

NOTE

sur un procédé pratique et rapide de DOSAGE DE L'HUILE dans les olives

La détermination de la teneur en huile dans les olives pose des problèmes analytiques délicats. Les procédés classiques d'extraction par les solvants sont longs et demandent beaucoup d'attention. Aussi, depuis de longues années, on a cherché à mettre au point des procédés pratiques et surtout rapides capables d'une précision moyenne et suffisante pour guider l'Industrie.

En ce qui concerne l'examen quantitatif approché de la matière grasse des olives, les chercheurs algériens ont pris date. C'est ainsi que dès 1902, mon Maître, M. le Professeur POUGET, de la Faculté des Sciences d'Alger, a publié une méthode analytique qui utilisait la densité d'une solution de la matière grasse des olives dans du pétrole (1).

La méthode que je propose utilise le matériel acido-butyrométrique bien connu de GERBER (2). Et, après de multiples essais sur les réactifs utilisables, j'ai obtenu des résultats très intéressants en faisant appel à la solution « Neusal » utilisée du reste pour l'examen du lait, légèrement modifiée dans sa composition.

Ce réactif est préparé de la façon suivante : On dissout dans 240 cm³ d'eau distillée 50 grammes de salicylate de soude et 50 grammes de citrate de soude. On ajoute 86 cm³ d'alcool isobutylique. Puis on dilue le mélange avec encore 240 cm³ d'eau. Enfin, on ajoute 0,1 gramme de bleu de méthylène pour colorer. Le réactif est placé dans un flacon émeraude bouché et teinté. On agite avant l'emploi (3).

(1) I. POUGET : Procédé rapide de dosage de l'huile dans les olives, *Bulletin Agricole de l'Algérie et de la Tunisie* (1902) et *Moniteur Scientifique* (1902).

(2) Méthode acido-butyrométrique : GERBER et OTTIKER, *prakt. Milchprüfung*, Bern 1914. KÖSTLER et LÖRTSCHER, *Z.U.L.* 57, 48, 1929.

(3) D'après WENDLER : *Deutsche Molkereizeitung*, 1919, n° 37 ; KREIS et STÜDINGER, *Mitt.* 18, 333, 1927 ; MOHLER, *Mitt.* 24, 172, 1933.

— 2 —

Il convient maintenant de procéder à l'étalonnage de la graduation du tube du butyromètre. On procédera comme suit :

On place dans le butyromètre taré sur balance un poids connu de l'huile. On introduit également environ 1,5 grammé de poudre de verre. On ajoute alors 10 cm³ de solution « Neusal » précédente, puis 10 cm³ d'eau distillée. On bouche le butyromètre, on agite vivement en ayant soin de faire tomber la poudre de verre dans la partie renflée et autant que possible à ne pas laisser de cette poudre en trop grande quantité sur les parois du tube gradué. On place au bain-marie réglé à 5°. Au bout de cinq minutes, on agite encore vivement dans les mêmes conditions que plus haut. On centrifuge alors pendant cinq minutes à 1.200 tours par minute. On replace le butyromètre dans le bain-marie à 45° et on fait la lecture à cette température.

De cet essai préalable, on déduit facilement la correspondance entre les graduations du butyromètre et la teneur en huile d'olive.

Cet étalonnage est absolument indispensable. Il doit être fait chaque fois que la solution de neusal est remplacée. Il peut également se faire de temps en temps en cours d'emploi de la solution. En outre, il doit utiliser de l'huile d'olive d'obtention récente, de façon à placer cette opération initiale dans des conditions aussi proches que possible des propriétés de l'huile dans l'olive.

Exemple : 0,5510 gramme d'huile d'olive donnent une lecture de 5,2 divisions.

Donc, par rapport à l'huile d'olive,

$$\begin{array}{r} 0,551 \\ 1 \text{ division} \quad \text{---} \quad = \quad 0,1062 \text{ g. d'huile d'olive.} \\ 5,2 \end{array}$$

Le dosage de l'huile dans l'olive découle simplement de cette opération. On pèse 20 grammes de pulpe d'olive, par exemple. On ajoute 20 grammes de poudre de verre et on broie intimement ce mélange au mortier. On place dans un butyromètre un poids connu du mélange (3 grammes environ). On reprend les opérations indiquées, 10 cm³ de neusal, 10 cm³ eau, agitation, bain-marie, centrifugation, bain-marie, lecture. De cette lecture, on déduit rapidement la teneur en huile de la pulpe d'olive examinée.

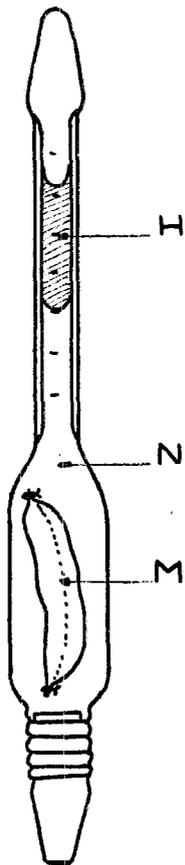
Il y a intérêt, pour obtenir des lectures excellentes, à utiliser un petit sachet de toile dans lequel on place la pâte d'olives broyées.

On réalise très simplement ce dispositif en fabriquant un petit sac cylindrique piqué à la machine à coudre sur une génératrice. On attache avec du fil les deux extrémités quand on a mis la matière.

On évite ainsi des tracieules de matière qui, en se mélangeant dans la solution, viennent parfois gêner la lecture du ménisque de la couche grasse.

Exemple 1 : 20 grammes de pulpe, 20 grammes de poudre de verre malaxés. On place 3 grammes du mélange dans le butyromètre. Lecture final 2,4. Le teneur en huile d'olive de la pulpe est donc de :

$$\frac{2,4 \times 0,106}{1,5} = 16,99 \quad \% \quad 17 \quad \%$$



Exemple 2 : On a opéré sur un mélange de 20 grammes de pulpe d'olive et de 20 grammes de poudre de verre. Par la méthode d'extraction par solvant (benzène), on trouve 15,40 % de matière grasse (base humide).

3 grammes du mélange sont traités dans le GERBER. On fait quatre essais, qui donnent comme lecture :

1 ^{er} essai	3 gr. matière	lecture :	2,2
2 ^e	— 3 gr.		. 2,2
3 ^e	— 3 gr.		: 2,2
4 ^e	— 3 gr.		: 2,15

$$\text{Moyenne des lectures : } \frac{8,75}{4} = 2,18$$

$$\text{Ce qui donne : } \frac{0,1062 \times 2,18}{1,5} \times 100 = 15,401 \quad \%$$

Dans la vérification de la méthode appliquée à la pulpe d'olive, on a malaxé 20 grammes de pulpe et 20 grammes de poudre de verre, et on a obtenu les résultats successifs suivants :

Essai n° 1 :	3 gr. de mélange	— lecture	2,32
Essai n° 2 :			2,35
Essai n° 3 :			2,35

— 4 —

Valeur expérimentale retenue : 2,35

Essai n° 4 : 2 gr. de mélange — lecture 1,6

Essai n° 5 : — — — 1,55

Valeur expérimentale moyenne : 1,57

La proportionnalité des lectures est tout à fait convenable, car la proportion se vérifie sur la première décimale,

$$\frac{1,57}{2,35} = \frac{2}{3}$$

$$\text{ce qui donne : } 3 \times 1,57 = 4,71$$

$$2 \times 2,35 = 4,70$$

Les exemples qui précèdent donnent des chiffres exprimés avec deux chiffres décimaux significatifs. Dans la pratique, on conservera un seul chiffre, et ainsi on adoptera comme résultat de l'exemple cité, une teneur en huile de 16,9 % d'huile dans la pulpe (base humide).

Les avantages qui paraissent s'attacher à ce procédé de détermination de l'huile dans les olives sont :

a) La méthode utilise le matériel classique acido-butyrométrique de GERBER qui se rencontre très facilement sur le marché. Matériel rustique, peu encombrant, utilisable partout. Une balance complète l'équipement (trébuchet sensible).

b) Le procédé est très rapide. Il demande en moyenne une demi-heure pour des butyromètres étalonnés sur l'huile d'olive au préalable.

c) Les lectures sur la tige graduée se font avec une facilité réelle et l'interface apparaît avec une splendide netteté qui permet de lire 0,15 division de la graduation très aisément. Il convient de faire en moyenne quatre essais de façon à donner trois chiffres significatifs exacts.

d) Le réactif utilisé se manipule plus proprement que l'acide sulfurique de la méthode acido-butyrométrique, et il n'y a pas à craindre de manipulations délicates et souvent dangereuses.

e) On obtient directement la teneur en huile sur base humide, sans avoir à se soucier de doser l'humidité de la matière, opération qui, dans les laboratoires, représente encore de nos jours, le point anguleux des déterminations analytiques de matières grasses dans les produits d'industrie.

— 3 —

f) Enfin, il y a là un procédé à allure très générale qui peut être appliqué à d'autre matière première que l'olive. Bien entendu, il devra chaque fois faire l'objet d'un étalonnage préalable sur la matière grasse que l'on recherche. Nous l'avons utilisé pour les dosages rapides d'huiles de graisses industrielles et de tourteaux (arachides, lin) avec d'excellents résultats.

Ce procédé a été mis au point avec le concours de M. GOBET, aide-manipulant au Laboratoire de Technologie de l'Ecole Nationale d'Agriculture d'Alger.

Congrès International d'Oléotechnie,
Alger, mai 1948.