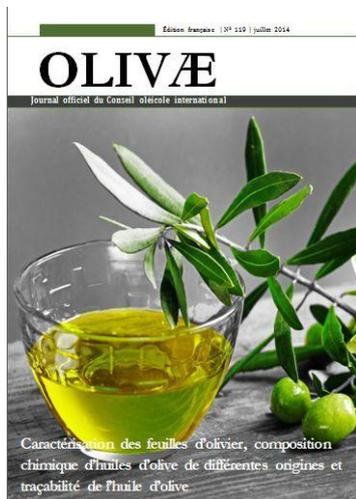


# OLIVÆ

Journal officiel du Conseil oléicole international



Caractérisation des feuilles d'olivier, composition chimique d'huiles d'olive de différentes origines et traçabilité de l'huile d'olive



# Sommaire

OLIVÆ N° 119 juillet 2014

Étude de la teneur en éléments majeurs et en éléments traces dans les feuilles d'olivier

R. Alcázar Román, J.A. Amorós, C. Pérez de los Reyes, F.J. García Navarro et S. Bravo

page 1

Contribution à l'étude de la typicité des huiles d'olive vierges produites dans la région de Sais (Maroc)

M. Essiari, R. Zouhair et H. Chimi

page 8

Caractérisation physico-chimique et stabilité oxydative des huiles d'olive des variétés Picholine marocaine, Haouzia, Koroneiki et Arbéquine de la région oléicole centrale du Maroc (Chaouia-Ouardigha)

M. Haddam, H. Chimi, A. El-Antari, M. Zahouily, R. Mouhibi, A. Zaz, M. Ibrahimy et A. Amine

page 23

Composition en acides gras et en triglycérides d'huiles d'olive vierges de 34 variétés et 8 Appellations d'Origine françaises et de 2 variétés étrangères implantées en France : constitution d'une banque de données (première partie)

D. Ollivier, C. Pinatel, V. Ollivier et J. Artaud

page 36

Nouvelle approche pour la détermination de l'origine des huiles d'olive : morphogrammes et morphotypes (deuxième partie)

C. Pinatel, D. Ollivier, V. Ollivier et J. Artaud

page 49

**OLIVÆ**  
**Journal officiel du Conseil oléicole international**

Publié en: anglais, arabe, espagnol, français et italien.

Calle Príncipe de Vergara, 154  
28002 Madrid, Espagne

Tel.: 34-915 903 638

Fax: 34-915 631 263

E-mail: [ioc@internationaloliveoil.org](mailto:ioc@internationaloliveoil.org)

Web: [www.internationaloliveoil.org](http://www.internationaloliveoil.org)

ISSN: 0255-996X

Dépôt légal: M-18627-1984

Les appellations employées dans la présente publication et la présentation des données qui y figurent n'impliquent de la part du Secrétariat exécutif du COI aucune prise de position quant au statut juridique des pays, territoires, villes ou zones, ou de leurs autorités, ni quant au tracé de leurs frontières ou limites.

Le contenu des articles figurant dans la présente publication ne reflète pas nécessairement le point de vue du Secrétariat exécutif du COI en la matière.

La reproduction totale ou partielle des articles d'OLIVÆ est autorisée sous réserve expresse de la mention d'origine.

# Étude de la teneur en éléments majeurs et en éléments traces dans les feuilles d'olivier

**R. Alcázar Román, J. A. Amorós, C. Pérez de los Reyes, F. J. García Navarro et S. Bravo**

*Escuela de Ingenieros Agrónomos. Universidad de Castilla-La Mancha. Ronda de Calatrava, 7. 13071 Ciudad Real, Espagne*

## RÉSUMÉ

L'objectif de ce travail était l'analyse de la teneur en éléments majeurs et en éléments traces dans les feuilles d'olivier et de l'évolution de leur concentration dans des feuilles d'âges différents. Les données obtenues ont été comparées avec celles d'une autre plante ligneuse, la vigne.

La principale nouveauté de cet article réside dans les données apportées sur la teneur en éléments traces des feuilles d'olivier, sujet peu développé dans la littérature scientifique.

## 1. INTRODUCTION

L'olivieraie espagnole occupe une surface de près de 3 millions d'hectares, avec plus de 300 millions d'arbres (MAAMA, 2010), la région de Castille-La Manche étant la deuxième communauté autonome d'Espagne en termes de production totale et de superficie après l'Andalousie. Les recherches sur l'olivier sont donc particulièrement importantes vu l'impact agronomique et économique de cette culture.

Une grande partie des éléments chimiques connus sont essentiels pour les plantes : certains sont nécessaires en quantités relativement importantes (éléments majeurs ou macronutriments) alors que les autres sont suffisants en très petites quantités (micronutriments ou éléments traces). Ces derniers ont fait l'objet d'un intérêt particulier au cours des dernières années car certains sont essentiels pour les plantes. Les éléments majeurs permettent de connaître la concentration totale dans le sol des composants structurels et nutritifs (Wild, 1992; Lanyon *et al.*, 2004 ; White, 2009). Les éléments traces sont des composants chimiques qui apparaissent dans les sols à des concentrations inférieures à 0,1 % (1000 mg/kg). Ils permettent d'obtenir des informations sur l'origine géochimique du sol (García *et al.*, 2009) et sur les possibles toxicités (Conde *et al.*, 2009). Ces éléments proviennent principalement de la roche mère mais leur distribution dans les différents profils du sol est conditionnée par différents facteurs édaphogénétiques. La composition du sol se reflète également dans la plante et dans ses produits, même s'il est vrai que chaque système sol-plante peut présenter de grandes différences en ce qui concerne le métabolisme des éléments traces. Ces éléments interviennent dans des processus métaboliques fondamentaux tels que la respiration, la photosynthèse et la fixation ainsi que dans l'assimilation de certains nutriments majeurs (N et S par exemple).

Les racines constituent la principale voie d'absorption des éléments traces, bien qu'on ait observé que d'autres tissus sont également capables d'absorber certains nutriments et éléments traces. En général, l'absorption des éléments traces par les plantes dépend non seulement de la capacité spécifique de celles-ci mais également de facteurs liés au terrain, les plus significatifs étant le pH, le potentiel redox, le régime hydrique, la teneur en argile, la teneur en matière organique, la capacité d'échange cationique, l'équilibre des nutriments et la concentration d'autres éléments traces et majeurs. Les conditions climatiques peuvent

également avoir une influence sur le taux d'absorption des métaux traces : en général, plus la température est élevée, plus ces éléments sont absorbés.

La biodisponibilité des éléments traces dans l'atmosphère à travers les feuilles peut avoir un impact significatif sur la contamination de la plante (Hg, Cd). C'est le cas également des applications de fertilisants sur les feuilles, en particulier d'éléments comme Fe, Mn, Zn et Cu. Les éléments traces absorbés par les feuilles peuvent être transportés dans les tissus, y compris dans les racines, où sont stockés les métaux en excès. La vitesse de mouvement des éléments traces dans les tissus varie fortement selon l'organe de la plante, son âge et l'élément concerné. La morphologie de la surface des feuilles est un facteur important qui détermine l'absorption foliaire des éléments traces.

La littérature sur la teneur en éléments majeurs des feuilles d'olivier comprend des références classiques, comme les données apportées par Freeman *et al.* (1994) ou par Barranco *et al.* (2008) alors qu'on trouve peu d'études spécifiques sur la teneur en éléments traces. Barranco *et al.* (2008) ont montré l'évolution de la teneur en éléments traces et ont interprété les niveaux de certains de ces éléments. Higuera *et al.* (2012) ont commencé à étudier ces éléments sur des oliviers de zones affectées par l'activité minière mais sans distinguer l'âge de la feuille d'olivier étudiée.

L'objectif de ce travail est d'étudier la variation de la concentration des éléments majeurs et des éléments traces dans les feuilles d'olivier dans des zones qui peuvent avoir été affectées par une activité minière antérieure, selon l'âge de la feuille. De même, nous comparons les teneurs en éléments majeurs et traces des feuilles d'olivier avec celles qui ont été observées précédemment sur les feuilles de vigne, culture ligneuse importante dans la même zone.

## 2. MATÉRIELS ET MÉTHODES

### 2.1. Domaine de recherche et échantillonnage

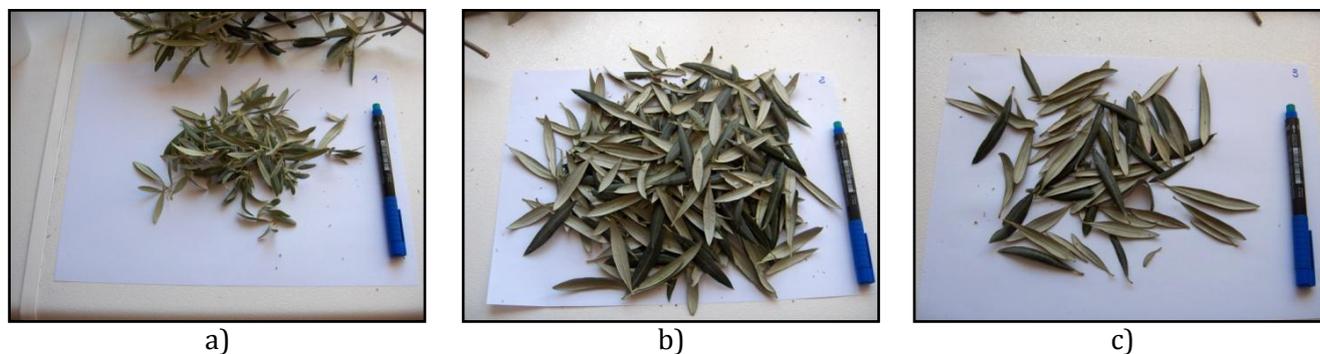
L'échantillonnage a été effectué dans sept zones de la province de Ciudad Real (centre de l'Espagne) dans un rayon de 70 km autour de la mine de mercure d'Almadén (**Tableau 1**). Les données font partie d'une étude plus détaillée sur la teneur en mercure et sa possible toxicité (Higuera *et al.*, 2012). Les sols présentaient les caractéristiques suivantes : acides, non salins, texture majoritairement franco-sableuse, faible teneur en carbonates et en chaux active et valeurs de matière organique variables.

**Tableau 1.** Emplacement des zones d'échantillonnage dans la province de Ciudad Real (Espagne) et distance par rapport à la mine d'Almadén

Zone	Description	Coordonnées	Distance (km)
1	Almadén, Avenida de la Libertad	X: 340 054 Y: 4 293 486	0,433
2	Almadén, Carril del Norte	X: 340 075 Y: 4 293 871	0,380
3	Chillón, polygone 1 parcelle 614	X: 337 813 Y: 4 294 755	2,052
4	Almadenejos, Calle Carretas	X: 351 507 Y: 4 289 240	12,628
5	Fontanosas (Abenojar) polygone 37, parcelle 243	X: 366 656 Y: 4 291 811	27,012
6	Almodóvar del Campo, polygone 71, parcelle 739	X: 390 909 Y: 4 285 415	51,870
7	Picón, polygone 9, parcelle 69	X: 407 999 Y: 4 324 209	74,769

Nous avons recueilli des échantillons de feuilles de 4 oliviers différents dans chaque zone durant la deuxième semaine du mois de mai 2010 pour profiter de la présence de nouvelles pousses d'olivier et faciliter ainsi l'échantillonnage de feuilles d'un an. Nous avons sélectionné entre 30 et 35 pousses autour de chaque olivier, à une hauteur de 1,20 m, en faisant attention à ce qu'il y ait suffisamment de feuilles représentatives de chaque année à étudier. Cela nous a permis d'obtenir des feuilles d'âges différents: de l'année en cours (année 0), d'un an à partir de leur formation (année 1) et de deux ans à partir de leur formation (année 2).

Une fois échantillonnées, les feuilles ont été transportées au laboratoire pour être conservées au froid puis classées par âge (**Figure 1**). Les feuilles de l'année 0 ont été recueillies à l'extrémité de la pousse. Elles étaient de couleur vert clair et de petite taille, caractéristiques propres et sans équivoque des jeunes feuilles. Celles de l'année 1 ont été recueillies au centre de la pousse. Elles étaient d'un vert plus foncé que celles de l'année 0 et de taille moyenne. Enfin, les feuilles de l'année 2 ont été prélevées dans la partie la plus éloignée de la pointe de la pousse. Elles étaient de plus grande taille et d'un vert plus foncé.



**Figure 1.** Feuilles de différents âges : a) année 0; b) année 1; c) année 2.

## 2.2. Méthode d'analyse

Tous les échantillons ont été introduits dans une étuve à une température constante de 36 °C pendant dix jours jusqu'à ce que l'humidité disparaisse complètement. Ils ont ensuite été triturés à l'aide d'un broyeur, jusqu'à obtention d'une poudre fine et homogène. Cette poudre a été utilisée pour déterminer la concentration d'éléments majeurs et d'éléments traces par la méthode des pertes par calcination et de fluorescence par rayons X. La calcination de l'échantillon a été réalisée dans un four à moufle porté à une température de 1 100 °C en 5 heures à

un rythme de 10 °C/min. Les pertes par calcination donnent le pourcentage en poids des éléments volatils nécessaire pour déterminer la proportion d'éléments majeurs et traces obtenue au moyen de la fluorescence.

Nous avons utilisé un spectromètre commercial (Philips modèle Magix Pro équipé d'un tube de rhodium) d'une puissance maximum de 4 kW. Le contrôle de qualité a été évalué au moyen d'une double analyse d'échantillons de référence certifiés (BCR-62).

Enfin, pour le traitement statistique et les graphiques, nous avons utilisé le programme Microsoft Office Excel 2007.

### 3. RÉSULTATS ET DISCUSSION

#### 3.1 Éléments majeurs

Les teneurs moyennes en éléments majeurs des feuilles sont indiquées dans le **Tableau 2**. Si l'on compare les valeurs obtenues avec celles trouvées dans différents ouvrages (Freeman *et al.*, 1994 ; Barranco *et al.* ; 2008), on observe que la plupart des macroéléments sont présents dans des proportions adéquates.

**Tableau 2.** Teneur moyenne en éléments majeurs dans les feuilles (g/kg)

Élément	$\bar{X}_{\text{année 0}}$	$\bar{X}_{\text{année 1}}$	$\bar{X}_{\text{année 2}}$	$\bar{X}_{\text{feuille}}$
Na	0,030	0,034	0,013	0,026
Mg	1,503	2,489	2,346	2,112
Al	0,546	0,449	0,444	0,480
Si	1,149	1,313	1,133	1,198
P	3,594	2,406	2,123	2,708
S	3,827	4,213	4,191	4,077
K	11,781	7,521	7,724	9,009
Ca	10,180	23,850	23,843	19,291
Mn	0,007	0,029	0,039	0,025
Fe	0,110	0,160	0,166	0,145
Cl	0,947	0,367	0,299	0,538

Pour avoir une idée générale de la signification des niveaux de concentration de ces éléments dans les feuilles d'olivier, il est intéressant de comparer les valeurs moyennes obtenues avec celles citées dans la littérature pour les feuilles d'autres cultures ligneuses comme la vigne (Amorós *et al.*, 2011). Ces valeurs sont indiquées dans le **Tableau 3**.

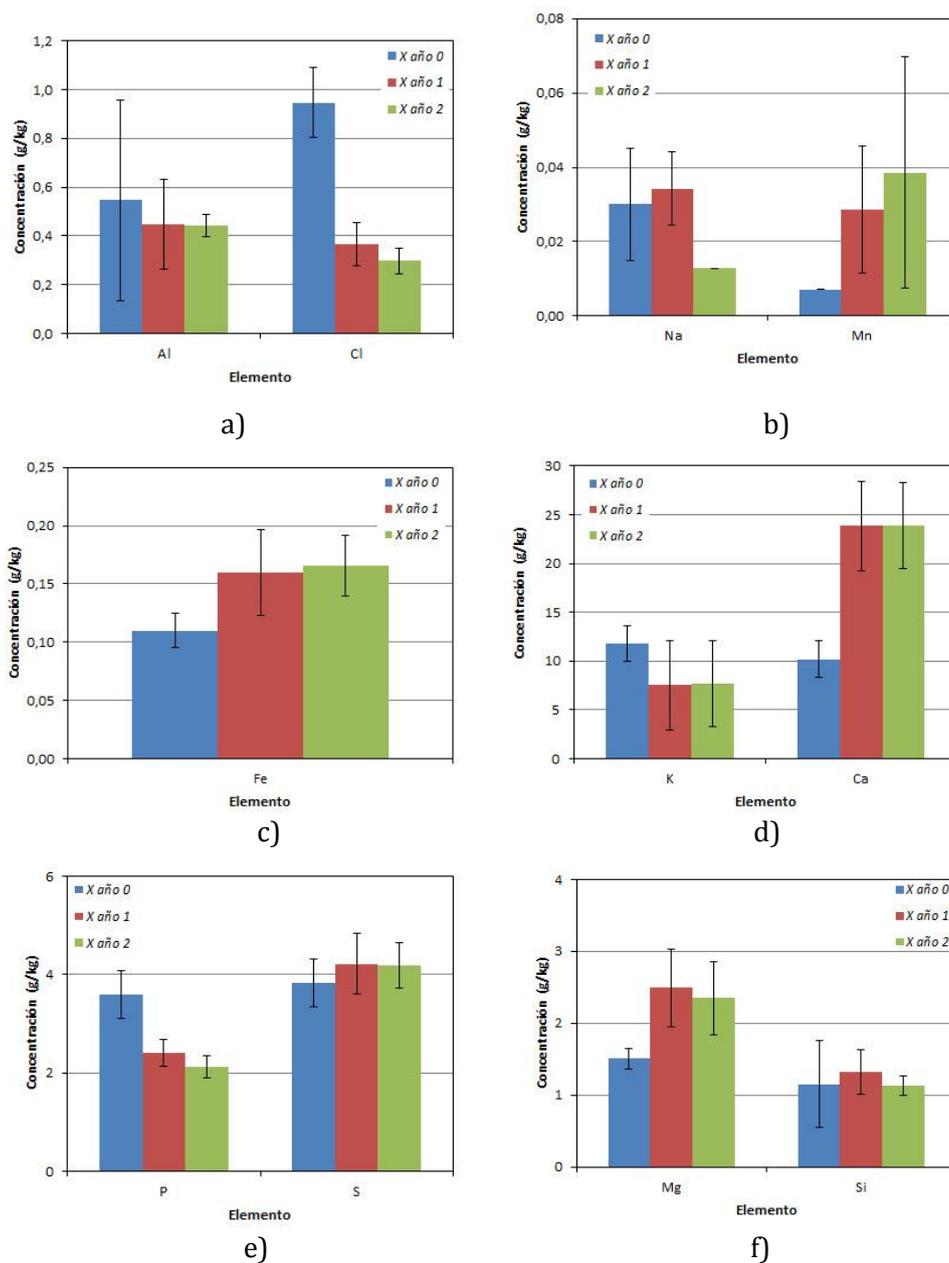
On peut observer que les niveaux de Na, Mg, Si, Ca, Mn et Fe dans la vigne (0,075, 4,420, 8,200, 27,502, 0,102 et 7,336 g/kg respectivement) sont supérieurs à ceux de l'olivier. Toutefois, les

valeurs moyennes de P, S et K dans la vigne (1,793, 2,215 et 0,555 g/kg respectivement) sont inférieures à celles de l'olivier. La teneur en Al est similaire dans la vigne et dans l'olivier.

**Tableau 3.** Valeurs moyennes des éléments majeurs et traces dans les feuilles de vigne (Amorós *et al.*, 2011)

Élément majeur	$\bar{X}_{\text{feuille}}$ (g/kg)	Élément trace	$\bar{X}_{\text{feuille}}$ (mg/kg)
Na	0,075	V	6,933
Mg	4,420	Cr	5,183
Al	0,553	Co	2,783
Si	8,200	Ni	2,050
P	1,793	Zn	15,617
S	2,215	Rb	3,917
K	0,555	Sr	133,550
Ca	27,502	Nb	4,250
Mn	0,102	Cs	5,450
Fe	7,336	Ba	39,483
		Ce	10,767
		Pb	3,550
		Nd	4,300

Les valeurs concernant l'accumulation des éléments majeurs dans les feuilles selon leur âge (**Figure 2**) sont similaires à celles citées dans la littérature spécialisée (Barranco *et al.*, 2008). On observe une plus grande concentration de Cl, P et K dans les feuilles les plus jeunes car ces éléments sont mobiles et se déplacent dans les points de plus grande intensité métabolique. Bien que le Mg soit également un élément mobile, sa concentration est plus forte dans les feuilles âgées. Mn, Fe, Ca et S sont des éléments peu mobiles (sauf ce dernier dont la mobilité est variable) mais ils se comportent de la même manière que le magnésium. Le calcium est essentiel dans la formation de la paroi cellulaire. La concentration du reste des éléments est pratiquement constante dans les feuilles quel que soit leur âge.



**Figure 2.** Teneur en éléments majeurs, exprimée en g/kg, dans les feuilles de 0, 1 et 2 ans pour : a) Al et Cl, b) Na et Mn, c) Fe, d) K et Ca, e) P et S, f) Mg et Si.

### 3.2. Éléments traces

Les teneurs moyennes en éléments traces dans les feuilles sont indiquées dans le Tableau 4, à l'exception de celles en Sc, Zr, W, Hf, Ga, Y, U et Hg qui ne rentrent pas dans les limites de détection avec la technique utilisée.

Peu d'articles ayant été publiés sur la teneur en ces éléments dans les feuilles d'olivier, nous avons comparé les résultats obtenus avec les teneurs en éléments traces dans les feuilles de vigne

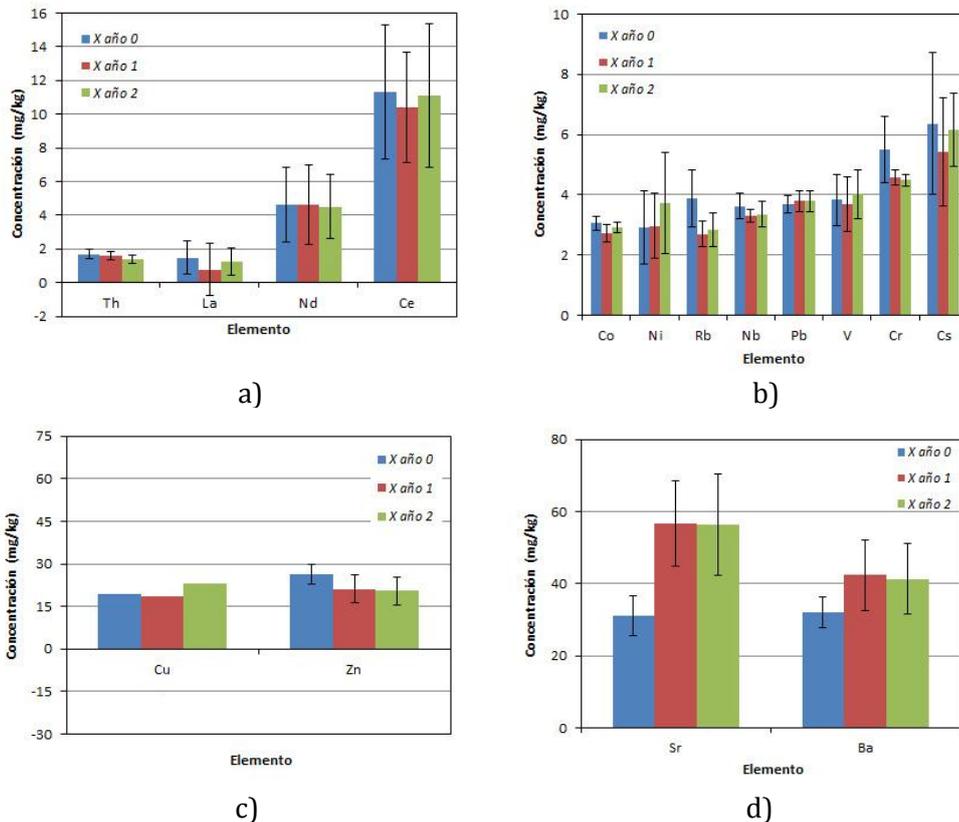
(**Tableau 3**). Les niveaux de V, Cr, Nb et Ba dans la vigne (6,933, 5,183, 4,250 et 39,483 respectivement) sont plus élevés que dans l'olivier. Dans le cas du Sr, la teneur est très supérieure (133,550 mg/kg) à celle relevée sur la feuille d'olivier (48,014 mg/kg). Toutefois, les valeurs moyennes de Ni et Zn dans la vigne (2,050 et 15,617 mg/kg respectivement) sont inférieures à celles de l'olivier (3,205 et 22,657 mg/kg respectivement). Les autres éléments présentent des valeurs similaires dans les deux cultures.

**Tableau 4.** Teneur moyenne en éléments traces dans les feuilles (mg/kg)

Élément	$\bar{X}_{\text{année 0}}$	$\bar{X}_{\text{année 1}}$	$\bar{X}_{\text{année 2}}$	$\bar{X}_{\text{feuille}}$
V	3,829	3,686	4,029	3,848
Cr	5,514	4,571	4,486	4,857
Co	3,057	2,729	2,914	2,900
Ni	2,929	2,971	3,714	3,205
Cu	19,400	18,571	22,914	20,295
Zn	26,400	21,157	20,414	22,657
Rb	3,886	2,700	2,843	3,143
Sr	31,086	56,700	56,257	48,014
Nb	3,629	3,300	3,357	3,429
Cs	6,371	5,414	6,157	5,981
Ba	32,000	42,443	41,357	38,600
La	1,486	0,757	1,214	1,152
Ce	11,314	10,386	11,086	10,929
Pb	3,686	3,800	3,800	3,762
Th	1,700	1,614	1,414	1,576
Nd	4,600	4,629	4,500	4,576

La **Figure 3** indique les résultats obtenus pour les éléments traces (mg/kg) selon l'âge de la feuille d'olivier ainsi que l'écart type, sauf dans le cas du Cu, qui n'est pas montré eu égard à la grande variation qu'il présente à l'issue des traitements phytosanitaires apportés à l'olivier. Ces résultats montrent une concentration plus élevée de Cr, Zn, Rb et Th dans les feuilles jeunes,

ce qui indique que ces éléments sont liés au métabolisme de la plante. Les teneurs en Ni, Cu, Sr et Ba sont supérieures dans les feuilles âgées car la plante a du mal à les excréter. La et Ce présentent une mobilité variable dans la feuille alors que le comportement du reste des éléments est pratiquement constante sur les trois ans.



**Figure 3.** Teneur en éléments traces, exprimée en mg/kg, des feuilles de 0, 1 et 2 ans a) Th, La, Nd et Ce b) Co, Ni, Rb, Nb, Pb, V, Cr et Cs c) Cu et Zn ; d) Sr et Ba.

#### 4. CONCLUSIONS

À partir des résultats obtenus dans ce travail, nous pouvons conclure que la plupart des éléments majeurs se trouvent dans des proportions normales dans les feuilles des oliviers des sept zones analysées, quel que soit l'âge de la feuille. Ca et K sont présents en grande quantité. Les éléments les plus mobiles (Cl, P et K) sont concentrés dans les feuilles plus jeunes, sauf Mn que l'on trouve dans les feuilles plus âgées, tout comme les éléments de mobilité plus réduite (Mn, Fe, Ca et S).

La comparaison entre les teneurs moyennes en ces éléments dans les feuilles d'olivier et dans la vigne montre que les niveaux de Na, Mg, Si, Ca, Mn et Fe sont supérieurs dans la vigne, au contraire des valeurs moyennes de P, S et K. Al présente des concentrations similaires dans les deux cultures.

L'évolution de la concentration en éléments traces indique que les teneurs en Ni, Cu, Sr et Ba augmentent dans le temps alors que celles en Cr, Zn, Rb, Zr, Hf et Th diminuent. La comparaison entre les teneurs moyennes en éléments traces dans les feuilles d'olivier et de vigne indique que Sr, Ba, V, Cr et Nb se trouvent en quantités supérieures dans la vigne, contrairement à Ni et Zn. Les autres éléments sont présents dans les mêmes proportions dans les deux cultures.

Les connaissances sur les teneurs en ces éléments devront être approfondies dans des cultures représentatives comme l'olivier afin de comprendre leur dynamique et leur utilisation possible comme empreinte géochimique du terrain dans les huiles d'olive commercialisées, garantissant ainsi leur authenticité.

#### 5. BIBLIOGRAPHIE

- Amorós, J.A., García Navarro F.J., Pérez de los Reyes C., Campos Gallego J.A., Bravo Martín-Consuegra S., Jiménez Ballesta R., García Moreno R. (2012) "Geochemical influence of soil on leaf and grape (*Vitis vinifera* L. 'Cencibel') composition in La Mancha region (Spain)". *Vitis* 51(3) 111-118.
- Barranco, D., Fernández-Escobar, R., Rallo L. (2008) "El cultivo del olivo", 6a ed., Editorial Mundi-prensa, Madrid.
- Conde, P., Martín, J., De la Horra, J., Jiménez-Ballesta, R. (2009) "Trace elements contents in different soils of a semiarid mediterranean environment: Castilla-La Mancha, Spain", *Fresenius Environmental Bulletin*, 18 (5), 858-867.
- Freeman, M., Uriu, K., Hartmann, H.T. (1994) "Olive Production Manual: Diagnosing and correcting nutrient problems", 2<sup>a</sup> ed., University of California.
- García, F.J., Amorós, J.A., Sánchez, C., Jiménez-Ballesta, R. (2009) "Red soil geochemistry in a semiarid Mediterranean environment and its suitability for vineyards", *Actas VII Congreso Ibérico de Geoquímica*, 315-324.
- Higueras, P., Amorós J.A., Esbrí J.M., García-Navarro F.J., Pérez de los Reyes C., Moreno G. (2012). "Time and space variations in mercury and other trace element contents in olive tree leaves from the Almadén Hg-mining district". *Journal of Geochemical Exploration* 123, 143-151.
- Lanyon, D., Cass, A., Hansen, D. (2004) "The Effect of Soil Properties on Vine Performance", CSIRO Land and Water Technical Report, 34/04.
- MAAMA (Ministerio de Agricultura, Alimentación y Medio Ambiente). El olivar español., Agencia para el Aceite de Oliva. Dirección web: [http://aplicaciones.mapa.es/pwAgenciaAO/OliverEspañol.aao?opcion\\_seleccionada=2100&idioma=ESP&numPagina=2101](http://aplicaciones.mapa.es/pwAgenciaAO/OliverEspañol.aao?opcion_seleccionada=2100&idioma=ESP&numPagina=2101)
- White, R.E. (2009) "Understanding Vineyard Soils", Editorial Oxford University Press, Reino Unido, 230.
- Wild, A. (1992) "Condiciones del Suelo y el Desarrollo de las Plantas según Russel", Editorial Mundi-prensa, Londres.

# Contribution à l'étude de la typicité des huiles d'olive vierges produites dans la région de Sais (Maroc)

M. Essiari<sup>1</sup>, R. Zouhair<sup>1</sup> et H. Chimi<sup>2</sup>

<sup>1</sup>. Département de Biologie, Faculté des sciences, Université Moulay Ismail, Meknès, Maroc.

<sup>2</sup>. Département des Sciences Alimentaires et Nutritionnelles, Institut Agronomique et Vétérinaire Hassan II, Rabat, Maroc.

## RÉSUMÉ

La présente étude a pour objectif d'analyser l'effet du lieu de culture sur la qualité de l'huile d'olive de quatre variétés (Picholine marocaine, Arbéquine, Haouzia et Ménara) cultivées dans deux zones pédoclimatiques différentes. Les variables à vérifier sont les caractéristiques carpométriques, l'indice de maturité et les caractéristiques physico-chimiques (teneur en huile, acidité libre, indice de peroxydes, absorbance dans l'ultraviolet, acides gras et stérols).

Les résultats obtenus indiquent que le lieu de la culture exerce une influence sur la date de récolte, la quantité et la qualité de l'huile. Les huiles analysées sont classées dans la catégorie « vierge extra ». Le poids des olives des 4 variétés de la zone 1 (Ain Taoujdate, province d'El Hajeb) est supérieur à celui qui a été trouvé dans la zone 2 (Ait Oualal, province de Meknès). Les caractéristiques carpométriques sont affectées par la variété et le lieu de culture.

Les variétés Ménara et Haouzia ont présenté des teneurs en huile plus élevées au cours des campagnes 2010/11 et 2011/12 respectivement.

En ce qui concerne le pourcentage d'acidité, au cours de la campagne 2010/11, il y a eu une légère différence entre les huiles issues des oliveraies de la zone 2 et celles issues de la zone 1. La même tendance a été enregistrée pendant la campagne 2011/12, à part la variété Arbéquine.

L'indice de peroxydes nous renseigne sur l'état d'oxydation des huiles. Cet indice est supérieur chez les huiles des variétés Arbéquine et Haouzia de la zone 1 par rapport à celles des mêmes variétés de la zone 2, le contraire se trouve chez les variétés Picholine marocaine et Ménara.

Les résultats d'absorbance dans l'UV montrent que les huiles des deux campagnes ont des absorbances qui respectent les valeurs préconisées par la norme du COI.

La composition en acides gras des huiles d'olive testées est variable et nettement influencée par le facteur variétal. Au cours des deux campagnes, le taux d'acide oléique est faible pour l'Arbéquine et légèrement élevé pour la Picholine marocaine. Ce taux reste intermédiaire pour les variétés Haouzia et Ménara.

Les teneurs en stérols des huiles dans les deux zones sont comparées à celles du COI et montrent qu'il y a une légère supériorité de campesterol chez la variété Arbéquine.

Globalement, la caractérisation géographique peut être utilisée pour une sélection d'huiles de qualité performante répondant aux normes des marchés, sur le plan national et international.

**Mots clés:** Caractéristiques carpométriques, paramètres physico-chimiques, zones pédoclimatiques.

## 1. INTRODUCTION

L'olivier constitue la principale spéculation fruitière cultivée au Maroc, avec une superficie de 920 000 ha. Cette filière représente plus de 57 % de la sole arboricole nationale, s'étend sur tout le territoire national, à l'exception de la bande côtière Atlantique, en raison de ses capacités d'adaptation à tous les étages bioclimatiques.

La production nationale d'olives en 2008/09 et 2009/10 s'élève respectivement à 1 500 000 et 1 200 000 t/an. Elle est destinée à hauteur de 65 % à la trituration. Le reste (35 %) est réparti entre la conserverie et l'autoconsommation.

Le secteur de l'huile d'olive est constitué par des unités modernes, semi-modernes et des moulins traditionnels 'Maâsra'. La moitié de ces unités est concentrée dans les régions de Fès, Meknès et Marrakech. La production moyenne d'huile (période 2004-2008) a été de l'ordre de 65 000 t par an contre 160 000 t en 2009 et 2010.

L'huile d'olive, orientée principalement vers le marché national, représente près de 75 % de la production et contribue à combler le déficit du pays en matière d'huiles alimentaires à hauteur de 17 %. Les exportations d'huile d'olive restent faibles à cause de la quantité et de la qualité requises. Par ailleurs, l'instabilité des productions au niveau de notre pays ne peut pas conduire à des contrats fermes avec les clients étrangers demandeurs de quantités et de qualités stables et régulières dans le temps.

Avec la mise en œuvre du Plan Maroc Vert, le secteur oléicole connaît un développement rapide tant au niveau amont (production) qu'au niveau aval (valorisation).

Dans ce cadre, le Plan Agricole Régional de Meknès-Tafilalet tenant compte des conditions pédoclimatiques et de la disponibilité des unités de trituration dans la région du Sais, cette filière a connu un développement importante du point de vue extension des superficies et valorisation de l'huile d'olive. Malgré ces conditions et la diversification variétale, les rendements en olives et en huiles diffèrent d'une zone à l'autre selon les microclimats, les types de sol (Çavusoglu *et al.*, 1994) et l'altitude (Mouawad, 2005).

Les variétés choisies dans notre recherche sont la Picholine marocaine, l'Haouzia, la Ménara et l'Arbéquine. Ces variétés représentent un pourcentage important au niveau des oliveraies de Sais et sont très demandées par les oléiculteurs.

La qualité joue un rôle essentiel dans la commercialisation de l'huile d'olive vierge. Cette qualité est influencée par plusieurs facteurs, en particulier la variété (Fontanazza, 1988 ; Nurhayat, 1989), les bonnes pratiques agricoles, la date de

récolte (Rahmani *et al.*, 1997), le lieu de culture (Ranalli *et al.*, 1999), la qualité des olives triturées, la procédure d'extraction (Di Giovacchino, 1996 ; Rahmani, 1996 ; Chimi, 2006) et le stockage des huiles (Montedoro, 1989 ; Cimato, 1990 ; Rahmani, 1993, Inclese, 1994 ; Koutsfaiks, 2000 ; Chimi, 2006).

Dans ce contexte, nous avons procédé dans le présent travail à l'évaluation des caractéristiques physico-chimiques et de la typicité des huiles de quatre variétés à huile cultivées dans deux zones de la région du Sais (provinces de Meknès et El Hajeb), à savoir Ain Taoujdate et Ait Ouallal. Cette zone oléicole compte plus de 30 000 ha d'oliviers dont 40 % en irrigué. Le secteur se caractérise par son capital productif et l'extension rapide de ses infrastructures agroindustrielles. Le Plan agricole régional (PAR) vise justement l'extension de la superficie oléicole.

Les paramètres de qualité étudiés sont : l'indice d'acidité, l'indice de peroxydes, les extinctions spécifiques, les acides gras et les stérols. Ces paramètres varient d'une campagne à l'autre en fonction des zones géographiques pour chaque variété étudiée.

## 2. MATÉRIELS ET MÉTHODES

L'étude a été menée durant les campagnes agricoles 2010/11 et 2011/12 dans la région de Sais (Maroc). Cette région est connue pour son patrimoine oléicole diversifié et important.

Le matériel végétal que nous avons utilisé dans notre étude est constitué de trois variétés marocaines : Picholine marocaine (variété 1), Haouzia (variété 3) et Ménara (variété 4) et une variété étrangère : Arbéquine (variété 2). Ces variétés, avec la mise en œuvre du Plan Maroc Vert, ont connu un développement rapide tant au niveau production qu'au niveau valorisation.

### 2.1. Échantillons d'olives et d'huile d'olive

#### *Échantillons d'olives*

Pour l'indice de maturité et les caractéristiques carpométriques, la collecte des échantillons a été réalisée chaque semaine pendant la période allant du 10 novembre au 12 janvier (campagnes 2010/11 et 2011/12). Les zones choisies sont les oliveraies d'Ain Taoujdate dans la province d'El Hajeb (zone 1) et celles d'Ait Ouallal dans la province de Meknès (zone 2).

Les prélèvements des olives ont été effectués à hauteur d'homme sur toute la frondaison de l'arbre. Chaque échantillon était composé d'environ 1 kg d'olives.

### **Échantillons d'huile d'olive**

Dans le but de déterminer les caractéristiques physico-chimiques des huiles produites au niveau des oliveraies de mêmes zones d'étude, des collectes d'échantillons d'huile ont été réalisées à la même période que les prélèvements des olives à partir des unités de trituration à deux phases installées dans lesdites zones.

## **2.2. Analyses sur les olives**

### **Indice de maturité des olives (IM)**

Cette méthode a été développée par l'Institut National de Recherche Agronomique (INRA) - Station de Jaén (Espagne). Elle est basée sur l'appréciation de la coloration de 100 olives prélevées au hasard sur un échantillon de 1 kg. Ces olives sont réparties en 8 classes allant des olives à épiderme vert intense jusqu'aux olives à épiderme noir et à pulpe entièrement violette.

Cet indice est calculé comme suit :

$$IM =$$

$$(0xA+1xB+2xC+3xD+4xE+5xF+6xG+7xH)/100$$

Avec **A, B, C, D, E, F, G** et **H** correspondant au nombre d'olives appartenant aux classes **0, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7** et **8**.

Les caractéristiques de chaque classe sont :

**A** : épiderme vert intense

**B** : épiderme vert jaunissant

**C** : épiderme vert avec des taches rougeâtres sur moins de la moitié du fruit (début de véraison)

**D** : épiderme rougeâtre ou violet sur plus de la moitié du fruit (fin de la véraison)

**E** : épiderme noir et pulpe blanche

**F** : épiderme noir et pulpe violette sur moins de la moitié du fruit

**G** : épiderme noir et pulpe violette sans atteindre le noyau

**H** : épiderme noir et pulpe entièrement violette.

### **Caractéristiques carpométriques des olives**

Sur un échantillon de 100 fruits, nous avons déterminé les poids du fruit, du noyau et de la pulpe à l'aide d'une balance à précision (Atouati, 1991; Chimi *et al.*, 1993).

### **Teneur en huile des olives**

Durant les deux campagnes d'étude et au cours de la période précitée (10 novembre - 12 janvier), des échantillons d'huile d'olive ont été collectés chaque semaine à partir des unités d'extraction (système à deux phases) localisées dans les deux zones.

## **2.3 Analyses sur l'huile d'olive**

### **Acidité libre**

L'acidité est exprimée en pourcentage d'acide oléique de l'huile d'olive. Elle constitue un moyen simple et efficace pour l'évaluation qualitative et la classification par catégorie commerciale des huiles

d'olive. Ce paramètre est déterminé selon la référence ISO 660:2009. Le principe de la méthode consiste en la mise en solution d'une quantité connue de matière grasse dans l'éthanol chaud, suivie du titrage des acides gras libres présents par une solution aqueuse d'hydroxyde de potassium KOH, nécessaire pour neutraliser les acides gras libres présents dans 1 g de corps gras.

### **Indice de peroxydes**

L'indice de peroxydes est exprimé en milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme d'huile. Cet indice sert à évaluer l'état de conservation d'une matière grasse au cours du stockage et ne doit pas dépasser 20 meq O<sub>2</sub>/kg pour toutes les catégories d'huile d'olive.

La quantité de peroxydes présents dans un échantillon est le nombre de milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme de produit. Elle a été calculée en oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode dans les conditions de la méthode ISO 3960:2007.

Le principe de cette méthode repose sur le traitement d'une prise d'essai en solution dans un mélange d'acide acétique et d'isooctane puis l'ajout d'une solution d'iodure de potassium. L'iode libéré par les peroxydes est déterminé visuellement à l'aide d'un indicateur à l'amidon et d'une solution étalon de thiosulfate de sodium.

### **Absorbance dans l'ultraviolet**

La stabilité oxydative est un paramètre important pour l'évaluation de la qualité de l'huile d'olive. Elle se définit comme étant le temps nécessaire pour que l'huile d'olive commence à présenter des symptômes de rancissement suite à l'oxydation accélérée des acides gras insaturés.

La détermination de l'absorbance est basée sur la méthode ISO 3656:2011. Le principe de cette méthode est le mesurage spectrométrique, dans un domaine spécifié de longueur d'onde dans l'ultraviolet, de l'absorbance d'un échantillon en solution. Le calcul de l'absorbance se fait à une concentration de 1 g pour 100 ml dans une cuve de 10 mm d'épaisseur.

### **Acides gras (AG)**

Les acides gras présents dans l'huile sont analysés à l'aide de la chromatographie en phase gazeuse, en se basant sur le temps de rétention de chaque acide gras dans les échantillons de référence selon la méthode du COI (COI/T.20/Doc. n° 24).

### **Stérols**

La méthode permet de déterminer, par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire, la composition de la fraction stérique des corps gras d'origine animale et végétale.

Le principe est la saponification d'une prise d'essai, l'extraction de l'insaponifiable et l'isolement des stérols par chromatographie en couche mince et l'analyse des stérols isolés ou de dérivés préparés à

partir de ceux-ci par chromatographie en phase gazeuse (COI/T.20/Doc. n° 30).

## 2.4 Analyse statistique

L'analyse statistique des données mesurées a été effectuée à travers les statistiques descriptives, en utilisant le logiciel Statistica version 10.0. L'objectif est de résumer toutes les informations et les résultats sous forme de courbes standardisées afin de permettre la facilité des interprétations et la visualisation des grands écarts entre les différentes variables qualitatives et quantitatives étudiées.

## 3. RÉSULTATS ET DISCUSSION

### 3.1. Indice de maturité

La maturité des olives augmente en fonction de l'avancement des dates de prélèvement et elle varie d'une zone à l'autre en fonction des conditions pédo-climatiques (Chimi *et al.*, 2007). Les figures 1 et 2 montrent l'évolution de l'indice de maturité des quatre variétés dans deux zones différentes durant les campagnes 2010/11 et 2011/12.

D'après les résultats, toutes les variétés étudiées sont précoces dans la zone 1 par rapport à la zone 2.

Au cours de la campagne 2010/11, dans la zone 1, l'indice de maturité passe respectivement de 2,68 à 5,35 et de 2,25 à 5,25 dans la zone 2. Au cours de la campagne 2011/12, cet indice varie entre 2,78 et 5,38 dans la zone 1 et entre 1,95 et 5,30 dans la zone 2.

Du point de vue variétal, l'Arbéquine est la plus précoce dans les deux zones et au cours des deux campagnes.

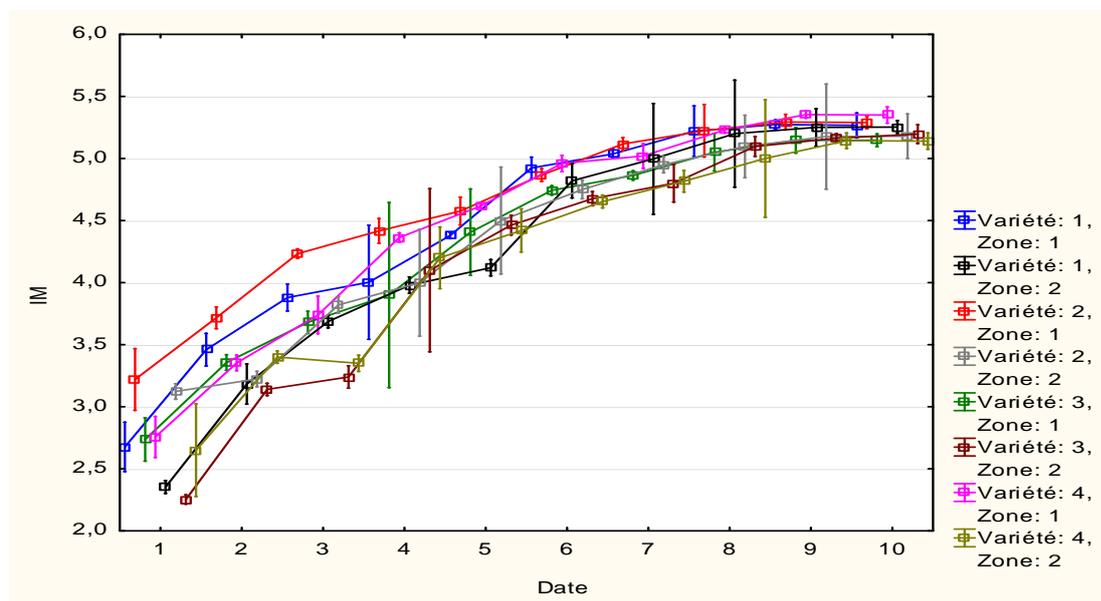
Au niveau des deux zones et au cours des deux campagnes, l'échelonnement de la maturité des variétés étudiées se présente comme suit :

#### Campagne 2010/11

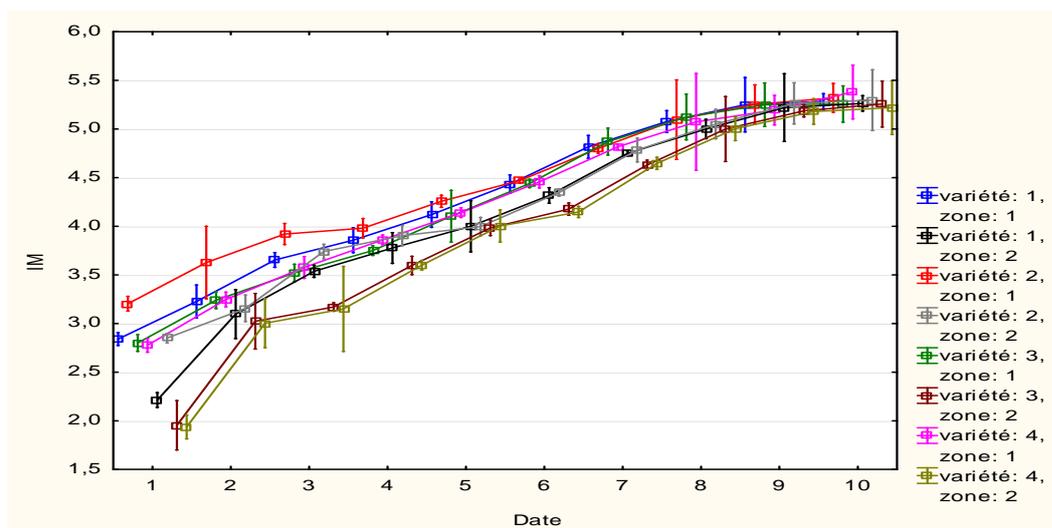
- Échelonnement de la maturité des variétés dans la zone 1 : Arbéquine, Ménara, Haouzia et Picholine marocaine
- Échelonnement de la maturité des variétés dans la zone 2 : Arbéquine, Ménara, Picholine marocaine et Haouzia.

#### Campagne 2011/12

- Échelonnement de la maturité des variétés dans les zones 1 et 2: Arbéquine, Picholine marocaine, Haouzia et Ménara.



**Figure 1.** Évolution de l'indice de maturité des olives de quatre variétés d'olivier cultivées dans deux zones de la région de Sais-Maroc (zone 1 : Ain Taoujdite et zone 2 : Ait Ouallal) (Campagne 2010/11).



**Figure 2 :** Évolution de l'indice de maturité des olives de quatre variétés d'olivier cultivées dans deux zones de la région de Sais (Maroc) (zone 1 : Ain Taoujdade et zone 2 : Ait Ouallal) (Campagne 2011/12).

### 3.2. Caractéristiques carpométriques

Les données consignées dans la figure 3 (a, b, c, d, e, f) montrent l'évolution des caractères carpométriques issus de quatre variétés (Picholine marocaine, Arbéquine, Haouzian et Ménara).

Les résultats montrent que le poids frais des olives augmente avec la maturité des olives jusqu'à atteindre un poids maximum à maturité complète. Cette tendance a été rapportée également par Atouati (1991). Les poids frais des fruits, des pulpes et des noyaux dans la zone 2 sont légèrement supérieurs à ceux enregistrés dans la zone 1.

Du point de vue variétal, dans les deux zones et au cours des deux campagnes 2010/11 et 2011/12, les olives de la variété Picholine marocaine présentaient respectivement à l'état frais le poids le plus élevé (4,23 g et 4,36 g, 4,26 g et 4,43 g), suivie des olives de la variété Haouzia (2,83 g et 3,42 g, 2,59 g et 2,653 g), puis de la Ménara (2,56 g et 2,57 g et 2,59 g et 2,65 g) et de l'Arbéquine (1,85 g et 1,85 g, 1,85 g et 1,94 g). Les mêmes résultats ont été trouvés par Sweeney (2005) dans le cas de l'Arbéquine.

Les résultats se confirment pour le poids des pulpes : le fruit de la Picholine marocaine semble être le plus riche en pulpe, alors que le fruit de l'Arbéquine est le moins charnu. Les autres variétés présentent un pourcentage de pulpe intermédiaire, le poids de leur pulpe se rapprochant de celui de la variété Picholine marocaine.

Selon l'étude menée par Lachir et Sidi Baba (1994), on assiste, après un stade de maturité avancé

( $IM > 5$ ), à une tendance à la diminution du poids de 100 fruits et du poids de 100 pulpes. Cette diminution est due à une perte importante d'eau des fruits. Cette tendance n'a pas été observée dans notre cas au cours des deux campagnes d'étude. Cette différence peut être expliquée par le fait que les vergers objet de l'étude sont cultivés en irrigué (goutte à goutte) et aussi par les conditions climatiques qui ont été favorables et qui auraient diminué l'intensité de la transpiration.

Selon les catégories définies par Del Río et Caballero (1994) (Très bas :  $< 0,2$  ; Bas :  $0,2 - 0,4$  ; Moyen :  $0,4 - 0,6$  ; Élevé :  $0,6 - 0,8$  ; Très élevé :  $> 0,8$ ), le poids frais du noyau est bas pour l'Arbéquine, l'Haouzia et la Ménara et moyen pour Picholine marocaine. Au cours des deux années d'étude au niveau des deux zones, les quatre variétés ont montré un rapport pulpe/noyau moyen compris entre 4,08 et 7,93. À cet effet, sur la base de ce critère, Del Río et Caballero (1994) ont défini les catégories suivantes : (i) Bas ( $< 5,0$ ), (ii) Moyen ( $5,0 - 7,5$ ), (iii) Élevé ( $7,5 - 10,0$ ) et (iv) Très élevé ( $> 10,0$ ). Le rapport pulpe/noyau est bas pour l'Arbéquine, moyen pour la Picholine marocaine et la Ménara et élevé pour l'Haouzia.

Les fruits de la Picholine marocaine ont un poids élevé, une taille plus ou moins grande et une pulpe qui se sépare facilement du noyau (Conseil oléicole international, 2000). Les variétés Haouzia et Ménara sont des variétés sélectionnées à partir de la Picholine et se caractérisent par des tailles moyennes. Elles sont donc des variétés à double fin (huile et olive de table), alors que la variété Arbéquine est une variété à huile. Si elle est rustique pour sa résistance au froid et sa tolérance

à la salinité, elle est toutefois susceptible à la chlorose ferrique sur les sols calcaires. Elle est également caractérisée par une capacité rhizogène élevée et une entrée en production précoce. Elle fleurit à une époque intermédiaire et est autocompatible. Cette variété est particulièrement appréciée pour sa production élevée et constante (Conseil oléicole international, 2000).

D'une manière générale, l'oléiculture s'intéresse classiquement à plusieurs caractères agronomiques et technologiques. Les cultivars qui sont avantageux sont ceux à gros fruits. Ceux destinés à la conservation doivent avoir une proportion de pulpe élevée par rapport au noyau (Hannachi *et al.*, 2006).

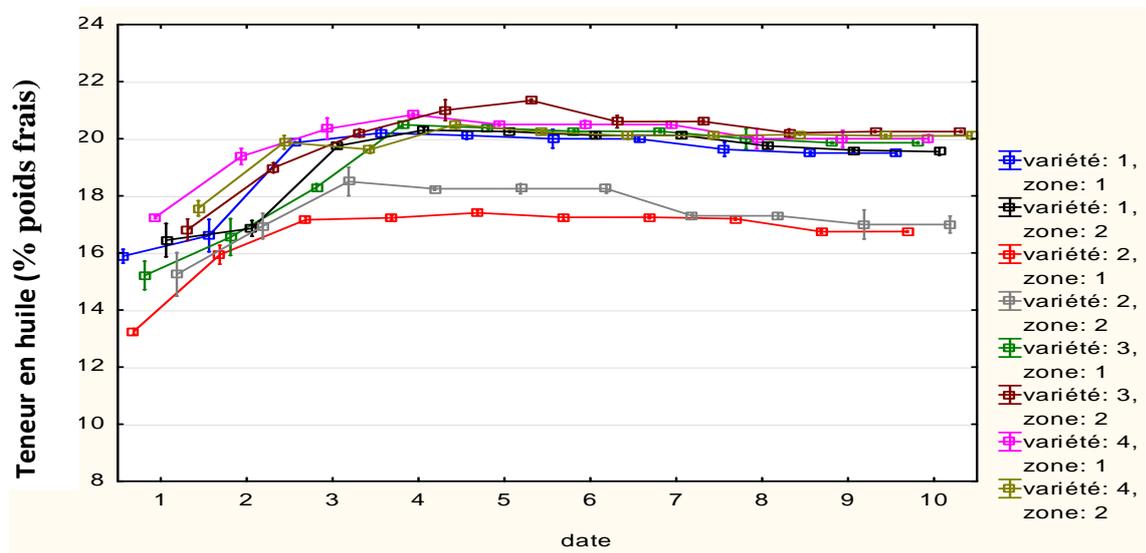
### 3.3. Composition des olives

#### Teneur en huile

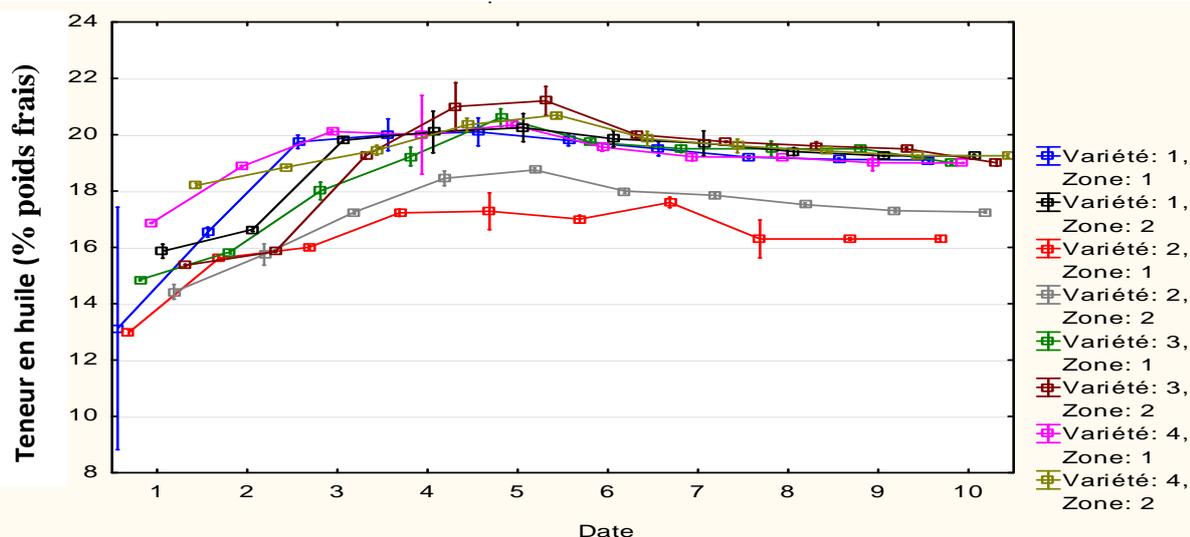
La teneur en huile des olives varie en fonction de la variété, de la date de récolte et du lieu de culture. Ce paramètre ne constitue pas un critère de détermination de la qualité de l'huile mais permet de déterminer la date optimale de récolte.

Du point de vue variétal, dans les deux zones, la teneur maximale en huile ne présente pas une grande différence entre les variétés marocaines - elle oscille entre 20,10 % et 21,20 % - alors que chez la variété Arbéquine cette teneur varie entre 17,56 % et 18,75 %.

Concernant la date de récolte, les résultats enregistrés montrent que les rendements maximaux ont été enregistrés à partir du 1<sup>er</sup> décembre dans la zone 1 (Ain Taoujdate) et à partir du 7 décembre dans la zone 2 (Ait Ouallal) pour les deux campagnes d'étude (**Figures 4 et 5**), date à laquelle l'indice de maturité de toutes les variétés est proche de 4. Ceci confirme les résultats déjà obtenus par nos prédécesseurs qui ont révélé une différence de teneur en huile selon les dates des prélèvements (Walali *et al.*, 1984) pour cinq clones de la Picholine marocaine. El Antari (2006) a aussi relevé cette différence entre la Ménara et l'Haouzia à des dates de prélèvement situées entre octobre et novembre. La biosynthèse de l'huile est rapide du stade vert des olives jusqu'à leur coloration complète en noir, après quoi vient une phase de stabilisation de cette teneur en huile (Uceda *et al.*, 1975 ; Suárez, 1984 ; Civantos, 1999) voire une légère diminution à des stades avancés de la maturité (Lachir *et al.*, 1994 ; El Cadi *et al.*, 1998 ; Faqih *et al.*, 1999). Cette diminution de la teneur en huile peut être attribuée à l'accumulation de la matière sèche dans les olives à maturité avancée, mais aussi aux lipases endogènes (actives au stade noir) qui hydrolysent les triglycérides et les acides gras (Harrar, 2007).



**Figure 4.** Évolution de la teneur en huile des olives de quatre variétés d'olivier cultivées dans deux zones de la région de Sais, Maroc - Campagne 2010/11.



**Figure 5:** Évolution de la teneur en huile des olives de quatre variétés d'olivier cultivées dans deux zones de la région de Sais, Maroc - Campagne 2011/12.

Ces changements d'évolution permettent de détecter la période où le rendement en huile est maximum. On peut par la suite déterminer la date optimale de récolte.

Pour ce qui est du lieu de culture, les résultats obtenus montrent que les variétés étudiées dans la zone 2 ont des teneurs en huile supérieures à celles trouvées dans la zone 1 pour les deux campagnes étudiées (**Figures 4 et 5**). Ceci a été expliqué par Civantos (1999) par l'intensité de la lipogenèse qui est un caractère génétique même s'il dépend aussi des conditions pédoclimatiques et de la conduite.

### 3.4. Acidité libre

Les figures 6 et 7 représentent l'acidité (exprimée en % d'acide oléique) des échantillons d'huiles d'olive issues des quatre variétés étudiées au stade de maturité. Sur la base de cette analyse, toutes les huiles analysées et quelles que soient les zones, se classent dans la catégorie « Huile d'olive vierge » puisque la teneur en acides gras libres des échantillons analysés reste inférieure à 0,8 %.

Au cours de la campagne 2010/11, selon les échantillons analysés, une légère différence entre les huiles issues des variétés de la zone 2 et celles de la zone 1 est observée. Cette différence montre que l'acidité des huiles de la zone 1 est supérieure à celle des huiles de la zone 2. La même tendance a été enregistrée pendant la campagne 2011/12, à part la variété Arbéquine. Cette dernière a enregistré un pourcentage d'acidité assez élevé dans la zone d'Ait Ouallal par rapport à celle enregistrée dans la Zone d'Ain Taoujdate. Elle peut

être attribuée aux pratiques technologiques lors du processus de trituration et également au temps de séjour des olives avant la trituration.

Les résultats montrent aussi que les acidités des huiles de l'Arbéquine sont élevées durant les deux campagnes et dans les deux zones. Ces acidités sont majoritairement élevées dans les huiles de la zone 1 (Ain Taoujdate) par rapport aux autres huiles de la zone 2 (Ait Ouallal).

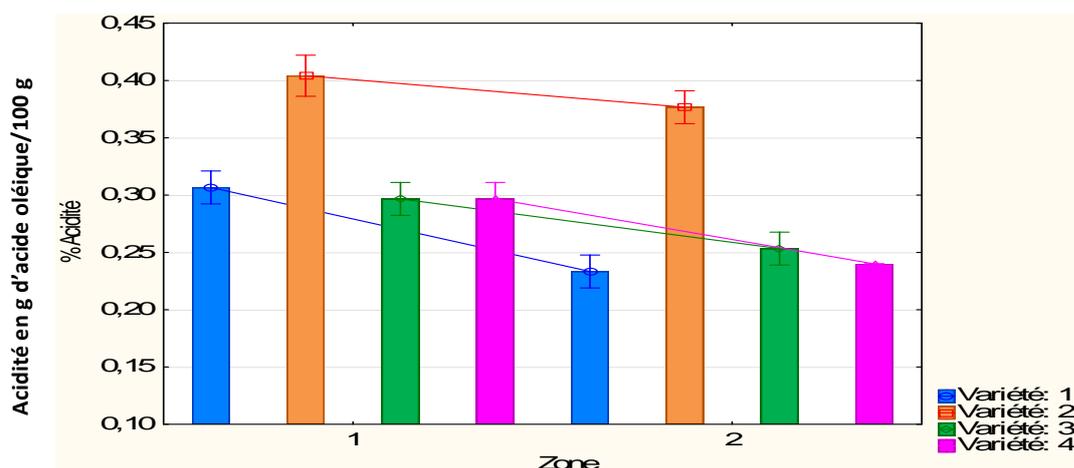
Le rôle de la variété reste assez important, du moins parce qu'elle affecte, dans l'huile, les niveaux des polyphénols et des tocophénols (Alessandri, 1997). Ces composés déterminent la stabilité de l'huile, sa résistance à l'oxydation et, en conséquence, son pouvoir de conservation (Çavusoglu *et al.*, 1994).

L'influence du sol sur la qualité de l'huile d'olive est un phénomène assez complexe. Plusieurs facteurs tels que la nature du sol, le pH et la composition chimique se mettent en jeu et peuvent influencer la qualité d'une huile (El Murr, 2005).

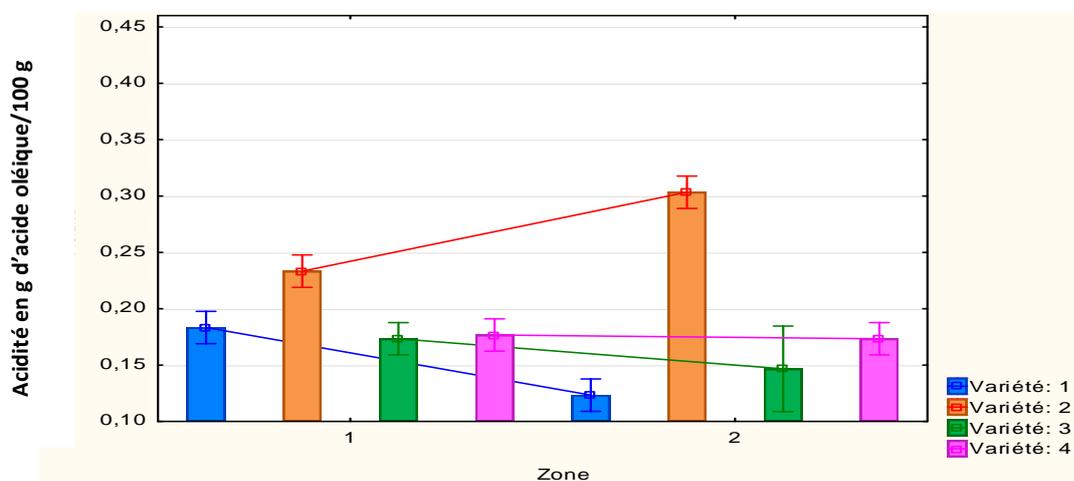
En général, les terres grasses produisent comparativement des huiles moins aromatiques que les terres maigres avec des arbres moins productifs (Çavusoglu *et al.*, 1994). De plus, les huiles provenant des sols calcaires ont une acidité plus basse que celles des sols argileux.

### 3.5. Indice de peroxydes (IP)

L'indice de peroxydes est le nombre d'hydroperoxydes formés dans un corps gras au cours de sa conservation. Il renseigne sur l'état de son oxydation.



**Figure 6.** Variation des niveaux d'acidité de l'huile d'olive de quatre variétés produites dans deux zones différentes (Campagne 2010/11).

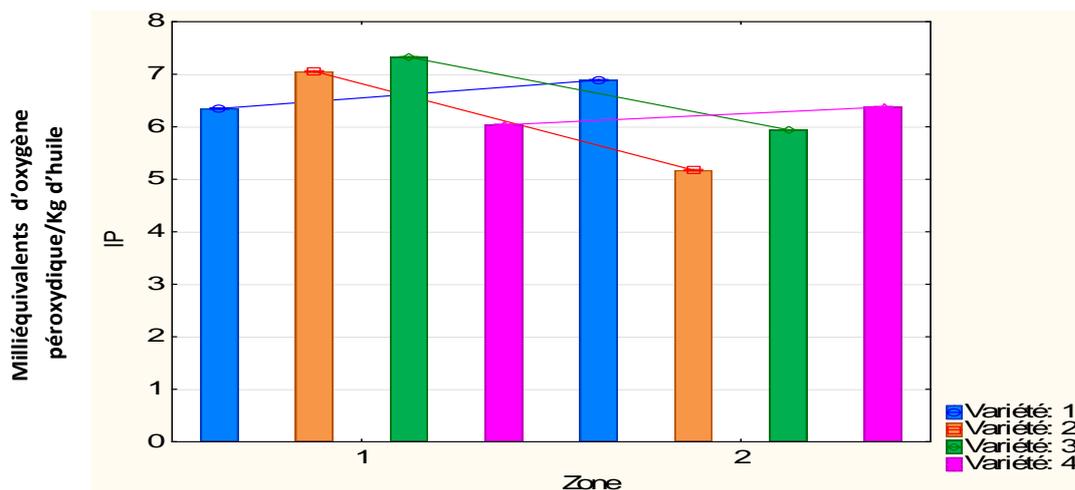


**Figure 7.** Variation des niveaux d'acidité de l'huile d'olive de quatre variétés produites dans deux zones différentes (Campagne 2011/12).

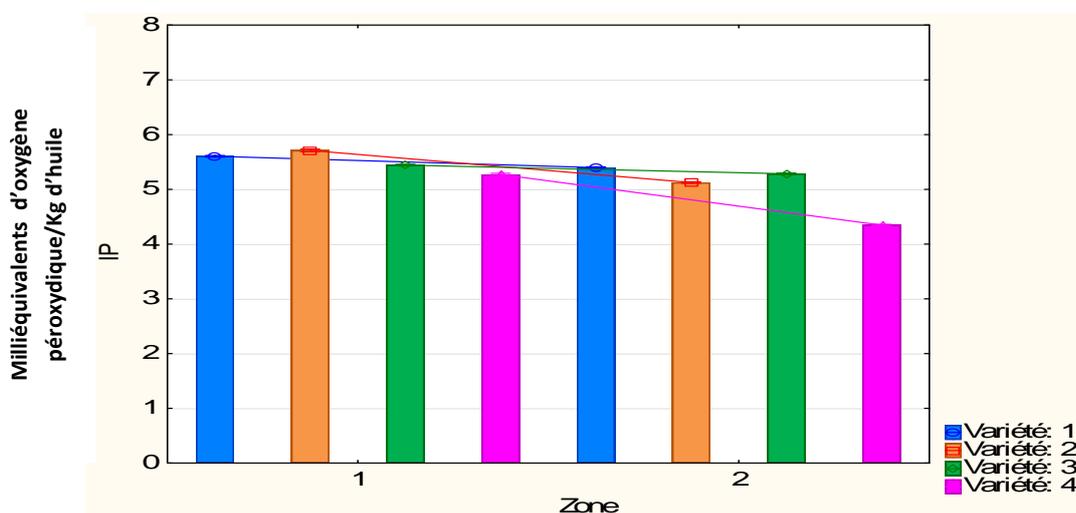
Les résultats des analyses présentés dans les **Figures 8 et 9** montrent que les teneurs en peroxydes oscillent entre 4,29 et 6,06 meq O<sub>2</sub>/kg d'huile pour les quatre variétés dans les deux zones étudiées. En comparant ces valeurs à celles de la norme commerciale du COI, on constate également que tous les échantillons analysés sont conformes à la norme, ce qui permet ainsi de classer ces huiles dans la catégorie vierge extra (IP≤20). Ces valeurs montrent que l'huile a été extraite rapidement après la récolte des olives.

Du point de vue géographique, les résultats obtenus pour la campagne 2010/11 montrent que les huiles des variétés Arbéquine et Haouzia de la zone 1 ont des indices de peroxydes supérieurs à celles des mêmes variétés de la zone 2, alors que le contraire est observé chez les

variétés Picholine marocaine et Ménara. Pour la campagne 2011/12, les huiles des quatre variétés étudiées dans la zone 1 présentent des indices de peroxydes légèrement supérieurs à ceux des mêmes variétés étudiées dans la zone 2. En général, les résultats montrent que les IP des huiles des 4 variétés sont majoritairement élevés durant la campagne 2010/11 par rapport à ceux de la campagne 2011/12. Ceci est dû à l'existence des composés peroxydés car l'oxydation de l'huile d'olive commence après que les olives sont cueillies de l'arbre et continue pendant le stockage des fruits et leur traitement (Bouhadjra, 2011). Tanouti *et al.* (2011) ont expliqué ce phénomène par l'efficacité de l'encadrement technique des oléiculteurs et les bonnes pratiques oléicoles.



**Figure 8.** Mesure de l'indice de peroxydes dans l'huile d'olive de quatre variétés produite dans deux zones différentes (Campagne 2010/11).



**Figure 9.** Mesure de l'indice de peroxydes dans l'huile d'olive de quatre variétés produite dans deux zones différentes (Campagne 2011/12).

### 3.6. Absorbance dans l'ultraviolet

Des valeurs d'IP  $\leq 20$  meq O<sub>2</sub>/kg d'huile ne signifient pas toujours l'absence du phénomène d'oxydation. Le recours à la détermination des coefficients ( $K_{232}$ ,  $K_{270}$ ) d'absorbance dans l'ultraviolet renseigne sur la présence ou l'absence de produits d'oxydation secondaire dans l'huile. Les hydroperoxydes des premiers stades de l'oxydation absorbent à 232 nm, alors que les produits d'oxydation secondaires tels que les cétones insaturées-dicétones absorbent au voisinage de 270 nm (Ollé, 2002 ; Jeantet *et al.*, 2006).

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

Plus l'extraction se fait à température basse ( $< 28^\circ$ ) et moins il y a de contact avec l'air pendant l'extraction, et plus les valeurs de  $K_{232}$ ,  $K_{270}$  sont faibles.

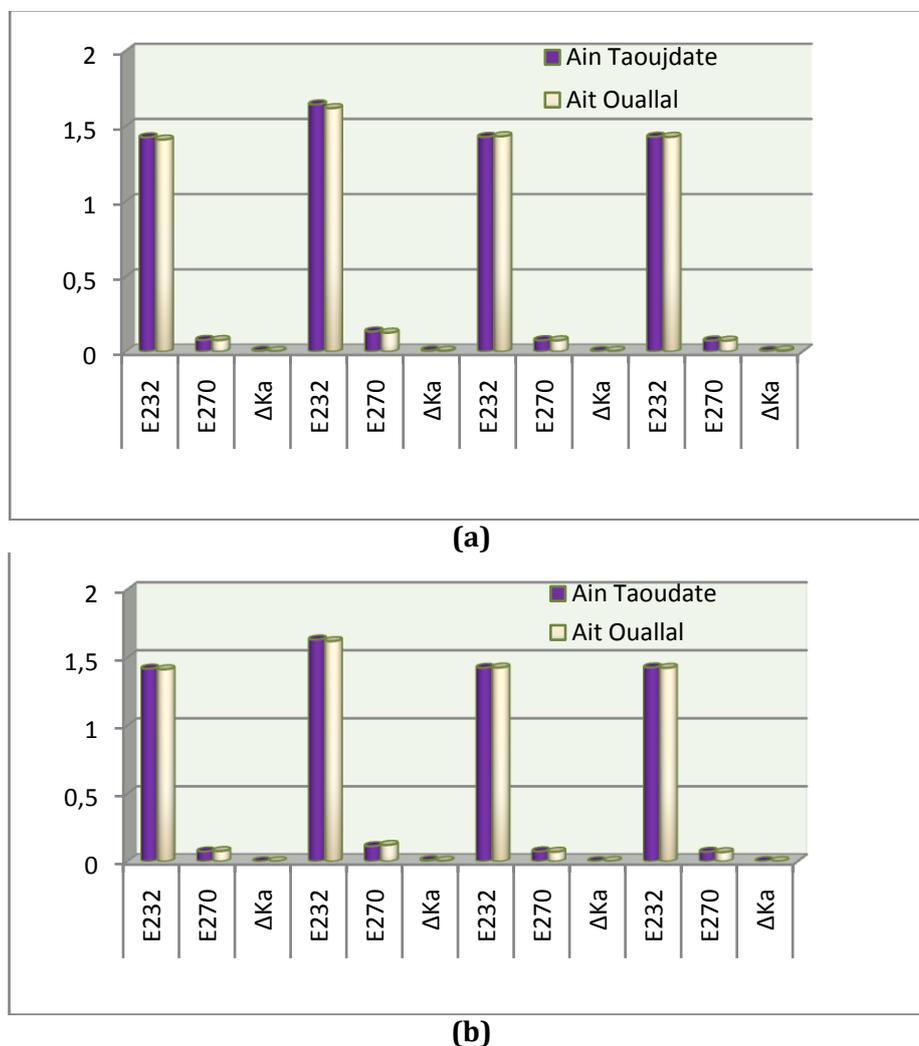
Les résultats d'absorbance dans l'UV (Figure 10) montrent que les échantillons d'huile d'olive des campagnes 2010/11 et 2011/12 ont des absorbances dans l'UV qui respectent les valeurs préconisées par la norme du COI (COI/T.15/NC n° 3/Rév. 5/2010) :  $K_{232} \leq 2,5$  ;  $K_{270} \leq 0,25$ ,  $D K \leq 0,01$ . Les valeurs d'absorbance  $K_{232}$  et  $K_{270}$  respectent la limite permise par la norme du COI pour la classification en tant qu'huile d'olive vierge extra.

La comparaison entre les valeurs moyennes des absorbances dans l'UV des deux campagnes oléicoles (Figure 10) et des deux zones ne montre aucune différence entre les deux zones. Ranalli *et al.*, (1996) et Kiritsakis (1998) signalent que

l'origine géographique n'a aucune influence significative sur ces paramètres analytiques qui sont fondamentalement affectés par des facteurs endommageant les fruits tels que l'attaque par les

mouches, le matériel de récolte, le transport et le stockage des olives.

Du point de vue variétal, les valeurs d'absorbance  $K_{232}$  et  $K_{270}$  de la variété Arbéquine sont supérieures aux valeurs des autres variétés.



**Figure 10 (a, b).** Valeurs moyennes d'absorbance dans l'UV  $K_{232}$ ,  $K_{270}$  et  $\Delta K$  des huiles d'olive de quatre variétés au cours de deux campagnes (a : Campagne 2011/12, b : Campagne 2010/11).

### 3.7. Composition en acides gras

La structure triglycéride de l'huile d'olive varie selon le pourcentage des différents types d'acides gras dans chaque cultivar. L'acide gras principal est l'acide oléique, lequel constitue le plus fort pourcentage d'acide gras dans l'huile d'olive. Il est suivi en degré d'importance par l'acide linoléique puis par l'acide palmitique. Ces acides gras constituent un paramètre important dans la détermination de la qualité et de l'authenticité de l'huile d'olive.

L'examen des **Tableaux 1 et 2** montre que la composition en acides gras des huiles d'olive

testées est variable et nettement influencée par le facteur variétal.

Divers facteurs tels que le degré de maturité des olives, le climat ou la variété ont une incidence sur le profil de composition en acides gras de l'huile d'olive (Bruni *et al.*, 1994 ; García *et al.*, 1996 ; Ollé, 2002 ; Judde, 2004) Certains auteurs ont utilisé ce profil comme paramètre de classification des huiles d'olive selon leur origine (Ranalli *et al.*, 1997). D'autres notent plutôt des variations minimales du taux d'acide gras principal (C18:1) chez la même variété d'olivier, même si elle est cultivée dans des lieux différents (USAID/Maroc, 2006).

Les résultats des analyses des huiles dans les deux zones d'étude et au cours des deux campagnes 2010/11 et 2011/12 montrent que le taux d'acide oléique - acide gras majeur de l'huile d'olive - est plus faible pour l'Arbéquine (64,37 %, 63,58 % et 65,48 %, 62,42 %), alors qu'il est légèrement élevé pour la Picholine marocaine (76,80 %, 76,71 % et 76,80 %, 76,62 %). Pour les variétés Haouzia et Ménara, ce taux reste intermédiaire.

Au cours des deux campagnes et dans les deux zones d'étude, les pourcentages les plus élevés d'acide linoléique et d'acide palmitique sont observés chez l'Arbéquine.

La proportion d'acides gras saturés (AGS) est variable selon les campagnes : elle oscille entre

12,27 % (Haouzia) et 19,21 % (Arbéquine) durant la campagne 2010/11 et entre 12,27 % (Menara) et 18,85 % (Arbéquine) en 2011/12. De la même manière, le pourcentage d'acides gras insaturés (AGI) varie légèrement en fonction des variétés : entre 80,4 % et 82,8 % pour la variété Arbéquine en 2010/11 et entre 80,68 % et 81,34 % en 2011/12, avec une légère supériorité dans la zone 2. Le taux le plus important d'acides gras insaturés (AGI) est enregistré chez les variétés Picholine marocaine, Haouzia et Menara. Ce taux varie entre 85,53 % et 88,76 % dans les deux zones et au cours des deux campagnes d'étude.

**Tableau 1.** Composition en acides gras des huiles de quatre variétés d'olivier (% d'acides gras totaux, AGT) Norme du COI (1998) - (Campagne 2010/11)

Variétés étudiées	Nom																					
	C16-0		C16-1		C17-0		C17-1		C18-0		C18-1		C18-2		C18-3		C20-0		C20-1		C22-0	
	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2
'P.M.'	10.7	11.56	0.69	1.27	0.1	0.02	0.1	0.1	2.2	2.2	76.8	76.71	9.4	9.4	0.88	0.88	0.3	0.3	0.4	0.4	0	0
'Arbeq.'	16.2	17.21	1.69	2.1	0.09	0.1	0.2	0.2	1.6	1.7	64.37	63.58	13.1 2	15.9	0.72	0.72	0.2	0.2	0.3	0.3	0	0
'Haou.'	9.82	10.69	0.87	0.66	0.06	0.03	0.04	0.08	2.1	2.31	75.5	75.25	10.6	9.41	0.82	0.8	0.29	0.21	0.35	0.35	0	0
'Mena.'	9.85	11.26	0.86	0.75	0.05	0.04	0.04	0.09	2.1	2.32	74.66	75.2	10.6 2	9.42	0.81	0.79	0.29	0.21	0.34	0.36	0	0
	7.5 - 20		0.3 - 3.5		≤ 0.3		< 0.3		0.5 - 5		55 - 83		3.5 - 21		< 1		≤ 0.6		≤ 0.3		≤ 0.2	
	<b>Norme en acides gras totaux</b>																					

**Tableau 2.** Composition en acides gras des huiles de quatre variétés d'olivier (% d'acides gras totaux, AGT) Norme du COI (1998)- (Campagne 2011/12)

Var.	Nom																					
	C16-0		C16-1		C17-0		C17-1		C18-0		C18-1		C18-2		C18-3		C20-0		C20-1		C22-0	
	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2
'P.M.'	10.88	9.37	0.71	0.7	0.1	0.02	0.1	0.1	2.18	2.24	76.8	76.62	9.38	9.4	0.91	0.88	0.32	0.3	0.29	0.4	0	0
'Arb.'	16.22	16.79	1.54	2.1	0.1	0.1	0.22	0.2	1.63	1.76	65.48	62.42	12.38	15.6	0.75	0.72	0.2	0.2	0.31	0.3	0	0
'Haou.'	10.25	10.15	0.89	0.66	0.06	0.03	0.05	0.09	2.12	2.31	75.77	75.2	10.75	9.41	0.86	0.8	0.32	0.21	0.36	0.36	0	0
'Mena.'	9.85	9.7	0.86	0.65	0.05	0.04	0.04	0.1	2.16	2.32	74.83	74.2	10.62	9.42	0.81	0.79	0.29	0.21	0.34	0.37	0	0
	7.5 - 20		0.3 - 3.5		≤ 0.3		< 0.3		0.5 - 5		55 - 83		3.5 - 21		< 1		≤ 0.6		≤ 0.3		≤ 0.2	
	<b>Norme en acides gras totaux</b>																					

### 3.8 Composition en stérols

Les résultats d'analyse montrent que les composantes en stérols des quatre variétés étudiées durant les deux campagnes d'étude sont conformes à celles visées dans la norme du COI (2011).

D'après les tableaux 3 et 4, on note pour toutes les variétés étudiées la dominance du β-Sitostérol, dont les teneurs varient de 78,82 % à 85,56 % au cours de la campagne 2010/11 et de 79,12 % à 87,6 % au cours de la campagne 2011/12.

Le pourcentage inférieur est remarqué chez le cultivar Arbéquine. En effet, l'huile d'olive est la seule huile qui contienne une quantité particulièrement élevée de β-Sitostérol, substance qui s'oppose à l'absorption intestinale du cholestérol (ONH, 2009).

En ce qui concerne le cholestérol, on constate que l'huile issue de la variété Arbéquine a enregistré une valeur plus faible (0,02 à 0,03) par rapport aux autres variétés étudiées. La supériorité en cette composante se trouve chez le cultivar Haouzia. Les

valeurs des cultivars Picholine marocaine et Menara sont intermédiaires.

Pour le campestérol, la valeur la plus élevée a été enregistrée par l'huile de l'Arbéquine et ce dans les deux zones et au cours des deux campagnes. Le taux de campestérol est toujours supérieur à celui du stigmastérol. L'ensemble des valeurs des stérols et composition stérolique se situe dans les domaines de variation indiqués par le COI (2011) et la CE (2002).

Le stigmastérol est présent dans toutes les huiles des variétés étudiées, avec des teneurs qui restent dans les limites visées par la dernière version de la norme du COI (COI/T.15/NC n° 3). Durant les deux campagnes, cette composante est supérieure chez la variété Arbéquine.

Pour le  $\Delta$ -5-avénastérol, le  $\Delta$ -7-stigmastérol et le  $\Delta$ -7-avénastérol, malgré des variations interrégionales, leurs valeurs rentrent dans les limites prévues par le COI (2009).

**Tableau 3.** Composition en stérols des huiles de quatre variétés d'olivier (Campagne 2010/11)

Variétés étudiées	Nom													
	Cholestérol		Campestérol		Stigmastérol		$\beta$ -Sitostérol		$\Delta$ -5-Avénastérol		$\Delta$ -7-Stigmastérol		$\Delta$ -7-Avénastérol	
	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2
P.M	0,1	0,09	2,8	2,7	0,6	0,6	85,01	84,86	6,97	6,95	0,3	0,29	0,3	0,27
Arbq.	0,02	0,02	3,7	3,6	1	0,97	79,12	78,82	6,56	6,54	0,36	0,37	0,4	0,36
Haouzia	0,2	0,08	2,6	2,45	0,76	0,58	85,5	85,46	5,88	5,87	0,2	0,18	0,36	0,34
Ménara	0,08	0,09	3,13	3,22	0,62	0,6	85,56	85,41	5,74	5,8	0,2	0,17	0,36	0,33
	≤ 0,5		≤ 4		≤ 4		80-90				≤ 0,5			
Normes														

**Tableau 4.** Composition en stérols des huiles de quatre variétés d'olivier (Campagne 2011/12)

Variétés étudiées	Nom													
	Cholestérol		Campestérol		Stigmastérol		$\beta$ -Sitostérol		$\Delta$ -5-Avénastérol		$\Delta$ -7-Stigmastérol		$\Delta$ -7-Avénastérol	
	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2
P.M	0,1	0,08	3	3	0,6	0,6	85,01	86,58	6,97	7,76	0,3	0,3	0,3	0,3
Arbq.	0,02	0,03	3,9	3,72	0,9	0,9	79,12	81,45	6,56	6,32	0,36	0,39	0,4	0,4
Haouzia	0,08	0,09	3,2	3,3	0,62	0,59	85,5	86,85	5,88	5,98	0,2	0,3	0,36	0,3
Ménara	0,08	0,09	3,03	3,4	0,65	0,74	85,5	87,6	5,88	5,62	0,2	0,36	0,36	0,34
	≤ 0,5		≤ 4		≤ 4		80-90				≤ 0,5			
Normes														

#### 4. CONCLUSION

À travers les résultats obtenus dans nos conditions expérimentales, il apparaît que le poids frais des olives augmente avec leur maturité jusqu'à atteindre un poids maximum à maturité complète. Ce poids est plus important chez la variété Picholine marocaine.

Les rendements maximaux en huile des quatre variétés étudiées ont été enregistrés à partir du 1<sup>er</sup> décembre dans la zone 1 (Ain Taoujdate-El Hajeb) et à partir du 7 décembre dans la zone 2 (Ait Ouallal-Meknes), date à laquelle l'indice de maturité de toutes les variétés se situe autour de 4.

La mesure d'acidité durant la campagne 2010/11 a montré une légère diminution pour les huiles issues des variétés de la zone 2 par rapport à celle enregistrée pour les mêmes variétés cultivées dans la zone 1. La même tendance a été enregistrée pendant la campagne 2011/12, à part la variété Arbéquine.

En ce qui concerne les teneurs en peroxydes, les résultats montrent que les indices des huiles des quatre variétés sont majoritairement élevés durant la campagne 2010/11 par rapport à ceux de la campagne 2011/12. Ces indices oscillent entre 4,29 et 6,06 meq O<sub>2</sub>/kg. Ces valeurs sont conformes à la norme du COI (IP≤20).

La comparaison entre les valeurs moyennes des absorbances dans l'UV des huiles des quatre variétés étudiées dans les deux zones et au cours des deux campagnes ne montre aucune différence entre les deux zones.

Au cours des deux campagnes, dans les deux zones d'étude, la composition en acides gras des huiles d'olive testées est variable et est nettement influencée par le facteur variétal. Les pourcentages les plus élevés des acides linoléique et palmitique sont observés chez l'Arbéquine. Chez ce cultivar, le contraire est observé pour l'acide oléique par rapport aux autres variétés étudiées.

L'huile d'olive est la seule huile qui contienne une quantité particulièrement élevée de  $\beta$ -Sitostérol, substance qui s'oppose à l'absorption intestinale de cholestérol (ONH, 2009). Cette substance est remarquée par un pourcentage faible chez le cultivar Arbéquine. Le contraire est observé pour

le campestérol. Ces résultats sont enregistrés dans les deux zones et durant les deux campagnes d'étude.

Pour le  $\Delta$ -5-avénastérol, le  $\Delta$ -7-stigmastérol et le  $\Delta$ -7-avénastérol, malgré les variations interrégionales, leurs valeurs rentrent dans les limites prévues par le COI (2009).

Dans l'ensemble, les paramètres qualitatifs et quantitatifs varient d'une campagne à l'autre en fonction des zones géographiques pour chaque variété étudiée.

Dans l'ensemble, les paramètres qualitatifs et quantitatifs varient d'une campagne à l'autre en fonction des zones géographiques pour chaque variété étudiée.

En général, les caractéristiques physico-chimiques des huiles analysées et quelle que soit leur zone classent ces dernières dans la catégorie «Huile d'olive vierge».

## 5. BIBLIOGRAPHIE

- Aguilera M.P., Beltrán G., Ortega D., Fernández A., Jiménez A., Uceda M., 2005. Characterization of virgin olive oil of Italian olive cultivars: "Frantoio" and "Leccino", grown in Andalusia. *Food Chem.* 89, 387-391
- Association Française Interprofessionnelle de l'Olive. Comité Économique Agricole de l'Olivier, 2003. Les Bonnes Pratiques d'Hygiène pour la fabrication d'Huile d'Olive Vierge. Version indice 7.
- Atouati B.Y., 1991 « Évolution des caractéristiques carpométriques et de la fraction phénolique totale avec le stade de maturité des olives », Mémoire de 3ème cycle Agronomie Option IAA, IAV Hassan II, Rabat.
- Bouhadjra K., 2011. Étude de l'effet des antioxydants naturels et des synthèses sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge, Mémoire de Magistère.
- Bruni U., Cortesi N., Fiorino P. 1994. Influence of agricultural techniques, cultivar and area of origin on characteristics of virgin olive oil and on levels of some of its minor components. *Olivæ*, 53, 28-33.
- Conseil oléicole international, 2000. "Catalogue mondial des variétés d'olivier", p.191-95-223.
- Chimi H., Atouati B.Y., 1994. Détermination du stade optimal des olives de la Picholine marocaine par le suivi de l'évolution des polyphénols totaux, *Olivæ* n° 54, p 56-60.
- Chimi H., 2006. Technologie d'extraction de l'huile d'olive et gestion de sa qualité. Transfert de technologie en agriculture, bulletin mensuel d'information et de liaison du PNTTA., 141, 1-4.
- Chimi H., Ouaouich H., 2007. Guide du producteur de l'huile d'olive (Projet de développement du petit entrepreneuriat agro-industriel dans les zones périurbaines et rurales des régions prioritaires avec un accent sur les femmes au Maroc), UNIDO, pp 1-29.
- Cimato A., 1990. « La qualité de l'huile d'olive vierge et les facteurs agronomiques ». *Olivæ* n° 31, pp 20 - 31.
- Civantos L., 1999. Obtención del aceite de oliva virgen. 2nd Edición. Editorial Agrícola Española, Madrid, Spain.
- Conseil oléicole international. COI/T. 15/NC n° 3/Rév. 6 (2011). Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et huiles de grignons d'olive.
- Çavusoglu A., Oktar A., 1994. Les effets des facteurs agronomiques et des conditions de stockage avant la mouture sur la qualité de l'huile d'olive. *Olivæ*, n° 52, p 18-24,
- Del Río C., Caballero J., 1994. Caracterización agronomica preliminar de las variedades introducidas en el banco de germoplasma de olivo de Córdoba en 1987. *Revista Fruticultura Profesional*, 62: 9-15.
- Di Giovaccino L., 1996. L'influence des systèmes d'extraction sur la qualité de l'huile d'olive. *Olivæ*, 63, pp : 52-62.
- El Antari, 2006. Étude de la qualité de l'huile des variétés d'olivier sélectionnées par l'INRA-Maroc. In Hadiddou A., Mrabet R., Oukabli A. (eds), La recherche agronomique et la profession, ensemble pour un développement durable de l'oléiculture nationale, Actes de Journée Olivier Meknès, INRA Proceeding, le 26 Décembre, pp. 66-77.

- El Cadi H., Jamaï M.A., 1998, « Contribution à l'étude de l'amélioration de la qualité de la production oléicole dans la zone d'action de l'ORMVA du Tadla », Mémoire de 3<sup>e</sup> cycle Agronomie Option IAA, IAV Hassan II, Rabat.
- El Murr M., 2005. Application des méthodes chimométriques pour la caractérisation des huiles d'olive libanaises en fonction des biotopes.
- Faqih H., Hmama M., 1999. « Contribution à l'amélioration de la qualité de production oléicole dans la zone d'action de l'ORMVA du Tadla », Mémoire de 3<sup>e</sup> cycle Agronomie Option IAA, IAV Hassan II, Rabat.
- Fontanazza G., 1988 « Comment cultiver en vue de la qualité de l'huile ». Olivæ n°24, pp 36-43.
- Fontozzi P., Montedero G., 1978. « Dosage des composés phénoliques dans les drupes des olives récoltées à différents stades de maturation ». IAA, 1335-1339.
- 'Frantoio' and 'Leccino' grown in Andalusia ; Food Chemistry, Vol. 89, 3, February 2005, pp 387-391.
- García J.M., Sella S., Pérez-Camino M.C., 1996. Influence of Fruit Ripening on Olive Oil Quality , J. Agric. Food Chem., 1996, 44 (11), pp 3516-3520.
- Gutiérrez F, Arnaud T., Garrido A. 2001. Contribution of polyphenols to the oxidative stability of virgin olive oil. Journal. Sciences. Food Agriculture. 81, 1-8.
- Hannachi H., Msallem M., Ben Elhadj S., El Gazzah M., 2006. Influence du site géographique sur les potentialités agronomiques et technologiques de l'olivier (*Olea europaea* L.) en Tunisie. Comptes Rendus Biologies, Volume 330, Issue 2, p 135-142.
- Harrar, 2007. Contribution à l'amélioration de la qualité de la production oléicole dans la zone d'action de la DPA de Khénifra. Mémoire de 3<sup>e</sup> cycle pour l'obtention du diplôme d'Ingénieur d'État en Industries Agricoles et Alimentaires, IAV Hassan II, Rabat.
- Jeantet R., Croguennec T., Schuck P., Brulé G., 2006. Science des aliments. Ed. TEC & DOC Lavoisier, Paris. Vol.1, ISBN. 2-7430-0833-4. p:197-223.
- Judde A., 2004. Prévention de l'oxydation des acides gras dans un produit cosmétique : mécanisme, conséquences, moyens de mesure, quels antioxydants pour quelle application ? OCL- Vol. 11- N. 6, p: 414-418.
- Kiritsakis A.K., 1998. Composition of olive oil. In Olive Oil from the tree to the table. Second Edition. Food and Nutrition Press, Inc. Trumbull, Connecticut, 006611, USA. pp. 113-154.
- Lachir B., Sidi Baba A., 1994. « Diagnostic du secteur oléicole au Maroc, cas de la région de Fès », Mémoire de 3<sup>e</sup> cycle d'agronomie, option IAA, IAV Hassan II, Rabat.
- Méthodes ISO citées dans le texte.
- Montedero, G., 1989. Huile: variétés et technologies influencent la qualité. Olivæ 29, pp28-30.
- Mouawad M., 2005. Effet de l'altitude, sol et pressoir sur la qualité d'huile d'olive, mémoire de master en biochimie, Usek, pp.1, 7-14, 23-28, Liban.
- Nurhayat, C. 1989. Les facteurs ayant une incidence sur la formation des bourgeons à fleurs chez l'olivier. Olivæ N° 27, juin, p 25-27.
- Ollé M., 2002. Analyse des corps gras DGCCRF, Laboratoire interrégional de Montpellier France, Techniques de l'ingénieur, pp 3325.
- ONH, 2009. Composition chimique de l'huile d'olive.
- Pastor M., Vega V., Hidalgo J., Girona J., 2005. Influencia del riego sobre la calidad del aceite y sobre el comportamiento de la aceituna en el proceso industrial de extracción, p. 165-184. In: Pastor, M. (ed). Cultivo del olivo con riego localizado. Mundi-Prensa, Consejería de Agricultura y Pesca, Junta de Andalucía.
- Rahmani M., 1996 « Guide des bonnes pratiques de fabrication de l'huile d'olive: unités traditionnelles et industrielles », Département de chimie biochimie alimentaire, IAV Hassan II, Rabat.
- Rahmani M., Lamrini M., Csallany S., 1997, « Mise au point d'une méthode simple pour déterminer l'époque de récolte des olives », Olivæ n° 69, pp 48-51.
- Ranalli A., De Mattia G., Ferrante M.L., Giansante L., 1997. Incidence of olive cultivation area on the analytical characteristics of the oil. Note 1. Riv. Ital. Sostanze Grasse 74, 501-508.
- Ranalli A., De Mattia G., Patumi M., Proietti P., 1999. Quality of virgin oil as influenced by origin area. Grasa y aceites, Vol. 50, N° 4, pp. 249-259.
- Ranalli A., Angerosa F., 1996. Integral centrifuges for olive oil extraction. The qualitative characteristics of products. [Journal of the American Oil Chemists' Society](#), Volume 73, Issue 4, pp 417-422
- Règlement (CE) n°796/2002 de la Commission du 6 mai 2002 relatif aux normes de commercialisation de l'huile d'olive. J.O.C.E du 15.05.2002.
- Singleton V.L., Rossi J.A., 1965. Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic- phosphotungstic acid reagents, Am. J. Enol. Vitic., 16:144-58.
- Suárez M. P., Fernandez-Escobar R., Rallo L., 1984. Competition among fruit in olive. II. Influence of inflorescence or fruit thinning and cross-pollination on fruit set components and crop efficiency. Acta Horticulturae, 149:131-143.

- Sweeney, S. 2005. National olive variety assessment – NOVA - Stage 2. Rural Industries Research and Development Corporation Publication No. 05/155, Project No. SAR-47A. T
- Tanouti K., Serghini-Caid H., Chaieb E., Benali A., Harkous M. Elamrani A., 2011. Amélioration qualitative d'huiles d'olive produites dans le Maroc oriental. Les technologies de laboratoire, Vol. 6, n° 22.
- Uceda M., Frias L., 1975. Época de recolección, evolución del contenido graso del fruto y de la composición y calidad del aceite. II seminario oleícola internacional. Cordoba.
- USAID/Maroc, 2006. Variétés d'olives de par le monde (de table et huile) comparaisons scientifiques, Ministère de l'Agriculture et du Développement rural, Royaume du Maroc, 56 pages.
- Walali L., Chmitah M., Loussert R., Mahhou A., Boulouha B., 1984. Caractères morphologiques et physiologiques de clones d'olivier, Picholine marocaine. Olivæ n° 3, p 26-31.
- Wolff J.P., 1968. Manuel d'analyse des corps gras. Edit. Azoulay, Paris.

# Caractérisation physico-chimique et stabilité oxydative des huiles d'olive des variétés Picholine marocaine, Haouzia, Koroneiki et Arbéquine de la région oléicole centrale du Maroc (Chaouia-Ouardigha)

M. Haddam<sup>1,2</sup>, H. Chimi<sup>3</sup>, A. El-Antari<sup>4</sup>, M. Zahouily<sup>5</sup>, R. Mouhibi<sup>5</sup>, A. Zaz<sup>2</sup>,  
M. Ibrahimi<sup>2</sup> et A. Amine<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Laboratoire des Analyses Chimiques et Biocapteurs, Faculté des Sciences et Techniques de Mohammedia, Maroc

<sup>2</sup> Lesieur Cristal, 1, Rue Caporal Corbi 20300 Roches Noires – Casablanca, Maroc. E-mail: [haddam@lesieur-cristal.co.ma](mailto:haddam@lesieur-cristal.co.ma) ou [haddam3@hotmail.fr](mailto:haddam3@hotmail.fr)

<sup>3</sup> Institut Agronomique et Vétérinaire Hassan II. Département des Sciences Alimentaires et Nutritionnelles. B.P 6202 – Instituts, 10101, Rabat, Maroc. E-mail: [chimihammadi@yahoo.fr](mailto:chimihammadi@yahoo.fr)

<sup>4</sup> Institut National des Recherches Agronomiques (INRA, Marrakech), Maroc.

<sup>5</sup> Laboratoire de Catalyse, Chimométrie et Environnement, Faculté des Sciences et Techniques de Mohammedia, Maroc.

## RÉSUMÉ

Dans le but de caractériser la production d'huile d'olive de la région centrale du Maroc « Chaouia-Ouardigha », nous avons étudié durant deux campagnes successives les huiles de quatre variétés d'olive cultivées précisément dans cette région oléicole, entre Settat et Berchid. Tout en conservant le même indice de maturité et la même région, la récolte des olives a été faite entre le 11 et le 18 novembre de chaque campagne.

Les résultats de toutes les analyses réalisées et comparées aux normes COI/OH/Doc. n° 1 de novembre 2011 indiquent qu'il s'agit bien, pour les quatre variétés étudiées, d'huiles d'olive vierges extra sans défauts organoleptiques.

Nous avons montré au cours de cette étude que les teneurs en phénols totaux, orthodiphénols et tocophérols et par conséquent la stabilité oxydative par Rancimat des huiles d'olive étudiées dépendent essentiellement de la variété étant donné qu'il s'agit de la même région et du même indice de maturité.

La teneur en polyphénols totaux varie entre 106 et 478 mg/kg : le taux le plus élevé pour les deux campagnes successives est observé dans l'huile d'olive issue de la variété Picholine marocaine (313-478 mg/kg) suivie de la variété Haouzia (268-288) alors que le plus faible est rencontré dans l'huile d'olive Arbéquine (106-125). Les orthodiphénols suivent les mêmes variations que les polyphénols avec des teneurs allant de 15 à 22 mg/kg.

La stabilité oxydative exprimée en taux d'induction mesurée par Rancimat varie de 27 h à 40,9 h et le taux le plus élevé est enregistré dans l'huile issue de la variété Koroneiki (40,9 h) - campagne 2009/10, suivie de l'huile issue de la variété Picholine marocaine – campagne 2009/10. Le taux le plus faible est rencontré dans l'Arbéquine (27 h) – campagne 2008/09. Une approche de corrélation entre la stabilité oxydative mesurée par Rancimat et la composition chimique des huiles est abordée.

**Mots clés:** Région Ouardirha ; Huile d'olive ; Qualité ; Caractérisation ; ACP.

## 1. INTRODUCTION

La production d'huile d'olive a toujours été concentrée dans les pays méditerranéens : Espagne, Italie, Grèce, Turquie, Tunisie et Maroc. Ils représentent à eux seuls plus de 90 % de la production mondiale. Par ailleurs, la qualité commerciale de l'huile d'olive vierge est définie, à l'échelon international, par la norme du Conseil oléicole international et par celle du Codex Alimentarius. Ces normes distinguent quatre types de qualité de l'huile d'olive : « extra », « vierge », « vierge courante » et « vierge lampante ». Ces divers type de qualité sont définis en fonction de critères physico-chimiques (l'acidité libre, l'indice de peroxydes, l'absorbance dans l'UV) et de critères organoleptiques. Ainsi, en termes de stabilité, l'huile d'olive est très connue pour sa résistance aux différents mécanismes de l'oxydation. Ceci est strictement lié à sa faible teneur en acides gras polyinsaturés (Velasco *et al.*, 2002) et à sa composition en antioxydants naturels, notamment les orthodiphénols, les polyphénols (Idrissi *et al.*, 2012) et les tocophérols qui piègent les radicaux libres de l'oxygène et préservent la qualité (Boskou, 1996) et la stabilité de l'huile durant sa conservation.

Au Maroc, l'olivier constitue la principale espèce fruitière cultivée. Sa faculté de végéter et de produire dans diverses situations de culture et son adaptation aux conditions pédoclimatiques les plus critiques ont permis son développement sur pratiquement tout le territoire national. Néanmoins, la production marocaine en huile d'olive ne constitue que 4 % de la production mondiale et la consommation d'huile d'olive par les Marocains reste très faible, ne dépassant pas 2 kg/habitant/an, ce qui est bien inférieur à la moyenne de consommation au niveau du bassin Méditerranéen (6 kg en Tunisie, 12 kg en Espagne, 14 kg en Italie et 24 kg en Grèce). Toutefois, grâce au projet Plan Maroc Vert, les efforts entrepris dans ce cadre ont permis d'améliorer significativement la qualité et la perception de l'huile d'olive marocaine sur les marchés internationaux. En effet, la production marocaine a subi une forte progression, passant de 75 000 t en 2006/07 à 135 000 t en 2010/11.

L'oléiculture nationale est constituée essentiellement de la variété population « Picholine marocaine », qui représente plus de 96 % du patrimoine oléicole. Le reste, soit 4 %, est constitué de plusieurs variétés, en particulier : « Picholine du Languedoc », « Dahbia » et « Meslala », concentrées sur des terrains cultivés en régime irrigué (Haouz, Tadla, El Kelâa), et de quelques variétés espagnoles, italiennes et

grecques : « Picual », « Manzanilla », « Gordal », « Frantoio », « Arbéquine », « Koroneiki », etc. Dans le cadre du programme d'amélioration variétale, plusieurs chercheurs marocains ont initié, il y a quelque années, une prospection de la variété prédominante, Picholine marocaine, en vue de sélectionner les clones offrant de meilleurs résultats. Ces travaux ont donné lieu à la sélection de deux clones intéressants dénommés « Haouzia » et « Menara » (Zaher *et al.*, 2011 ; Indicateur macroéconomique et agricole-Maroc, 2005).

Dans le présent travail, la zone d'étude ciblée est la région de Chaouia-Ouardigha, qui s'étend au centre du Royaume sur une superficie de près de 16 510 km<sup>2</sup>. C'est une région caractérisée par un sol à dominance calcimagnésique, avec une superficie à haut potentiel agricole (Tirs et Hamri), à pluviométrie annuelle modeste qui dépasse rarement 500 mm (la pluviométrie moyenne calculée durant cinq années successives est de 333 mm). Cette zone sous forme de couloir est très connue pour la production de céréales, fourrages et légumineuses. Par ailleurs, l'oléiculture (5 % de la production nationale) n'est pas très répandue dans cette région, malgré ses conditions pédoclimatiques très encourageantes. Cependant, plusieurs agriculteurs ont déployé d'énormes efforts pour le développement du secteur oléicole dans cette région qui a également été prise récemment en considération par le ministère de l'Agriculture et des Pêches maritimes du Maroc et a bénéficié des avantages du plan Maroc-Vert en matière d'oléiculture (Monographie agricole région Chaouia - Ouardigha, 2009). Toutefois, il n'existe pas actuellement de données sur les huiles d'olive produites dans la zone d'Ouardigha, à l'exception de quelques publications (A. Mahhou *et al.*, 2011).

Ainsi, l'objectif de notre étude est focalisé sur l'évaluation comparative des caractéristiques physico-chimiques et de la stabilité oxydative des huiles d'olive produites à partir des variétés cultivées dans une nouvelle région oléicole au Maroc.

## 2. MATÉRIELS ET MÉTHODES

### 2.1. Matières végétales et échantillonnage

Les variétés étudiées sont deux variétés marocaines - la Picholine marocaine et la Haouzia - et deux variétés étrangères - l'Arbéquine et la Koroneiki. Ces variétés appartiennent à des agriculteurs privés installés dans la région d'Ouardigha, précisément dans les périmètres oléicoles de Settât et Berchid.

Nous avons appliqué la méthode d'échantillonnage visée dans le Guide pour la détermination des caractéristiques des olives à huile (COI/OH/Doc. n° 1, novembre 2011).

Pour les quatre variétés, nous avons marqué à la peinture quatre parcelles composées de dix arbres homogènes choisis au hasard. À partir des oliviers des différentes parcelles choisies appartenant à trois vergers, nous avons prélevé deux lots d'olives de chaque variété qui ont fait l'objet de nos déterminations.

## 2.2. Méthodes analytiques

### **Détermination du stade optimal de récolte**

Cette détermination est réalisée selon la méthode décrite par Uceda et Frias (1975) et validée par Arnon *et al.* (2011).

### **Caractérisation physico-chimique**

La trituration des lots d'olives de chaque variété a été réalisée au moyen d'une unité moderne continue à deux phases. Quatre lots de 5 litres d'huile de chaque variété ont été conservés à l'abri de la lumière et ont fait l'objet d'analyses physico-chimiques et de l'étude de leur stabilité.

**L'acidité libre** des huiles des quatre variétés exprimée en pourcentage d'acide oléique et l'indice de peroxydes ont été mesurés selon des méthodes normalisées : respectivement ISO 660 et ISO 3960.

**Les coefficients d'extinction spécifiques<sup>1</sup>** dans l'ultraviolet à 232 nm ( $K_{232}$ ) et 270 nm ( $K_{270}$ ) ont été calculés respectivement à partir de l'absorption à 232 et 270 nm selon la méthode NF EN ISO 3656, à l'aide d'un spectrophotomètre de type VARIAN.

**La teneur en eau, en matières volatiles et en impuretés** ont été déterminées selon les méthodes normalisées ISO 662 et ISO 663 respectivement.

**Composition en polyphénols et orthodiphénols<sup>2</sup>** : Les phénols totaux ont été extraits selon la méthode décrite par Gutfinger (1981) : 10 g d'huile d'olive sont dissous dans 50 ml d'hexane dans une ampoule à décantation puis trois fois 20 ml de solution méthanolique (méthanol/eau ; 60/40, v/v) sont ajoutés. La phase méthanolique est récupérée dans une fiole jaugée de 100 ml puis complétée avec de l'eau distillée. Le dosage des polyphénols totaux est réalisé par spectrophotométrie en utilisant le réactif de Folin Ciocalteu et en mesurant l'absorbance à 725 nm

selon la méthode dite de Folin Ciocalteu (Vázquez *et al.*, 1973).

Les orthodiphénols ont été extraits selon la méthode décrite par Tsimidou *et al.* (1992) et validée par A. Amine *et al.* (2012) : 25 g d'huile d'olive sont dissous dans 25 ml d'hexane dans une ampoule à décantation et trois fois 15 ml de solution méthanolique (méthanol/eau ; 60/40, v/v) sont ajoutés. La phase méthanolique est ensuite récupérée dans une fiole jaugée de 50 ml puis complétée avec de l'eau distillée. Le dosage des orthodiphénols est réalisé par spectrophotométrie en utilisant le réactif molybdate de sodium ou d'ammonium et en mesurant l'absorbance des solutions phénoliques à 370 nm (Denis *et al.*, 2004). Les taux des orthodiphénols et polyphénols sont exprimés en milligramme d'acide caféique (ppm)/kg d'huile d'olive.

**Composition en tocophérols** : Les tocophérols ont été analysés par HPLC, selon la méthode ISO 9936:2006, sur une colonne de silice de marque Lichrosphère 100 diol C18, de 250 mm de long et 4,6 mm de diamètre, garnie de microparticules de 5 µm de diamètre. L'appareil HPLC est équipé d'un détecteur fluorimétrique dont la longueur d'excitation est de 295 nm et la longueur d'émission est de 330 nm ; et d'une phase mobile de 3,85 % de tétrahydrofurane dans le n-heptane.

**La composition en acides gras totaux<sup>3</sup>** a été déterminée après transformation en esters méthyliques obtenus par trans-estérification des triglycérides par de la potasse méthanolique. Les esters méthyliques d'acides gras des échantillons d'huiles d'olive ont été obtenus selon la méthode internationale ISO 5509. Ces esters ont ensuite été analysés par chromatographie en phase gazeuse selon les conditions décrites dans ISO 5508:1990, à l'aide d'un chromatographe VARIAN à détecteur à ionisation de flamme (FID), équipé d'une colonne capillaire (CPWAX) de 30 m de long et de 0,25 mm de diamètre intérieur. La température du four est réglée à 200 °C et celle de l'injecteur à 220 °C. Le gaz vecteur utilisé est l'hélium à 1,2ml/min et le volume d'injection est de 1 µl.

**La fraction stérolique<sup>4</sup>** a été déterminée selon la méthode décrite par le COI (COI/T.20/Doc n° 10/Rév. 1) après saponification avec de l'hydroxyde de potassium en solution éthanolique.

1 La méthode de référence du COI est la méthode COI/T.20/DOC. 19 - Analyse spectrophotométrique dans l'ultraviolet (Toutes les notes en bas de page de cet article sont du Secrétariat exécutif du COI).

2 La méthode de référence du COI est la méthode COI/T.20/DOC. 29 - Détermination des biophénols des huiles d'olive par HPLC.

3 La méthode de référence du COI est la méthode COI/T.20/DOC. 24 - 2001 préparation des esters méthyliques d'acides gras de l'huile d'olive et de l'huile de grignons d'olive.

4 Cette méthode a été remplacée par la méthode COI/T.20/DOC. 30 - 2013 Détermination de la composition et de la teneur en stérols et dialcools triterpéniques par chromatographie gazeuse sur colonne capillaire.

L'insaponifiable a ensuite été extrait avec de l'éther éthylique. La fraction stérolique a été séparée de l'extrait insaponifiable par chromatographie sur plaque de gel de silice basique. Les stérols récupérés dans le gel de silice ont été transformés en triméthysilyléthers et analysés par chromatographie en phase gazeuse à l'aide d'un chromatographe de type VARIAN 3800 équipé d'une colonne capillaire non polaire de marque VF-5HT, de 30 m de long, 0,25 mm de diamètre intérieur et 0,1 µm de diamètre de film. La température du four était réglée à 270 °C, celle de l'injecteur à 300 °C et celle du détecteur à 300 °C. Le gaz utilisé était de l'hélium avec un débit de 0,5 ml/min. Le volume injecté était de 1 µl.

### 2.3. La stabilité oxydative par Rancimat<sup>5</sup>

Le test au Rancimat a été reconnu comme une méthode officielle à l'échelle internationale (norme ISO 6886) et par de nombreux pays tels que les États-Unis d'Amérique, le Japon et la Suisse. Pour évaluer la stabilité oxydative des quatre échantillons d'huile d'olive, nous avons eu recours à ce test Rancimat qui nous donne la spécification TIR (Temps d'Induction Rancimat, exprimé en heures) correspondant au temps pendant lequel la matière grasse a résisté à un stress oxydatif. Nous avons mis 3 g d'huile d'olive à analyser dans un tube où elle a subi une décomposition thermique à 110 °C, sous un bullage intensif d'air de 10 l/h de débit. La valeur TIR est donnée par enregistrement sur un ordinateur lié directement à l'appareil Rancimat.

### 2.4. Analyse organoleptique<sup>6</sup>

La détermination du profil organoleptique a été faite selon la norme commerciale du COI (COI/T.20 n° 15/Rév. 4. Novembre 2011) par un jury qualifié de l'Institut National de la Recherche Agronomique (INRA) de Marrakech.

### 2.5. Étude statistique

#### **Analyse en composante principale (ACP) des huiles produites**

Les compositions en polyphénols, orthodiphénols, stérols, acides gras et tocophérols des quatre échantillons étudiés de chaque campagne sont rassemblées et comparées par analyse en composante principale via le logiciel Excel Stat. L'analyse en composante principale est considérée comme la méthode de base de l'analyse des

données multidimensionnelles, lorsque toutes les variables observées sont de type numérique et que l'on veut voir s'il y a des liens entre les variables et les échantillons. Elle a pour objectif la description des données contenues dans un tableau à n lignes (individus) et p colonnes (variables) (Bouroche et Saporta, 1994 ; Benabid, 2009).

#### **Moyenne et écart type**

Les résultats présentés sont les moyennes d'analyses réalisées en double et en triple exemplaire. Ces résultats sont présentés sous forme de moyenne ± écart-type. Les écarts types de nos résultats sont calculés par le logiciel Excel 2007.

## 3. RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

### 3.1. Détermination du stade optimal de récolte

L'indice de maturité des quatre variétés pour les deux campagnes varie de 2,58 à 3,66 (**Tableau 1**). Ces valeurs correspondent à la période optimale de récolte et s'alignent sur celles décrites dans la littérature, étant comprises entre 2,8 et 3,5 (Bendriiss, 2010). Elles s'inscrivent également dans la fourchette (de 2,59 à 3,93) enregistrée par Mahhou *et al.* (2011) : taux en polyphénols le plus élevé ainsi que rendement maximal en huile dans les olives.

**Tableau 1** : Indice de maturité des variétés d'olives étudiées

Variétés d'olives	Indice de maturité	
	Campagne 2008/09	Campagne 2009/10
Haouzia	3,03 ± 0,1	3,0 ± 0,1
Arbéquine	3,32 ± 0,2	3,52 ± 0,2
Koroneiki	3,34 ± 0,1	2,58 ± 0,2
Picholine marocaine	3,16 ± 0,1	3,66 ± 0,1

<sup>5</sup> Cette méthode n'est pas une méthode officielle du COI.

<sup>6</sup> Cette méthode a été révisée en 2013 - COI/T.20/DOC. 15/2013 - Méthode d'évaluation organoleptique de l'huile d'olive vierge.

### 3.2. Caractérisation physico-chimique des variétés d'huiles produites

Les résultats d'analyse montrent que les critères de qualité : acidité,  $K_{270}$ , humidité, matières

volatiles et indice de peroxydes sont compatibles avec les critères d'une huile d'olive vierge extra décrits dans le Guide pour la détermination des caractéristiques des olives à huile (COI/OH/Doc. n° 1, novembre 2011) (**Tableau 2**).

**Tableau 2.** Résultats des analyses physico-chimiques des huiles étudiées

Variété	Acidité (%)		$K_{270}$		$K_{232}$		Humidité (%)		Impuretés (%)		Indice de peroxydes (meq/kg)	
	*C08-09	*C09-10	C08-09	C09-10	C08-09	C09-10	C08-09	C09-10	C08-09	C09-10	C08-09	C09-10
Picholine marocaine	0,25 ±0,02	0,28 ±0,01	0,11 ±0,01	0,10 ±0,02	1,60 ±0,02	1,82 ±0,01	0,11 ±0,02	0,14 ±0,02	0,03 ±0,01	0,04 ±0,01	1,27 ±0,1	1,19 ±0,1
Koroneiki	0,29 ±0,01	0,42 ±0,01	0,12 ±0,02	0,13 ±0,01	1,56 ±0,01	1,72 ±0,03	0,12 ±0,03	0,12 ±0,03	0,03 ±0,01	0,04 ±0,01	0,00 ±0,01	0,15 ±0,01
Arbéquine	0,22 ±0,01	0,22±0,0 2	0,10 ±0,01	0,10 ±0,03	1,55 ±0,02	1,95 ±0,01	0,10 ±0,02	0,10 ±0,03	0,04 ±0,01	0,04 ±0,01	0,82 ±0,04	0,85 ±0,03
Haouzia	0,37 ±0,01	0,46±0,0 2	0,09 ±0,01	0,10 ±0,02	1,43 ±0,02	1,75 ±0,02	0,13 ±0,03	0,15 ±0,02	0,05 ±0,01	0,07 ±0,01	3,12 ±0,2	3,20 ±0,1

\*C08-09 : Campagne 2008/09 ; C09-10 : Campagne 2009/10.

### 3.3. Caractérisation physico-chimique des variétés d'huiles produites : acides gras, stérols, tocophérols, phénols totaux et orthodiphénols

#### Composition en acides gras

La composition en acides gras totaux (AG) de l'huile d'olive joue un rôle important au niveau de sa qualité nutritionnelle. C'est l'importance de l'apport d'acides gras monoinsaturés, avec un taux d'acide oléique pouvant atteindre 83 %, qui confère son originalité à l'huile d'olive ainsi que ses vertus en termes de santé. Divers facteurs, tels que le degré de maturité des olives, le climat ou la variété, ont une incidence sur le profil de composition en acides gras de l'huile d'olive (García *et al.*, 1996 ; Ollé, 2002 ; Judde, 2004).

Dans le présent travail, le résultat de l'analyse des variétés d'olive étudiées de cette région (Ouardigha) montre que la composition en acides gras de leurs huiles est conforme aux spécifications exigées par la norme commerciale du COI. Néanmoins, elle est variable et nettement influencée par le facteur variétal : la variété Arbéquine présente en effet un profil en AG nettement différent des autres variétés : l'acide palmitique (16-17 %), l'acide palmitoléique (1,7-1,2 %) et la somme des acides gras saturés plus

élevés (18,5-19,9 %), les AG monoinsaturés les plus faibles (63,7-68,6 %) et le rapport AG monoinsaturés/AG polyinsaturés le plus bas (4-5,3 %) pour les deux campagnes. Les variétés Picholine marocaine, Haouzia et Koroneiki présentent un profil en acides gras légèrement proche : l'acide palmitique variant de 8,7 à 12,4 %, l'acide palmitoléique de 0,4 à 0,8 % et la somme des AG saturés de 11,6 à 15,2 % - AG monoinsaturés : 75 à 77,8 %. On note aussi une valeur nettement élevée du rapport AG monoinsaturés/AG polyinsaturés pour la variété Koroneiki (**Tableau 3**). Dans la composition en AG des différentes variétés étudiées, nous avons observé d'une part que l'acide linoléique est minoritaire (en accord avec la norme COI : max. 1 %) et d'autre part que sa teneur varie de 0,5 % à 0,9 % (**Tableau 3**). Cette teneur en acide linoléique constitue elle aussi un traceur de l'adultération des huiles d'olive par d'autres huiles de graines riches en acide linoléique comme l'huile de colza et de soja (Ollivier, 2003a).

**Tableau 3.** Composition en acides gras des huiles des variétés étudiées

Acide gras	Picholine marocaine		Koroneiki		Arbéquine		Haouzia	
	C08_09	C09_10	C08_09	C09_10	C08_09	C09_10	C08_09	C09_10
Acide palmitique	10,9±0,1	9,6±0,1	12,4±0,1	12,3±0,2	16,1±0,1	17,9±0,1	8,7±0,1	8,9±0,1
Acide palmitoléique	0,6±0,1	0,5±0,1	0,8±0,1	0,7±0,1	1,7±0,1	2,1±0,1	0,4±0,1	0,4±0,1
Acide heptadécénoïque	0,1±0,1	0,1±0,1	0,1±0,1	0,0±0,0	0,3±0,1	0,2±0,1	0,0±0,0	0,00±0,0
Acide stéarique	2,1±0,1	2,2±0,1	2,3±0,1	2,4±0,1	1,8±0,1	1,7±0,1	2,5±0,1	2,6±0,1
Acide oléique	76,1±0,1	75,9±0,1	76,6±0,1	75,9±0,2	66,3±0,1	61,2±0,1	74,2±0,1	75,2±0,2
Acide linoléique	8,7±0,1	10±0,1	6,4±0,1	7±0,1	12,3±0,1	15,6±0,1	12,3±0,1	11,2±0,1
Acide linoléinique	0,7±0,1	0,9±0,1	0,6±0,1	0,6±0,1	0,5±0,1	0,5±0,1	0,8±0,1	0,8±0,1
Acide arachidique	0,3±0,1	0,2±0,1	0,4±0,1	0,4±0,1	0,4±0,1	0,2±0,1	0,3±0,1	0,3±0,1
Acide gadoléique	0,3±0,1	0,4±0,1	0,3±0,1	0,3±0,1	0,3±0,1	0,2±0,1	0,4±0,1	0,3±0,1
Acide béhénique	0,1±0,1	0,1±0,1	0,1±0,1	0,1±0,1	0,1±0,1	0,0±0,0	0,1±0,1	0,1±0,1
Somme *AGS	13,4±0,5	12,1±0,4	15,2±0,6	15,2±0,5	18,5±0,5	19,9±0,5	11,6±0,5	11,9±0,6
Somme *AGMINS	77,1±1	76,9±1	77,8±1	76,9±1	68,6±1	63,7±1	75,0±1	75,7±1
Somme *AG PINS	9,4±0,6	10,9±0,5	7,0±0,3	7,6±0,2	12,8±0,5	16,1±0,5	13,1±0,5	12,0±0,5
AGMINS/AG PINS	8,2 ±0,4	7,1±0,5	11,1±0,5	10,1±0,4	5,3±0,4	4,0±0,3	5,7±0,3	6,3±0,4

\*AGS : Acides gras saturés - AGMINS : Acides gras monoinsaturés - AGPINS : Acides gras polyinsaturés

### Composition en polyphénols totaux et en orthodiphénols

L'huile d'olive contient une quantité appréciable de composés phénoliques qui passent dans l'huile lors de son extraction. Ces composés nobles sont des antioxydants naturels. Les orthodiphénols, comme l'hydroxytyrosol, l'acide caféique et l'oleuropéine, sont considérés comme les antioxydants les plus puissants qui protègent l'huile contre l'oxydation et lui confèrent une meilleure stabilité lors du stockage (Boskou, 1996), une saveur amère et une sensation de piquant (Gutiérrez *et al.*, 2001 ; Ben Temime *et al.*, 2006). Leur teneur dans l'huile dépend également de plusieurs facteurs, à savoir : la variété et la maturité des olives (Ucella *et al.*, 1994) et les conditions d'extraction (Ranalli *et al.*, 2003) et de stockage (Fielding *et al.*, 2003).

Les teneurs en polyphénols et orthodiphénols des variétés d'huiles étudiées (**Tableau 4**) oscillent respectivement entre 106-478 ppm et 15-22 ppm.

Ceci est bien en accord avec les valeurs trouvées dans la littérature par Maestro *et al.* (1994), qui ont rapporté que la concentration en phénols totaux dans l'huile d'olive pouvait varier entre 100 et 800 mg/kg, et Owen *et al.* (2000) qui ont enregistré une valeur de  $232 \pm 15$  mg/kg dans des huiles d'olive vierges extra. Aussi, nos résultats montrent que la teneur en ces antioxydants naturels est influencée par le critère variétal. En effet, la variété Picholine marocaine présentait les teneurs les plus élevées en polyphénols et en orthodiphénols (respectivement 313-478 et 22-20,4), suivie de Haouzia et de Koroneiki. La plus faible teneur a été enregistrée dans l'huile de la variété Arbéquine (106-125 et 15,3-15,2). La campagne 2009/10 a été caractérisée par des teneurs plus élevées en poly- et orthodiphénols pour les quatre variétés étudiées (**Tableau 4**). Ceci est probablement dû à l'influence des conditions climatiques, ce qui est en accord avec la littérature (Ollivier *et al.*, 2004).

**Tableau 4.** Composition en polyphénols totaux et orthodiphénols des huiles produites

Variété	Campagne	Polyphénols totaux en ppm	Orthodiphénols en ppm
Picholine marocaine	*C08-09	313,0±5	20,4±3
	C09-10	478,3±3	22,0±4
Koroneiki	C08-09	130,0±7	16,4±4
	C09-10	178,0±5	18 ±2
Arbéquine	C08-09	106,0±3	15±3
	C09-10	125,5±6	15,2±3
Haouzia	C08-09	268,0±2	19±2
	C09-10	287,7±4	20±2

\*C08-09 : Campagne 2008/09 ; C09-10 : Campagne 2009/10

**Composition en tocophérols**

Les tocophérols sont des molécules importantes à analyser en raison de leurs propriétés vitaminiques, nutritionnelles et de leur rôle de préservation des radicaux libres (Reboul *et al.*, 2007). L'analyse des tocophérols pour les deux campagnes successives a montré que la variété de l'huile d'olive a une influence sur la teneur en

tocophérols. En fait, l'alpha-tocophérol, qui a un effet vitaminique, est présent en pourcentage dominant par rapport aux autres tocophérols dans toutes les variétés d'huile d'olive étudiées. Il est influencé par le profil variétal, ce qui est en accord avec la littérature (Gharby *et al.*, 2011). En effet, le pourcentage le plus élevé est observé chez l'Arbéquine (de 90 à 91 %), suivie de la Koroneiki (89 %) et des variétés Haouzia et Picholine marocaine (70 à 83 %). Par contre, le pourcentage en gamma-tocophérol dans la Picholine marocaine et l'Haouzia est élevé (de 10 à 19 %) par rapport aux variétés Koroneiki et Arbéquine (de 5 à 7,5 %). Ce pourcentage modérément élevé en gamma-tocophérol dans la Picholine marocaine et l'Haouzia pourrait contribuer positivement à leur stabilité (**Tableau 5**). En effet, l'activité antioxydante du gamma-tocophérol est supérieure à celle de l'alpha-tocophérol (Evrard *et al.*, 2007).

**Composition en stérols**

La composition stérolique d'une huile végétale constitue un critère sérieux d'identification de son origine botanique (Karlenskind, 2002). Le profil stérolique des huiles d'olive étudiées (**Tableau 6**), contrairement à la bibliographie (Aparicio *et al.*, 2002) qui stipule que la variété d'olive influence la proportion des stérols, ne montre pas de différences substantielles dans les proportions des stérols entre toutes les variétés de nos échantillons et durant les deux campagnes.

**Tableau 5.** Composition en tocophérols (en%) des huiles produites

Tocophérol en %	Picholine marocaine		Koroneiki		Arbéquine		Haouzia	
	C08-09	C09-10	C08-09	C09-10	C08-09	C09-10	C08-09	C09-10
Alpha-tocophérol	83,9 ±0,8	70,4±0,9	89,7±0,6	89,5±0,7	91,7±0,5	90,7±0,5	82,7±0,6	80,2±0,6
Beta-tocophérol	2,0±0,2	2,4±0,3	1,6±0,4	1,6±0,3	0,8±0,3	0,9±0,3	1,9±0,3	1,5±0,3
Gamma-tocophérol	10,8±0,5	19,8±0,4	7,5±0,6	6,9±0,3	5,1±0,5	6,1±0,6	12,5±0,4	16,5±0,6
Delta-tocophérol	3,3±0,4	7,5±0,6	1,2±0,3	2,0±0,4	2,3±0,5	2,3±0,5	3,0±0,5	1,8±0,4

**Tableau 6.** Composition en stérols des différentes variétés d'huile étudiées

Stérols en %	Picholine marocaine		Koroneiki		Arbéquine		Haouzia	
	C08-09	C09-10	C08-09	C09-10	C08-09	C09-10	C08-09	C09-10
Cholestérol	0,3±0,1	0,3±0,1	0,4±0,1	0,2±0,1	0,3±0,1	0,2±0,1	0,4±0,1	0,3±0,1
Campestérol	3,3±0,2	3,3±0,3	3,2±0,2	3,1±0,2	3,3±0,4	3,4±0,4	3,4±0,1	3,3±0,2
Stigmastérol	1,2±0,1	1,4±0,2	1,3±0,2	1,4±0,2	1,2±0,3	1,4±0,3	1,2±0,1	1,2±0,1
Béta-sitostérol	86, ±0,5	86,8±1	86,1±1,5	86,5±0,7	86,4±0,7	86,5±0,6	86,8±0,7	86,2±0,5
Delta-5-avénastérol	8,0±0,3	7,3±0,4	8,1±0,5	7,9±0,4	7,9±0,3	7,6±0,4	7,3±0,3	8,0±0,3
Delta-7-stigmastérol	0,5±0,1	0,5±0,1	0,5±0,1	0,5±0,1	0,5±0,1	0,5±0,1	0,5±0,1	0,5±0,1
Delta-7-avénastérol	0,4±0,1	0,4±0,1	0,4±0,1	0,4±0,1	0,4±0,1	0,4±0,1	0,4±0,1	0,4±0,1

### 3.4. La stabilité oxydative par Rancimat

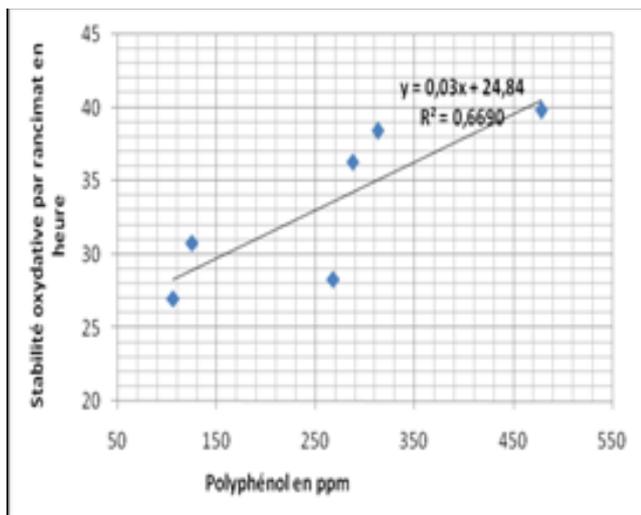
La stabilité à l'oxydation accélérée est mesurée par le test Rancimat (Matthaus, 1996 ; Rahmani, 2007). Les résultats obtenus (**Tableau 7**) montrent que la variété a influencé clairement la stabilité de l'huile. En effet, les valeurs les plus élevées sont enregistrées chez la variété Koroneiki (campagne 2009/10 : 40,9 h) suivie de la Picholine marocaine (39,8 h) et de l'Haouzia (36,3 h). La valeur la plus faible a été enregistrée chez la variété Arbéquine (27 h). Ces résultats sont en accord avec les résultats de recherches menées sur l'huile d'olive de quelques variétés par Abaza *et al.* (2005) et par Ben Temime *et al.* (2008a), ainsi que par d'autres auteurs qui ont trouvé un temps d'induction faible de la variété Arbéquine par rapport à d'autres variétés étudiées (Gutiérrez *et al.*, 2002a ; Ceballos *et al.*, 2003 ; Mateos *et al.*, 2006).

**Tableau 7.** Stabilité oxydative des huiles produites, par Rancimat à 110°C

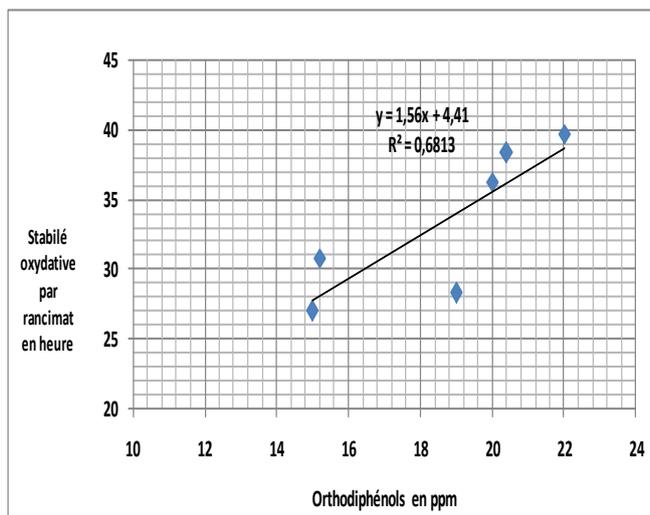
Variété	Campagne	Stabilité (TIR) en heure
Picholine marocaine	*C08-09	38,4±0,5
	C09-10	39,8±0,5
Koroneiki	C08-09	37,2±0,4
	C09-10	40,9±1
Arbéquine	C08-09	27,0±2
	C09-10	28,3±2
Haouzia	C08-09	30,8±0,5
	C09-10	36,3±1

Les variétés Haouzia, Picholine marocaine et Koroneiki sont donc plus stables que la variété Arbéquine (**Tableau 7**). Ceci peut être expliqué par le fait que les huiles issues des variétés Picholine marocaine et Haouzia sont plus riches en polyphénols totaux, orthodiphénols et tocophérols gamma, tous connus pour leur activité antioxydante. Quant à la variété Koroneiki, en plus de sa valeur assez importante en ces composés antioxydants, elle présente une teneur faible en acides gras polyinsaturés et un rapport monoinsaturés/polyinsaturés élevé. Par contre, la faible stabilité de la variété Arbéquine par rapport aux autres variétés est due essentiellement à sa faible teneur en polyphénols totaux, orthodiphénols, tocophérols gamma et le rapport d'acides monoinsaturés/polyinsaturés le plus faible. Ceci est en accord avec la littérature (Gharby *et al.*, 2011). Ainsi, nous avons enregistré une corrélation positive entre la teneur en polyphénols, orthodiphénols et tocophérols gamma des variétés Arbéquine, Haouzia et Picholine marocaine pour les deux campagnes et en ce qui concerne la stabilité oxydative (**Figures 1, 2 et 3**), ce qui est également en accord avec la littérature (Chimi *et al.*, 1990).

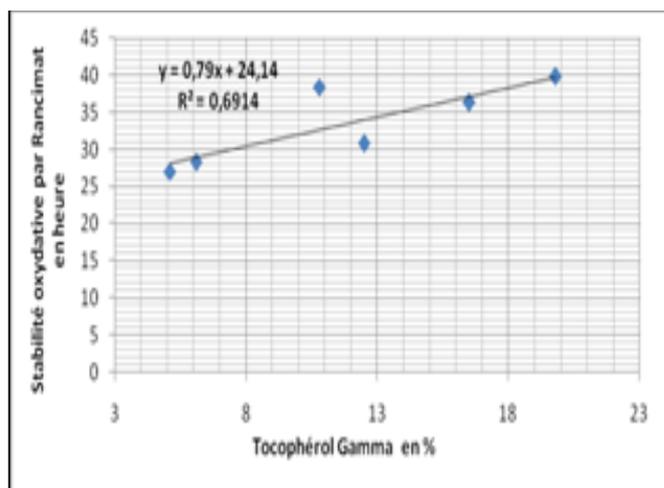
La **Figure 4** montre aussi une corrélation positive entre la stabilité oxydative et le rapport acides gras monoinsaturés/polyinsaturés des huiles issues des quatre variétés étudiées.



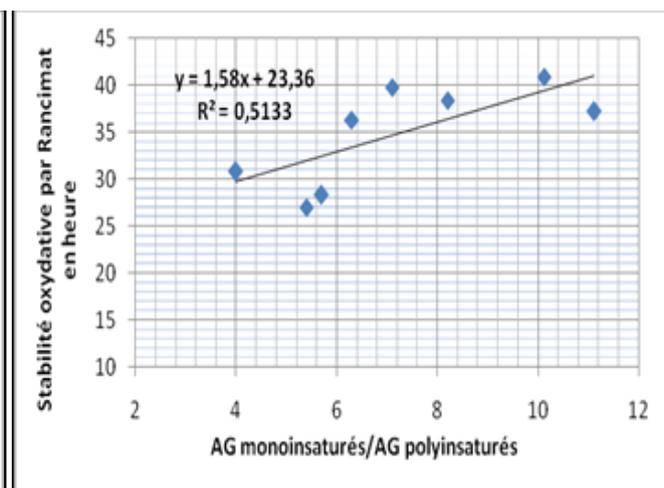
**Figure 1.** Corrélation entre la stabilité oxydative et la teneur en polyphénols totaux des huiles des variétés Picholine marocaine, Haouzia et Arbéquine.



**Figure 2.** Corrélation entre la stabilité oxydative et la teneur en orthodiphénols des huiles des variétés Picholine marocaine, Haouzia et Arbéquine.



**Figure 3.** Corrélation entre la stabilité oxydative et le % en tocophérols gamma des huiles des variétés Picholine marocaine, Haouzia et Arbéquine.



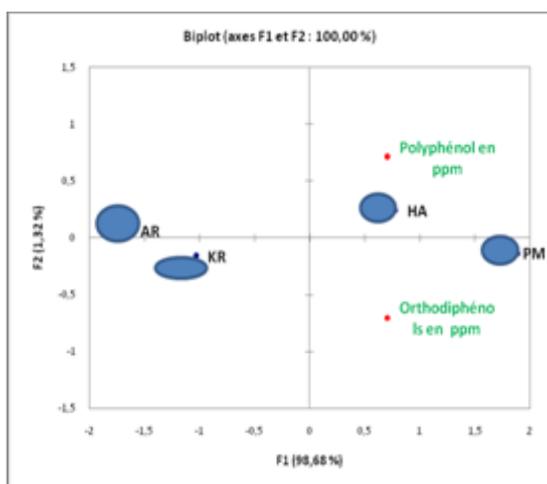
**Figure 4.** Corrélation entre la stabilité oxydative et le rapport AG monoinsaturés/AG polyinsaturés des huiles issues des quatre variétés étudiées.

### 3.5. Analyse en composante principale (ACP) des huiles produites

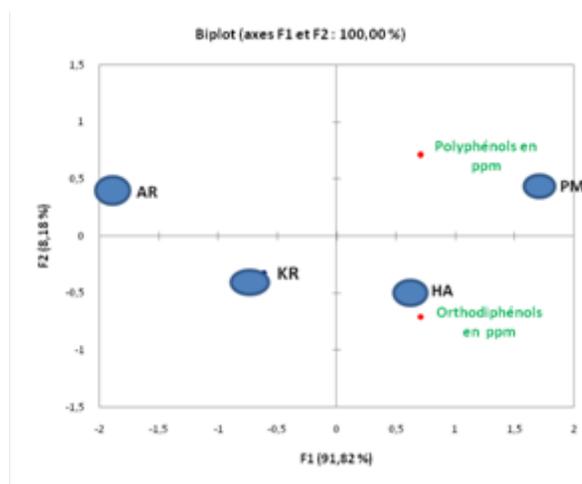
La description schématique de l'ACP résume toutes les interprétations déjà citées d'une façon très simplifiée, en termes de composition en orthodiphénols, polyphénols totaux, tocophérols et acides gras.

### Profil phénolique par ACP des huiles produites

Les résultats de la composition en polyphénols et orthodiphénols des huiles d'olive étudiées, pour les campagnes 2008/09 et 2009/10, sont respectivement décrits dans les **Figures 5 et 6**. Les individus Picholine marocaine et Haouzia présentent un profil phénolique très rapproché et de valeur importante par rapport aux autres individus pour les deux campagnes successives. Ils sont suivis de la variété Koroneiki et en dernier, de la variété Arbéquine.



**Figure 5.** Composition en orthodiphénols et polyphénols totaux par composante principale (ACP) - Campagne 2008/09.



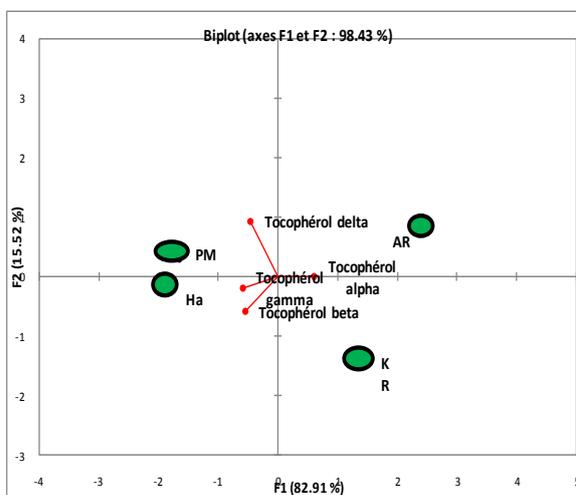
**Figure 6.** Composition en orthodiphénols et polyphénols totaux par composante principale (ACP) - Campagne 2008/09.

**Composition en tocophérols par ACP des huiles produites**

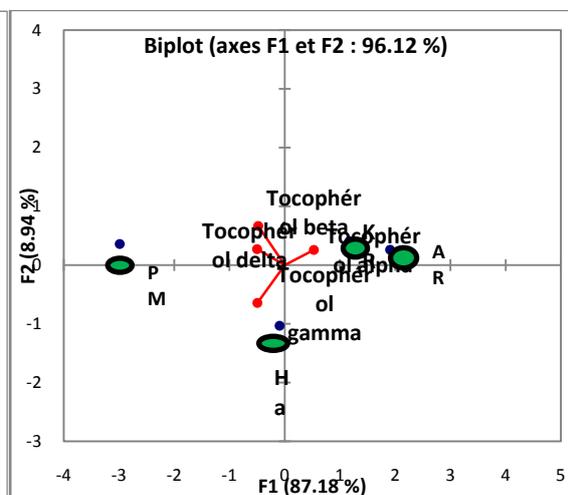
La composition en tocophérols des huiles produites est décrite par analyse en composante principale et est présentée dans les **Figures 7 et 8**.

L'alphatocophérol est un individu neutre (installé sur l'axe), présent en fort pourcentage dans toutes

les variétés étudiées. Les variétés Picholine et Haouzia partagent presque les mêmes pourcentages assez élevés par rapport à la Koroneiki et à l'Arbéquine pour les autres tocophérols, notamment le gamma-tocophérol.



**Figure 7.** Composition en tocophérols par composante principale (ACP) - Campagne 2008/09.

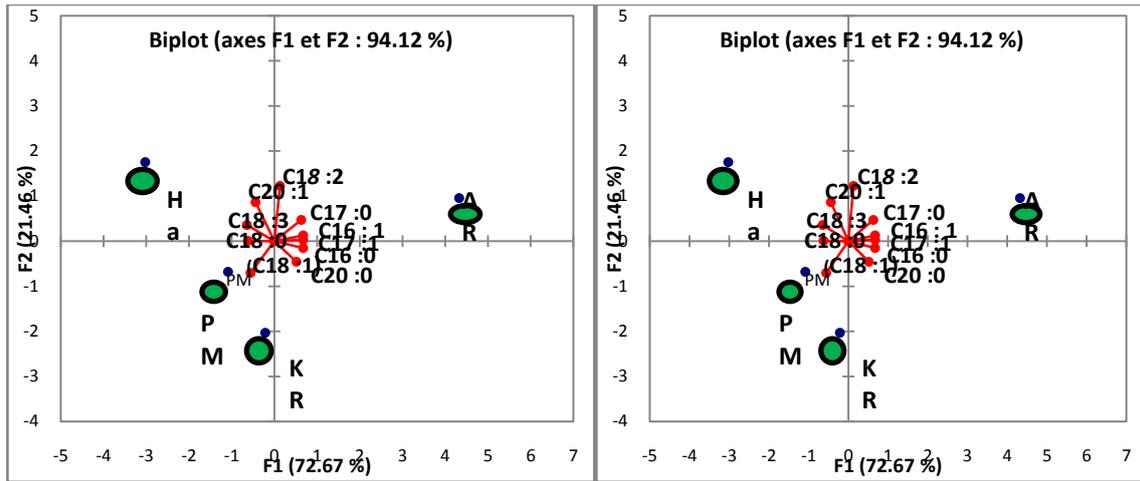


**Figure 8.** Composition en tocophérols par composante principale (ACP) - Campagne 2009/10.

**Composition en acides gras par ACP**

L'analyse par ACP montre un profil clairement différent des acides gras de la variété Arbéquine par rapport aux autres variétés pour les deux campagnes consécutives, se manifestant surtout

par un taux élevé au niveau des acides gras (palmitique : C16:0 et palmitoléique : C16:1) et par un taux d'acide oléique comparé à celui des trois variétés étudiées (**Figures 9 et 10**).



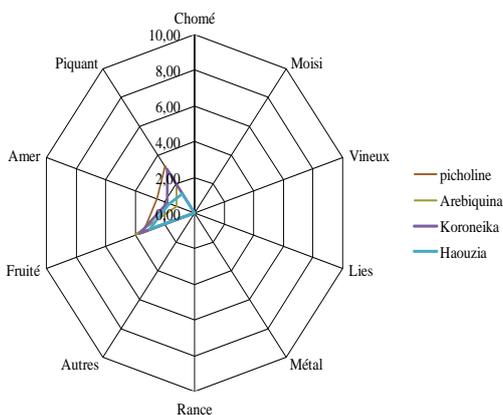
**Figure 9.** Composition en acides gras des variétés des huiles étudiées par ACP - Campagne 2008/09.

**Figure 10.** Composition en acides gras des variétés.

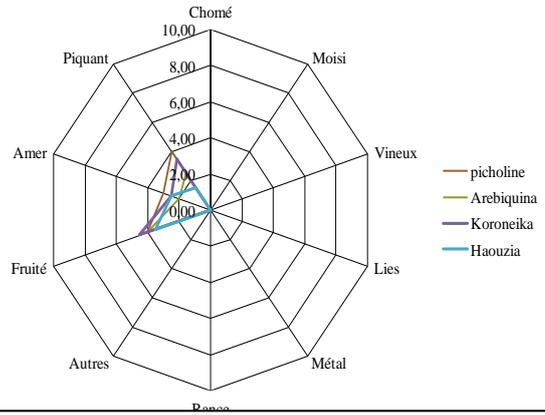
### 3.6. Profil organoleptique

Une simple analyse chimique ne peut suffire pour déterminer la qualité d'une huile d'olive. En effet, les composés volatils qui se développent au cours du procédé de fabrication de l'huile puis pendant son stockage sont capables de modifier l'odeur et la saveur d'une huile. Pour cela, nous avons décidé d'utiliser l'analyse sensorielle pour évaluer davantage la qualité de nos échantillons. Ainsi, l'évaluation organoleptique des huiles a été réalisée selon la norme du COI.

Les résultats de l'analyse sensorielle des huiles produites à partir des quatre variétés étudiées des deux campagnes consécutives montrent qu'il s'agit d'huiles vierges extra ayant un fruité de 3 à 4,55, une amertume de 1,2 à 3 et un piquant de 1,5 à 4. Les arômes spécifiques enregistrés rappellent l'herbe, la tomate, la pomme, l'artichaut et l'amande. Aucun attribut négatif n'a été signalé. Les résultats de l'analyse sensorielle sont présentés dans les **Figures 11 et 12**.



**Figure 11.** Profil sensoriel des huiles produites - Campagne 2008/09.



**Figure 12.** Profil sensoriel des huiles produites - Campagne 2009/10.

### 4. CONCLUSION ET PROSPECTIVE

Dans le présent travail, les huiles caractérisées de la région Chaouia-Ouardigah possédant un indice de maturité de leurs olives allant de 2,58 à 3,6 appartiennent toutes à la catégorie huile d'olive vierge extra selon les normes du COI.

La qualité de ces huiles d'olive vierges extra est fortement corrélée aux composants mineurs, à savoir : les polyphénols, les orthodiphénols et les tocophérols, ainsi qu'à la nature des acides gras monoinsaturés et polyinsaturés, notamment le rapport acides gras monoinsaturés/polyinsaturés qui est un facteur déterminant de la stabilité oxydative. Par ailleurs, les caractéristiques physico-

chimiques et organoleptiques des quatre variétés d'huiles produites montrent que la région de Chaouia-Ouardigha semble être un couloir favorable à la production d'une huile d'olive de qualité supérieure. Néanmoins, la qualité de l'huile en termes de richesse en antioxydants et en stabilité oxydative dépend du profil variétal. En effet, la variété espagnole Arbéquine appréciée récemment par plusieurs oléiculteurs en raison de sa précocité d'entrée en production et son rendement élevé en huile, reste toujours une variété instable, étant donné qu'elle présente une stabilité oxydative moindre et des teneurs faibles en antioxydants naturels par rapport aux variétés

marocaines Picholine marocaine et Haouzia et à la variété Koroneiki d'origine grecque. Ainsi, pour mieux valoriser le couloir Chaouia-Ouardigha en termes de qualité d'huile d'olive, le choix des oléiculteurs de cette région devrait favoriser les variétés d'olive produisant une huile de qualité supérieure telles que les variétés marocaines Picholine marocaine et Haouzia et la variété grecque Koroneiki et opter également pour des coupages bien étudiés entre des variétés instables à rendement intéressant (Arbéquine) et des variétés plus stables (variétés marocaines, Koroneiki, etc.), pour cibler aussi bien la qualité que la productivité.

## 5. BIBLIOGRAPHIE

- Abaza L., Taamalli W., Ben Temime S., Daoud D., Gutierrez F., Zarrouk M., 2005. Natural antioxidant composition as correlated to stability of some Tunisian virgin olive oils. *Rivista Italiana Delle Sostanze Grasse* (82) 12-18.
- Aparicio R., Luna G., 2002. Characterisation of monovarietal virgin olive oils. *European Journal of Lipid Sciences and Technology* (104) 614-627.
- Aziz A., Mandli J., Haddam M., 2012. Étude et Validation d'une méthode de dosage des orthodiphénols dans l'huile d'olive selon la norme française NF T 90-210, Mai 2009. *Les technologies de laboratoire*, vol 7 n°28.
- Benabid H., 2009. Caractérisation de l'huile d'olive algérienne. Apport des méthodes chimométriques. Thèse de doctorat en science de la nutrition, de l'alimentation et des technologies agro-alimentaires (INATAA), Constantine.
- Bendriss K., 2010. Présentation : « Appellation d'origine protégée huile d'olive Tyout Chiadma. Expérience marocaine » au séminaire international consacré aux indications géographiques dans le secteur de l'huile d'olive et des olives de table, octobre 2010, Reggio di Calabria, Italie.
- Ben Temime S., Taamalli W., Bacourri B., Abaza L., Daoud D., Zarrouk M. 2006. Changes in olive oil quality of Chétoui variety according to origin of plantation. *Journal of Food Lipids* (13 ), 88-99.
- Ben Temime S., Manai H., Methenni K., Baccouri B., Abaza I., Sanchez Casas J. *et al.*, 2008a. Sterolic composition of Chétoui virgin olive oil: Influence of geographical origin. *Food chemistry* (110) 368-374.
- Bouroche J.M., Saporta G., 1994. *Que sais-je ? - L'analyse des données*, PUF, 6<sup>e</sup> édition, France.
- Boskou D., 1996. *Olive Oil: Chemistry and Technology*. American Oil Chemist's Society Press. Champaign, IL, USA, pp. 52-83 & 115-17
- Ceballos C., Moyano M.J., Vicario I.M., Alba J., Heredia F.J., 2003. Chromatic Evolution of Virgin Olive Oils Submitted to an Accelerated Oxidation Test. *Journal of the American Oil Chemist's Society* (80) 3, 257-262.
- Chimi H., Rahmani M., Cillard J., Cillard P., 1990. Autoxydation des huiles d'olive : rôle des composés phénoliques. *Revue Française des Corps Gras* 37:363-367.
- COI/OH/Doc. n° 1. Novembre 2011.
- COI/T.20 n° 15/Rév. 4. Novembre 2011. Analyse sensorielle de l'huile d'olive, Méthode d'évaluation organoleptique de l'huile d'olive.
- Dag A., Kerem Z., Yogev N., Zipori I., Lavee S., Ben-David E., 2011. Influence of time of harvest and maturity index on olive oil yield and quality. *Science Horticulturae*, Vol. 127, 358-366.
- Evrard J., Pagès X., Argenson C., Morin O., 2007. Procédés d'obtention et compositions nutritionnelles des huiles de tournesol, olive et colza. [Cahiers de Nutrition et de Diététique](#) (42) 1, 13-23.
- Fielding J.M., Sinclair A.J., Di Gregorio G., Joveski M., Stockmann R., 2003. Relationship between colour and aroma of olive oil and nutritional content. *Asia. Pac. J. Clin. Nutr.* 12:36.
- García J.M., Sella S., Pérez-Camino M.C., 1996. Influence of Fruit Ripening on Olive Oil Quality, *Journal and Agricultural Food Chemistry*, 44 (11), pp 3516-3520.
- Gharby S., Harhar H., El Monfalouti H., Kartah B., Maata N., Guillaume D., Charrouf Z., 2011. Chemical and oxidative properties of olive and argan oils sold on the Moroccan market. A comparative study. *Mediterranean Journal of Nutrition and Metabolism* (44), 1-8.
- Gutfinger T., 1981. Polyphenols in olive oils. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 58, 966.
- Gutiérrez F., Arnaut T., Garrido A., 2001. Contribution of polyphenols to the oxidative stability of virgin olive oil. *Journal Sciences Food Agriculture*. 81, 1-8.
- Gutiérrez F., Villafranca M.J., Castellano J.M., 2002a. Changes in the Main Components and Quality Indices of Virgin Olive Oil During Oxidation. *Journal American Oil Chemist's Society*. (79) 7, 669-676.
- Idrissi J., Rahmani M., Souzi A., Décembre 2011/Juin 2012. Étude du mécanisme de désactivation de l'oxygène singulet par les polyphénols lors de la

- photooxydation de l'huile d'olive. *Al Awamia* 125-126.
- Indicateur Macroéconomique et agricole – Med agri 2005 et statistiques Nations Unies 2006 (Maroc E. 108/Doc. N° 4 Mise à jour n° 31 Réf. 21 p 1).
- Judde A., 2004. Prévention de l'oxydation des acides gras dans un produit cosmétique : mécanisme, conséquences, moyens de mesure, quels antioxydants pour quelle application ? *OCL - Vol. 11- N. 6*, p 414-418.
- Karleskind A., 1992. « Manuel des corps gras », Tech. et Doc. Lavoisier, Paris. Tome 1.
- Mahhou A., Taiebi Z., Hadiddou A., Oukabli A., Mamouni A., 2011. Performance et qualité de production des variétés d'olivier Arbéquine, Koroneiki et Picholine marocaine conduites en irrigué dans la région de Settat (Maroc) ; *Olivæ* n° 116 p 44-59.
- Maestro-Duran R., León-Cabello R., Ruiz-Gutiérrez V., Fiestas P., Vázquez-Roncera A., 1994. Glucósidos fenólicos amargos de la semilla del olivo (*Olea Europea*). *Grasas y Aceites*, 45: 332-35.
- Mateos R., Uceda M., Aguilera M.A., Escuderos M.E., Beltran Maza G., 2006. Relationship of Rancimat method values at varying temperatures for virgin olive oils. *European Food Research and Technology* (223) 246-252.
- Matthaus B., 1996. Determination of the Oxidative Stability of Vegetable Oils by Rancimat and Conductivity and chemiluminescence Measurements. [American Oil Chemists' Society](#), (73) 8, 1039-1043.
- Monographie agricole région Chaouia-Ouadigha, Ministère de l'Agriculture et de la Pêche maritime, Direction régionale de l'Agriculture, Région Chaouia-Ouadigha, juillet 2009.
- Ollé M., 2002. Analyse des corps gras, DGCCRF, Laboratoire interrégional de Montpellier, France, Techniques de l'ingénieur, p 3325.
- Ollivier D., (2003a). Recherche d'adultération dans les huiles végétales : application à la qualité des huiles vierges et notamment de l'huile d'olive. *Oléagineux Corps Gras Lipides* (10) 315-320.
- Ollivier D., Boubault E., Pinatel C., Souillot S., Guère M., Artaud J., 2004. Analyse de la fraction phénolique des huiles d'olive vierges. *Annales des falsifications, de l'expertise chimique et toxicologique*, N° 965, p 169-196.
- Owen R.W., Giacosa A., Hull W.E., Haubner R., Spiegelhalder B., Bartsch H., 2000. The antioxidant/anticancer potential of phenolic compounds isolated from olive oil. *European Journal of Cancer*. 36: 1235-47.
- Rahmani M., 2007. Méthodes d'évaluation de la stabilité oxydative des lipides. *Les technologies de laboratoire* (2) 18-21.
- Ranalli A., Lucera L., Contento S., 2003. Antioxidizing potency of phenol compounds in olive oil mill wastewater. *J. Agric. Food Chem.* 51: 7636-41.
- Reboul E., Thap S., Perrot E., Amiot M.J., Lairon D., Borel P., 2007. Effect of the main dietary antioxidants (carotenoids,  $\gamma$ -tocopherol, polyphenols and vitamin C) on  $\alpha$ -tocopherol absorption. *European Journal of Clinical Nutrition*, (61) 1167-1173.
- Tsimidou M., Papadopoulos G., Boskou D., 1992. Determination of phenolic compounds in virgin olive oil by reversed-phase HPLC with emphasis on UV detection. *Food Chemistry*, 44, 53-60.
- Ucella N., Casuscelli F., De Nino A., Gallo F.R., Procopio A., Romeo G., 1994. *Olea Europea L. Biophenols. Applications of Modern Analytical Methodologies. Research and innovation in Agrifood Industry*. 1: 178-91.
- Vázquez Roncero A., Janer del Valle C., Janer del Valle M.L., 1973. Determinación de los polifenoles totales en aceite de oliva. *Grasas y Aceites* 24, 350-35.
- Velasco J., Dobarganes C., 2002. Oxidative stability of virgin olive oil. *European Journal of Lipid Science and Technology*. 104 ; 661-676. Instituto de la Grasa (CSIC), Sevilla, Spain.
- Uceda M., Frías L., 1975. Épocas de recolección. Evolución del contenido graso del fruto y de la composición y calidad del aceite, in: IOOC (Ed.), *Proceedings of II Seminario Oleícola Internacional*, Córdoba, Spain.
- Zaher H., Boulouha B., Baaziz M., Sikaoui L., Udupa SM, 2011. Morphological and genetic diversity in olive (*Olea europaea* Sub sp. *europaea* L.) clones and varieties *Plant Omics Journal* 4 (7) ; 370-376.

# Composition en acides gras et en triglycérides d'huiles d'olive vierges de 34 variétés et 8 Appellations d'Origine françaises et de 2 variétés étrangères implantées en France : constitution d'une banque de données (première partie)

D. Ollivier<sup>1</sup>, C. Pinatel<sup>2</sup>, V. Ollivier<sup>1</sup> et J. Artaud<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Laboratoire de Marseille, Service Commun des Laboratoires, Ministère des Finances, 146 traverse Charles-Susini, 13388 Marseille Cedex 13, France.

<sup>2</sup> Association Française Interprofessionnelle de l'Olive (AFIDOL), Maison des Agriculteurs, 22 avenue Henri-Pontier, 13626 Aix-en-Provence Cedex, France.

<sup>3</sup> Aix-Marseille Université, Faculté des Sciences de St Jérôme, avenue Escadrille Normandie-Niemen, 13397 Marseille cedex 20, France.

## RÉSUMÉ

La France est riche d'environ deux cents variétés d'oliviers et de huit Appellations d'Origine Contrôlée ou Protégée (AO) réparties sur treize départements du sud du pays. Une quinzaine de variétés environ sont d'intérêt général car elles occupent des surfaces cultivées importantes ou rentrent dans la composition d'huiles labélisées. La demande croissante de traçabilité des produits agro-alimentaires nécessite de disposer d'outils non subjectifs pour déterminer l'origine des matières premières ainsi que celle des produits finis. La conformité des produits vendus avec une indication d'origine variétale ou géographique, la réglementation précise sur les huiles bénéficiant d'une labellisation (AOP, AOC, IGP...) et le contrôle de la loyauté des échanges commerciaux exigent de disposer de moyens efficaces et rapides d'authentification. Les compositions moyennes en acides gras et en triglycérides ont été déterminées pour trente-quatre variétés françaises, deux variétés étrangères implantées en France et huit Appellations d'Origine (n=2035). Les huiles françaises se distinguent par leur grande diversité de compositions. La création d'indices à partir des acides gras et la composition des principaux triglycérides ont servi à classer les différentes huiles entre elles. Les résultats sont confortés par une Analyse en Composantes Principales à partir des 34 variables déterminées. Ces données font partie d'une banque originale de données comportant plus de 3 000 échantillons. La banque de données est à la base de traitements statistiques permettant d'authentifier les huiles. La deuxième partie de cette étude propose une méthode simple, rapide, fiable et visuelle pour répondre à la problématique posée.

**Mots clés :** huiles d'olive vierges françaises, acides gras, triglycérides, traçabilité, banque de données

## 1. INTRODUCTION

Le bassin Méditerranéen possède un patrimoine oléicole très riche avec plus de 2 000 cultivars d'oliviers dénombrés à ce jour [1], dont environ deux cents se trouvent en France [2, 3]. Les cultivars français se répartissent en fonction de l'importance de leur surface de culture, en variétés d'intérêt général et en variétés d'intérêt local. Les variétés d'intérêt général sont au nombre de onze, selon le Catalogue officiel des espèces et variétés [4], et de treize, selon Moutier *et al.* [1]. Les huiles de certaines variétés d'intérêt général et de certaines variétés d'intérêt local sont à la base des huit Appellations d'Origine Contrôlée ou Protégée (AO) françaises existant à ce jour. Jusqu'à ces dernières années, il n'existait pas de données exhaustives sur les compositions chimiques des huiles d'olive françaises. Cette absence était préjudiciable à l'oléiculture française qui, bien que très modeste par rapport à celles des autres pays méditerranéens, présente une originalité et une grande diversité de caractéristiques, notamment organoleptiques [5, 6]. De plus, actuellement, un des problèmes principaux dans l'industrie agro-alimentaire est de disposer d'outils objectifs pour déterminer l'origine des matières premières ainsi que celle des produits finis afin d'assurer leur traçabilité du producteur aux consommateurs. L'authentification de l'origine des huiles d'olive vierges est un exemple de cette problématique. En effet, l'huile d'olive vierge, en raison de son prix élevé par rapport aux autres huiles alimentaires d'une part, et des différences de prix importantes entre les diverses provenances et qualités d'autre part, a fait l'objet de nombreuses études qui proposent des moyens pour déterminer leur origine variétale ou leur qualification par une labellisation. Ainsi, la conformité des produits vendus avec une indication d'origine variétale ou géographique, la réglementation précise sur les huiles bénéficiant d'une labellisation (AOP, IGP...) et le contrôle de la loyauté des échanges commerciaux nécessitent de disposer de moyens efficaces et rapides d'authentification. Aussi, se sont développées quatre approches différentes et complémentaires sur les huiles : l'analyse sensorielle [6], la biologie moléculaire [7], les spectroscopies infrarouge [8, 9] et RMN [10, 11] et l'analyse de la composition chimique. La caractérisation variétale basée sur la composition chimique a porté sur de nombreuses familles de composés : acides gras et triglycérides [5, 12],

stéroïdes [13], composés volatils [14], hydrocarbures [15]. Les approches spectroscopiques et chimiques sont associées à des traitements chimiométriques des données tels que l'Analyse en Composante Principales (ACP), la Soft Modélisation Indépendante de l'Analogie de Classe (SIMCA), l'Analyse Discriminante par la régression des Moindres Carrés Partiels (PLS-DA).

Il y a plusieurs années, nous avons entrepris une étude générale des huiles d'olive vierges françaises (HOV) monovariétales ou labellisées à partir de leurs compositions en acides gras et en triglycérides [5, 16, 17]. Le choix de l'analyse des acides gras et des triglycérides a été fait en tenant compte de leur relative facilité d'analyse et de leur stabilité au cours du temps par rapport aux composés des autres familles chimiques présentes dans les HOV. Les données chromatographiques ont fait l'objet d'analyses chimiométriques qui ont permis de discriminer des huiles de variétés d'intérêt général [13] et des huiles labellisées [6, 17]. Cette étude a été étendue à de nombreuses huiles françaises monovariétales ou bénéficiant d'une Appellation d'Origine, à des huiles provenant de variétés étrangères implantées en France mais aussi à des huiles étrangères, afin de constituer une banque de données AGTG 33 [18] comportant environ 3 000 huiles d'olive d'origines variées.

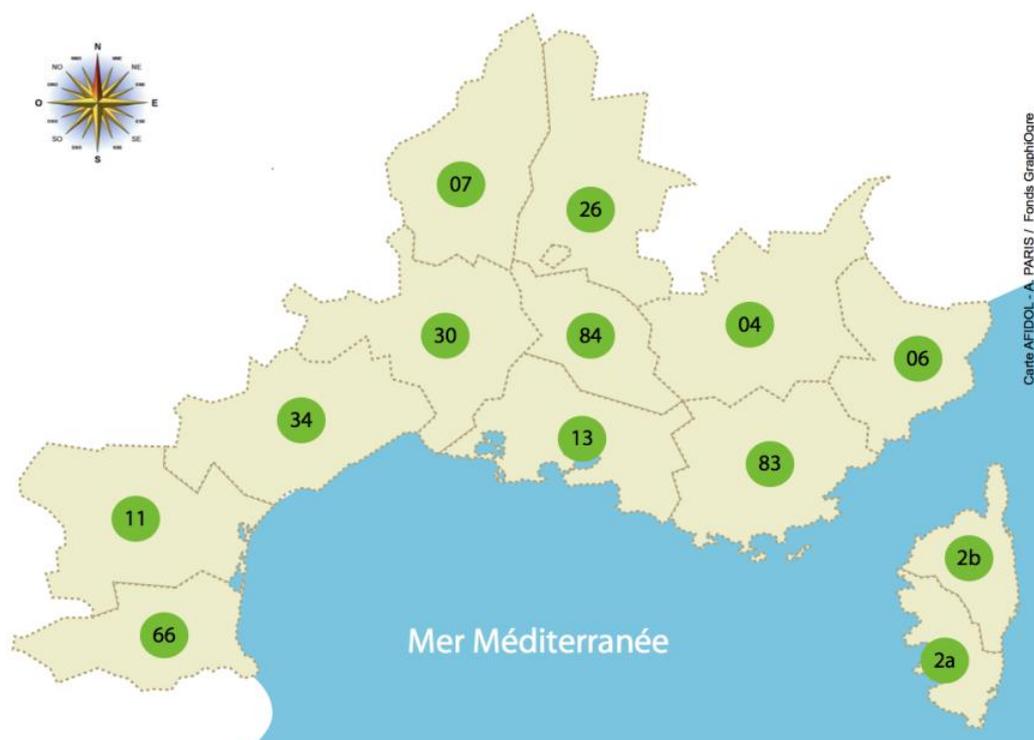
Cette étude présente les compositions moyennes en acides gras et en triglycérides de trente-quatre huiles monovariétales françaises, de deux huiles monovariétales de variétés étrangères cultivées en France et de huit AO et participe à l'amélioration de leur connaissance. Les résultats font partie de la banque de données AGTG 33 [18] dont l'ensemble fera l'objet d'un traitement informatique original permettant une interprétation visuelle et rapide des données dans la deuxième partie de cette étude.

## 2. MATÉRIELS ET MÉTHODES

### 2.1. Matériels

Les échantillons d'huiles d'olive vierges monovariétales (n=1009) et labellisées (AO) (n=1026) proviennent de l'Association Française Interprofessionnelle de l'Olive (AFIDOL), Aix-en-Provence, France et du Service Commun des Laboratoires (SCL) de Marseille, France. Les échantillons ont été collectés durant 10 années de récolte successives (2001-2010).

La **Figure 1** indique les lieux d'implantation principale des différentes variétés et des AO.



**Figure 1.** Localisation principale des variétés françaises.

**Départements :** 04 : Alpes de Haute-Provence ; 06 : Alpes Maritimes ; 07 : Ardèche ; 11 : Aude ; 13 : Bouches-du-Rhône ; 2a et 2b : Corse ; 26 : Drome ; 30 : Gard ; 34 : Hérault ; 66 : Pyrénées Orientales ; 83 : Var ; 84 : Vaucluse.

**Variétés :** Aglandau (04, 13, 84), Aubenc (07), Baguet (07), Bé-dé-Cézé (07), Blanche de Paysac (07), Brun (83), Cailletier (06), Clermontoise (34), Coucourelle (83), Cayanne (13), Cayet roux (83), Cayon (83), Dent de Verrat (06), Grassois (83), Grossane (13), Lucques (34), Négrette (30), Olivière (11, 34, 66), Petit ribier (83), Petite noire (06), Petite violette (07), Pointue de l'Ardèche (07), Picholine du Languedoc (13, 30, 2a et 2b), Rougette de l'Ardèche (07), Rougette de l'Hérault (34), Roussette du Var (83), Sabine (2a et 2a), Salonenque (13), Tanche (26, 83), Tripue (06), Verdale 13 ou Verdale des Bouches-du-Rhône (13), Verdale 34 ou Verdale de l'Hérault (34), Verdale 66 ou Verdale de Millas (66).

## 2.2. Préparation et analyse des esters méthyliques d'acides gras

120 mg d'huile d'olive vierge dans 2 ml d'isooctane sont transestérifiés à froid par une solution de potasse méthanolique 2M (1 mL). Le mélange réactionnel est agité au vortex pendant 2 min puis centrifugé. La phase supérieure contenant les esters méthyliques d'acide gras est additionnée de 2 mL d'isooctane. Une partie aliquote est prélevée pour l'analyse. Les analyses sont réalisées sur un chromatographe Perkin-Elmer Autosystem 9000XL équipé d'un injecteur split/splitless (T=250°C), d'un détecteur à ionisation de flamme (FID) (T=250°C) et d'un passeur automatique. La colonne capillaire DB WAX (JW) a les caractéristiques suivantes : L=60 m,  $\Phi_{int}=0,25$  mm,  $e_f=0,25$   $\mu$ m). Le gaz vecteur est l'hydrogène (154 kPa avec une division de fuite de 70). La température du four est programmée : 13 min à 200°C, 200°C à 230°C à 6°C/min, 17 min à 230°C. Toutes les analyses sont dupliquées. L'identification des esters méthyliques d'acides gras a été réalisée dans un précédent

travail [5, 17]. Les taux d'acides gras ont été déterminés par normalisation interne sans tenir compte des facteurs massiques de réponse et en ne prenant en compte que les acides gras dont les taux sont supérieurs à 0,01%. Un échantillon de référence, provenant du circuit d'analyse d'agrément des laboratoires organisé par le Conseil oléicole international (COI), est systématiquement analysé avant chaque série d'analyse afin de valider les résultats. Les coefficients de variation, calculés sur 60 analyses du même échantillon, sont inférieurs à 5 % pour les acides gras principaux et inférieurs à 10 % pour certains acides gras mineurs [17].

## 2.3. Analyse du squalène

Le squalène est déterminé lors de l'analyse des esters méthyliques d'acides gras par normalisation interne sans tenir compte de la différence de coefficients de réponse entre les esters méthyliques d'acides gras et le squalène.

## 2.4. Analyse des triglycérides

Les triglycérides sont analysés à l'aide d'un chromatographe Merck Modèle LaChrom équipé d'une colonne Merck RP-18 Supersphère 100 (L=250 mm, d<sub>i</sub>= 4 mm), thermostatée à 28°C et d'un détecteur réfractométrique Merck L-7490. 10 µL d'une solution de triglycérides à 5 % (p/v) dans le propionitrile (CHEM-LAB NV, Belgique) [19] sont injectés à l'aide d'un passeur automatique (Merck L-7200) et d'une boucle d'injection de 100 µL. Le solvant d'élution est le propionitrile avec un gradient linéaire de débit variant de 0,5 à 1 mL/min pendant 47 min. Toutes les analyses sont dupliquées.

Les triglycérides se séparent en fonction de leur nombre de carbone équivalent (ECN) défini par la relation  $CN-2n$ . CN représente le nombre total d'atomes de carbone des chaînes acyles et n le nombre total de doubles liaisons des chaînes acyles. L'identification des triglycérides a été réalisée à l'aide des données de la littérature [20] et après collection des pics en chromatographie liquide et analyse de leurs esters méthyliques [17].

Ne disposant pas de valeurs pour un échantillon de référence, nous avons créé un échantillon de référence en construisant une carte de contrôle et en prenant comme référence les valeurs moyennes obtenues pour les triglycérides [17]. Les coefficients de variation, calculés sur 33 analyses, sont inférieurs à 5 % pour les triglycérides dont le taux est supérieur à 2 %. Pour les triglycérides dont le taux est compris entre 1 et 2 %, les coefficients de variation sont inférieurs à 10 % [17].

## 2.5. Indices moyens

Quatre indices moyens caractérisant les HOV ont été calculés. Ils sont définis ci-dessous :

- l'indice de mono-insaturation (**IMI**) est le rapport de la somme des acides gras mono-insaturés sur la somme des acides gras saturés ;
- l'indice de poly-insaturation (**IPI**) est le rapport des acides gras polyinsaturés sur la somme des acides gras saturés ;
- l'indice d'insaturation totale (**IIT**) est le rapport des acides gras mono et polyinsaturés sur la somme des acides gras saturés ;

- L'indice d'imparité (**Iimp**) est le rapport de la somme des acides gras impairs à 17 atomes de carbone sur la somme des acides pairs, multiplié par 100.

## 2.6 Nomenclature

*Acides gras*: acide palmitique (16:0), (acide hexadécanoïque); acide hypogéique (16:1ω9), (acide 7-hexadécénoïque); acide palmitoléique (16:1ω7) (acide 9-hexadécénoïque); acide margarique (17:0), (acide heptadécanoïque); acide margaroléique (17:1ω8), (acide 9-heptadécénoïque); acide oléique (18:1ω9), (acide 9-octadécénoïque); acide Z-vaccénique (18:1ω7), (acide 11-octadécénoïque); acide linoléique (18:2ω6), (acide 9,12-octadécadiénoïque); acide linoléinique (18:3ω3), (acide 9,12,15-octadécatriénoïque); acide arachidique (20:0), (acide eicosanoïque); acide gondoïque (20:1ω9), (acide 11-eicosénoïque) [13]; acide béhénique (22:0), (acide docosanoïque); acide lignocérique (24:0), (acide tétracosanoïque).

*Triglycérides*. Les triglycerides sont désignés par les lettres correspondant à l'abréviation des acides gras qui sont fixés sur le glycérol : P, palmitoyle ; Po, palmitoléyle ; S, stéaroyle ; O, oléoyle ; L, linoléoyle ; Ln, linoléolényle et A, arachidoyle.

## 3. RÉSULTATS ET DISCUSSION

Tous les échantillons étudiés possèdent les mêmes acides gras, au nombre de quatorze (**Tableaux 1a, 1b et 2**). Leurs pourcentages varient de façon intra et inter variétés. Les variations intra variétales peuvent être attribuées à différents paramètres environnementaux et de culture : terroir, conditions climatiques, façons culturales, maturité des olives... Les variations inter variétales proviennent de différences génétiques. Les **Tableaux 1a et 1b** donnent les valeurs moyennes de chacun des acides gras dont le taux est supérieur à 0,01 % ainsi que les quatre indices moyens IMI, IPI, IIT et Iimp.

**Tableau 1a.** Compositions moyennes en acides gras<sup>1</sup> (%) et en squalène d'huiles d'olive vierges provenant de 14 variétés d'intérêt général

Acides gras Variétés	Aglандаu	Bouteillan	Cailletier	Cayanne	Cayet roux	Cayon	Grossane	Lucques	Olivière	Picholine L	Salonenque	Tanche	Verdale 13	Verdale 34
	n=128	n=63	n=163	n=12	n=4	n=14	n=25	n=21	n=32	n=107	n=52	n=151	n=5	n=11
<b>16 :0</b>	12,78	12,02	10,88	11,14	12,80	10,29	14,19	11,98	11,96	10,75	14,58	8,43	13,13	12,70
<b>16 :1<math>\omega</math>9</b>	0,14	0,13	0,10	0,17	0,10	0,20	0,11	0,14	0,14	0,13	0,12	0,15	0,10	0,14
<b>16 :1<math>\omega</math>7</b>	1,03	0,63	0,63	0,71	0,89	0,94	1,75	0,86	1,42	0,58	1,07	0,39	1,00	0,88
<b>17 :0</b>	0,17	0,13	0,05	0,05	0,12	0,05	0,05	0,15	0,11	0,06	0,07	0,05	0,05	0,14
<b>17 :1<math>\omega</math>8</b>	0,34	0,21	0,10	0,12	0,34	0,09	0,12	0,28	0,28	0,10	0,12	0,08	0,09	0,26
<b>18 :0</b>	2,48	2,53	2,13	1,76	1,43	2,12	1,94	2,34	1,75	2,24	2,60	2,66	2,04	2,02
<b>18 :1<math>\omega</math>9</b>	71,97	68,24	75,55	75,09	66,70	78,83	69,26	72,91	74,43	73,73	64,13	79,51	65,12	68,44
<b>18 :1<math>\omega</math>7</b>	2,49	1,96	2,13	20,51	3,26	2,25	3,33	2,21	3,49	1,84	2,46	1,47	2,81	2,43
<b>18 :2<math>\omega</math>6</b>	7,19	12,28	6,99	6,86	12,92	3,82	7,70	7,53	4,04	8,92	13,38	5,81	14,21	11,51
<b>18 :3<math>\omega</math>3</b>	0,60	0,96	0,60	0,60	0,64	0,63	0,71	0,73	0,69	0,84	0,59	0,61	0,67	0,79
<b>20 :0</b>	0,40	0,43	0,37	0,38	0,30	0,36	0,38	0,40	0,31	0,36	0,44	0,38	0,36	0,33
<b>20 :1<math>\omega</math>9</b>	0,25	0,30	0,31	0,40	0,33	0,26	0,29	0,32	0,27	0,32	0,25	0,31	0,25	0,21
<b>22 :0</b>	0,12	0,13	0,12	0,15	0,12	0,22	0,12	0,11	0,08	0,09	0,13	0,10	0,10	0,10
<b>24 :0</b>	0,05	0,06	0,05	0,06	0,06	0,05	0,05	0,06	0,04	0,05	0,07	0,04	0,05	0,04
<b>Squal.</b>	0,81	0,93	0,43	0,50	0,87	0,57	0,91	0,46	0,65	0,70	0,64	0,92	1,01	0,75
<b>IMI</b>	4,77	4,71	5,78	5,83	4,86	6,45	4,46	5,12	5,66	5,65	3,79	6,99	4,40	4,72
<b>IPI</b>	0,49	0,87	0,56	0,55	0,92	0,35	0,50	0,55	0,33	0,72	0,78	0,55	0,94	0,80
<b>IIT</b>	5,25	5,58	6,34	6,38	5,78	6,80	4,96	5,67	5,99	6,37	4,56	7,54	5,34	5,52
<b>Iimp</b>	3,21	2,19	1,06	1,28	3,11	1,11	1,02	2,81	2,73	1,14	1,05	1,06	0,93	2,58

<sup>1</sup> déterminée sous forme d'esters méthyliques, % d'aires des acides gras totaux.

**Squal.** : Squalène ; **Picholine L** : Picholine du Languedoc ; **Verdale 13** : Verdale des Bouches du Rhône ; **Verdale 34** : Verdale de l'Hérault.

**Tableau 1b.** Compositions moyennes en acides gras<sup>1</sup> (%) et en squalène d'huiles d'olive vierges provenant de 22 variétés d'intérêt local

Acides gras Variétés	Aubenc	Arbéquine F <sup>2</sup>	Arboussane F <sup>2</sup>	Baguet	Bé-dé-Cézé	Blanche de Paysac	Brun	Clermontaise	Coucourelle	Dent de Yerrat	Grassois	Négrette	Petit ribier	Petite noire	Petite violette	Pointue 07 <sup>3</sup>	Rougette 07 <sup>3</sup>	Rougette 34 <sup>4</sup>	Rousette 83 <sup>6</sup>	Sabine	Tripue	Verdale 66 <sup>5</sup>
	n=5	n=38	n=10	n=3	n=6	n=6	n=27	n=4	n=5	n=5	n=3	n=27	n=19	n=5	n=3	n=3	n=27	n=13	n=5	n=9	n=5	n=77
<b>16:0</b>	10,46	14,22	12,88	13,76	13,66	11,18	12,53	11,67	14,06	12,71	11,86	9,88	11,24	12,52	8,13	12,89	11,76	10,24	10,78	11,22	13,70	11,00
<b>16:1ω9</b>	0,10	0,14	0,08	0,12	0,14	0,11	0,14	0,13	0,16	0,10	0,13	0,14	0,06	0,12	0,13	0,14	0,15	0,14	0,09	0,18	0,08	0,10
<b>16:1ω7</b>	0,51	1,51	1,12	1,51	1,12	0,54	1,39	0,75	1,66	1,20	0,72	0,61	0,60	0,61	0,51	0,75	1,05	0,63	0,60	0,057	1,43	0,52
<b>17:0</b>	0,04	0,11	0,13	0,04	0,04	0,05	1,12	0,18	0,09	0,05	0,04	0,13	0,05	0,04	0,16	0,14	0,05	0,12	0,15	0,05	0,05	0,06
<b>17:1ω8</b>	0,07	0,23	0,28	0,09	0,07	0,09	0,24	0,27	0,22	0,10	0,08	0,22	0,09	0,09	0,25	0,25	0,09	0,30	0,24	0,06	0,09	0,09
<b>18:0</b>	2,86	1,75	2,11	1,30	2,20	2,36	2,03	2,81	1,53	2,21	1,81	3,68	1,97	1,78	2,75	2,43	2,70	1,56	2,78	2,54	1,74	3,13
<b>18:1ω9</b>	78,08	69,39	74,49	71,43	68,12	72,66	70,68	71,08	68,54	74,31	75,13	73,57	76,05	72,45	82,30	71,71	72,46	72,97	77,63	71,55	68,49	74,88
<b>18:1ω7</b>	1,71	3,48	2,86	3,91	2,63	2,04	2,85	2,11	3,75	2,56	2,81	1,91	2,11	2,68	1,32	2,14	2,16	2,14	1,61	1,64	3,06	1,73
<b>18:2ω6</b>	4,92	7,78	4,54	6,54	10,16	9,57	8,76	9,37	8,53	5,48	6,01	8,12	6,39	8,23	2,86	8,20	8,10	10,49	4,62	10,45	9,94	6,99
<b>18:3ω3</b>	0,38	0,53	0,57	0,76	1,08	0,64	0,55	0,67	0,57	0,55	0,70	0,87	0,63	0,67	0,71	0,54	0,62	0,69	0,61	0,91	0,68	0,58
<b>20:0</b>	0,44	0,38	0,41	0,23	0,38	0,37	0,34	0,47	0,35	0,35	0,30	0,44	0,34	0,32	0,43	0,40	0,44	0,28	0,42	1,40	0,33	0,49
<b>20:1ω9</b>	0,24	0,30	0,30	0,22	0,22	0,26	0,23	0,28	0,36	0,22	0,28	0,28	0,30	0,32	0,31	0,23	0,25	0,29	0,28	0,27	0,26	0,25
<b>22:0</b>	0,14	0,12	0,16	0,07	0,13	0,10	0,10	0,14	0,12	0,12	0,09	0,11	0,11	0,11	0,11	0,12	0,13	0,09	0,14	0,09	0,12	0,13
<b>24:0</b>	0,06	0,06	0,06	0,04	0,05	0,04	0,04	0,06	0,06	0,04	0,04	0,05	0,05	0,05	0,05	0,06	0,05	0,04	0,05	0,06	0,04	0,05
<b>Squa.<sup>7</sup></b>	0,92	0,43	0,43	0,68	0,73	0,75	0,33	0,64	0,94	0,28	0,35	0,73	0,86	0,67	1,00	0,95	0,72	0,63	0,53	0,39	0,97	0,73
<b>IMI</b>	5,78	4,52	5,01	5,01	4,37	5,38	4,94	4,86	4,58	5,08	5,60	5,40	5,75	5,14	7,30	4,69	5,02	6,18	5,51	5,19	4,62	5,26
<b>IPI</b>	0,38	0,50	0,32	0,47	0,68	0,72	0,61	0,66	0,56	0,39	0,47	0,63	0,51	0,60	0,31	0,54	0,57	0,91	0,36	0,80	0,67	0,541
<b>IIT</b>	6,16	5,02	5,33	5,48	5,05	6,10	5,55	5,51	5,14	5,47	6,07	6,03	6,26	5,74	7,61	5,23	5,59	7,09	5,87	5,99	5,28	5,77
<b>limp</b>	0,76	2,02	2,60	0,84	0,68	0,97	2,40	2,96	1,87	0,97	0,83	2,45	0,96	0,90	3,53	2,41	0,92	3,38	2,67	0,74	0,86	1,01

<sup>1</sup>déterminée sous forme d'esters méthyliques, % d'aires des acides gras totaux.

<sup>2</sup>Variétés étrangères implantées en France ; <sup>3</sup>07 : Ardèche, <sup>4</sup>34 : Hérault, <sup>5</sup>66 : Pyrénées orientales ; <sup>6</sup>83 : Var ;

<sup>7</sup>Squalène.

**Tableau 2.** Compositions moyennes en acides gras<sup>1</sup> (%) d'huiles d'olive vierges provenant de huit Appellations d'Origines françaises

Acides gras Appellations	Aix-en-Provence	Corse	Haute-Provence	Nice	Nîmes	Nyons	Provence	Vallée des Baux de Provence
	n=181	n=35	n=141	n=163	n=70	n=151	n=87	n=198
<b>16:0</b>	13.78	12.76	11.76	10.73	10.82	8.43	12.24	14.12
<b>16:1ω9</b>	0.12	0.11	0.14	0.10	0.13	0.15	0.13	0.12
<b>16:1ω7</b>	1.06	0.94	0.88	0.61	0.60	0.39	0.91	1.13
<b>17:0</b>	0.12	0.04	0.18	0.05	0.06	0.05	0.12	0.08
<b>17:1ω8</b>	0.21	0.08	0.35	0.10	0.10	0.08	0.22	0.14
<b>18:0</b>	2.57	2.09	2.41	2.10	2.35	2.68	2.52	2.54
<b>18:1ω9</b>	68.05	72.38	73.89	75.88	73.95	79.48	71.56	65.71
<b>18:1ω7</b>	2.45	2.63	2.29	2.10	1.87	1.47	2.27	2.55
<b>18:2ω6</b>	10.17	7.46	6.68	6.87	8.46	5.83	8.55	12.12
<b>18:3ω3</b>	0.61	0.69	0.59	0.60	0.83	0.61	0.65	0.64
<b>20:0</b>	0.43	0.37	0.39	0.37	0.37	0.38	0.40	0.43
<b>20:1ω9</b>	0.25	0.30	0.26	0.32	0.31	0.31	0.26	0.25
<b>22:0</b>	0.12	0.11	0.12	0.12	0.09	0.10	0.13	0.12
<b>24:0</b>	0.06	0.05	0.05	0.05	0.05	0.04	0.05	0.06
<b>Squa.<sup>2</sup></b>	0.72	0.55	0.82	0.44	0.69	0.91	0.75	0.71
<b>IMI</b>	4.23	4.96	5.22	5.89	5.57	6.99	4.89	4.03
<b>IPI</b>	0.63	0.53	0.49	0.56	0.67	0.55	0.60	0.73
<b>IIT</b>	4.86	5.49	5.71	6.44	6.25	7.54	5.49	4.76
<b>limp</b>	1.92	0.83	3.53	1.09	1.19	1.04	2.19	1.29

<sup>1</sup> déterminée sous forme d'esters méthyliques, % d'aires des acides gras totaux.

<sup>2</sup> Squalène.

Les acides oléique (18:1Δ9), palmitique (16:0), linoléique (18:2Δ6) et stéarique (18:0) sont les acides gras principaux communément trouvés dans les HOV. Les isomères mono-insaturés des acides à seize atomes de carbone (hypogéique, 16:1Δ9; palmitoléique, 16:1Δ7) et dix-huit atomes de carbone (oléique, 18:1Δ9; Z-vaccénique, 18:1Δ7) sont pris en compte séparément, contrairement à la norme commerciale du COI [21] et au règlement européen qui les comptabilisent

ensemble [22]. Cette approche plus rigoureuse est utile pour la distinction des variétés et des AO car plusieurs acides gras mineurs sont des marqueurs pour certaines d'entre elles.

La **Figure 2** représente les indices moyens de chaque variété et de chaque AO ainsi que les indices moyens des trente-six variétés et des huit AO déterminés à partir de 2 035 échantillons.

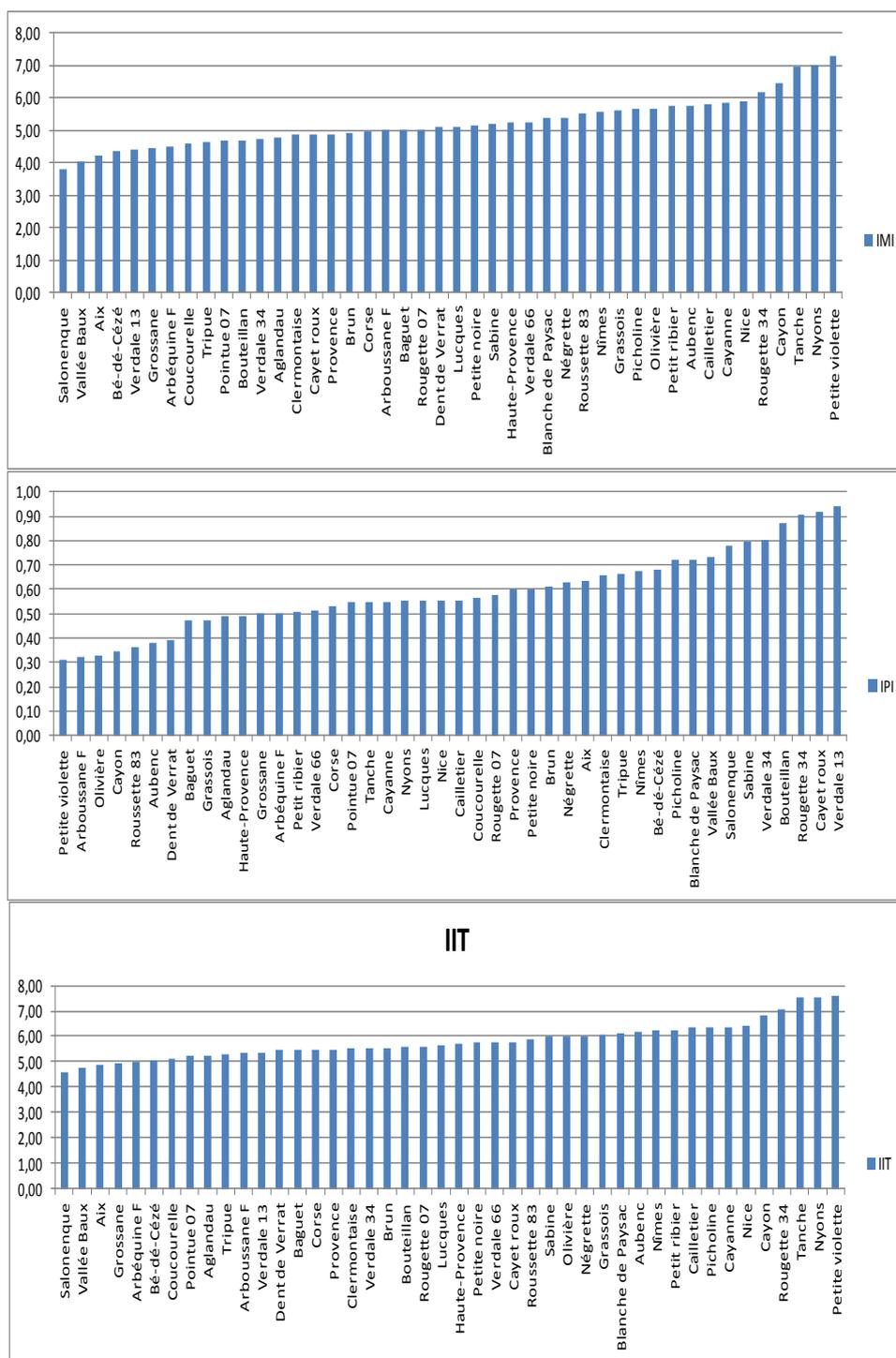


Figure 2. Classement des variétés et des AOP en fonction des quatre indices.

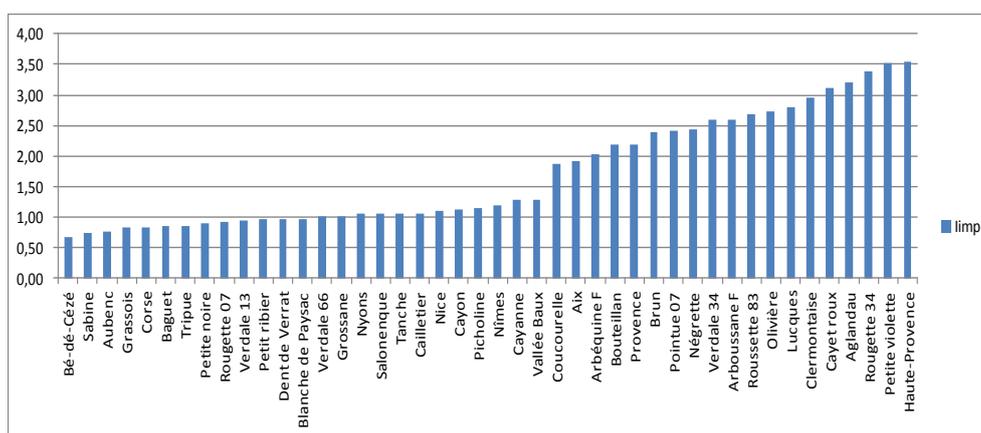


Figure 2 (suite). Classement des variétés et des AOP en fonction des quatre indices.

L'IMI et l'IIT, dominés respectivement par les taux d'acide oléique (18:1Δ9) et d'acide linoléique (18:2Δ6), sont les plus faibles (3,79 et 4,56) pour *Salonenque* et les plus élevés (7,30 et 7,61) pour *Petite Violette*. L'IPI, principalement corrélé au pourcentage d'acide linoléique (18:2ω6), est minimum (0,31) pour *Petite Violette* et maximum (0,94) pour *Verdale 13*. L'limp est directement lié au % d'acides margarique (17:0) et margaroléique (17:1Δ8), *Bé-dé-Cézé* possède l'limp le plus faible (0,68) contrairement à *Petite Violette* où il est le plus élevé (3,53). Le classement des AO selon les indices doit être proche des variétés dont elles sont constituées, notamment quand elles sont composées d'une variété majoritaire ou ultra majoritaire. Ainsi, les AOP *Nyons* et *Nice*, constituées à 95 % des variétés *Tanche* et *Cailletier*, possèdent des indices identiques à leurs variétés respectives. De même, l'AOP *Nîmes*, où domine la variété *Picholine*, a un classement indiciaire voisin de la variété majoritaire. L'*Aglandau*, principale variété française, est caractérisée par un indice d'imparité parmi les plus élevés pour les variétés

françaises étudiées. Cette variété est majoritaire dans les AOP Haute-Provence (~80 %) et Aix-en-Provence (~50 %) tandis qu'elle est présente en plus faible pourcentage dans l'AOP Vallée des Baux (~15 %). Les limp de ces trois AOP décroissent de l'AOP Haute-Provence (3,53) puis l'AOP Aix-en-Provence (1,92) et l'AOP Vallée des Baux de Provence (1,29). L'AOP Corse et l'AOC Provence, constituées de variétés différentes, ont des indices IMI, IPI et IIT voisins. Elles diffèrent par leur limp, plus élevé dans l'AOC Provence que dans l'AOP Corse, en raison de la présence d'*Aglandau* dans l'AOC Provence. Les quatre indices permettent de classer rapidement les différentes huiles mais ne sont pas toutefois suffisants pour les identifier formellement.

Le taux de squalène pour l'ensemble des variétés et des AO est le plus faible pour *Brun* (0,33 %) et le plus élevé pour *Verdale 13* (1,01 %).

Les compositions en triglycérides des 36 variétés et des huit AO sont rassemblées dans les **Tableaux 3a, 3b et 4**.

**Tableau 3a.** Compositions moyennes en triglycérides<sup>1</sup> (%) d'huiles d'olive vierges provenant de 14 variétés d'intérêt général

Triglycérides Variétés	Aglandau	Bouteillan	Cailletier	Cayanne	Cayetroux	Cayon	Grossane	Lucques	Olivière	PicholineL	Salonenque	Tanche	Verdale 13	Verdale 34
	n=128	n=63	n=163	n=12	n=4	n=14	n=25	n=21	n=32	n=107	n=52	n=151	n=5	n=11
LLL	0,09	0,41	0,06	0,09	0,22	0,06	0,09	0,10	0,07	0,07	0,31	0,06	0,41	0,20
OLnL	0,19	0,56	0,20	0,21	0,38	0,14	0,27	0,25	0,13	0,19	0,32	0,17	0,48	0,49
PLnL	0,05	0,15	0,05	0,05	0,13	0,03	0,07	0,06	0,03	0,05	0,11	0,03	0,10	0,12
LOL	1,42	3,99	1,36	1,51	4,24	0,68	1,51	1,66	0,79	1,19	4,05	1,25	4,80	3,31
OLnO	1,44	1,91	1,49	1,57	1,64	1,73	1,86	1,77	1,57	1,47	1,30	1,59	1,78	2,03
PLL	0,51	1,21	0,40	0,46	1,07	0,23	0,67	0,49	0,33	0,37	1,66	0,21	1,68	1,14
PLnO	0,75	0,97	0,63	0,65	0,78	0,62	0,92	0,85	0,73	0,63	0,72	0,47	0,81	1,20
LOO	11,60	17,10	12,84	12,23	19,61	7,90	11,92	13,25	6,99	11,32	16,94	12,11	18,87	17,12
PoOO	2,05	1,28	1,35	1,59	1,19	2,20	3,15	1,66	3,08	1,23	1,53	0,98	1,79	1,57
PLO	5,62	7,8/2	4,85	5,22	8,80	2,97	6,49	5,48	3,07	4,67	10,15	3,26	10,06	8,67
PoOP	1,34	0,69	0,53	0,75	1,00	0,79	1,51	1,09	1,63	0,53	0,79	0,28	0,77	0,98
PLP	0,57	0,95	0,36	0,53	0,89	0,21	0,69	0,44	0,25	0,43	1,22	0,18	1,19	0,97
OOO	41,16	34,87	47,71	45,15	34,59	52,36	37,92	42,90	48,94	48,28	29,94	54,29	30,03	33,74
SLO	0,78	1,18	0,62	0,58	0,62	0,32	0,54	0,58	0,28	0,53	1,16	0,79	1,11	1,03
POO	22,27	18,61	20,29	21,56	18,99	21,01	23,56	21,04	23,25	21,30	21,13	17,17	19,09	19,71
POP	3,87	3,18	2,81	3,25	3,33	2,80	4,03	3,60	3,70	3,17	4,00	1,98	3,19	3,34
SOO	3,81	3,27	3,39	2,88	1,82	3,68	2,74	3,50	3,05	3,29	3,25	4,39	2,53	2,78
SOP	0,97	0,79	0,70	0,61	0,43	0,67	0,76	0,86	0,68	0,76	1,01	0,64	0,71	0,66
POA	0,48	0,47	0,48	0,45	0,26	0,46	0,42	0,47	0,42	0,47	0,42	0,50	0,31	0,36

<sup>1</sup> % d'aires des triglycérides totaux,

**Picholine L** : Picholine du Languedoc ; **Verdale 13** : Verdale des Bouches du Rhône ; **Verdale 34** : Verdale de l'Hérault

**Tableau 3b.** Compositions moyennes en triglycérides (%)<sup>1</sup> d'huiles d'olive vierges provenant de 22 variétés d'intérêt local

Triglycérides Variétés	Aubenc	Arbéquine F <sup>2</sup>	Arbousse F <sup>2</sup>	Baguet	Bé-dé-Cézé	Bianche de Paysac	Brun	Clermontaise	Coucourelle	Dent de Verrat	Grassois	Négrette	Petit ribier	Petite noire	Petite violette	Pointue 07 <sup>3</sup>	Rougette 07 <sup>3</sup>	Rougette 34 <sup>4</sup>	Roussette 83 <sup>6</sup>	Sabine	Tripue	Verdale 66 <sup>5</sup>
	n=5	n=38	n=10	n=3	n=6	n=6	n=27	n=4	n=5	n=5	n=3	n=27	n=19	n=5	n=3	n=3	n=27	n=13	n=5	n=9	n=5	n=77
LLL	0,02	0,07	0,05	0,06	0,16	0,12	0,14	0,16	0,08	0,07	0,13	0,13	0,07	0,12	0,04	0,11	0,13	0,24	0,10	0,20	0,17	0,10
OLnL	0,11	0,18	0,14	0,31	0,51	0,29	0,28	0,32	0,22	0,18	0,27	0,34	0,19	0,23	0,10	0,30	0,25	0,48	0,15	0,45	0,29	0,22
PLnL	0,02	0,04	0,03	0,07	0,14	0,06	0,06	0,09	0,07	0,04	0,07	0,08	0,05	0,05	0,02	0,07	0,06	0,09	0,03	0,10	0,07	0,06
LOL	0,88	1,59	0,75	1,39	2,50	2,56	2,24	2,34	1,89	1,08	1,30	1,87	1,19	2,00	0,32	1,97	1,84	3,38	0,98	3,27	2,87	1,58
OLnO	1,22	1,60	1,41	2,31	2,42	1,56	1,88	1,62	1,81	1,64	1,87	2,04	1,47	1,64	1,69	1,70	1,67	1,98	1,58	1,98	1,82	1,37
PLL	0,26	0,63	0,23	0,50	0,91	0,68	0,80	0,69	0,74	0,43	0,42	0,51	0,37	0,56	0,09	0,64	0,63	0,84	0,27	0,85	1,16	0,47
PLnO	0,43	0,78	0,68	1,13	1,21	0,62	0,86	0,76	0,91	0,68	0,88	0,76	0,63	0,69	0,54	0,86	0,67	0,84	0,60	0,83	0,97	0,56
LOO	10,43	12,41	8,76	11,94	14,65	16,35	13,87	14,72	13,66	10,30	11,29	13,45	11,32	14,37	5,92	14,56	13,36	17,90	8,59	17,06	14,18	12,15
PoOO	1,37	2,69	2,45	3,23	1,96	1,23	2,70	1,60	2,82	2,81	1,64	1,31	1,23	1,33	1,28	1,70	2,22	1,40	1,45	1,18	2,39	1,30
PLO	3,82	6,65	4,03	6,01	7,73	6,23	6,72	6,70	7,34	4,60	4,88	5,22	4,67	6,53	1,91	7,01	5,89	6,56	3,11	6,78	8,24	5,08
PoOP	0,48	1,53	1,46	1,52	0,89	0,44	1,39	0,93	1,52	1,22	0,63	0,77	0,53	0,52	0,86	1,10	0,75	0,96	0,78	0,43	1,24	0,62
PLP	0,40	0,74	0,42	0,56	0,98	0,67	0,62	0,67	0,59	0,41	0,40	0,44	0,43	0,68	0,14	0,69	0,42	0,60	0,22	0,58	1,13	0,52
OOO	49,69	38,59	44,92	39,82	35,27	42,39	39,48	39,37	36,52	44,85	18,43	44,08	48,28	41,70	60,17	38,54	43,34	40,95	51,31	38,87	34,62	44,30
SLO	0,70	0,51	0,48	0,32	0,89	1,15	0,69	1,09	0,42	0,52	0,42	1,33	0,53	0,63	0,42	0,99	0,86	0,74	0,55	1,04	0,51	1,14
POO	20,99	23,82	24,18	24,13	21,45	18,47	21,26	19,98	24,76	22,91	20,77	17,71	21,30	21,75	17,44	21,12	20,72	17,05	21,00	18,97	21,78	20,76
POP	2,96	4,27	4,03	3,74	3,70	2,60	3,03	3,26	4,11	3,61	2,74	2,64	3,17	3,44	2,37	3,80	2,73	2,64	2,89	2,76	3,43	2,86
SOO	4,88	2,56	3,64	2,16	3,23	3,39	3,07	4,29	2,23	3,44	2,78	5,76	3,29	2,63	5,22	3,43	4,13	2,30	4,41	3,49	2,36	5,00
SOP	1,06	0,76	0,95	0,53	0,90	0,77	0,72	1,02	0,54	0,86	0,67	1,03	0,76	0,59	0,79	0,94	0,86	0,54	0,75	0,60	0,65	1,04
POA	0,59	0,43	0,60	0,27	0,42	0,41	0,43	0,60	0,40	0,51	0,40	0,54	0,47	0,37	0,69	0,46	0,55	0,33	0,55	0,36	0,38	0,50

<sup>1</sup> % d'aires des triglycérides totaux.

<sup>2</sup> Variétés étrangères implantées en France ; <sup>3</sup>07 : Ardèche, <sup>4</sup>34 : Hérault, <sup>5</sup>66 : Pyrénées orientales ; <sup>6</sup>83 : Var

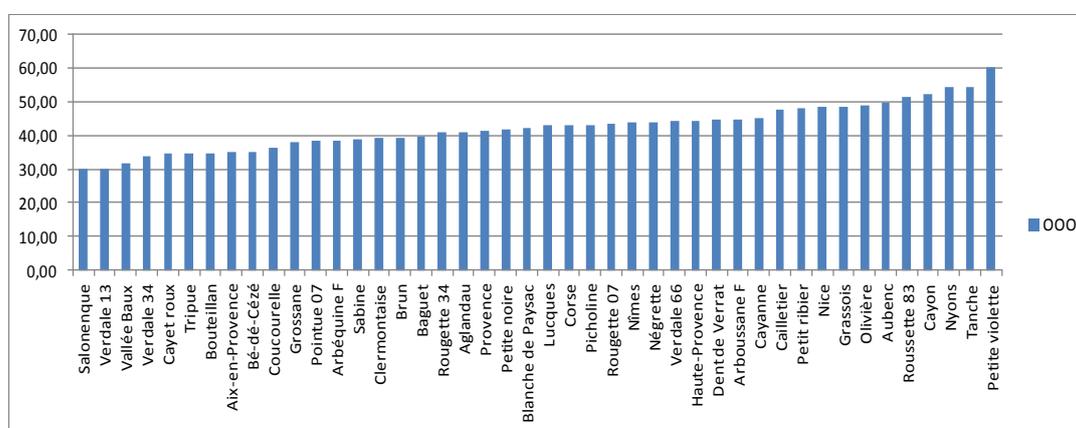
**Tableau 4.** Compositions moyennes en triglycérides<sup>1</sup> (%) d'huiles d'olive vierges provenant de huit Appellations d'Origine françaises

Triglycérides Appellations	Aix-en-Provence n=181	Corse n=35	Haute-Provence n=141	Nice n=163	Nîmes n=70	Nyons n=151	Provence n=87	Vallée des Baux de Provence n=198
LLL	0.20	0.09	0.08	0.06	0.15	0.06	0.13	0.29
OLnL	0.30	0.23	0.18	0.20	0.36	0.17	0.24	0.36
PLnL	0.08	0.07	0.04	0.05	0.08	0.03	0.07	0.11
LOL	2.78	1.46	1.34	1.36	2.26	1.25	2.05	3.63
OLnO	1.61	1.52	1.48	1.51	1.81	1.58	1.47	1.72
PLL	1.08	0.53	0.43	0.39	0.58	0.21	0.67	1.52
PLnO	0.84	0.74	0.74	0.61	0.73	0.46	0.70	0.89
LOO	14.65	11.92	11.83	13.85	14.48	12.11	13.44	15.91
PoOO	1.98	1.86	1.90	1.31	1.32	0.98	1.79	2.06
PLO	7.92	5.82	5.10	4.78	5.49	3.30	6.45	9.37
PoOP	1.06	0.87	1.23	0.52	0.57	0.28	1.00	1.07
PLP	0.88	0.62	0.43	0.36	0.49	0.19	0.74	1.16
OOO	35.21	43.01	44.39	18.32	43.98	54.20	41.48	31.85
SLO	1.06	0.69	0.75	0.63	0.91	0.79	0.98	1.19
POO	21.56	21.62	21.69	20.13	18.90	17.11	19.42	20.27
POP	3.73	3.67	3.38	2.74	2.85	1.99	3.35	3.67
SOO	3.30	3.29	3.76	3.33	3.67	4.44	3.95	3.24
SOP	0.92	0.83	0.85	0.67	0.78	0.66	0.97	0.95
POA	0.43	0.50	0.48	0.49	0.44	0.50	0.55	0.43

<sup>1</sup>déterminée sous forme d'esters méthyliques, % d'aires des triglycérides totaux

Dix-neuf triglycérides ont été identifiés [5, 17] mais il existe des co-élutions de certains triglycérides avec des triglycérides mineurs. Ceci est dû à des difficultés de séparation que l'on rencontre avec l'analyse des triglycérides en HPLC. Toutes les huiles possèdent quatre triglycérides principaux : trioléine (OOO), dioléylpalmitine (POO), dioléyllinoléine (OLO) et linoléyloléylpalmitine (PLO). Ils sont accompagnés à des pourcentages

plus faibles de dioléylstéarine (SOO), d'oléyldipalmitine (POP) et de dilinoléyloléine (LLO) ainsi que de triglycérides mineurs. Les pourcentages des triglycérides varient de façon intra et inter variétés comme c'est le cas pour les acides gras. La **Figure 3** donne un classement des variétés et des AO en fonction du pourcentage des quatre triglycérides majoritaires.



**Figure 3.** Classement des variétés et des AOP en fonction des quatre triglycérides majoritaires.

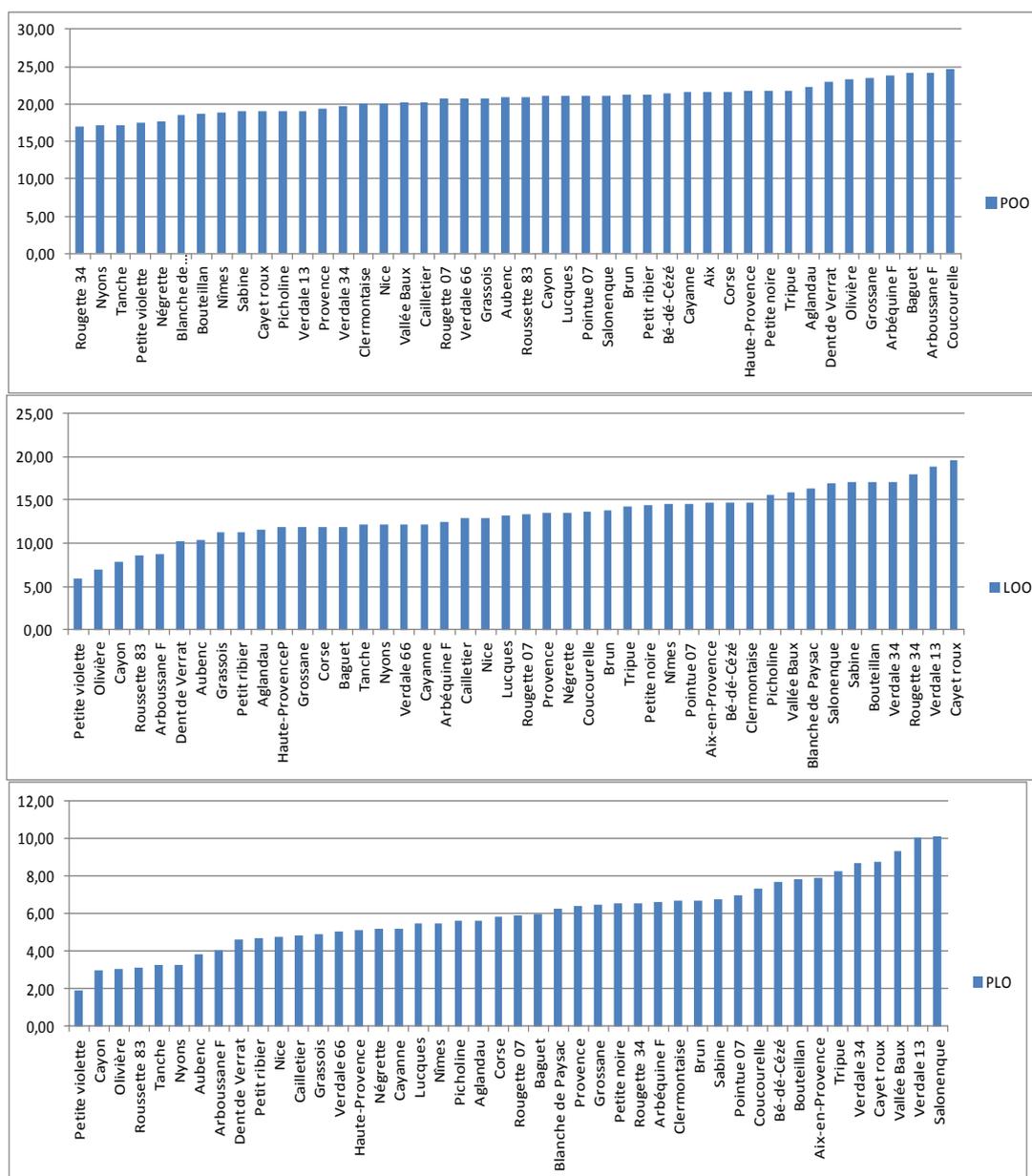


Figure 3 (suite). Classement des variétés et des AOP en fonction des quatre triglycérides majoritaires.

La trioléine (OOO) est le triglycéride majoritaire pour toutes les variétés et les AO. Le pourcentage d'OOO moyen varie de 29,94 % pour *Salonenque* à 60,17 % pour *Petite Violette*. Le classement des huiles en fonction de OOO est très voisin de celui obtenu avec l'IMI et donc avec l'acide oléique (18:1Δ9) (Figure 2). La dioléylpalmitine (POO) est le deuxième triglycéride principal. La *Rougette 34* a le pourcentage le plus faible (17,05 %) de toutes les variétés et AO tandis que celui de *Coucourselle* est le plus élevé (24,76 %). La linoléyloléylpalmitine (PLO) varie de 1,91 pour la *Petite Violette* à 10,15 pour *Salonenque*. Les pourcentages de POO, LOO et PLO ne sont pas reliés par des relations simples avec les taux des acides palmitique et linoléique. Ainsi, le classement par des pourcentages croissants de ces triglycérides n'est pas exactement

le même que le classement par des taux croissants de ces deux acides.

L'analyse des triglycérides permet de confirmer l'analyse des acides gras. Les deux déterminations sont complémentaires et permettent d'obtenir une meilleure information sur les compositions lipidiques des huiles d'olive vierges que celles résultant de l'analyse seule des acides gras ou des triglycérides.

Une Analyse en Composantes Principales (ACP) (Figure 4), établie à partir des 34 variables mesurées, montre dans le plan défini par les deux premières composantes principales (Expl. : 58 % de la variance expliquée ; PC1, 37 % et PC2, 21 %) la diversité des huiles des variétés et des AO françaises.



La création d'une banque de données est un préalable indispensable au contrôle de la détermination des origines végétale ou géographique des huiles d'olive [18]. À ce stade, il est alors possible d'utiliser un traitement chimométrique des données, basé sur les compositions en acides gras et en triglycérides des huiles, permettant dans de nombreux cas de déterminer l'origine variétale d'huiles d'olive

#### 4. BIBLIOGRAPHIE

- [1] Breton, C., Terral, J.-F., Pinatel, C., Médail, F., Bonhomme, F., & Bervillé, A. (2009). The origins of the domestication of the olive tree. *C. R. Biologies* 332, 1059-1064.
- [2] Moutier N., Pinatel C., Martre A., Roger J.P., Khadari B., Burgevin J.F., Ollivier D., Artaud J., (2004). Identification et caractérisation des variétés d'oliviers cultivées en France (Tome 1). Naturalia Publications, Turriers, France.
- [3] Moutier N., Pinatel C., Martre A., Roger J. P., Khadari B., Burgevin J.F., Ollivier D., Artaud J., (2011). Identification et caractérisation des variétés d'oliviers cultivées en France (Tome 2). Naturalia Publications, Turriers, France.
- [4] Catalogue officiel des espèces et variétés. Rubrique II, Classe 1. <http://www.geves.fr>
- [5] Ollivier D., Artaud J., Pinatel C., Durbec J.P., Guérère M., (2003). Triacylglycerol and fatty acid compositions of French virgin olive oils. Characterisation by chemometrics. *J. Agric. Food Chem.*, 51: 5223-5731
- [6] Ollivier D., Pinatel C., Dupuy N., Guérère M., Artaud J., (2007). Caractérisations sensorielles et chimiques d'huiles d'olive vierges de six AOC françaises. *OCL*, 14, n°2, 116-129.
- [7] Busconi M., Feroni C., Corradi M., Bengiorni C., Cattapan F., Fogher C., (2003). DNA extraction from olive oil and its use in the identification of the production cultivar. *Food Chem.*, 83, 127-134.
- [8] Galtier O., Dupuy N., Le Dréau Y., Ollivier D., Pinatel C., Kister J., Artaud J., (2007) Geographic origins and compositions of virgin olive oils determined by chemometric analysis of NIR spectra. *Analytica Chimica Acta*, 1-2, 136-144.
- [9] Galtier O., Le Dréau Y., Ollivier D., Kister J., Artaud J., Dupuy N., (2008). Lipid compositions and French Registered Designations of Origins of virgin olive oils predicted by chemometric analysis of MIR spectra. *Applied Spectroscopy*, 62(5), 583-590.
- [10] Mannina L., Patumi M., Proietti N., Bassi D., Segre A. L., (2001). Geographical characterization of Italian extra virgin olive oils using high field 1H NMR spectroscopy. *J. Agric. Food Chem.*, 49, 2687-2696.
- [11] Vlahof G., Del Re P., Simone N., (2003). Determination of geographical origin of olive oils using <sup>13</sup>C Nuclear Magnetic Resonance spectroscopy. I Classification of olive oils of the Puglia region with denomination of protected origin. *J. Agric. Food Chem.*, 51, 5612-5615.
- [12] Forina M., Tiscornia E. (1982). Pattern recognition methods in the prediction of Italian olive oil origin by their fatty acid content. *Ann. Chim.*, 72, 143-155.
- [13] Leardi R., Paganuzzi V. (1987). Characterization of the origin of extravirgin olive oils on the basis of sterol composition and statistical analysis. *Riv. Ital. Sostanze Grasse*, 64, 131-136
- [14] Angerosa F., Servili M., Selvaggini R., Taticchi A., Esposto S., Montedoro G. (2004). Volatile compounds in virgin olive oil: occurrence and their relationship with the quality. *J. of chromatography A*, 1054, 17-31.
- [15] Guinda A., Lanzon A., Albi T. (1996). Differences in hydrocarbons of virgin olive oils obtained from several olive varieties. *J. Agric. Food Chem.*, 44, 1723-1726.
- [16] Ollivier D., Artaud J., Pinatel C., Durbec J. P., Guérère M., (2006) Differentiation of french virgin olive oil RDOs by sensory characteristics, fatty acid and triacylglycerol compositions and chemometrics. *Food Chem.*, 97: 382-393.
- [17] Ollivier D., (2006). Compositions en acides gras et en triglycérides d'huiles d'olive vierges françaises (*Olea europaea, subsp europaea*). Application à la détermination de leurs origines variétales et géographiques. *Thèse de Doctorat en Sciences*. Université Paul Cézanne (Aix-Marseille III), France.
- [18] Ollivier D., Pinatel C., Ollivier V., Artaud J. (2011). Banque de données AGTG 33. Résultats non publiés.
- [19] Fiebig H. J. (1985). HPLC separation of triglycerides. *Fette Seifen Anstrichmittel*, 84(2), 53-57
- [20] Moreda M., Perez-Camino M.C., Cert A. (2003). Improved method for the determination of triacylglycerols in olive oils by high performance liquid chromatography. *Grasas y Aceites* 54(2), 175-179
- [21] Conseil oléicole international. Norme commerciale applicable à l'huile d'olive et à l'huile de grignons d'olive. 2010, T.15/NC n°5. Principe de Vergara, 154, 28002 Madrid, Espagne
- [22] Règlement (CEE) européen n°2568/91 de la Commission du 11 juillet 1991. Relatif aux caractéristiques des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive ainsi qu'aux méthodes y afférentes. *J.O.C.E.* du 05 septembre 2003.
- [23] Pinatel C., Ollivier D., Ollivier V., Artaud J. (2014). Nouvelle approche pour la détermination de l'origine des huiles d'olive : morphogrammes et morphotypes (Partie. II). *Olivae*, n°119.

# Nouvelle approche pour la détermination de l'origine des huiles d'olive : morphogrammes et morphotypes (deuxième partie)

C. Pinatel<sup>1</sup>, D. Ollivier<sup>2</sup>, V. Ollivier<sup>2</sup> et J. Artaud<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Centre Technique de l'Olivier (CTO), Maison des Agriculteurs, 22 avenue Henri-Pontier, 13626 Aix-en-Provence Cedex, France.

<sup>2</sup> Laboratoire de Marseille, Service Commun des Laboratoires, Ministère des Finances, 146 traverse Charles-Susini, 13388 Marseille Cedex 13, France.

<sup>3</sup> Université d'Aix-Marseille, Faculté des Sciences de Saint Jérôme, Laboratoire LISA, 13397 Marseille cedex 20, France.

## 1. INTRODUCTION

La première Appellation d'Origine Contrôlée pour l'huile d'olive a été créée en France en 1994 pour la région de Nyons. En 2006, par le règlement N°510, la réglementation européenne a défini les mentions « Appellation d'Origine Protégée » (AOP) et « Indication Géographique Protégée » (IGP). Aujourd'hui, la production oléicole européenne dispose d'une centaine d'AOP et IGP enregistrées, et d'une dizaine en cours d'enregistrement [1]. Par ailleurs, les pays oléicoles du Maghreb mettent actuellement en place des Appellations d'Origine pour leurs huiles d'olive.

Ces signes de labellisation sont encore peu connus chez les consommateurs. Afin d'obtenir leur confiance et de la conserver, ces dénominations d'origine doivent être fiables et significatives ; elles doivent leur permettre d'identifier sans risque d'erreur des produits qui se distinguent des autres. Outre les outils de traçabilité prévus en amont par les cahiers des charges relatifs à ces dénominations, des vérifications de l'origine doivent pouvoir être réalisées directement sur les produits finis, en autocontrôle, en contrôle externe, ou encore en contrôle sur les lieux de vente par les services d'État.

Plusieurs articles ont montré la possibilité de l'utilisation de la composition en acides gras et en triglycérides pour l'identification de l'origine des huiles d'olive [2-6]. Par ailleurs, nous avons montré [7] que pour la variété *Tanche*, la composition en acides gras ne varie pas au cours de la période de récolte.

Ce n'est cependant pas le cas pour toutes les variétés.

Le traitement chimiométrique des données chromatographiques montre la possibilité d'identifier des groupes d'échantillons correspondant aux différentes dénominations. Ces méthodes statistiques permettent d'individualiser des groupes, mais ne permettent pas facilement de vérifier au cas par cas l'appartenance de tel ou tel échantillon à un groupe donné. Divers logiciels statistiques (Pirouette®, Unscrambler®...) permettent cependant une réalisation rapide de ce genre de travail. Une fois que des modèles sont élaborés, ils peuvent être diffusés à des utilisateurs pour le contrôle d'échantillons. Néanmoins, la gestion de ces modèles est lourde et le coût de ces logiciels est élevé. De plus, l'échange des modèles entre organismes de contrôle est compliqué, car il faut disposer des mêmes logiciels et de formations appropriées sur chacun des sites d'interprétation.

Nous avons donc cherché à rendre plus simple la reconnaissance de l'origine des huiles à partir des compositions en acides gras et en triglycérides. Le but de cet article est de proposer un outil permettant un examen rapide d'échantillons, sans logiciel autre qu'Excel®. Cet outil est basé sur l'optimisation d'une représentation globale des compositions en acides gras et en triglycérides. Pour cela, la distribution des données en acides gras et en triglycérides, contenues dans une base de données, est examinée afin de choisir les paramètres les plus efficaces tout en conservant un champ d'application suffisant. Des exemples d'application pratique permettent d'illustrer l'intérêt de l'approche proposée.

## 2. MATÉRIELS ET MÉTHODES

### 2.1. La base de données

Nous disposons d'une base de données contenant les compositions en acides gras et en triglycérides d'environ 3 900 échantillons d'huiles. Ceux-ci ont été collectés au cours des campagnes de production allant de 1998 à 2011. Seuls sont retenus les échantillons disposant clairement d'au moins un des trois critères suivants : variété, dénomination d'origine, pays de production, ce qui correspond à environ 3 500 échantillons. Ces échantillons ont été obtenus par l'une des voies suivantes :

- Prélèvement de l'échantillon auprès de producteurs (56 % des échantillons, catégorie P) ;
- Obtention à partir des olives, en laboratoire, à l'aide d'un mini-moulin comparable au système Abencor, mais modifié en vue de l'obtention d'un volume d'huile plus important par lot (22 % des échantillons, catégorie L) ;
- Fourniture par un institut de recherche, un laboratoire d'analyse, une association de producteur, ou toute structure en rapport avec la production oléicole (15 % des échantillons, catégorie R) ;
- Achat dans le commerce (7 % des échantillons, catégorie A).

Ces échantillons ont été analysés entre 1999 et 2012. Les analyses ont été réalisées selon les procédures précédemment décrites [2, 3, 5, 6]. Les résultats ont tous été examinés au fur et à mesure de leur incorporation dans la base. Les échantillons présentant des résultats anormaux, des incertitudes quant à leur authenticité, ont été écartés. Après ce tri, cette base de données contient 2 588 échantillons provenant de 23 pays, 35 dénominations d'origine, et de plus de 200 variétés. Tous ces sous-ensembles ne sont cependant pas représentés par le même nombre d'échantillons. Ainsi certaines AOP et AOC françaises comptent jusqu'à 200 échantillons, alors que pour les AOP d'autres pays, nous disposons seulement de 1 à 5 échantillons. La variété *Aglandau*, première variété à huile de France, est représentée par 140 échantillons, alors que nous ne disposons que d'un seul échantillon pour 80 variétés.

### 2.2. Grandeurs statistiques

Le coefficient d'aplatissement de Fisher ou kurtosis normalisé mesure la dispersion des résultats d'une variable aléatoire. Une valeur de kurtosis élevée traduit une dispersion « pointue ».

Le coefficient d'asymétrie mesure l'asymétrie de la distribution d'une variable aléatoire réelle. Il peut être positif ou négatif si l'asymétrie se présente à droite ou à gauche de la moyenne.

La moyenne tronquée ou moyenne réduite (0,25) est la moyenne calculée à partir de 25 % des valeurs situées positivement et négativement autour de la médiane.

### 2.3. Nomenclature

Acides gras : C16:0, acide palmitique (acide hexadécanoïque) ; C16:1 $\omega$ 9, acide hypogéique (acide 7-hexadécénoïque) ; C16:1 $\omega$ 7, acide palmitoléique (acide 9-hexadécénoïque) ; C17:0, acide margarique (acide heptadécanoïque) ; C17:1 $\omega$ 8, acide margaroléique (acide 9-heptadécénoïque) ; C18:1 $\omega$ 9, acide oléique (acide 9-octadécénoïque) ; C18:1 $\omega$ 7, acide cis-vaccénique (acide 11-octadécénoïque) ; C18:2 $\omega$ 6, acide linoléique (acide 9,12-octadécadiénoïque) ; C18:3 $\omega$ 3, acide linoléinique (acide 9,12,15-octadécatriénoïque) ; C20:0, acide arachidique (acide eicosanoïque) ; C20:1 $\omega$ 9, acide gondoïque (acide 11-eicosénoïque) ; C22:0, acide béhénique (acide docosanoïque) ; C24:0, acide lignocérique (acide tétracosanoïque).

Les triglycérides sont désignés par les lettres correspondant aux noms abrégés des chaînes grasses fixées sur le glycérol : P : palmitoyle ; Po : palmitoléyle ; S : stéaroyle ; O : oléoyale ; L : linoléoyale ; Ln : linolénoyle ; A : arachidoyle.

## 3. SYSTÈMES DE REPRÉSENTATION ET SÉLECTION DES DONNÉES

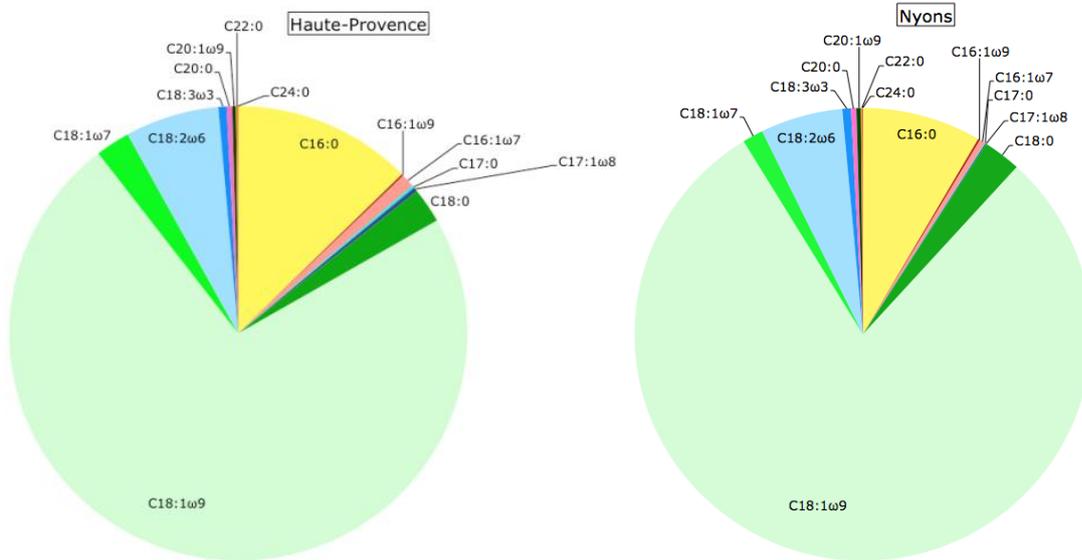
### 3.1. Choix du système de représentation

Pour chaque échantillon, les résultats se présentent sous la forme de deux séries de pourcentages, l'une caractérisant la composition en acides gras et l'autre la composition en triglycérides. Elles contiennent respectivement 14 valeurs et 19 valeurs.

Chacune de ces séries donnant une représentation exhaustive de la composition de l'échantillon, il est possible d'utiliser une représentation graphique en secteur. Cette représentation met bien en évidence les particularités de l'huile d'olive en général, mais ne permet pas de mettre en évidence les différences entre des huiles de variétés différentes. La **Figure 1** donne les représentations de la composition en acides gras d'échantillons très typiques provenant de deux AOP françaises, Haute-Provence et Nyons. Bien que ces échantillons soient de compositions très différentes, il n'est possible de percevoir nettement que les différences majeures, comme celles sur l'acide oléique ou l'acide palmitique. Les compositions de ces deux échantillons figurent dans le **Tableau 1**.

**Tableau 1.** Composition en acides gras de deux échantillons d'AOP françaises

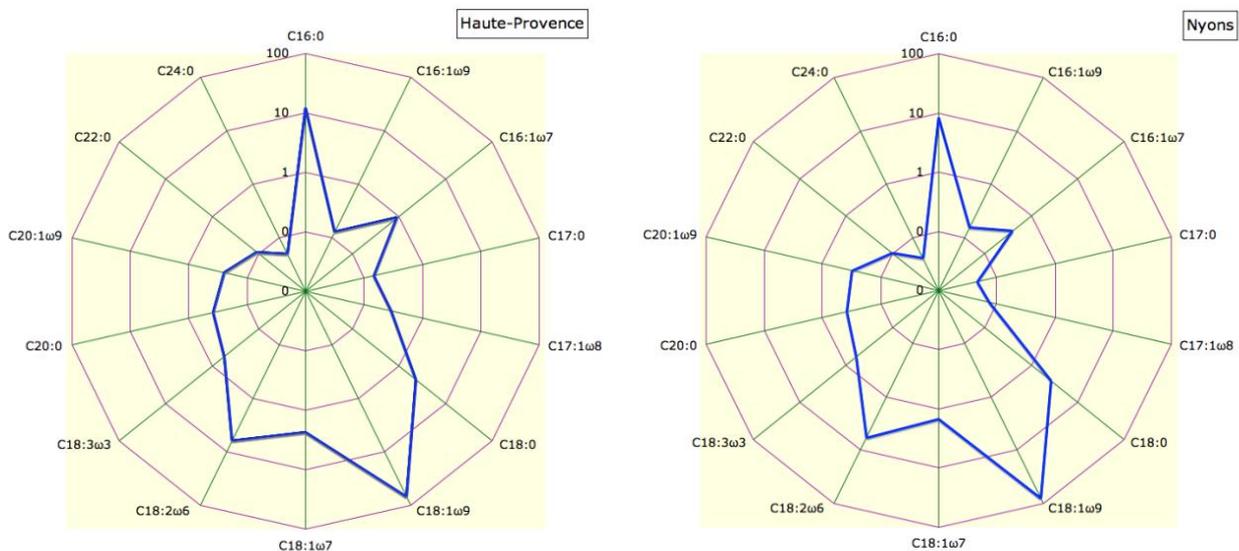
Tableau 1	C16:0	C16:1ω9	C16:1ω7	C17:0	C17:1ω8	C18:0	C18:1ω9	C18:1ω7	C18:2ω6	C18:3ω3	C20:0	C20:1ω9	C22:0	C24:0
Haute-Provence	12,17	0,13	0,94	0,15	0,30	2,39	70,00	2,35	6,37	0,56	0,38	0,24	0,11	0,05
Nyons	8,43	0,15	0,39	0,05	0,08	2,68	79,48	1,47	5,83	0,61	0,38	0,31	0,10	0,04



**Figure 1.** Représentation en secteur de la composition moyenne en acides gras d'échantillons de deux AOP françaises.

Le graphique en « étoile », appelé aussi en « radar » ou « toile d'araignée », peut donner une représentation assez intéressante en utilisant une échelle logarithmique. Celui-ci pointe directement les composants les plus importants, et sa forme est

facilement mémorisable. Néanmoins, les différences entre les deux échantillons n'apparaissent pas mieux qu'avec les graphiques en secteurs (**Figure 2**).

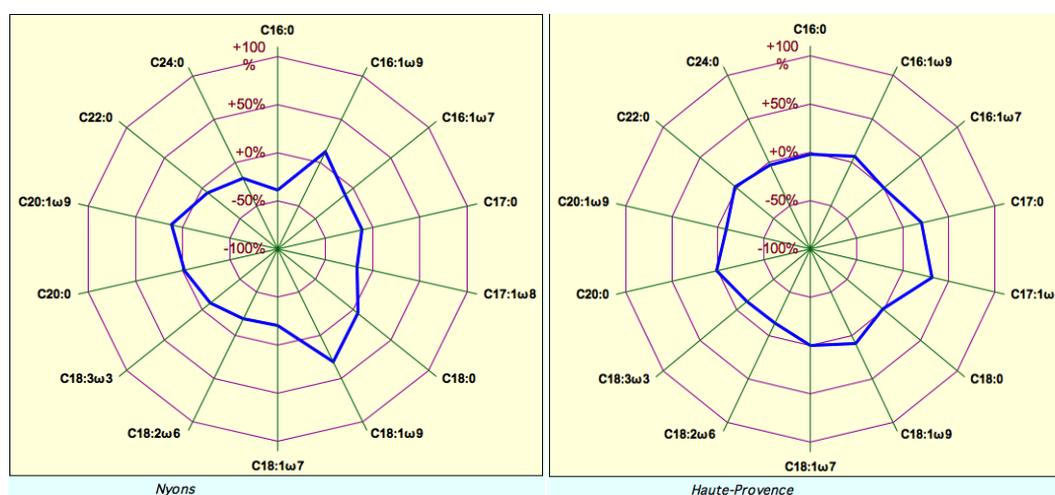


**Figure 2.** Représentation radar de la composition moyenne en acides gras d'échantillons de deux AOP françaises.

### 3.2. Adaptation de la plage de variation

La difficulté pour trouver une représentation efficace vient du fait que malgré de grandes différences entre les compositions des deux variétés, la hiérarchie des composés est toujours la même. Chacun des composés varie sur une plage spécifique, qui peut être définie par une moyenne, une valeur minimale et une valeur maximale. À l'intérieur de ce domaine de variation, il est possible de situer la valeur du composé pour un échantillon donné par son écart à la moyenne, relativement à l'écart maximal connu pour ce composé (**Figure 3**). Chacun des axes représente donc une plage allant de -100 % à +100 %, où l'origine correspond à la moyenne. Par exemple, la

teneur en acide hypogéique (16:1 $\omega$ 9) de l'échantillon de Nyons, qui est de 0,15 %, est représentée par la valeur  $(0,15-0,13)/(0,29-0,13)$ , où 0,13 est la moyenne de ce composé sur l'ensemble de la base de données et 0,29 est la valeur maximale observée, soit  $0,02/0,16=12,5$  %. Des formes spécifiques sont obtenues qui permettent d'identifier visuellement les deux échantillons. Cependant, bien qu'il s'agisse d'huiles très différentes par leur composition en acides gras, les formes résultant de ce mode de représentation sont encore très proches d'une forme circulaire (**Figure 3**). L'espace de représentation apparaît très sous-exploité.



**Figure 3.** Représentation radar des acides gras de deux échantillons provenant de l'AOP Nyons et de l'AOP Haute-Provence, sur une plage de variation adaptée à chacun des composants.

### 3.3. Réduction de la plage de variation

Afin d'améliorer les possibilités d'identification visuelle d'échantillons courants, une autre approche consiste à utiliser comme bornes du domaine de variation des valeurs définies en fonction de l'écart-type, comme par exemple (moyenne +/- écart-type). Cela nécessite cependant de commencer par examiner la répartition des valeurs de chacun des composés (acides gras et triglycérides).

#### Distribution des valeurs dans la base de données

La plupart des composés suivent une distribution asymétrique positive (**Tableau 2**). **Deux d'entre eux seulement montrent une asymétrie négative**, l'acide oléique (C18:1 $\omega$ 9) et la trioléine (000). Par ailleurs, ces distributions sont à la fois très regroupées sur les valeurs centrales et fortement

étalées du côté positif. Le **Tableau 2** donne les caractéristiques de distribution des 14 acides gras. Pour chacun d'eux, le pourcentage de valeurs comprises dans un intervalle d'un écart-type de part et d'autre de la moyenne représente plus de 68 % à l'exception de l'acide palmitique. Le coefficient d'aplatissement de Fisher ou kurtosis normalisé, est généralement élevé, ce qui traduit des répartitions très « pointues » : la distribution est très regroupée autour de la médiane. Ce coefficient d'aplatissement n'est proche de zéro (ce qui correspond à une distribution normale) que pour l'acide palmitique, dont la répartition est plus pyramidale. Le coefficient d'asymétrie est généralement positif, ce qui traduit un étirement sur les valeurs élevées. Seul l'acide oléique montre un léger étirement à gauche avec un coefficient d'asymétrie négatif.

**Tableau 2.** Caractéristiques de distributions des acides gras des échantillons de la banque de données

	Moyenne	Médiane	Écart type	Mini	Maxi	Coefficient d'aplatissement	Coefficient d'asymétrie
C16:0	12.02	11.98	1.97	7.02	20.89	0.22	0.19
C16:1 $\omega$ 9	0.13	0.13	0.03	0.04	0.29	1.57	0.27
C16:1 $\omega$ 7	0.90	0.87	0.40	0.18	5.55	11.31	1.99
C17:0	0.10	0.08	0.06	0.02	0.50	4.52	1.49
C17:1 $\omega$ 8	0.18	0.14	0.11	0.04	0.74	1.04	1.02
C18:0	2.44	2.43	0.49	1.05	6.11	3.06	0.85
C18:1 $\omega$ 9	71.93	72.63	4.88	45.49	83.96	1.24	-0.71
C18:1 $\omega$ 7	2.32	2.31	0.57	0.72	6.30	2.98	1.00
C18:2 $\omega$ 6	8.48	7.87	2.91	2.04	23.63	1.19	0.96
C18:3 $\omega$ 3	0.66	0.64	0.13	0.34	1.41	2.85	1.39
C20:0	0.39	0.39	0.05	0.21	0.62	1.02	0.01
C20:1 $\omega$ 9	0.28	0.27	0.04	0.16	0.53	1.35	0.72
C22:0	0.11	0.12	0.02	0.05	0.28	3.98	0.50
C24:0	0.05	0.05	0.01	0.00	0.12	1.18	0.14

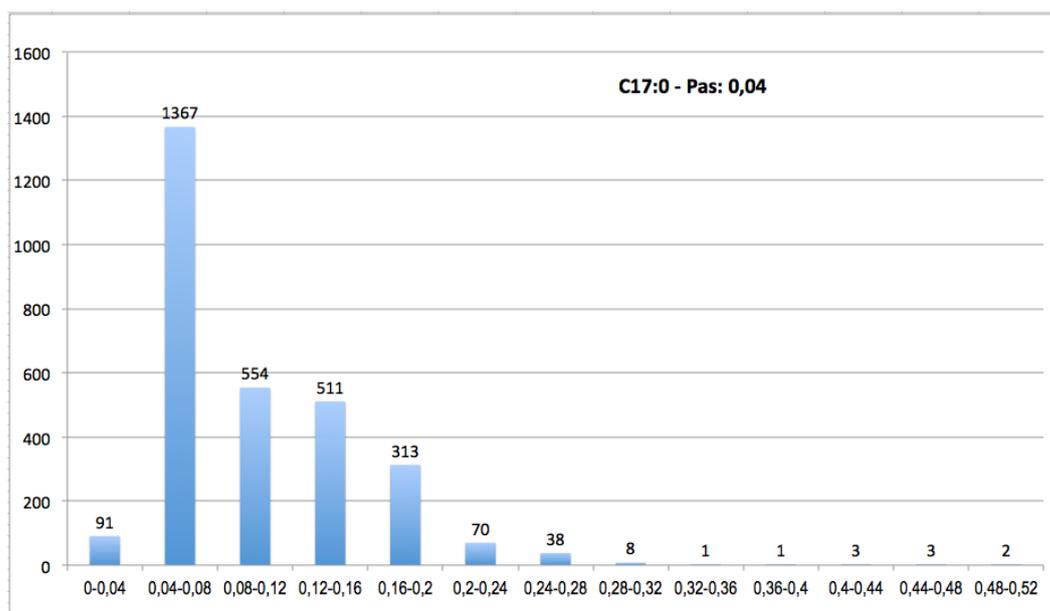
**Distribution de quelques composés**

En général, les triglycérides ont des distributions plus éloignées d'une distribution normale que les acides gras, le coefficient d'aplatissement et le coefficient d'asymétrie sont plus élevés. Certains composés ont des distributions particulières qui sont illustrées ci-dessous.

**Acide margarique**

La distribution de l'acide margarique (C17:0) est

l'une des plus asymétriques parmi les acides gras, avec un coefficient d'asymétrie de 1,49. La moyenne et la médiane sont respectivement 0,10 et 0,08 %, alors que la valeur minimale est 0,02 % et la valeur maximale 0,50 %. La représentation en histogramme de classes de pas 0,04 % (**Figure 4**) montre cette distribution extrêmement asymétrique.



**Figure 4.** Répartition des valeurs de l'acide margarique (C17:0) par classes de pas 0,04 %.

La moyenne (0,10), la médiane (0,08) et le mode (0,04-0,08%) se trouvent très éloignés du centre de la plage de variation (0,26%). Donc, pour la très grande majorité des huiles, la position de ce composant sur la représentation graphique en radar serait proche de 0 %. Seulement 17 échantillons se trouvent dans la moitié supérieure de la partie droite de la distribution, c'est-à-dire au delà de 0,28 %. Ce sous-ensemble est composé de 12 échantillons issus de la variété *Aglандаu* de catégorie L prélevés dans le cadre d'une étude visant à observer les particularités des huiles produites dans des conditions particulières de sécheresse au cours de la campagne 2007. Quatre autres échantillons de catégorie L sont issus d'une variété locale mineure, la variété *Ventoulane*. Il n'y a qu'un seul échantillon de catégorie P, c'est une huile monovariétale d'*Aglандаu*.

### Acide palmitoléique

La distribution de l'acide palmitoléique (C16 :1 $\omega$ 7) est la plus asymétrique de tous les acides gras, avec un coefficient d'asymétrie de 1,99. Elle est aussi la plus « pointue », avec un coefficient d'aplatissement de 11,3. La moitié supérieure de la partie droite de la distribution (>3,28) contient seulement 4 échantillons. Il s'agit d'une huile monovariétale d'*Olivièrre* de catégorie P, fournie par un producteur et provenant d'une seule parcelle, au terrain très caillouteux et sensible à la sécheresse, ainsi que deux échantillons d'*Olivièrre* de catégorie L et provenant de cette même parcelle. Il n'y a qu'un seul échantillon de catégorie R, qui a été produit en Argentine à partir de la variété *Arbéquine* (Figure 5).

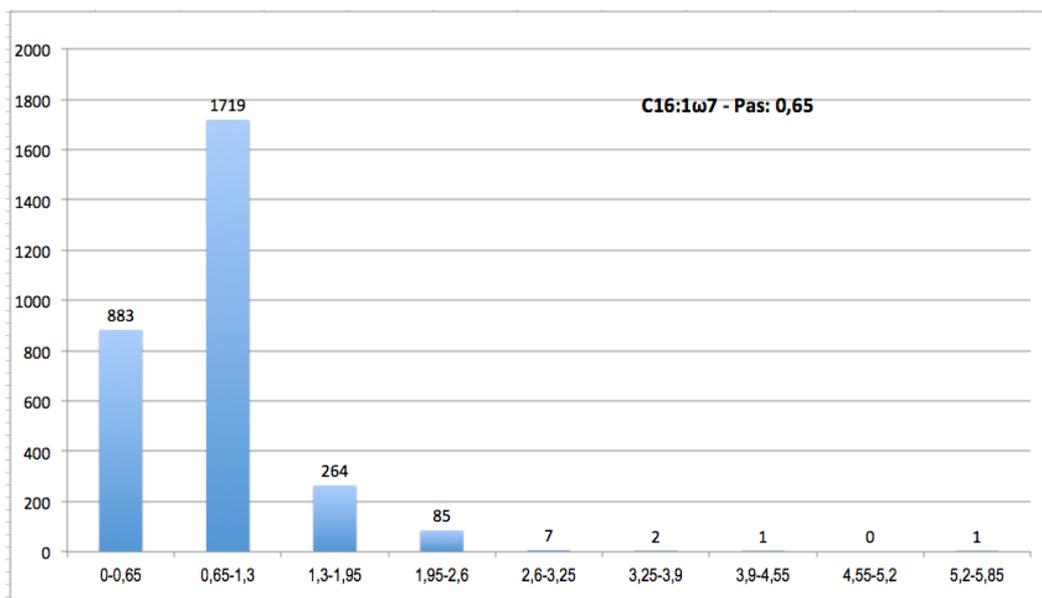


Figure 5. Répartition des valeurs de l'acide palmitoléique (C16 :1 $\omega$ 7) par classes de pas 0,65 %.

### Acide oléique

L'acide oléique est le seul acide gras à avoir un coefficient d'asymétrie négatif, ce qui correspond à la présence de quelques valeurs très basses, donc éloignées du mode (72-75 %). 23 échantillons ont des valeurs inférieures à 54 %. 16 d'entre eux sont des huiles tunisiennes produites à partir de la

variété *Chemlali*. 7 échantillons sont produits à partir de la variété *Arbéquine*, 5 proviennent d'Argentine, 1 du Maroc et 1 de Tunisie. Un échantillon provient d'une variété française très marginale au rendement en huile très faible: la variété *Cerisier* (Figure 6).

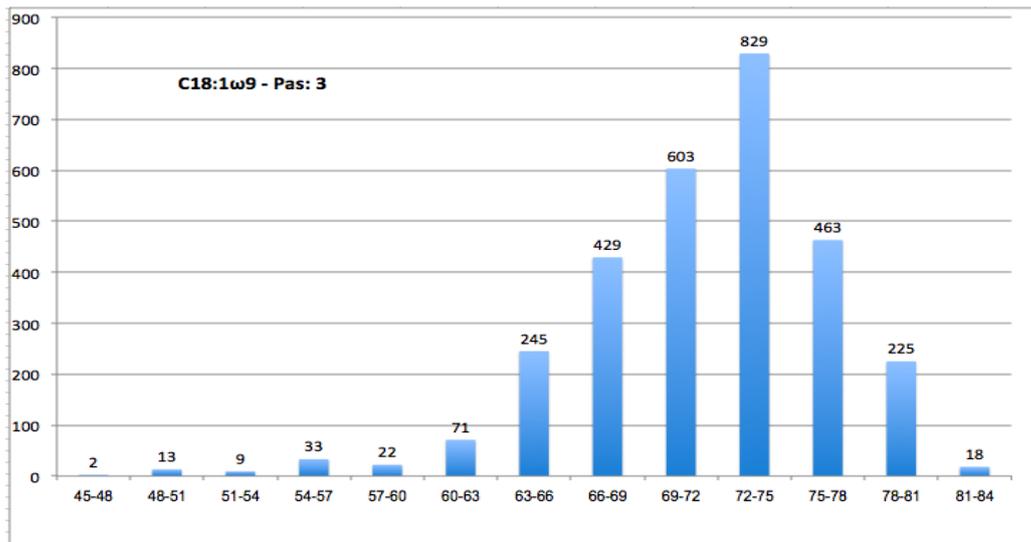


Figure 6. Répartition des valeurs de l'acide oléique (C18 :1ω9) par classes de pas 3 %.

**Distribution des triglycérides**

Le **Tableau 3** donne la distribution des triglycérides. Là aussi, le coefficient d'aplatissement est généralement positif et atteint des valeurs très élevées (LLL, PLnL, PoOP). Ces composés montrant

un coefficient d'asymétrie très élevé, les répartitions sont très particulières, très regroupées autour de la médiane, mais dotées d'un étirement très prononcé du côté des valeurs élevées.

Tableau 3. Caractéristiques de distributions des triglycérides des échantillons de la banque de données

	Moyenne	Médiane	Écart type	Mini	Maxi	Coefficient d'aplatissement (Kurtosis)	Coefficient d'asymétrie
LLL	0.16	0.11	0.14	0.00	1.84	21.42	3.42
OLnL	0.28	0.25	0.14	0.04	1.49	7.98	1.99
PLnL	0.07	0.06	0.05	0.00	0.48	13.24	2.57
LOL	2.15	1.78	1.23	0.24	9.42	2.24	1.35
OLnO	1.62	1.61	0.32	0.61	3.17	1.32	0.17
PLL	0.73	0.56	0.56	0.03	4.79	6.58	2.07
PLnO	0.76	0.74	0.20	0.25	2.37	4.57	1.10
LOO	13.31	13.08	2.85	4.37	24.45	0.30	0.13
PoOO	1.75	1.76	0.66	0.14	9.23	9.26	1.26
PLO	6.15	5.73	2.22	1.74	16.42	0.92	0.87
PoOP	0.93	0.89	0.44	0.11	6.17	10.89	1.54
PLP	0.64	0.54	0.40	0.03	4.09	8.07	2.01
OOO	41.74	42.45	7.51	14.33	63.15	-0.15	-0.23
SLO	0.85	0.82	0.36	0.01	3.27	1.73	0.57
POO	20.67	20.64	2.56	12.67	34.84	1.76	0.56
POP	3.29	3.28	0.76	1.43	7.07	0.86	0.41
SOO	3.65	3.52	0.86	1.14	8.22	1.68	0.90
SOP	0.85	0.83	0.22	0.33	2.09	1.36	0.66
POA	0.47	0.46	0.11	0.06	1.00	0.69	0.49

Les distributions des triglycérides montrent les mêmes particularités, c'est-à-dire la majorité des distributions étirées sur la droite, sauf pour la trioléine.

C'est la trilinoléine qui présente la distribution la plus asymétrique.

Des échantillons atypiques se trouvent de nouveau dans les zones d'éloignement extrême des zones de répartition. Pour la trilinoléine, il s'agit d'échantillons de variété *Arbéquine* cultivés en Argentine. Ces échantillons d'*Arbéquine* se retrouvent aussi dans la zone d'extrême droite de la répartition de PLP, avec de nombreux échantillons tunisiens issus de la variété *Chemlali*.

#### Observations et perspectives

En analysant la distribution des divers composés et en particulier les valeurs extrêmes, il ressort deux types d'échantillons atypiques, pour des raisons diamétralement opposées. Les premiers sont ceux qui sont inévitablement atypiques car ils sont issus de conditions particulières elles-mêmes atypiques. Il s'agit par exemple des échantillons des variétés *Aglандаu* ou *Olivière* produits dans des conditions très spécifiques. Les échantillons de ces deux variétés se trouvent dans la base de données parce qu'ils proviennent d'un échantillonnage particulièrement exhaustif pour une étude spécifique. D'autres sont issus de variété rares, comme la *Ventoulane*. Les seconds ne sont

atypiques que parce que la base de données est orientée, c'est-à-dire composée des échantillons obtenus par notre système de collecte, et non par des échantillons dont la collecte aurait par exemple été planifiée. Il s'agit d'échantillons provenant de pays ou de variétés peu représentés. Ils sont atypiques parce que la base de données comporte très peu d'échantillons de ces provenances.

Pour élaborer un outil efficace pour l'identification rapide des huiles en vue de la vérification de leur provenance, il est prioritaire de rechercher la meilleure discrimination graphique visuelle possible des huiles que l'on peut trouver dans le commerce. La plage de variation peut être réduite au détriment des échantillons extrêmes, afin d'améliorer le traitement graphique des échantillons les plus courants. Il faut donc définir une nouvelle base de données plus équilibrée que la base de données brute initiale. Celle-ci sera composée uniquement de groupes identifiés: les pays, les régions de production, les variétés. Les groupes ne sont intégrés qu'à partir d'un minimum d'échantillons exploités. Ces limites sont fixées de façon à avantager les groupes non français, afin d'équilibrer la base de données. Le nombre minimum d'échantillons par catégorie et le nombre de groupes obtenus par catégorie figurent dans le

**Tableau 4.**

**Tableau 4.** Différents groupes de la base de données

Catégories	Nombre limite	Nombre de groupes
Variétés étrangères cultivées en France	10	2
Variétés étrangères cultivées dans leur pays d'origine	4	12
Variétés françaises cultivées en France	10	16
Pays producteurs	4	15
Dénomination d'origine, étrangère	2	12
Dénomination d'origine, française	10	7

Les plages de valeurs beaucoup plus restreintes permettent de construire des représentations graphiques plus explicites (**Tableaux 5a et 5b**). Par ailleurs, les médianes et moyennes sont déplacées, du fait de la composition plus équilibrée de cette

base de données (FATG-DB-06). Pour l'acide margarique (C17:0) par exemple, la moyenne est nettement réduite, la distribution étant moins centrée sur les données françaises.

**Tableau 5a.** Caractéristiques de distributions des acides gras à partir des six catégories d'échantillons définis au tableau 4

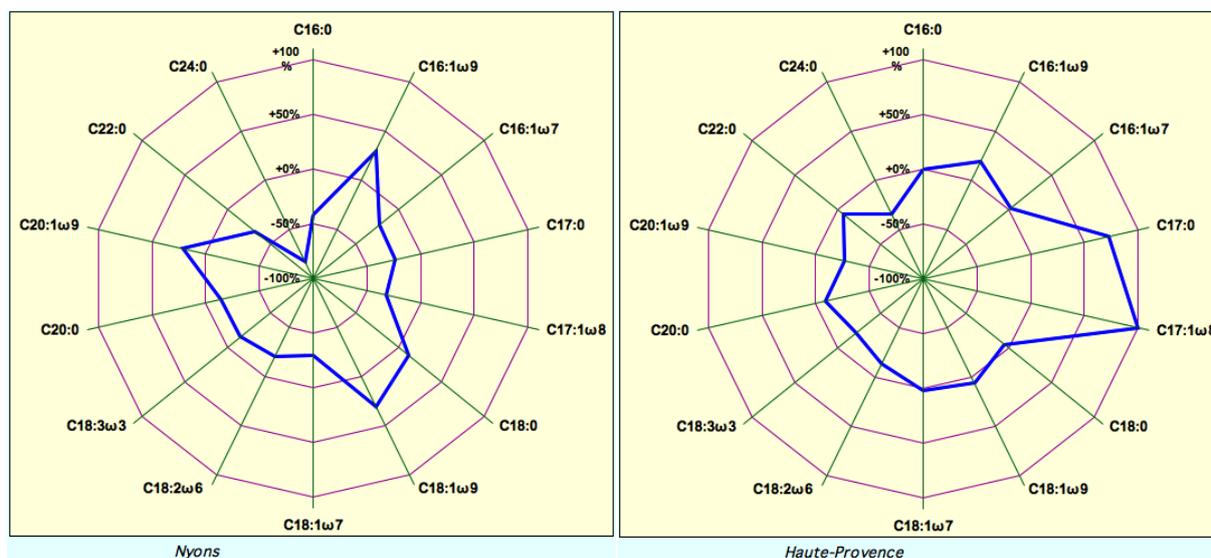
FATG-DB-06	Moyenne	Médiane	Moyenne réduite 0,25	Écart-type	Minimum	Maximum
C16:0	12,07	11,68	11,83	1,91	8,43	19,68
C16:1 $\omega$ 9	0,12	0,13	0,12	0,03	0,06	0,20
C16:1 $\omega$ 7	0,92	0,81	0,84	0,44	0,26	2,80
C17:0	0,08	0,07	0,08	0,04	0,04	0,21
C17:1 $\omega$ 8	0,15	0,12	0,14	0,08	0,05	0,35
C18:0	2,54	2,53	2,51	0,53	1,56	4,13
C18:1 $\omega$ 9	71,55	72,90	72,24	5,30	48,94	79,48
C18:1 $\omega$ 7	2,33	2,20	2,27	0,60	1,20	4,87
C18:2 $\omega$ 6	8,68	7,88	8,29	3,37	2,93	19,93
C18:3 $\omega$ 3	0,68	0,64	0,66	0,11	0,49	1,01
C20:0	0,41	0,41	0,41	0,06	0,28	0,58
C20:1 $\omega$ 9	0,29	0,28	0,29	0,04	0,20	0,40
C22:0	0,12	0,12	0,12	0,02	0,08	0,18
C24:0	0,06	0,06	0,06	0,01	0,04	0,08

**Tableau 5b.** Caractéristiques de distributions des triglycérides à partir des six catégories d'échantillons définis au tableau 4

FATG-DB-06	Moyenne	Médiane	Moyenne réduite 0,25	Écart-type	Minimum	Maximum
LLL	0,17	0,12	0,14	0,15	0,04	0,97
OLnL	0,28	0,24	0,26	0,14	0,08	0,90
PLnL	0,07	0,06	0,06	0,04	0,02	0,29
LOL	2,21	1,86	2,01	1,27	0,37	6,17
OLnO	1,64	1,58	1,61	0,25	1,17	2,65
PLL	0,77	0,58	0,65	0,65	0,12	4,10
PLnO	0,77	0,73	0,73	0,21	0,46	1,92
LOO	13,18	13,21	13,19	3,10	5,50	20,26
PoOO	1,80	1,72	1,75	0,54	0,98	3,17
PLO	6,26	5,75	6,00	2,42	2,33	15,65
PoOP	0,94	0,81	0,89	0,40	0,28	2,28
PLP	0,72	0,59	0,63	0,52	0,19	3,61
OOO	41,08	42,94	41,62	7,37	16,58	54,20
SLO	0,93	0,87	0,89	0,35	0,28	1,97
POO	20,41	20,47	20,45	2,12	14,68	26,38
POP	3,35	3,27	3,29	0,63	1,99	5,59
SOO	3,88	3,75	3,83	0,93	1,72	6,00
SOP	0,90	0,87	0,89	0,19	0,54	1,53
POA	0,51	0,50	0,50	0,11	0,27	0,80

En utilisant les valeurs de la table de données ci-dessus pour représenter les compositions des deux échantillons (AOP Nyons et AOP Haute-Provence) pris comme exemple, les représentations sont nettement plus expressives. Les particularités des

huiles apparaissent immédiatement, par exemple, la teneur très élevée de l'échantillon de Haute-Provence en acide margaroléique C17:1ω8 (**Figure 7**).



**Figure 7.** Représentation radar de deux échantillons provenant de l'AOP Nyons et de l'AOP Haute-Provence à partir de la nouvelle base de données.

À la suite de diverses simulations, les meilleurs résultats pour calculer le centre du domaine de variation ont été obtenus à partir de la moyenne tronquée ou moyenne réduite à laquelle est rajoutée la valeur absolue de la différence entre la moyenne et la médiane. La borne inférieure et la borne supérieure sont respectivement calculées en soustrayant et en ajoutant deux fois l'écart-type au centre du domaine de variations. (**Tableaux 6a et 6b**).

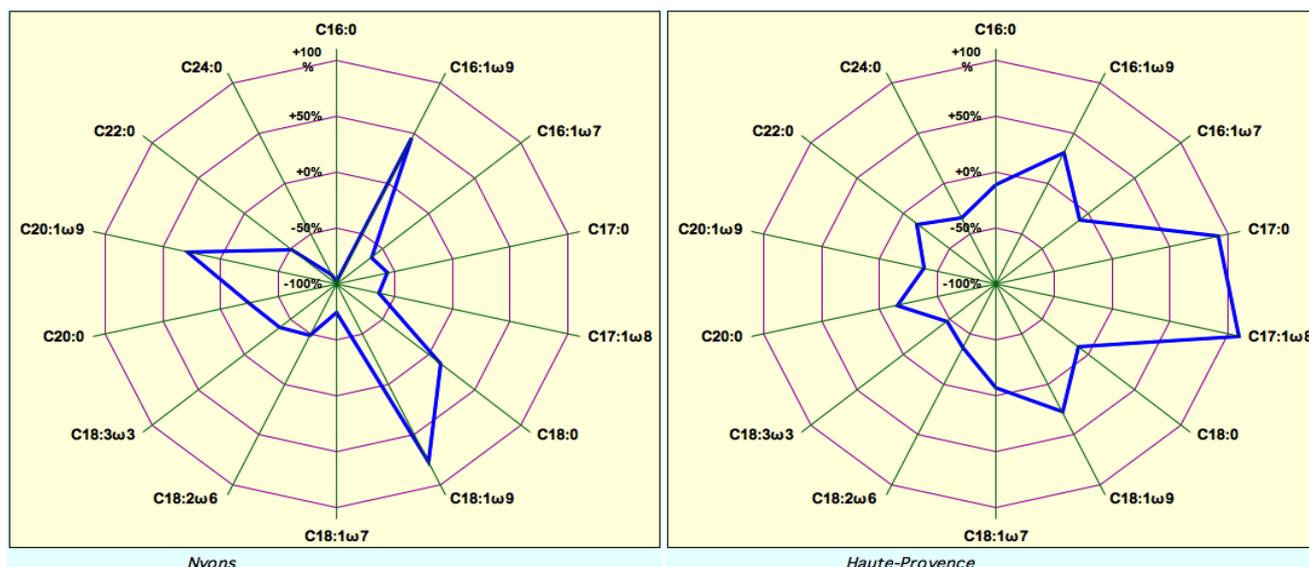
**Tableau 6a.** Nouvelles caractéristiques de distributions des acides gras pour optimiser la représentation graphique

FATG-DB-06	Centre de plage de variation	Borne inférieure	Borne supérieure
C16:0	12,22	8,40	16,05
C16:1ω9	0,12	0,07	0,17
C16:1ω7	0,94	0,06	1,82
C17:0	0,10	0,01	0,18
C17:1ω8	0,18	0,02	0,33
C18:0	2,51	1,46	3,56
C18:1ω9	70,88	60,28	81,48
C18:1ω7	2,40	1,19	3,61
C18:2ω6	9,10	2,35	15,85
C18:3ω3	0,70	0,47	0,93
C20:0	0,41	0,30	0,52
C20:1ω9	0,29	0,21	0,37
C22:0	0,12	0,08	0,17
C24:0	0,06	0,04	0,07

**Tableau 6b.** Nouvelles caractéristiques de distributions des triglycérides pour optimiser la représentation graphique

FATG-DB-06	Centre de plage de variation	Borne inférieure	Borne supérieure
LLL	0,18	-0,11	0,48
OLnL	0,29	0,01	0,57
PLnL	0,07	-0,01	0,15
LOL	2,36	-0,18	4,91
OLnO	1,67	1,18	2,16
PLL	0,84	-0,45	2,13
PLnO	0,77	0,34	1,19
LOO	13,15	6,95	19,36
PoOO	1,83	0,76	2,90
PLO	6,52	1,68	11,37
PoOP	1,02	0,22	1,81
PLP	0,76	-0,27	1,80
OOO	39,76	25,03	54,49
SLO	0,95	0,24	1,66
POO	20,39	16,16	24,62
POP	3,37	2,11	4,63
SOO	3,97	2,11	5,83
SOP	0,92	0,54	1,29
POA	0,52	0,30	0,73

Avec les échantillons des deux origines pris en exemple, les représentations sont optimisées en utilisant cette nouvelle série de valeurs. Les formes produites expriment de façon maximale les spécificités des huiles et sont faciles à identifier visuellement (**Figure 8**).



**Figure 8.** Représentation radar optimisée des acides gras de deux échantillons provenant de l’AOP Nyons et de l’AOP Haute-Provence.

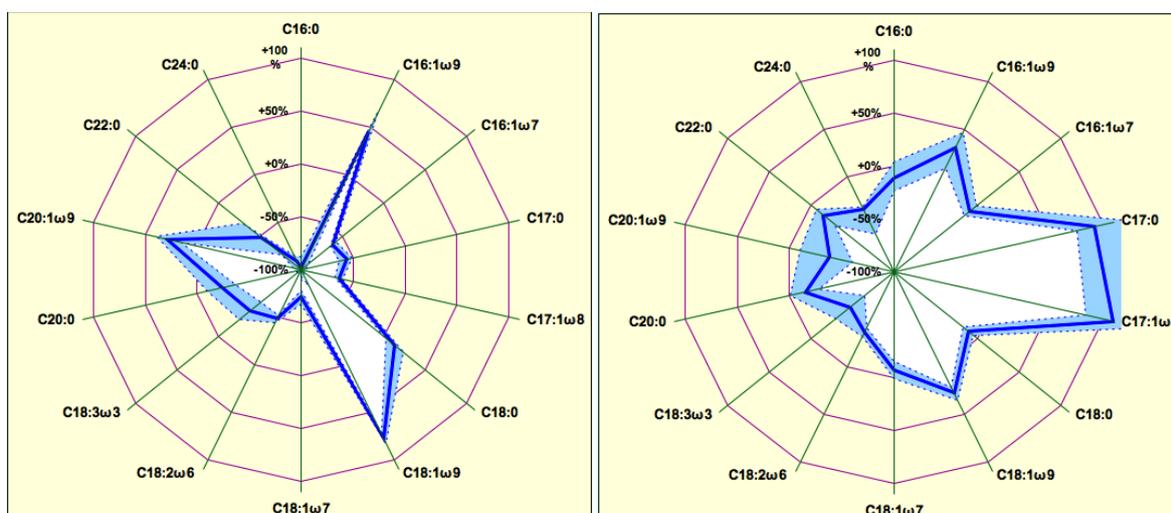
**Application à la vérification de l’origine des huiles**

L’homogénéité des échantillons provenant des AOP françaises a été établie ainsi que leur identification à partir de leurs compositions en acides gras et triglycérides. Les deux paragraphes ci-après détaillent le mode opératoire pour vérifier la conformité d’échantillons par rapport à deux de ces appellations (Nyons et Haute-Provence).

**Les notions de morphogrammes et de morphotypes**

Nous appelons "morphogramme" la représentation graphique des compositions en acides gras et en triglycérides d’un échantillon selon la méthode explicitée ci-dessus. Il s’agit véritablement d’une

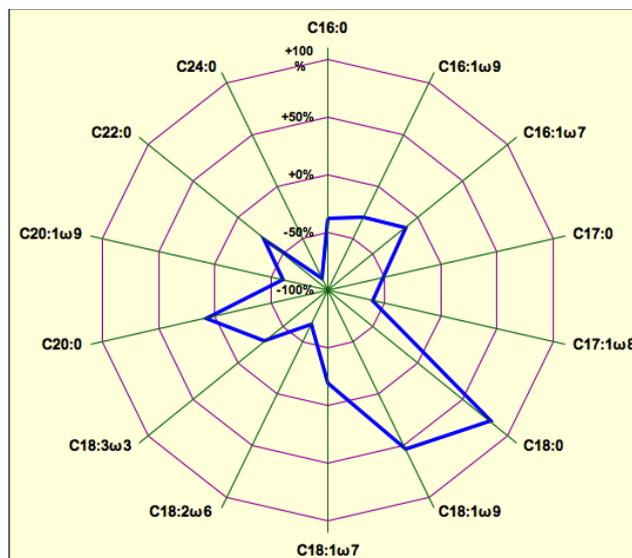
"empreinte digitale" de l’origine de l’échantillon. Pour la représentation de groupes (variété, AOP, pays), afin de mieux restituer les variations internes, la représentation est complétée en rajoutant le premier quartile et le troisième quartile (tracé pointillé). Nous appelons "morphotype" cette représentation. Par exemple, le morphotype "AOP Nyons" est construit à partir de la composition en acides gras de 151 échantillons d’huile d’olive de Nyons, collectés sur 15 campagnes. Le morphotype "AOP Haute-Provence" est construit à partir de la composition en acides gras de 141 échantillons d’huile d’olive de Haute-Provence, collectés sur 12 campagnes (**Figure 9**).



**Figure 9.** Morphotypes des compositions en acides gras des AOP Nyons et Haute-Provence.

La confrontation d'un morphogramme à un morphotype permet très rapidement de donner un diagnostic sur la provenance réelle de l'échantillon. Par exemple, il apparaît immédiatement que

l'échantillon représenté par la **Figure 10** ci-dessous ne correspond à aucune des deux AOP représentées en **Figure 9**. Il s'agit en effet d'un échantillon de la variété *Picual*.



**Figure 10.** Morphogramme des acides gras d'un échantillon de la variété *Picual*.

#### **Test à partir d'assemblages**

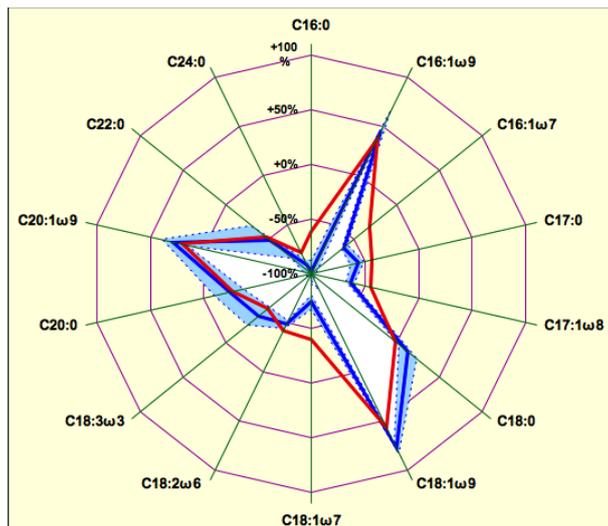
Deux tests sont réalisés à partir d'assemblages fictifs, obtenus à partir de compositions d'échantillons réels pris au hasard dans la base de données.

Le premier test concerne un échantillon fictif construit par un assemblage de 20 % de l'échantillon d'*Arbéquine* et de 80 % de l'échantillon de l'AOP Nyons dont la composition en acides gras est obtenue par le calcul.

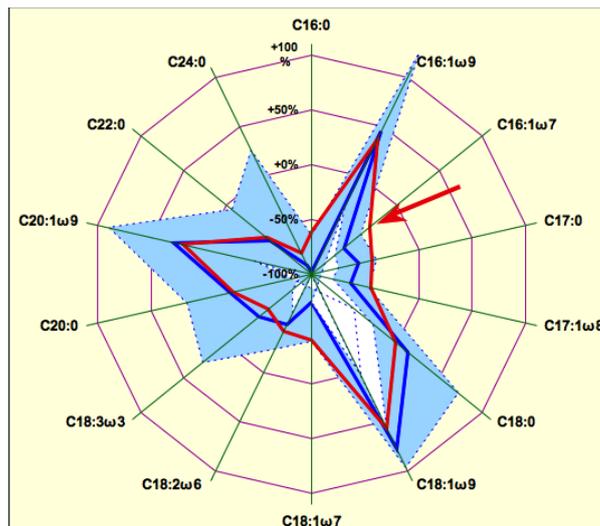
Le morphogramme de cet échantillon (en rouge) est confronté au morphotype de l'AOP Nyons (en bleu) (**Figure 11a**). Il existe une correspondance grossière entre les représentations deux huiles, mais de nombreux points du tracé rouge s'écartent du tracé bleu, notamment pour les acides palmitique, palmitoléique, margarique, margaroléique, oléique, Z-vaccénique et linoléique. Ce constat rend très suspect cet échantillon sur son

origine AOP Nyons et nécessite un examen plus approfondi. La **Figure 11b** montre la plage complète de variations des acides gras de tous les échantillons de l'AOP Nyons (n=151) de la banque de données sans la limitation au 1<sup>er</sup> et 3<sup>e</sup> quartile.

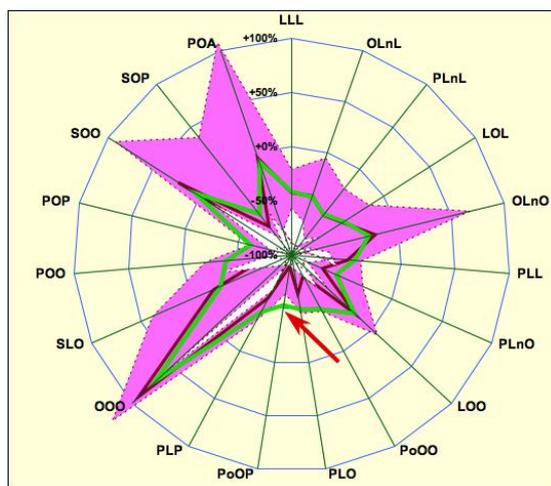
L'échantillon test se positionne en limite des plages de variations sur de nombreux composés (acides palmitique, margarique, margaroléique, oléique, vaccénique), mais surtout se place nettement hors du domaine de variations pour l'acide palmitoléique (**Figure 11b**, flèche rouge). Afin de conforter ce résultat, une démarche similaire est appliquée à la composition en triglycérides du mélange fictif et de l'AOP Nyons. La **Figure 11c** montre plusieurs valeurs limites de triglycérides de l'échantillon fictif par rapport à ceux de l'AOP Nyons et un triglycéride (PoOP, flèche rouge) en dehors du domaine de variations maximum. Il est alors possible de rejeter cet échantillon comme non conforme à la composition de l'huile de Nyons.



**Figure 11a.** Superposition du morphogramme des acides gras de l'échantillon fictif au morphotype des acides gras de l'AOP Nyons limité au 1<sup>er</sup> et au 3<sup>e</sup> quartiles.



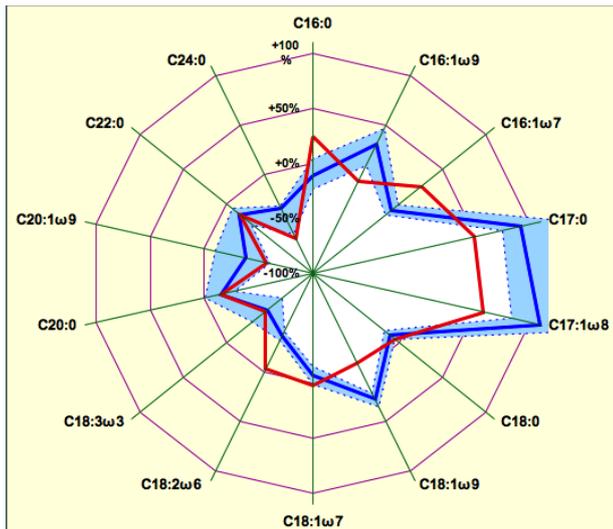
**Figure 11b.** Superposition du morphogramme des acides gras de l'échantillon fictif au morphotype des acides gras de l'AOP Nyons avec le domaine de variation maximum.



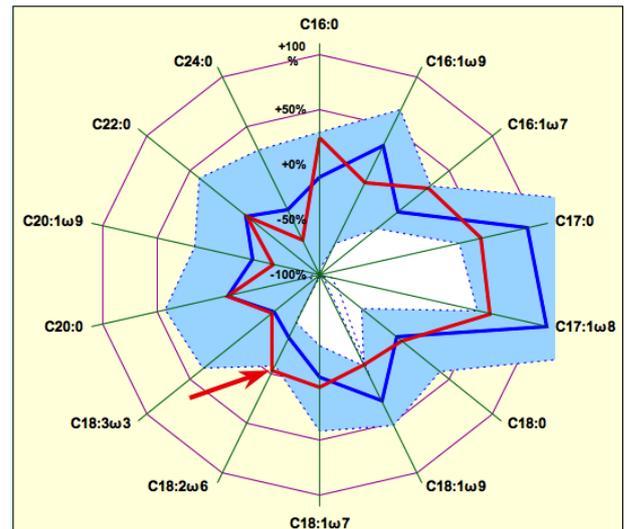
**Figure 11c.** Superposition du morphogramme des triglycérides de l'échantillon fictif au morphotype des triglycérides de l'AOP Nyons avec le domaine de variation.

Le second test est réalisé à partir d'un échantillon d'huile tunisienne pris au hasard, à hauteur de 20 %, et d'un échantillon de Haute-Provence (80 %). Le même résultat peut être obtenu à partir du même schéma de travail. Cinq points suspects sont identifiés sur la **Figure 12a** : en C16:0, C16:1ω7, C17:0, C17:1ω8, C18:1ω9, C18:2ω6. Sur la

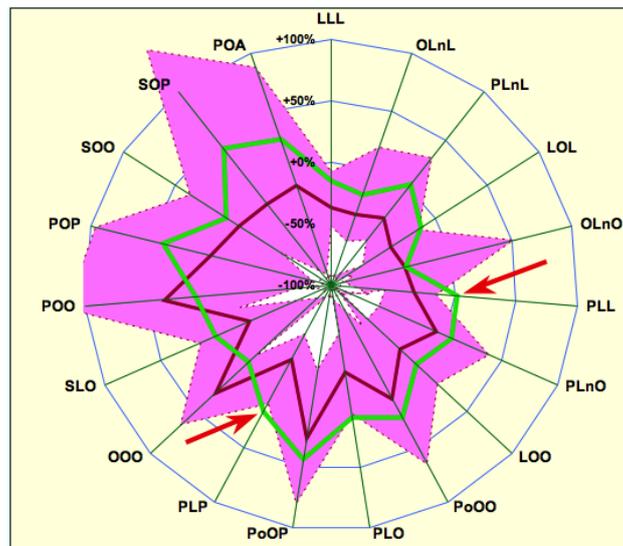
**Figure 12b**, un point sort de la zone en bleu et les autres sont en limite, ce qui conduit à écarter l'échantillon des échantillons possibles de l'AOP Haute-Provence. La **Figure 12c** permet d'obtenir la confirmation de cette conclusion à partir de la composition en triglycérides.



**Figure 12a.** Superposition du morphogramme des acides gras de l'échantillon fictif au morphotype des acides gras de l'AOP Haute-Provence limité au 1<sup>er</sup> et au 3<sup>e</sup> quartiles.



**Figure 12b.** Superposition du morphogramme des acides gras de l'échantillon fictif au morphotype des acides gras de l'AOP Haute-Provence avec le domaine de variation maximum.



**Figure 12c.** Superposition du morphogramme des triglycérides de l'échantillon fictif au morphotype des triglycérides de l'AOP Haute-Provence avec le domaine de variation maximum.

#### 4. CONCLUSIONS

La méthode de représentation de la composition en acides gras et en triglycérides d'échantillons par les morphogrammes et des entités (variétés, AOP, pays) par les morphotypes permet un travail de vérification rapide de la conformité de l'origine. Les bases de données permettant de construire les morphotypes peuvent être enrichies à chaque campagne de production afin d'intégrer les particularités de chacune des campagnes. Les

échantillons introduits doivent cependant être vérifiés un à un, mais l'utilisation de cette méthode rend cette vérification facile et rapide.

Cette méthode peut être mise en pratique par n'importe quel laboratoire capable de réaliser les analyses nécessaires. Les morphotypes de référence des appellations disponibles, ainsi que les outils permettant leur exploitation pour la vérification de la conformité peuvent être téléchargés sur le site de l'AFIDOL.

## 5. BIBLIOGRAPHIE

- [1] <http://ec.europa.eu/agriculture/quality/door/list.html>
- [2] Ollivier D., Artaud J., Pinatel C., Durbec J. P., Guère M., (2003). Triacylglycerol and fatty acid compositions of French virgin olive oils. Characterisation by chemometrics. *J. Agric. Food Chem.*, 51: 5223-5731.
- [3] Ollivier D., Pinatel C., Dupuy N., Guère M., Artaud J., (2007). Caractérisations sensorielles et chimiques d'huiles d'olive vierges de six AOC françaises. *OCL*, 14, n°2, 116-129.
- [4] Forina M., Tiscornia E. (1982). Pattern recognition methods in the prediction of Italian olive oil origine by their fatty acid content. *Ann. Chim.*, 72, 143-155.
- [5] Ollivier D., Artaud J., Pinatel C., Durbec J. P., Guère M., (2006). Differentiation of french virgin olive oil RDOs by sensory characteristics, fatty acid and triacylglycerol compositions and chemometrics. *Food Chem.*, 97: 382-393.
- [6] Ollivier D., (2006). Compositions en acides gras et en triglycérides d'huiles d'olive vierges françaises (*Olea europaea*, subsp. *europaea*). Application à la détermination de leurs origines variétales et géographiques. Thèse de Doctorat en Sciences. Université Paul Cézanne (Aix-Marseille III), France.
- [7] Pinatel C., Jourdan J.-P., Ollivier D., Artaud J., Lassale J., (2006). Déroulement de la maturité de la Tanche dans le Nyonsais. *Le Nouvel Olivier*, N° 53, 3-9.

# OLIVÆ



المجلة الرسمية للمجلس الدولي لزيت الزيتون

**Official Journal of the International Olive Council**

**Journal officiel du Conseil oléicole international**

**Revista Oficial del Consejo Oleícola Internacional**

**Rivista Ufficiale del Consiglio Oleicolo Internazionale**