

Caractérisations sensorielles et chimiques d'huiles d'olive vierges de six AOC françaises

Denis OLLIVIER¹
 Christian PINATEL²
 Nathalie DUPUY³
 Michel GUÉRÈRE¹
 Jacques ARTAUD⁴

¹ Laboratoire de Marseille,
 Direction Générale de la Concurrence,
 de la Consommation et de la Répression
 des Fraudes, 146 traverse Charles-Susini,
 13388 Marseille Cedex 13, France
 <denis.ollivier@scl.finances.gouv.fr>

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

³ Université Paul Cézanne, Laboratoire GOAE,
 UMR CNRS 6171, 13397 Marseille cedex 20,
 France

⁴ Université Paul Cézanne,
 Laboratoire de Chimie Analytique
 de l'Environnement, UMR CNRS 6171,
 IFR PMSE 112, Europôle de l'Arbois, BP80,
 13545 Aix-en-Provence cedex 4, France

Abstract: The sensory and chemical (fatty acid and triacylglycerol compositions) characteristics of six registered designations of origin (RDOs) of French virgin olive oils (Aix-en-Provence, Haute-Provence, Nice, Nîmes, Nyons and Vallée des Baux de Provence) ($n = 600$) were determined over five consecutive year harvest periods. The evaluation of the fruity, bitter and pungent attributes was insufficient for describing the RDOs, so it was necessary to complete the oil descriptions with descriptive attributes (analogical descriptors) estimated by the tasters. Mono, poly and total insaturations index and odd/even fatty acids ratios (imparity index), defined from fatty acid compositions, were used for RDO descriptions. The Δ ECN42 calculations have showed that 18/41 samples of Nîmes RDO, 9/130 samples of Aix-en-Provence RDO, 36/131 samples of Vallée des Baux de Provence RDO had upper values in comparison with regulation value (0,24). Principal Component Analysis, using 34 parameters, has ensured to differentiate the six RDOs. The Aix-en-Provence and Vallée des Baux de Provence RDOs are not completely differentiated because the two RDOs have two principal varieties in common: Salonenque and Aglandau. The morphograms of fatty acid and triacylglycerol compositions are genuine fingerprints of the six RDOs.

Key words: Virgin olive oil, RDO, sensory characteristics, fatty acids, triglycerides

Introduction

L'intérêt des consommateurs pour le régime méditerranéen et la forte médiatisation des bienfaits de l'huile d'olive sur la santé ont créé un renouveau de l'oléiculture française. Ce renouveau se traduit par des plantations nouvelles avec des variétés diverses dont certaines étaient peu exploitées, par des moulins rénovés utilisant une technologie récente et par des cuvées d'huiles spéciales ou monovariétales qui correspondent à une demande récente de consommateurs avertis. Toutefois, la France reste un petit pays producteur d'huile d'olive vierge (HOV) avec une production qui représente environ 0,15 % de la production mondiale.

La France possède une grande diversité variétale avec près de deux cents variétés d'oliviers dénombrées actuellement [1]. Les particularités des huiles d'olive vierges françaises résident dans la diversité de leurs caractéristiques organoleptiques représentatives de différents terroirs, dans leur authenticité et dans la recherche continue de l'accroissement de leur qualité [2]. Ainsi, huit Appellations d'origine contrôlée (AOC) ont été créées ces dernières années : Aix-en-Provence, Corse, Haute-Provence, Nice, Nîmes, Provence, Nyons et Vallée des Baux de Provence. Sept d'entre elles (Aix-en-Provence, Corse, Haute-Provence, Nice, Nîmes, Nyons, et Vallée des Baux de Provence) ont été reconnues comme Appellations d'origine protégée (AOP) au niveau européen. Dans ce contexte des AOC, la notion de traçabilité devient essentielle pour les produits agroalimentaires et notamment pour les HOV. Elle doit rendre compte de toute la filière de production oléicole qui s'étend de la matière première, les olives, jusqu'au conditionnement de l'huile en passant par le traitement technologique appliqué pour la produire. La dénomination HOV doit répondre à des critères précis, à la fois sensoriels et chimiques, définis par un règlement européen plusieurs fois modifié de l'année 1991 à l'année 2003 [3]. L'absence de données sur les huiles d'olive vierges françaises et notamment sur les huiles issues des principales variétés ou des AOC nous a conduits à entreprendre une étude générale sur les HOV françaises. Ce travail a pour but de connaître les caractéristiques sensorielles, les compositions en acides gras et en triglycérides d'huiles d'olive vierges de six AOC françaises.

Matériels et méthodes

Echantillons

La figure 1 représente les aires géographiques de production correspondant aux six AOC étudiées. Le tableau 1 indique les dates de création des six AOC et celles de leur enregistrement en AOP ainsi

Article reçu le 22 janvier 2007
 accepté le 27 avril 2007

FONDAMENTAL

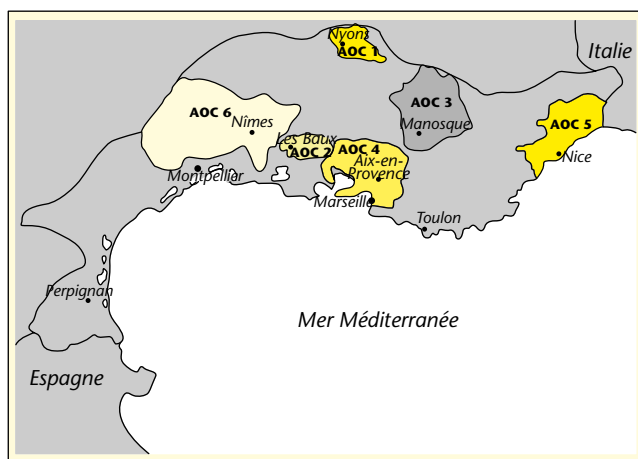


Figure 1. Aires géographiques de six AOC françaises.
AOC 1 : Nyons ; AOC 2 : Vallée des Baux de Provence ; AOC 3 : Haute-Provence ;
AOC 4 : Aix-en-Provence ; AOC 5 : Nice ; AOC 6 : Nîmes.

que les variétés qui les constituent. L'AOC « huile de Corse » n'a pas été étudiée dans ce travail en raison d'un nombre d'échantillons insuffisant. Les AOC sont constituées suivant leur cahier des charges, de variétés principales, secondaires et de variétés locales ou anciennes. Les échantillons (n = 600) proviennent de l'Association Française Interprofessionnelle de l'Olive (AFIDOL, Aix-en-Provence, France) et sont représentatifs de lots commerciaux produits dans les moulins français. Les échantillons sont issus de cinq campagnes oléicoles successives (2000/2001-2004/2005). Certains échantillons classés dans l'AOC Nîmes ont été analysés avant la date de création de cette AOC mais possédaient la composition variétale imposée par le cahier des charges publié. Les AOC Haute-Provence (n = 92), Nice (n = 102), Nyons

(n = 104) sont constituées d'une seule variété principale. Les AOC Aix-en-Provence (n = 130) et Vallée des Baux de Provence (n=131) peuvent être constituées de trois ou quatre variétés principales avec obligation d'en avoir deux sans que leurs proportions ne soient précisées. L'AOC Nîmes (n = 41) doit être produite à partir de vergers possédant au moins 60 % d'arbres de la variété *Picholine*.

Analyse sensorielle

Les intensités des descripteurs fruité, amer et piquant ont été évaluées selon la méthode d'analyse organoleptique décrite dans le règlement européen [3]. Les analyses ont été réalisées sur des huiles des campagnes oléicoles 1996/1997 à 2005/2006 (Aix-en-Provence, n = 27 ; Haute-Provence, n = 31 ; Nice, n = 38 ; Nîmes, n = 18 ; Nyons, n = 19 ; Vallée des Baux de Provence, n = 48). Le principe des appellations d'origine étant notamment la reconnaissance de la typicité de la production existante, certains résultats utilisés correspondent à des huiles produites antérieurement à l'obtention de l'appellation. Ces huiles ont cependant été sélectionnées à partir de leur composition variétale et de leur mode d'élaboration, afin de correspondre aux exigences actuelles de l'appellation. Les dégustations ont eu lieu entre deux mois et quatorze mois après la date de production. Pendant cette période, les échantillons sont conservés à 12 °C à l'abri de la lumière.

Ces échantillons d'huiles ont fait parallèlement l'objet d'une dégustation selon la méthode présentée dans un précédent travail [2] qui fournit une classification des descripteurs analogiques selon leur importance, à la fois en intensité et en reconnaissance par les divers membres du jury. Cet ordre hiérarchique étant issu des sensations en bouche indépendamment des sensations olfactives, l'interférence de la sensation végétale avec les arômes herbacés est moins importante et les fluctuations dues au vieillissement sont moins gênantes. Le nombre maximal de descripteurs pris en compte est de 14.

Tableau 1. Dates de création des AOC et AOP. Compositions variétales des huiles d'olive vierges de six AOC françaises.

AOC	Aix-en-Provence	Haute-Provence	Nice	Nîmes	Nyons	Vallée des Baux de Provence
Date de création de l'AOC	1999	1999	2001/2004	2004	1994	1997
Enregistrement en AOP	2001	2001	2006	2007	1996	2000
Variétés principales	<i>Aglandau, Cayanne, Salonenque</i>	<i>Aglandau</i>	<i>Cailletier</i>	<i>Picholine (> 60 %), Négrette, Noirette</i>	<i>Tanche</i>	<i>Aglandau^a, Grossane, Salonenque, Verdale 13^b</i>
Variétés secondaires	<i>Bouteillan, Grossane, Picholine, Verdale13^b</i>	<i>Bouteillan, Picholine, Tanche</i>	–	<i>Suzen vert, Rougette, Olivastre, Vermillau, Cul blanc, Verdale34^c, Aglandau, Amellau, Pigalle, Piquette</i>	–	<i>Picholine</i>
Variétés locales ou anciennes	<i>Rivière, Sabine, Saurine, Sigoise, Triparde</i>	<i>Boube, Colombale, Estoublaise, Filayre, Grapié</i>	<i>Araban, Blanquetier, Blavet, Nostral, Ribeyrou</i>	<i>oui</i>	–	<i>oui</i>

^a Synonyme de *Bérugette*.

^b *Verdale* des Bouches-du-Rhône.

^c *Verdale* de l'Hérault.

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 ($T = 250\text{ }^{\circ}\text{C}$), d'un détecteur à ionisation de flamme (FID) ($T = 250\text{ }^{\circ}\text{C}$) et d'un passeur automatique. La colonne capillaire DB WAX (JW) a les caractéristiques suivantes : $L = 60\text{ m}$, $\Phi_{\text{int}} = 0,25\text{ mm}$, $e_r = 0,25\text{ }\mu\text{m}$. Le gaz vecteur est l'hydrogène (154 kPa avec une division de fuite de 70). La température du four est programmée : 13 min à $200\text{ }^{\circ}\text{C}$, $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ à $230\text{ }^{\circ}\text{C}$ à $6\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$, 17 min à $230\text{ }^{\circ}\text{C}$. Toutes les analyses sont dupliquées. L'identification des esters méthyliques d'acides gras a été réalisée dans un précédent travail [4]. 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 %. Les taux de squalène ont été déterminés par normalisation interne en considérant la somme des acides gras et du squalène.

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 [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 polyinsaturation (IPI) est le rapport des acides gras poly-insaturés 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 (17:0 et 17:1 ω 8) sur la somme des acides pairs, multiplié par 1 000.

Analyse des triglycérides

Les triglycérides sont analysés à l'aide d'un chromatographe Merck Model LaChrom équipé d'une colonne Merck RP-18 Superphère 100 ($L = 250\text{ mm}$, $d_i = 4\text{ mm}$), thermostatée à $28\text{ }^{\circ}\text{C}$ et d'un détecteur réfractométrique Merck L-7490. 10 μL d'une solution de triglycérides à 5 % (p/v) dans le propionitrile (Carlo Erba, Milan, Italie) sont injectés à l'aide d'un passeur automatique (Merck L-7200) dans 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 $\text{CN} - 2n$. 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 [6, 7] et après collection des pics en chromatographie liquide et analyse de leurs esters méthyliques [5]. Le règlement européen [3] stipule que le $\Delta\text{ECN}42$ doit être inférieur à 0,24. Le $\Delta\text{ECN}42$ résulte de la différence entre la valeur réelle et la valeur théorique des taux de triglycérides dont le nombre de carbone équivalent est de 42 (ECN42). L'ECN42 réel est déterminé à partir de l'analyse par chromatographie en phase liquide des triglycérides et l'ECN42

théorique est issu d'un calcul réalisé à partir des taux d'acides gras déterminés par chromatographie en phase gazeuse.

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 [5]. Les coefficients de variations, 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 % [5].

Chimiométrie

L'analyse en composantes principales (ACP) recherche les directions de variances maximales, appelées *composantes principales* ou *facteurs loadings* à partir de la matrice des corrélations. La décomposition en valeurs propres et vecteurs propres de cette matrice crée une nouvelle base vectorielle. Le premier facteur extrait représente le maximum de variance, les facteurs suivants expriment la variance résiduelle de l'extraction précédente. Les échantillons sont représentés par leurs valeurs propres (scores) dans l'espace des composantes principales. Ces scores mesurent le rôle relatif de chaque variable dans la construction de la composante principale. Elles permettent d'identifier les variables contribuant le plus à cet axe. Pour cette application, les données, issues des analyses chromatographiques, sont centrées réduites afin que les constituants présentant les taux les plus élevés n'aient pas un poids plus important que les autres dans l'analyse de la variance.

Les applications chimiométriques sont réalisées à l'aide du logiciel Unscrambler 9.2, distribué par la société CAMO (Computer Aided Modelling Trondheim, Norway).

Morphogramme

Une représentation graphique radiale (morphogramme), réalisée à partir d'un tableur Excel 2003 (Microsoft Corporation), est fondée sur l'écart des variables (acides gras et triglycérides) par rapport à une moyenne déterminant l'origine (0 %) des mêmes variables issues d'une base de données (FATG-BD02). Cette base de données a été établie à partir des compositions en acides gras et en triglycérides provenant d'HOV de 46 variétés françaises, de cinq AOC françaises et d'HOV provenant de six pays méditerranéens (Espagne, Italie, Grèce, Tunisie, Maroc, Turquie) totalisant 1 400 échantillons d'huiles. Sur chaque morphogramme, qui correspond à une AOC donnée, chaque axe donne pour une variable donnée, la position de la moyenne centrée (moyenne de 50 % des valeurs centrales). Cette moyenne est établie à partir des valeurs comprises entre le premier et le troisième quartile, bornes qui sont aussi représentées sur le graphique par le tracé en pointillés. Ces trois points sont positionnés sur chaque axe en pourcentage par rapport à la variation maximale observée pour la variable correspondante sur l'ensemble des huiles de la base de données.

Nomenclature

Les AOC sont désignées dans la suite de ce travail par les noms et les abréviations suivantes : Aix-en-Provence (AP) ; Haute-Provence (A) ; Nice (C) ; Nîmes (P) ; Nyons (T) ; Vallée des Baux de Provence (VB).

Les acides gras sont désignés selon la nomenclature ω qui désigne successivement : le nombre de carbone de l'acide, le nombre de double liaison et la position sur la chaîne grasse de la première double liaison rencontrée à partir du groupement méthyle terminal.

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 : oléoyle ; L : linoléoyle ; Ln : linolénoyle ; A ; arachidoyle.

Résultats et discussion

Analyse sensorielle

Les figures 2 à 4 fournissent les intervalles de définition des trois descripteurs positifs : fruité, amer et piquant obtenus selon la méthode réglementaire [3]. Ces intervalles sont délimités par la moyenne des limites inférieures et par celle des limites supérieures des intervalles de confiance à 95 % obtenus sur les échantillons analysés. Le nombre d'échantillons analysés varie de 18 à 48 selon les appellations. Les segments représentent donc la plage moyenne sur laquelle se positionne à 95 % un échantillon analysé pour la variable mesurée. Cette méthode d'analyse n'est effectivement pas prévue pour mettre en évidence des différences entre des huiles sans défauts, et donc peu de discriminations sont possibles à partir de ces analyses. On ne peut en effet distinguer certaines appellations que par l'amertume, ce qui permet de séparer les huiles de Nîmes des huiles de quatre autres appellations, Haute-Provence, Nice, Nyons et Vallée des Baux.

Ce sont les descripteurs analogiques qui peuvent permettre à l'analyse sensorielle d'obtenir une discrimination plus efficace. Le tableau 2 donne les principaux descripteurs obtenus à partir des profils analogiques des mêmes huiles. Pour chacune des appellations, ce tableau donne l'ordre

Tableau 2. Principaux descripteurs analogiques des huiles d'olive vierges de six AOC françaises.

AOC	Premier descripteur	Deuxième descripteur	Descripteurs complémentaires
Aix-en-Provence	Artichaut cru (2,0)*	Feuille/herbe (3,0)	Amande (4,0) Pomme (5,0) Tomate (5,0)
Haute-Provence	Artichaut cru (1,0)	Banane verte (2,0)	Feuille/herbe (3,5) Pomme (4,0) Amande (6,0)
Nice	Amande fraîche (1,0)	Artichaut cru (3,0)	Feuille/herbe (6,0) Pomme (6,0) Fleur de Genêt (6,5)
Nîmes	Prune (1,0)	Foin frais (2,5)	Artichaut cru (6,0) Amande (6,0) Pomme (6,5)
Nyons	Pomme (2,0)	Noisette (4,0)	Amande (5,0) Foin frais (5,0) Artichaut cru (6,0)
Vallée des Baux de Provence	Artichaut cru (1,0)	Amande (2,0)	Feuille/herbe (4,0) Noisette (7,0) Banane verte (7,0)

* La valeur entre parenthèses correspond à la médiane des positions du descripteur sur l'ensemble des profils analogiques obtenus sur chacune des appellations.

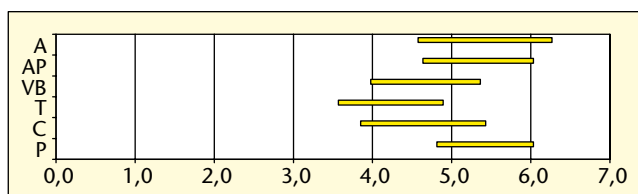


Figure 2. Intervalles de définition des médianes du fruité des huiles d'olive vierges des six AOC françaises.

A : Haute-Provence ; AP : Aix-en-Provence ; VB : Vallée des Baux de Provence ; T : Nyons ; C : Nice ; P : Nîmes.

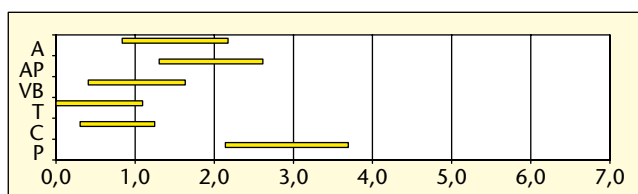


Figure 3. Intervalles de définition des médianes de l'amer dans les huiles d'olive vierges des six AOC françaises.

A : Haute-Provence ; AP : Aix-en-Provence ; VB : Vallée des Baux de Provence ; T : Nyons ; C : Nice ; P : Nîmes.

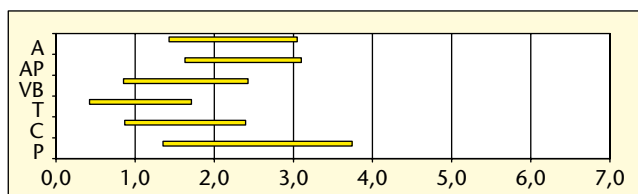


Figure 4. Intervalles de définition des médianes du piquant dans les huiles d'olive vierges des six AOC françaises.

A : Haute-Provence ; AP : Aix-en-Provence ; VB : Vallée des Baux de Provence ; T : Nyons ; C : Nice ; P : Nîmes.

d'importance des différents descripteurs relevés. La valeur entre parenthèses, associé au descripteur analogique, est la médiane des positions du descripteur observées sur l'ensemble des échantillons de l'appellation. Ces résultats constituent une première étape pour la recherche de descripteurs en vue de construire des outils d'identification et de contrôle des huiles d'olives en appellation.

Les résultats les plus intéressants, de ce point de vue, sont ceux qui fournissent, pour une appellation donnée, un descripteur très spécifique en premier. C'est le cas pour le descripteur « prune » sur l'AOC Nîmes. La présence d'un descripteur spécifique en deuxième position comme le descripteur « banane verte » sur l'AOC Haute-Provence, est aussi très informatif. Par contre, le descripteur « fleur de genêt » de l'AOC Nice, bien que très spécifique, est trop souvent minoritaire ou non perçu pour être utilisé dans une grille de contrôle de profil.

Les résultats concernant les huiles de type « fruité noir », que l'on trouve dans les appellations Vallée des Baux et Aix-en-Provence n'ont pas été intégrés dans ces résultats. En effet, une mesure correcte de l'intensité du fruité, tel qu'il est défini dans le cas de ces appellations et de ce type d'huiles, ne pouvait pas être obtenue par la méthode réglementaire. Par ailleurs, les profils analogiques ne sont pas suffisamment nombreux pour être exploités.

Composition en acides gras

Tous les échantillons étudiés possèdent les mêmes acides gras au nombre de quatorze, et du squalène (tableau 3). Leurs taux varient de façon intra- et inter-AOC. Ces variations peuvent être attribuées à différents paramètres : variétés des oliviers, maturité des olives, terroir, façons culturales... Le tableau 3 donne les valeurs moyennes, minimales et maximales de chacun des acides gras dont le taux est supérieur à 0,01 % ainsi que les quatre indices (IMI, IPI, IIT et Iimp) définis précédemment. Les acides oléique (18 :1 ω 9), palmitique (16 :0), linoléique (18 :2 ω 6) 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 :1 ω 9 ; palmitoléique, 16 :1 ω 7) et dix-huit atomes de

Tableau 3. Compositions en acides gras^a (%) de 600 échantillons d'huiles d'olive vierges provenant de six AOC françaises.

Acides gras	Aix-en-Provence			Haute-Provence			Nice			Nîmes			Nyons			Vallée des Baux de Provence		
	n = 130			n = 92			n = 102			n = 41			n = 104			n = 131		
	Min	Max	Moy	Min	Max	Moy	Min	Max	Moy	Min	Max	Moy	Min	Max	Moy	Min	Max	Moy
16:0	11,18	15,79	13,67	8,52	13,05	11,66	9,16	12,66	10,68	9,17	11,93	10,57	7,47	9,50	8,35	11,28	16,23	13,11
16:1ω9	0,10	0,17	0,13	0,09	0,16	0,14	0,07	0,19	0,11	0,10	0,16	0,13	0,11	0,19	0,15	0,08	0,15	0,13
16:1ω7	0,63	1,45	1,05	0,65	1,14	0,86	0,38	0,95	0,61	0,41	0,81	0,58	0,30	0,58	0,39	0,73	1,72	1,01
17:0	0,05	0,20	0,12	0,12	0,27	0,18	0,03	0,10	0,05	0,04	0,09	0,06	0,03	0,06	0,05	0,04	0,20	0,09
17:1ω8	0,08	0,37	0,21	0,25	0,50	0,35	0,06	0,18	0,10	0,07	0,17	0,10	0,05	0,11	0,08	0,07	0,36	0,16
18:0	2,00	2,99	2,53	1,99	2,71	2,38	1,64	2,69	2,11	1,64	2,51	2,20	2,23	3,04	2,66	1,73	3,01	2,58
18:1ω9	62,21	73,99	68,29	71,11	76,61	74,11	71,26	79,44	75,93	71,70	77,47	74,04	77,63	80,84	79,53	59,93	73,18	67,65
18:1ω7	1,80	3,11	2,43	1,99	2,63	2,30	1,64	2,71	2,10	1,45	2,24	1,86	1,25	1,91	1,49	2,10	3,41	2,39
18:2ω6	6,51	14,48	10,11	5,58	8,37	6,63	5,47	9,11	6,84	7,45	10,85	8,81	5,08	6,53	5,87	7,56	15,53	11,34
18:3ω3	0,51	0,82	0,62	0,46	0,78	0,58	0,46	0,96	0,62	0,63	0,96	0,82	0,52	0,76	0,61	0,50	0,77	0,67
20:0	0,33	0,49	0,42	0,32	0,44	0,39	0,30	0,44	0,37	0,26	0,39	0,35	0,31	0,42	0,38	0,32	0,48	0,43
20:1ω9	0,20	0,33	0,25	0,19	0,30	0,25	0,22	0,40	0,31	0,26	0,36	0,31	0,25	0,34	0,31	0,19	0,35	0,26
22:0	0,10	0,15	0,13	0,07	0,14	0,12	0,10	0,16	0,12	0,07	0,09	0,11	0,07	0,12	0,10	0,10	0,15	0,13
24:0	0,05	0,07	0,06	0,03	0,06	0,05	0,03	0,07	0,05	0,04	0,06	0,05	0,02	0,06	0,04	0,05	0,08	0,06
Squalène^b	0,55	0,94	0,72	0,64	0,99	0,82	0,28	0,60	0,43	0,40	0,84	0,66	0,72	1,14	0,93	0,52	0,91	0,73
IMI^c	3,44	5,35	4,30	4,69	7,03	5,30	4,86	7,07	5,96	5,07	7,02	5,81	6,50	7,96	7,09	3,32	5,39	4,39
IPI^d	0,44	0,86	0,63	0,39	0,71	0,49	0,48	0,65	0,56	0,63	0,90	0,73	0,48	0,65	0,56	0,51	0,90	0,73
IIT^e	4,15	6,01	4,93	5,15	7,73	5,79	5,44	7,62	6,52	5,73	7,78	6,54	7,06	8,62	7,65	4,13	5,99	5,12
Iimp^f	1,30	5,63	3,29	3,71	7,61	5,33	0,90	2,71	1,48	1,10	2,61	1,64	0,80	1,70	1,23	1,10	5,63	2,43

^a déterminée sous forme d'esters méthyliques, % d'aires des acides gras totaux.

^b % d'aires de la somme des acides gras totaux et du squalène.

^c Indice de mono-insaturation.

^d Indice de polyinsaturation.

^e Indice d'insaturation totale.

^f Indice d'imparité.

carbone (oléique, 18 :1 ω 9 ; Z-vaccénique, 18 :1 ω 7), sont pris en compte séparément, contrairement au règlement européen qui les comptabilise ensemble [3]. Sur l'ensemble des échantillons analysés, 76 échantillons sur 96 de Haute-Provence, 6 échantillons sur 130 d'Aix-en-Provence et un échantillon sur 131 de Vallée des Baux présentent un taux d'acide margaroléique (17 :1 ω 8) supérieur à 0,3 %, valeur limite supérieure donnée par les différents référentiels normatifs [3, 8, 9]. Ces valeurs, élevées pour l'acide margaroléique, sont dues à l'huile de la variété *Aglandau* [4], présente comme variété principale dans ces trois AOC (tableau 1) à des teneurs, en général, décroissantes de Haute-Provence à Vallée des Baux [10].

Les valeurs de l'IMI sont fortement corrélées aux taux d'acide oléique présents dans les différentes AOC car c'est l'acide majoritaire des HOV. Ainsi, Nyons possède l'indice moyen le plus élevé (7,09) parmi les huiles des autres AOC car la variété *Tanche* (tableau 1) est une des variétés françaises les plus riches en acide oléique [5]. Nice, Nîmes et Haute-Provence dont les IMI moyens sont de 5,96, 5,81 et 5,30, présentent des valeurs voisines et intermédiaires en raison des taux d'acide oléique trouvés dans les variétés principales qui les constituent, respectivement *Cailletier*, *Picholine* et *Aglandau* (tableau 1) [5]. Vallée des Baux et Aix-en-Provence possèdent les indices les plus faibles (4,39 et 4,30) en raison de la présence dans ces deux AOC de la variété *Salonenque* dont le taux d'acide oléique est le plus faible de toutes les variétés françaises étudiées [5]. Les valeurs de l'IIT prennent en compte principalement à la fois l'acide oléique et l'acide linoléique ce qui explique des variations très voisines de celles de IMI. Le classement de Nîmes (6,54) et Nice (6,52) avec l'IIT moyen s'inverse par rapport au classement de l'IMI en raison de

la présence de la variété principale *Picholine* dans Nîmes riche en acide linoléique [5]. L'IPI traduit la richesse des AOC en acides polyinsaturés (linoléique et linoléique). Vallée des Baux (0,73), Nîmes (0,73) et Aix-en-Provence (0,63) ont les valeurs les plus élevées en raison de la présence des variétés principales *Salonenque* pour Vallée des Baux et Aix-en-Provence, et *Picholine* pour Nîmes [4, 5]. Les valeurs de l'IPI de Vallée des Baux (0,73) et d'Aix-en-Provence (0,63) permettent de conclure que l'huile de la variété *Salonenque* est en plus grande proportion dans Vallée des Baux que dans Aix-en-Provence ce qui est la réalité dans les assemblages d'huiles de ces deux AOC. Les autres variétés principales (*Aglandau*, *Grossane* et *Cayanne*) ne présentent pas de taux d'acide linoléique élevés tandis que l'huile de *Verdale des Bouches-du-Rhône*, riche en acide linoléique, ne participe que peu à l'IPI de Vallée des Baux car cette huile ne se trouve qu'en faible proportion dans l'assemblage de cette AOC [5]. Nyons (0,56), Nice (0,56) et Haute-Provence (0,49) sont les AOC les moins polyinsaturées. Enfin, Iimp moyen permet d'évaluer le niveau en acides gras impairs (17 :0 et 17 :1 ω 8) des AOC Haute-Provence (5,33), et à un degré moindre pour Aix-en-Provence (3,29) et Vallée des Baux (2,43) qui présentent les valeurs les plus élevées en raison de la présence de l'huile d'*Aglandau*, caractérisée par des taux élevés des deux acides gras impairs. La décroissance des indices de Haute-Provence à Vallée des Baux traduit la proportion décroissante de l'huile d'*Aglandau* dans ces trois AOC. Nîmes (1,64), Nice (1,48) et Nyons (1,23) ont des indices moyens nettement plus faibles en raison des faibles taux en acides gras impairs dans les huiles des variétés principales qui les constituent, respectivement *Picholine*, *Cailletier* et *Tanche* [5].

Tableau 4. Compositions en triglycérides^a (%) de 600 échantillons d'huiles d'olive vierges provenant de six AOC françaises.

Triglycérides ECN ^b	Aix-en-Provence			Haute Provence			Nice			Nîmes			Nyons			Vallée des Baux de Provence		
	n = 130			n = 92			n = 102			n = 41			n = 104			n = 131		
	Min	Max	Moy	Min	Max	Moy	Min	Max	Moy	Min	Max	Moy	Min	Max	Moy	Min	Max	Moy
42																		
LLL	0,06	0,47	0,21	0,04	0,16	0,09	0,02	0,15	0,06	0,10	0,28	0,19	0,03	0,13	0,06	0,11	0,27	0,65
OLnL+PoLL ^c	0,19	0,53	0,32	0,15	0,35	0,20	0,15	0,38	0,23	0,31	0,89	0,44	0,14	0,28	0,19	0,24	0,64	0,35
PLnL	0,04	0,14	0,09	0,03	0,10	0,05	0,02	0,12	0,05	0,06	0,17	0,10	tr ^d	0,08	0,03	0,06	0,19	0,11
44																		
LOL	1,36	4,98	2,91	1,00	2,03	1,40	1,00	2,38	1,50	2,15	3,76	2,66	1,02	1,79	1,34	1,78	5,65	3,59
OLnO+PoLO ^c	1,03	2,10	1,68	1,30	1,95	1,58	1,30	2,26	1,67	1,76	2,45	2,08	1,00	2,03	1,67	1,41	2,12	1,84
PLL+PoOP ^c _o	0,44	2,20	1,11	0,31	0,67	0,45	0,28	0,82	0,46	0,45	0,83	0,63	0,09	0,37	0,22	0,60	2,75	1,30
PLnO+PLPo ^c +PpoPoc	0,67	1,11	0,85	0,59	0,95	0,78	0,49	1,00	0,69	0,59	0,99	0,80	0,26	0,72	0,47	0,63	1,12	0,84
46																		
OLO+PLnP ^c	11,52	18,13	14,91	10,12	14,54	11,92	10,94	15,77	12,90	13,86	18,55	15,64	10,66	13,87	12,36	12,16	18,70	16,60
PoOO	1,27	2,83	1,93	1,39	2,53	1,92	0,93	2,08	1,41	1,08	1,57	1,32	0,60	1,39	1,02	1,65	3,31	2,06
PLO+SLL ^c	4,94	10,58	7,83	4,21	6,31	5,14	3,85	6,97	4,95	4,87	6,63	5,65	2,97	4,24	3,39	5,70	11,56	8,64
PoOP+SLnOc+SLPo ^c	0,47	1,74	1,00	0,77	1,67	1,23	0,34	0,92	0,55	0,37	0,90	0,59	0,17	0,59	0,29	0,63	1,71	1,02
PLP	0,40	1,51	0,86	0,23	0,71	0,44	tr ^d	0,70	0,36	0,33	0,78	0,55	tr ^d	0,42	0,20	0,47	1,73	1,00
48																		
OOO	27,71	45,01	35,43	39,71	48,78	44,28	39,93	52,94	47,41	38,79	46,29	42,69	48,78	55,99	53,60	25,22	42,68	34,33
SLO	0,58	1,56	1,04	0,51	1,02	0,76	0,45	1,09	0,69	0,58	1,16	0,90	0,42	1,06	0,81	0,25	1,61	1,16
POO	18,70	24,56	21,74	16,79	23,77	21,77	17,56	22,92	20,28	16,29	21,16	18,81	14,69	19,34	17,08	17,03	23,59	18,86
POP	2,41	4,40	3,63	2,01	3,99	3,24	1,99	3,32	2,60	2,07	3,43	2,75	1,53	2,40	1,92	1,92	4,48	3,31
50																		
SOO	2,53	3,96	3,18	2,98	4,38	3,53	2,43	4,02	3,11	2,66	3,96	3,18	3,73	4,86	4,26	2,54	3,69	3,27
POS	0,59	1,21	0,87	0,37	1,17	0,78	0,43	1,00	0,62	0,46	0,74	0,62	0,38	0,82	0,61	0,49	1,34	0,96
52																		
POA	0,30	0,54	0,42	0,32	0,58	0,45	0,33	0,67	0,46	0,30	0,39	0,56	0,35	0,72	0,48	0,30	0,80	0,50

^a % d'aires des triglycérides totaux.

^b Nombre de carbone équivalent.

^c Triglycérides mineurs co-élus.

^d Trace.

Composition en triglycérides

Actuellement, il n'existe pas de normes ni de règlement comme pour les acides gras, sur les taux de triglycérides des HOV. Dans la réglementation ou les normes, la composition en triglycérides n'est déterminée que pour calculer le nombre de carbone équivalent 42 (ECN42) à partir des premiers triglycérides (LLL, OLL et PLnL) séparés en chromatographie en phase liquide (CPL). De plus, il n'existe pas de données sur les triglycérides avec le propionitrile comme solvant d'élution que nous utilisons depuis de nombreuses années et dont nous avons montré les avantages [10-12] par rapport au mélange de solvant (acétone/acétonitrile) préconisé par le règlement européen [3]. La résolution des triglycérides n'est toutefois pas totale de telle sorte que certains triglycérides sont co-élus. Tous les échantillons étudiés possèdent les mêmes triglycérides au nombre de dix-neuf (tableau 4). Leurs taux varient de façon intra et inter AOC. Le tableau 4 donne les valeurs moyennes, minimales et maximales de chacun des triglycérides séparés. Les six AOC possèdent quatre triglycérides principaux : OOO, POO, LOO et PLO et trois triglycérides secondaires : LOL, POP, SOO. OOO est majoritaire dans toutes les AOC. Nyons a le taux moyen d'OOO le plus élevé (53,60 %), suivi de Nice (47,41 %), Haute-Provence (44,28 %) et Nîmes (42,69 %), Aix-en-Provence et Vallée des Baux ayant les taux les plus faibles (35,43 et 34,33 %). Ces résultats sont en accord avec les résultats trouvés pour les acides gras constituant ces triglycérides.

Tous les échantillons de Haute-Provence, Nice et Nyons ont un Δ ECN42 inférieur à 0,24. En revanche, Nîmes (18/41), Aix-en-Provence (9/130) et Vallée des Baux (36/131) possèdent un certain nombre d'échantillons dont le Δ ECN42 est supérieur à 0,24, limite donnée par le règlement européen [3]. Ces caractéristiques peuvent créer des difficultés aux producteurs lors de la commercialisation de ces huiles, les normes européennes ayant été établies sans connaître les spécificités de certaines

huiles françaises. Nîmes présente des échantillons hors norme en raison de la présence d'huile de la variété principale *Picholine* qui est particulièrement riche en acide linoléique (18 :3 ω 3) [4, 5] pour une HOV. De même, Aix-en-Provence et Vallée des Baux ont des échantillons dont le Δ ECN42 est supérieur à 0,24 car deux variétés principales, *Salonenque* pour les deux AOC et *Verdale des Bouches-du-Rhône* pour Vallée des Baux, possèdent des taux élevés en acide linoléique (18 :2 ω 6) [4, 5].

Chimiométrie

La mise en évidence de variations intra et inter AOC des compositions en acides gras et en triglycérides nous a conduits à réaliser une analyse en composantes principales (ACP) afin d'étudier la structure des données et de rechercher si les différentes AOC pouvaient être discriminées par des paramètres spécifiques. Chaque échantillon est décrit par 34 paramètres (14 acides gras, 19 triglycérides et le squalène). La figure 5 donne la représentation des échantillons sur le plan principal (axes canoniques 1 et 2) ainsi que le cercle des corrélations associées. Les AOC (Haute-Provence, Nice, Nyons) constituées d'une seule variété principale (tableau 1) ainsi que Nîmes, pouvant avoir trois variétés principales mais dont *Picholine* est la variété généralement majoritaire, sont bien séparées. Haute-Provence est caractérisée par les taux les plus élevés parmi les cinq autres AOC en acides margarique (17 :0) et margaroléique (17 :1 ω 8), en raison de la variété *Aglandau*. Nice (*Cailletier*) présente deux groupes d'échantillons. L'examen approfondi des résultats indique qu'un groupe d'échantillons présente un taux d'acide oléique (18 :1 ω 9) plus élevé que l'autre. Le groupe le plus élevé correspond aux échantillons les plus proches de ceux de Nyons. Ces deux groupes correspondraient à des variations annuelles sans qu'il soit possible de conclure définitivement, ces variations pouvant être dues à de nombreux facteurs (âge des arbres, maturité des olives, irrigation, conditions climatiques...).

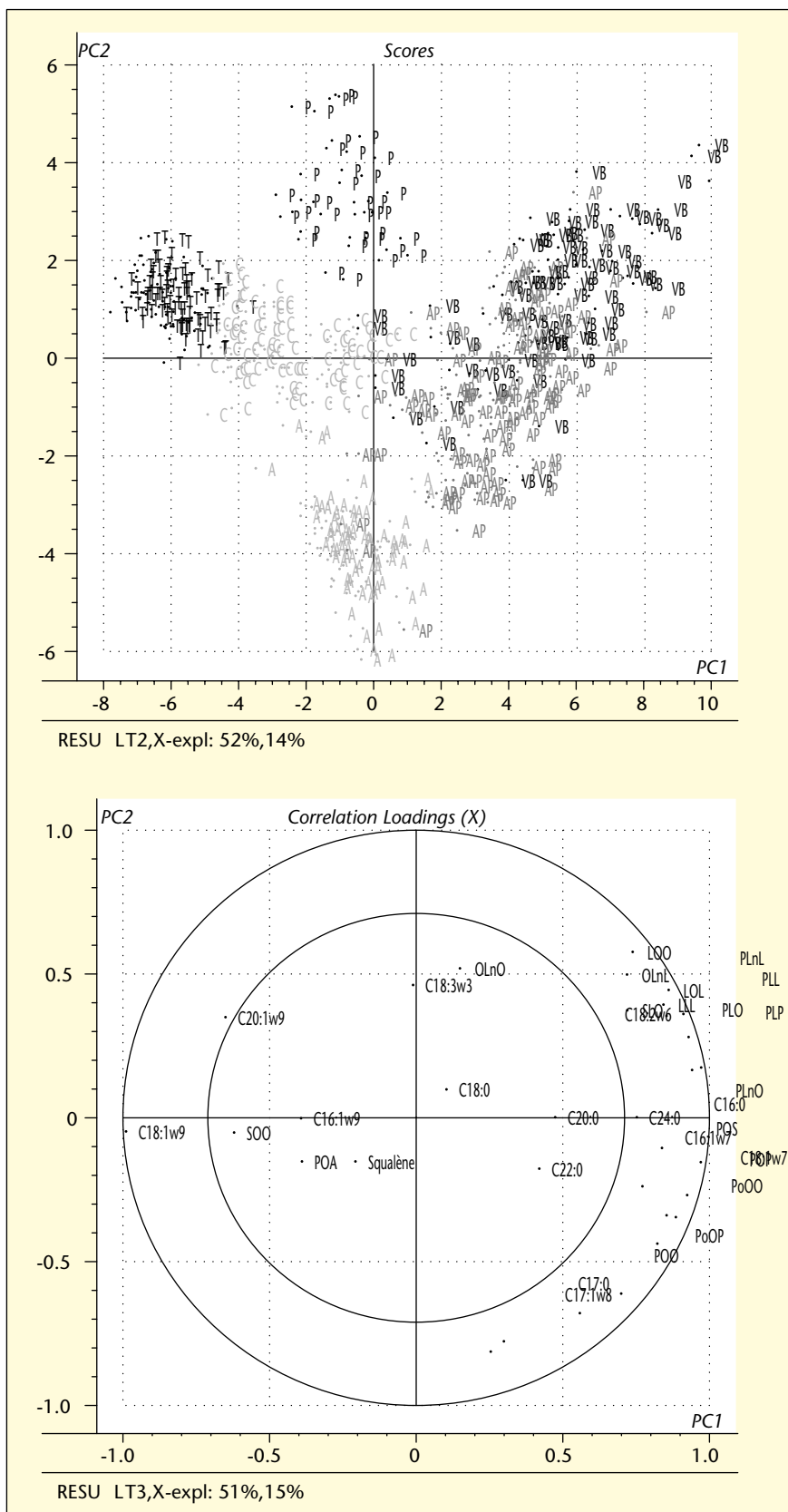


Figure 5. Plan des variables et cercle des corrélations sur les axes canoniques 1 et 2 pour les six AOC.
 AP : Aix-en-Provence ; A : Haute-Provence ; C : Nice ; P : Nîmes ; T : Nyons ; VB : Vallée des Baux de Provence.

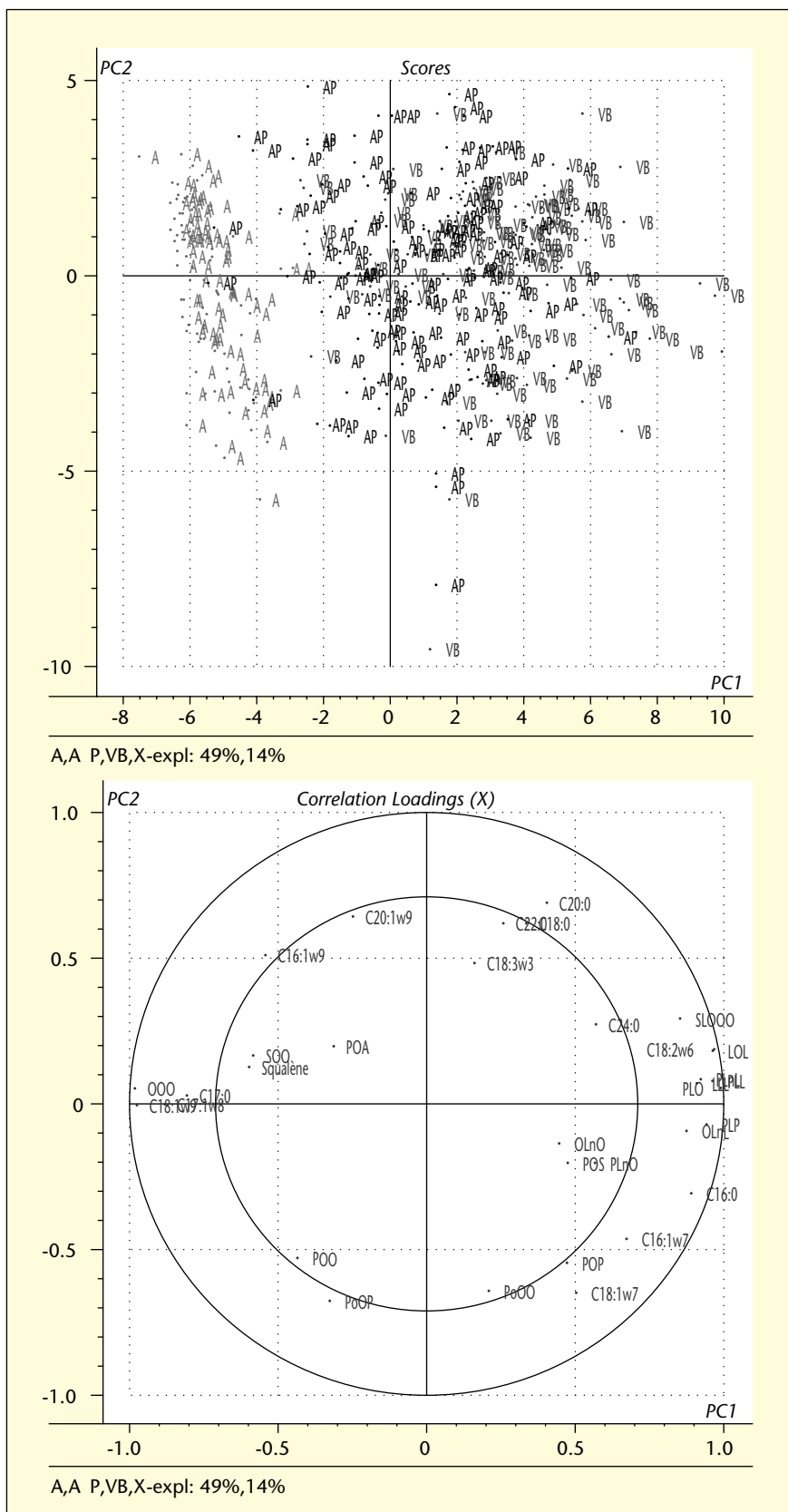


Figure 6. Plan des variables et cercle des corrélations sur les axes canoniques 1 et 2 pour les AOC Aix-en-Provence, Haute-Provence et Vallée des Baux de Provence. AP : Aix-en-Provence ; A : Haute-Provence ; VB : Vallée des Baux de Provence.

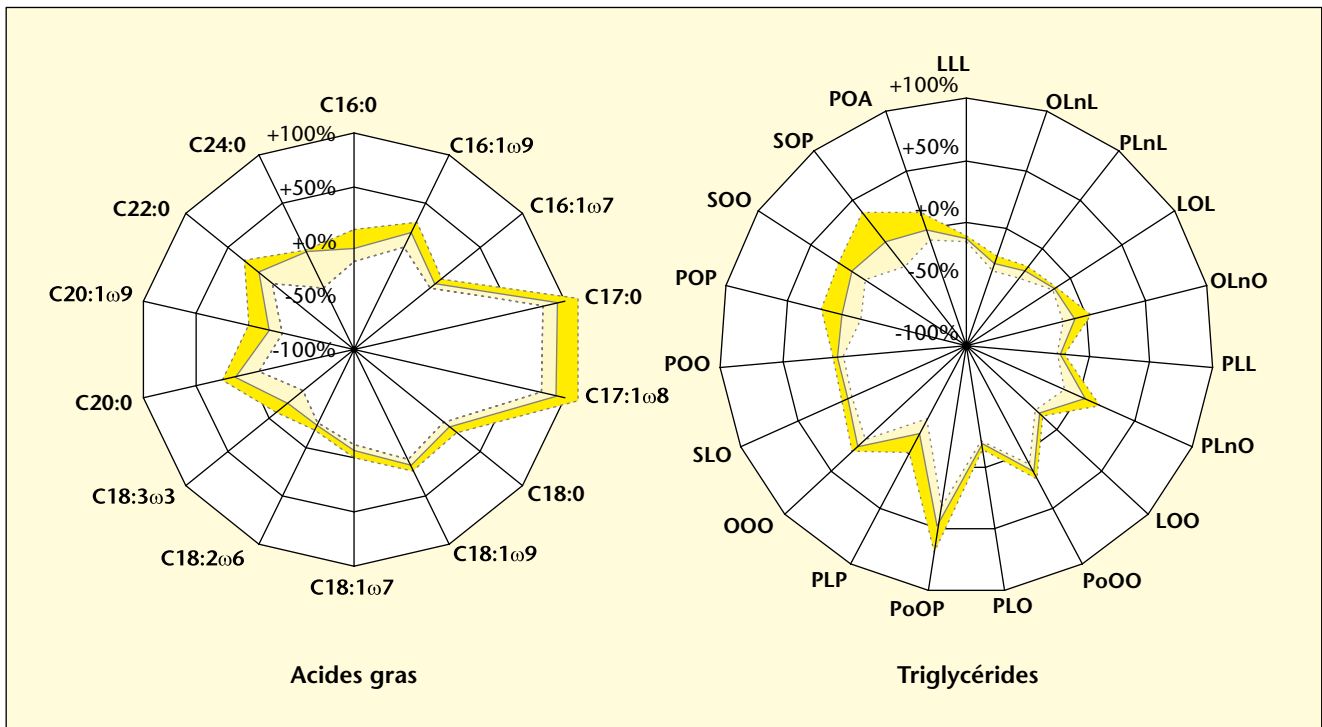


Figure 7. Morphogrammes des acides gras et des triglycérides de l'AOC Haute-Provence.

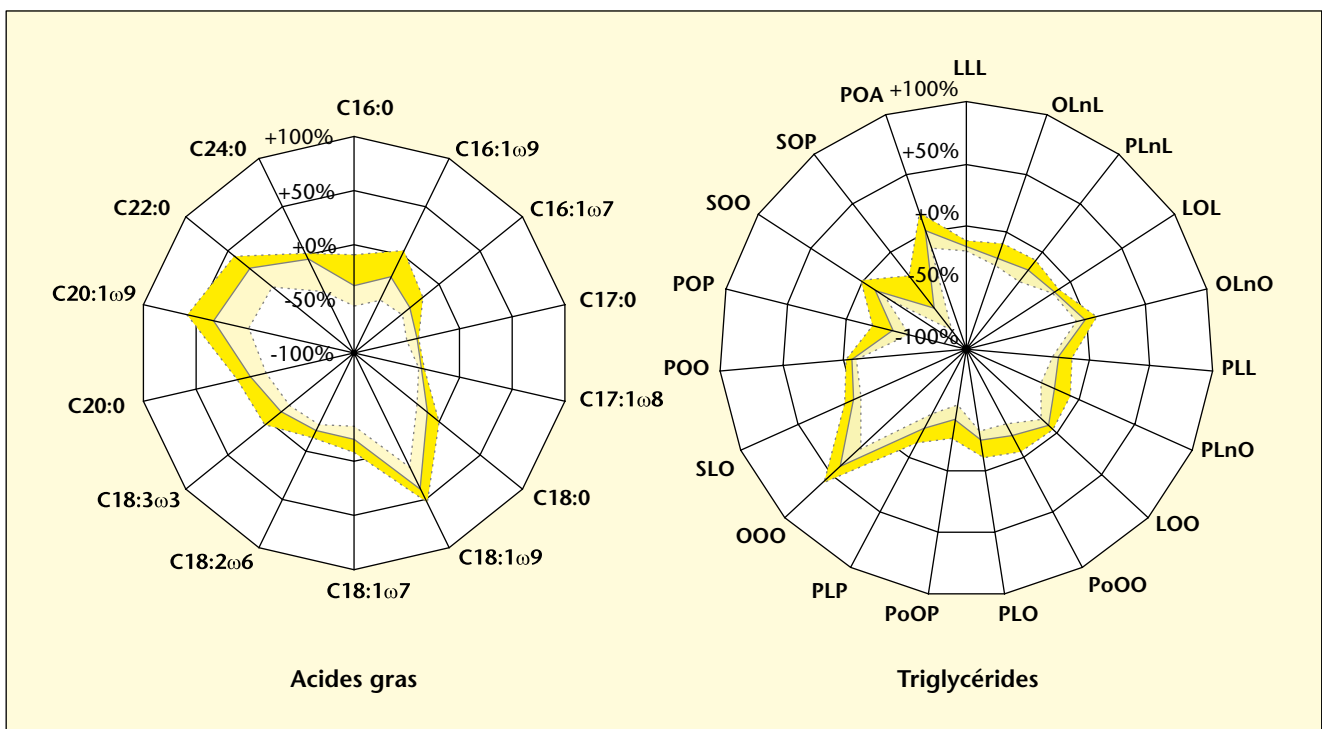


Figure 8. Morphogrammes des acides gras et des triglycérides de l'AOC Nice.

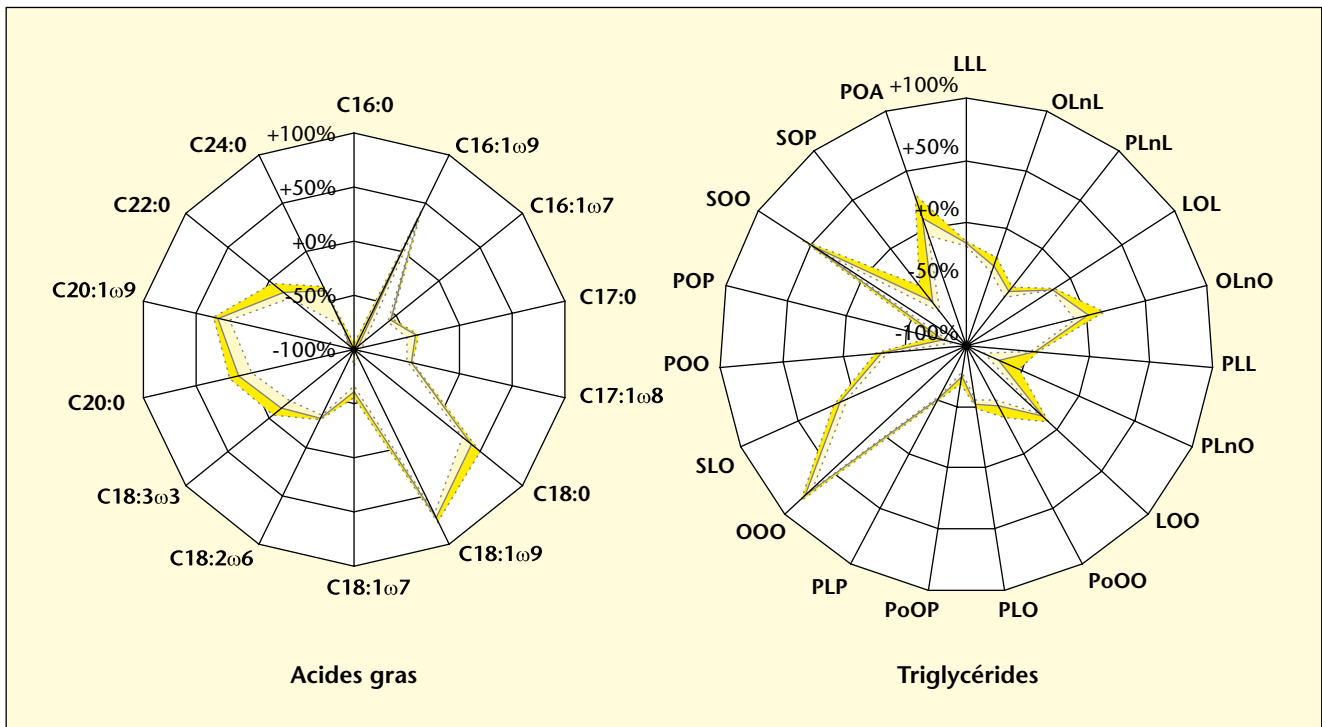


Figure 9. Morphogrammes des acides gras et des triglycérides de l'AOC Nyons.

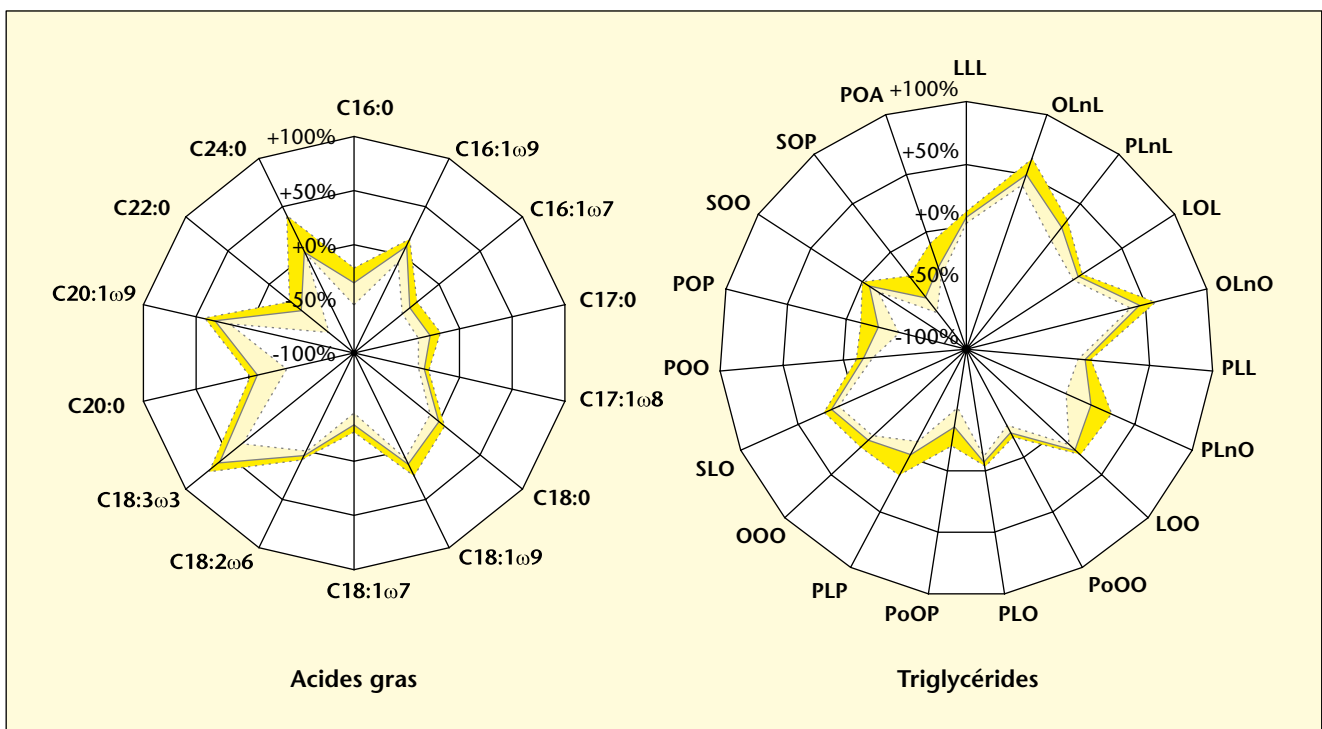


Figure 10. Morphogrammes des acides gras et des triglycérides de l'AOC Nîmes.

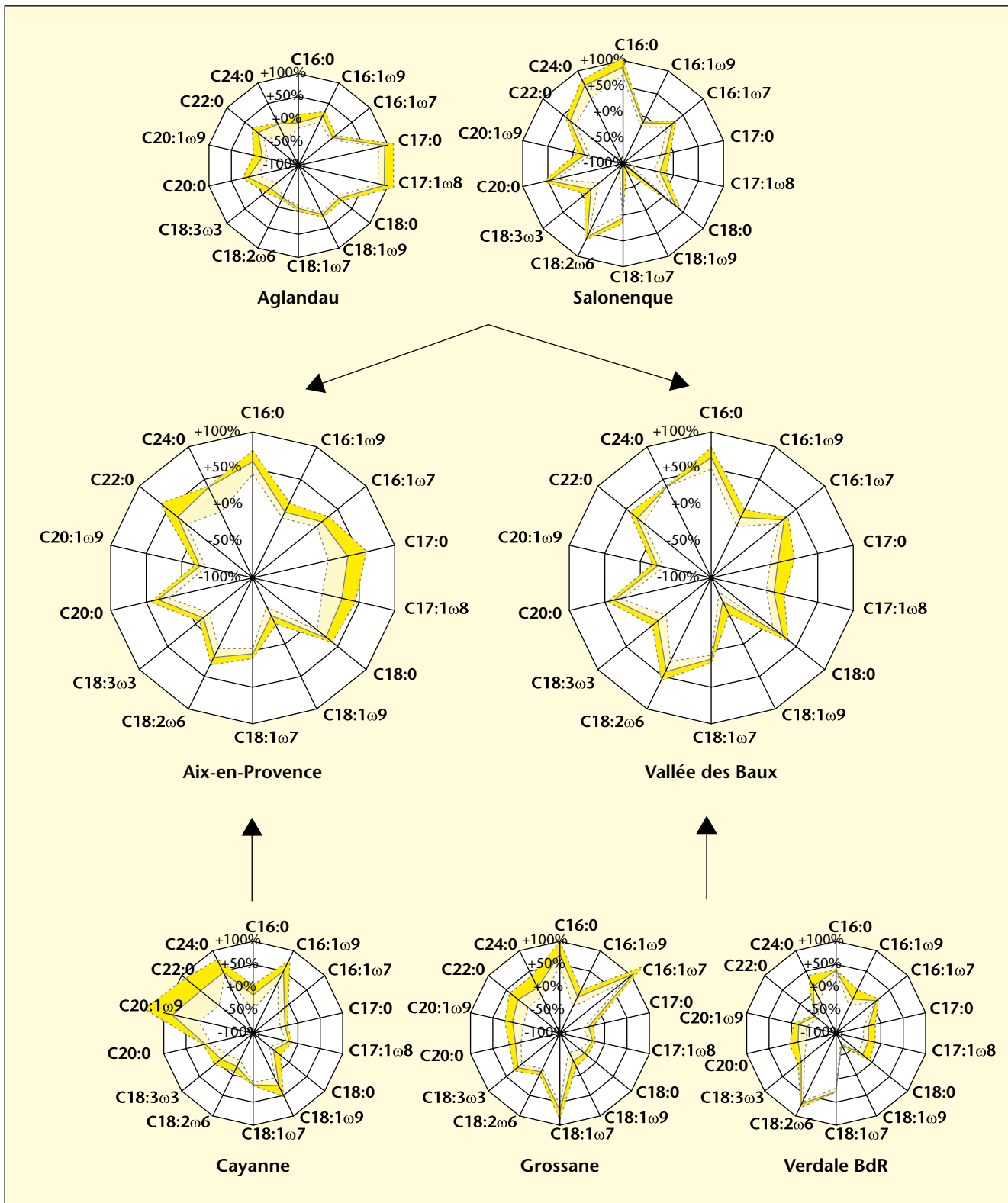


Figure 11. Morphogrammes des acides gras des AOC Aix-en-Provence, Vallée des Baux de Provence et de leurs variétés principales.

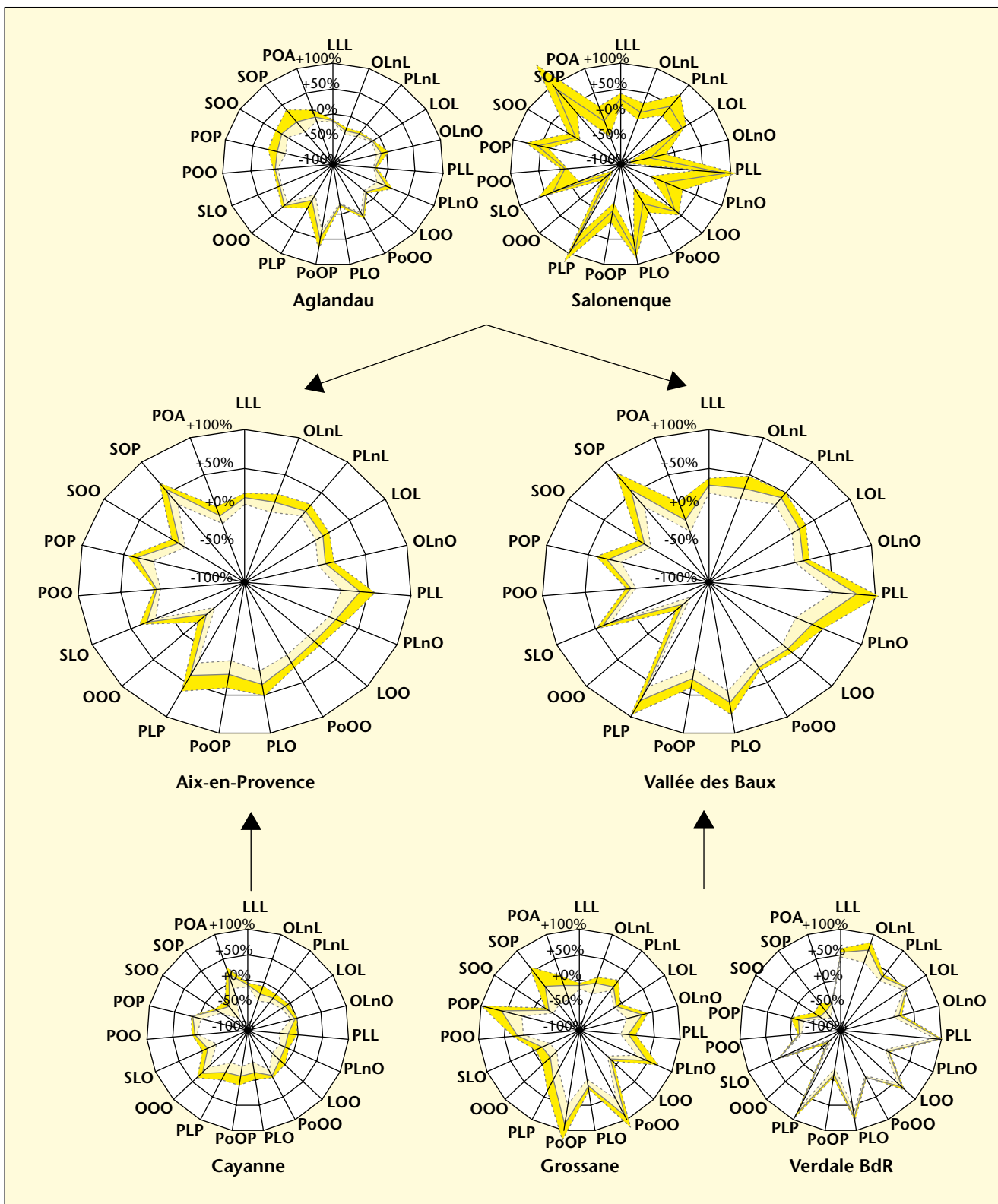


Figure 12. Morphogrammes des triglycérides des AOC Aix-en-Provence, Vallée des Baux de Provence et de leurs variétés principales.

Nyons (*Tanche*) se différencie des autres AOC par les taux les plus élevés en acide oléique (18 :1ω9), en triglycérides OOO et SOO, et en squalène. Enfin, Nîmes avec notamment *Picholine*, présente les taux les plus élevés en acide linoléique (18 :3ω3), et en triglycérides OLnO.

Aix-en-Provence et Vallée des Baux qui sont constituées de plusieurs variétés principales, ne sont que partiellement résolues (*figure 5*). Cette différenciation partielle des deux AOC s'explique par la présence, dans des proportions différentes, de deux variétés principales communes : *Aglandau* et *Salonenque*. Une analyse en composante principale (*figure 6*) a été effectuée sur Haute-Provence, Aix-en-Provence et Vallée des Baux qui contiennent toutes les trois, la variété *Aglandau* en proportions différentes. Haute-Provence en raison de sa constitution par la seule variété principale *Aglandau* possède les taux les plus élevés en acides margarolique (17 :1ω8) et oléique (18 :1ω9) ainsi qu'en trioléine (OOO), et les plus faibles en acides palmitique (16 :0), linoléique (18 :2ω6) et en triglycéride PLO. Ces résultats sont inversés pour Vallée des Baux en raison de la présence généralement majoritaire de la variété principale *Salonenque* riche en acides palmitique (16 :0) et linoléique (18 :2ω6). Aix-en-Provence se trouve dans une position intermédiaire. Ces résultats sont conformes à la réalité des productions de ces trois AOC. En effet, la teneur en huile d'*Aglandau* décroît de Haute-Provence à Vallée des Baux tandis que la proportion d'huile de *Salonenque* est plus élevée dans Vallée des Baux que dans Aix-en-Provence.

Morphogrammes

Haute-Provence, Nice, et Nyons qui possèdent une seule variété principale, ont des morphogrammes différents et caractéristiques pour les acides gras et les triglycérides (*figures 7 à 9*).

Haute-Provence (*Aglandau*) (*figure 7*) est caractérisée par des valeurs voisines de 100 % pour les acides margarique (17 :0) et margarolique (17 :1ω8). Les autres acides sont proches de la moyenne (0 %) à l'exception des acides linoléique (18 :2ω6) et linoléique (18 :3ω3) qui y sont légèrement inférieurs. Les triglycérides sont voisins de la moyenne sauf PoOP qui avoisine le niveau de 50 % tandis que LLL, OLnL, PLnL, LOL PLL, LOO et PLO sont inférieurs à 0 %.

Nice (*Caillietier*) (*figure 8*) possède des valeurs comprises entre 0 et 50 % pour les acides oléique (18 :1ω9), gondoïque (20 :1ω9) et béhénique (22 :0). Les autres acides se situent à des valeurs proches ou inférieures à 0 % notamment les acides palmitique (16 :0), palmitoléique (16 :1ω7), margarique (17 :0) et margarolique (17 :1ω8). Les triglycérides sont en accord avec les acides gras avec OOO proche de 50 % et des valeurs proches de 0 % ou inférieures pour les autres triglycérides.

Nyons (*Tanche*) (*figure 9*) est caractérisée par des valeurs voisines de 50 % pour les acides hypogéique (16 :1ω9) et stéarique (18 :0) et une valeur supérieure à 50 % pour l'acide oléique (18 :1ω9). En revanche, l'acide palmitique (16 :0) est proche de -100 % et les acides palmitoléique (16 :1ω7), margarique (17 :0), margarolique (17 :1ω8) et Z-vaccénique (18 :1ω7) ont des pourcentages de l'ordre de -50 %.

Aix-en-Provence, Nîmes et Vallée des Baux sont des AOC poly-variétales (*tableau 1*).

Nîmes (*figure 10*) présente des morphogrammes spécifiques. Nîmes est riche en acides linoléique (18 :3ω3) (50 %) et gondoïque (20 :1ω9) (-50 %) et a des valeurs de l'ordre de -50 % pour les acides palmitique (16 :0), palmitoléique (16 :1ω7), margarolique (17 :1ω8) et Z-vaccénique (18 :1ω7). Les triglycérides OLnL et OLnO sont voisins de 50 % tandis que PoOO, PoOP, POP et SOP sont proches de -50 %.

La *figure 11* montre les morphogrammes des acides gras d'Aix-en-Provence et de Vallée des Baux de Provence ainsi que des variétés qui les constituent. Les formes des représentations des deux AOC présentent de fortes similitudes. Ce résultat était prévisible puisque les deux AOC ont en commun les variétés *Aglandau* et *Salonenque*. Dans les deux cas, la variété *Salonenque* donne l'allure générale des deux formes. Un examen plus

approfondi permet d'observer qu'Aix-en-Provence est plus riche en acides margarique (17 :0) et margarolique (17 :1ω8) que Vallée des Baux, ce qui est une caractéristique de la variété *Aglandau*. A contrario, Vallée des Baux présente des valeurs plus faibles pour ces deux acides mais plus élevées en acides palmitique (16 :0) et linoléique (18 :2ω6), ce qui est une caractéristique de la variété *Salonenque*. En règle générale, Aix-en-Provence contient majoritairement de l'huile d'*Aglandau* associée à des teneurs plus faibles d'huile de *Salonenque* et inversement pour Vallée des Baux. Aix-en-Provence peut aussi contenir de l'huile de *Cayenne* à des teneurs qui ne se détectent pas sur les morphogrammes. Vallée des Baux contient généralement en quantité plus faible de l'huile de *Grossane* et de l'huile de *Verdale des Bouches-du-Rhône*. Ces différentes variétés n'affectent que peu la forme des deux représentations des AOC en raison de leur présence en faible quantité. Ces résultats sont en accord avec la réalité des productions de ces deux AOC.

La *figure 12* montre les morphogrammes des triglycérides d'Aix-en-Provence et de Vallée des Baux de Provence ainsi que des variétés qui les constituent. Les formes des représentations des deux AOC présentent de fortes similitudes. Des conclusions similaires à celles obtenues avec les acides gras peuvent être formulées. Toutefois, la visualisation est moins nette. Ceci peut être dû à une analyse moins performante des triglycérides par rapport à celle des acides gras.

Conclusion

L'approche sensorielle réalisée à l'aide de descripteurs analogiques selon une méthodologie originale et les compositions en acides gras et en triglycérides ont permis de caractériser les huiles d'olive vierges des six AOC françaises étudiées. Une analyse en composantes principales révèle les acides gras et les triglycérides caractéristiques de chacune des AOC. Aix-en-Provence et Vallée des Baux possèdent des similitudes en raison de deux variétés principales communes : *Aglandau* et *Salonenque*. Certaines huiles de Nîmes, Aix-en-Provence et Vallée des Baux ont un ΔECN42 supérieur à la valeur maximale réglementaire. Les morphogrammes, obtenus avec les compositions en acides gras et en triglycérides par rapport à la banque de données FATG-BD02, constituent de véritables « empreintes digitales » de chaque AOC. La comparaison des morphogrammes d'échantillons inconnus à ceux de référence permet très rapidement d'identifier l'appartenance d'une huile à une des appellations étudiées sans mettre en œuvre des méthodes statistiques sophistiquées.

Remerciements. Les auteurs remercient Carole Fusari, Corinne Petit, Muriel Richard et Frédérique Franceschi pour leur assistance technique.

RÉFÉRENCES

1. MOUTIER N, PINATEL C, MARTRE A, et al. In : *Identification et caractérisation des variétés d'oliviers cultivées en France*. Turriers, France : Naturalia Publications, 2004 ; (Tome 1).
2. PINATEL C, PETIT C, OLLIVIER D, ARTAUD J. Outils pour l'amélioration organoleptique des huiles d'olive vierges. *OCL* 2004 ; 11 : 217-22.
3. 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. *JOCE* du 05 septembre 2003.
4. OLLIVIER D, ARTAUD J, PINATEL C, DURBEC JP, GUÉRÈRE M. Triacylglycerol and fatty acid compositions of french virgin olive oils. Characterisation by chemometrics. *J Agric Food Chem* 2003 ; 51 : 5223-731.
5. OLLIVIER D. 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, 2006.

6. FIEBIG VON HJ. HPLC-Trennung von triglyceriden. *Fette Seifen Anstrichmittel* 1985 ; 87(2) : 53-7.
7. MOREDA W, PEREZ-CAMINO MC, CERT A. Improved method for the determination of triacylglycerols in olive oils by high performance liquid chromatography. *Grasas Aceites* 2003 ; 54(2) : 175-9.
8. CONSEIL OLÉICOLE INTERNATIONAL. Norme commerciale applicable à l'huile d'olive et à l'huile de grignons d'olive. 2003, (T.15/NCn°3. principe de Vergara, 154, 28002 Madrid, Espagne).
9. CODEX ALIMENTARIUS. Food and Agriculture Organization of the United Nations. World Health Organization. 2003, Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Rome, Italie.
10. OLLIVIER D, ARTAUD J, PINATEL C, DURBEC JP, GUÉRÈRE M. Differentiation of french virgin olive oil RDOs by sensory characteristics, fatty acid and triacylglycerol compositions and chemometrics. *Food Chem* 2006 ; 97 : 382-93.
11. OLLIVIER D, BRUCKERT B, NOYER C, GUÉRÈRE M, ARTAUD J. Analyses multicritères pour la recherche d'adultération d'huiles d'olive vierges par des huiles de noisette et d'amande. *Ann Fals Exp Chim* 1999 ; 92(947) : 161-71.
12. OLLIVIER D, SOUILLLOL S, NOYER C, GUÉRÈRE M, ARTAUD J. Optimisation de l'analyse des triglycérides et des phénols dans les huiles végétales par chromatographie liquide. *Ann Fals Exp Chim* 2001 ; 94(956) : 291-5.