



Rôle des enzymes endogènes et exogènes dans le processus d'extraction

LES OBJECTIFS DE L'INNOVATION



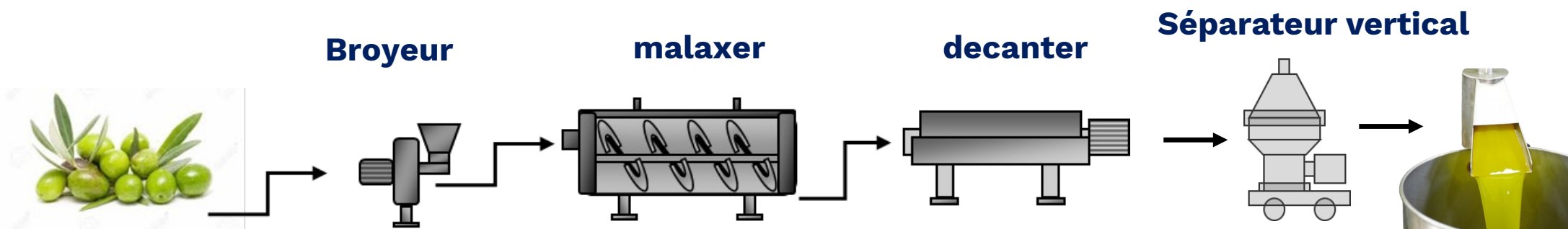
Extraction de l'huile d'olive : des méthodes anciennes à la technologie contemporaine



*Oleum Olivarum, planche 12 de 'Nova Reperta'
gravé par Philip Galle
v.1580-1605*



Moulin à huile d'olive traditionnel avec moulin à pierre et presse — un système encore en usage aujourd'hui
Toscane, Italie, 2025



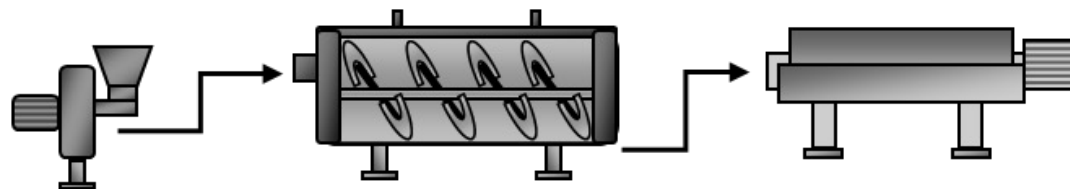
L'huile d'olive vierge est-elle simplement du jus d'olives?

(pas exactement)

broyage

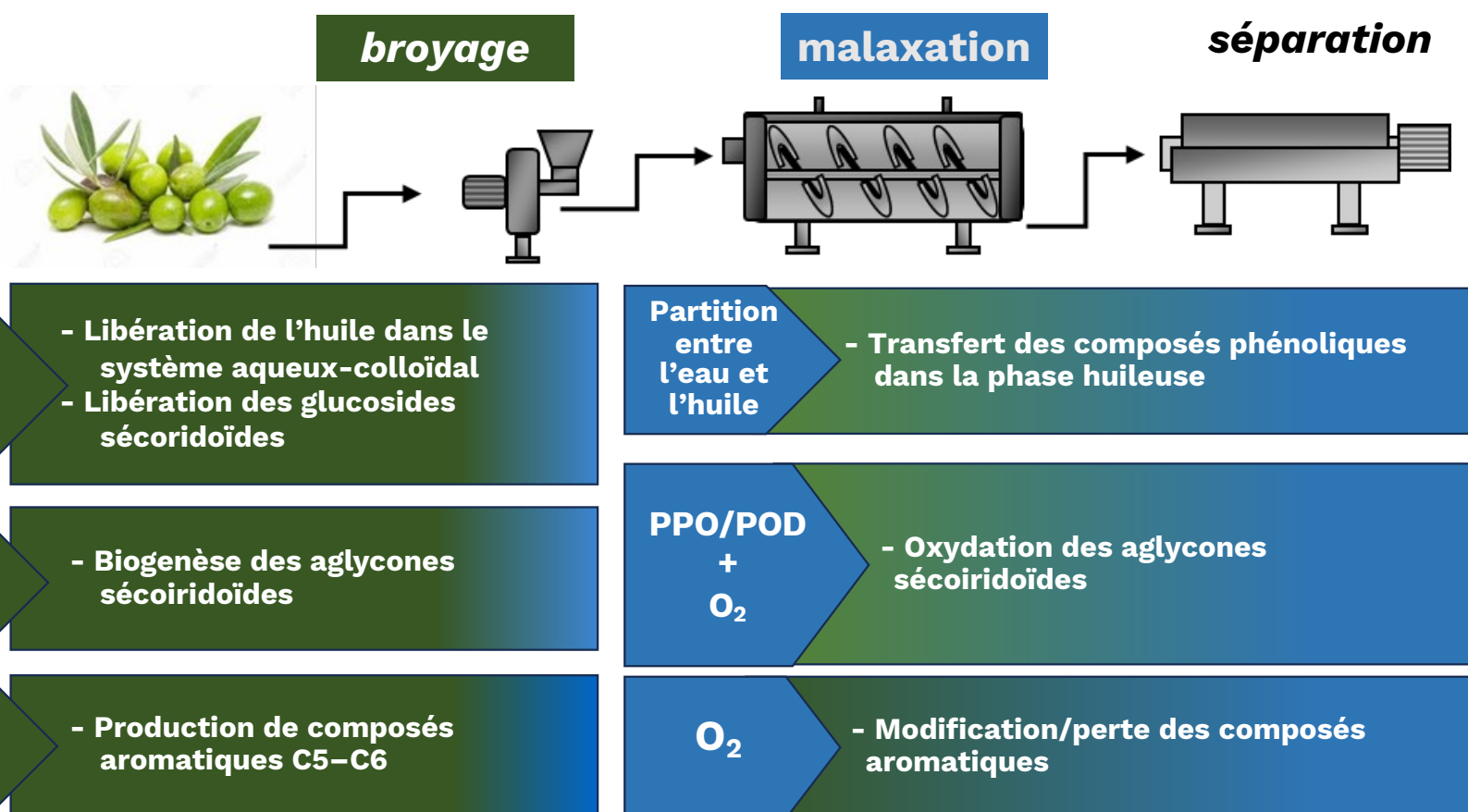
malaxation

séparation

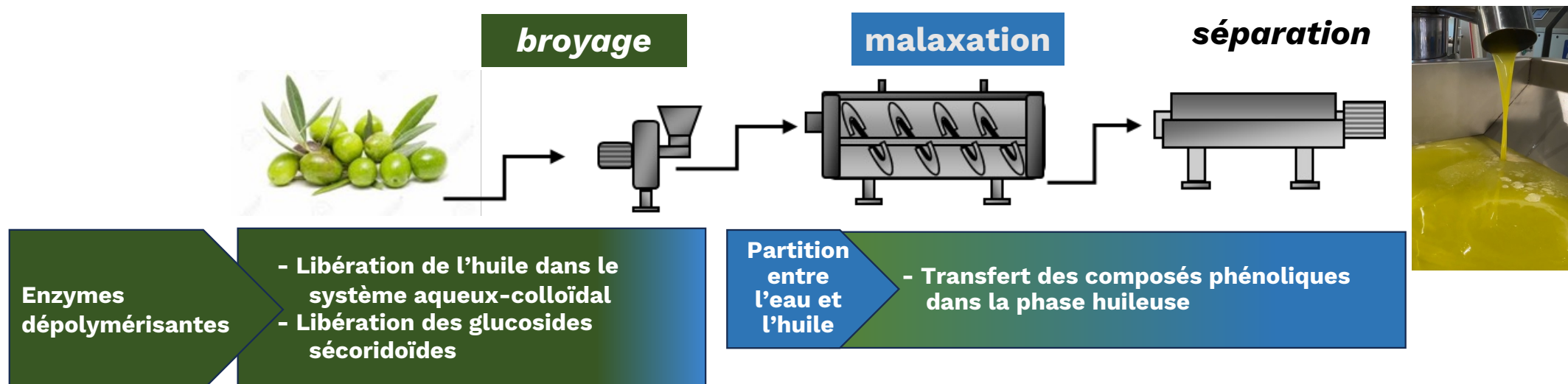


Au cours du procédé technologique d'extraction, l'huile cellulaire des olives subit des transformations enzymatiques et physicochimiques qui modifient sa composition

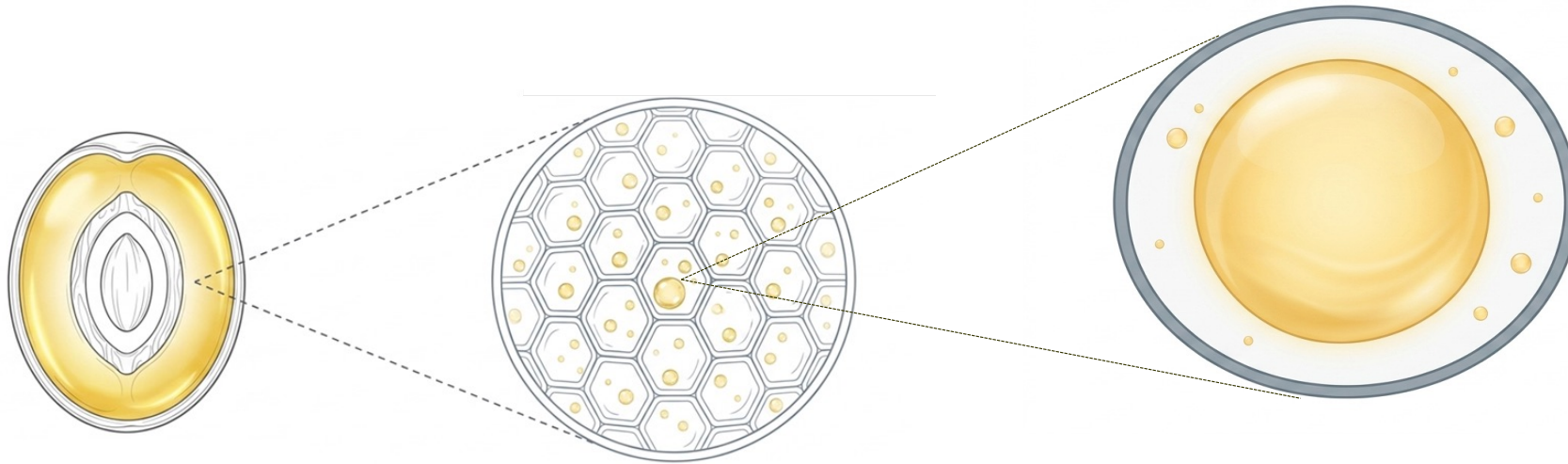
CONNAISSANCES ACTUELLES SUR LES FACTEURS TECHNOLOGIQUES AFFECTANT L'EXTRACTION DE L'HUILE ET SA QUALITÉ



CONNAISSANCES ACTUELLES SUR LES FACTEURS TECHNOLOGIQUES AFFECTANT L'EXTRACTION DE L'HUILE ET SA QUALITÉ



LOCALISATION DE L'HUILE À L'INTÉRIEUR DU FRUIT DE L'OLIVE



Anatomie de la Drupe

- Épicarpe : La peau extérieure (1.5-3.5% du volume).
- Endocarpe : Le noyau
- Mésocarpe: La pulpe (70-80 % du volume).

Structure Cellulaire de la pulp

L'huile est physiquement encapsulée au sein de millions de cellules végétales formant le tissu de la pulpe.

La vacuole oléifère

L'huile est enfermée et protégée par des membranes physiques.

- ~80 % de l'huile est stockée dans les grandes lipovacuelles centrales. Ces gouttes unifiées peuvent atteindre un diamètre de 30 micromètres.
- ~20 % de l'huile est dispersée sous forme de micro-gouttelettes isolées dans le système colloïdal du cytoplasme environnant.

LE BROYAGE EST LA FORCE MÉCANIQUE DE L'EXTRACTION

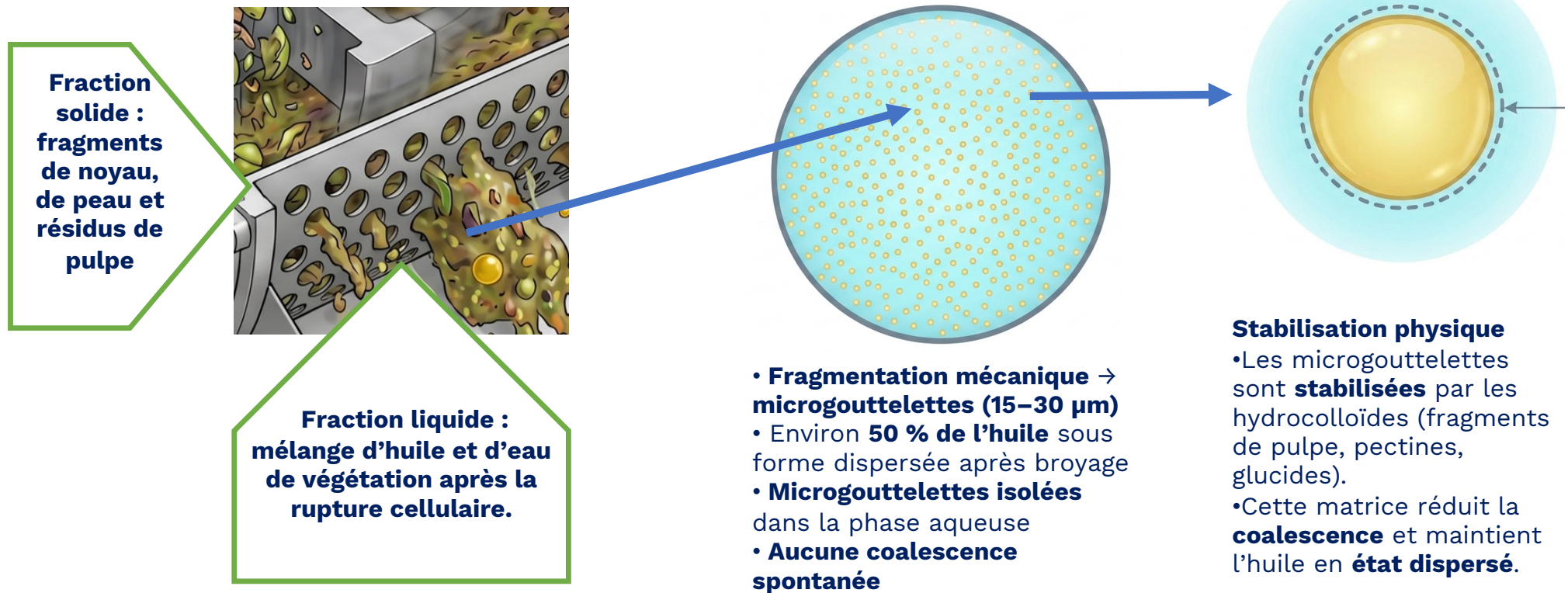
- Vitesse élevée (1200–3000 tr/min)
- Destruction des parois cellulaires et des membranes
- Libération de l'huile, de l'eau et des composés intracellulaires



LA PÂTE D'OLIVES BROYÉES EST UNE MATRICE COMPLEXE SEMI-FLUIDE

la pâte d'olive hétérogène est constituée de phases solide et liquide

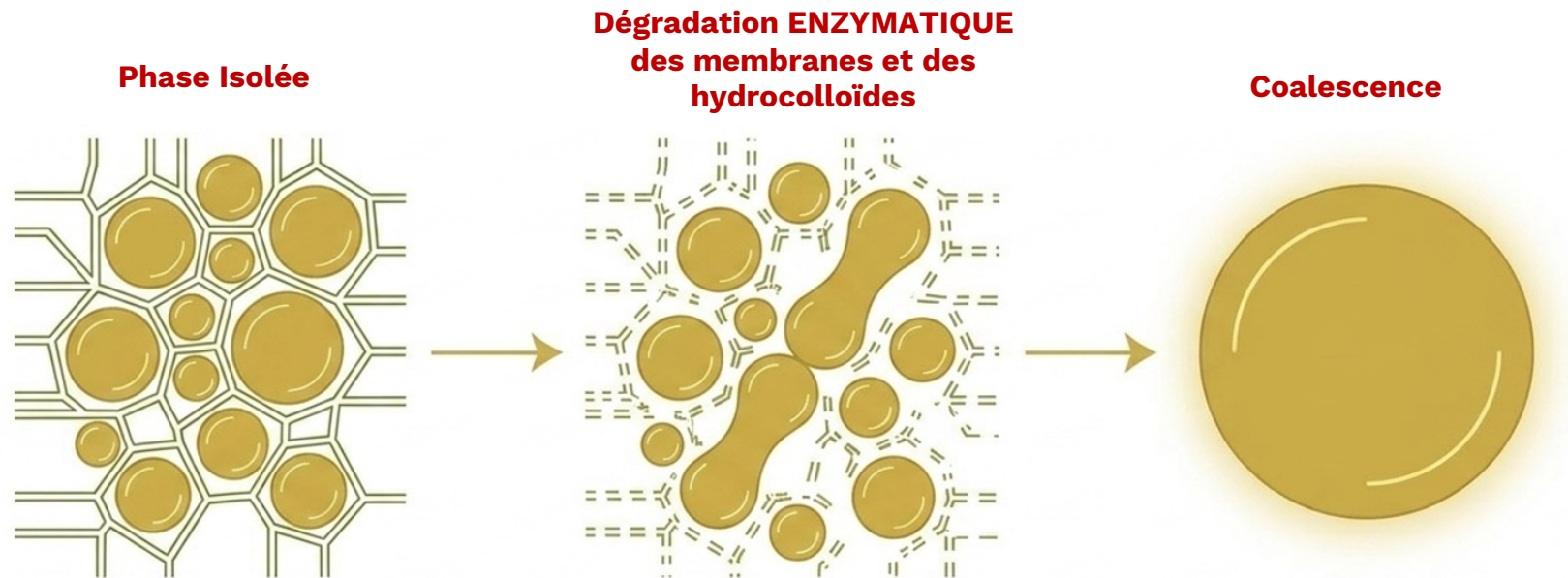
état d'émulsion de l'Huile



LA DISPERSION EXTRÊME DE L'HUILE NÉCESSITE UN MALAXAGE POUR ROMPRE L'ÉMULSION ET RÉUNIFIER LES GOUTTELETTES

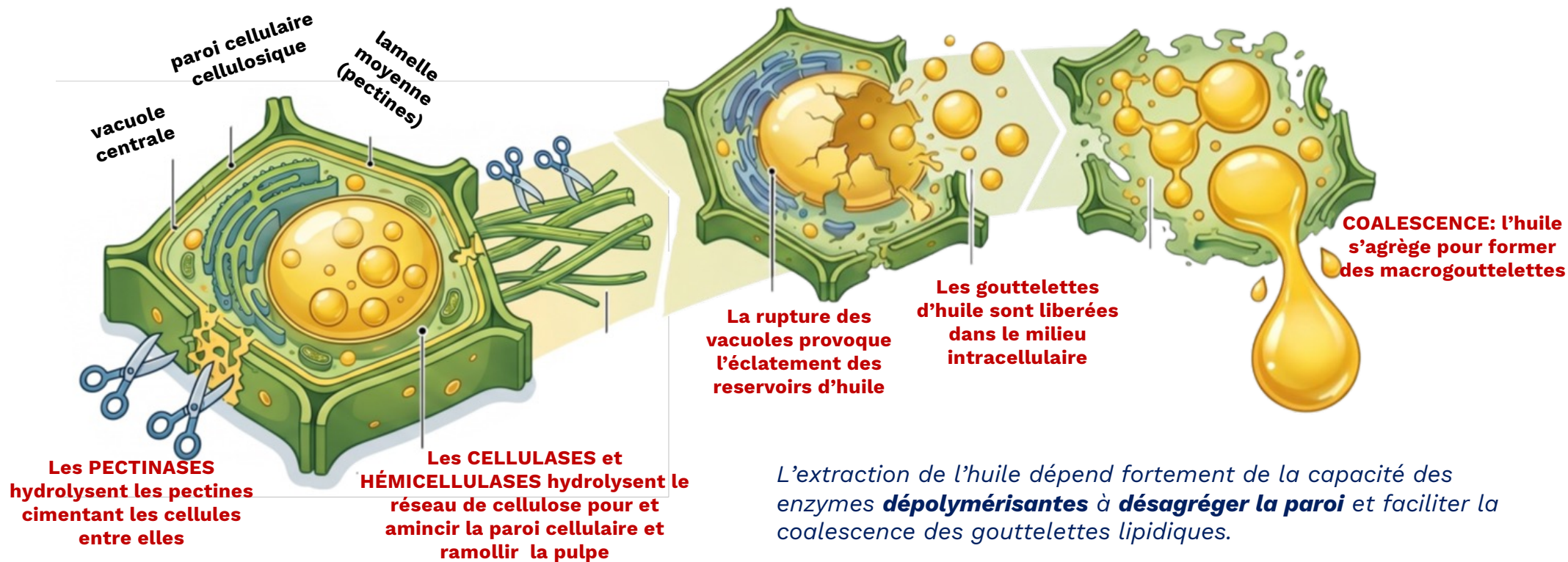
Rétention de l'huile après broyage

- Une partie de l'huile reste **retenue dans la pâte** après le broyage.
- Les microgouttelettes demeurent **stabilisées** dans des émulsions huile-dans-eau.
- Les membranes lipoprotéiques et le **réseau d'hydrocolloïdes** (pectines) limitent la coalescence et maintiennent l'huile **en état dispersé**.

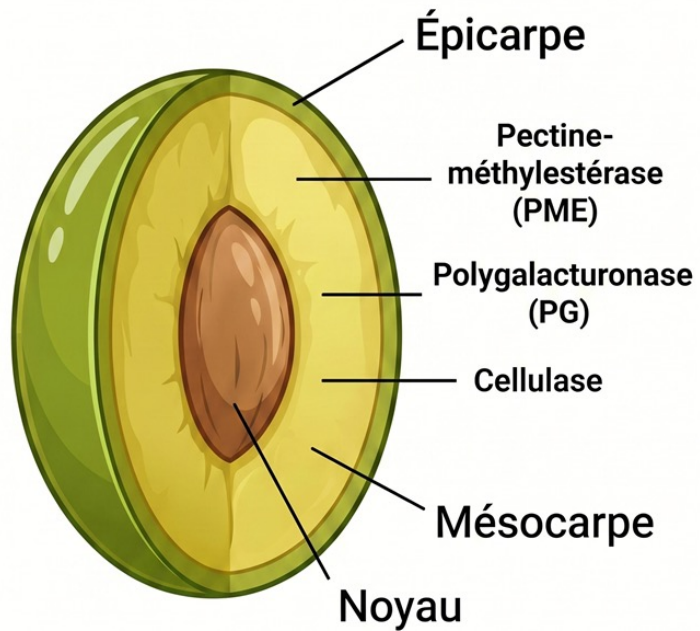


SÉPARATION CENTRIFUGE (DÉCANTEUR) BEAUCOUP PLUS RAPIDE ET EFFICACE

L'ACTIVITÉ ENZYMATIQUE ENDOGÈNE : LE MÉCANISME DE LIBÉRATION DE L'HUILE À PARTIR DE LA CELLULE OLÉIFÈRE



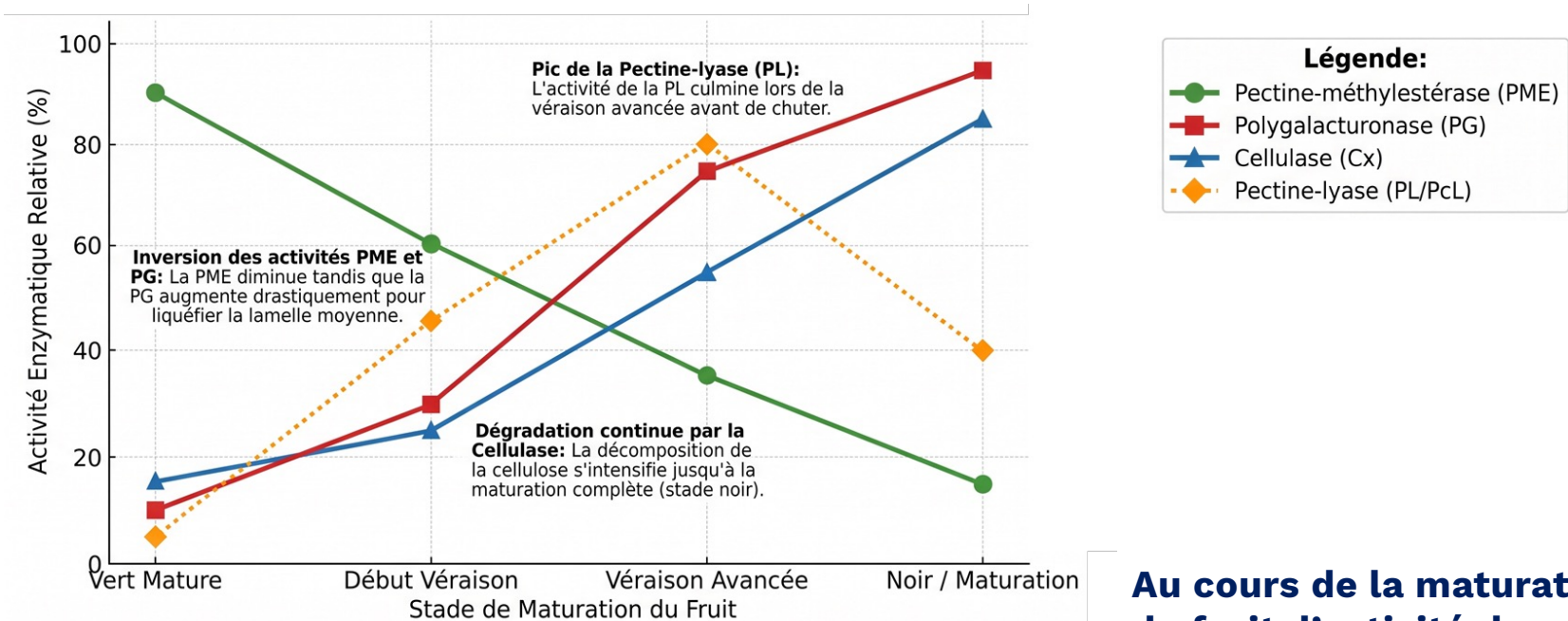
ANATOMIE ET EMZYMES DÉPOLYMÉRISANTES DE L'OLIVE



LOCALISATION DES ACTIVITÉS ENZYMATIQUES DANS LES TISSUS DE L'OLIVE

Enzyme	Mésocarpe (Pulpe)	Épicarpe (Peau)
 Pectin-méthylestérase (PME)	98.0 - 99.5%	-
 Polygalacturonase (PG)	66.5 - 83.0%	9.0 - 24.5%
 Cellulase	66.5 - 88.0%	6.0 - 12.5%

RELATION ENTRE LA MATURATION DU FRUIT ET L'ACTIVITÉ DES ENZYMES DÉPOLYMÉRISANTES



Au cours de la maturation du fruit, l'activité des enzymes dépolymérisantes augmente, favorisant la dégradation de la paroi cellulaire et la libération de l'huile.



RELATION ENTRE LA DISPONIBILITÉ EN EAU ET L'ACTIVITÉ DES ENZYMES DÉPOLYMÉRISANTES

Condition hydrique

Effet physiologique

Irrigation complète

paroi plus hydratée, structure plus résistante

Déficit modéré

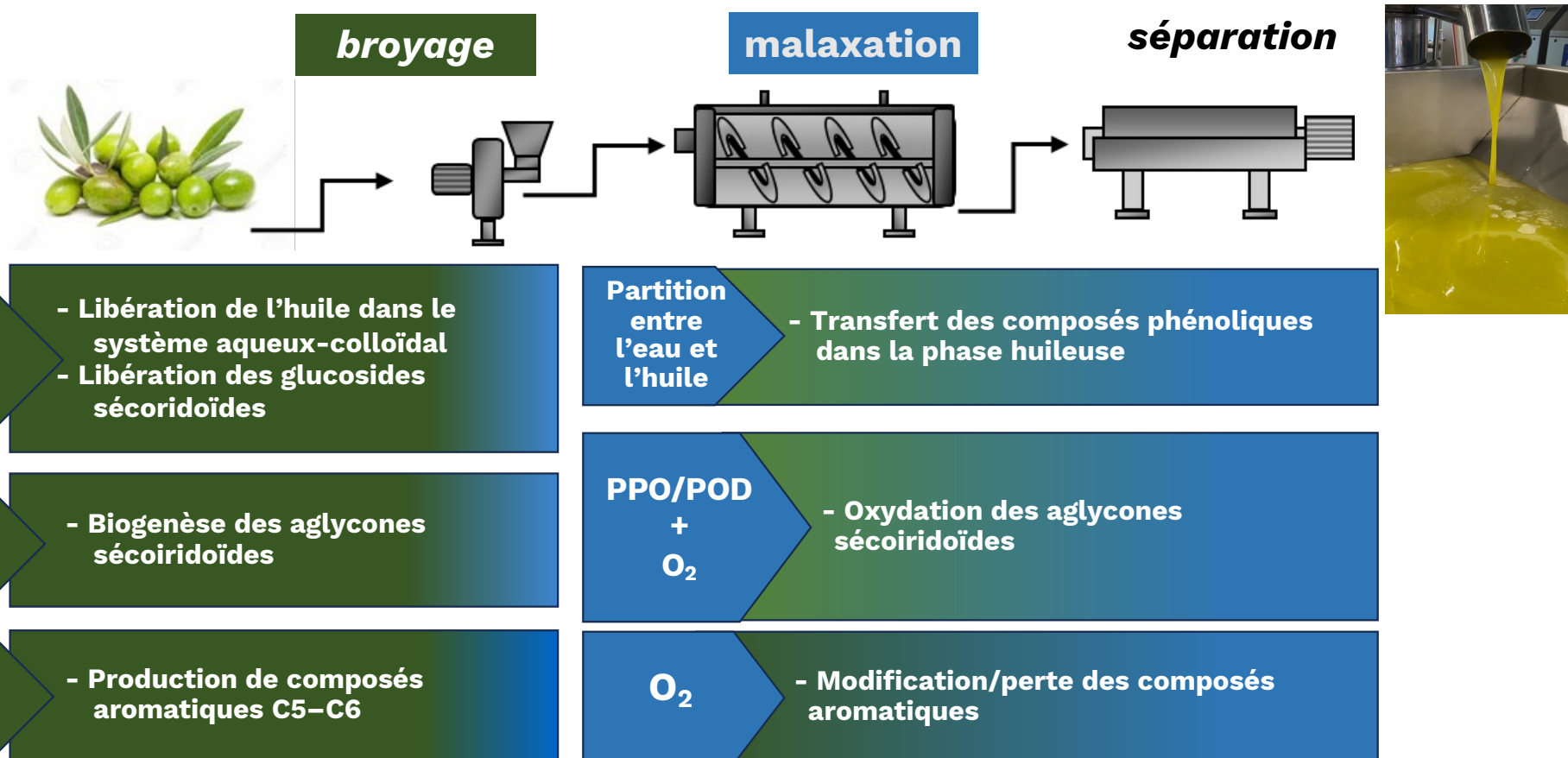
↑ dépolymérisation des pectines, paroi plus fragile

Déficit sévère

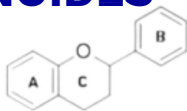
↓ activité enzymatique, paroi rigide, extraction difficile



CONNAISSANCES ACTUELLES SUR LES FACTEURS TECHNOLOGIQUES AFFECTANT L'EXTRACTION DE L'HUILE ET SA QUALITÉ



FLAVONOÏDES



LES POLYPHÉNOLS DANS LE RÈGNE VÉGÉTAL

NON-FLAVONOÏDES



FLAVAN-3-OLS

CATÉCHINES



FLAVONOLS

QUERCÉTINE



FLAVANONS

NARINGENINE, ESPERETINE



FLAVONES

APIGÉNINE, LUTÉOLINE



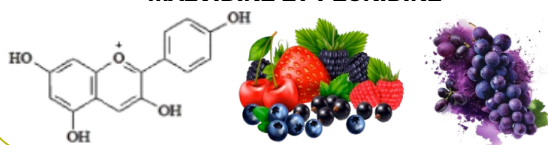
ISOFLAVONES

GÉNISTÉINE, DAIDZÉINE



ANTHOCYANINES

CYANIDINE, DELPHINIDINE, PELARGONIDINE, MALVIDINE ET PÉONIDINE



LIGNANES

PINORESINOL, MATAIRESINOL
ACÉTOXYPINORESINOL



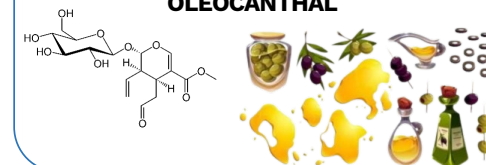
ACIDES PHÉNOLIQUES

ACIDES HYDROXYCINNAMIQUES ET BENZOÏQUES



SÉCOIRIDOÏDES

OLEUROPÉINE, OLÉACÉINE et
OLÉOCANTHAL

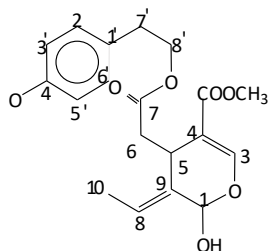


CUMARINE

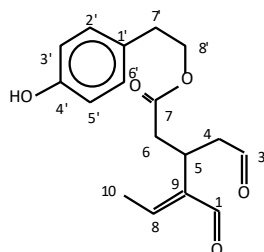
CURCUMINE, ESCULÉTHINE



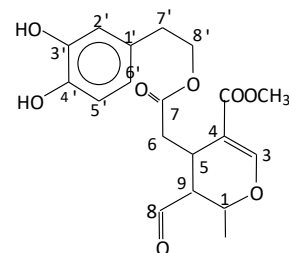
COMPOSITION PHÉNOLIQUE DE L'HUILE D'OLIVE VIERGE



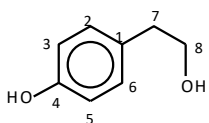
AGLYCONE DU LIGUSTROSIDE
(*p*-HPEA-EA)



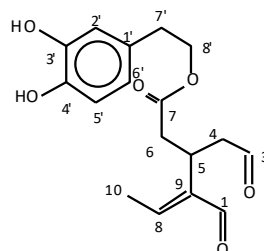
Dialdehydic form of decarboxymethyl elenolic acid linked
to *p*-HPEA (*p*-HPEA-EDA = oléocanthal)



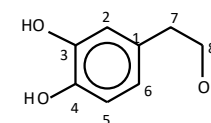
OLEUROPEÏNE AGLYCONE(3,4-DHPEA-EA)



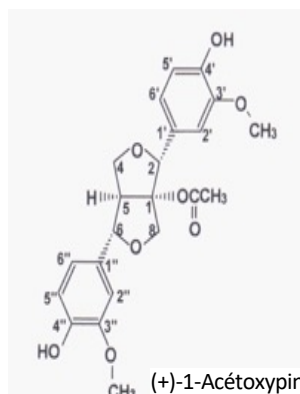
(*p*-Hydroxyphényl) éthanol
(*p*-HPEA = tyrosol)



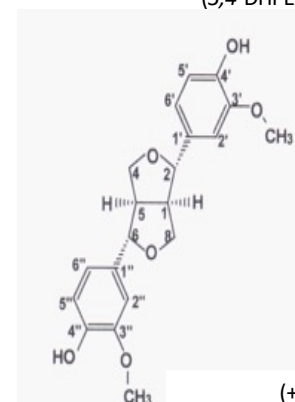
Forme dialdéhydrique de l'acide décarboxyméthyl-élenolique liée
au 3,4-DHPEA (3,4 DHPEA-EDA = oléacéine)



(3,4 Dihydroxyphényl) éthanol (3,4-DHPEA
(3,4-DHPEA = hydroxytyrosol)



(+)-1-Acétoxypinorésinol

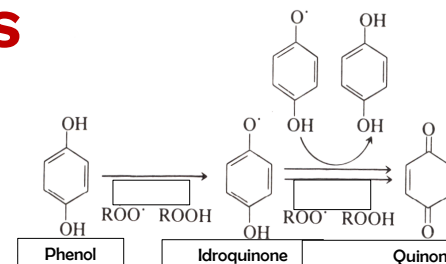


(+)-1-PINORESINOL

COMPOSÉS PHÉNOLIQUES BIOACTIFS DE L'HUILE DE OLIVE VIERGE : PROPRIÉTÉS

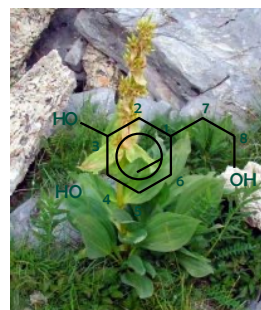
Propriété antioxydante

(Ils augmentent la stabilité oxydative de l'huile)

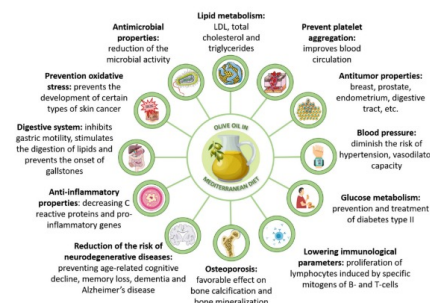


Attributs sensoriels

(amers et piquants)



Effets favorisant la santé



L'HUILE D'OLIVE DANS LE RÉGIME MÉDITERRANÉEN: QUELS BÉNÉFICES POUR LA SANTÉ ? (informations adaptées de Obied et al., 2012; Ditano-Vázquez et al., 2019; Jimenez-Lopez et al., 2020; Del Saz-Lara et al., 2022.)

PROPRIÉTÉS ANTIMICROBIENNES:
RÉDUCTION DE L'ACTIVITÉ MICROBIENNE

MÉTABOLISME DES LIPIDES:
LDL, CHOLESTÉROL TOTAL ET TRIGLYCÉRIDES

PRÉVIENT L'AGRÉGATION PLAQUETTAIRE:
AMÉLIORE LA CIRCULATION SANGUINE.

PRÉVENTION DU STRESS OXYDATIF :
EMPÊCHE LE DÉVELOPPEMENT DE CERTAINS TYPES CANCER DE LA PEAU

PROPRIÉTÉS ANTICANCÉREUSES:
SEIN, PROSTATE, ENDOMÈTRE, TRACTUS DIGESTIF, etc.

SYSTÈME DIGESTIF :
STIMULE LA DIGESTION DES LIPIDES ET PRÉVIENT LA FORMATION DE CALCULS BILIAIRES

PRESSON ARTÉRIELLE:
RÉDUIT LE RISQUE D'HYPERTENSION CAPACITÉ DE VASODILATATION.

PROPRIÉTÉS ANTI-INFLAMMATOIRES :
RÉDUCTION DES PROTÉINES C RÉACTIVES ET DES GÈNES PROINFLAMMATOIRES

MÉTABOLISME DU GLUCOSE:
Prévention et traitement du diabète de type II.

RÉDUCTION DU RISQUE DE MALADIES NEURODÉGÉNÉRATIVES :
PRÉVENTION DU DÉCLIN COGNITIF LIÉ À L'ÂGE, DE LA PERTE DE MÉMOIRE, DE LA DÉMENCE ET DE LA MALADIE D'ALZHEIMER.

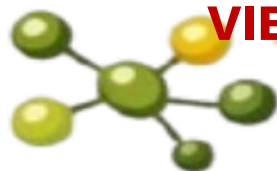
RÉDUCTION DES PARAMÈTRES IMMUNOLOGIQUES :
PROLIFÉRATION DE LYMPHOCYTES INDUITE PAR MITOGENES SPÉCIFIQUES AUX CELLULES B ET T.

OSTÉOPOROSE:
EFFET POSITIF SUR LA CALCIFICATION OSSEUSE E MINÉRALISATION

Ces propriétés ont été prouvées par de nombreux études précliniques (in vitro, ex vivo et in vivo) et de quelques études cliniques.

Elles présentent un fort potentiel pour la prévention et le traitement des maladies et la promotion de la santé humaine.

CLAIMS DE SANTÉ DES COMPOSÉS PHÉNOLIQUES DE L'HUILE D'OLIVE EXTRA VIERGE. (Reg. UE n. 432/2012)

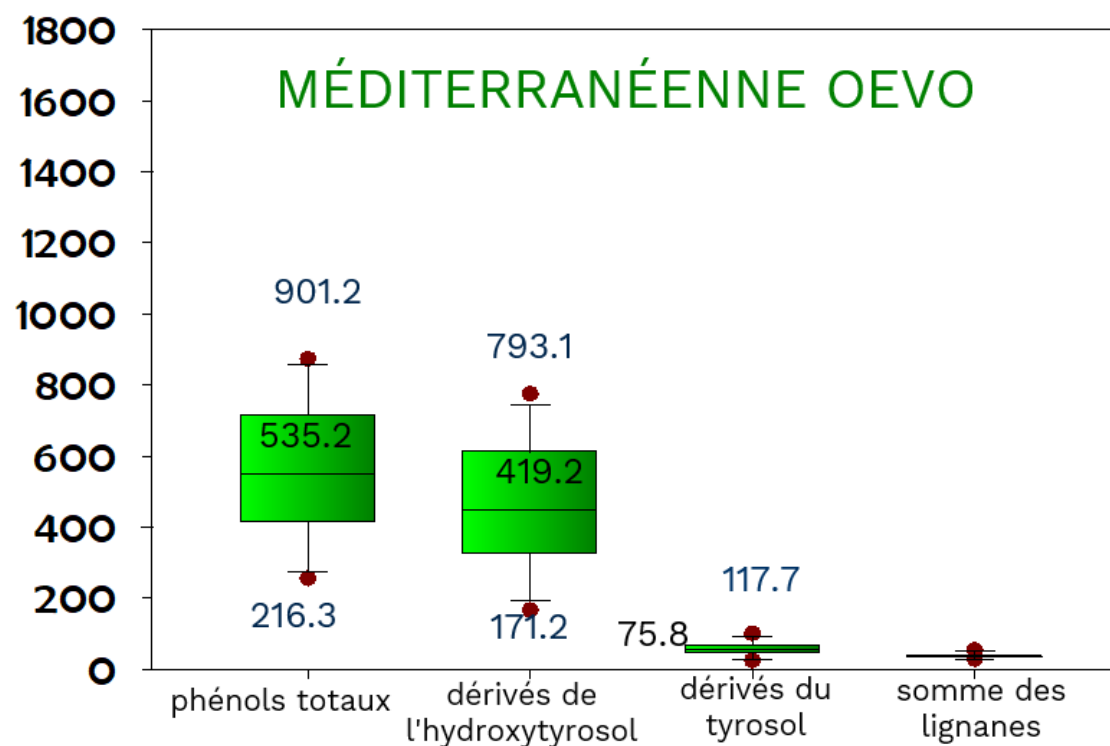


“Les polyphénols de l’huile d’olive contribuent à protéger les lipides sanguins contre le stress oxydatif.”

Selon le panel, 5 mg d’hydroxytyrosol et de ses dérivés (par exemple le complexe de l’oleuropéine et du tyrosol) devraient être pris quotidiennement avec une consommation modérée d’huile d’olive (20 g/jour); soulignant que certaines huiles d’olive présentent une concentration trop faible de polyphénols pour apporter cette quantité tout en restant dans le cadre d’un régime équilibré.

VARIABILITÉ DE LA CONCENTRATION EN POLYPHÉNOLS (mg/kg) ÉVALUÉE SUR 800 HOEVs MÉDITERRANÉEN

(résultats non publiés).



LES COMPOSÉS VOLATILS À L'ORIGINE DES NOTES FRUITÉES, HERBACÉES ET FLORALES DE L'HUILE D'OLIVE VIERGE



ALDHEYDES

(Z)-2-Pentenal *herbaceus, agréable*
 (E)-2-Pentenal, *pomme verte, floral*
 Propanal, *doux, floral*
 Hexanal, *vert, pomme, herbe coupée*
 (E) -2-Hexenal *amande, herbacée, pomme verte*
 2,4-Hexadienal, *herbe coupée*
 (Z) -2-Hexenal *herbe coupée*
 (Z) -3-Hexenal, *tomate verte, artichaut, herbacée, floral, feuille verte, pomme, herbe coupée*

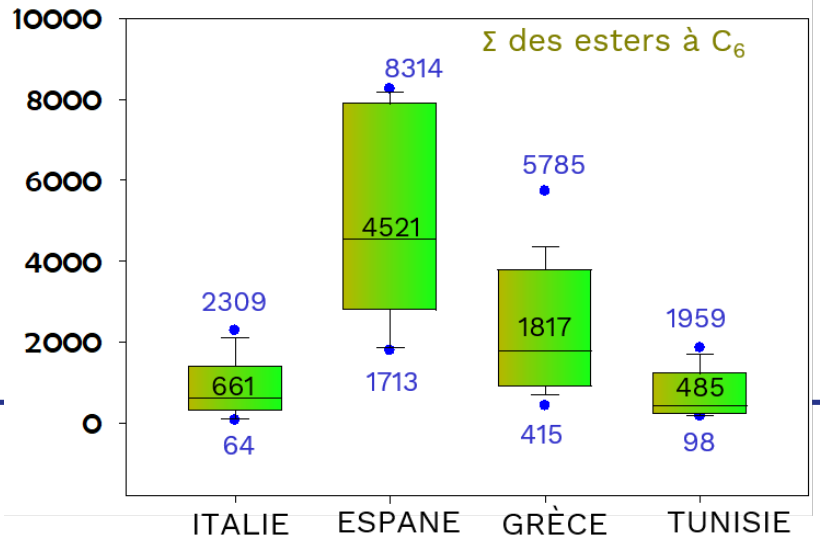
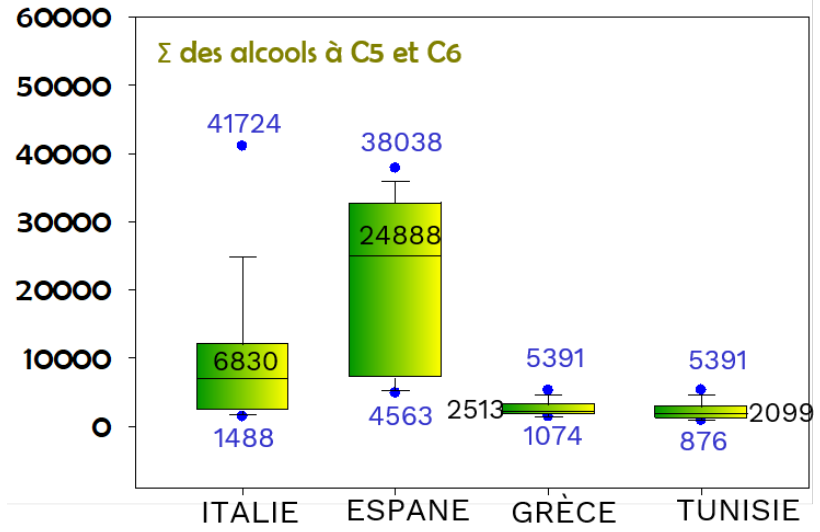
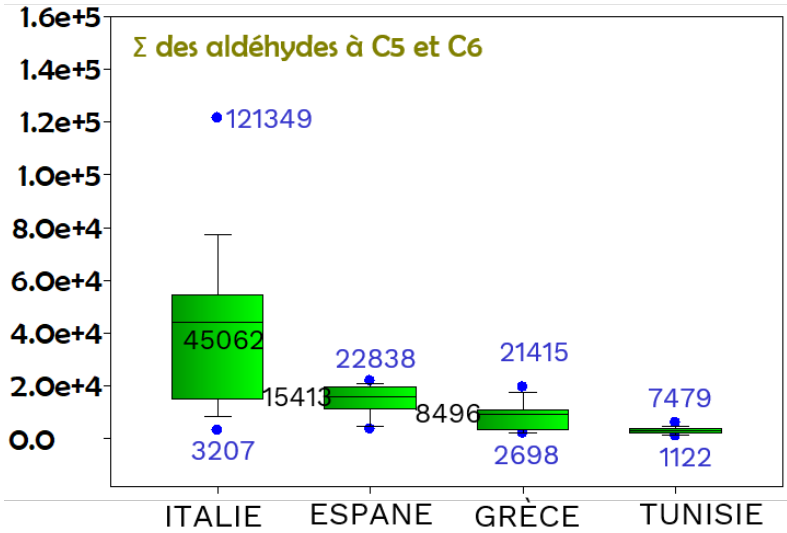
ALCOOLS

Hexan-1-ol, *fruité, aromatique, herbe coupée*
 (E) -2-Hexen-1-ol, *herbaceus, feuille, fruité*
 Ethanol, *pomme mûrie*
 (Z)-3-Hexen-1-ol, *banane, feuille, herbacée-fruité*
 (E) -3-Hexen-1-ol, *fruité, herbe coupée*

ESTERS

Propanoate d'éthyle, *sucré, fraise, Pomme*
 Isobutirrate d'éthyle, *fruité*
 Ethyl-2-méthyl-butirrate, *fruité*
 Ethyl-3-méthyl-butirrate, *fruité*
 Acétate de (Z) -3-hexényle, *banane verte, fruitée, verte, feuille verte, florale*
 Acétate d'hexyle, *doux, floral, fruité*
 3-Méthyl butyl acetate, *banana*

VARIABILITÉ DU CONTENU EN SUBSTANCES VOLATILES (µg/kg) D' HOEVs D'ORIGINE GÉOGRAPHIQUE DIFFÉRENTE (évaluée sur 185 échantillons).



Box e whisker plots: Limites en percentiles: boîte = bas 25, haut 75; moustaches = bas 10ème, 90ème supérieur; points en bleu = 5e bas, 95e haut. La ligne à l'intérieur de la boîte représente la médiane.

VARIABILITÉ DE LA QUALITÉ DE L'HUILE D'OLIVE EXTRA VIERGE



Available online at www.sciencedirect.com

SCIENCE @ DIRECT®

JOURNAL OF CHROMATOGRAPHY A

Journal of Chromatography A, 1054 (2004) 113–127

www.elsevier.com/locate/chroma

Review

Health and sensory properties of virgin olive oil hydrophilic phenols: agronomic and technological aspects of production that affect their occurrence in the oil

Maurizio Servili^{a,*}, Roberto Selvaggini^b, Sonia Esposto^b, Agnese Taticchi^b, Gianfrancesco Montedoro^a, Guido Morozzi^b



Available online at www.sciencedirect.com

SCIENCE @ DIRECT®

JOURNAL OF CHROMATOGRAPHY A

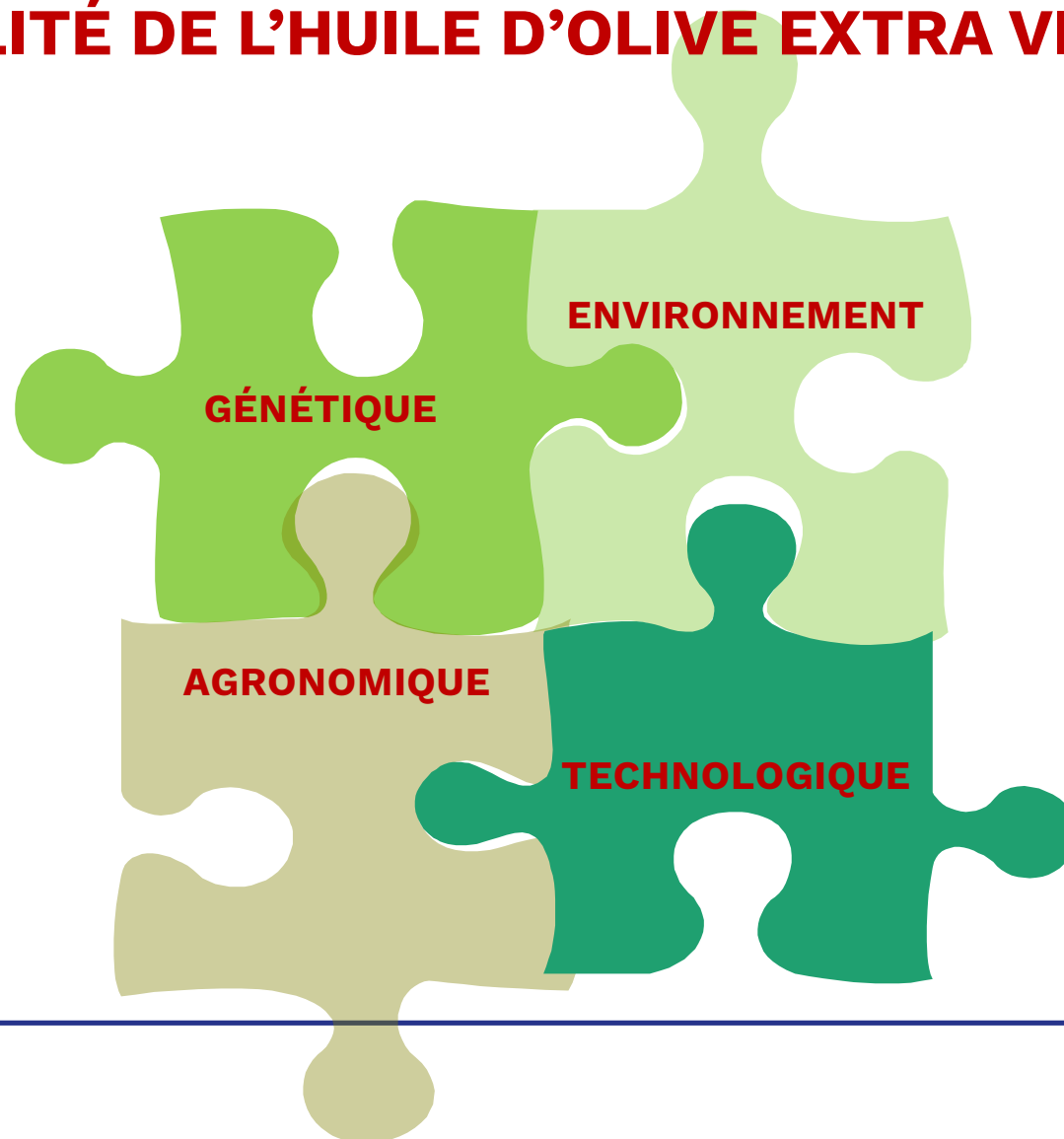
Journal of Chromatography A, 1054 (2004) 17–31

www.elsevier.com/locate/chroma

Review

Volatile compounds in virgin olive oil: occurrence and their relationship with the quality

Franca Angerosa^a, Maurizio Servili^{b,*}, Roberto Selvaggini^b, Agnese Taticchi^b, Sonia Esposto^b, Gianfrancesco Montedoro^b



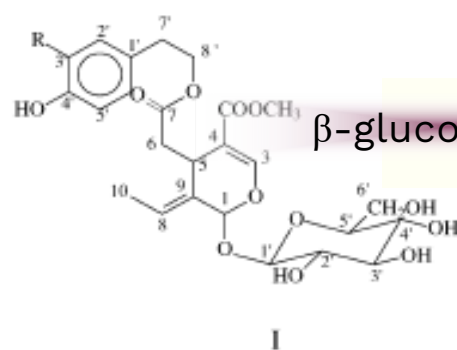
LA MATRICE POLYSACCHARIDIQUE CELLULAIRE ENCAPSULE LES COMPOSÉS PHÉNOLIQUES GLYCOSIDIQUES CONTENUS DANS L'OLIVE



Le broyage et l'activité des enzymes pectolytiques et cellulolytiques libèrent également les composés phénoliques dans la pâte d'olive



Les phénols sont libérés physiquement dans la pâte, mais restent dans la phase aqueuse en raison de leur sucre attaché

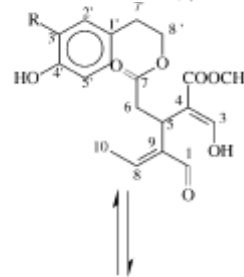
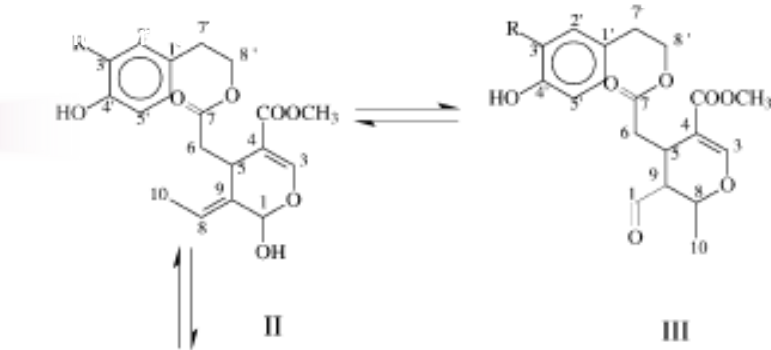


R = H: Ligustroside;
R = OH: Oleuropein

glucoside

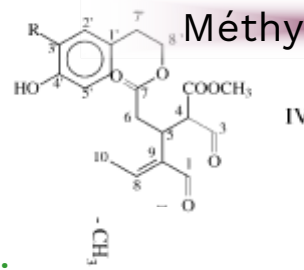


R = H: Forme aldéhydrique de l'aglycone ligustroside;
R = OH: Forme dialdéhydrique de l'aglycone oleuropéine

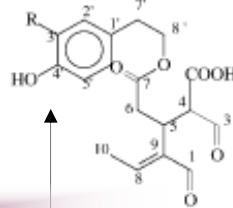


R = OH: 3,4-DHPEA-EA
R = H: *p*-HPEA-EA

aglycone



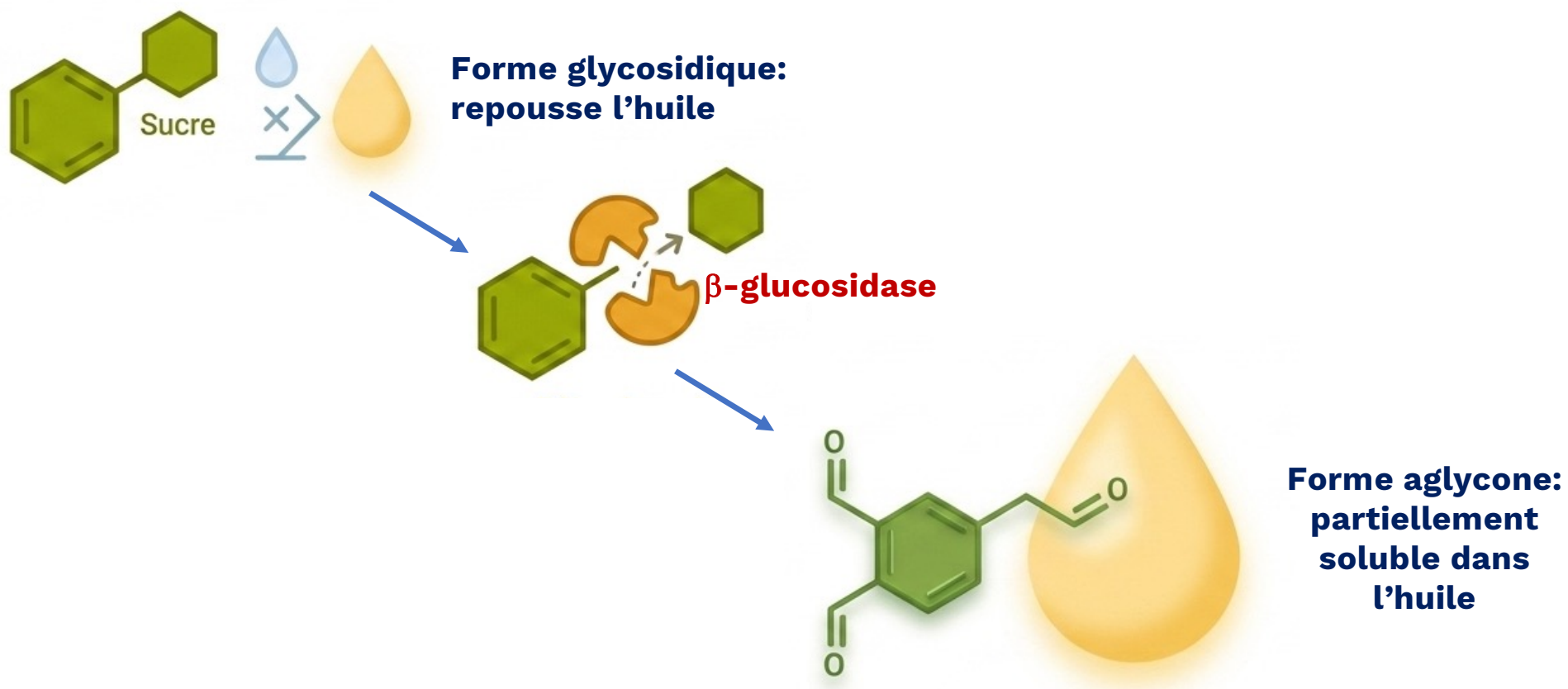
Méthylestérase



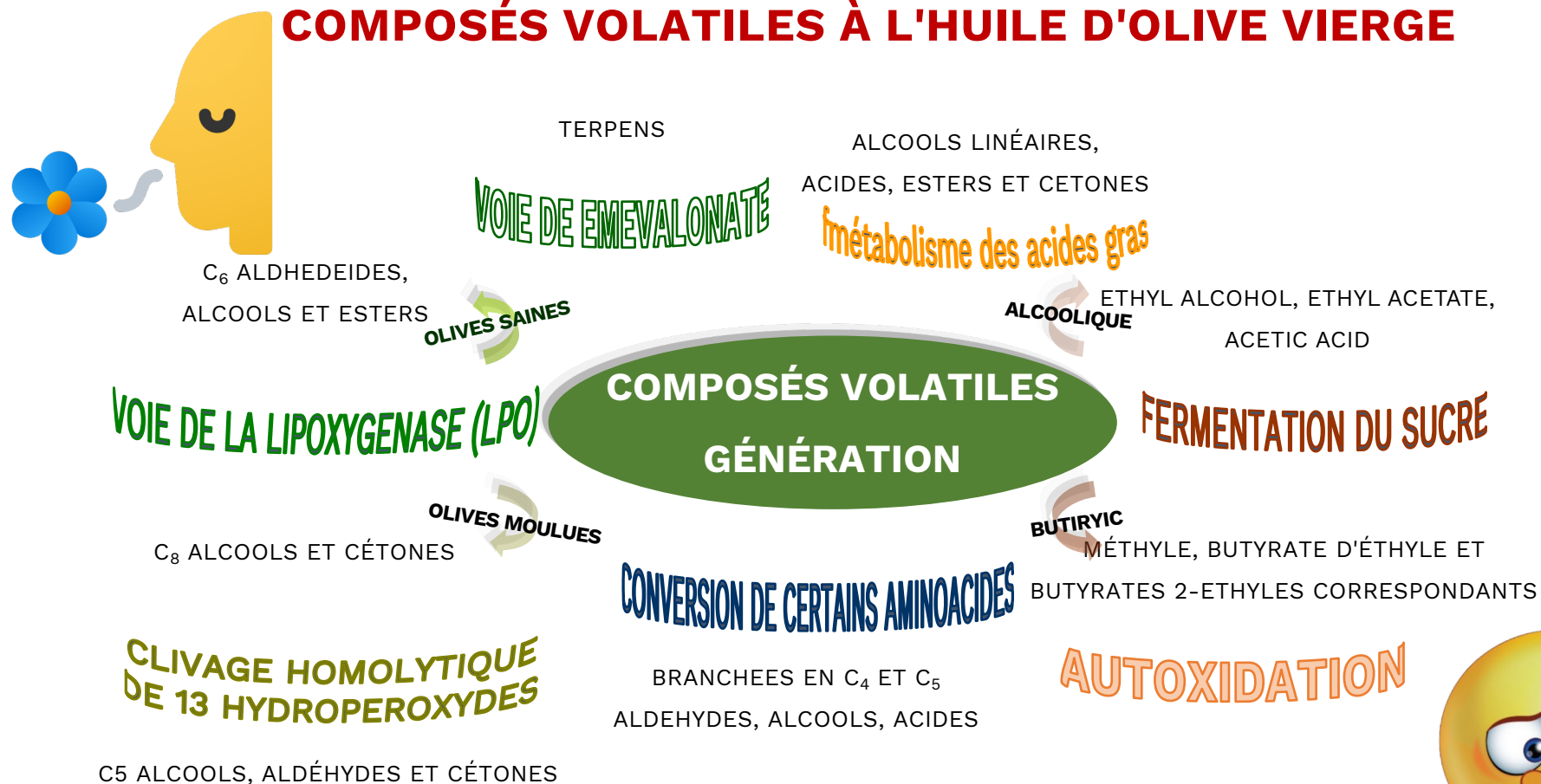
V

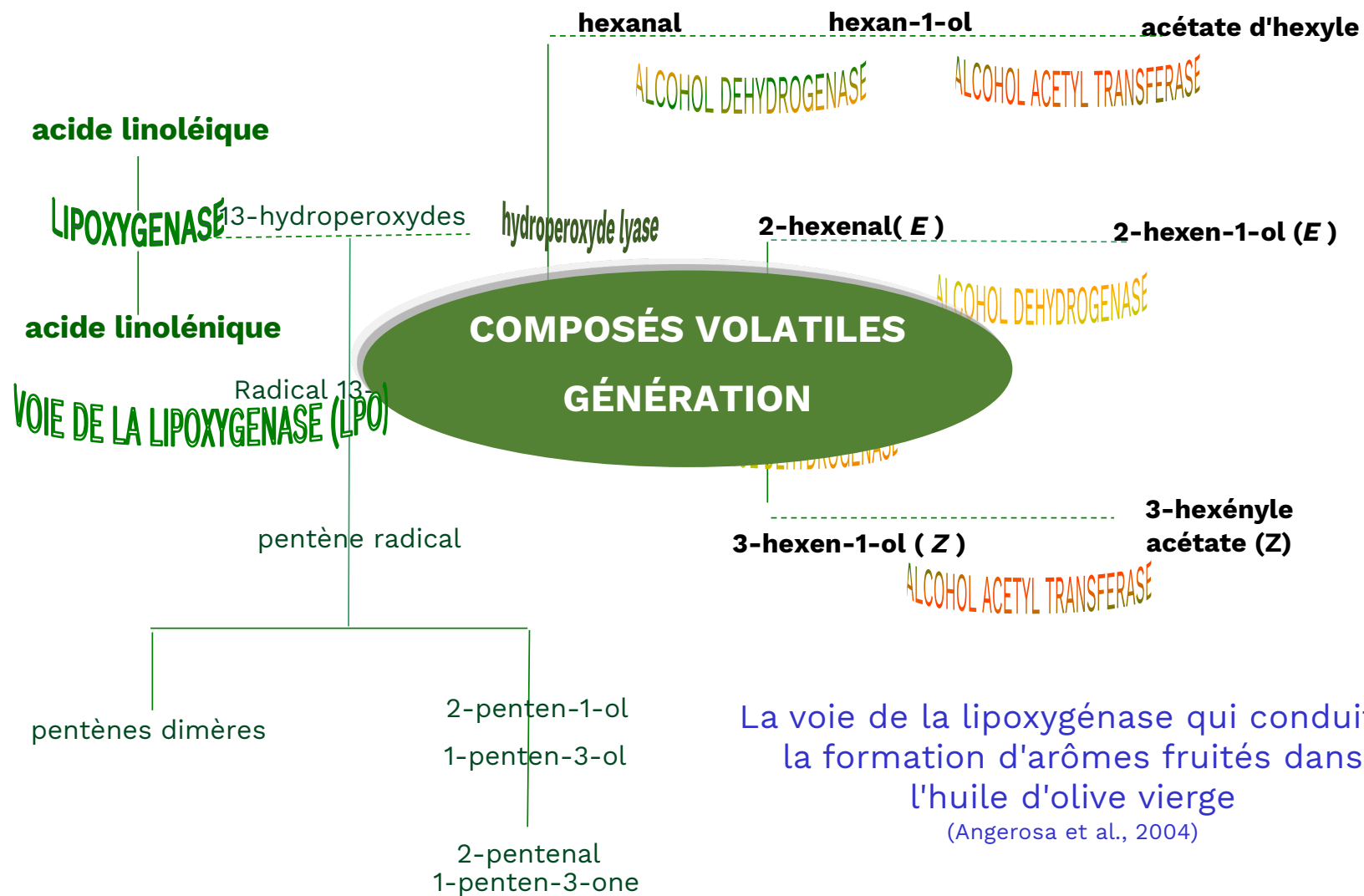
R = H: *p*-HPEA-EDA;
R = OH: 3,4-DHPEA-EDA

L'ACTION DE LA BÊTA-GLUCOSIDASE : LA TRANSFORMATION DES COMPOSÉS PHÉNOLIQUES GLYCOSIDIQUES EN AGLYCONES.



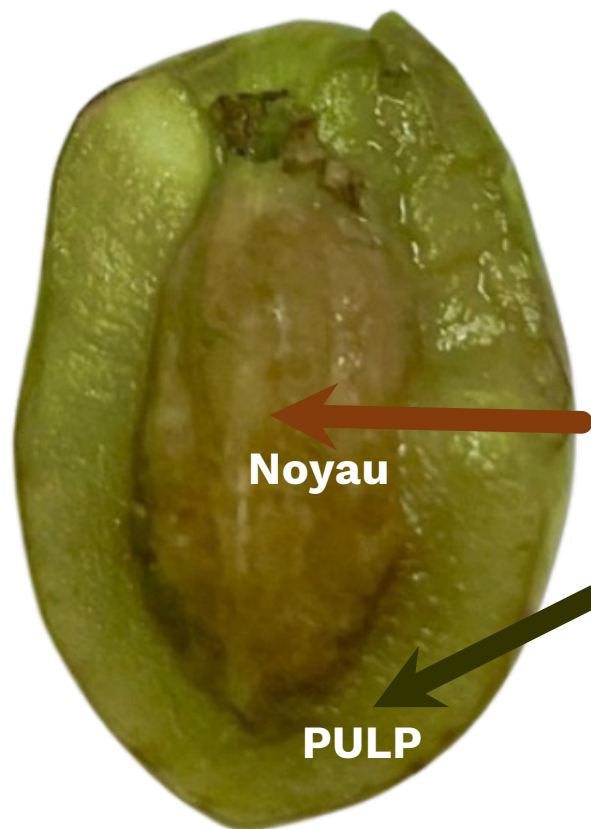
PRINCIPALES VOIES IMPLIQUÉES DANS LA FORMATION DE COMPOSÉS VOLATILES À L'HUILE D'OLIVE VIERGE





La voie de la lipoxygénase qui conduit à la formation d'arômes fruités dans l'huile d'olive vierge
 (Angerosa et al., 2004)

L'OLIVE EST UN RÉACTEUR BIOCHIMIQUE



Répartition en % dans le fruit de l'olive

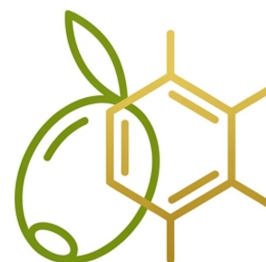
POD: 34,5 - 76,5 %

LOX: 12.5 - 50.5 %

LOX: 42.5 - 82.0 %

POD: 34.5 - 56.5 %

PPO: 98.0 - 99.5 %



- **Broyage → rupture cellulaire**
- Libération des **phénols** et des **enzymes oxydatives**
- **Contact immédiat** enzyme-substrat
- Début de l'**oxydation**

Facteurs influençant l'activité

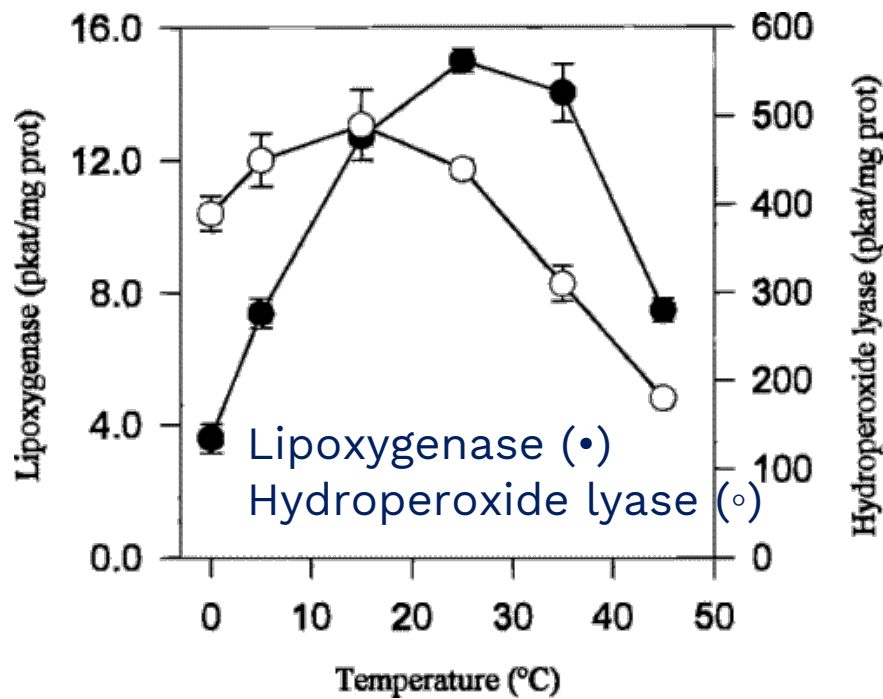
- *L'extraction est affectée par les conditions de broyage*
- *La LOX des noyaux présente une activité lipoperoxydase plus élevée que le LOX de la pulp*
- *LOX: Activité maximale aux premiers stades de maturation, puis diminution progressive.*
- *L'O₂ et la température influencent différemment les activités de la LOX et de la PPO*

PPO ET PHÉNOLS : COMPARTIMENTATION CELLULAIRE

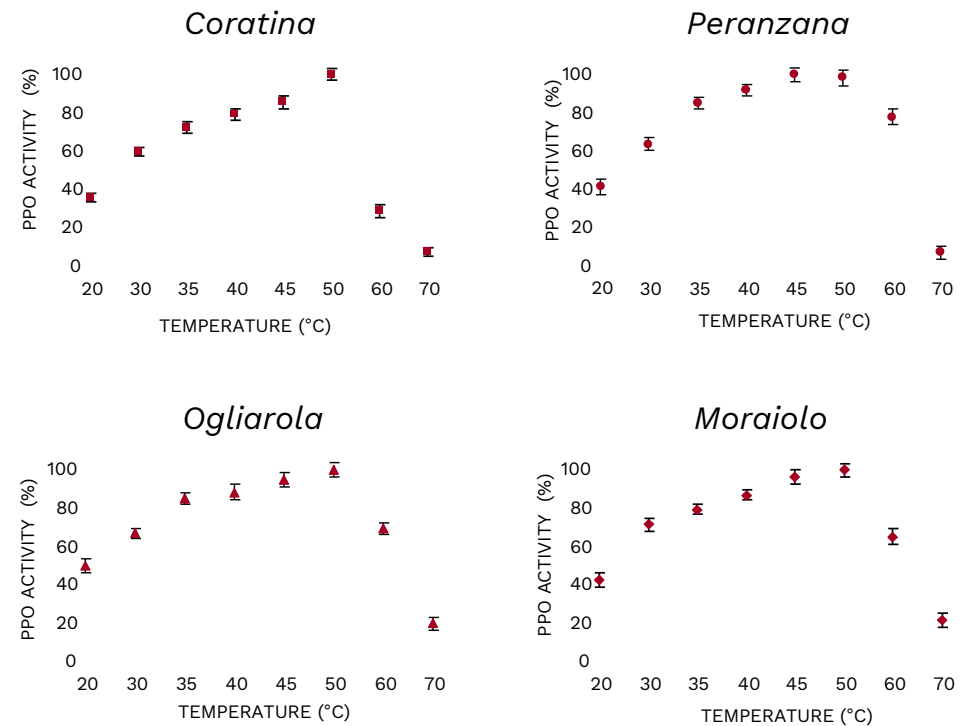
- Les **PPO** sont localisées dans les **chloroplastes** et les **mitochondries**.
- Les **phénols** sont stockés dans la **vacuole**.
- La séparation physique **empêche l'oxydation** tant que les cellules restent intactes.
- La maturation favorise la **libération des PPO via l'action d'enzymes dépolymérisants**, augmentant leur solubilité et leur disponibilité.

L'EFFET DE LA TEMPÉRATURE SUR L'ACTIVITÉ DE LA LOX ET DE LA PPO

Activités de la LOX à différentes températures



Activité de la PPO (%) à différentes températures



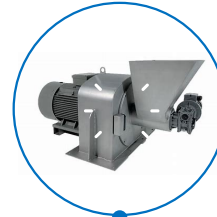
IMPACT DE LA TECHNOLOGIE DE BROYAGE : FORME DES CORPS BROYANTS

Crusher machine:

- (A) grid
- (B) electric motor for rotor
- (C) Crankcase
- (D) loading hopper
- (E) feeding screw
- (F) electric motor for feeding screw
- (G) inspection hatch



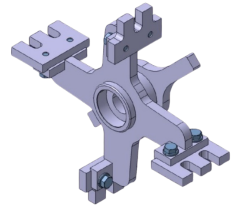
Broyeur à marteau



Broyeur à couteaux



Broyeur à disques



Broyeur multilames

2000-2023

DIFFÉRENTES FORMES POUR DIFFÉRENTES ACTIONS

- **Distribution granulométrique des particules**
- **Homogénéité de la pâte**
- **Formation d'émulsions**
- **Production de chaleur par frottement**
- **Libération et activation de l'activité enzymatique**
- **Aucune différence significative du rendement d'extraction de l'huile**

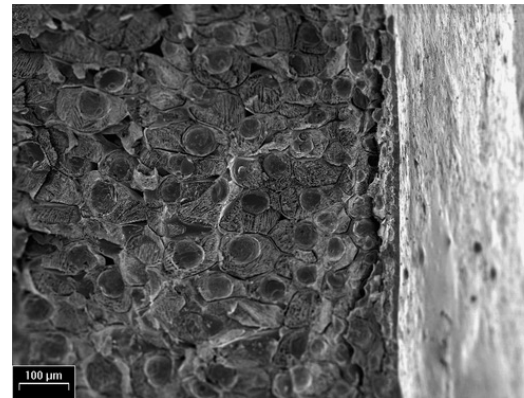


Image cryo-SEM d'une olive congelée/fracturée par congélation. (Servili et al., J. Agric. Food Chem. 2008)

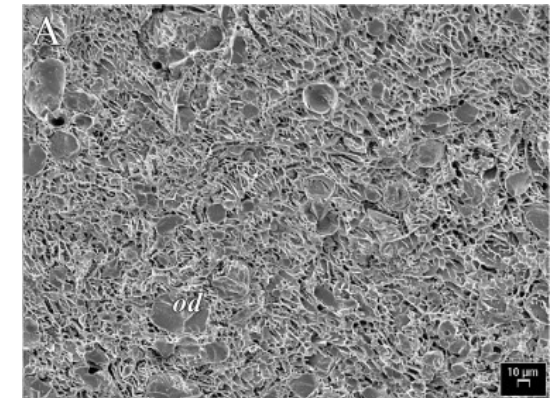
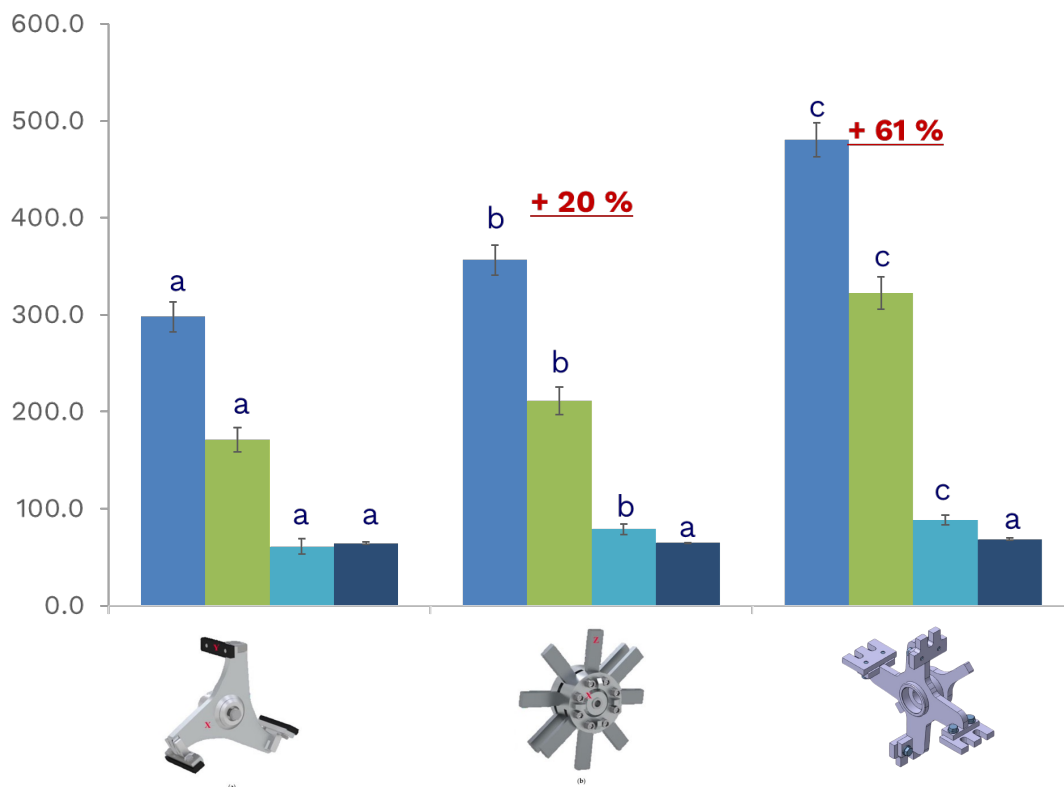


Image cryo-SEM de pâte d'olive broyées congelée/fracturée par congélation. (Taticchi et al., Food Chemistry, 2021.)

Innovation dans la technologie de broyage : effet des différentes formes de broyeurs sur les composés phénoliques

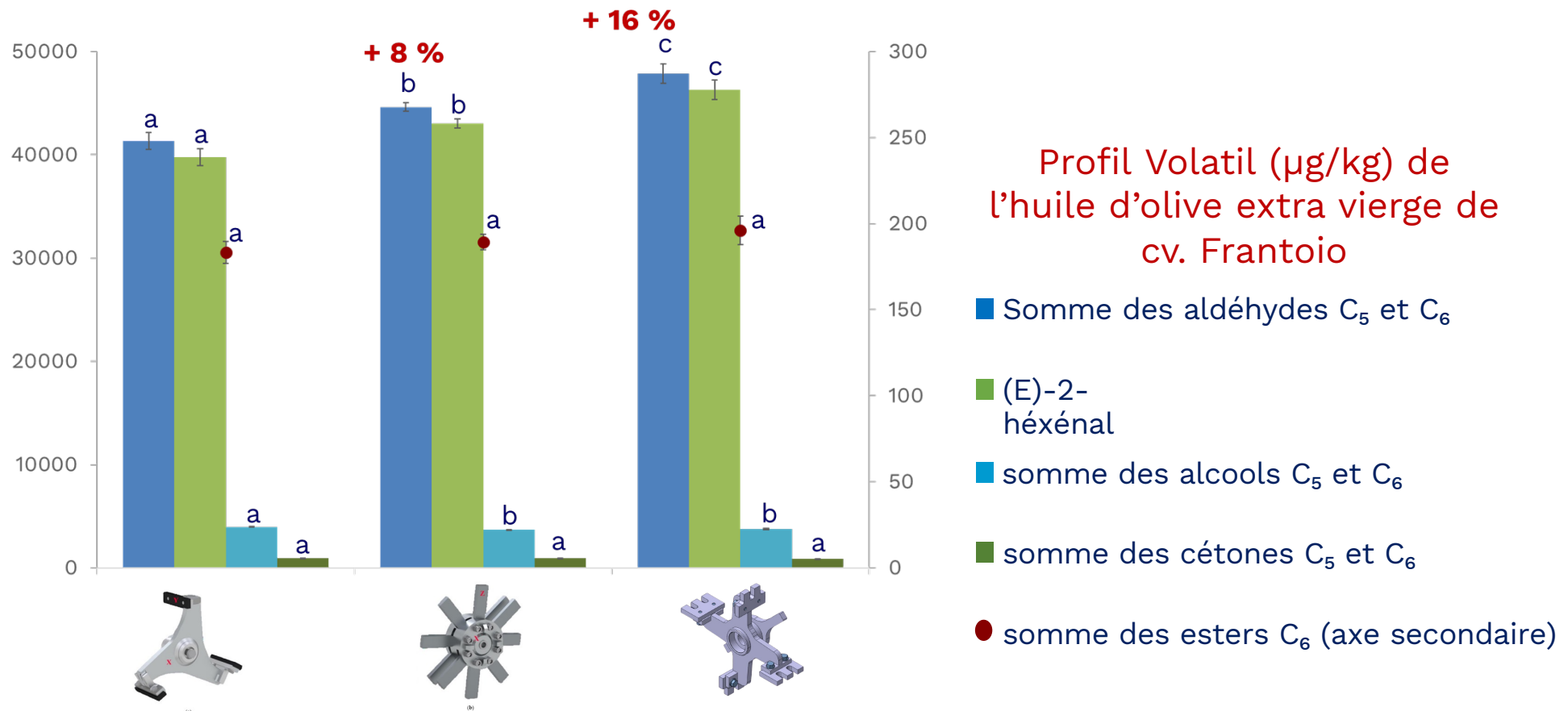


Profil phénolique (mg/kg) de l'huile de vierge vierge d'olive vierge de cv. Frantoio

- Phénols totaux
- Somme des dérivés de l'oleuropeine
- Somme des dérivées des ligstrosides
- Somme des lignans

Results are the mean of three independent trials; differences among crusher types were tested using one-way ANOVA with $p < 0.05$. Different letters (a, c) indicate statistically significant differences

Innovation dans la technologie de broyage : effet des différentes formes de broyeur sur les composés volatiles

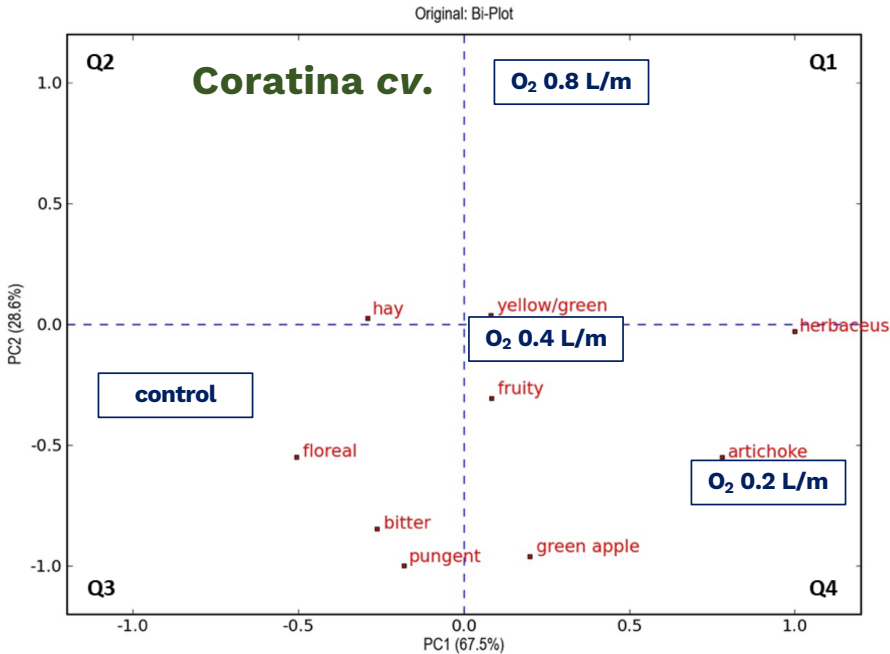
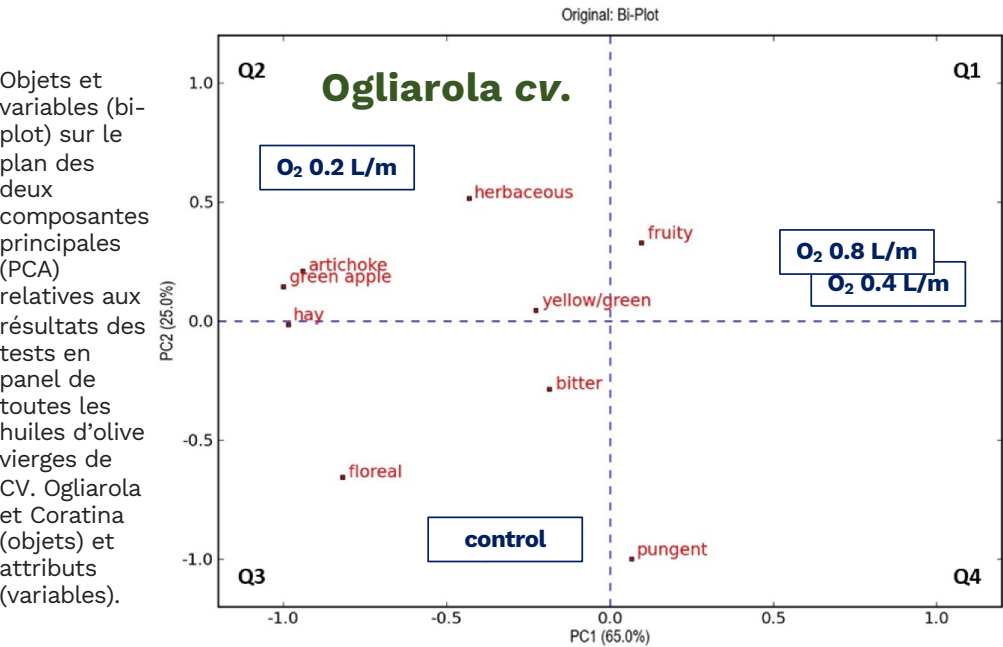


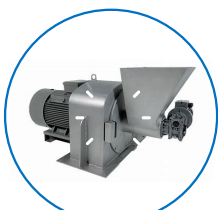
Results are the mean of three independent trials; differences among crusher types were tested using one-way ANOVA with $p < 0.05$. Different letters (a, c) indicate statistically significant differences

Innovation dans la technologie de broyage : effet d'un apport contrôlé d'oxygène pendant le broyage

l'O₂ affecte différemment les activités de la LOX et de la PPO

- ✓ **Le taux total de phénols diminue en pourcentage selon le niveau d'O₂**
- ✓ **Composés volatils issus de la LOX : - les alcools et esters diminuent avec l'augmentation des niveaux d'O₂ - les aldéhydes augmentent à 0,2 L/min O₂**





2022



-réchauffement
climatique



- récolte précoce

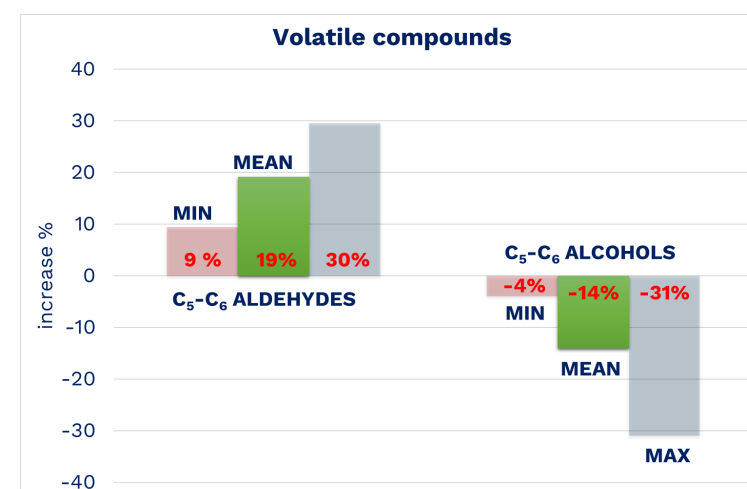
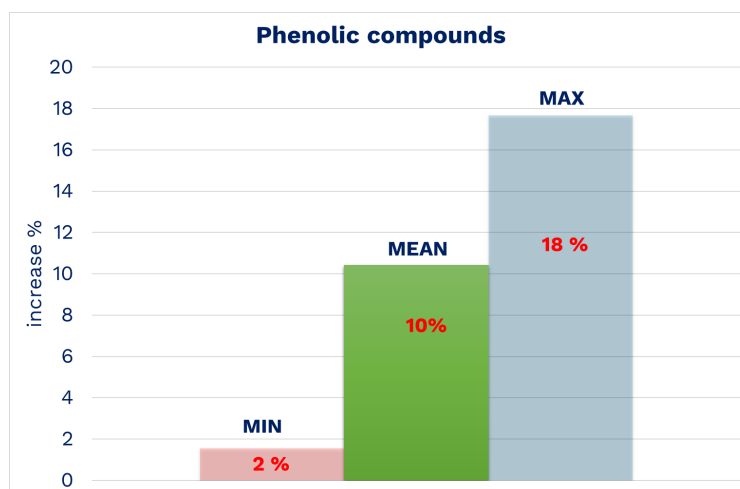


Innovation dans la technologie de broyage : broyeur REFROIDIS

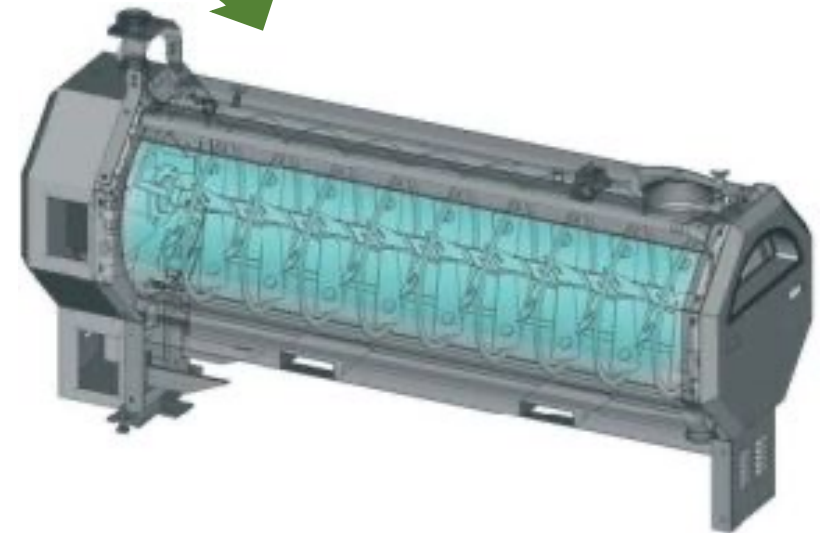
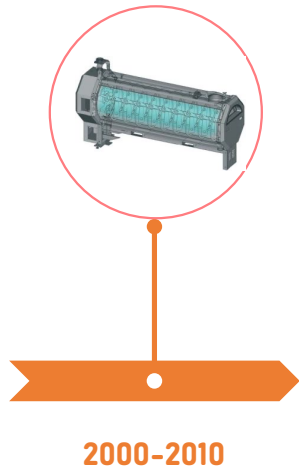
Le broyeur-froid réduit la température de la pâte d'olive en faisant circuler de l'eau réfrigérée dans sa structure

- ✓ Contre l'augmentation thermique : Gère la chaleur générée lors du broyage.
- ✓ Contrôle la température de la pâte : Refroidit la pâte d'olive pour éviter qu'elle ne surchauffe immédiatement après le broyage

Augmentation (%) (broyeur refroidi vs broyeur traditionnel)

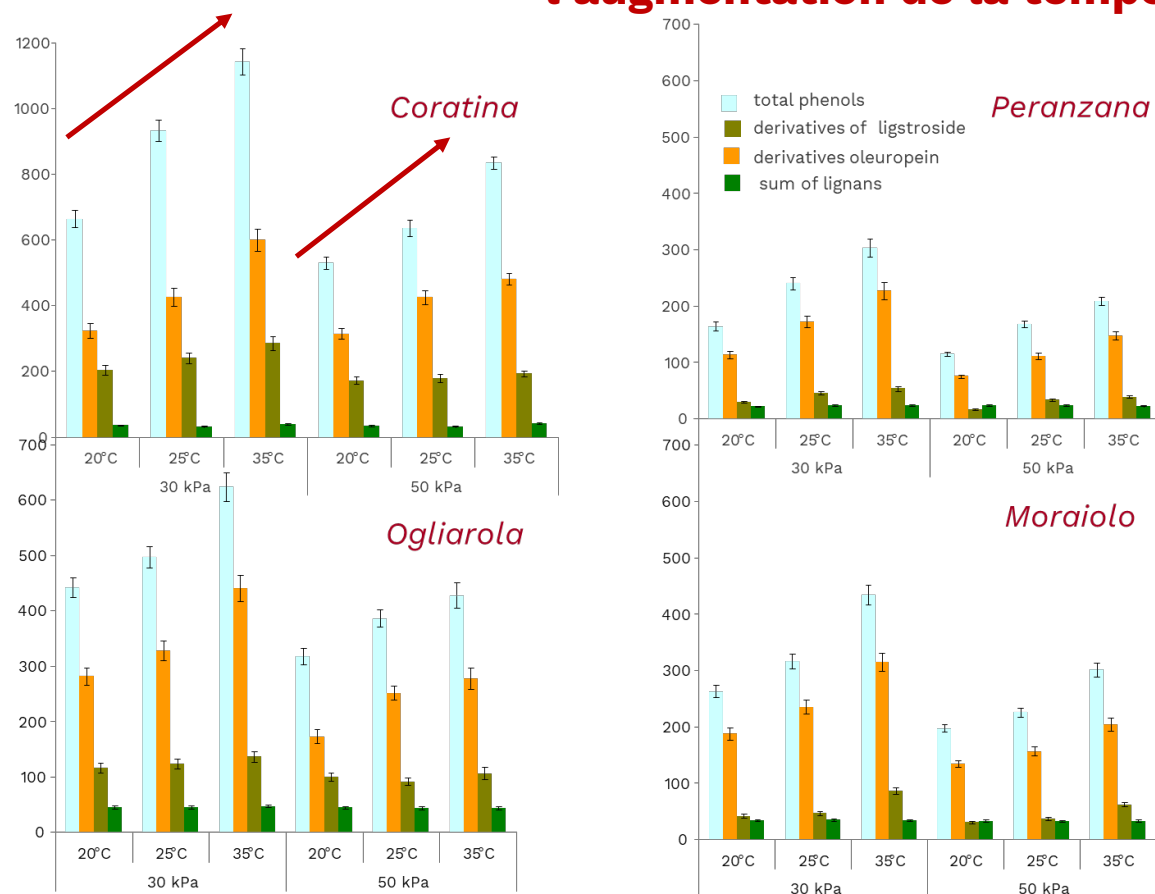


Influence de l'oxygène et de la température dans les malaxeurs fermés



LE TEMPS, LA TEMPÉRATURE ET LA DISPONIBILITÉ DE L'OXYGÈNE pendant le malaxage influencent fortement la composition phénolique et volatile de l'huile d'olive vierge

Dans des conditions limitées en oxygène, la libération des phénols est favorisée par l'augmentation de la température

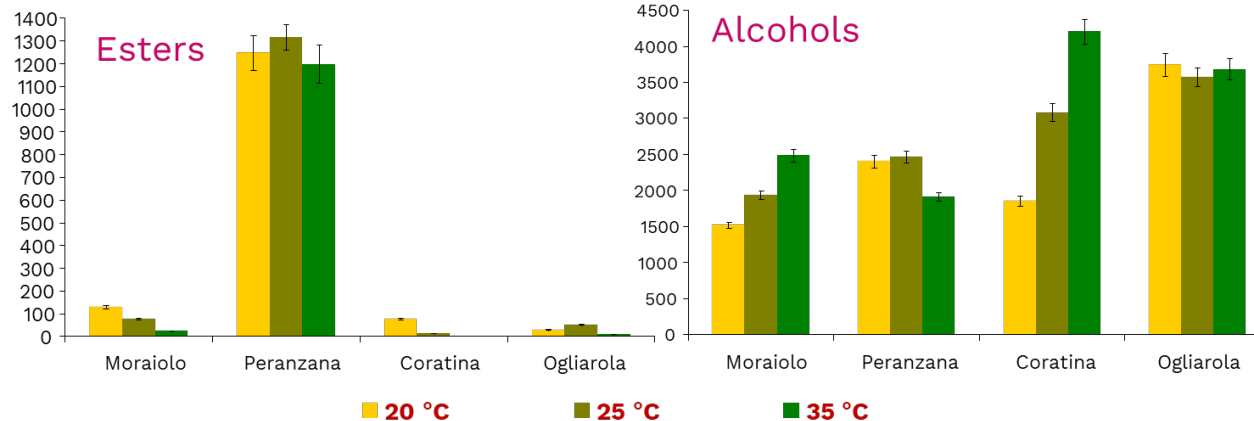
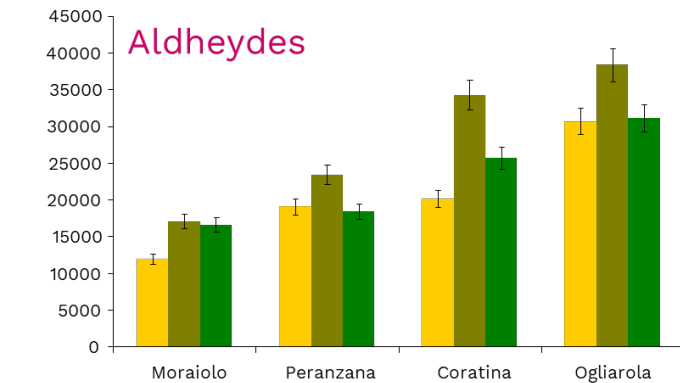


**Composition phénolique
(mg/kg) des huiles d'olive
vierges obtenues après
malaxage à différentes
températures et sous
différents niveaux d'oxygène**

The data are the mean values of two samples for each group $\pm$ standard deviation (vertical line).

**En conditions de limitation en oxygène,
l'augmentation de la température favorise les alcools
à note herbacée, tandis que les composés organiques
volatils aux notes vertes et florales sont davantage
dépendants du cultivar que les autres composés**

**Composition volatile (µg/kg)
des huiles d'olive vierges
obtenues après malaxage à
différentes températures et
sous différents niveaux
d'oxygène.**



The data are the mean values of two samples for each group ± standard deviation (vertical line).

Enzymes commerciales pour l'extraction de l'huile d'olive

(Formulations liquides stabilisées, prêtes à l'emploi)

ORIGINE DES PRÉPARATIONS ENZYMATIQUES

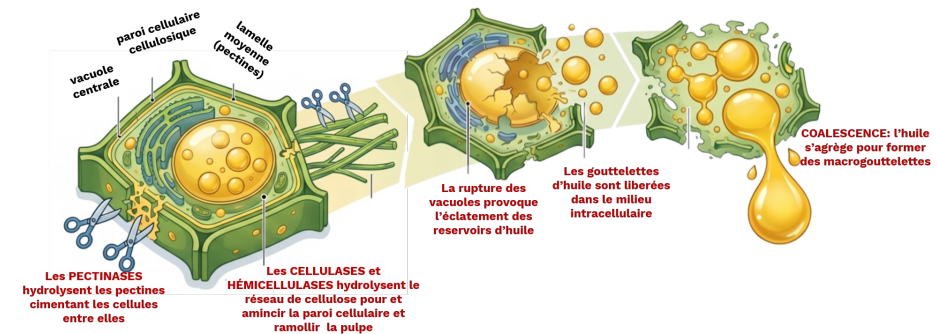
- Complexes enzymatiques issus de **microorganismes GRAS** (Generally Recognized As Safe) :
 - *Aspergillus niger*, *Aspergillus aculeatus*, *Trichoderma reesei*.
- Produits obtenus par **fermentation contrôlée**, purification et standardisation industrielle.
- Conformes aux normes d'enzymes alimentaires utilisées dans l'industrie agroalimentaire.

COMPOSITION TYPIQUE

- Mélanges pectolytiques :
 - **Pectinases** (endo- et exo-polygalacturonases)
 - **Pectin-méthylestérases**
 - **Pectin lyases**
- Activités complémentaires :
 - **Cellulases, hémicellulases, xylanases**
 - Parfois **β -glucosidases** (hydrolyse des secoiridoïdes)



ACTIVITÉS ENZYMATIQUES RECHERCHÉES



- **Dépolymérisation des pectines** → réduction de la viscosité de la pâte.
- **Hydrolyse des parois cellulaires** → libération des gouttelettes lipidiques.
- **Désagrégation des colloïdes huile/eau** → meilleure coalescence.
- **Solubilisation des phénols** → augmentation de la fraction phénolique extractible.

FORMULATIONS COMMERCIALES

- **Complexes pectolytiques standards** : pectinase dominante, activités secondaires cellulasiques.
- **Formulations “haute activité”** : forte concentration en polygalacturonases + hémicellulases.
- **Mélanges multi-enzymatiques** : pectines + celluloses + xylanes pour olives difficiles (forte humidité).

Dosages recommandés par les fabricants

- Dosage typique : **0,01–0,10 % v/w** (volume d'enzyme / poids de pâte).
- Ajustements selon :
 - **variété, maturité, teneur en eau, température de malaxage.**
- Temps de contact optimal : **30–45 minutes** à **27–30 °C**.

Conditions d'utilisation

- Dilution préalable dans eau tiède (1:5 ou 1:10).
- Ajout **au début du malaxage**.
- Mélange homogène pour assurer la distribution dans la pâte.

Avertissements d'utilisation

- **Stabilité thermique limitée** — activité réduite > 35–40 °C ; risque de dénaturation.
- **Sensibilité à l'oxygène** — excès d'O₂ → oxydation phénolique accrue (PPO/POD).
- **Compatibilité avec la pâte** — efficacité variable selon variété, maturité, teneur en eau.
- **Homogénéité de distribution** — nécessité d'un mélange complet pour éviter des zones sous-traitées.

De nombreux travaux de recherche portant sur l'utilisation des auxiliaires technologiques ont été publiés

Comparison among different additions of coadjuvants during mechanical extraction process and their impact on olive oil yield and quality.

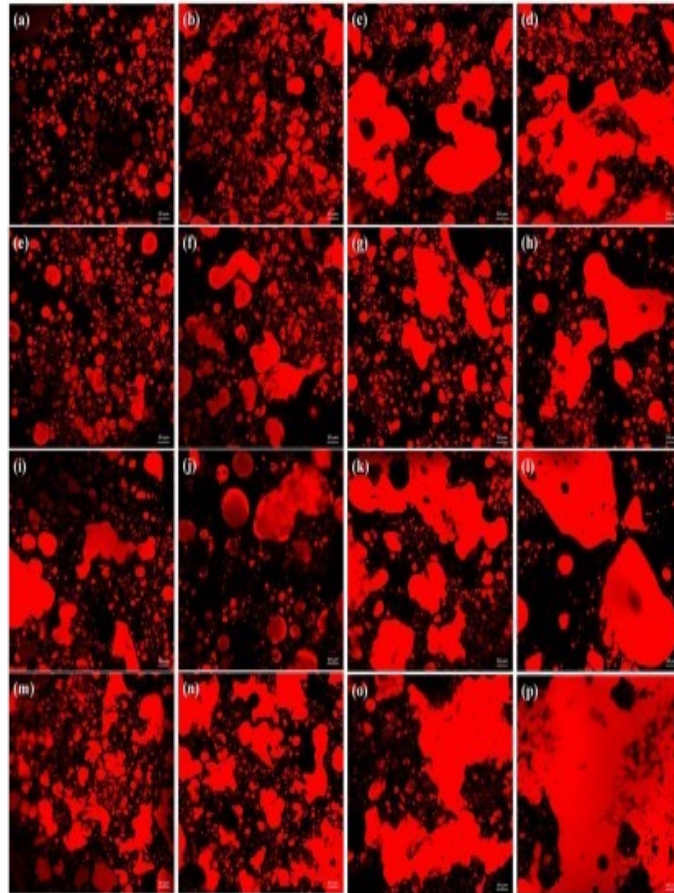
Coadjuvants	Application	Technological effects ^a			References
		Oil yield	Phenolic compounds	Volatile compounds	
Talc (1–2% w/w) Enzymes pectolytic enzymes	Review article	I	NC	NC	Di Giovacchino et al., 2002 <a href="https://doi.org/10.1002/1438-9312(200210)104:9/10<587::AID-EJLT587>3.0.CO;2-M">https://doi.org/10.1002/1438-9312(200210)104:9/10<587::AID-EJLT587>3.0.CO;2-M
Enzymes pectinase, hemicellulase and cellulase; pectinase and hemicellulase; pectinase	Research article	NC	I	NC	De Faveri et al., 2008 https://doi.org/10.1016/j.bej.2008.04.007
Enzymes pectinases, xylanases and cellulases	Research article	I	I	NC	Hadj-Taieb et al., 2012 https://doi.org/10.1016/j.bej.2011.04.003
Talc and calcium carbonate (0.3- 1% w/w)	Research article	I	I	NC	Moya et al., 2010 https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2009.09.015
Talc (0.04–0.46 w-%) Enzymes (0.003–0.117 w-%)	Research article	I	ND	NC	Peres et al., 2016 https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.05.022
Sodium chloride and talc (1–3% w/w)	Research article	I	ND/I	I	Koprivnjak et al., 2016 https://doi.org/10.1002/ejlt.201500014
Talc, calcium carbonate and silica (0–2% w/w)	Research article	I/R	I	NC	Espínola et al., 2015 https://doi.org/10.1007/s00217-015-2501-3
Talc (0–1% w/w)	Research article	I	NC	NC	Sadkaoui et al., 2016 https://doi.org/10.1002/ejlt.201600039
Calcium carbonate (0–4% w/w)	Research article	ND	R	ND	Tamborrino et al., 2017 https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2017.02.019
Talc (0.6 - 2.9 w/w)	Research article	I/R	I/R	I/R	Vidal et al., 2020 https://doi.org/10.1016/j.lwt.2018.08.001
Talc and calcium carbonate (0–2% w/w)	Research article	NC	I/R	I/R	Squeo et al., 2020 https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.109887
Talc (0.7% w-w) Enzymes pectinase, pectinmethylesterase and polygalacturonase (0.015% v/w)	Research article	I	I	ND	Tamborrino et al., 2023

^a NC = not calculated; ND = not detected; I = increase; R = reduction.

PRÉTRAITEMENT COMBINÉ PAR CELLULASE ET PECTINASE

16

15 min 30 min 45 min 60 min



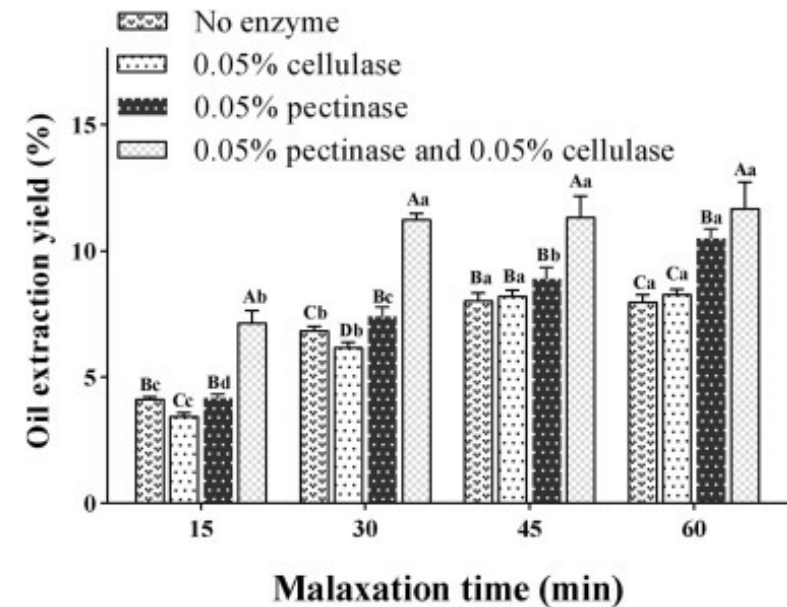
Témoign

**Cellulase
(0,05 %)**

**Pectinase
(0,05 %)**

**Pectinase + Cellulase
(0,05 %)**

Microscopie laser à balayage confocal : **les gouttelettes d'huile liées ont été libérées puis se sont progressivement coagulées en gouttelettes plus grandes**, formant finalement une phase huileuse continue avec un prétraitement enzymatique



Le rendement de l'extraction de l'huile est varié de 7,15 % à 11,68 % (p/p)

EFFET DES TRAITEMENTS ENZYMATIQUES ET DU TALC SUR L'EXTRACTION INDUSTRIELLE DE L'HUILE D'OLIVE

Une formulation enzymatique composée de 35 % de pectinase, 28 % de pectinéthylestérase et 7 % de polygalacturonase (v/v/v) et de talc a été ajoutée lors du malaxage de la pâte d'olive afin d'évaluer son impact sur l'extractibilité de l'huile et sur les caractéristiques de qualité de l'huile d'olive. Le malaxage a été réalisée en l'absence et en présence de N₂, pour 30 min à 27 °C

- **Extractibilité** de l'huile, témoin= 86.9 % :
- Enzymes : +2,9 %
- Talc : +2,3 %
- Enzymes + talc : **+5,6 %**, valeur la plus élevée .

- **Qualité légale (acidité, peroxydes, K232/K270) :**
- Aucun dépassement des limites de l'EVOO.

Composés phénoliques :

- Enzymes : **+16 %** de phénols totaux.
- Talc seul : effet limité ou nul.
- Enzymes + talc : augmentation intermédiaire (+12 %).

Aucune variation significative de la concentration des composés volatils

Composition phénolique de l'huile d'olive vierge (mg/kg) avec et sans traitement enzymatique lors du traitement (le malaxage a été réalisée en l'absence et en présence de N₂ pour 60 min à 30 °C).

*Olivex : préparation enzymatique **pectolytique** produite par Aspergillus aculeatus, présentant également des activités **hémicellulolytiques** et **cellulolytiques**.
 Novoferm 12 : préparation enzymatique **pectolytique** produite par Aspergillus niger, contenant également une activité **β-glucosidase**.*

Composé phénolique	Pâte broyée (témoin)	Pâte malaxée (témoin)	Malaxée + NF12/Olivex	Malaxée sous N ₂	Malaxée sous N ₂ + NF12/Olivex
3,4-DHPEA	2,7 ± 0,3 ^a	0,7 ± 0,1 ^b	1,9 ± 0,1 ^c	2,0 ± 0,2 ^{ac}	1,7 ± 0,3 ^c
p-HPEA	2,3 ± 0,4 ^a	1,2 ± 0,1 ^b	1,2 ± 0,1 ^b	2,6 ± 0,3 ^a	0,81 ± 0,03 ^b
3,4-DHPEA-EDA	515 ± 23 ^{ab}	317 ± 16 ^c	439 ± 16 ^d	504 ± 6 ^a	556 ± 13 ^b
p-HPEA-EDA	24,8 ± 1,9 ^a	25,8 ± 1,4 ^{ab}	29,4 ± 0,8 ^c	28,4 ± 1,4 ^{bc}	31,4 ± 1,0 ^c
Dérivé du p-HPEA	32,5 ± 1,4 ^a	24,2 ± 0,8 ^b	28,5 ± 0,9 ^c	21,6 ± 1,3 ^b	22,4 ± 0,9 ^b
3,4-DHPEA-EA	357 ± 13 ^a	177 ± 8 ^b	218 ± 8 ^c	242 ± 5 ^c	299 ± 10 ^d

- **Libération accrue des phénols** Les enzymes pectolytiques (PG, PME, PL) dépolymérisent les pectines → meilleure extraction des phénols
- **Oxydation enzymatique et chimique** Pendant le malaxage, PPO et POD, libérées lors du broyage, oxydent les ortho-diphenols → diminution du pool phénolique disponible.
- **Impact sur la concentration finale** Le bilan phénolique dépend de l'équilibre entre extraction facilitée par les enzymes et pertes dues à l'oxydation (O₂ dissous, durée, température).

Comment maximiser le gain phénolique obtenue par les enzymes pendant le malaxage?

- **Réduire l'O₂ (inertage, couvercles hermétiques).**
- **Limiter la durée du malaxage.**
- **Contrôler la Température.**
- **Adapter le broyage pour minimiser la libération excessive d'enzymes oxydatives.**



CONTRAINTES RÉGLEMENTAIRES SUR L'AJOUT D'ENZYMES

Interdiction dans l'UE — action biochimique incompatible avec la définition «extraction uniquement mécanique »

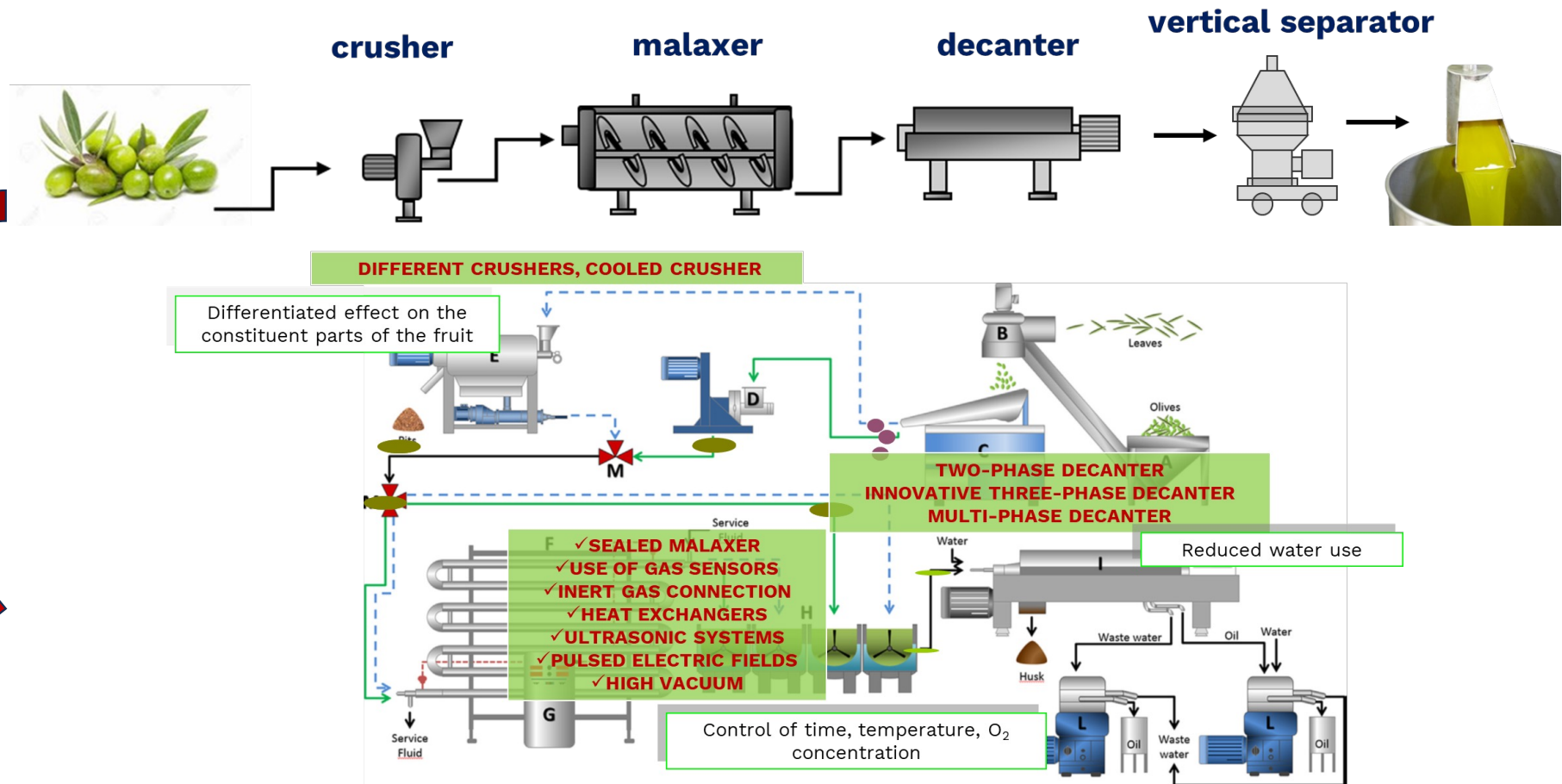
Définition légale de l'huile d'olive vierge / vierge extra selon le Règlement (CE) n° 1513/2001 du Conseil (modifiant le règlement n° 136/66/CEE):

L'huile d'olive vierge et vierge extra doit être obtenue **uniquement par des procédés mécaniques ou autres procédés physiques, sans aucun traitement chimique ou biochimique.**

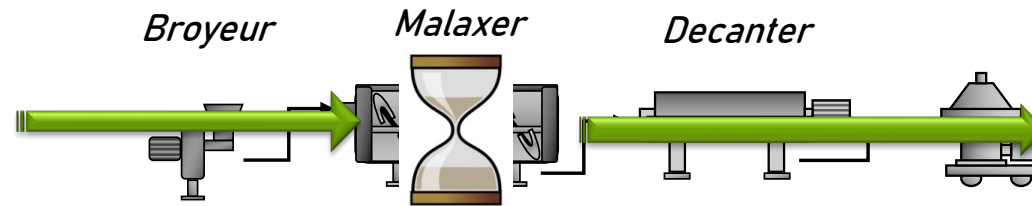
➡ Conséquence directe : l'ajout d'enzymes est interdit, car il s'agit d'un coadjuvant à action biochimique.

Utilisation permise uniquement pour R&D, huiles non classées, ou extra-UE.

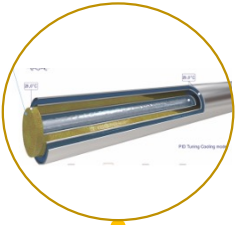
Innovations dans le procédé d'extraction mécanique des HOV



Le malaxer n'est pas un système d'échange thermique efficace

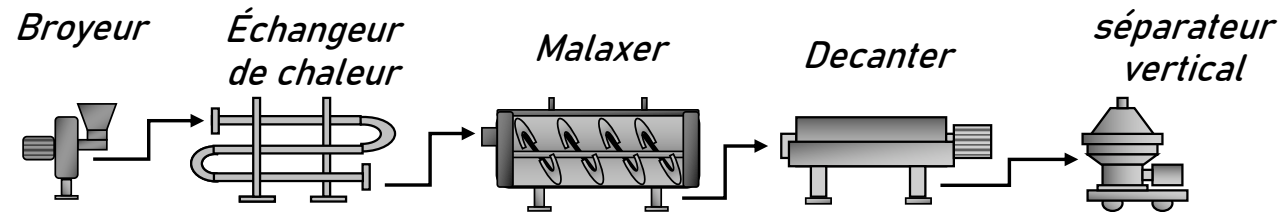


- ☐ **Faible rapport surface/volume**
- ☐ **Trop de temps nécessaire pour conditionner la pâte d'olive à la température cible**
- ☐ **Goulot d'étranglement du procédé dû à un fonctionnement semi-continu**
- ☐ **Durant la première partie du temps de conditionnement, la pâte d'olive est exposée à l'oxygène → les composés phénoliques sont oxydés par du PPO**

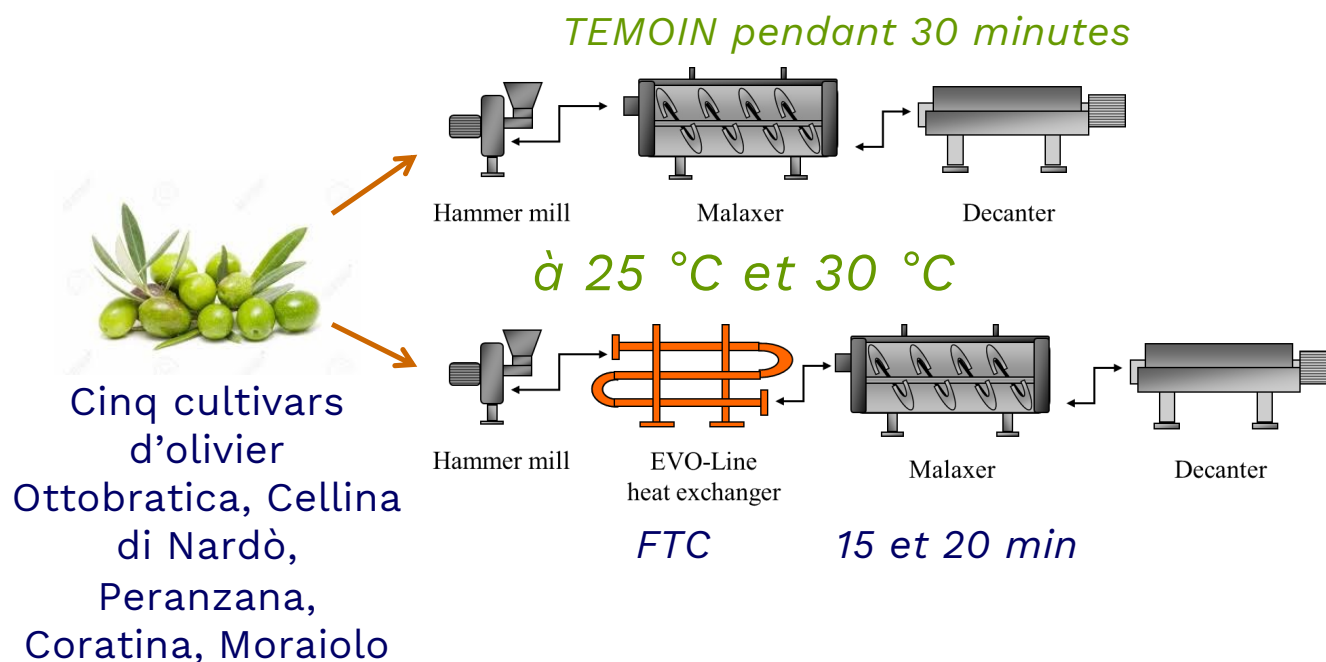


2015-2017

Introduction du système d'échange thermique rapide



Comparaison entre la malaxation traditionnelle et le conditionnement thermique flash (FTC) par un échangeur de chaleur tubulaire



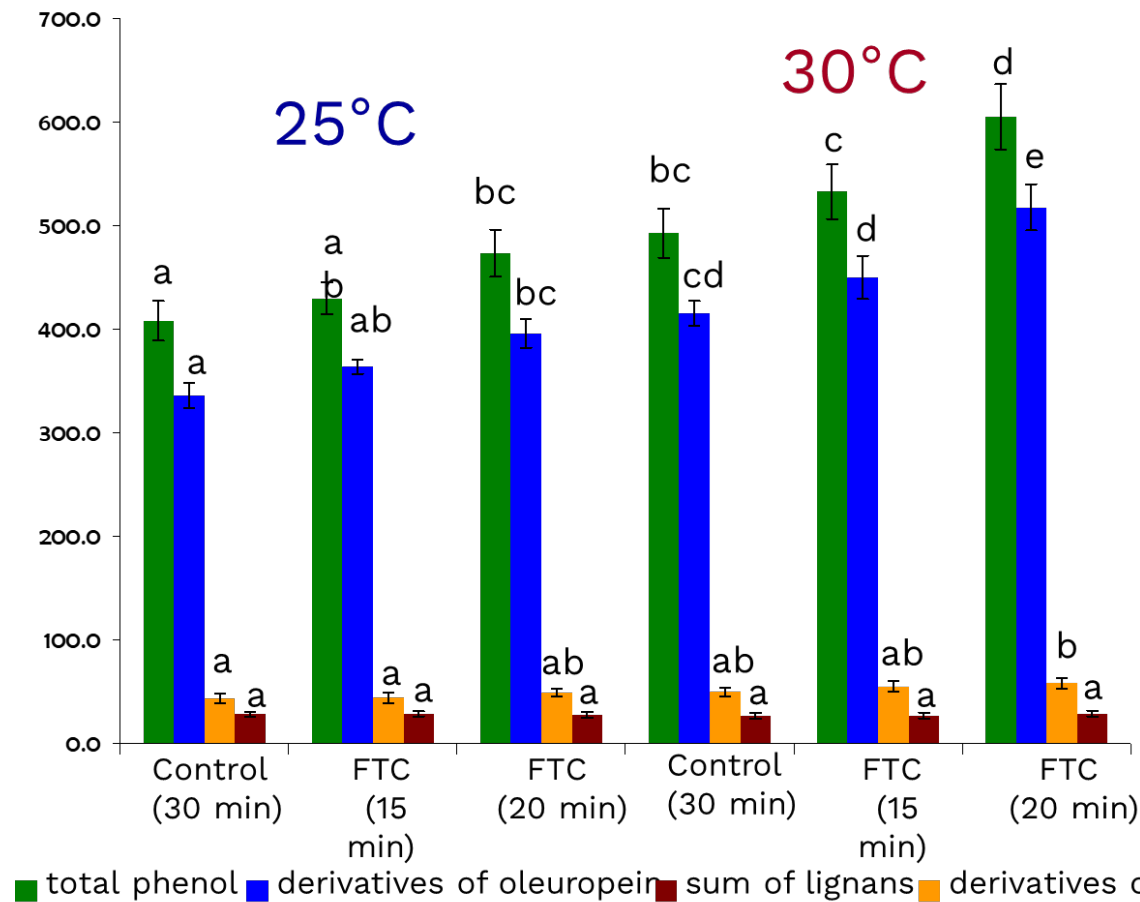
TEMPOIN vs FTC

Aucune différence de rendement en huile (l'huile résiduelle des grignons n'est pas significativement différente)

Aucune différence dans les paramètres de qualité légale (acidité libre, valeurs de peroxyde, K232, K270 et ΔK)

Amélioration de la qualité avec un temps de malaxation plus court

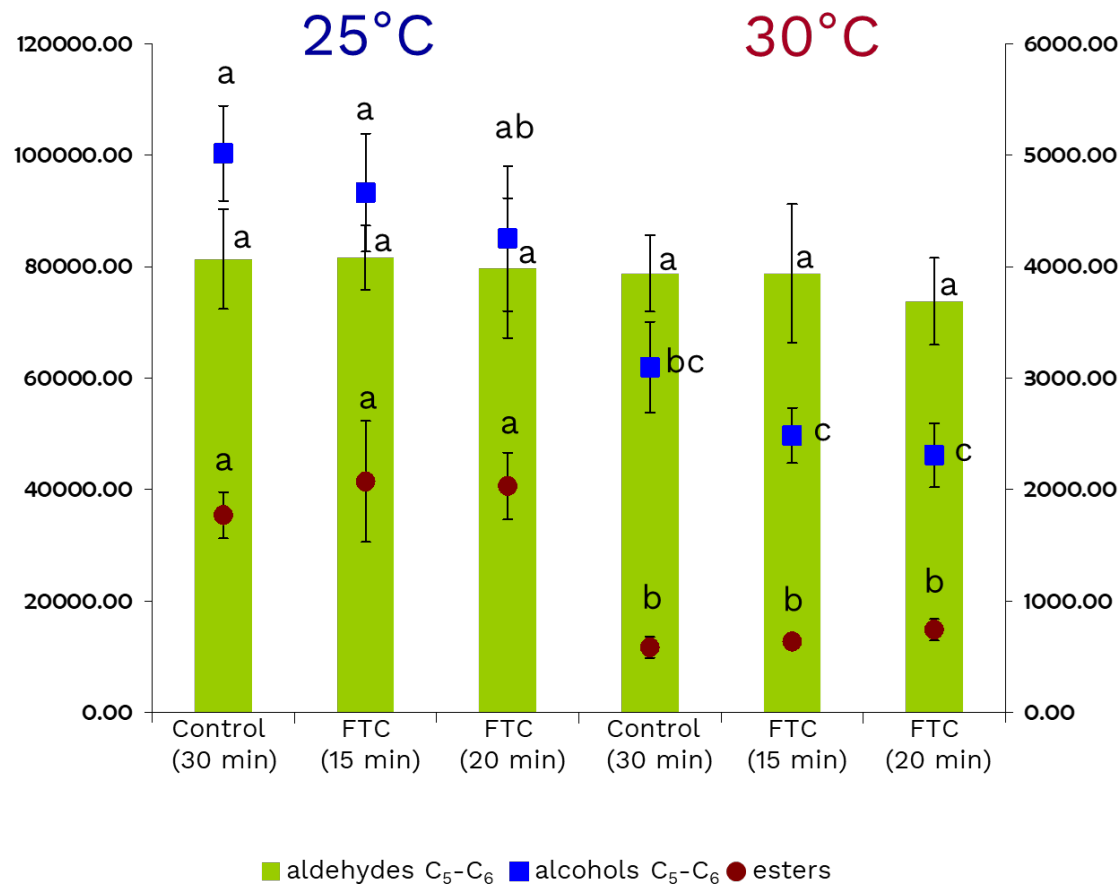
Composés phénoliques (mg/kg) de l'HOV (moyenne n=12, 5 cultivars)



- augmentation des phénols totaux (par rapport au témoin) 10-37 %

The data are the mean values of two samples for each group $\pm$ standard deviation (vertical line). Different letters (a-d) are significantly different from one another ($p < 0.05$).

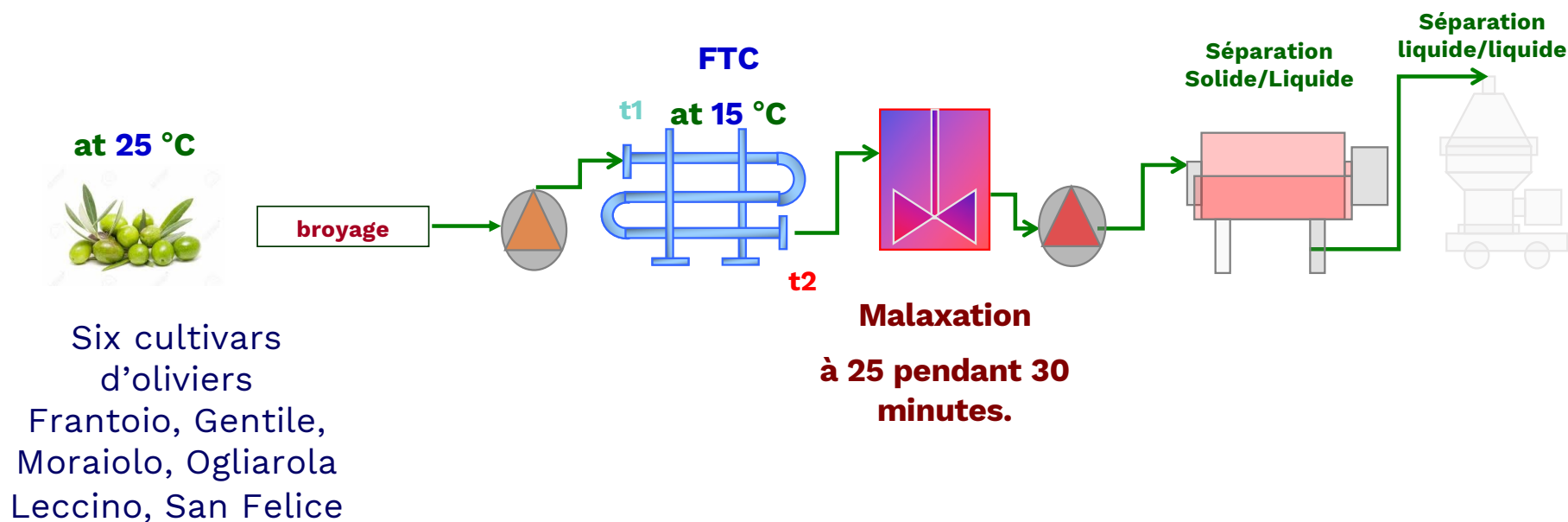
Composés volatils (mg/kg) de l'HVO (moyenne n=12, 5 cultivars)



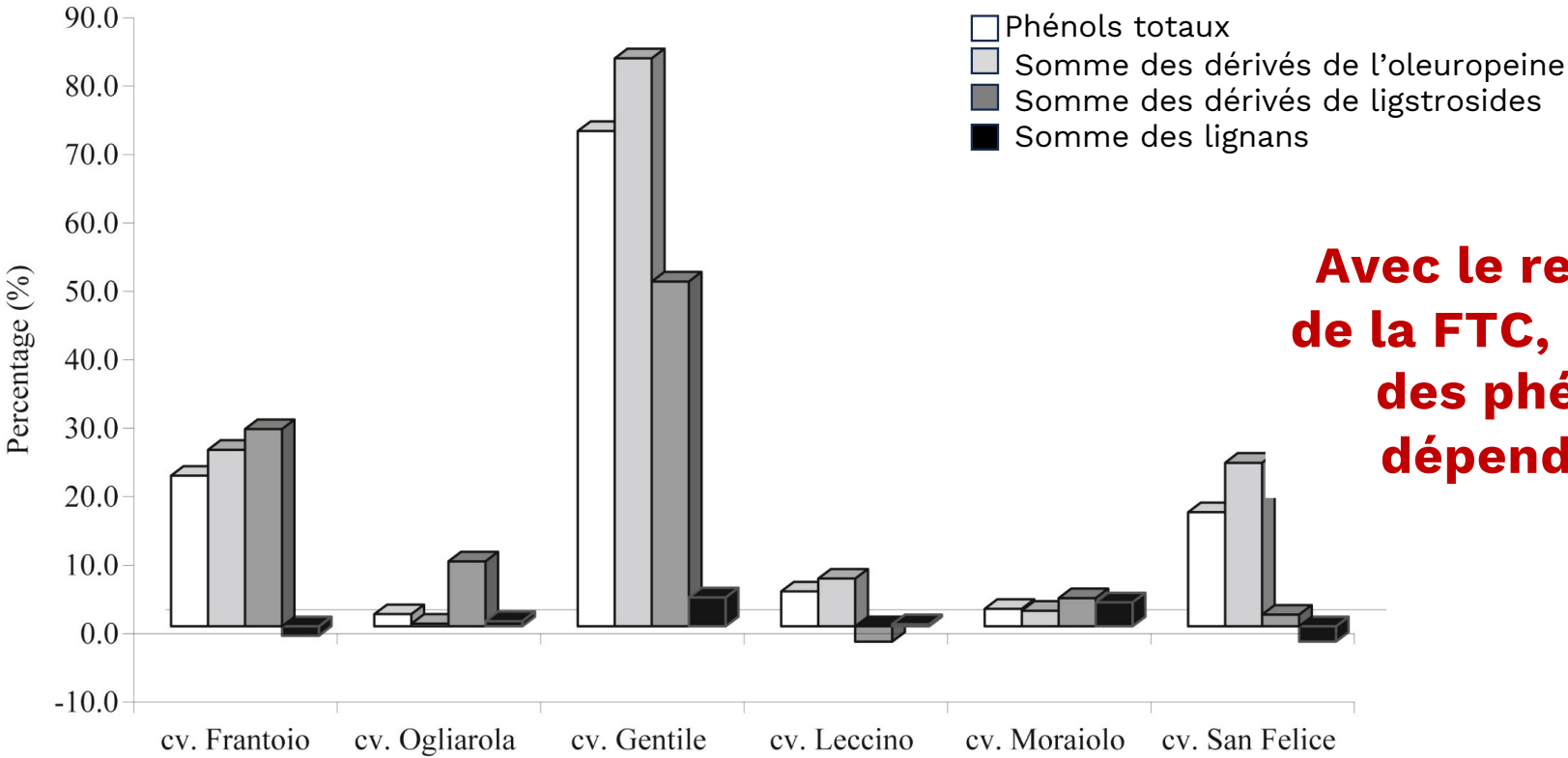
impact différent sur la
génération des
composés volatils, selon
le cultivar

The data are the mean values of two samples for each group $\pm$ standard deviation (vertical line). Different letters (a-c) are significantly different from one another ($p < 0.05$).

Conditionnement thermique flash (FTC) pour refroidir la pâte d'olive broyée

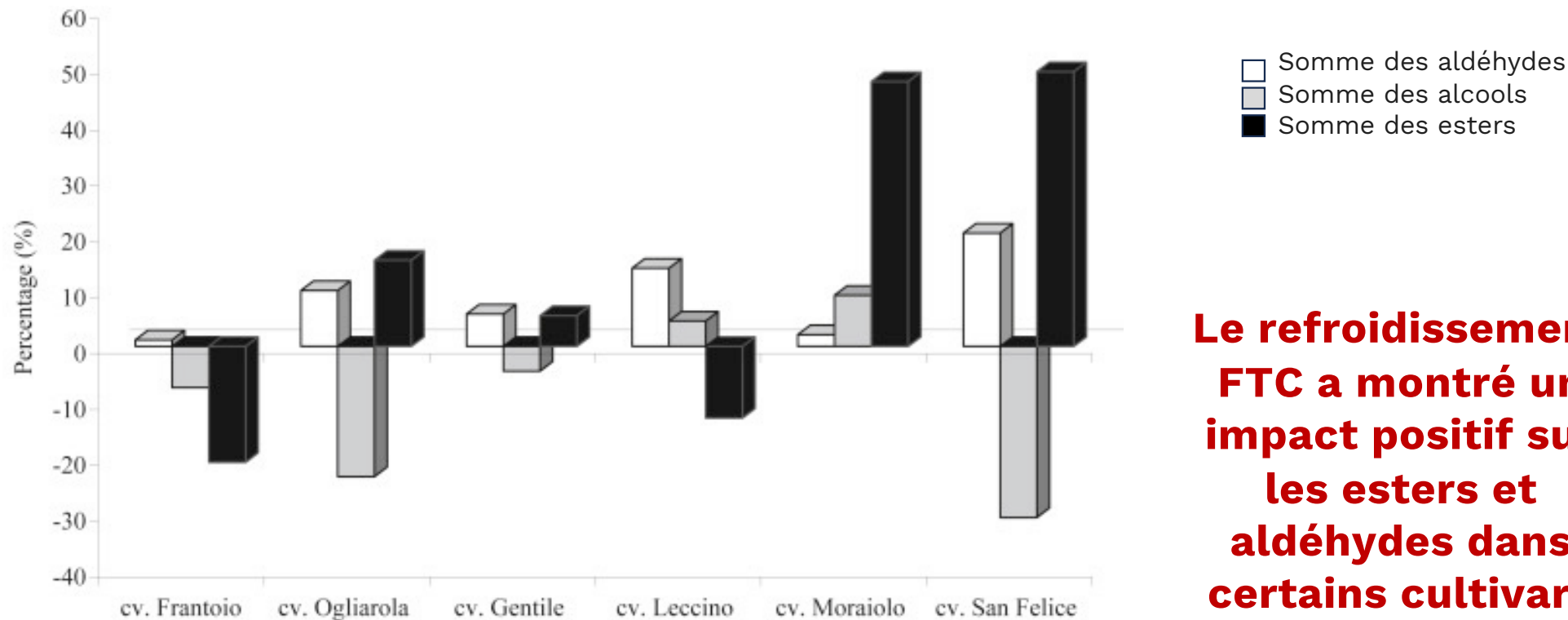


Qualité des HOV : évaluation de la composition phénolique (variabilité en pourcentage)



Avec le refroidissement de la FTC, l'augmentation des phénols totaux dépend du cultivar

Qualité des HOV: évaluation des substances volatiles C5-C6 (variabilité en pourcentage)



**Le refroidissement
FTC a montré un
impact positif sur
les esters et
aldéhydes dans
certains cultivars**

Les nouvelles technologies pour la préparation de la pâte d'olive avec un impact sur la structure cellulaire

- micro-ondes
- champ électrique pulsé (PEF)
- ultrasons

Provoquent une dégradation cellulaire et libèrent le contenu intracellulaire pour améliorer le rendement en huile d'olive.

Différentes impacts sur la structure cellulaire de l'olive: traitements thermiques et non thermiques

→ modifications rapides:

- **Température**
- **Pression**
- **Énergie**
- **Potentiel électrique**

→ modifications dans les tissus de l'olive:

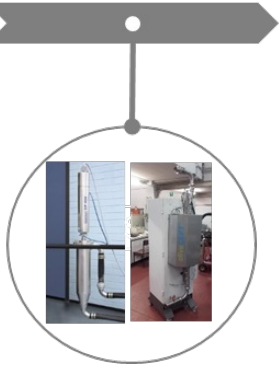
- **développement de pores**
- **augmentation de la perméabilité cellulaire**
- **collapsus des membranes cellulaires**

LES NOUVELLES TECHNOLOGIES POUR LA PRÉPARATION DE LA PÂTE D'OLIVE AVEC UN IMPACT SUR LA STRUCTURE CELLULAIRE

→ modifications dans les tissus de l'olive:

- > libération des gouttes d'huile des vacuoles des cellules
- > libération d'autres matières intracellulaires

2017-2023



Augmenter le rendement d'extraction tout en préservant la qualité

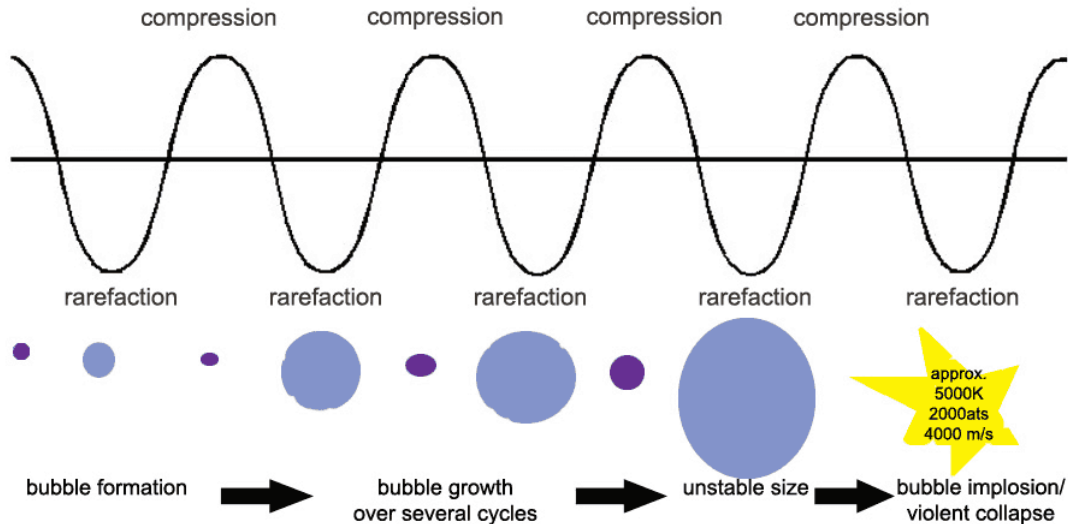
Introduction des technologies non thermiques

La technologie **PEF (champs électriques pulsés)** applique des impulsions électriques à haute tension (20–80 kV/cm) de très courte durée (micro à nanosecondes) sur des tissus biologiques placés entre deux électrodes. Cela provoque des **dommages et des ruptures des membranes et parois cellulaires (ÉLECTROPORATION)**, entraînant la libération de liquide intracellulaire.

La technologie **US (ultrasons)** applique des ondes sonores aux matrices liquides, provoquant des variations de pression qui génèrent des microbulles. Ces **bulles implosent** lorsque la pression normale est rétablie, provoquant la **rupture des parois cellulaires et des membranes (CAVITATION)**, entraînant la libération de liquide intracellulaire.

- **Rendement accru de l'huile**
- **Efficacité de traitement améliorée**
- **Amélioration des propriétés santé et sensorielles : Teneur phénoliques plus élevée**

Ultrasonic Cavitation



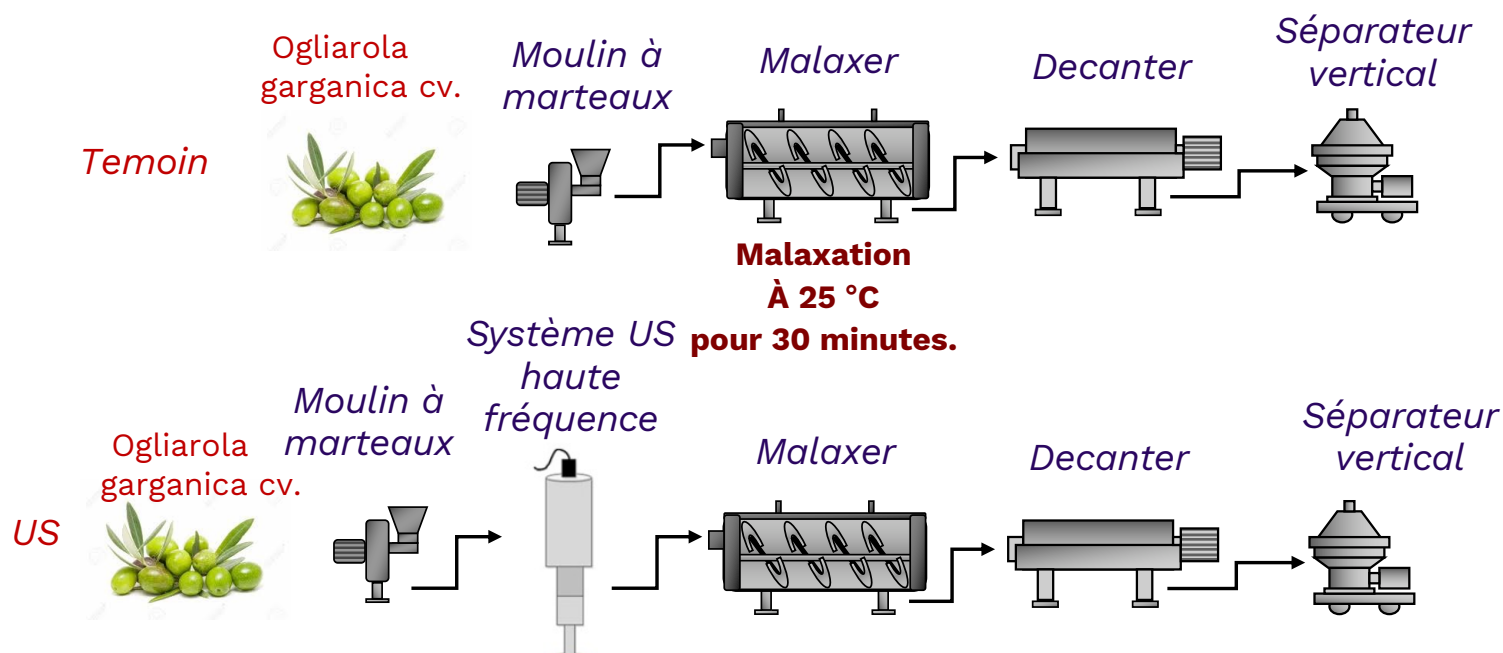
L'extraction par ultrasons est obtenue lorsque de **puissantes ondes ultrasonores à basse fréquence** sont couplées dans une suspension constituée, par exemple, de matière végétale dans un solvant, par un processeur à ultrasons via une **sonotrode**. Les ondes ultrasonores à haute énergie se propagent dans le liquide, **créant des cycles alternés de haute et basse pression qui produisent le phénomène de cavitation acoustique**. La cavitation acoustique ou ultrasonique entraîne localement des **fluctuations extrêmes de température et de pression et génère des forces de rupture** élevées dans le milieu. Lorsque des bulles de cavitation implosent à la surface de solides (tels que des particules, des cellules végétales, des tissus, etc.), les jets de fluide et les collisions interparticulaires produisent des effets tels que l'érosion de surface, l'érosion, l'éclatement des particules, la **sonoporation (la perforation des parois cellulaires et des membranes) et la rupture cellulaire**.

Les ultrasons produisent des effets mécaniques et thermiques.

L'effet mécanique est dû aux phénomènes de **cavitation**

L'effet thermique est lié à **l'énergie ultrasonore**: lorsqu'une onde acoustique se propage à travers un tissu végétal, une partie de celle-ci est absorbée et convertie en chaleur dans la pâte d'olive.

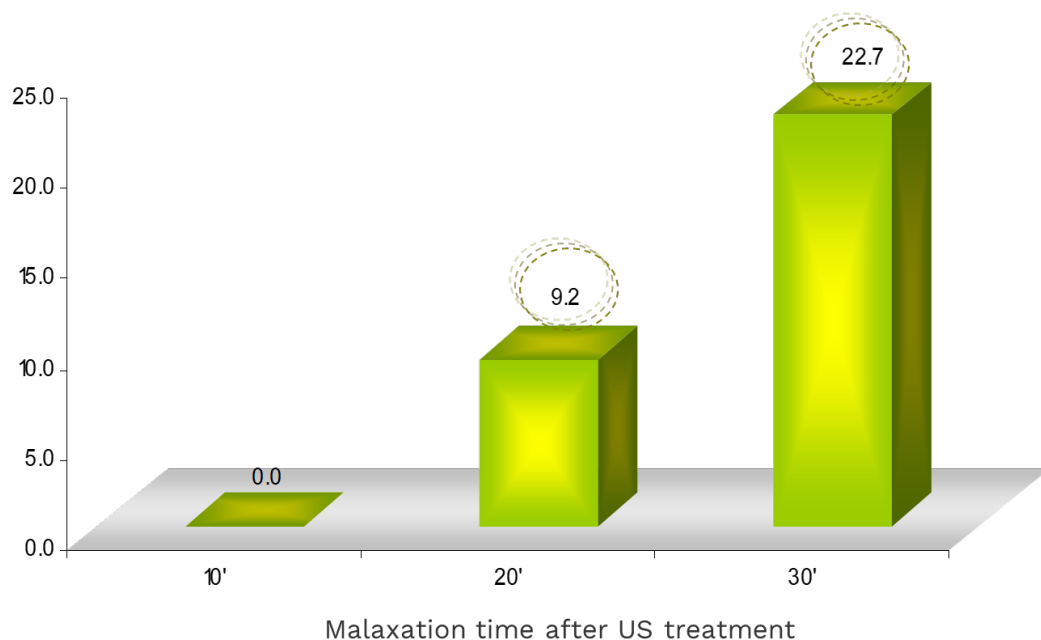
Innovation dans le procédé d'extraction mécanique des huiles d'olive vierges : traitement de la pâte d'olive par ultrasons (US).



High-Power UIP4000 hdT ultrasoundsystem (Hielscher Ultrasonics GmbH, Teltow, Germany) pour un fonctionnement continu.

Conditions : fréquence de 20 kHz ; puissance de 2,8 kW ; 3 bars de pression ; 80 % de l'amplitude

Augmentation du rendement d'extraction d'huile d'olive (%) obtenue par US par rapport au test témoin, selon différents temps de malaxation.



Avec les US concentrations plus élevées de composés phénoliques (par rapport au témoin)

**Après 20' de malaxation : +7 %
Après 30' de malaxation : +12 %**



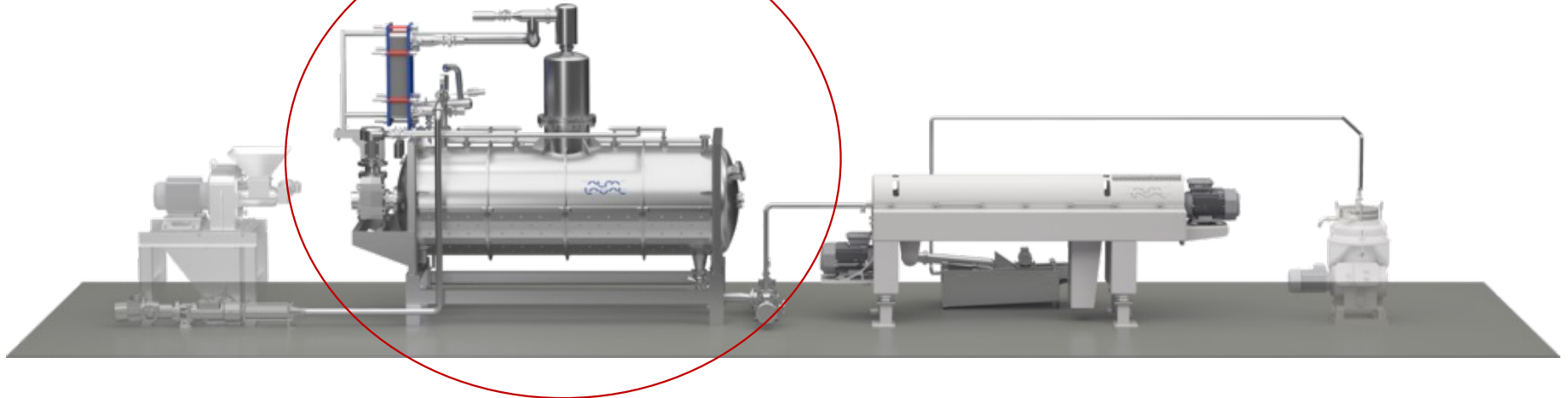
2021-2023

Application de vide élevé lors de la malaxation

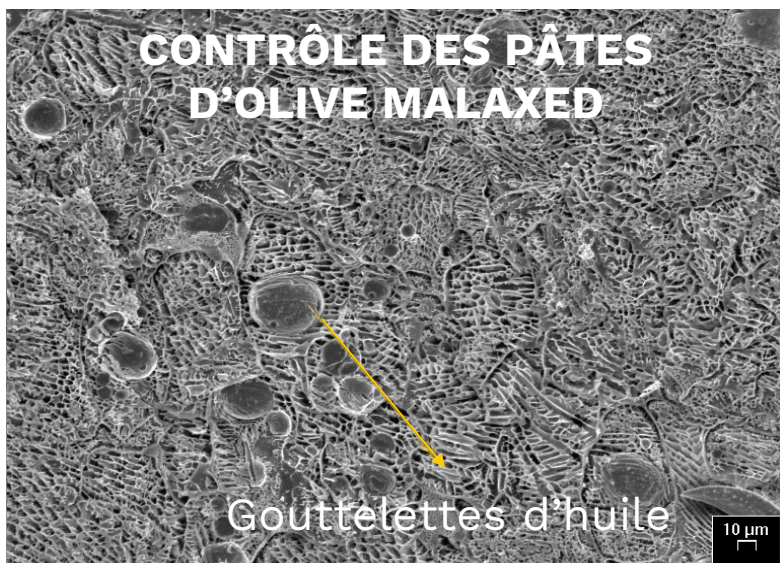
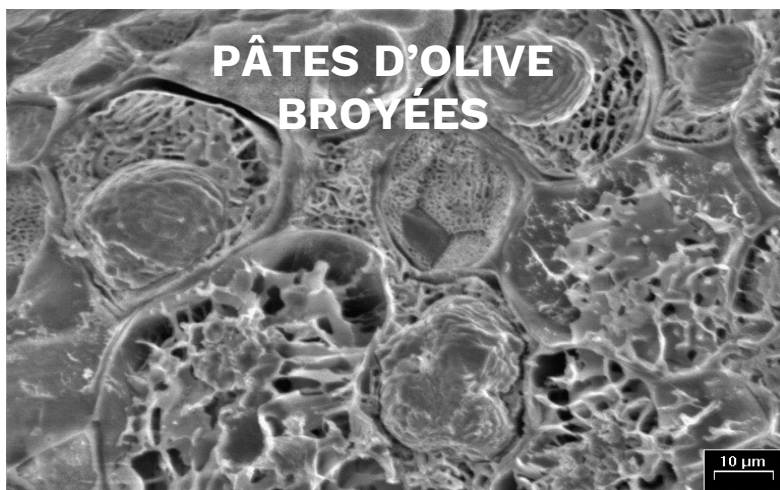
Le vide élevé modifie la distribution de la phase liquide dans la pâte d'olive en créant une pression négative.

Cela favorise le transfert de masse à travers les grands espaces intracellulaires, favorisant la dégradation des parois cellulaires et des membranes. En conséquence, le mouvement des liquides intra et intercellulaire est augmenté, améliorant l'efficacité de l'extraction de l'huile.

Augmentation des composés phénoliques $\approx +20\%$

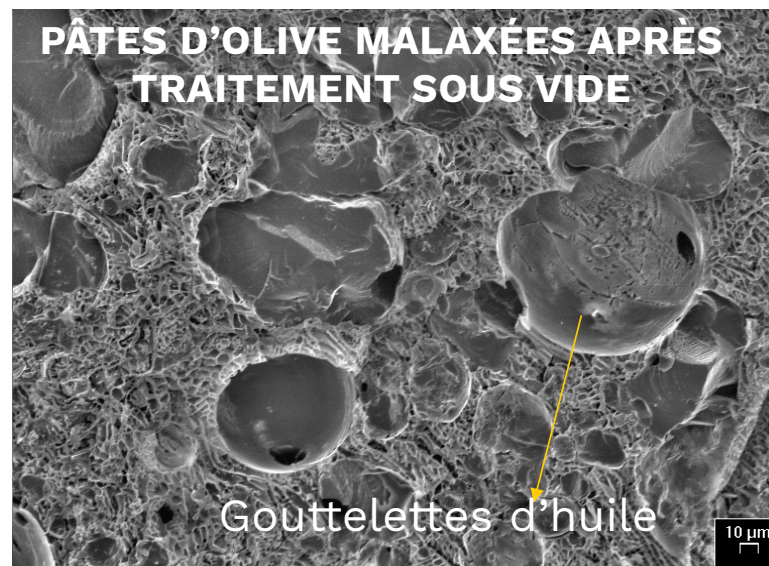


- Taticchi, Esposto, Veneziani, Minnocci, Urbani, Selvaggini, Sordini, Daidone, Sebastiani, Servili. High vacuum-assisted extraction affects virgin olive oil quality: impact on phenolic and volatile compounds. *Food Chem.* (2021).
- Veneziani, Selvaggini, Taticchi, Urbani, Esposto, Servili. High vacuum applied during malaxation in oil industrial plant: influence on virgin olive oil extractability and quality. *Innov. Food Sci. Emerg. Technol.* (2022).



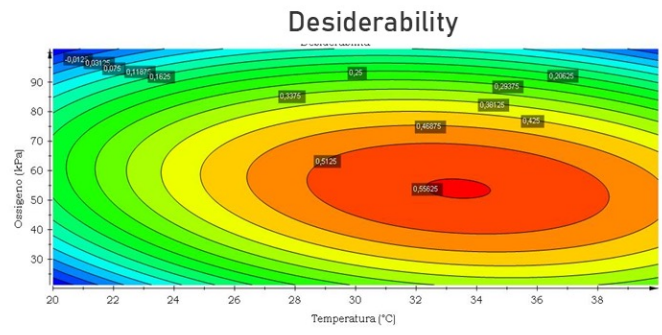
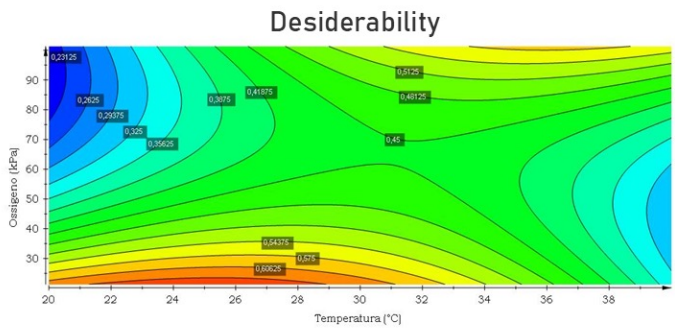
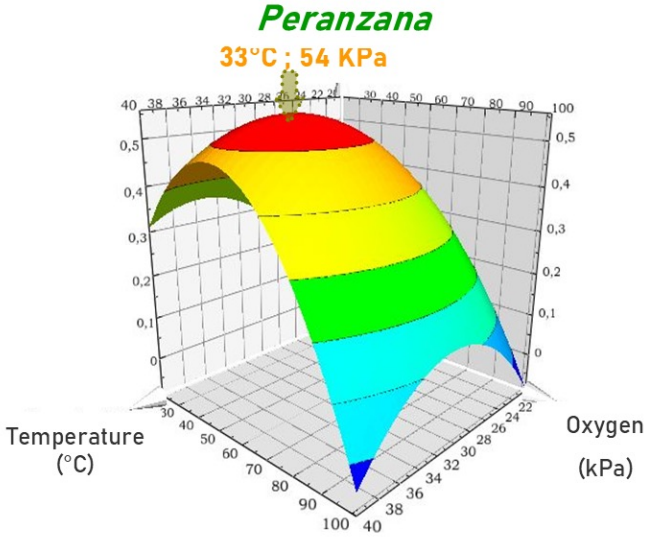
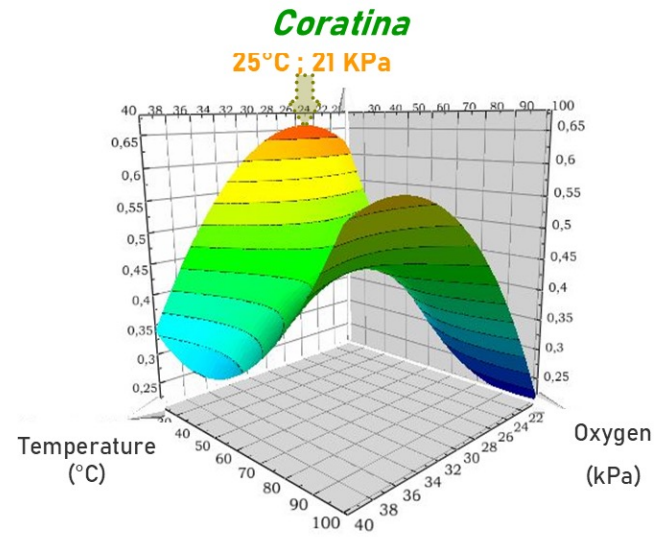
Effet du rendement d'extraction (Jusqu'à +24 %)

ÉVALUATION DE L'HUILE DISPERSÉE
DANS DES PÂTES D'OLIVE BROYÉES
ET MALAXÉES AVANT ET APRÈS LE
TRAITEMENT SOUS VIDE À L'AIDE DE
CRYO-SEM



Optimisation des technologies et des conditions d'extraction en fonction des caractéristiques des olives et des attributs de qualité recherchés

**Le défi futur
pour
améliorer la
qualité et
l'identité?**



***L'avenir réside dans la
construction de procédés
d'extraction adaptatifs,
durables et conçus pour
réaliser la pleine valeur de
chaque olive.***

Merci de votre attention

Notre groupe de recherche :

Sonia Esposto
Roberto Selvaggi
Gianluca Veneziani,
Stefania Urbani
Beatrice Sordini,
Davide Nucciarelli,
Arianna Bonucci,
Ilenia Dottori
et
Maurizio Servili

Dep. des sciences agricoles,
alimentaires et
environnementales
Université de Pérouse,
ITALIE