

CONTRIBUTION DU LABORATOIRE OFFICIEL D'ANALYSES ET DE RECHERCHES CHIMIQUES DE CASABLANCA A LA PROMOTION DE LA QUALITE DE L'HUILE D'OLIVE AU MAROC

SOULHI ABDELAZIZ, *

I - INTRODUCTION

L'huile d'olive est un produit naturel dont l'histoire remonte à l'antiquité elle fut utilisée en tant que médicament et aliment de base par toute la population du bassin méditerranéen. Les archéologues pensent que la culture de l'olivier a été introduite au Maroc par les Phéniciens, mais son développement date de l'époque de la domination romaine.

La valeur biologique de l'huile d'olive a été démontrée ces dernières années par de nombreux travaux de recherches scientifiques, dans les domaines de la pédiatrie, des pathologies digestives, des maladies dysmétaboliques et pour la prévention des maladies cardio-vasculaires.

* Chef de la section des Matières Grasses.

Sur le plan international, un accord sur l'huile d'olive a été négocié au sein des Conférences des Nations Unies pour le Commerce et le Développement et a confié son administration au Conseil Oléicole International, organisation intergouvernementale, chargée du développement de la culture de l'olivier, de la régulation et réglementation du commerce international, de la défense et de l'amélioration de la qualité de l'huile d'olive ainsi que l'encouragement de sa consommation.

II - COMPOSITION CHIMIQUE DE L'HUILE D'OLIVE

Définitions :

L'huile d'olive est classée en trois catégories :

*** Huile d'olive vierge :**

Huile obtenue à partir des olives saines et mûres uniquement par des moyens mécaniques ou autres procédés physiques dans des conditions thermiques n'entraînant pas l'altération de l'huile.

L'huile d'olive vierge est classée suivant son degré d'acidité en :

- Huile d'olive vierge extra
- Huile d'olive vierge fine
- Huile d'olive vierge semi-fine
- Huile d'olive vierge lampante.

**** Huile d'olive raffinée :**

Huile obtenue par raffinage d'huile d'olive vierge suivant le processus habituel du raffinage qui comporte la neutralisation, la décoloration et la désodorisation.

***** Huile d'olive pure :**

Huile constituée par un coupage d'huile d'olive vierge et d'huile d'olive raffinée.

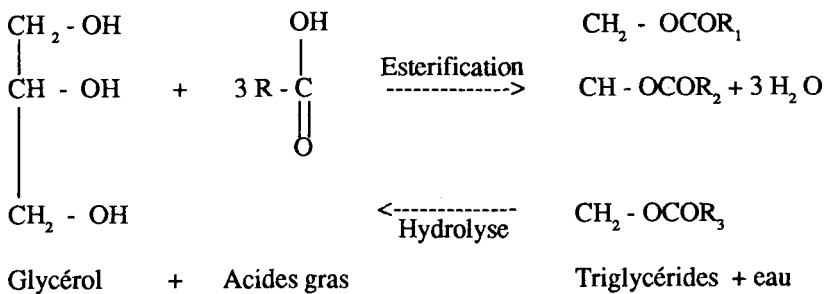
L'huile de grignons d'olive est obtenue par extraction aux solvants des tourteaux obtenus de la pression des pâtes d'olives.

L'huile d'olive, comme tous autres corps gras, est constituée par deux grandes fractions : fraction saponifiable et fraction insaponifiable.

III - FRACTION SAPONIFIABLE

On entend par fraction saponifiable l'ensemble des constituants qui réagit à la soude ou à la potasse pour donner un savon.

Cette fraction représente environ 99 % de la composition de l'huile et se compose essentiellement des triglycérides qui sont des esters d'acides gras et de glycérol.



Les principaux acides gras présents dans l'huile d'olive sont :

- Acide palmitique (C 16 : 0) : Acide à 16 atomes de carbone et sans double liaison (Acide gras saturé).

- Acide palmitoléique (C 16 : 1) : Acide à 16 atomes de carbone avec une seule double liaison (Acide gras monoinsaturé).

- Acide stéarique (C 18 : 0)

- Acide oléique (C 18 : 1)

- Acide linoléique (C 18 : 2) (Acide gras polyinsaturé)

- Acide linoléinique (C 18 : 3) (Acide gras polyinsaturé)

La composition en acides gras de l'huile d'olive, varie avec les zones oléiques et la variété des oliviers cultivés. L'acide oléique est prédominant avec un pourcentage de 56% à 83%, selon les normes internationales.

L'huile d'olive marocaine est caractérisée par une forte teneur en acide linoléique (environ de 9,0 % à 24,0 % d'après les analyses effectuées au Laboratoire Officiel d'Analyses et de Recherches Chimiques); par contre, l'huile d'olive italienne par exemple présente une faible teneur en acide linoléique (de 4,0 à 11,9 % d'après le casier oléicole).

En plus des triglycérides, on trouve d'autres composants mineurs de la fraction saponifiable comme les phospholipides et la chlorophylle. Ce pigment composé par les chlorophylles a et b et la phéophytine a et b s'oxyde rapidement sous l'action de la lumière alors que dans l'obscurité, il a une action antioxydante.

Pour cette raison l'huile d'olive s'oxyde très vite, en présence de la lumière.

IV - FRACTION INSAPONIFIABLE

Les principaux composants de la fraction insaponifiable sont :

- Les hydrocarbures
- Les stérols
- Les alcools triterpéniques
- Les alcools gras supérieurs
- Les tocophérols et autres antioxydant naturels
- Composés volatiles et autres composés

Le squalène est le principal composant des hydrocarbures représentant de 30 à 50 % de la fraction insaponifiable, alors que les stérols représentent environ 15 %.

V - CONTROLE DE LA PURETE ET LA QUALITE DE L'HUILE D'OLIVE

L'huile d'olive, par son importance économique et sociale et vu son prix toujours supérieur à celui des autres huiles végétales, est soumise, le plus souvent, à des adultérations.

Les méthodes d'analyse employées pour détecter les différentes fraudes possibles ont énormément évolué ces dernières années en passant par les analyses physico-chimiques les plus simples jusqu'à l'utilisation des appareils analytiques sophistiqués tels, la chromatographie en phase gazeuse et la chromatographie liquide à haute performance.

Les analyses simples sont basées sur des propriétés physiques (densité, indice de réfraction) et sur des caractéristiques chimiques (indice de saponification qui varie avec la longueur de la chaîne grasse et indice d'iode qui mesure le degré d'insaturation des acides gras).

En plus de ces analyses physico-chimiques, on trouve un certain nombre de tests ou réactions chimiques caractéristiques qui permettent de détecter la présence d'huiles de graines dans l'huile d'olive. Parmi ces tests on peut citer :

- Test des huiles semi-siccatives ou réaction des tétrabromures (Réaction de Vizern et Guillot) ; cette réaction permet la mise en évidence des huiles semi-siccatives (huile de maïs, huile de tournesol, huile de Soja etc...) dans l'huile d'olive.

- Réaction de Bellier : pour la recherche d'huile de grignons d'olive dans l'huile d'olive.
- Réaction de l'huile de coton (Réaction d'Halphen)
- Réaction de l'huile de thé
- Réaction de l'huile de Sésame (Réaction de Villavecha et Réaction de Farris).

Ces différents tests et analyses physico-chimiques ne permettent pas de répondre aux besoins en matière de contrôle, car les fraudes sont dans la plupart des cas effectuées d'une façon intelligente.

Ces méthodes sont remplacées par l'analyse des constituants de l'huile : triglycérides, acides gras, stérols, cires, alcools gras supérieurs et les tocophérols. La composition en acides gras et en stérols analyse de routine, alors que les autres méthodes d'analyse des triglycérides, des cires et des alcools aliphatiques sont en cours de normalisation par le Conseil Oléicole International. Des analyses circulaires ont été organisées pour vérifier la fiabilité et la reproductibilité de ces méthodes avec la participation du Laboratoire Officiel d'Analyses et de Recherches Chimiques de Casablanca.

VI - COMPOSITION EN ACIDES GRAS

L'analyse des acides gras est effectuée par chromatographie en phase gazeuse après transformation en esters méthyliques. Cette composition est variable selon la nature d'une huile. (voir tableau ci - dessous)

Acides gras Nature de l'huile	C16:0	C16:1	C18:0	C18:1	C18:2	C18:3	C20:0	C20:1	C22:0	C24:0
	Huile d'olive	7,5 - 20,0	0,3 - 3,5	0,5 - 3,5	56,0 - 83,0	3,5 - 20,0	0,0 - 1,5	0,1 - 0,6	0,0 - 0,4	
Huile de tournosol	6,27	-	4,86	19,69	67,44	0,03	0,31	0,13		
Huile de colza	5,56	0,12	1,38	68,25	22,17	8,9	0,22	1,88		
Huile d'arachide	9,1 - 12,5	0,2 - 0,3	2,9 - 4,9	39,7 - 46,0	29,3 - 37,4	-	1,4 - 2,5	0,9 - 1,5	3,2 - 4,8	1,2 - 2,5
Huile de soja	11,03	-	3,91	23,04	56,84	7,9	traces	traces		
Huile de coton	17,1 - 24,8	-	0,9 - 2,7	18 - 44	34 - 55	0,1 - 2,1	-	0,1		
Huile d'amandes	6,78	0,33	1,58	67,8	22,9	0,08	0,07	0,07		
Huile de sésame	9,2	0,2	5,4	39,6	44,1	0,4	0,7	0,3		

Chiffres donnés par l'Institut des Corps Gras de Paris et J. P. WOLFF (Manuel d'analyses des corps gras).

VII - COMPOSITION DE LA FRACTION STEROLIQUE

Après saponification et extraction de l'insaponifiable, les stérols sont isolés par chromatographie sur couche mince, puis analysés par chromatographie en phase gazeuse.

La composition en stérols varie suivant la nature d'une huile (voir tableau ci-dessous).

STEROLS Nature de l'huile	CHOLE- STEROL	BRASSI- CA STEROL	CAUPE STEROL	STIGMA STEROL	β - SITO - STEROL	Δ 5 AVE - STEROL	Δ 7 STIGMA STEROL
Huile d'olive	0,85	-	4,06	0,68	83,59	10,3	0,5
Huile de soja	0,38	-	21,0	18,2	52,07	2,66	2,06
Huile de colza	0,3	12,8	27,4	0,5	56,8	1,3	0,3
Huile de tournesol	0,15	0,15	9,6	9,2	57,7	4,8	9,1
Huile d'arachide	0,26	-	13,37	9,89	62,28	11,4	0,57
Huile de coton	-	1,0	8,0	-	91	-	-
Huile de sésame	-	-	18,5	9,45	70,45	-	-
Huile d'amandes	0,58	-	2,87	0,42	77,58	12,5	-

Mêmes sources que le tableau précédent.

VIII - ANALYSE DES TRIGLYCERIDES

Les triglycérides sont séparés par chromatographe liquide à haute performane muni d'un détecteur réfractomètre ou d'un détecteur à diffusion de la lumière, (détecteur Laser). La composition en triglycérides varie aussi avec la nature de l'huile.

L'huile d'olive est caractérisée par sa faible teneur en trilinoléine.

Les analyses des acides gras, des stérols et des triglycérides permettent la détection de faibles quantités d'huiles de graines dans l'huile d'olive.

Pour la détection d'huile de grignons d'olive, de nouvelles méthodes sont en cours d'étude dans le cadre du Conseil Oléicole International avec la participation du Laboratoire Officiel d'Analyses et de Recherches Chimiques de Casablanca.

Trois méthodes ont été proposées :

Détermination de la teneur en cires

Analyse par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire en utilisant le Lauryl arachidate (C_{32}), comme étalon interne.

Détermination de la teneur en alcools aliphatiques

Analyse par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire des dérivés sylilés de la fraction alcool, utilisant l'eicosanol comme étalon interne.

Détermination de la teneur en érythrodiol

La fraction des stérols et dialcools sont isolés par chromatographie sur couche mince, les dérivés sylilés sont analysés par chromatographie en phase gazeuse en utilisant le bétulinol comme étalon interne.

D'autre part la présence des huiles réestérifiées dans les huiles d'olive peut être détectée facilement par l'analyse des acides gras en position 2. En effet, la répartition des acides gras dans les triglycérides n'est pas faite par le hasard, elle suit une loi naturelle selon laquelle les acides gras saturés sont fixés principalement sur les positions 1 et 3 des triglycérides.

La réesterification est une opération industrielle au cours de laquelle les acides gras sont fixés au hasard sur les trois positions des triglycérides.

IX - ANALYSE DES ACIDES GRAS EN POSITION 2

L'analyse est effectuée par hydrolyse enzymatique d'une quantité d'huile dans des conditions de température et de PH bien définies en employant la lipase pancréatique qui attaque en priorité les acides gras en position 1 et 3. Les monoglycérides restants sont isolés par CCM, puis analysés par CPG, après transformation des acides gras en esters méthyliques.

La teneur en acides gras saturés sur la position 2 (généralement inférieure à 2 %) permet la détection d'huiles réestérifiées dans les huiles d'olive.

En ce qui concerne le contrôle de la qualité de l'huile d'olive, les méthodes sont basées sur la détection des substances secondaires formées par des réactions d'hydrolyse, de fermentation et d'oxydation, suite à des mauvaises conditions de stockage des olives et de l'huile d'olive.

Détermination de l'acidité

Cet indice mesure la teneur en acides gras libres dans l'huile.

Détermination de l'indice de peroxydes

L'oxydation d'une huile aboutit à la formation de peroxydes. Lorsque l'état d'oxydation est très avancé, les peroxydes se transforment en aldéhydes et cétones. C'est pour cette raison qu'un indice de peroxydes faible, n'est pas toujours un critère d'une bonne qualité; dans ce cas, on a recours à d'autres méthodes d'analyse.

Extinction spécifique en U. V.

Au cours du processus de raffinage, il se forme des doubles liaisons conjuguées qui absorbent en U. V. et présentent un spectre caractéristique. En plus de la détection de l'huile d'olive raffinée, cette analyse permet la détermination de l'état d'oxydation d'une huile d'olive vierge car les produits d'oxydation absorbent en U. V. à la longueur d'onde de 270 nm.

Analyse organoleptique

Dans le contrôle des produits alimentaires on parle souvent de "odeur agréable", "exempt d'odeur ou de saveur anormale", "odeur et saveur normales" etc... De telles expressions prouvent que les caractéristiques organoleptiques d'un produit alimentaire sont aussi importantes que les caractéristiques chimiques.

L'analyse sensorielle est donc devenue indispensable pour évaluer la qualité d'un produit alimentaire de point de vue odeur et saveur.

Dans le cas de l'huile d'olive, la méthode normalisée est connue sous le nom de "Panel" dans la nomenclature de l'analyse sensorielle. Cette méthode consiste à utiliser des groupes de personnes sélectionnées et entraînées formant ce qu'on appelle un jury de dégustation. La note attribuée à chaque échantillon varie de 1 à 9 suivant les différents attributs positifs et/ou attributs négatifs (défauts) relevés par les dégustateurs dans les conditions bien définies.

Indice global de qualité

C'est un nouveau paramètre qui regroupe l'analyse sensorielle et les trois autres caractéristiques chimiques par une formule mathématique. Cette formule a été établie en additionnant les indices partiels de qualité avec des coefficients de pondération attribués à chacun des paramètres et en supposant que les indices partiels de qualité sont des fonctions linéaires avec chacun des paramètres de qualité.

Cet indice est en cours de normalisation par le Conseil Oléicole International.

Une analyse circulaire a été organisée pour vérifier sa reproductibilité avec la participation de Laboratoire Officiel d'Analyses et de Recherches Chimiques.

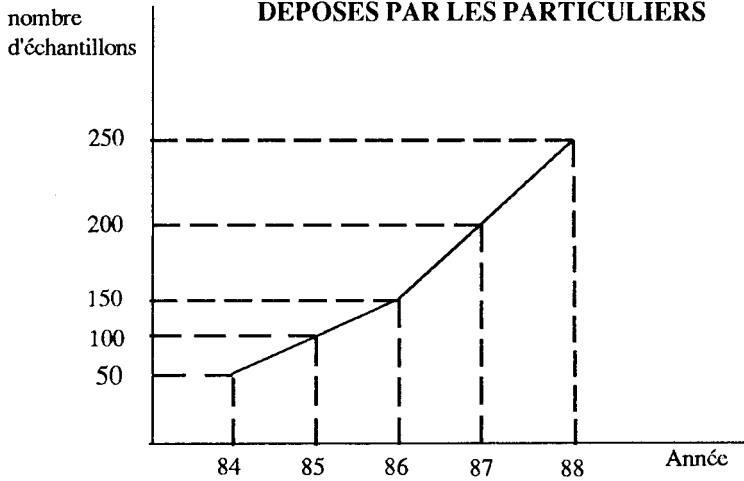
ROLE DU LABORATOIRE OFFICIEL DANS LE CONTROLE DE L'HUILE D'OLIVE.

Le Laboratoire Officiel d'Analyses et de Recherches Chimiques, établissement agréé par le Conseil Oléicole International, joue un rôle primordial dans le contrôle de l'huile d'olive, tant au niveau du marché local qu'au niveau de l'importation et l'exportation. C'est ainsi que le nombre d'échantillons admis au Laboratoire a nettement augmenté ces dernières années et surtout les échantillons des particuliers.

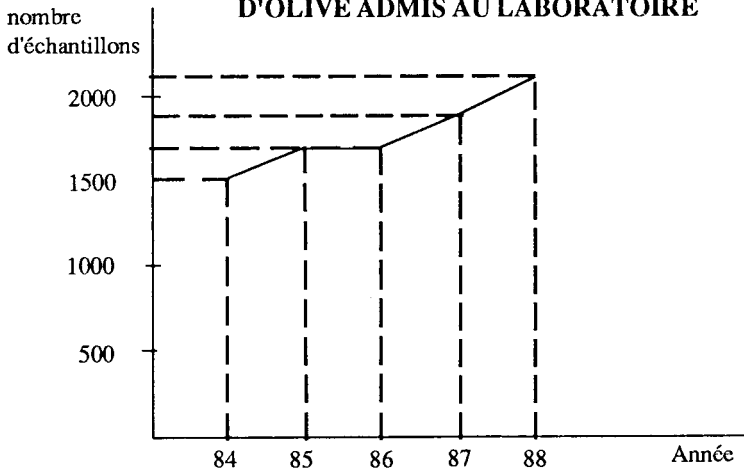
En effet, des efforts considérables ont été déployés ces dernières années pour améliorer la qualité des analyses en introduisant des méthodes nouvelles. Pour cela, le laboratoire s'est équipé d'appareils performants :

- Chromatographie en phase gazeuse avec colonnes capillaires
- Chromatographie en phase liquide à haute performance
- Absorption atomique suivie d'un four de graphe
- Spectrophotomètre UV et visible
- Spectrophotomètre infra-rouge
- Electrophorèse.

EVOLUTION DU NOMBRE D'ECHANTILLONS DEPOSES PAR LES PARTICULIERS



EVOLUTION DU NOMBRE D'ECHANTILLONS D'HUILES D'OLIVE ADMIS AU LABORATOIRE



Cet équipement a permis au Laboratoire de passer à un deuxième stade dans le contrôle des corps gras qui s'effectuait dans les années précédentes avec des méthodes physico-chimiques simples.

L'emploi des méthodes d'analyse des acides gras et des stérols a abouti à la détection des contaminations de l'huile d'olive et de l'huile de grignons d'olive par des huiles végétales au niveau du raffinage. Ces contaminations ont causé d'énormes problèmes aux fabricants et exportateurs des conserves de poissons à l'huile d'olive à destination des Pays de l'Europe dont les normes deviennent de plus en plus sévères.

De plus, ces analyses ont permis au Laboratoire de détecter de l'huile végétale dans le lait frais ce qui prouve que ce lait a été reconstitué et de la graisse de volaille dans des saucisses à base de viande de boeuf importée ainsi que la détection des falsifications des beurres salés, (Smen) par des huiles de poisson hydrogénées.

Pour ce qui est de la détection du saindoux dans la graisse de boeuf et étant donné que ce problème se pose pour les pays musulmans, une méthode a été mise au point par le Laboratoire des Corps Gras pour détecter la présence de la viande de porc dans la viande de boeuf ; elle est basée sur l'analyse des acides gras en position 2 sur les triglycérides saturés de la graisse, et permet aussi la détection de la graisse de cheval dans la graisse de boeuf.

L'analyse des triglycérides par chromatographie en phase gazeuse à haute température a permis la détection de graisse végétale substituée au beurre de cacao dans du chocolat importé. L'utilisation de la chromatographie en phase gazeuse à haute température sur colonne remplie a permis aussi la détection des falsifications de la cire d'abeille par la paraffine ainsi que la différenciation entre une cire microcristalline et une paraffine.

En ce qui concerne la détermination de différentes variétés du blé ainsi que la détection du lait de chèvre dans le lait de vache, le Laboratoire s'est équipé d'un appareil d'électrophorèse pour l'analyse des protéines et des acides aminés. Cette méthode peut être utilisée pour l'analyse variétale des olives après extraction et isolement des protéines.

Sur le plan international, le Laboratoire Officiel a participé activement aux analyses circulaires organisées par le Conseil Oléicole International concernant la méthode d'analyse des triglycérides par HPLC et la détermination du Fe et du Cu par absorption atomique muni d'un four de graphite. Cette méthode de détermination du Fe et du Cu dans l'huile en déposant directement l'huile dans le tube de graphite permet d'analyser un nombre élevé d'échantillons en série.

Le Laboratoire a participé aussi à la mise au point d'un indice global de qualité pour l'huile d'olive vierge qui regroupe les analyses chimiques de qualité et l'analyse organoleptique. Pour cela, il a été procédé à la sélection et l'entraînement des dégustateurs parmi le personnel technique du laboratoire pour former ainsi le premier jury de dégustation de l'huile d'olive vierge au Maroc.

VIII - CONCLUSION

Les caractéristiques chimiques de l'huile d'olive provenant de différentes zones oléicoles du Maroc ne sont pas très connues. Plusieurs appels dans ce sens ont été lancés par le Conseil Oléicole International pour l'établissement d'un casier oléicole national, mais malheureusement jusqu'à présent aucune suite n'a été donnée à ces appels.

Le casier oléicole de chaque pays comporte les renseignements suivants :

- La délimitation des aires oléicoles et la carte géographique correspondante.
- Le recensement de la production oléicole comportant :
 - Les données agronomiques
 - Les données d'ordre comptable
 - L'inventaire des huileries.
- Les caractéristiques physico-chimiques des huiles d'olive produites par aire oléicole délimitée et pour trois échantillons :
 - Echantillon A de l'huile de début de campagne, d'une acidité aussi basse que possible.
 - Echantillon B de l'huile de fin de campagne d'une acidité aussi basse que possible.
 - Echantillon C de l'huile de fin de campagne d'une acidité aussi proche que possible de 3% mais inférieure à ce chiffre.

Le casier oléicole du Maroc pourra faire l'objet d'une grande enquête pour un programme pluriannuel impliquant une étroite coopération entre l'Institut National de la Recherche Agronomique, la Direction de la Protection des Végétaux, des Contrôles Techniques et de la Répression des Fraudes et le Laboratoire Officiel d'Analyses et de Recherches Chimiques de Casablanca.