

OLIVE OIL HUILE D'OLIVE

Formulation d'une huile d'olive de bonne qualité

Malika Haddam^{1,2}, Hammadi Chimi³ et Aziz Amine^{1,*}

¹ Laboratoire des Analyses Chimiques et Biocapteurs, Faculté des Sciences et Techniques de Mohammedia, Mohammedia, Maroc

² Lesieur Cristal, 1, rue Caporal Corbi, Roches Noires, 20300 Casablanca, Maroc

³ Institut Agronomique et Vétérinaire Hassan II, Département des Sciences Alimentaires et Nutritionnelles, B.P 6202 – Instituts, 10101 Rabat, Maroc

Reçu le 9 octobre 2013 – Accepté le 16 décembre 2013

Résumé – Pour améliorer la qualité d'huile d'olive de la variété « Arbequine », de plus en plus plantée dans les vergers marocains, nous avons réalisé, dans le présent travail, différents assemblages de cette variété avec deux autres connues pour leur qualité supérieure en termes de stabilité, critères organoleptiques et richesse en antioxydants naturels. Ce sont la variété « Picholine marocaine » et la variété d'Espagne « Picual ». La récolte des trois variétés d'olive a été réalisée au mois de décembre 2012 après vérification de la période optimale par calcul de l'indice de maturité qui est proche pour les trois variétés (de 2,9 à 3,3). Après extraction dans une unité de trituration moderne à deux phases, les analyses physico-chimiques et organoleptiques, selon les critères cités dans le Conseil Oléicole International (COI), des trois huiles ont été réalisées et ont permis de classer les trois huiles dans la catégorie Vierge Extra. Les analyses suivantes ont été réalisées sur les trois variétés d'huiles : composition en acides gras (AG) et teneur en antioxydants naturels tels que les orthodiphénols et les tocophérols. La vérification de la stabilité à l'oxydation a été réalisée par le test Rancimat. Différents assemblages ont été effectués et ont été soumis aux mêmes analyses. Les résultats révèlent que la formulation la plus réussie est celle présentant 40 % « Arbequine », 30 % « Picholine marocaine » et 30 % « Picual », ayant une stabilité à l'oxydation la plus élevée (23,1 h), due à sa faible teneur en acides gras polyinsaturés et sa teneur augmentée en gamma tocophérol (2,3 mg/100 g d'huile) et en orthodiphénols (3,3 mg/100 g d'huile).

Mots clés : Composition / huile d'olive vierge extra / variété / assemblage / stabilité oxydative

Abstract – Formulation of olive oil good quality. To improve the quality of olive oil from the “Arbequine” variety commonly planted in Moroccan orchards, we produced in this work various blends of this variety by two other oils known for their superior quality in term of stability, organoleptic criteria and content in natural antioxidants the “Picholine marocaine” variety and “Picual” from Spain. The harvest of three olive varieties was conducted in December 2012 after verification of the optimal period by calculating the index of maturity that is almost close to the three varieties (2.9 to 3.3). After extraction in a modern two-stages crushing unit, the physico-chemical and organoleptic analysis according to the criteria listed in the International Olive Oil Council (IOOC), three varieties of oil were produced and were used to classify the three varieties in category Extra Virgin. Following analyzes of the content of the three oil varieties were achieved: fatty acids composition and natural antioxidants contents, such as orthodiphenols and tocopherols. The verification of the oxidative stability was achieved by the Rancimat test. Different blends were made and were subject to the same studies cited above. The analysis results showed that the most successful formulation is that with 40% “Arbequina”, 30% “Picholine marocaine” and 30% ‘Picual’ with the highest oxidative stability (23.1 h) due to its low content in polyunsaturated fatty acids and enhanced content in gamma tocopherol (2.3 mg/100 g oil) and orthodiphenols (3.3 mg/100 g oil).

Keywords: Composition / extra virgin olive oil / variety / blends / oxidative stability

Introduction

En plus des conditions culturales, pédoclimatiques et méthodes d'extractions, des études ont estimé que le profil

variétal participe de 20 % dans la qualité physico-chimique et organoleptique d'une huile d'olive. Les critères indicateurs de la qualité tels que la composition en acides gras et la teneur en antioxydants naturels diffèrent d'une variété à l'autre (Montedoro *et al.*, 1986). Beaucoup d'efforts ont été déployés

* Correspondance : azizamine@yahoo.fr

par les chercheurs intéressés par le développement du secteur oléicole marocain pour l'amélioration variétale de l'olivier prédominé par la variété « Picholine marocaine » qui, malgré son pouvoir d'adaptation aux divers milieux et sa double finalité (production d'huile d'olive et d'olive de table), présente certains inconvénients, notamment sa productivité moyenne et alternante, sa grande sensibilité à l'œil de paon due au champignon *Spillocaea oleaginum*, et sa faible teneur en huile (18 à 22 %) contre 26–30 % pour les variétés à huile telles que « Arbequine », « Koroneiki », « Picual », « Arbosana », etc. Ce problème a été largement résolu par la plantation des deux clones à huile « Haouzia » et « Menara » issus de « Picholine marocaine ». Toutefois, la plupart des oléiculteurs marocains ont une tendance à la plantation de variétés espagnoles, notamment la variété « Arbequine » en raison de sa haute teneur en huile, sa production précoce et son alternance très faible. Mais subsistent des contraintes illustrées par sa faible stabilité vis-à-vis des facteurs d'oxydation due à sa teneur faible en antioxydants naturels et sa forte teneur en acides gras poly-insaturés (Gharby *et al.*, 2011).

Ce travail a pour objectif principal le développement d'une huile d'olive de bonne qualité par assemblage variétal, visant à aider les oléiculteurs marocains, attirés par la plantation de la variété à huile « Arbequine », à rehausser la stabilité de l'huile par assemblage avec des variétés spécifiques telles que « Picholine marocaine » et « Picual ». Une étude de comparaison des trois variétés est illustrée au cours de ce travail.

1 Matériel et méthodes

1.1 Matières végétales et échantillonnages

Les variétés étudiées : « Picholine marocaine », « Arbequine », et « Picual » proviennent d'un verger de la région Haouz du Maroc à latitude : N32° 0,3' 46,1" et longitude W 0,07° 12' 10", à terre argile-limoneux avec une plantation de 50 % de la variété Arbequine, 25 % « Picual » et 25 % de la « Picholine marocaine ». La plantation date de l'année 2009 pour les trois variétés, à irrigation localisée en goutte à goutte. La récolte des trois variétés d'olive a été réalisée au mois de décembre de la campagne 2012–2013.

Nous avons appliqué la méthode d'échantillonnage adoptée par la norme commerciale du COI (COI/Doc. n°1, novembre 2011). Pour les trois variétés, nous avons, dans un premier temps, procédé par prélèvement de deux lots d'olives pour chaque variété. L'indice de maturité a été déterminé, l'extraction des huiles olive a été réalisée juste après la récolte.

1.2 Méthodes analytiques

1.2.1 Stade optimale de récolte

L'évaluation du stade optimal de récolte a été réalisé selon la méthode décrite par (Uceda et Frías, 1975). L'indice de maturité est un bon indicateur pour la détermination de la période optimale de récolte, basé sur l'appréciation de la coloration des

100 olives échantillonnées et le calcul se fait selon la formule suivante :

$$\frac{(n_0 \times 0) + (n_1 \times 1) + (n_2 \times 2) + \dots + (n_7 \times 7)}{100} = \text{Indice de maturité}$$

$n_0, n_1, n_2 \dots n_7$: représentent le nombre de fruits d'olives qui appartiennent aux huit catégories suivantes :

- 0 : nombre de fruits d'olive à épiderme vert ;
- 1 : nombre de fruits d'olive à épiderme jaune ou jaune verdâtre ;
- 2 : nombre de fruits d'olive à épiderme jaune avec des points en rouges ;
- 3 : nombre de fruits d'olive à épiderme rouge ou violet clair ;
- 4 : nombre de fruits d'olive à épiderme noir mais à noyau vert ;
- 5 : nombre de fruits d'olive à épiderme noir mais à noyau violet jusqu'à moitié ;
- 6 : nombre de fruits d'olive à épiderme noir et à noyau presque complètement rose ;
- 7 : nombre de fruits d'olive à épiderme noir et à noyau totalement sombre.

1.2.2 Réalisation des assemblages

L'assemblage des trois variétés d'huile a été réalisé selon deux modalités

- Assemblage di-variétal : « Arbequine » assemblée d'une part à l'huile issue de la variété « Picholine Marocaine » et d'autre part à la variété « Picual ».
- Assemblage tri-variétal : faisant assembler l'huile issue de la variété « Arbequine » aux deux variétés « Picual » et « Picholine marocaine ».

L'assemblage a été réalisé selon différents pourcentages en poids, et visant à développer une huile d'olive avec un pourcentage maximum en huile issue de la variété « Arbequine » ayant une qualité supérieure : stabilité et teneur en antioxydant rehaussées par assemblage.

1.2.3 Caractérisation physico-chimique

La trituration des lots d'olives de chaque variété a été réalisée au niveau d'une unité moderne continue à deux phases. Ainsi trois lots de 5 litres de chaque variété ont été conservés à l'abri de la lumière et ont fait l'objet d'assemblages. Les analyses physico-chimiques et étude de stabilité ont porté initialement sur les trois variétés d'huile ainsi que sur les différents assemblages réalisés.

- L'acidité libre et indice de peroxyde des huiles et leurs assemblages

L'acidité exprimée en pourcentage d'acide oléique et l'indice de peroxyde ont été mesurés selon les méthodes normalisées, respectivement la norme française (NF EN ISO 660 septembre 2009), et la norme française (NF EN ISO 3960 juin 2010).

Tableau 1. Identification du pourcentage d'assemblage étudié.

Modalité assemblage	Référence assemblage	% « Arbequine »	% « Picholine marocaine »	% « Picual »
C.Tri-variétal	C1	50	25	25
	C2	40	30	30
	C3	60	40	0
C.Di-variétal	C4	50	50	0
	C5	60	0	40
	C6	50	0	50

C1 : Assemblage 1 ; C2 : Assemblage 2 ; C3 : Assemblage 3 ; C4 : Assemblage 4 ; C5 : Assemblage 5 ; C6 : Assemblage 6.

– Les coefficients d'extinction spécifiques dans l'ultraviolet à 232 nm et 270 nm (K232) et (K270)

Ils sont calculés respectivement à partir de l'absorption à 232 et 270 nm selon la méthode française (NF EN ISO 3656 avril 2011), à l'aide d'un spectrophotomètre de type VARIAN.

– La teneur en eau, matières volatiles et la teneur en impuretés

Ces teneurs ont été déterminées selon les méthodes françaises internationales normalisées respectivement (NF EN ISO 662 février 2001) et (NF EN ISO 663 mai 2009).

– Composition en orthodiphénols

Les orthodiphénols ont été extraits selon la méthode décrite par (Tsimidou *et al.*, 1992) et validée par (Amine *et al.*, 2012) : 25 g d'huile d'olive sont dissous dans 25 ml d'hexane dans une ampoule à décantation, puis sont ajoutés trois fois 15 ml de solution méthanolique (méthanol/eau ; 60/40, v/v), ensuite la phase méthanolique est 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 (Ollivier *et al.*, 2004), les taux des orthodiphénols sont exprimés en mg d'acide caféique/100 g d'huile.

– Composition en tocophérols

Les tocophérols sont analysés par HPLC, selon la méthode française internationale normalisée (NF EN ISO 9936/A1 septembre 2011), sur une colonne de silice de marque : lichrosphère 100 diol C18, de 250 mm de longueur 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'onde d'excitation est de 295 nm, la longueur d'onde 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

La composition en acides gras a été déterminée après transformation en esters méthyliques obtenus par transestérification des triglycérides par de la potasse méthanolique. Les esters méthyliques d'acides gras des échantillons d'huiles d'olive sont obtenus selon la méthode française normalisée internationale (NF EN ISO 5509 juin 1995). Ensuite, ces esters ont été analysés par chromatographie en phase gazeuse selon les conditions décrites en 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 longueur et de 0,25 mm de diamètre intérieure. La température du four est réglée à 200 °C, celle de l'injecteur à 220 °C. Le gaz vecteur utilisé est l'hélium à 1,2 ml/min et le volume de l'injection est de 1 µl, fuite (*split on*) à ratio : 15 %.

1.3 Analyse organoleptique

La détermination du profil organoleptique a été faite selon la norme commerciale du COI (COI, 2011) par un panel qualifié et agréé par le COI de l'établissement autonome de Casablanca.

1.4 La stabilité oxydative par Rancimat

Le test au Rancimat a été reconnu comme une méthode officielle à l'échelle internationale (NF EN ISO 6886 juin 2009). Pour évaluer la stabilité à l'oxydation des quatre échantillons d'huile d'olive, nous avons eu recours à ce test Rancimat qui donne la spécification TIR (temps d'induction Rancimat, exprimé en h) 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 va subir une décomposition thermique à 110 °C, sous un flux intensif d'air de débit 10 l/h. Les produits de dégradation qui apparaissent sont expulsés par le flux et transférés dans la cellule de mesure remplie d'eau distillée. L'évaluation est effectuée de façon entièrement automatique. Le temps d'induction est déterminé par un conductimètre.

1.5 Étude statistique

Les résultats présentés sont les moyennes d'analyses réalisées en double et en triple exemplaire. Ces résultats sont

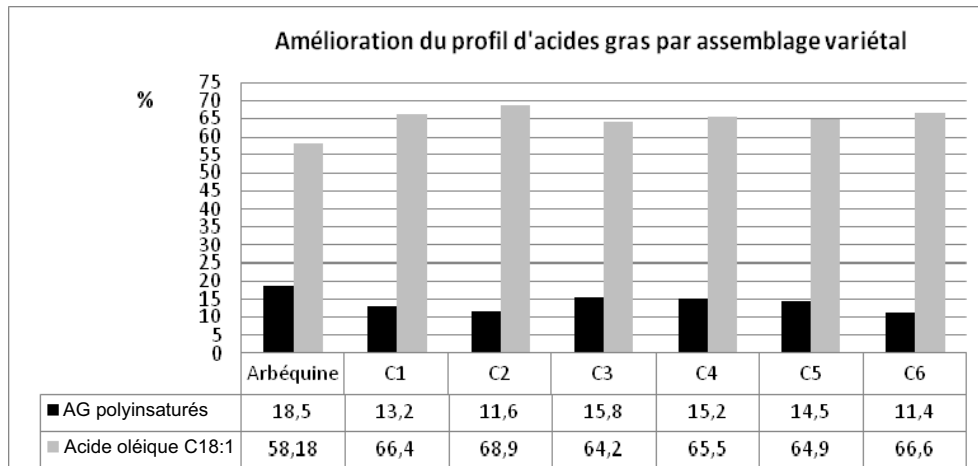


Fig. 1. Amélioration du profil d'AG : augmentation du % de l'acide oléique et diminution du % l'acides gras polyinsaturé.

Tableau 2. Indice de maturité des trois variétés.

Variété d'olive	Indice de maturité
« Arbequine »	3,27 ± 0,10
« Picual »	3,07 ± 0,20
« Picholine marocaine »	2,86 ± 0,20

présentés sous forme de moyenne ± écart type. Les écarts types de nos résultats sont calculés *via* Excel 2007.

2 Résultat et discussions

2.1 Stade optimal de récolte

L'indice de maturité des trois variétés est de 3,27 pour la variété « Arbequine », 3,07 pour le « Picual » et de 2,86 pour la « Picholine marocaine » (Tab. 2), ces valeurs correspondant à la période optimale de récolte et s'alignant avec celles décrites dans la littérature et comprises entre 2,8 et 3,5 (Bendriiss, 2010). C'est la fourchette coïncidant un taux en polyphénols le plus élevé ainsi qu'un rendement maximale en huile dans les olives (Mahhou *et al.*, 2011).

2.2 Résultat des analyses physicochimiques

2.2.1 Dénomination des huiles issues des trois échantillons d'huile d'olives vierges monovariétales et les échantillons d'huile issus du processus d'assemblage

Les résultats d'analyse des trois variétés d'huile, ainsi que les six assemblages réalisés montrent que les critères de qualité : acidité, E270, humidité, matières volatiles et indice de peroxyde sont compatibles avec les critères d'une huile d'olive vierge extra décrits dans la norme commerciale applicable aux huiles d'olive et huiles de grignon d'olive (COI, 2011) (Tab. 3).

2.2.2 Composition en acides gras

La composition en acides gras (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 mono-insaturés avec un taux d'acide oléique allant de 55 % et 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, la variété ont une incidence sur le profil de composition en acides gras de l'huile d'olive (Garcia *et al.*, 1996b ; Judde, 2004 ; Ollé, 2002).

Dans le présent travail, le résultat d'analyse des trois variétés d'huile montre que la composition en acides gras de leurs huiles d'olive est conforme aux spécifications exigées par la norme commerciale COI, toutefois cette composition est variable selon la variété : l'huile issue de la variété « Arbequine » a un acide palmitique représentant des acides gras saturés le plus élevé : 18 % *vs.* 13,9 % pour « Picual » et 12,7 % pour « Picholine marocaine », ainsi qu'un acide palmitoleïque C16:1 qui est le double (2 %) par rapport « Picual » et « Picholine marocaine » (respectivement 1,3 et 1). Aussi la variété « Arbequine » présente un taux l'acide oléique (C18:1), représentant des acides gras mono-insaturés bénéfiques pour la santé, le plus faible (58,18 %), celui de « Picual » est le plus élevé (76,24 %) et « Picholine marocaine » présente un taux intermédiaire (70,51 %), quant aux acides gras polyinsaturés, dont le taux élevé est à l'origine du rancissement et de l'oxydation d'une huile (Chimi *et al.*, 1990 ; Chimi, 1991), le « Picual » présente le pourcentage le plus faible (5,13 %), celui de « Picholine marocaine » est 12,4 %. Le pourcentage le plus élevé est enregistré chez « Arbequine » avec 18,5 %.

Le profil d'acides gras de la variété « Arbequine » est nettement amélioré par l'assemblage effectué. Cette amélioration se manifeste par une augmentation de la teneur en acide oléique bénéfique pour la santé (Tab. 4), et une diminution nette du pourcentage d'acide gras poly insaturés (Fig. 1). Les assemblages favorisés, en terme de composition en acides gras sont C2 et C6, qui présentent respectivement une teneur de 68,9 et 66,6 % d'acide oléique et un total en acide gras polyinsaturés très proche (respectivement : 11,6 % et 11,4 %).

Tableau 3. Résultats des analyses physico-chimiques des trois huiles et des différents échantillons d'huile obtenus à la suite du processus d'assemblage.

Critères/Code échantillons	« Arbequine »	« Picholine marocaine »	« Picual »	C1	C2	C3	C4	C5	C6	Norme *COI
Acidité (%)	0,17 ± 0,02	0,25 ± 0,01	0,12 ± 0,02	0,18 ± 0,02	0,22 ± 0,01	0,2 ± 0,03	0,22 ± 0,04	0,13 ± 0,03	0,13 ± 0,04	≤ 0,8
Indice de peroxyde (meq/kg)	1,14 ± 0,03	1,34 ± 0,02	1,22 ± 0,02	1,65 ± 0,03	1,85 ± 0,03	1,73 ± 0,03	1,25 ± 0,04	1,39 ± 0,04	1,45 ± 0,03	≤ 20
Eau et matière volatile (%)	0,06 ± 0,02	0,14 ± 0,04	0,17 ± 0,03	0,12 ± 0,03	0,11 ± 0,02	0,15 ± 0,02	0,13 ± 0,03	0,12 ± 0,03	0,13 ± 0,04	≤ 0,2
Impuretés (%)	0,01 ± 0,02	0,04 ± 0,03	0,03 ± 0,02	0,03 ± 0,02	0,04 ± 0,02	0,03 ± 0,03	0,02 ± 0,03	0,04 ± 0,02	0,05 ± 0,02	≤ 0,1
E (270)	0,12 ± 0,01	0,14 ± 0,01	0,11 ± 0,01	0,16 ± 0,01	0,14 ± 0,02	0,16 ± 0,03	0,16 ± 0,03	0,15 ± 0,03	0,16 ± 0,03	≤ 0,22
E (232)	1,54 ± 0,02	1,66 ± 0,02	1,31 ± 0,01	1,61 ± 0,02	1,81 ± 0,01	1,98 ± 0,02	2,03 ± 0,02	0,16 ± 0,02	1,81 ± 0,03	≤ 2,50
Delta E	0,01 ± 0,01	0,01 ± 0,01	0,01 ± 0,01	0,018 ± 0,02	0,025 ± 0,01	0,01 ± 0,03	0,02 ± 0,01	0,01 ± 0,03	0,01 ± 0,02	–

* : Conseil oléicole international. Nombre de réplication (n) = 3.

2.2.3 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'huile d'olive contient principalement l' α -tocophérol qui représente à elle seule 95 % des tocophérols totaux (Amelio, 2003 ; Dionisi *et al.*, 1995 ; Garcia *et al.*, 1996a). On trouve également une faible teneur en β et γ tocophérols, alors que le δ tocophérol n'est présent qu'à l'état de traces (Psomiadou, 2000).

Ceci est bien en accord avec nos résultats. En effet, les trois variétés d'huiles étudiées présentent un pourcentage assez élevé en alpha tocophérol, le taux le plus élevé étant trouvé chez la variété « Arbequine ». L'alpha tocophérol a un rôle plutôt vitaminique.

L'action anti-oxydante est attribuée notamment à la teneur en gamma tocophérol qui a montré une activité anti-oxydante très élevée *in vitro* (Charrouf et Guillaume, 2008b ; Khallouki *et al.*, 2003 ; Reboul *et al.*, 2007). La teneur la plus élevée en gamma tocophérol est retrouvée chez la « Picholine marocaine » (3,70 mg/100 g d'huile). Le « Picual » a une teneur intermédiaire de 2,20 mg/100 g d'huile, quant à « Arbequine », elle présente la valeur la plus faible : 1,60 mg/100 g d'huile. Ceci a été bien remédié, dans la présente étude par assemblage variétal. Ce sont les assemblages C2 et C4 qui ont enregistré la teneur la plus élevée par rapport aux autres (2,3 mg/100 g d'huile). Le beta tocophérol est enregistré dans nos échantillons étudiés de la même manière, par contre le delta tocophérol, le plus antioxydant, n'a pas été détecté dans nos échantillons (Tab. 5).

2.2.4 Composition en orthodiphénols

Les composés phénoliques sont aujourd'hui au centre de nombreuses études, c'est surtout pour leur potentiel en matière de prévention de la santé humaine (Garcia-Villalba *et al.*,

2010 ; Vierhuis *et al.*, 2001). Ces composés naturels jouent un rôle très important dans la caractérisation des huiles et pour leur intérêt nutritionnel (Brenes *et al.*, 2002 ; Visioli et Galli, 1998). L'huile d'olive contient des composés phénoliques simples et complexes qui augmentent sa stabilité et lui confère des propriétés anti-oxydantes et modulent sa saveur (Fedeli, 1977). Les composés phénoliques contribuent fortement au goût piquant, à l'astringence et à l'amertume des huiles. Plusieurs études ont souligné que le groupe des orthodiphénols tel que l'hydroxytyrosol et acide caféique, ont montré une activité antioxydante plus élevée que celle des autres polyphénols (Chimi *et al.*, 1988).

Ainsi, nous avons évalué dans le présent travail la teneur en ces antioxydants naturels dans les trois échantillons étudiés et leurs assemblages. Le résultat illustré dans la Figure 2 a montré que l'huile issue de la variété « Picholine marocaine » (PM) a enregistré la valeur la plus élevée (4,5 mg/100 g), « l'arbéquine » présente la valeur la plus faible (2,7 mg/100 g), celle du « Picual » est intermédiaire (2,9 mg/100 g). Cette variabilité des orthodiphénols en fonction du profil variétal est bien en accord avec la littérature (Ucella *et al.*, 1994). L'assemblage des trois variétés d'huile a permis de rehausser le taux faible de « Arbequine » en orthodiphénols de 2,7 mg/100 g jusqu'à des valeurs de 3,1–3,3–3,4 et 3,6 mg/100 g respectivement enregistrés au niveau des assemblages C1, C2, C3 et C4 correspondent, respectivement à un taux amélioré en orthodiphénols de l'ordre de 13,4 %, 20 %, 23 % et 30 % (Figs. 2 et 3). Cet accroissement est lié surtout à la présence dans ces assemblages de la variété « Picholine marocaine » présentant initialement la valeur la plus élevée.

2.3 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

Tableau 4. Composition en acides gras huiles des trois échantillons d'huile d'olives vierges monovariétales et les échantillons d'huile issus du processus d'assemblage.

Acides gras	« Picholine marocaine »	« Picual »	« Arbequine »	C1	C2	C3	C4	C5	C6	Norme COI
Acide palmitique C16:0	12,72 ± 0,1	13,87 ± 0,3	18,0 ± 0,4	15,8 ± 0,4	15,2 ± 0,3	16 ± 0,2	15 ± 0,3	16,1 ± 0,4	15,6 ± 0,2	Min 7,5 Max 20
Acide palmitoléique C16:1	1,05 ± 0,3	1,35 ± 0,4	2,0 ± 0,2	1,6 ± 0,2	1,5 ± 0,4	1,6 ± 0,3	1,4 ± 0,2	1,6 ± 0,1	1,6 ± 0,1	Min 0,3 Max 3,5
Acide stéarique C18:0	2,08 ± 0,2	2,53 ± 0,3	1,65 ± 0,3	1,9 ± 0,1	2,0 ± 0,1	1,7 ± 0,2	1,8 ± 0,2	2,0 ± 0,2	2,0 ± 0,2	Min 0,5 Max 5
Acide oléique C18:1	70,51 ± 0,4	76,24 ± 0,1	58,18	66,4 ± 0,3	68,9 ± 0,2	64,2 ± 0,2	65,5 ± 0,3	64,9 ± 0,2	66,6 ± 0,1	Min 55 Max 83
Acide linoléique C18:2	11,38 ± 0,3	4,34 ± 0,1	17,68 ± 0,1	12,4 ± 0,3	10,8 ± 0,2	15 ± 0,3	14,4 ± 0,2	13,6 ± 0,2	10,7 ± 0,1	Min 3,5 Max 21
Acide linoléique C18:3	0,97 ± 0,1	0,79 ± 0,1	0,81 ± 0,1	0,8 ± 0,1	0,8 ± 0,1	0,8 ± 0,2	0,8 ± 0,1	0,9 ± 0,1	0,7 ± 0,1	Max 1
Acide arachidique C20:0	0,3 ± 0,1	0,33 ± 0,1	0,33 ± 0,1	0,3 ± 0,1	0,3 ± 0,2	0,2 ± 0,1	0,3 ± 0,1	0,3 ± 0,2	0,3 ± 0,2	Max 0,60
Acide gadoléique C20:1	0,28 ± 0,1	0,24 ± 0,2	0,23 ± 0,1	0,2 ± 0,1	0,2 ± 0,2	0 ± 0,0	0,3 ± 0,1	0,2 ± 0,1	0,2 ± 0,2	Max 0,40
Acide behénique C20:2	0,0 ± 0,0	0,0 ± 0,0	0,0 ± 0,0	0 ± 0,0	0 ± 0,0	0 ± 0,0	0 ± 0,0	0 ± 0,0	0,3 ± 0,1	Max 0,20
Somme des AG polyinsaturés	12,35 ± 0,4	5,13 ± 0,5	18,49 ± 0,4	13,2 ± 0,4	11,6 ± 0,3	15,8 ± 0,4	15,2 ± 0,5	14,5 ± 0,4	11,4 ± 0,3	

Nombre de réplication (n) = 3.

Tableau 5. Teneur en tocophérols dans les trois échantillons d’huile d’olives vierges monovariétales et les échantillons d’huile issus du processus d’assemblage.

Tocophérol en mg/100 g d’huile	« Picholine marocaine »	« Picual »	« Arbequine »	C1	C2	C3	C4	C5	C6
Tocophérol alpha	27,2 ± 0,8	24,1 ± 0,5	42,8 ± 0,6	33,9 ± 0,7	32,5 ± 0,8	36,5 ± 0,9	34,6 ± 0,8	35,5 ± 0,7	34,0 ± 0,8
Tocophérol bêta	0,8 ± 0,2	0,6 ± 0,3	0,3 ± 0,2	0,5 ± 0,3	0,6 ± 0,3	0,5 ± 0,4	0,6 ± 0,3	0,8 ± 0,2	0,5 ± 0,3
Tocophérol gamma	3,0 ± 0,4	2,2 ± 0,3	1,6 ± 0,5	2,2 ± 0,3	2,3 ± 0,4	2,1 ± 0,4	2,3 ± 0,4	1,9 ± 0,3	1,9 ± 0,3
Total tocophérol	31,1	26,9	44,6	36,6	35,4	39,0	37,5	38,2	36,5

Nombre de réplication (*n*) = 3.

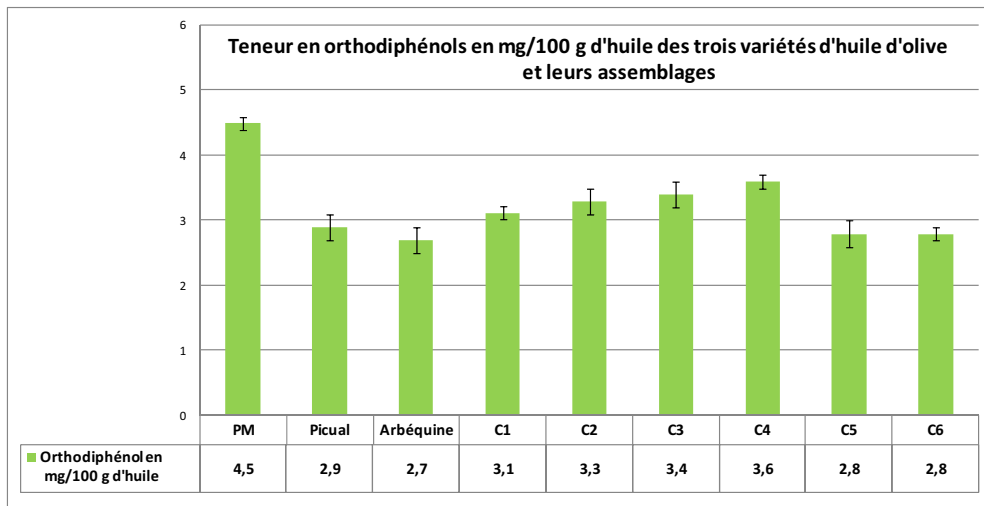


Fig. 2. Teneur en orthodiphénols des trois échantillons d’huile d’olives vierges monovariétales et des échantillons d’huile issus du processus d’assemblage.

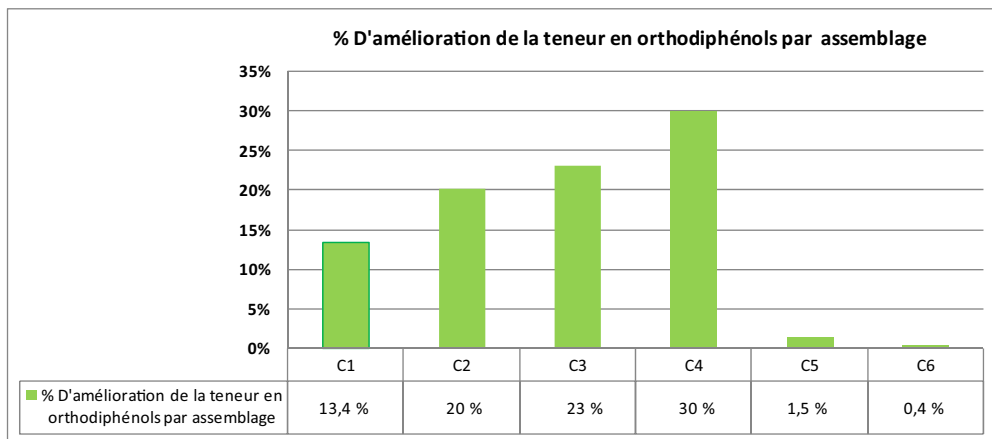


Fig. 3. Amélioration du taux d’orthodiphénols de la variété « Arbequine » par assemblage.

de l’huile puis pendant son stockage sont capables de modifier l’odeur et la saveur d’une huile. Pour évaluer la qualité des trois variétés d’huile et leurs formulations étudiées, une évaluation organoleptique de ces huiles a été réalisée selon la norme COI. Les résultats de l’analyse sensorielle montrent que les trois variétés d’huile étudiées ainsi que leurs assemblages possèdent des caractéristiques sensorielles d’une huile d’olive extra vierge : aucun attribut négatif n’a été enregistré, un fruité,

amer et piquant léger à moyen (médiane entre 2 et 5), « Arbequine » a enregistré un fruité le plus élevé (5,3), « Picual » est caractérisé par une amertume et piquant plus élevés que les autres (respectivement 5 et 4). « Picholine marocaine » présente un profil intermédiaire et équilibré. Ainsi le profil sensoriel des assemblages réalisés est influencé par la variété d’huile mise en assemblage : le fruité tend à diminuer l’amertume et le piquant augmentent dans le cas des assemblages intégrant

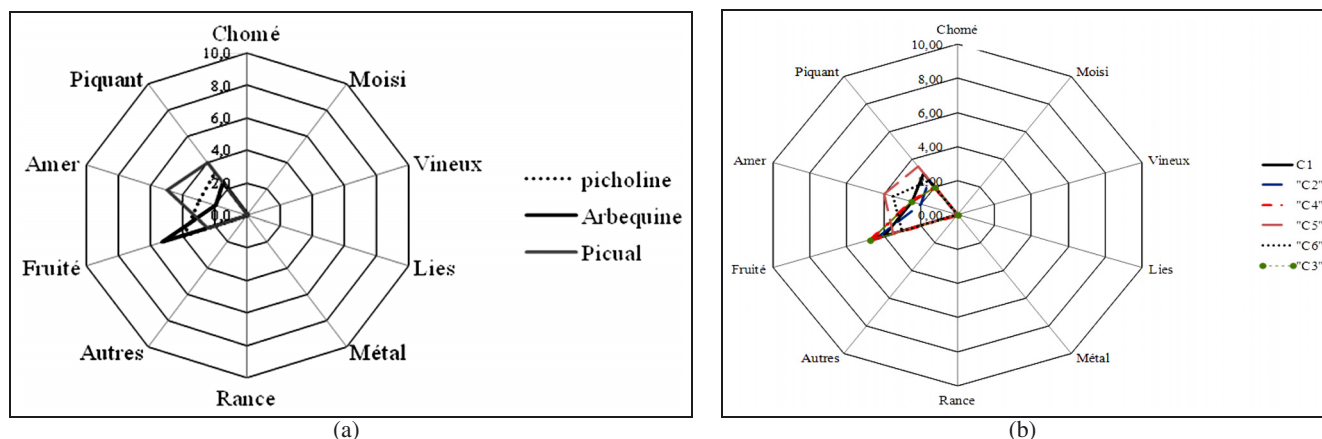


Fig. 4. Présentation radar du profil organoleptique des échantillons d'huiles d'olives vierges monovariétales (a), et des échantillons d'huile issus du processus d'assemblage (b).

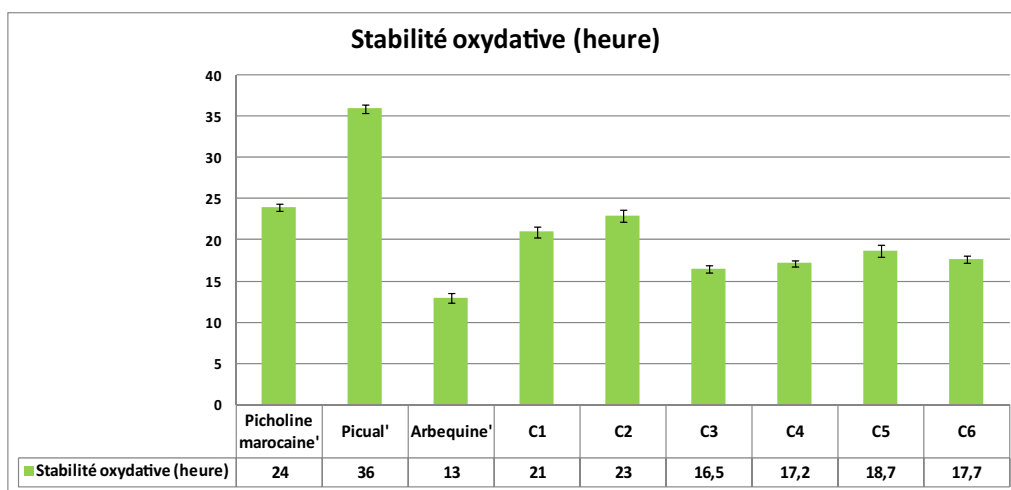


Fig. 5. Stabilité oxydative par Rancimat.

la variété « Picual ». Ainsi on tend vers des huiles ayant un profil organoleptique équilibré (cas de tous les assemblages) (Fig. 4b).

2.4 Stabilité oxydative par Rancimat des huiles étudiées et de leurs assemblages

La stabilité à l'oxydation accélérée est mesurée par le test Rancimat (Matthaus, 1996 ; Rahmani, 2007). Les résultats obtenus (Fig. 5), montrent que la variété a influencé clairement la stabilité de l'huile. En effet les valeurs les plus élevées sont enregistrées chez la variété Picual (36 h), dues principalement à sa composition faible en acides gras polyinsaturés conjugué à sa teneur en antioxydants naturels (tocophérols gamma et orthodiphénols). « Picholine marocaine » présente un temps d'induction intermédiaire (24 h) et la valeur la plus faible est enregistrée chez « Arbequine » (13 h). Ces résultats sont en accord avec ceux des études sur quelques variétés de l'huile d'olive (Abaza *et al.*, 2005 ; Ben Temime *et al.*, 2008a). D'autres auteurs ont également trouvé un temps d'induction faible de la variété Arbequine par rapport à d'autres

variétés étudiées (Ceballosa *et al.*, 2003 ; Gutiérrez *et al.*, 2002a ; Mateos *et al.*, 2006). La stabilité oxydative faible marquée chez « Arbequine » a été bien corrigée par assemblage : elle a augmenté de 13 h jusqu'à 23 h. Une nette corrélation négative entre la stabilité oxydative et la teneur en acides gras polyinsaturés a été signalée (Fig. 6). Les assemblages les plus rehaussés en termes de stabilité oxydative sont les assemblages tri variétaux (C1 et C2) :

- **C2** : 40 % « Arbequine » + 30 % « Picholine marocaine » + 30 % « Picual » présente la stabilité la plus élevée (23 h). Il est donc le plus réussi. Ceci est du probablement à sa teneur rendue faible, par assemblage, en acides gras polyinsaturés mais aussi à sa teneur rehaussée en gamma tocophérol (2,3 mg/100 g d'huile) et en orthodiphénols (3,3 mg/100 g d'huile).
- **C1** : 50 % « Arbequine » + 25 % « Picholine marocaine » + 25 % « Picual » : formule classée en deuxième position avec une stabilité de 21 h, AG polyinsaturé (13,2 %), tocophérol gamma (2,2 mg/100 g d'huile) et en orthodiphénols (3,1 mg/100 g d'huile).

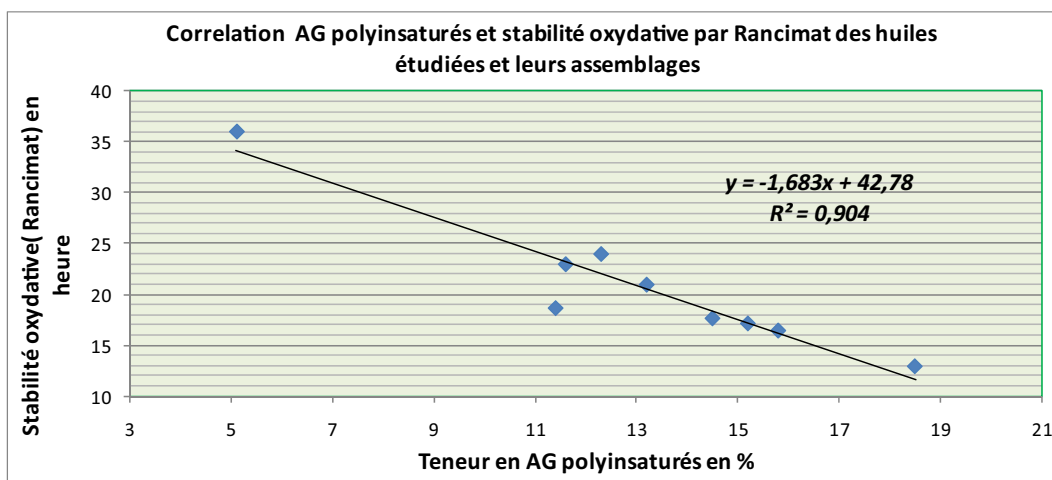


Fig. 6. Corrélation entre la stabilité oxydative (Rancimat) et teneur en acides gras polyinsaturés des échantillons d'huile d'olives vierges monovariétales et des échantillons d'huile issus du processus d'assemblage.

Conclusion et perspective

Les assemblages les plus réussis sont ceux formulés avec les trois variétés (C1 et C2) : la faible teneur en acides gras polyinsaturés issue de « Picual » et la composition en antioxydants naturels de « Picholine marocaine » ont amélioré la qualité d'huile d'olive de la variété « Arbequine » en augmentant sa stabilité oxydative tout en lui gardant une qualité physicochimique et organoleptique conforme et en répondant aux critères d'une huile d'olive vierge extra exigés par le COI. La qualité d'une huile d'olive relative à sa stabilité au cours du temps dépend non seulement d'un seul critère physicochimique mais il semble qu'elle soit due à la conjugaison de plusieurs critères physicochimiques, à savoir principalement la teneur en acides gras polyinsaturés, la composition en antioxydants naturels (orthodiphénols et tocophérols) et sa qualité organoleptique. La connaissance de la qualité, par étude physicochimique et organoleptique, des huiles d'olive préparées constitue un atout pour la réussite des assemblages variétaux et leur impact sur la qualité.

Références

- 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.
- Amelio M. 2003. Chemical-physical characteristics of olive oils ONAOC: Organizzazione nazionale Assoggiatori Olio di Oliva, pp. 1–26.
- Arnon D, Zohar K, Nir Y, Issac Z, Shimon L, Eric B. 2011. Influence of time of harvest and maturity index on olive oil yield and quality. *Sci. Horticult.* 127: 358–366.
- Amine 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* 28 (7): 56–69.
- Bendriess K. 2010. Appellation d'origine protégée huile d'olive tyoutchiadma. Expérience marocaine, présentation au séminaire international consacré aux indications géographiques dans le secteur de l'huile d'olive et des olives de table, Jeudi 21 octobre 2010, Reggio di Calabria, Italie.
- Brenes M, Garcia A, Rios JJ, Garcia P, Garrido A. 2002. Use of 1-acetoxypinoresinol to authenticate Picual olive oils. *Int. J. Food Sci. Technol.* 37: 615–625.
- Ben Temime S, Manai H, Methenni K, Baccouri B, Abaza I, Sanchez Casas J, Bueno EO, Zarrouk M. 2008. Sterolic composition of Chétoui virgin olive oil: Influence of geographical origin. *Food Chem.* 110: 368–374.
- Ceballosa C, Moyanob MJ, Vicarioc IM, Albal J, Heredioc FJ. 2003. Chromatic evolution of virgin olive oils submitted to an accelerated oxidation test. *J. Am. Oil Chem. Soc.* 80: 257–262.
- Charrouf Z, Guillaume D. 2008. Argan oil: Occurrence, composition and impact on human health. *Eur. J. Lipid. Sci. Technol.* 110: 632–636.
- Chimi H, Rahmani M, Collard J, Collard P. 1990. Rôle des Composés phénoliques. *Rev. Fr. Corps Gras* 37: 363–367.
- Chimi H. 1991. Cinétique de dégradation des acides gras et des composés phénoliques en solution micellaire. *Rev. Fr. Corps Gras* 38: 225–231.
- Chimi H, Sadik, LeTtour B, Rahmani M. 1988. Contribution à l'étude comparative des pouvoirs antioxydants dans l'huile d'olive du Tyrosol, de l'hydrotyrosol de l'acide caféique, de l'oleuropéine et du BHT. *Rev. Fr. Corps Gras* 35: 339–344.
- COI/Doc. No. 1. Novembre 2011. Guide pour la détermination des caractéristiques des olives à huile.
- COI/T.20. No. 15/Rév. 4. novembre 2011. Analyse sensorielle de l'huile d'olive. Méthode d'évaluation organoleptique de l'huile d'olive.
- Dionisi F, Prodoliet J, Tagliaferri E. 1995. Assessment of olive oil adulteration by reserved phase High Performance Liquid Chromatography/Amperometric Detection of tocopherol and tocotrienols. *J. Am. Oil Chem. Soc.* 72: 1505–1511.
- Fedeli E. 1977. Lipids of olives. *Prog. Chem. Fats Other Lipids* 15: 57–74.

- García JM, Gutierrez F, Castellano J-M, Perdiguero S, Morille A, Albi M-A. 1996a. Influence of storage temperature on fruit ripening and olive oil quality. *J. Agric. Food Chem.* 44: 264–267.
- García JM, Silvia S, Carmen MPC. 1996b. Influence of fruit ripening on olive oil quality. *J. Agric. Food Chem.* 44: 3516–3520.
- García-Villalba R, Carrasco-Poncorbo A, Oliveras-Ferraro C, Vasquez-Martin A, Menéndez JA, Segura-Carretero A, Fernandez-Gutiérrez A. 2010. Characterisation and quantification of phenolic compounds of extra-virgin olive oils with anticancer properties by a rapid LC-ESI-TOF MS method. *J. Pharm. Biomed. Anal.* 51: 416–429.
- 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. *Med. J. Nutr. Metab.* 44: 1–8.
- Gutiérrez F, Villafranca MJ, Castellano JM. 2002. Changes in the main components and quality indices of virgin olive oil during oxidation. *J. Am. Oil Chem. Soc.* 79: 669–676.
- José MG, Silvia S, Carmen MPC. 1996. Influence of fruit ripening on olive oil quality. *J. Agric. Food Chem.* 44: 3516–3520.
- 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* 11: 414–418.
- Khallouki F, Younos C, Soulimani R, Charrouf Z. 2003. Consumption of argan oil (Morocco) with its unique profile of fatty acids, tocopherols, squalene, sterols and phenolic compounds should confer valuable cancer chemopreventive effects. *Eur. J. Cancer Prev.* 12: 67–75.
- Mateos R, Uceda M, Aguilera MA, Escuderos ME, Beltran Maza G. 2006. Relationship of rancimat method values at varying temperatures for virgin olive oils. *Eur. Food Res. Technol.* 223: 246–252.
- Matthaus B. 1996. Determination of the oxidative stability of vegetable oils by rancimat and conductivity and chemiluminescence measurements. *Am. Oil Chem. Soc.* 73: 1039–1043.
- Montedoro GF, Garofolo L, Bertuccioli M. 1986. Factors shaping the quality characteristics of an olive oil. *Industria Alimentari* 25: 549–555.
- Mahhou A, Taiebi Z, Hadiddou A, Oukabli A, Mamouni A. 2011. Performance et qualité de production des variétés d'olivier Arbequine, Koroneikei et Picholine marocaine conduites en irrigué dans la région de Settat (Maroc). *Olivea* 116: 44–59.
- NF EN ISO 660 septembre 2009. Corps gras d'origine animale et végétale. Détermination de l'indice d'acide et de l'acidité.
- NF EN ISO 3960 juin 2010. Corps gras d'origine animale et végétale. Détermination de l'indice de peroxyde - Détermination avec point d'arrêt iodométrique.
- NF EN ISO 3656 avril 2011. Corps gras d'origine animale et végétale. Détermination de l'absorbance dans l'ultraviolet, exprimée sous la forme d'extinction spécifique en lumière ultraviolet.
- NF EN ISO 662 février 2001. Corps gras d'origine animale et végétale. Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles – Corps gras d'origine animale et végétale.
- NF EN ISO 663 mai 2009. Corps gras d'origine animale et végétale. Détermination de la teneur en impuretés insolubles.
- NF EN ISO 9936/A1 septembre 2011. Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination des teneurs en tocophérols et en tocotriénols par chromatographie en phase liquide à haute performance – Amendement 1: mise à jour des réactifs et confirmation de la validité des données statistiques.
- NF EN ISO 5508 juin 1995. Corps gras d'origines animale et végétale. Analyse par chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques d'acides gras.
- NF EN ISO 6886 juin 2009. Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination de la stabilité à l'oxydation (essai d'oxydation accéléré).
- Ollé M. 2002. Analyse des corps gras DGCCRF, Laboratoire interrégional de Montpellier France, Techniques de l'ingénieur, p. 3325.
- Ollivier D, Boubault E, Pinatel C, Souillol S, Guère M, Artaud J. 2004. Analyse de la fraction phénoliques des huiles d'olive vierges. *Annales des Falsifications, de l'Expertise Chimique et Toxicologique* 965: 169–196.
- Psomiadou E, Tsimidou M, Boskou D. 2000. α -Tocopherol content of Greek virgin olive oils. *J. Agric. Food Chem.* 48: 1770–1775.
- Rahmani M. 2007. Méthodes d'évaluation de la stabilité oxydative des lipides. *Les Technologies de Laboratoire* 2: 18–21.
- Reboul E, Thap S, Perrot E, Amiot M-J, Lairon D, Borel P. 2007. Effect of the main dietary antioxidants carotenoids, γ -tocopherol, polyphenols, and vitamin C on α -tocopherol absorption. *Eur. J. Clin. Nutr.* 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 Chem.* 44: 53–60.
- 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 International. Córdoba, Spain.
- Ucella N, Casuscelli F, De Nino A, Gallo FR, Procopio A, Romeo G. 1994. *Olea Europea* L. biophenols. Applications of modern analytical methodologies. *Research and Innovation in Agrifood Industry* 1: 178–191.
- Vierhuis E, Servili M, Baldioli M, Schols HA, Voragen AGJ, Montedoro GF. 2001. Effect of enzyme treatment during mechanical extraction of olive oil on phenolic compounds and polysaccharides. *J. Agric. Food Chem.* 49: 1218–1223.
- Visioli F, Galli C. 1998. The effect of minor constituents of olive oil on cardiovascular disease: new findings. *Nutrition Rev.* 56: 142–147.

Cite this article as: Malika Haddam, Hammadi Chimi, Aziz Amine. Formulation d'une huile d'olive de bonne qualité. OCL 2014, 21(5) D507.