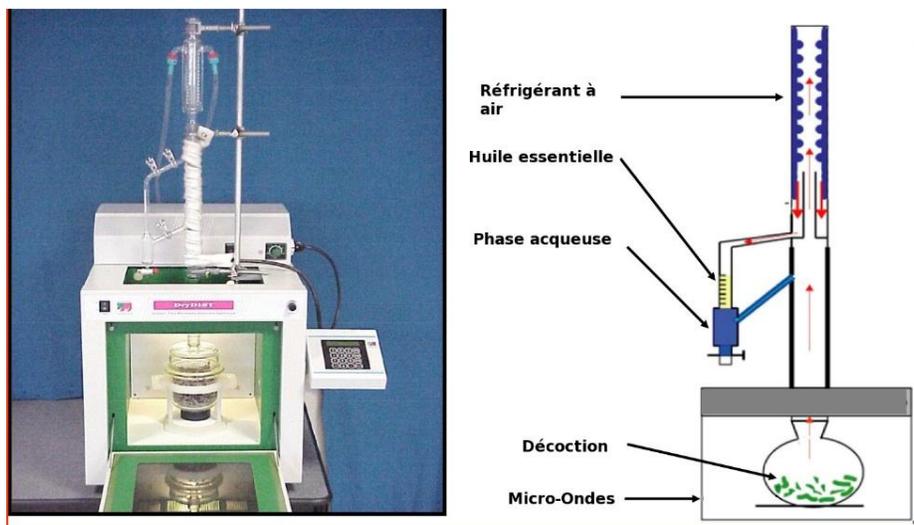


Figure 9 : Extraction par solvant assistée par micro-ondes

III.4.2. Extraction assistée par ultrason

L'extraction assistée par ultrasons (20 – 100 kHz) est une méthode simple, efficace et peu coûteuse, qui offre beaucoup de reproductibilité en peu de temps et améliore le rendement de l'extraction. Cette technique peut être utilisée pour l'extraction des composés aromatiques ou des essences des plantes (Figure 10).

Le principe de l'EAU consiste à faire immerger la matière végétale dans l'eau ou dans le solvant, et en même temps la soumettre à l'action des ultrasons [53]. Pendant la sonication, les ondes sonores induisent des vibrations mécaniques et conduisent au phénomène de cavitation à travers une succession de phases d'expansion et de compression, provoquant la formation des bulles [54]. Les bulles formées par l'expansion vont se développer puis dégonfler. Si ces bulles se situent près d'une surface solide, alors le dégonflement sera asymétrique, ce qui produira des jets de liquide à grande vitesse [55].

Le mécanisme d'extraction implique deux phénomènes physiques :

- Les ultrasons induisent une pénétration du solvant dans la matière végétales, ce qui provoque la rupture des parois cellulaires, pour faciliter la libération du contenu de la matière ;
- Le contenu des cellules peut être « lessivé » après destruction des parois cellulaires, afin de récupérer l'ensemble des composés d'intérêt.

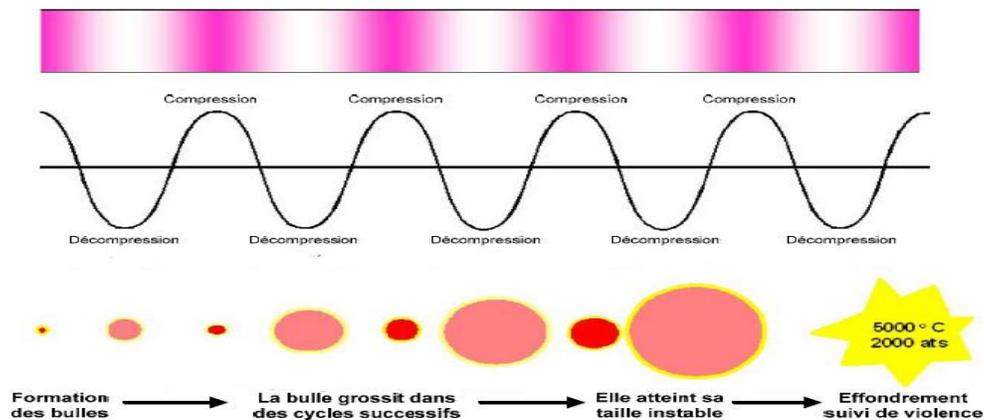


Figure 10 : Schéma démonstratif de la cavitation ultrasonore

III.4.3. Extraction par Soxhlet

L'extracteur Soxhlet est une pièce de verrerie permettant d'effectuer une extraction solide-liquide avec une grande efficacité. L'appareil porte le nom de son inventeur : Franz von Soxhlet.

Dans un système de Soxhlet (figure 11), la matière végétale est placée dans une cartouche, puis remplie de solvant frais condensé à partir d'un ballon à distiller. Quand le liquide atteint le niveau de débordement, un siphon aspire la solution de la cartouche et la recharge de nouveau dans le ballon à distiller, portant les corps dissous extraits dans le liquide. Dans le ballon, le corps dissous (soluté) est séparé du solvant par distillation. L'opération est répétée jusqu'à ce que l'extraction complète soit réalisée [56].

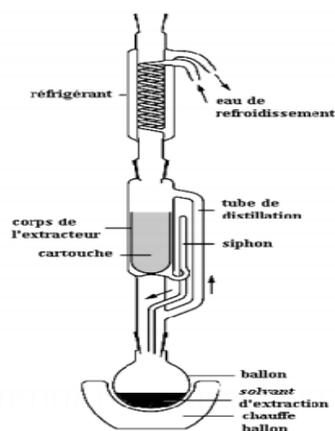


Figure 11 : Extraction par solvant avec Soxhlet

En résumé, il apparaît que dans la plupart des cas, l'extraction par solvants est l'opération fondamentale pour l'extraction des matières végétales, des produits et des huiles. Elle est caractérisée par une productivité élevée, avec un rendement important. Cependant, certains facteurs peuvent influencer le déroulement du processus d'extraction comme le temps d'extraction, la température, la nature du solvant, ...etc. Autrement dit, pour obtenir une extraction efficace avec un rendement maximal, il faut tenir compte de la nature de la matière végétale à traiter, ses caractéristiques physico-chimiques, l'usage de l'extrait et selon la nature du solvant d'extraction.

*MATERIELS ET
METHODES*

I-Matériels et méthodes

1.Position de la problématique

Ce travail consiste à extraire de l'huile d'olive, par solvant, à partir d'un sous-produit oléicole, à savoir le grignon d'olive, étudier quelques caractéristiques physico-chimiques de l'huile extraite.

Sur le plan pratique, la Préparation de l'échantillon ainsi les tests d'analyse ont été effectués au niveau du laboratoire de chimie de l'université de Bouira, durant le mois d'avril 2017.

2.Matériel végétal

2.1.Provenance de l'échantillon

La matière végétale qui a fait l'objet de notre étude est un grignon d'olive brut issu de la trituration des olives de la variété « *Chemlal* », récoltées au cours de la saison oléicole 2016/2017. L'échantillon est prélevé à partir d'une huilerie moderne d'un village de Kabylie dans la wilaya de Bouira, fonctionnant avec un système à presse (figure 12).



Figure 12 : Echantillon de grignon d'olive

2.2. Préparation de l'échantillon

2.2.1. Séchage du grignon d'olive

Le grignon est soumis à un séchage à l'air libre pendant 24 h, afin de réduire le taux d'humidité à 12%.

2.2.2. Tamisage

L'intérêt de cette opération est d'homogénéiser l'échantillon et de caractériser la taille des particules.

3. Méthodes d'analyse de l'échantillon

3.1. Détermination de la teneur en eau

Le principe est basé sur la détermination du taux initial d'humidité du grignon et celui obtenu après séchage.

Il consiste à prendre une prise d'essai m_1 de l'échantillon et la porter à une température de $103 \pm 1^\circ\text{C}$ dans une étuve, on pèse l'échantillon chaque 10 min, jusqu'à masse devient constante m_2 .

L'humidité est calculée selon la relation suivante :

$$H (\%) = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100$$

m_1 : masse de la prise d'essai avant séchage (g) ;

m_2 : masse de la prise d'essai après séchage (g).

3.2. Granulométrie

L'analyse granulométrique consiste à déterminer la distribution dimensionnelle du grignon d'olive à l'aide d'une série de tamis (figure 13).

Elle est réalisée par passage d'une prise d'essai de 200 g d'échantillon à travers une série de tamis dont les diamètres des mailles sont de 01.250 – 01.000 – 0.8000 – 0.500 – 0.315 mm.

Le classement des différentes fractions du grignon s'obtient par vibration de la colonne de tamis. Le tamisage est réalisé suivant l'ordre décroissant et suivi de la pesée de la fraction recueillie de chaque tamis sur une balance.

Le résultat est exprimé par :

$$W(\%) = \frac{m_R}{m} \times 100$$

m : masse de la prise d'essai ;

m_R : masse recueillie dans chaque tamis.



Figure 13 : Série de tamis

4. Procédé d'extraction de l'huile

4.1. Solvant et appareillage

Le solvant d'extraction utilisé est l'hexane. Il est aujourd'hui le solvant le plus employé pour l'extraction des huiles. Il a été sélectionné depuis de nombreuses années pour ses propriétés apolaires qui lui confèrent une grande affinité pour les lipides. L'hexane est un hydrocarbure saturé de la famille des alcanes, de formule C_6H_{14} (Annexe 3).

Comme appareillage, l'extracteur Soxhlet (figure 14) est le mieux indiqué. C'est un dispositif en verre permettant l'extraction de la fraction lipidique d'un échantillon. Il comprend les constituants suivants : Ballon de 250 ml, réfrigérant, extracteur, bain de sable. Le système est complété à l'aide d'une cartouche en cellulose, placée dans le réservoir.

La séparation de l'huile extraite du solvant se fait à l'aide d'un appareil rotavapor (figure 15).



Figure 14 : Appareil Soxhlet



Figure 15 : Appareil Rotavapor

4.2. Extraction

L'extraction est effectuée selon la norme (N.F.V036256, 1976).

On pèse 30 g de grignon et l'introduire dans une cartouche en cellulose perméable au solvant (hexane) et mise dans l'appareil extracteur Soxhlet, puis on introduit 250 ml d'hexane dans le ballon et l'ensemble est porté à une température de 70°C pendant 4 h. Après condensation et remplissage de l'extracteur, le solvant s'écoule dans le ballon par siphonage. L'extraction est arrêtée lorsque le liquide entourant la cartouche devient clair.

Le mélange huile-solvant est soumis à un Rotavapor pour séparer l'huile du solvant. L'huile est alors récupérée après avoir subi un séchage dans une étuve à 103°C pendant 3 min pour éliminer les dernières traces du solvant.

La figure 16 illustre les différentes étapes de l'extraction de l'huile de grignon d'olive.

Les conditions opératoires : sont résumées dans les schémas suivant :

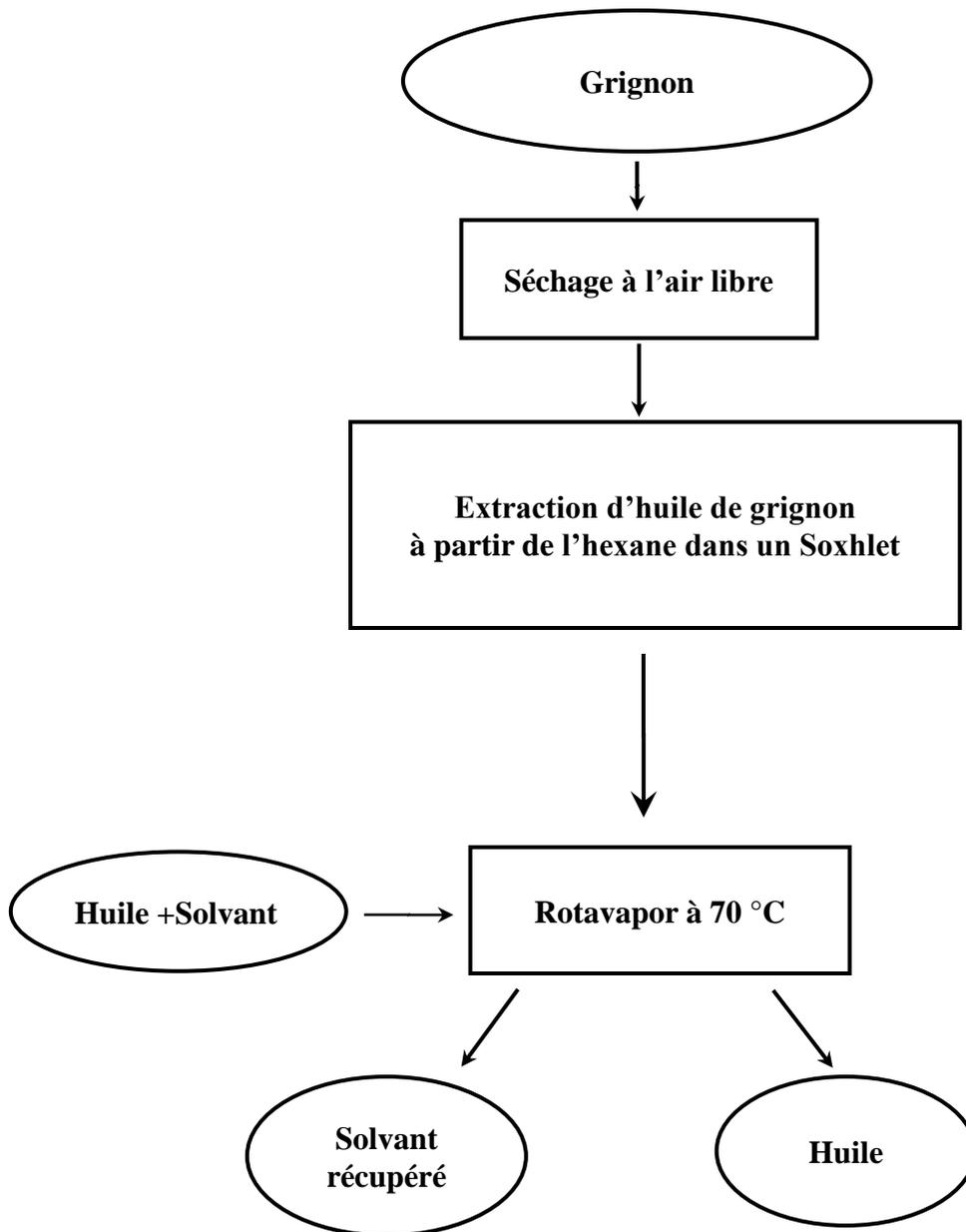


Figure 16 : Extraction de l'huile de grignon d'olive

4.3. Détermination du rendement d'extraction

La teneur en matière grasse est donnée par la formule suivante :

$$MG (\%) = \frac{m_1}{MS} \times 100$$

m_1 : masse de la matière grasse extraite (g) ;

MS : masse de la matière sèche (g).

5. Tests organoleptiques et analyses physico-chimiques de l'huile extraite

5.1. Détermination des caractéristiques organoleptiques

L'examen organoleptique est l'un des critères d'évaluation de la qualité des huiles. Il porte sur l'odeur, la couleur, l'aspect à 20 °C et le goût.

5.2. Analyses physico-chimiques

5.2.1. Détermination de l'indice d'acidité (IA) (NF.T 60-204, 1985)

a) Définition

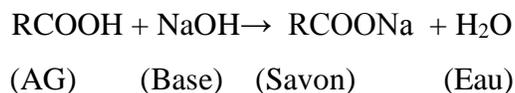
L'acidité représente le pourcentage d'acides gras libres d'un corps gras. Pour l'huile d'olive, elle s'exprime en pourcentage d'acide oléique ($C_{18}H_{34}O_2$).

On définit également l'indice d'acide (IA) comme étant le nombre de mg de potasse nécessaire pour neutraliser 1g de corps gras.

b) Principe

La méthode utilisée est basée sur la neutralisation par la soude ou le potasse (N/10) des acides gras libres d'une prise d'essai (1g), dissous dans un mélange de solvants : oxyde diéthylique/éthanol 95 (50/50 ; V/V).

Le principe de la détermination de l'acidité d'une huile consiste en un dosage acido-basique.



c) Mode opératoire

- Peser 1g d'huile dans un bécher ;
- Ajouter 75ml d'éthanol à 95°C ;
- Neutraliser le mélange en présence de quelques gouttes de phénolphtaléine à 1% ;
- Agiter énergiquement et titrer avec la solution d'hydroxyde de potassium (la solution éthanolique titrée est à 0.1N) jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante ;
- Noter le volume de la solution éthanolique de KOH ajoutée ;
- Effectuer un essai à blanc de la même manière.

d) Expression des résultats

L'acidité est donnée par la formule :

$$A\% = \frac{N \times V \times 282,5}{m \times 1000} \times 100$$

m : Masse de la prise d'essai en gramme ;

N : Normalité de la soude NaOH en eq.g/l ;

V : Volume de titrage de NaOH en ml ;

282.5 g/mol : Masse molaire de l'acide oléique.

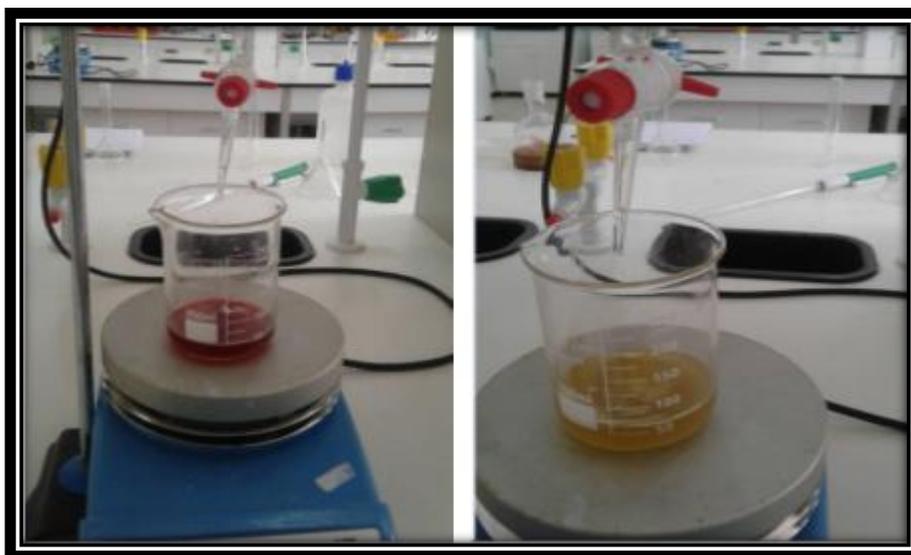


Figure 17 : Détermination de l'indice d'acidité

5.2.2. Détermination de l'indice de réfraction (n_d) (NF.T60-212, 1968)

L'indice de réfraction d'une substance est le rapport de la vitesse de la lumière à une longueur d'onde définie dans le vide à sa vitesse dans la substance. Il est calculé à l'aide d'un réfractomètre (figure 17). Cet indice (n_d^t) est lié à l'insaturation et il est caractéristique du groupe auquel appartient le corps gras.

L'indice de réfraction est calculé comme suit :

$$n_d^{20} = n_d^t + 0,0035 (t-20)$$

n_d^t : valeur de lecture à la température t à laquelle est effectuée la détermination ;

n_d^{20} : indice de réfraction à la température 20°C ;

t : température à laquelle est effectuée la détermination.



Figure 18 : Appareil Réfractomètre

5.2.3. Absorbance spécifique ($E_{1\text{cm}}^{1\%}$) au rayonnement UV (NF.T60-223, 1978)

C'est une mesure spectrophotométrique d'un échantillon de corps gras en solution dans un solvant (hexane pur) et soumis au rayonnement ultraviolet.

On dissout la matière grasse dans l'hexane, puis on détermine l'extinction de la solution aux longueurs d'ondes prescrites (232 nm et 270 nm) par rapport au solvant pur. Les extinctions spécifiques sont déterminées à partir des lectures spectrophotométriques (figure 18).

Le résultat est exprimé par :

$$E_{1\text{cm}}^{1\%}(\lambda) = \frac{A \cdot \lambda}{C \cdot d}$$

$E_{1\text{cm}}^{1\%}(\lambda)$: extinction spécifique à la longueur d'onde λ ;

$A \cdot \lambda$: densité spécifique à la longueur d'onde λ ;

C : concentration de la solution à analyser (g/ 100ml) ;

d : épaisseur de la cuve (cm).



Figure 19 : Appareil Spectromètre UV-Visible

5.2.4 Analyse par spectroscopie Infra Rouge

La spectroscopie infrarouge (IR) est une classe de spectroscopie qui traite de la région infrarouge du spectre électromagnétique (4000 cm^{-1} à 400 cm^{-1}). Comme pour toutes les techniques de spectroscopie, elle peut être employée pour l'identification de composés ou pour déterminer la composition d'un échantillon.

Principe

La spectroscopie infrarouge est basée sur l'absorption de radiations infrarouge par la molécule. Les énergies mises en jeu sont principalement des énergies de vibrations et de rotation. On observe généralement unique les vibrations (pics plus intenses que pour les rotations) qui sont de

deux sortes : les vibrations de déformation et les vibrations d'allongement. L'analyse s'effectue par un balayage des longueurs d'onde avec l'obtention d'un spectre infrarouge présentant des bandes d'absorption. L'analyse des fonctions organiques présentes dans la molécule s'effectue à l'aide de table indiquant la nature de la fonction selon le nombre d'onde mesuré.



Figure 20 : Appareil Spectroscopie IR.

5.2.5. Détermination de l'indice de saponification (IS) (NF.T60-206, 1968)

a) Définition

L'indice de saponification d'un corps gras est le nombre de mg d'hydroxyde de potassium nécessaires pour saponifier un gramme de produit. Cette analyse consiste à mettre l'échantillon avec une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium. L'excès de cette solution est titré avec une solution aqueuse d'acide chlorhydrique.

b) Mode opératoire

- Peser 2g d'huile dans un ballon rodé ;
- Ajouter 25ml de KOH à 0,5N (mol /l) ;
- Adopter le mélange contenu dans le ballon à un réfrigérant ;
- Laisser à ébullition pendant une heure ;
- Refroidir le ballon sous l'eau du robinet ;
- Ajouter quelques gouttes de phénolphtaléine ;

- Titrer par une solution de HCL à 0,5N jusqu'à la disparition de la couleur rose et la réapparition de la couleur initiale du mélange ;
- Effectuer dans les mêmes conditions un essai à blanc.

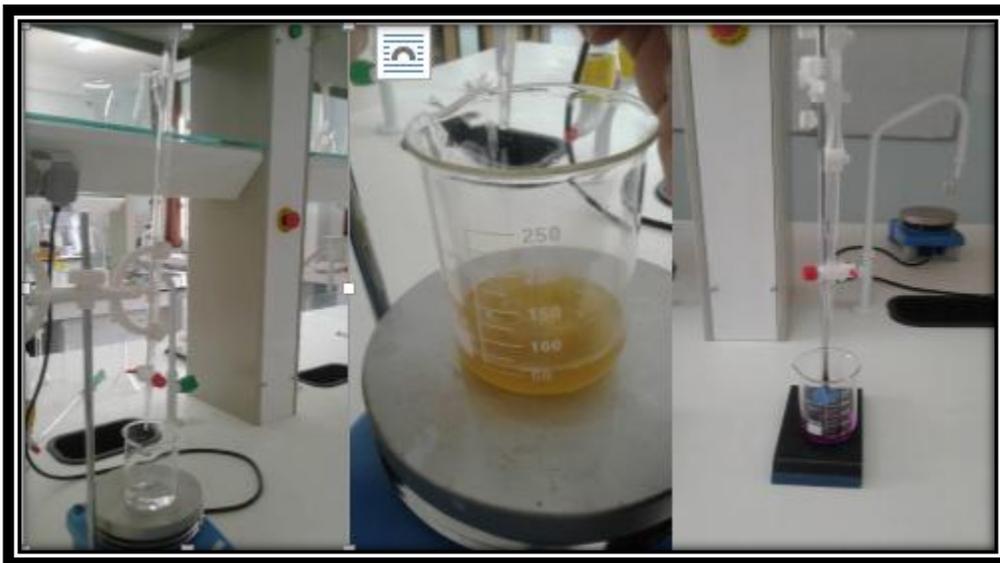


Figure 21 : Détermination de l'indice de saponification

c) Expression des résultats

L'indice de saponification est donnée par :

$$IS = \frac{(V_0 - V_1) \times T \times 56,1}{m}$$

V_0 : volume de la solution d'acide chlorhydrique utilisée pour l'essai à blanc (en ml) ;

V_1 : volume de la solution d'acide chlorhydrique utilisée pour la détermination (en ml) ;

m : masse de la prise d'essai (en g) ;

T : titre exact de la solution d'acide chlorhydrique utilisé.

5.2.6. Dosage de l'insaponifiable (INS) (NF.T60-205, 1975)

a) Principe

La détermination de la teneur en matières insaponifiables est basée sur le principe suivant :

- Saponification du corps gras par traitement à ébullition avec une solution de KOH.
- Extraction de l'insaponifiable de la solution de savon au moyen d'un solvant spécifique (hexane ou oxyde diéthylique).
- Pesée du résidu après évaporation du solvant à 103°C.

b) Mode opératoire

l'extraction de l'insaponifiable a été conduite de la manière suivante :

- Dans un ballon à col rodé de 250 ml, peser 5 g de l'échantillon · Ajouter 50 ml d'une solution de potasse alcoolique de concentration minimum 3% dans l'alcool éthylique et quelques graines de pierre ponce.
- Munir le ballon d'un réfrigérant ascendant. Porter à légère ébullition pendant 1 heure.
- Retirer le ballon du bain marie. Transvaser le contenu dans une ampoule à décanter. · Faire un premier rinçage du ballon avec au maximum 100 ml d'eau qui seront versées ensuite dans l'ampoule, puis un second rinçage avec 100 ml d'oxyde d'éthyle qui seront également versées dans l'ampoule. Boucher l'ampoule et secouer vigoureusement. Laisser décanter jusqu'à séparation des deux couches.
- Soutirer la couche hydro alcoolique par le robinet, dans le ballon de saponification.
- Verser la couche étherée par le haut de l'ampoule dans la deuxième ampoule à décantation contenant 40 ml d'eau. Extraire à nouveau la solution hydro alcoolique de savon dans la première ampoule, deux fois encore par 100 ml d'oxyde d'éthyle de la même manière. Réunir les trois fractions étherées dans la deuxième ampoule.
- Faire tourner l'ampoule contenant la solution étherée et les 40 ml d'eau, sur elle-même sans secousse violente ; laisser décanter et soutirer l'eau de lavage.

Laver la solution étherée 2 fois avec 40 ml d'eau en secouant vigoureusement, puis laver successivement en secouant vigoureusement avec alternativement 40ml de solution aqueuse de potasse (à 3 %), 40ml de solution aqueuse de potasse, 40ml d'eau jusqu'à ce que les eaux de lavage ne se colorent plus en rose par addition de cinq gouttes de phénolphtaléine.

- Transvaser la solution étherée dans un ballon taré, évaporer complètement le solvant en chauffant au bain marie. Ajouter 6 ml d'acétone et les évaporer en s'aidant d'un léger courant d'air. Tenir le ballon obliquement presque entièrement immergé, et le faire tourner dans un bain-marie d'eau bouillante.

Terminer le séchage à 103°C dans l'étuve et peser.

c) Expression des résultats

La teneur en matières insaponifiables est donnée par :

$$I \text{ (\%)} = \frac{m}{M} \times 100$$

m : masse de résidu (g) ;

M : masse de la prise d'essai (g).

*RESULTATS ET
DISCUSSION*

1. Préparation de l'échantillon

1.1. Granulométrie

Après l'analyse granulométrique par tamisage du grignon, les résultats obtenus sont donnés dans le tableau suivant :

Tableau IV : Granulométrie de l'échantillon de grignon d'olive

Fraction correspondant au ϕ des tamis (mm)	Poids (%) du grignon restant dans chaque tamis
01.250 – 01.000	2.944
01.000 – 0.8000	4.442
0.8000 – 0.500	5.869
0.500 – 0.315	7.854
<0.315	/

On constate que la majeure partie de l'échantillon est constituée de particules dont le diamètre est supérieur à 0.500 mm, les autres parties sont presque dans les mêmes proportions.

1.2. Teneur en eau

Les teneurs en eau et en matières sèches du grignon d'olive obtenues sont représentées dans le tableau suivant :

Tableau V : Teneurs en eau et en matières sèches de l'échantillon de grignon d'olive

<i>Humidité avant séchage (%)</i>	<i>Humidité après séchage (%)</i>	<i>MS (%)</i>
40,29	12,31	59,71

L'humidité des grignons d'olives est très élevée, elle serait due vraisemblablement à son exposition à l'air libre et aux aléas climatiques. En effet, les grignons sont généralement jetés dans la nature et se retrouvent ainsi exposés au soleil et à la pluie.

Le séchage à l'air libre, puis à l'étuve, a réduit l'humidité jusqu'à **12,31%**, afin de faciliter l'extraction de l'huile résiduelle par solvant.

2. Rendement d'extraction

Les résultats du rendement en huile extraite à l'aide d'un appareil *Soxhlet* sont résumés dans le tableau ci-dessous :

Tableau VI : Teneurs en huile

Essai n°	1	2	3	4	5	Ecart-type
<i>Masse du grignon (g)</i>	30,0014	30,0052	30,0035	30,0002	30,0011	0,67
<i>Teneur en huile extraite (%)</i>	9,29	8,89	7,9	7,72	9,25	

L'analyse des données mentionnées dans le tableau VI montre que le rendement d'extraction est élevé, avec une teneur moyenne de **8,61 %**. Cette valeur est conforme aux normes rapportées dans la bibliographie (8-15%) [1]. Donc notre échantillon de grignon est riche en matière grasse.

3. Caractéristiques organoleptiques de l'huile extraite

Les caractéristiques organoleptiques de l'huile de grignon d'olive extraite sont résumées dans le tableau ci-après :

Tableau VII : Examen organoleptique de l'huile de grignon d'olive extraite

Couleur	Aspect à 20°C	Odeur	Goût
Verdâtre	Troublé	Altérée	Amer

4. Paramètres physico-chimiques de l'huile extraite

Tableau VIII : Résultats des analyses physico-chimiques

<i>Paramètre</i>	<i>Résultat</i>	<i>Norme</i>	<i>Spécification</i>
<i>Acidité libre (%)</i>	0,36	CODEX STAN 33-1981., 2015 COI/T.15/NC n° 3/Rév. 8	$\leq 1,0$ $\leq 1,0$
<i>Indice de réfraction</i>	1.4570	CODEX STAN 33-1981., 2015	1,4680- 1,4707
<i>Absorbance dans l'UV</i>	$K_{270} = 0,2818$	COI/T.15/NC n° 3/Rév. 8	$K_{270} = 0,187$ $K_{232} = 1,851$
	$K_{232} = 1,8566$	CODEX STAN 33-1981., 2015	$K_{270} = 0,124$ $K_{232} = 1,805$
<i>Indice de saponification (IS) (mg KOH/g)</i>	141	CODEX STAN 33-1981., 2015	182-193
<i>M.I.S (%)</i>	1,93	CODEX STAN 33-1981., 2015	$\leq 3,0$

4.1. Indice d'acidité

L'acidité libre constitue un moyen simple et efficace pour l'évaluation qualitative et la classification par catégorie commerciale des huiles. L'acidité libre est un facteur de qualité de l'huile d'olive, il renseigne sur l'altération de celle-ci par hydrolyse de certains composés [57]. Le résultat de l'acidité libre d'huile est représenté dans le tableau VIII.

D'après le tableau VIII, l'indice d'acidité libre de notre échantillon d'huile est de **0.36**. L'huile de grignon d'olive extraite présente une acidité élevée traduisant son état de dégradation. Toutefois, elle reste dans les limites établies par le Codex Alimentarius et par COI [59 ; 60].

La dégradation de ces huiles est liée essentiellement aux conditions de stockage des olives avant l'extraction et du grignon après l'extraction des huiles. Ces conditions, associées à d'autres paramètres tels que la température et l'humidité ambiantes, favorisent l'hydrolyse des triglycérols de l'huile, la dégradation par oxydation des acides gras insaturés et des composés mineurs, particulièrement les antioxydants. Ces huiles doivent, de ce fait, subir un raffinage chimique ou physique pour leur donner la qualité correspondante aux usages alimentaire et industriel.

4.2. Indice de réfraction

Ce paramètre de pureté est en capacité de déterminer la loyauté d'une huile, par rapport à sa nature (olive ou autre), sa catégorie (vierge, raffinée ou du grignon) et son origine. L'indice de réfraction représente aussi un critère de pureté de l'huile. Il dépend de la composition chimique des huiles et de la température.

Il détermine aussi le degré d'insaturation des acides gras entrant dans la composition des matières grasses. Le résultat de l'indice de réfraction de notre huile est représenté dans le tableau ci-dessous.

La valeur obtenue après analyse est de **1.4570 nd**, elle est inférieure à l'intervalle établie par le Codex Alimentarius. Cela serait dû à la rupture des chaînes hydrocarbonées des acides gras, et à la diminution des doubles liaisons suite à l'oxydation des acides gras.

4.3. Absorbance spécifique UV

L'oxydation de l'huile d'olive conduit à la formation d'hydroperoxydes qui absorbent un rayonnement UV à 232 nm. Si l'oxydation se poursuit, des produits secondaires d'oxydation se forment. En particulier des cétones insaturées qui absorbent le rayonnement UV à 270 nm. L'extinction d'un corps gras à 232 et 270 nm peut être donc considérée comme une image de son état d'oxydation. Les résultats relatifs à l'extinction spécifique sont représentés dans le tableau **VIII**.

Il se dégage de ce tableau que le rapport des extinctions spécifiques à 270nm (cyclohexane) et l'extinction spécifique à 232nm de l'huile étudiée est supérieur aux limites établies par le Codex Alimentarius et le COI.

L'absorbance spécifique dans l'UV à 232 nm est supérieur à la norme. Expliquée par la forte présence des hydroperoxydes dans l'huile.

L'absorbance spécifique dans l'UV à 270 nm est supérieur à la norme COI et CA. Provant la présence des produits secondaires d'oxydation comme les cétones qui absorbent à 270 nm, démontrant que l'huile est dans un état d'oxydation avancée. Donc plus l'extinction à 270 nm est forte, plus l'huile est riche en produits secondaires d'oxydation.

4.4. Analyse par IR

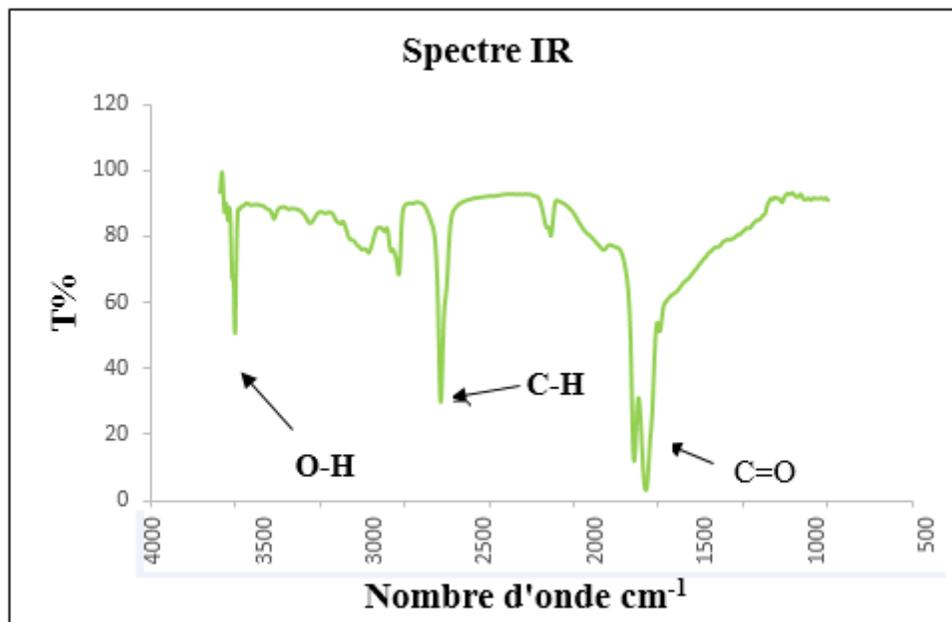


Figure 20 : Spectre IR de l'huile de grignon d'olive extraite

On remarque les vibrations des bandes suivantes :

- 2990 cm^{-1} : vibration de valence correspondant au groupement C - H d'un alcane ;
- 1700 cm^{-1} : vibration de valence correspondant au groupement C = O d'un acide ;
- 3600 cm^{-1} : vibration de valence correspondant au groupement C-H d'un acide.

Cela confirme que notre huile est composée d'acides gras saturés. Théoriquement ce sont des acides gras (C16 et C18).

4.5. Indice de saponification

La connaissance de l'indice de saponification d'un corps gras nous renseigne sur la longueur de la chaîne carbonée des acides gras constituant le corps gras. L'indice de saponification d'un corps gras est d'autant plus élevé que la chaîne carbonée des acides gras est courte [58].

Selon le tableau VIII, la valeur obtenue de l'indice de saponification est de **141 mg KOH/g**, elle est loin de l'intervalle établi par le Codex Alimentarius. Ceci montre que l'huile étudiée est plus riche en acide gras à longues chaînes (ce paramètre étant inversement proportionnel à la longueur de la chaîne). Ce qui explique l'appauvrissement d'huile en courtes chaînes d'acides gras.

4.5. Fraction insaponifiable

La fraction insaponifiable, malgré sa faible teneur dans l'huile, elle revêt une importance capitale grâce aux nobles composés (stéroïdes, vitamines...) qu'elle contient.

Les résultats d'analyse nous ont conduits à une teneur en insaponifiable de **1,93 %**. Cette valeur est dans l'intervalle établi par le Codex Alimentarius. Cela renseigne sur les propriétés thérapeutiques et la haute valeur nutritionnelle, notamment vitaminique, que recèlerait notre huile extraite par solvant (hexane), à partir du grignon d'olive.

CONCLUSION
GENERALE

Conclusion générale

Au terme de notre étude expérimentale qui constitue une contribution à la valorisation du grignon d'olive par la récupération de son huile résiduelle, en procédant avec la technique d'extraction par solvant (hexane) dans un appareil *Soxhlet*, les résultats obtenus confirment notre hypothèse posée en termes de valeur ajoutée du grignon olive en tant que sous-produit oléicole valorisable.

Ainsi, le rendement en huile de grignon d'olive extraite est de **(08,61 %)**. Cette valeur est conforme aux normes rapportées dans la bibliographie.

L'évaluation organoleptique de l'huile extraite révèle que cette dernière est d'une couleur vert, d'un gout amer, et d'une odeur altérée.

Les résultats d'analyse des paramètres physico-chimiques de l'huile obtenue montrent que l'indice d'acidité (**0,36%**) répond aux spécifications de la norme établie par le Codex Alimentarius, l'indice de réfraction (**1,457 n_D²⁰**) est inférieur à la norme requise, et les extinctions spécifiques (**0,2818** et **1,8566**, respectivement, à 270 nm et 232 nm) sont supérieures aux valeurs fixées par les normes du COI et du Codex Alimentarius.

Toutefois, le dosage des matières insaponifiables a donné une valeur (**1,93**) élevée par rapport à celle édictée par le Codex Alimentarius, ce qui renseigne sur la richesse de l'huile extraite du grignon d'olive en composés mineurs. D'où l'intérêt de tenter son emploi dans, notamment, l'industrie thérapeutique et cosmétique.

Les différences enregistrées sur le plan de certaines caractéristiques physico-chimiques peuvent être attribuées, outre les facteurs pédoclimatiques, au temps de récupération de la matière végétale, des conditions de son entreposage et enfin, au paramètre expérimental.

En guise de suggestions, et afin de mieux qualifier la qualité de l'huile du grignon d'olive et de bien situer le niveau de la valeur ajoutée globale de ce sous-produit oléicole, nous jugeons nécessaire d'approfondir le présent travail en l'accompagnant par :

- l'approfondissement et la diversification des analyses de l'huile extraite, aux plans physico-chimique, organoleptique et nutritionnel ;

- l'optimisation du temps et des conditions d'entreposage du grignon d'olive ;

-l'engagement d'autres travaux portant sur la valorisation des autres fractions du grignon d'olive, comme fertilisants et combustibles ;

-l'encouragement de la création d'infrastructure de valorisation des sous-produits oléicoles ;

- enfin, la formation des opérateurs sur le traitement et les techniques de recyclage des sous-produits oléicoles, et leur sensibilisation sur les règles relatives à la protection de l'environnement.

- [1] **Trigui A.** (2008). *Etude en vue de l'élaboration d'un plan action pour l'utilisation énergétique des sous produits de l'oliveraie.*
- [2] **Djadoun S.** *Influence de l'hexane acidifié sur l'extraction d'huile de grignon d'olive assistée par micro-ondes.* Mémoire de Magister. Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou. 87p.
- [3] **Mili S.** (2006). *Olive oil marketing on Non-traditional markets: prospects and strategies.* New Medit; 5: 27-37.
- [4] **Institut Technique de l'Arboriculture Fruitière et de la Vigne (ITAF).** *La culture de l'olivier,* 37p.
- [5] **Violap.** (1998). *L'olivier.* L'huile d'olive Conseil Oléicole International, 115p.
- [6] **Karleskind.** (1992). *Manuel des corps gras.* Edition Lavoisier, 1500p.
- [7] <https://www.mesurez.com/controle-qualite-huile-olive.html>.
- [8] **Abdelilah B.** (2013). *Etude bibliographique sur les huiles essentielles et végétales.*
- [9] **JACOTOT B.** (1993). *L'huile d'olive de la gastronomie à la santé .*Paris : Artulen, 280p.
- [10] **Benlemlih M., Ghanem J.** *Polyphénols d'huile d'olive trésors santé etude scientifique.* Préface du professeur Henri Joyeux
- [11] **Conseil Oléicole International (COI).** (2010). *Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive.*
- [12] **Boskou D.** (2006). *Olive oil chemistry and technology.* 2ed. AOCS Press.
- [13] **Argenson C., Régis S., Jourdain J.M et al.** (1999). *L'olivier.* Les Editions Ctifl. 204p.
- [14] **Espiard, E.** (2002). *Introduction à la transformation industrielle des fruits.* ed. TEC et DOC.
- [15] **Bulletin Mensuel d'information et de liaison du PNTTA.** (2006). *Technologie d'extraction de l'huile d'olive et gestion de sa qualité.* N 141.
- [16] **Angerosa F., Servili, M., Selvaggini R. et al.** (2004). *Volatile compounds in virgin olive oil: occurrence and their relationship with quality.* Journal of Chromatography A, 1054, 17-31.

- [17] **Ryan D., Robards K et Lavee S.** (1998). *Evaluation de la qualité de l'huile d'olive*. *Olivae*, No 72, p.23-28.
- [18] **Aparicio R., Luna G.** (2002). *Characterisation of monovarietal virgin olive oils*. *J. Lipid Sci. Technol*, Septembre, Vol 104, p.1-12.
- [19] **Demnati D.** (2008). *L'huile d'olive vierge : Qualité et dégustation*. Publication. IAV. Hassan II (Rabat) : Technologie Alimentaire, Analyse Sensorielle et Gestion de la Qualité. Royaume du Maroc.
- [20] **Azri C., Obay I., Medhioub Kh.** (1999). *Un moyen de lutte contre la pollution issue de la combustion des grignons d'olives*. *TSM* 9- p82-92.
- [21] **Nlaounakis M. and Halvadakis C.P.** (2006). *Olive processing waste management literature review and patent survey*. Waste management series, vol. 5, 2 ed. Elsevier.
- [22] **Nefzaoui A.** *Contribution à la rentabilité de l'oléiculture par la valorisation optimale des sous-produits*. Séminaire sur l'économie de l'Olivier (CEE, CIHEAM, TUNISIE), Tunis.
- [23] **Nefzaoui A.** (1987). *Contribution à la rentabilité de l'oléiculture par la valorisation optimale des sous-produits*. OLIVAE IV Tunisie.
- [24] **Nefzaoui A.** (1984). *Importance de la production oléicole et des sous-produits de l'olivier*. In : Etude de l'utilisation des sous-produits de l'olivier en alimentation animale en Tunisie. Étude FAO production et santé animales 43, Rome.
- [25] **www.fao.org (Nombreux auteurs).** (2005-2006). *Utilisation des sous-produits dans l'olivier en alimentation animale dans le bassin méditerranéen*.
- [26] **Sansoucy R (FAO, Rome).** (2011). *Étude FAO production et santé animales*. 43. 121p.
- [27] **Sancousy R.** (1991). *Problèmes généraux de l'utilisation des sous-produits agro industriels en alimentation animale dans la région méditerranéenne*. CIHEAM-Options méditerranéennes. Série séminaires- N° 16- 75-79.
- [28] **Ajmia C.** (2010). *Etude expérimentale et théorique de procédés de valorisation de sous-produits oléicoles par voies thermique et physico-chimique*. Thèse doctorat.
- [29] **Hammad M., Badarneh D., Tahboub K.** (1999). *Evaluating variable organic waste to produce methane*. *Energy Conversion and Management* 40, 1463-1475.
- [30] **Kademi A., Ismaili-Alaoui M., Houde A.** (2003). *Des arômes synthétiques...au naturel*. Centre de Recherche et de Développement sur les aliments Saint Hyacinthe, Québec.
- [31] **Mennane Z., Tada D., Akl I., Faid M., Hassanni S., Salmaoui S.** (2010). *Caractérisation physico-chimique et microbiologique des grignons d'olive de 26 huileries traditionnelles de la région de Beni Mellal (Maroc)*. Volume 5, N°19.
- [32] **Loussert., Brousse G.** (1978). *L'olivier*. Ed. Moissonneuve et Larose Paris.

- [33] **Hemsas S.** (2007-2008). *Contribution à l'étude de la décoloration des eaux sur grignons d'olives valorisés. Etude dynamique.* Mémoire de Magister.
- [34] Charbon actif à partir des grignons d'olive .<http://lettre.imist.ma/spip.php?article133>.
- [35] **Gharib H., Ouederni A.** (2005). *Transformation du grignon d'olive Tunisien en charbon actif par voie chimique à l'acide phosphorique.* Récents Progrès en Génie des Procédés, Numéro 92-2005. ISBN 2-910239-66-7, Ed. SFGP, Paris, France.
- [36] **Aguilera J.F., Molina E., Gil. Rodriguez O.** (1986). *Valorisation nutritive d'un grignon d'olive traité à la soude.* 35(3), 305-218.
- [37] **Aguilera J.F.** *Utilisation des sous-produits de l'olivier dans l'alimentation des ovins.* Options méditerranéennes.
- [38] **NEFZAOUI A.** (1991). *Valorisation des sous-produits de l'olivier.* Série no 16 : 101-108. Options méditerranéennes.
- [39] **ABOUTAYEB R.** (2011). *Technologie de la préparation des graisses et huiles alimentaires.* Préparation des graisses et huiles végétales .Raffinage de l'huile brute.
- [40] **Conseil Oléicole International (COI).** (2001). *Norme commerciale applicable à l'huile et à l'huile de grignons d'olive.* COT/T.15/NC n° 2/Rév. 10.
- [41] **Benyahia N., Zein K.** (2003). *Analyse des problèmes de l'industrie de l'huile d'olive et solutions récemment développées.* Contribution spéciale de Sustainable Business Associates (Suisse).
- [42] **Ranalli A., Lucera L. et Contento S.** (2003). *Antioxidizing Potency of Phenol Compounds in Olive Oil Mill Wastewater.* Journal of Agricultural and Food Chemistry, 51 (26), 7636 –7641.
- [43] **Hamsi N.** (2013). *Contribution à l'étude de l'optimisation de l'extraction solide-liquide des lipides par Soxhlet du caroubier (Ceratonia siliqua) de la région de Tlemcen.* University Abou Bakkr Belkaid -TLEMEN.56p
- [44] **Dibert K ., Cros E.** (1989). *Solvent extraction of oil and chlorogenic acid from green coffee Part II : Kinetic data.* Journal of Food Engineering. 10(3): 199-214.
- [45] **LALOU A.** (1995). *Mise au point d'un procédé d'extraction des hémicelluloses à partir d'un substrat végétale lingo-cellulosique : application au cas des coques de tournesol.* Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse.
- [46] **Bucic-Kojic A., Planinic M., Tomas S., Bilic M et Velic D.** (2007). *Study of solid liquid extraction kinetics of total polyphenols from grape seeds.* Journal of Food Engineering, 82:236-242.

- [47] **AGUILERA J.M.** (2003). *Solid-liquid extraction*. Food Sciences and Technology, 128, pp 35-55.
- [48] **Iboukhoulef H., Meziane S., Kadi H.** (2006). *Influence du carbonate de sodium anhydre sur l'extraction de l'huile à partir d'un grignon d'olive humide*. Déchets Sciences ET technique, 42. 29-31.
- [49] **Meziane S., Kadi H., Lamrous O.** (2006). *Kinetics study of oil extraction from olive; foot cake*. Grasas Y Aceites, 57 (2), 175-179.
- [50] **Kaufmann B., Christen P et al.** (2001). *Parameters affecting microwave-assisted extraction of withanolides*. Phytochemical Analysis 12: 327-331.
- [51] **Vian M.A., Fernandez X., Visinoni F., Chemat F.** (2008). *Microwave hydrodiffusion and gravity, a new technique for extraction of essential oils*. Journal of Chromatography A, 1190, 14-17.
- [52] **Bousbia N., Vian M.A., Ferhat M.A. et al.** (2001). *Comparison of two isolation methods for essential oil from rosemary leaves: hydrodistillation and microwave hydrodiffusion and gravity*. Food Chemistry, 114, 355-362.
- [53] **Chemat F., Zill-e-Hume H., Khan M.k.** (2011). *Ultrasound*. Sonochem. 2011, 18, 813-835.
- [54] **Poux M., Cognet P et Gourdon C.** (2010). *Génie de procédés durables, du concept à la caractérisation industrielle*. L'usine nouvelle, Dunod, Paris, ISBN 978-2-10-051605-6.
- [55] **Benamor.** (2008). *Maitrise de l'aptitude technologique de la matière végétale dans les opérations d'extraction de principes actifs ; texturation par détente instantanée contrôlée dic*. Thèse de doctorat. Université de la rochelle.207p.
- [56] **Luque-Garcia J.L and Luque de Castro M.D.** (2004). *Ultrasound-assisted Soxhlet extraction: An expeditive approach for solid sample treatment-Application to the extraction of total fat from oleaginous seeds*. Journal of Chromatography A 1034: 237-242.
- [57] **Bentekaya I., Hassouna M.** (2005). *Étude de la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge extra tunisienne au cours de son stockage*. OCL ; 12 : 447-54.
- [58] **Lion PH.** (1955). *Travaux pratiques de chimie organique*. Ed. Dunod, Paris.
- [59] **Codex Stan 33-1981.** (2015). *Norme pour les huiles d'olive et les huiles de grignons d'olive*. Adoptée en 1981. Révision : 1989, 2003, 2015. Amendement : 2009, 2013.
- [60] **Conseil Oléicole International (COI).** (2005). *Norme commerciale applicable à l'huile d'Olive et à l'huile de grignons d'olive*. COI/T. 15/NC n°2/Rev.10

Résumé

La production de l'huile d'olive génère des quantités considérables de grignons, constituant un polluant puissant déversé dans la nature sans aucun traitement préalable, mais qui pourrait être considéré comme une source potentielle de produits naturels de haute valeur additive, en raison de sa teneur en composés phénoliques et autres antioxydants naturels.

La présente étude porte sur la valorisation d'un déchet agro-alimentaire - le grignon d'olive - dans le domaine de traitement des effluents d'huileries, sachant qu'il est produit en centaines de milliers de tonnes chaque année.

L'extraction par solvant (Hexane) de l'huile résiduelle contenue dans notre échantillon de grignon d'olive a donné un rendement conforme aux normes édictées par le Codex alimentarius. Il est de l'ordre de 8,61 %. Aussi, l'analyse des paramètres physico-chimiques (IA, IS, INS, IR, D.UV) et l'étude des propriétés organoleptiques (Aspect, couleur, goût) de l'huile extraite ont mis en évidence un produit de qualité satisfaisante. D'où l'intérêt de la valorisation du sous-produit oléicole : le grignon d'olive.

***Mots-clés :** Grignon, pollution, valorisation, huile, olive, extraction, solvant.*

Abstract

The production of olive oil generates considerable amounts of pomace, constituting a powerful pollutant spilled in nature without any prior treatment, but which could be considered as a potential source of natural products of high additive value, due to its content of phenolic compounds and other natural antioxidants.

This study bears on the development of a food waste - olive pomace - in the field of treatment of effluents from mills, knowing that it is produced in the hundreds of thousands of tons annually.

The solvent extraction (Hexane) of the residual oil in our sample of olive pomace gave a performance in line with the standards set by the Codex Alimentarius. It is of the order of 8.61%. Also, the analysis of physicochemical parameters and the study of the organoleptic properties (colour, appearance, taste) of the extracted oil have highlighted a product of satisfactory quality. Where the interest of the valuation of the by-product of olive oil: the olive pomace.

Keywords: Pomace, pollution, development, oil, olive, extraction, solvent.

ملخص

انتاج زيت الزيتون يولد كميات كبيرة من ثفل الزيتون، الذي يعتبر ملوث قوي مسكوب في الطبيعة دون أي علاج، ولكن يمكن اعتباره مصدرا محتملا للمنتجات الطبيعية عالية القيمة المضافة، وذلك بسبب المحتوى من مركبات الفينول ومضادات الأكسدة الطبيعية الأخرى. تركز هذه الدراسة على تقييم من فضلات الطعام - ثفل الزيتون - في مجال معالجة النفايات السائلة من المصانع، مع العلم أن يتم إنتاجه مئات الأطنان سنويا . أعطى الاستخلاص بالمذيبات (هكسان) من الزيت المتبقي في عينة ثفل الزيتون الأداء بما يتماشى مع المعايير التي وضعتها هيئة الدستور الغذائي. من أجل من (8.61%). كما أظهر تحليل المعلمات الفيزيائية والكيميائية ودراسة الخصائص الحسية (المظهر واللون والطعم) من النفط المستخرج جودة المنتج مرضية. ومن هنا جاء الاهتمام من تسمين الزيتون من قبل المنتج: ثفل الزيتون.

كلمات البحث: ثفل الزيتون، التلوث، إعادة التدوير، زيت، الزيتون، استخلاص، المذيبات.

Annexe 1**Tableau I** : Les principales caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive

T de fusion (°C)	-3°
Point de trouble (°C)	5-10°
Point de fumée (°C)	210°
T ébullition (°C)	300°
Densité	0.92
Indice de réfraction	1,466-1,468
Indice d'iode (g I ₂ /g d'huile)	80-88
Indice de saponification (mg)	185-196
Acidité libre (g d'acide oléique /100g d'huile)	0,3-1
Absorbance dans l'UV	2,5-2,6 (à 232nm)
Indice de peroxyde (mécq d'oxygène actif/kg)	15-20

Annexe 2

Tableau II : Composition chimique des différents types de grignons d'olive

Types de grignons	Matières sèches (MS) %	Matières minérales (MM)%	Matières azotées totales (MAT)%	Cellulose brute (CB)%	Matières grasses (MG) %
brut	75-80	3-5	5-10	35-50	8-15
épuisé	85-90	7-10	8-10	35-40	4-6
Grignon épuisé partiellement dénoyauté	85-90	6-8	9-14	15-35	4-6
Grignon gras partiellement dénoyauté	80-95	6-7	9-12	20-30	15-30

Annexe 3

Tableau III : Caractéristiques physico-chimiques de l'hexane

Solvant	PM (g/mol)	T _{eb} (°C)	Apparence et odeur	Solubilité dans l'eau
Hexane (C₆H₁₄)	86,17	68,7	Liquide claire, Odeur désagréable	Insoluble