

Article original

Amélioration qualitative d'huiles d'olive produites dans le maroc oriental

Quality Improvement of Olive Oils Produced In The Eastern Morocco.

¹Tanouti K., ¹Serghini-Caid H., ²Chaieb E ²Benali A., ³Harkous M, ¹Elamrani A

1 : Laboratoire de Biologie des Plantes et des Microorganismes, Faculté des Sciences, UMP-Oujda ; Maroc.

2 : Laboratoire de Chimie. Appliquée & Environnement, 3 : Direction provinciale d'agriculture Oujda
Contact : ahmed.elamrani@gmail.com

RESUME:

La caractérisation physicochimique et la recherche de signes distinctifs des huiles, selon les spécificités pédoclimatiques de leurs zones de production, sont réalisées dans le but de la labellisation "*produit du Terroir*" des huiles d'olive produites dans cette région. Pendant trois campagnes oléicoles consécutives des études, utilisant les méthodes classiques de caractérisation physicochimiques d'huiles et l'analyse de profils des triglycérides et des acides gras, ont été réalisées pour suivre l'évolution qualitative des huiles d'olives produites dans des coopératives du Maroc oriental. Ces études montrent une nette amélioration des paramètres qualitatifs des huiles produites dans cette région. On note une différence de richesse des huiles en phénols selon la zone géographique ; Ce paramètre, apparaît comme un signe distinctif entre terroir de production d'huile d'olive.

Mots clés: Huile d'olive, Phénols, Acides gras, Triglycérides, Produit terroir

ABSTRACT:

The aim of this study is to characterize olive oils and to distinguish the production areas according to the specific soil and climate. The goal is to label "*local product*" olive oils produced in the eastern region of Morocco. The studies focus on oils from three consecutive olives harvest periods. Olive oils, obtained from eastern small olive oil-producers, characteristics were determined using conventional methods analysis, fatty acid and triacylglycerol compositions. This study shows a marked improvement in quality parameters of olive oils produced in this region. There is a difference in the phenol content between oils of different origins; this parameter content can be used as marker to distinguish olive oils according to the production area

Keywords: Olive oil, Phenols, Fatty acids, Triglycerides, Local product



Introduction

L'huile d'olive vierge (HOV), est un produit à forte valeur ajoutée. Les terres propices à la culture de l'olivier, le climat favorable et les traditions oléicoles ancestrales constituent d'importants avantages compétitifs pour la filière oléicole marocaine. La région du Maroc oriental est considérée comme zone oléicole de petite production mais ayant un grand potentiel pour le développement de l'oléiculture. Actuellement, excepté quelques récentes publications et communications [1, 2, 3], il n'existe pas de données sur les huiles d'olive produites dans le Maroc oriental.

Dans cette région la production d'huile d'olive est limitée à de petites coopératives et associations situées dans des zones oléicoles ancestrales et où la culture de l'olivier constitue le moyen de revenu de nombreux oléiculteurs et contribue sensiblement au développement agricole de la région. Le plan Maroc vert prévoit de nombreuses mesures incitatives pour l'extension du l'oliveraie et l'application des bonnes pratiques oléicoles pour assurer l'esektor du secteur oléicole dans cette région.

Outre l'effet variétal (génotype) [4, 5], et ceux liés aux facteurs pédo-climatiques, la qualité de l'huile d'olive est fortement influencée par la qualité des olives triturées et par le procédé d'extraction d'huile utilisé [6]. La production d'huile d'olives extra vierge de qualité supérieure et conservant ces arômes [7, 8, 9,], nécessite la maîtrise aussi bien de la période et méthodes de récolte des olives ainsi que les étapes de transport, de conservation et de triturations des olives. Les dommages causés aux olives durant ces étapes, se répercutent négativement sur la qualité du produit fini.

La qualité d'huile d'olive est également affectée par la durée et les conditions de stockage. L'auto-oxydation d'huile d'olive au cours du stockage, dépendrait de plusieurs facteurs, tel que le degré d'instauration de

l'huile, la présence d'acides gras libres, de traces d'eau et d'ions métalliques ainsi que l'exposition à la chaleur et à la lumière du jour. En revanche, la photo-oxydation dépendrait de la quantité totale de pigments chlorophylliens (pro-oxydant) et d'antioxydants naturels (α -carotène, tocophérols, phénols) présents dans l'huile d'olive [10,11, 12].

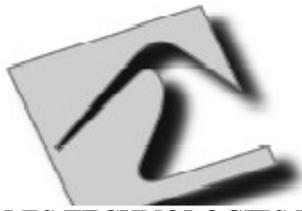
Les bonnes pratiques et la maîtrise des procédés de production, trituration des olives, stockage d'HOV et la mise en place d'un système de traçabilité, permettraient de valoriser ces huiles de petits producteurs via l'appellation terroir ou d'origine protégée.

Ce travail s'inscrit dans cet objectif ; il porte sur l'évolution qualitative et la recherche de 'marqueur d'authenticité' des huiles d'olive produites au niveau de coopératives oléicoles du Maroc oriental (Kenine, Achajara-almoubaraka, Irsane) qui constituent un groupement d'intérêt économique nommé « GIE Isly Terroir de l'Oriental »

L'étude de l'influence, de la durée de stockage à température ambiante, sur les caractéristiques qualitatives des huiles d'olives et leur stabilité au cours de la conservation, vise à garantir au consommateur une huile 'HOV' bien définie. Une huile avec des caractéristiques répondant aux standards et critères du Conseil oléicole international [7].

MATERIELS ET METHODES

Echantillons d'huile d'olive : L'étude a porté sur des échantillons d'huiles d'olive de trois campagnes consécutives 2007/08, 2008/09 et 2009/10. Ces échantillons proviennent de Kenine (association d'oléiculteurs, située à Rislane, Tafoughalt ; province de Berkane) et de deux groupements d'oléiculteurs, de la province de Taourirt : coopératives Irsane (située à Ain Lahjar El-Aioun) et association Achajara Almoubaraka (située à Tanacharfi, El-Aioun)



Les huiles d'olives analysées sont extraites par un système de centrifugation à deux phases. Elles ont été stockées à une température ambiante et dans des bouteilles en verre sombre pour prévenir le phénomène de photo-oxydation.

Détermination des indices analytiques

L'acidité libre des échantillons d'huiles d'olive a été déterminée selon la méthode AOCS, [13]. Elle est exprimée en pourcentage d'acide oléique, est déterminée par titrage en milieu alcoolique des acides gras libres de l'huile d'olive, par une solution alcoolique d'hydroxyde de potassium, en présence de phénolphthaléine. Un essai témoin (sans matières grasses) a été réalisé dans les mêmes conditions.

L'indice de peroxyde (IP), exprimé en milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme d'huile (meq O₂ /kg d'huile), a été déterminé par dissolution d'une masse d'huile d'olive dans un mélange d'acide acétique / chloroforme (3:2 V / V), la réaction est déclenché dans l'obscurité en présence d'une solution saturée iodure de potassium. Après un temps de repos l'iode libéré a été dosé par une solution de thiosulfate de sodium 0,01 N en présence d'empois d'amidon ; Un essai témoin (sans matières grasses) est réalisé dans les mêmes conditions [14]

Les coefficients d'extinction K₂₃₂ et K₂₇₀ sont calculés respectivement à partir de l'absorption à 232 et 270 nm, avec un spectrophotomètre UV en dissolvant l'échantillon dans le cyclohexane. Δk a été calculé à partir de l'absorbance à 266, 268 et 274 nm. Les huiles d'olive analysées ont été homogènes et exempt d'impuretés en suspension [15]. La lecture s'est faite dans des cuves de quartz, avec couvercle, de parcours optique de 1 centimètre.

Détermination de la teneur en pigments :

La composition en pigments chlorophylliens et caroténoïdes exprimée en ppm a été déterminée respectivement selon la méthode de Wolf [16] et Mosquera Minguez et al. [17]. Le maximum d'absorption à 630,670 et 710 nm est relatif à la fraction de la chlorophylle et à 470 nm à la fraction des caroténoïdes.

Dosage spectrophotométrique des phénols totaux et des o-diphénols

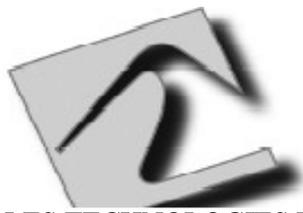
Les phénols totaux et les o-diphénols ont été déterminés selon la méthode décrite par Ollivier [18] par dosage spectrophotométrique respectivement, à 750nm et 370nm et les résultats sont exprimés (ppm) en milligramme d'acide caféique/Kg d'huile d'olive

Détermination de l'amertume

L'amertume de l'huile d'olive a été déterminée selon la méthode décrite par Gutiérrez-Rosales et al. [19]. Elle consiste en l'extraction des composés amers d'un échantillon d'huile d'olive, et la mesure d'absorbance à 225 nm contre un témoin méthanol/Eau (1/1 : v/v).

Analyse chromatographique en phase gazeuse des acides gras d'huile d'olive.

Les acides gras sont analysés 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 standard préconisée par le COI [20]. A 0,1g d'huile d'olive on ajoute 2ml d'heptane et 0,2ml du KOH méthanolique à 2N, après agitation pendant 30 secondes, on laisse reposer jusqu'à ce que la phase supérieure de la solution devienne claire, La phase supérieure héptanique ainsi obtenue est prélevée et injectée ensuite, pour analyse en chromatographique en phase gazeuse.



L'analyse des triglycérides par HPLC

La détermination des triglycérides a été réalisée suivant la méthode modifiée d'Abaza et al. [21]. Après séparation par chromatographie sur couche mince de gel de silice les triglycérides sont fractionnés par un chromatographe HPLC de marque Shimadzu CBM 20A (équipé d'un Détecteur à indice de réfraction RID 10A) à l'aide d'une Colonne apolaire en phase reverse ODS C18 (250 * 5 mm de diamètre intérieur, diamètre des particules 5µm), La phase mobile est un mélange polaire de deux solvants acétone/acétonitrile (63,6/36,4 V/V) à un débit de 1ml/mn, en mode isocratique.

Les triglycérides sont désignés par les lettres correspondant aux noms abrégés des chaînes grasses fixées sur le glycérol : P:palmitoylé ; Po : palmitoléyle ; S : stéaroylé ; O : oléoylé ; L : linoléoylé ; Ln : linolénoyle.

RESULTATS ET DISCUSSION

L'acidité libre permet de contrôler le niveau de dégradation hydrolytique, enzymatique ou chimique, des chaînes d'acides gras des triglycérides [21]. Ceci est à l'origine d'acides gras libres et de glycérides partiels (mono et diglycérides). Les résultats, d'analyse d'acidité des huiles d'olives produites dans des coopératives de la région orientale, sont présentés sur la **figure 1**. On constate, pour la campagne oléicole 2007/08 (**figure 1, A**), que environ la moitié des échantillons analysés, présente un taux d'acidité supérieure à 1% ; le reste présente un taux d'acidité se situant à la limite de celui des huiles de la catégorie vierge extra. L'acidité moyenne de cette campagne 2007 est de l'ordre de 1, % (**Figure 1 D**). Pour la campagne oléicole 2008/09, l'acidité des échantillons des huiles d'olives analysées, est légèrement inférieure à celle enregistrée en 2007/08 (**figure 1 A, B**).

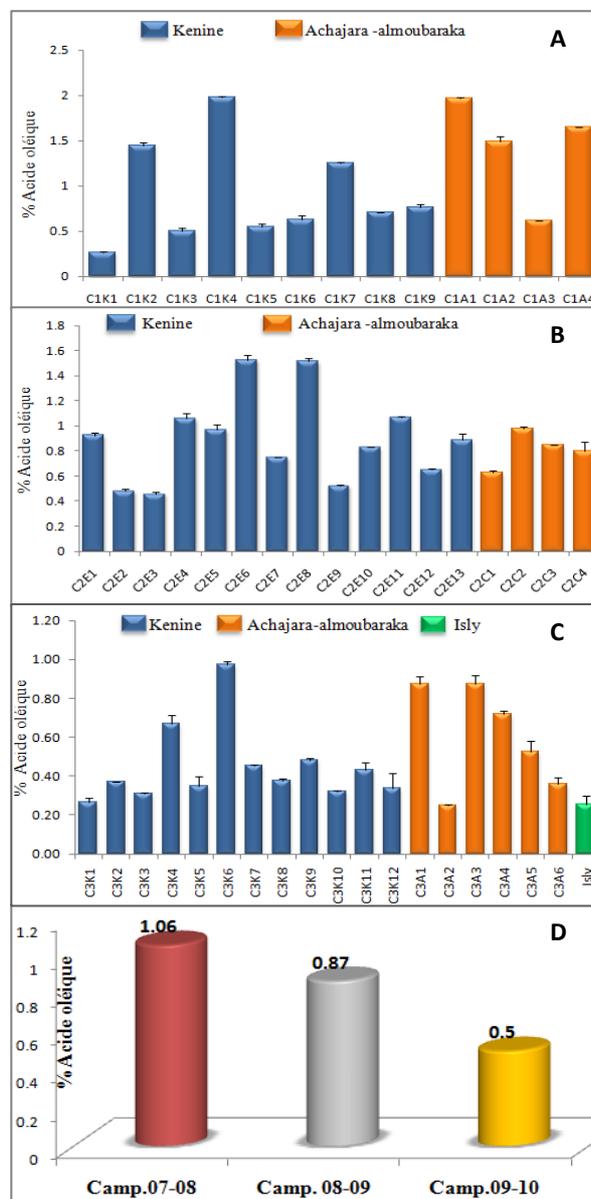


Figure.1: les histogrammes (A, B, C) représentent les résultats d'analyse d'indice d'acidité libre (exprimée en pourcentage d'acide oléique) des échantillons d'huiles d'olive des coopératives Kenine et Achajara-almoubaraka. A : Campagne oléicole 2007-2008; B : Campagne oléicole 2008-2009; C : Campagne oléicole 2009-2010 avec la première analyse d'acidité d'huile d'olive « Isly » provenant de la coopérative Irsane. D : Représentation graphique des moyennes d'indices d'acidité des échantillons d'huiles d'olive des trois campagnes oléicoles 2007-08, 2008-09 et 2009-10.



Bien que les huiles d'olives de ces deux campagnes se classent dans la même catégorie. Le taux d'acidité moyen de la campagne 2008/09 (0,87%) connaît une nette amélioration par rapport à celui enregistré en 2007/08 (**Figure 1 D**).

Les huiles de la campagne oléicole 2009/10 (**Figure1, C**) sont généralement marquées par de faibles taux d'acidité avec des valeurs enregistrées nettement inférieures à la limite d'acidité d'huile d'olive de la catégorie vierge extra. Les facteurs responsables d'acidité élevée sont liés au non respect des bonnes pratiques de récolte et de fabrication d'huile d'olive [23, 24, 25]

L'indice de peroxyde (IP) : Il estime l'état d'autoxydation de l'huile ; c'est un mécanisme lent mais inéluctable. En effet, les corps gras peuvent s'oxyder en présence d'oxygène et de certains facteurs favorisant (température élevée, eau, enzyme, trace de métaux Cu, Fe...). Cette autoxydation ou rancissement aldéhydique conduit dans un premier temps à la formation de peroxydes (ou hydroperoxydes) qui se décomposent ultérieurement en dérivés carbonylés aldéhydes et hydrocétones (responsables de l'odeur de rance) et en divers produits oxygénés (alcools, acides...). Pour tous les échantillons d'huiles analysés, des campagnes oléicoles 2007/08, 2008/09 & 2009/10, les valeurs de l'IP varient entre 6,65 et 16,57 meq O₂/kg d'huile (Figure2 A, B, C), elles restent donc, dans la norme fixées par le COI pour l'huile d'olive de la catégorie vierge extra (IP ≤ 20 meq O₂/kg). Ces basses valeurs de l'IP montent que l'huile a été extraite rapidement après la récolte des olives et qu'elle a été stockée dans de bonnes conditions. Il permet de penser que l'huile ne s'oxydera pas prématurément et se conservera au cours du temps. Il faut noter que l'IP augmente avec la maturité des

olives, et surtout à la suite d'un choc thermique, consécutivement à un gel [23] ou à un processus de fabrication défectueux. Le stockage inadapté ou prolongé, est également une des causes d'augmentation de ce paramètre IP.

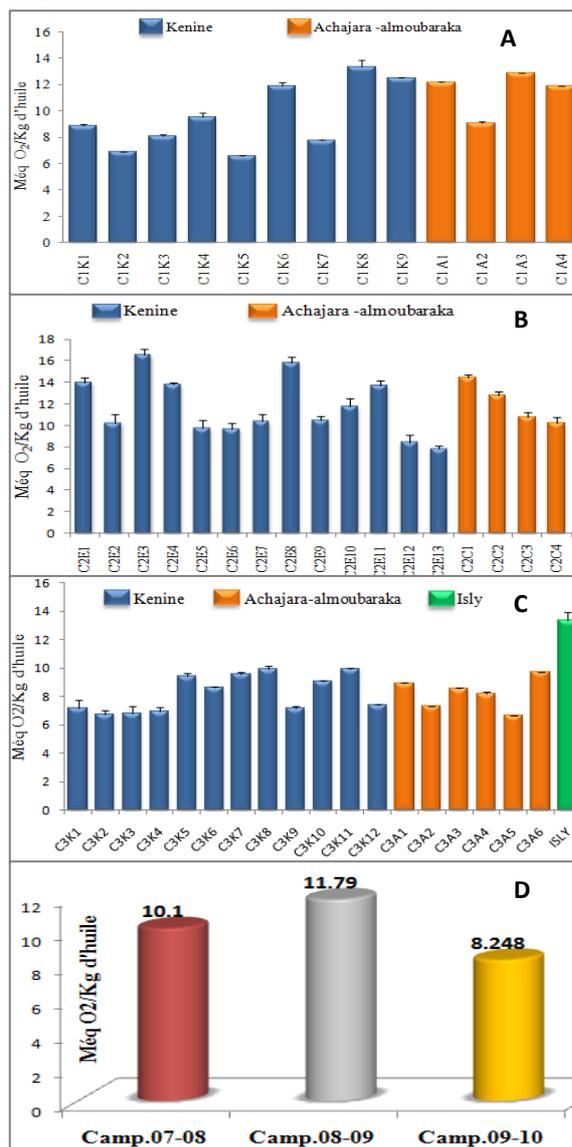


Figure.2: Les histogrammes d'indices de peroxyde (meq O₂ /kg) d'échantillons d'huiles d'olive des coopératives Kenine et Achajara-almoubaraka. A: Campagne oléicole 2007-2008; B: Campagne oléicole 2008-2009; C: Campagne oléicole 2009-2010. D: Moyenne d'indices de peroxyde d'échantillons d'huiles d'olive des campagnes 2007-08, 2008-09 et 2009-10



L'Absorbance dans l'ultraviolet (UV).

Les valeurs de l'IP ≤ 20 meq O₂/Kg d'huile ne signifient pas toujours l'absence du phénomène d'oxydation. Le recours à la détermination des coefficients (K232, K270) 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 [12,26, 27]. L'absorbance dans l'ultraviolet est un moyen d'évaluation de l'état de conservation de l'huile. C'est également un indicateur sur la douceur de la méthode d'extraction et sur l'oxydation par surexposition de l'huile à l'air lors de la trituration. Plus l'extraction se fera à température basse ($<28^\circ$) et moins il y aura de contact avec l'air pendant l'extraction, et plus les valeurs de K232, K270, seront faibles.

Les résultats d'absorbance en UV (**Figure.3**) montrent que, excepter trois échantillons d'huile d'olive de la campagne 2008, tous les autres échantillons analysés ont des absorbances en UV qui respectent les valeurs préconisées par la norme du COI [7] : $K232 \leq 2,5$; $K270 \leq 0,25$, $\Delta K \leq 0,01$.

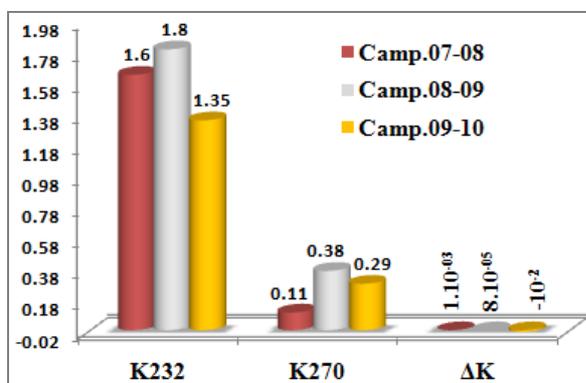


Figure.3: Histogrammes des valeurs moyennes d'absorbance en UV K232, K270, et ΔK des échantillons huiles d'olives des trois campagnes oléicoles 2007-2008, 2008-2009 et 2009-2010.

La comparaison des valeurs moyennes des absorbances en UV des trois campagnes oléicoles (Figure.3), montre que ce sont les huiles de la campagne 2008 qui présentent les valeurs les plus élevées pour le K232 et le K270. Ces huiles, bien qu'elles restent toujours dans la norme du COI, ont présenté également la valeur moyenne de l'IP (11,97 meq O₂/Kg) la plus élevée (**Figure 2-D**). Les résultats de 2008, seraient liés à plusieurs facteurs tel que la récolte tardive des olives, une exposition excessive des olives et de l'huile extraite à l'oxygène de l'air et à la lumière, voir aussi à un réchauffement de la pâte lors de la trituration.

Les polyphénols totaux, Ortho-diphénols et amertume :

L'huile d'olive contient une quantité appréciable de composés phénoliques (**Figure 4**). Les polyphénols passent dans l'huile lors de son extraction. Les ortho-diphénols (comme l'hydroxytyrosol, l'acide caféique et l'oleuropéine), présents dans l'huile d'olive sont considérés comme des antioxydants naturels qui protègent l'huile contre l'oxydation. Ils lui confèrent une meilleure stabilité lors du stockage, une saveur amère et une sensation de piquant [18, 26, 34].

Les polyphénols passent dans l'huile lors de son extraction. Les ortho-diphénols (comme l'hydroxytyrosol, l'acide caféique et l'oleuropéine), présents dans l'huile d'olive sont considérés comme des antioxydants naturels qui protègent l'huile contre l'oxydation. Ils lui confèrent une meilleure stabilité lors du stockage, une saveur amère et une sensation de piquant [18, 26, 34]. L'amertume de l'huile d'olive est considérée comme un attribut positif, elle est estimée par dosage spectrophotométrique à 225nm [25,35].

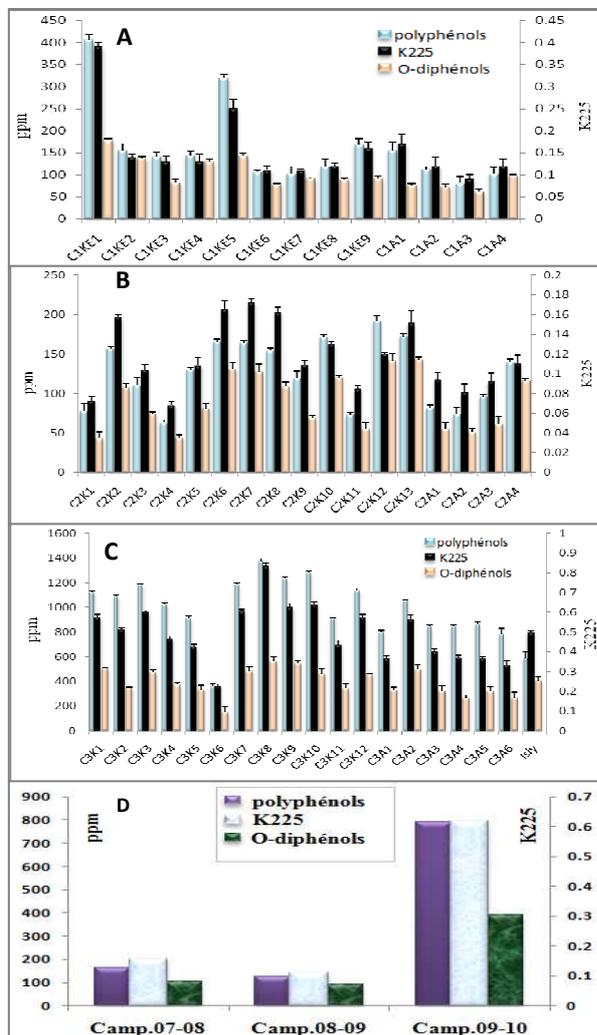
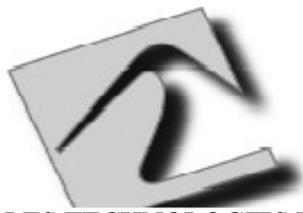


Figure.4 : Variation, des teneurs en polyphénols totaux, ortho-diphénols (ppm équivalent d'acide caféique) et d'indice d'amertume (Absorbance K225) dans différents échantillons d'huiles d'olives : A: Campagne oléicole (C1) 2007/08 ; B: Campagne oléicole (C2) 2008/09 ; C: Campagne oléicole (C3) 2009/10 ; K=: Huile de Kenine; A= Huile Achajara-almoubarak . D : Comparaison des valeurs moyennes de ces paramètres (polyphénols , ortho-diphénols et K225) entre les trois campagnes (C1, C2 C3)

Les polyphénols passent dans l'huile lors de son extraction. Les ortho-diphénols (comme l'hydroxytyrosol, l'acide caféique et l'oleuropéine), présents dans l'huile d'olive sont considérés comme des antioxydants naturels qui protègent l'huile contre l'oxydation.

Ils lui confèrent une meilleure stabilité lors du stockage, une saveur amère et une sensation de piquant [18, 26, 34]. L'amertume de l'huile d'olive est considérée comme un attribut positif, elle est estimée par dosage spectrophotométrique à 225nm [25,35].

Les résultats obtenus présentés sur la **Figure 4**, montrent que le contenu en polyphénols totaux (PT) et ortho-diphénols des huiles d'olive analysées varie fortement d'une campagne à une autre. Ainsi la campagne oléicole 2009, s'est caractérisée par les teneurs les plus élevées en PT et ortho-diphénols (estimées respectivement à 1329 ppm et 250 ppm). Ces teneurs sont similaires à ceux rapportées dans des travaux antérieurs [22,36]. Selon l'origine géographique, on constate que les huiles d'olive en provenance de Kenine (région de pied de montagne Tafoughalt) présentent une amertume prononcée (absorbance K225) et sont plus riches en PT et Ortho-diphénol que ceux des autres zones géographiques des plaines de Taourirt/Alayoune (Figure 4). On constate également une corrélation positive entre cette amertume et la teneur en composés phénoliques (Figure 4 E)

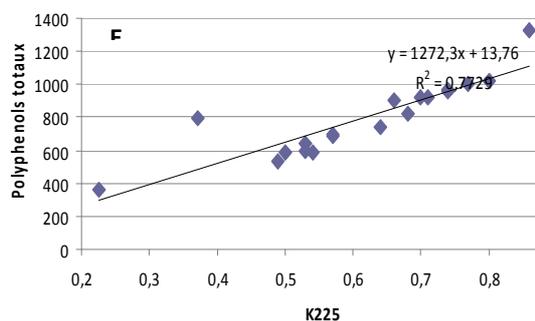
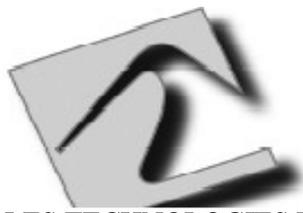


Figure 4 E : droite de Corrélation entre la teneur en polyphenols totaux et l'amertume de l'huile d'olive (K225)

Les variations, des teneurs en polyphénols, observées peuvent être dues à la différence de degré de maturité des olives avant trituration



(récolte précoce des olives) mais dépendent également du profil variétal et de la zone géographique [25]. La variation de teneurs en polyphénols semble être liée à la zone géographique oléicole. Généralement les huiles d'olive produites en altitude (cas de Kenine) se montrent plus riches en phénols que celles des oliveraies des plaines. Ce paramètre pourrait être qualifiée de signes distinctifs donc de marqueur de terroir pour le classement des huiles en produit IGP [25,36].

Teneur en pigments :

L'huile d'olive contient des composés mineurs qui lui confèrent ses qualités organoleptiques et nutritionnelles. Parmi ces composés mineurs les pigments, qui en raison de leur caractère anti-oxydant dans l'obscurité et pro oxydant dans la lumière, semblent jouer un rôle important dans la stabilité oxydative de l'huile au cours de son stockage[44,47] et dans la préservation de sa qualité [42, 43, 44, 45]. La concentration en chlorophylles peut dépasser 80mg/kg pour des huiles obtenues à partir d'olives en stade précoce de maturité, pour chuter à des valeurs d'environ 2mg/kg lorsque le fruit est bien mûr [32, 46].

Dans ce travail pour les campagnes oléicoles 2007 et 2008 les teneurs, des huiles d'olives analysées, en chlorophylles et caroténoïdes sont comparables et relativement faibles ; (elles varient respectivement entre 0,05 à 1,52 mg/kg et 0,2 à 2,03 mg/kg, Figure 5-A B) alors que les teneurs enregistrées pour la campagne oléicole 2009 sont nettement plus importantes (0,29 à 5,21 mg/kg de chlorophylles et 2,71 à 13,4 mg/kg de caroténoïdes, Figure 5-C). Ces différences, de teneurs en pigments, observées sont liées au degré de maturité des olives. Ainsi et par opposition aux récoltes tardives des olives lors des deux campagnes 2007 & 2008 la

récolte précoce des olives (campagne 2009) était en faveur d'huile riche en pigments plus aromatisée et plus stable lors de stockage.

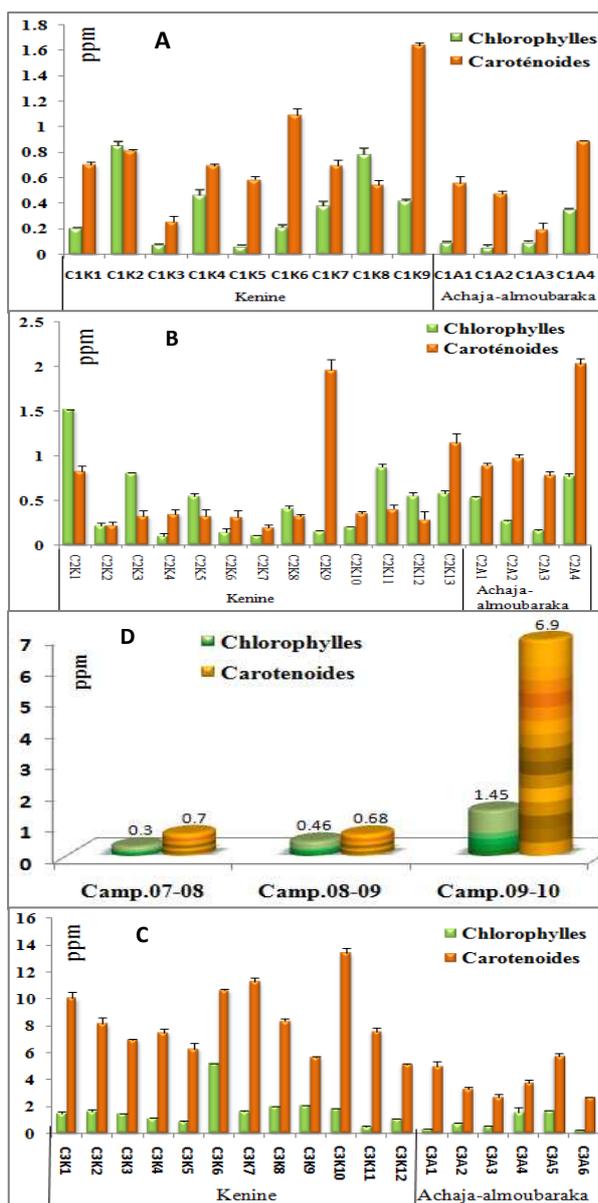
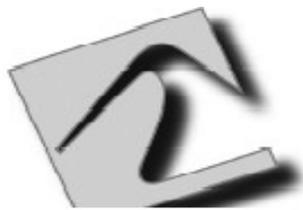


Figure 5: Histogrammes des teneurs en pigments (chlorophylle et caroténoïdes) d'huiles d'olive produites dans les coopératives Kenine & Achajara Almoubaraka lors de trois campagnes oléicoles consécutives : 2007-2008, (A), 2008-2009 (B) et 2009-2010 (C) ; D : représentation graphique des teneurs moyennes en chaque pigment selon la campagne oléicole.



Composition de l'huile d'olive en acide gras.

La composition en acide gras de l'huile d'olive joue un rôle important pour sa qualité nutritionnelle et organoleptique. 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 [27, 28, 29, 30]. Certains auteurs ont utilisé ce profil comme paramètre de classification des huiles d'olive selon leurs origines [26, 39, 48], d'autres notent plutôt des variations minimales de taux d'acide gras principal (C18 : 1) chez la même variété d'olivier même si elle est cultivée dans des lieux différents [36].

Dans le présent travail, il s'agit de comparaison de profils d'acides gras d'huiles d'olives d'origine géographiques différentes (**Figure 6**). Ainsi pour les campagnes oléicoles 2007 et 2008.

L'analyse de composition en acides gras des huiles d'olives produites dans les trois coopératives de la région orientale, montre que l'acide oléique majoritaire (C18 :1) est présent avec des taux qui varient entre 73% et 88%. Pour la campagne 2007 le taux moyen en C18 :1, des échantillons d'huiles analysés était de l'ordre de 83% alors que pour la campagne 2008, ce taux ne dépasse pas les 80%.

On note que pour la même campagne oléicole et excepté une petite différence enregistrée pour le taux d'acide palmitoléique (Figure 6, morphogramme C) les profils d'acides gras majoritaires se montrent pratiquement identiques pour les régions étudiées.

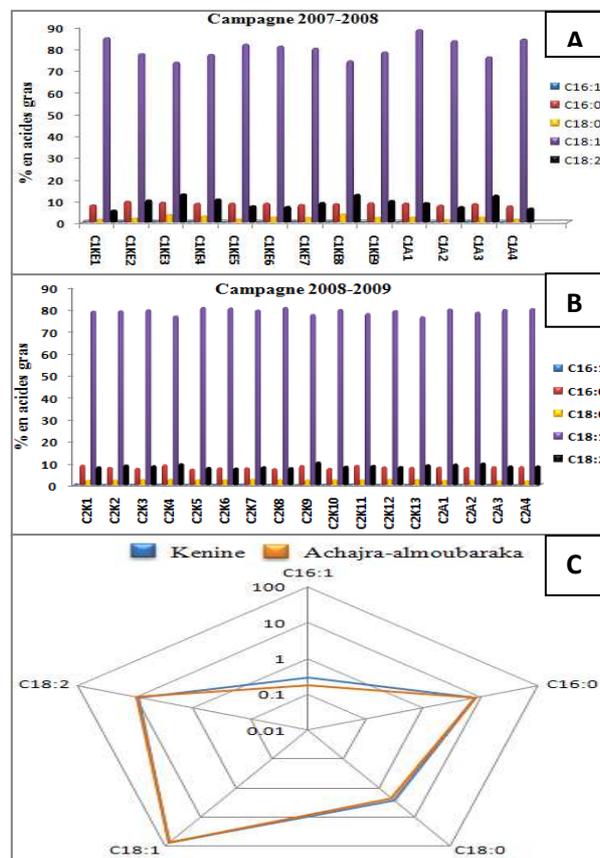


Figure.6: Histogrammes et morphogramme qui représentent respectivement la composition (A, B) et la comparaison des teneurs (C) en acides gras d'huiles d'olives provenant de deux coopératives oléicoles Kenine (échantillons K1 à K13 et morphogramme en bleu): et Achajra-almoubaraka (échantillons A1 à A4 et morphogramme en brun).

Composition de l'huile d'olive en espèces moléculaires de triglycérides.

La composition en espèces moléculaires de triglycérides (TAG) a été réalisée pour la première fois pour caractériser les huiles d'olives produites dans des coopératives du Maroc oriental. Les différentes espèces moléculaires de TAG ont été séparées selon leur nombre de carbone équivalent (ECN) et sont présentées sur la figure 7.

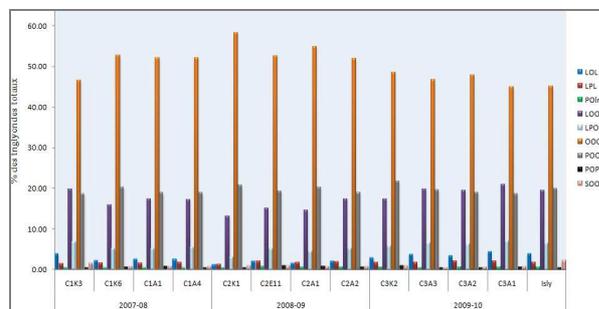
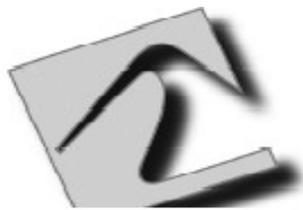


Figure 7 : Histogramme (A) représentant la composition en espèces moléculaires de triglycérides d'échantillons d'huiles d'olive de coopératives kenine Achajara-almoubaraka et Irsane des trois campagnes oléicoles, 2007-2008, 2008-2009 & 2009-2010.

Dans les huiles analysées, on distingue essentiellement neuf espèces moléculaires de TAG (OOO; POO, LOO, LPO, SOO, POP LOL, LPL, et POLn;). Par ordre d'importance quantitative on trouve la trioléine 'OOO' dont le taux est très élevé (47,54 à 58,34%), la dioléopalmitine 'POO' (18,72 à 21,81%), la dioléolinoléine 'OOL' (15,10 à 20,96%) et la palmitooléolinoléine 'POL' (3,16 à 6,94%). Ces quatre espèces majoritaires de TAG représentent plus de 91% des TAG totaux ; les autres TAG ont des taux de l'ordre de 0,5 à 2%. Ces résultats sont comparables à ceux trouvés pour les huiles d'olives tunisiennes [21, 44], et françaises [50].

On constate que les huiles d'olive de la Campagne 2009/10 se caractérisent par un taux de trioléine relativement faible (44 à 48%) par rapport aux campagnes précédentes, pour lesquelles ce taux dépassait généralement (pour tous les huiles analysés) le taux de 52% (Figure.7). Cette différence est certainement liée au stade de maturité des olives lors de la récolte. En effet plusieurs auteurs [32, 38,39, 40, 41] ont constaté cette diminution de la teneur en trioléine (OOO) en fonction du degré de maturation des olives.

Conclusion.

La comparaison inter- campagnes oléicoles montre que, les huiles d'olives produites lors de la campagne 2009/10 se caractérisent par une amertume (considérée comme un descripteur positif par le COI) prononcée et sont plus riches en composés phénoliques (figure.4, D) que ceux des campagnes précédentes. En intra- campagne 2009/10 on observe également, une différence de richesse des huiles en phénols totaux selon l'altitude de la zone géographique de leurs productions. Ce paramètre apparaît comme un signe distinctif entre terroirs de productions oléicoles dans le Maroc oriental. Il serait en accord avec d'autres études [22, 49] ayant utilisé le profil phénolique comme marqueur de zones géographiques pour classer les huiles d'olives selon leurs origines

Les profils d'acides gras majoritaires des huiles d'olives analysées se montrent pratiquement identiques, toutefois la superposition des morphogrammes des acides gras (figure 6 C) montre une légère différence des taux d'acide palmitoléique entre les huiles d'olivieraie de plaine (Coopérative Achajara Al Moubaraka) et ceux d'olivieraie située en pied de montagne (Coopérative Kenine). Bien qu'il s'agisse d'un acide gras mineur, celui-ci peut constituer un second marqueur ou un signe d'indication géographique.

L'analyse de profils triglycériques (TAG) des huiles d'olives de coopératives étudiées se caractérisent par l'abondance de la trioléine (OOO) et la présence de grandes quantités de POO, LOO et LPO ce qui explique la grande richesse de ces huiles en acide oléique (environ 80% des acides gras totaux) par contre elles sont pauvres en acides linoléique, linoléinique, et stéarique

Nos résultats montrent une nette amélioration des paramètres qualitatifs des huiles d'olives produites dans les coopératives (Kenine ,



Achajara Almoubaraka et Irsane Isly) qui font objet de cette étude. Pour les trois campagnes oléicoles et particulièrement celles de 2008/09 et 2009/10 et selon les normes du COI les huiles produites au niveau des coopératives en question sont nettement dominée par la catégorie Vierge Extra. Ceci est certainement lié à l'efficacité de l'encadrement technique des oléiculteurs et aux bonnes pratiques oléicoles (récolte, oléifaction stockage et conditionnement) mais également au regain d'intérêt pour la

filière oléicole considérée comme un vrai levier de développement régional. A ce propos Un aspect analytique particulier est accordé à l'huile d'olive Isly, produite au niveau du GIE Terroir de l'oriental dans l'objectif de son inscription comme IGP. L'huile Isly pour sa première participation au concours nationale organisé par le ministère de l'agriculture (Session ordinaire du COI, Essaouira Juin 2010) a été récompensée par le premier prix dans la catégorie « Huile d'olive Vierge Extra, fruité léger ».

REFERENCES

- 1-Tanouti K., Elamrani A., Serghini-C. H., khalid A., Bahetta Y., Benali A., Harkous M. et Khir M., 2010. Caractérisation d'huiles d'olive produites dans des coopératives pilotes (lakrarma et kenine) au niveau du Maroc oriental Les Technologies de Laboratoire, Vol 5, N : 18, pp 18-26.
- 2-Tanouti K., Elamrani A., Serghini-Caid H., Bahetta Y., Benali A. Karkous M et Khir M. Approche intégrée pour la production durable d'huile d'olive de qualité dans la région du Maroc oriental, IIème congrès des sciences analytiques Casablanca 26-30 Octobre 2008. (http://www.oriental.ma/main.php?mod=1&btn_back=1&lang=fr&Id=22&Ref=107&RefCat=33&RefMod=0)
- 3-Elamrani A, Tanouti. K., Serghini-Caid H, Bahetta Y, Benali A. Harkous M: Etude comparative de la stabilité oxydative des huiles d'olive produites dans la région orientale Troisième congrès des sciences analytiques, Casablanca, Novembre 2010
- 4-Vinha AF, Ferreres F, Silva BM, Valentão P, Gonçalves A, Pereira JA, Oliveira MB, Seabra RM, Andrade PB., 2005. Phenolic profiles of Portuguese olive fruits (*Olea europaea* L.): Influences of cultivar and geographical origin. *Food Chem.* 89, 561–568.
- 5-Torres MM, & Maestri DM. 2006. The effects of genotype and extraction methods on chemical composition of virgin olive oils from Traslasierra Valley (Córdoba, Argentina). *Food Chem.* 96 (4), 507-511.
- 6-Luís Vaz-Freire, José Manuel J. Gouveia and Ana Maria Costa Freitas, 2008. Analytical characteristics of olive oils produced by two different extraction techniques, in the Portuguese olive variety 'Galega Vulgar RASAS Y ACEITES, 59 (3):p: 260-266.
- 7-COI : Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux l'huiles de grignons d'olives conseil oléicole international, COL/T.15/NC n°3/ Rév.5 / Novembre 2010.
- 8- Amelio M 2003, Chemical-physical characteristics of olive oils. ONAOC: Organizzazione nazionale Assoggiatori Olio di Oliva.pp:1-26.
- 9-Gutiérrez A-F., Carretero A-S.2009,El Aceite de Oliva Virgen 13 perspectivas concatenadas: Tesoro de Andalucía I.S.B.N. 978-84-92526-30-7.
- 10-Rahmani M, Saad L. (1989). Photooxydation des huiles d'olive : influence de la composition chimique. *Rev Fr Corps Gras* ; 36 : 355-60.
- 11-Rahmani M, Saari C-A. 2000. Étude de la stabilité des huiles d'olive vierge marocaines. *Olivae*; 82: 37-40.
- 12-Jeantet R., Croguennec T., Schuck P., Brulé G. 2006, Science des aliments. Ed. TEC&DOC, Vol.1, ISBN. 2-7430-0833-4.p:197-223.
- 13-Official Methods and Recommended Practices of the American Oil Chemists Society 1997.Free Fatty Acids: Official Method, Ca 5a-40.
- 14-Official Methods and Recommended Practices of the American Oil Chemists Society 1997. Peroxide Value, Acetic Acid-Chloroform Method: Official Method, Cd 8-53.
- 15- Commission Regulation (EEC) No. 2568/91, 2003 on the characteristics of olive oil and olive-residue oil and on the relevant methods of analysis,Off. J. Eur. Commun. 34 (1991) 50–51.
- 16-Wolff J-P. 1968. Manuel d'analyse des corps gras. Edit. Azoulay, Paris.
- 17-Minguez-Mosquera M-I., Rejano L., Gandul B., Sanchez, A.H., Garrido J., 1991.Color-pigment correlation in virginolive oil. *J. Am. Oil Chem. Soc.* 68, p: 332–336.
- 18-Ollivier D., Boubault E., Pinatel C., Souillol S., Guère M., Artaud J. 2004. Analyse de la fraction phénolique des huiles d'olive vierges. *J. Annales des falsifications, de l'expertise chimique et toxicologique*, N.965, p: 169 - 196.
- 19-Gutiérrez-Rosales, F., Perdiguero, S., Gutiérrez, R., & Olías, J. M. 1992. Evaluation of bitter taste in virgin olive oil. *Journal of American Oil Chemistry Society*, 69, 394–395.
- 12-COI/T.20/Doc. N° 24. 2001 Préparation des esters méthyliques d'acides gras de l'huile d'olive et de l'huile de grignons d'olive.
- 21-Abaza L., Msallem M., Daoud D., Zarrouk M. 2002. Caractérisation des huiles de sept variétés d'olivier tunisiennes. *John Libbey Eurotext, OCL, Vol. 9, N°2, pp : 174-9.*
- 22-Vossen P-M. 2007. International olive oil council trade standard for olive oil. *Organic Olive Production Manual; Edition: Illustrated Published by ANR Publications.,ISBN 1601074409, 9781601074409.p (105):23-24.*
- 23-Association Française Interprofessionnelle de l'Olive Comité Economique afidol Agricole de l'Olivier 2003. Les Bonnes Pratiques d'Hygiène pour la fabrication d'huile d'Olive Vierge. Version indice 7.



- 24-El Antari, A., Hilal, A., Boulouha, B. and El Moudni, A. 2000. Influence of the variety, environment and cultural techniques on the characteristics of olive fruits and the chemical composition of extra virgin olive oil in Morocco. *J. Olivae*. p (80): 29-36.
- 25-Derya Ocakoglu: Classification of Turkish virgin olive oils based on their phenolic profiles Thesis (139 pages), Master of Science In Food Engineering Graduate School of Engineering and Science, Izmir Institute of Technology Turkish July, 2008.
- 26-Ben Temime, S. Taamalli, W., baccouri. B., Abaza, L., Daoud, D., Zarrouk, M. 200). Changes in olive oil quality of chétoui variety according to origin of plantation. *Journal of Food Lipids* 13 88-99.
- 27-Ollé Michel, 2002. Analyse des corps gras DGCCRF, Laboratoire interrégional de Montpellier France, Techniques de l'ingénieur, pp 3325.
- 28-José M. García,* Silvia Seller, and M. Carmen Pérez-Camino 1996 Influence of Fruit Ripening on Olive Oil Quality, *J. Agric. Food Chem.*, 1996, 44 (11), pp 3516-3520.
- 29- 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.
- 30-Bruni, U., Cortesi, N. y 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. *Olivae*, 53, 28-33.
- 31-Boscou D., 1996. Olive oil: chemistry and technology. *J.A.O.C.S.* 69 - 552-556.
- 32-Salvador MD, Aranda F, Gómez-Alonso S, Fregapane G. 2001. Cornicabra virgin olive oil: a study of five crop seasons. Composition, quality and oxidative stability. *Food Chem.* 74, 267-274.
- 33-Pardo J.E., Cuesta M.A., Alvarruiz A. 2007. Evaluation of potential and real quality of virgin olive oil from the designation of origin "Aceite Campo de Montiel" (Ciudad Real, Spain). *Food Chemistry*, Vol.100, Issue 3, p: 977-984.
- 34-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.
- 35-Gutiérrez F.; Perdiguero S, 1992. Estudio de la efectividad de las columnas de extracción de Octadecilo C18 en la evaluación del amargor (K-225) del aceite de oliva virgen. Error y esquema analítico del método de valoración. *Grasas y Aceites* 43 (2): pp : 93- 96.).
- 36-USAID/MAROC. 2006. Variétés d'olives de par le monde (de table et huile) comparaisons scientifiques, ministère de l'agriculture du développement rural, Royaume du Maroc 56 pages
- 37-Kayel H., M'tiba H., Khelif M. et Cossentini M. 1994. Light catalytic effect on olive oil oxidation. Summary in the proceeding of "Technical Meeting of Working Groups 1 and 4, Plant Material and Oil Technology and Quality. Cordoba (Spain), 14-16.
- 38-Sanchez, J, Harwood, J. L. 2002. Biosynthesis of triacylglycerols and volatils in olives. *European Journal of Lipid Science & Technology*, 104, 564-573.
- 39-Ranalli A, de Mattia G, Ferrante ML, Giansante L. 1997. Incidence of olive cultivation area on the analytical characteristics of the oil. *Note 1. Riv. Ital. Sostanze .Grasse* 74, 501-508.
- 40-Aparicio R, Luna G. 2002. Characterization of monovarietal virgin olive oils. *Eur. J. of Lipid Sc. and Technology*, 104, 614-627.
- 41-Aranda F, Gómez-Alonso S, Rivera del Alamo RM, Salvador MD, Fregapane G. 2004. Triglyceride, total and 2-position fatty acid composition of Cornicabra virgin olive oil: Comparison with other Spanish cultivars. *Food Chem.* 86, 485-492.
- 42-Fakourelis, N., Lee, E. C., & Minn, D. B. 1987. Effects of chlorophyll and α -carotene on the oxidation stability of olive oil. *Journal of Food Science*, 52, 234-235.
- 43-Ryan, D., Robards, K. and Lavee, S. 1998 Assessment of quality in olive oil. *Olivae* 72: 23-41.
- 44-Ben Tekaya I. et Hassouna, M. 2005. Étude de la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge extra tunisienne au cours de son stockage) *OCL* Vol. 12 N° 5-6.
- 45-Giuffrida D., Salvo, F., Salvo, A., La Pera, L., & Dugo, G. 2007. Pigments composition in monovarietal virgin olive oils from various Sicilian olive varieties. *Food Chemistry*, 101, 833-837.
- 46-Psomiadou, E., Tsimidou, M., 2001. Pigments in Greek virgin olive oils: occurrence and levels. *J. Sci. Food Agric.* 81, 516.
- 47-Tsimidou M, Papadopoulos G, Boskou D. Phenolic compounds and stability of virgin olive oil. Part I. *Food Chem* 1992 ; 45 : 141-4.
- 48-M. Paz Aguilera, Gabriel Beltrán, Domingo Ortega, Antonia Fernández, Antonio Jiménez and Marino Uceda. Characterization of virgin olive oil of Italian olive cultivars: 'Frantoio' and 'Leccino', grown in Andalusia ; *Food Chemistry*, Vol 89, 3, February 2005, pp 387-391.
- 49-Lerma-Garcia M.J., Lantano C., Chiavaro E. , Herrero-Martinez J. M.; Simo-Alfonso E. F. 2009. Classification of extra virgin olive oils according to their geographical origin using phenolic compound profiles obtained by capillary electrochromatography., *Food Research International* Vol. 42, N°10, pp: 1446-1452.
- 50-Ollivier D.; Pinatel C.; Dupuy N.; Guerere M.; Artaud J; 2007 Caractérisation sensorielles et chimique d'huiles d'olives vierges de Six AOC françaises ; *OCL* vol. 14, N°2, pp. 116-12