

Caractérisation sensorielle et chimique d'huiles d'olive vierges de cinq AOC françaises

Denis Ollivier ^a, Christian Pinatel ^b, Jacques Artaud ^c, Jean Pierre Durbec ^d, Frédérique Franceschi ^a,
Muriel Richard ^a, Corinne Petit ^b, Michel Guérère ^a

L'utilisation de signes de qualité passe par le renforcement de la notoriété des produits et aussi par un renforcement de la garantie de l'origine auprès du consommateur.



D'autre part, les producteurs ne peuvent maintenir des prix en adéquation avec leur travail qu'en disposant d'outils de détection des contrefaçons.

Bien que les caractéristiques sensorielles soient faciles à identifier pour des connaisseurs, elles ne permettent pas aujourd'hui une utilisation dans le cadre de contrôle.

L'évaluation du fruité, de l'amer et du piquant, ainsi que les principaux descripteurs analogiques mis en évidence par les dégustateurs sont donnés ici pour cinq Appellations d'Origine Contrôlées d'huiles d'olive vierges françaises (Aix-en-Provence, Haute-Provence, Nice, Nyons et Vallée des Baux de Provence).

En revanche, les caractéristiques chimiques (acides gras et triglycérides), qui sont présentées dans ces travaux, fournissent des outils de discrimination qui se révèlent très performants pour la vérification de l'origine des huiles. Elles

ont été déterminées sur six années de récolte successives. Une analyse linéaire discriminante, appliquée aux échantillons décrits par 37 paramètres (acides gras et triglycérides), permet de différencier parfaitement les AOC Nyons, Nice et Haute-Provence.

Les AOC Aix-en-Provence et Vallée des Baux de Provence qui se séparent des trois autres AOC, ne sont pas totalement discriminées. En effet, ces deux AOC polyvariétales possèdent en commun deux cultivars principaux : Salonenque et Aglandau ce qui explique les similitudes constatées.

Ce travail a été réalisé avec le soutien financier de la Commission européenne (programme de recherche et développement « Qualité de la vie et management des ressources ») dans le cadre du programme européen OLIV-TRACK (QLK1-CT-2002-02386) et de divers programmes financés par l'ONIVOL et le conseil régional Provence Alpes -Cote d'Azur.

^a Laboratoire de Marseille, Direction Générale de la Concurrence et de la Répression des Fraudes, 146 traverse Charles-Susini, 13388 Marseille Cedex 13

^b Association Française Interprofessionnelle de l'Olive, (AFIDOL), Maison des Agriculteurs, 22 avenue Henri-Pontier, 13626 Aix-en-Provence Cedex 1

^c Laboratoire de Chimie Analytique de l'Environnement, UMR CNRS 6171, IFR PMSE 112, BP80 Aix - Marseille III,

^d Centre d'Océanologie de Marseille, Université de la Méditerranée, Campus de Luminy Case 901, 13288 Marseille Cedex 09, France

1. Introduction

Un des problèmes majeurs actuellement dans l'industrie agroalimentaire est de disposer d'outils objectifs de contrôle de l'origine des matières premières ainsi que des produits finis afin d'assurer la traçabilité des produits du producteur jusqu'au consommateur, et la protection du marché des huiles à forte notoriété.

La France est un producteur modeste d'huiles d'olive vierges avec environ 4.000 T annuelles tandis que sa consommation s'est élevée en 2003 à environ 97.000 T. Ce déficit d'une part, et l'intérêt croissant des consommateurs pour le régime méditerranéen ainsi que la forte médiatisation des bienfaits de l'huile d'olive sur la santé d'autre part, ont entraîné un renouveau de l'oléiculture française.

Les oléiculteurs français ont choisi de privilégier la qualité et la recherche d'une typicité qui se traduisent actuellement par sept Appellations d'Origine Contrôlée (AOC) dont deux très récentes (Huile d'olive de Nîmes et Huile d'olive de Corse), les cinq plus anciennes représentant environ 30% de la production nationale. Quatre d'entre elles ont obtenu leur reconnaissance au niveau européen en Appellation d'Origine Protégée (AOP).

L'huile d'olive vierge est un des seuls produits agroalimentaires à être soumis à une évaluation organoleptique en plus des analyses physico-chimiques ⁽¹⁾.



Variété Tanche

Les analyses physico-chimiques et l'évaluation organoleptique, qui est basée sur la perception des défauts, permettent de classer les huiles d'olive en diverses catégories : vierge extra, vierge, lampante.

Les AOC sont régies par des cahiers des charges précis qui réglementent l'ensemble de la filière de la culture à la fabrication. Aucune caractéristique physico-chimique n'est fixée pour ces AOC à l'exception de l'acidité. Une description organoleptique est réalisée par les syndicats professionnels responsables des différentes AOC. Ces données sont très insuffisantes pour

caractériser ces huiles en vue d'une protection vis-à-vis des contrefaçons.

La recherche de l'origine et de l'authenticité des huiles d'olive a fait l'objet de nombreuses approches dans les années passées en utilisant des déterminations physico-chimiques très variées associées à un traitement chimométrique : acides gras, acides gras et triglycérides, analyses des rapports isotopiques $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$, $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$, absorption dans le proche Infra-Rouge, analyses de composés aromatiques...

Récemment, nous avons montré ^(2, 3) que les déterminations des compositions en acides gras, en prenant en compte leurs différents isomères, et en triglycérides, d'huiles d'olive vierges, associées à des méthodes statistiques de traitement de données, permettaient de caractériser les huiles des principaux cultivars français ainsi que de deux AOC.

Ce travail a pour but de déterminer les principales caractéristiques organoleptiques et les compositions en acides gras et en triglycérides des huiles d'olive vierges de cinq AOC françaises afin de créer des données de référence permettant de déterminer l'origine et d'assurer la traçabilité de ces huiles.

2. Matériels et méthodes

2.1. Matériels

Les échantillons (n = 539) obtenus par l'AFIDOL sont issus de six campagnes successives (1997/1998-2002/2003).

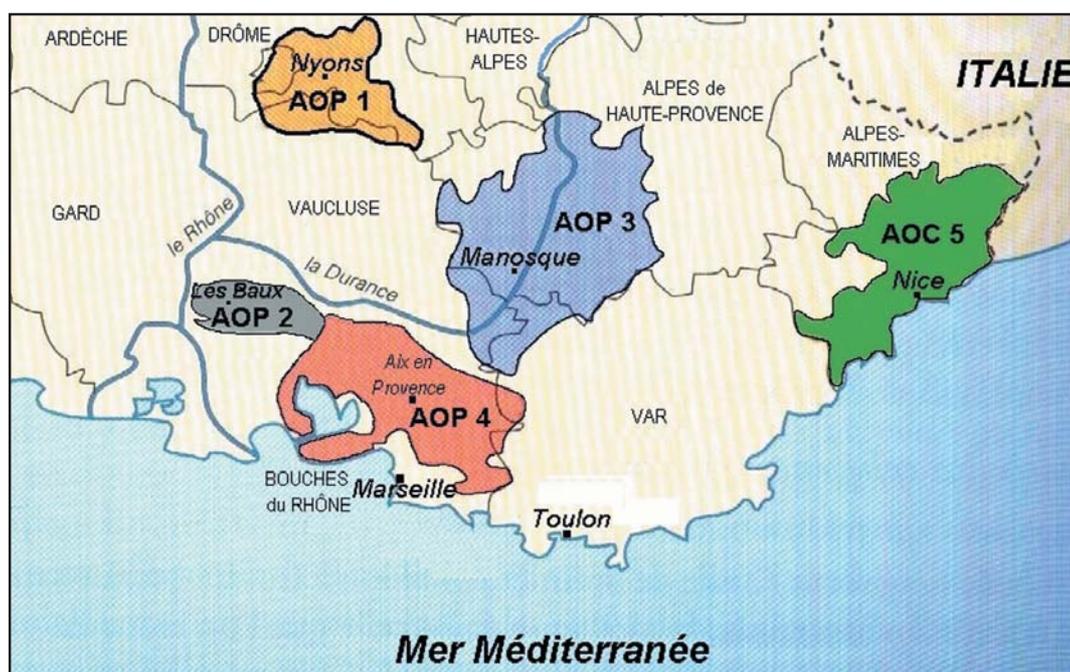


Figure 1 :
Aires géographiques
des différentes
appellations d'origine

(Carte d'après Philippe Moustier in Le livre de L'Olivier M.C. Amouretti G. Comet, Édisud).

AOP 1 : Nyons

AOP 2 : Vallée des Baux de Provence

AOP 3 : Haute-Provence

AOP 4 : Aix-en-Provence

AOC 5 : Nice

Les aires géographiques des cinq AOC (Nyons, Vallée des Baux de Provence, Haute-Provence, Aix-en-Provence, Nice) qui ont fait l'objet de cette étude sont indiquées sur la figure 1. Certains échantillons provenant des AOC Aix-en-Provence, Haute-Provence et Nice sont antérieurs à l'AOC mais possédaient les compositions variétales répondant aux critères qui constituent ces AOC.

Le tableau 1 indique les dates de création des AOC et de leur enregistrement en AOP, les différentes variétés constitutives et le nombre d'échantillons étudiés. Les AOC sont constituées de variétés (cultivars) principales, secondaires et locales ou anciennes. Nyons, Haute-Provence et Nice sont constituées d'une seule variété principale. Aix-en-Provence et Vallée des Baux de Provence peuvent posséder trois ou quatre variétés principales avec l'obligation d'en avoir au moins deux sans que leurs proportions soient précisées (Tableau 1).

2.2. Caractérisation organoleptique

Les intensités du fruité, de l'amer et du piquant ont été évaluées avec la méthode européenne (1). Les huiles proviennent de trois campagnes de production (2000, 2001, 2002) et ont été dégustées 2 et 14 mois après leur date d'élaboration. Pendant cette période de 12 mois, les échantillons sont conservés à 12°C.

2.3. Analyses physico-chimiques, statistiques et nomenclature

Les acides gras ont été analysés par chromatographie en phase gazeuse sous forme d'esters méthyliques suivant les méthodes normalisées (4, 5).

Les triglycérides ont été analysés par chromatographie en phase liquide suivant une méthode précédemment décrite (3, 6).

L'analyse statistique a été réalisée avec 37 paramètres représentant les acides

Tableau 1 : Dates d'enregistrements des AOC et compositions variétales

	Huile d'olive de Nyons	Huile d'olive de la Vallée des Baux de Provence	Huile d'olive d'Aix-en-Provence	Huile d'olive de Haute-Provence	Huile d'olive de Nice
Date de création de l'AOC	1994	1997	1999	1999	2001
Enregistrement en AOP	1996	2000	2001	2001	En cours
Nombre d'échantillons	126	98	99	85	131
Variétés principales	Tanche	Aglandau ^a Grossane Salonenque Verdale 13 ^b	Aglandau Cayanne Salonenque	Aglandau	Cailletier
Variétés secondaires	-	Picholine	Bouteillan, Grossane Picholine Verdale 13 ^b	Bouteillan Picholine Tanche	-
Variétés locales ou anciennes	-	Diverses	Rivière, Sabine Saurine Sigoise Triparde	Boube, Filayre Colombale Estoublaïsse Grapié, Rosée.	Arabian Blanquetier Blavet, Nostral Ribeyrou

^a : synonyme de Bérugette ; ^b : Verdale des Bouches-du-Rhône

gras, la somme des acides saturés, mono-insaturés, poly-insaturés et les triglycérides. La différenciation des cinq groupes d'huiles a été réalisée à l'aide d'une analyse linéaire discriminante (7, 8).

La nomenclature utilisée pour les acides gras et les triglycérides est celle indiquée par Ollivier et al. (3).

3. Résultats et discussion

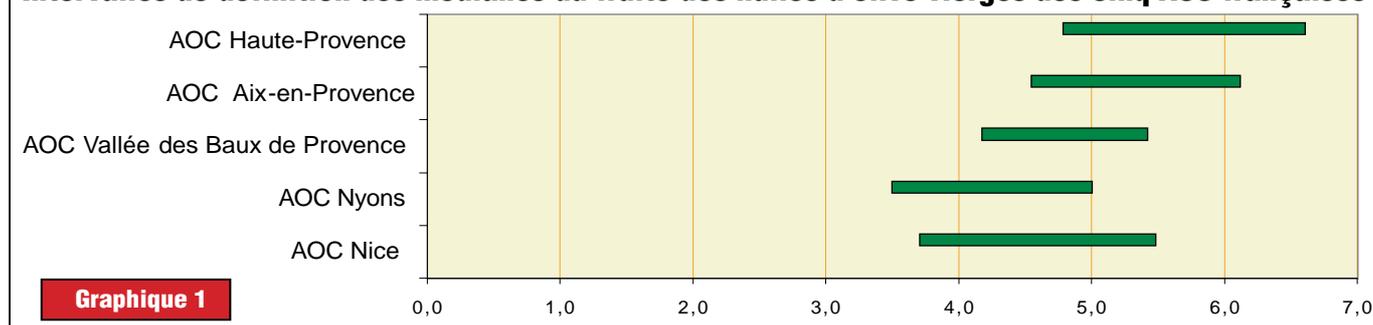
3-1 Analyse organoleptique

Les graphiques 1, 2, 3 fournissent les intervalles de définition des médianes pour les trois descripteurs positifs : fruité, amer et piquant. Les intensités de ces trois attributs varient d'une campagne à l'autre. Les intervalles sont délimités par les moyennes des

limites inférieures et supérieures des intervalles de confiance obtenus à partir de 10 à 17 échantillons par appellation. Aix-en-Provence et Haute-Provence ont un fruité plus élevé que celui des trois autres AOC qui sont d'intensités voisines. Aix-en-Provence a l'amertume la plus forte de toutes les AOC, tandis que Nyons a la plus faible. Les AOC ont un piquant très voisin à l'exception de Nyons qui présente le plus faible. L'amertume et le piquant faibles pour Nyons sont dus à de l'huile préparée avec des olives dont la maturité est avancée. Une baisse de l'intensité est observée sur les trois descripteurs à l'issue de la période de douze mois.

Les intervalles de définition sont donc assez larges, notamment pour le piquant, qui diminue très vite au cours de la conservation.

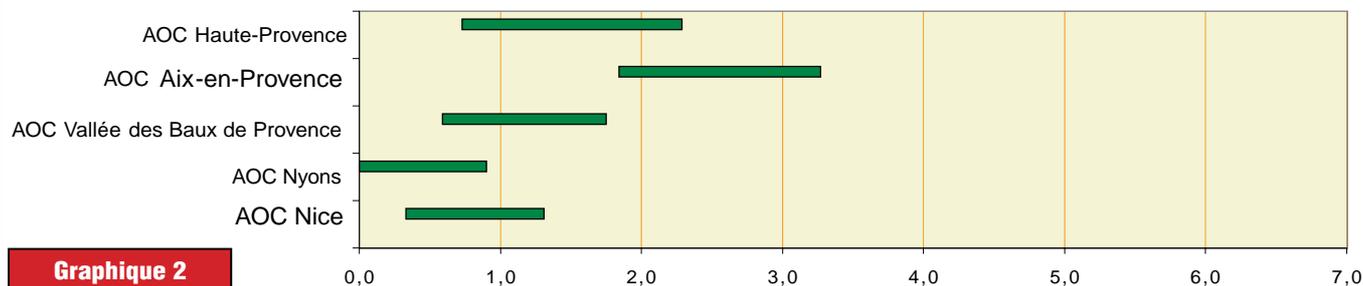
Intervalles de définition des médianes du fruité des huiles d'olive vierges des cinq AOC françaises



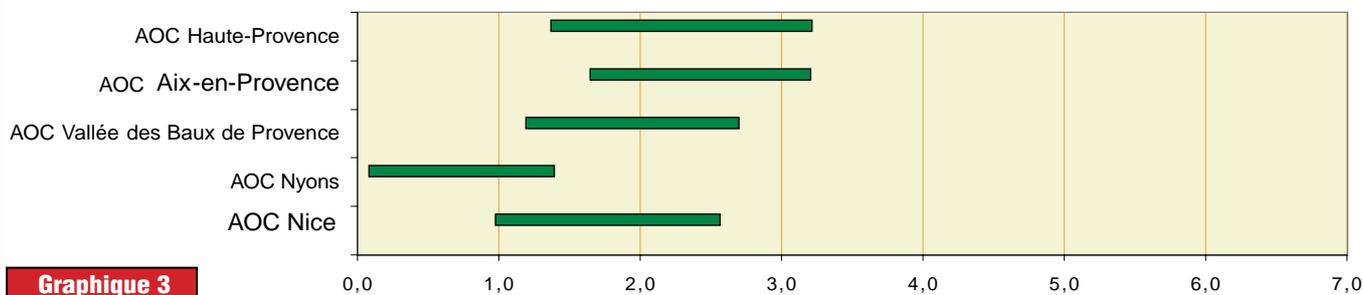
Graphique 1



Intervalles de définition des médianes de l'amer dans les huiles d'olive vierges des cinq AOC françaises



Intervalles de définition des médianes du piquant dans les huiles d'olive vierges des cinq AOC françaises



Ces trois descripteurs ne suffisent pas à rendre compte des différences organoleptiques présentées par ces huiles. C'est essentiellement à partir de la description du fruité que les

dégustateurs identifient chacune des appellations⁽⁹⁾. Les trois premiers descripteurs analogiques les plus souvent cités par les dégustateurs sont donnés dans le tableau 2.

Tableau 2 : Principaux descripteurs analogiques du fruité des cinq AOC

	Premier descripteur	Deuxième descripteur	Descripteurs complémentaires
AOC Aix en Provence	Artichaut	Amande fraîche	Feuille herbe, tomate feuille
AOC Haute-Provence	Artichaut	Banane	Poire, amande fraîche
AOC Nyons	Pomme verte	Noisette fraîche	Pêche, beurre frais
AOC Nice	Amande fraîche	Fleur de genêt	Artichaut
AOC Vallée des Baux de Provence	Artichaut	Poivre vert	Noisette fraîche, amande fraîche

3-2 Analyses chimiques

L'ensemble des échantillons présentent 14 acides gras différents parmi lesquels les acides oléique (C18 :1ω9), palmitique (C16 :0), linoléique (C18 :2ω6) et stéarique (C18 :0) sont les acides gras principaux. Le tableau 3 donne les taux minimum, maximum et moyens pour chaque acides gras.



Filets de récolte pour olives



- ◆ Qualité
- ◆ Disponibilité
- ◆ Rouleau de 6 m par 100 ml
- ◆ Confection sur mesure
- ◆ Nombreux modèles
- ◆ Rapport qualité prix
- ◆ Consultez-nous

58, Chemin des Sources - 69230 Saint-Genis Laval - FRANCE
Tél. 04 78 86 85 00 - Fax : 04 78 51 26 38
Site : <http://www.diatex.com> - mail : info@diatex.com

Tableau 3 : Compositions en acides gras (%) de 539 échantillons d'huiles d'olive vierges* provenant de cinq AOC Françaises

AOC	Aix-en-Provence			Haute-Provence			Nyons			Nice			Vallée des Baux		
Nombre échantillons	99			85			126			131			98		
Acids gras	Plage de variation														
	moy.	mini	maxi												
16:0	13,55	11,18	15,79	11,62	10,1	12,92	8,49	7,47	10,21	10,55	8,76	12,58	13,72	11,28	16,23
16:1 ω9	0,13	0,11	0,17	0,14	0,09	0,16	0,15	0,11	0,19	0,11	0,06	0,19	0,13	0,1	0,15
16:1 ω7	1,03	0,63	1,4	0,86	0,71	1,14	0,4	0,3	0,54	0,58	0,33	0,95	1,11	0,73	1,63
17:0	0,12	0,05	0,2	0,19	0,12	0,26	0,05	0,03	0,06	0,05	0,03	0,09	0,09	0,04	0,2
17:1 ω8	0,22	0,08	0,37	0,38	0,25	0,53	0,08	0,06	0,1	0,1	0,07	0,18	0,16	0,09	0,36
18:0	2,59	2,17	2,99	2,42	2,22	2,69	2,69	2,38	3,04	2,11	1,64	2,92	2,55	2,02	3,01
18:1 ω9	68,33	62,21	73,99	73,86	70,86	75,93	79,39	76,16	80,97	76,2	71,26	80,39	66,36	59,93	73,18
18:1 ω7	2,39	1,8	2,95	2,26	1,94	2,63	1,47	1,16	1,76	2,01	0,72	2,71	2,51	2,1	3,09
18:2 ω6	10,13	6,51	14,48	6,82	5,72	8,67	5,82	5	6,8	6,81	5,47	9,8	11,85	7,56	15,53
18:3 ω3	0,63	0,52	0,82	0,61	0,51	0,78	0,62	0,52	0,76	0,63	0,46	0,96	0,65	0,55	0,77
20:0	0,43	0,36	0,49	0,4	0,34	0,46	0,38	0,34	0,43	0,37	0,29	0,44	0,43	0,38	0,48
20:1 ω9	0,26	0,22	0,33	0,27	0,21	0,3	0,31	0,27	0,36	0,32	0,24	0,4	0,26	0,23	0,35
22:0	0,13	0,1	0,15	0,12	0,07	0,14	0,1	0,03	0,12	0,12	0,03	0,16	0,13	0,1	0,15
24:0	0,06	0,05	0,07	0,05	0,02	0,07	0,04	0,02	0,06	0,05	0,02	0,07	0,06	0,05	0,08
Squalène	0,74	0,55	0,94	0,82	0,33	1	0,86	0,38	1,14	0,45	0,28	0,62	0,72	0,52	0,9
AGS	16,88	14,26	19,4	14,79	13,22	16,32	11,75	10,4	13,44	13,25	11,51	15,53	16,99	14,31	19,5
AGMI	72,36	66,8	77,74	77,76	74,74	79,37	81,8	79,01	83,17	79,32	75,05	83,01	70,51	64,61	77,19
AGPI	10,76	7,15	15,06	7,43	6,29	9,33	6,44	5,58	7,5	7,44	6,09	10,38	12,5	8,26	16,17

* Récoltes : 1997/1998, 1998/1999, 1999/2000, 2000/2001, 2001/2002, 2002/2003, , AGS somme des acides gras saturés, AGMI somme des acides gras mono-insaturés, AGPI somme des acides gras poly-insaturés.

Les acides palmitoléique (16:1ω7), hypo-géique (16:ω9), oléique (18:1ω9) et cis-vaccénique (18:1ω7) sont évalués séparément contrairement au règlement européen (10) ou au Codex alimentarius (11) qui les comptabilisent globalement. Les acides gras présents à l'état de traces (< 0,01%) ne sont pas pris en compte.

Toutes les valeurs des acides gras sont conformes à celles de la réglementation du Conseil Oléicole International (COI) (12) à l'exception de Haute-Provence où 72 échantillons sur 86 présentent un taux d'acide margaroléique (C17:1ω8) supérieur à 0,3%. Ces résultats sont à rapprocher de ceux obtenus pour le cultivar Aglandau (3)

qui constitue la variété principale de Haute-Provence (Tableau 1).

Le règlement européen (10) ne définit pas de valeur maximum pour cet acide gras tandis que le Codex Alimentarius (11) impose une valeur inférieure à 0,3%. Nyons et Nice sont les huiles les plus insaturées avec des rapports (AGMI+AGPI)/AGS pour les valeurs moyennes respectivement de 7,51 et 7,05. Les moins insaturées sont Aix-en-Provence et Vallée des Baux avec des rapports respectivement de 4,92 et 4,89. Haute-Provence possède une insaturation moyenne intermédiaire de 5,76.

Aix-en-Provence et Vallée des Baux sont caractérisées par les huiles les plus saturées et polyinsaturées et les moins monoinsaturées ce qui est l'inverse pour Nyons et Nice.

L'analyse des triglycérides permet d'identifier au moins 19 composés.



Variété Aglandau

Verrerie CALVET

BOUTEILLES SPÉCIALES (DE 4 CL À 5 LITRES)

BOCAUX

CAPSULES

CIRE



POUR TOUT RENSEIGNEMENT, NOUS CONTACTER

VERRERIE CALVET

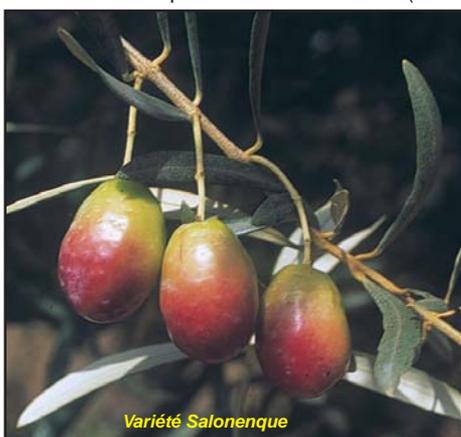
357 avenue Général de Gaulle - 34400 LUNEL

Tél. 04 67 83 59 25 - Fax 04 67 83 59 26

e-mail : calvet.verre@wanadoo.fr

Le tableau 4 donne les taux minimum, maximum et moyens pour chaque triglycéride. Toutes les huiles sont caractérisées par quatre triglycérides principaux: OOO, POO, LOO et PLO et trois triglycérides secondaires: LOL, POP et SOO.

Pour toutes les AOC, la trioléine (OOO) est majoritaire avec toutefois des taux très variables. Ainsi, Nyons (54,6%) et Nice (49,0%) ont les taux les plus élevés en trioléine (OOO) tandis que Aix-en-



Variété Salonenque

Provence (35,8%) et Vallée des Baux (32,6%) sont caractérisées par les taux les plus bas. Haute-Provence (45,4%) possède un taux intermédiaire. Ces résultats sont en accord avec ceux trouvés pour les acides gras.

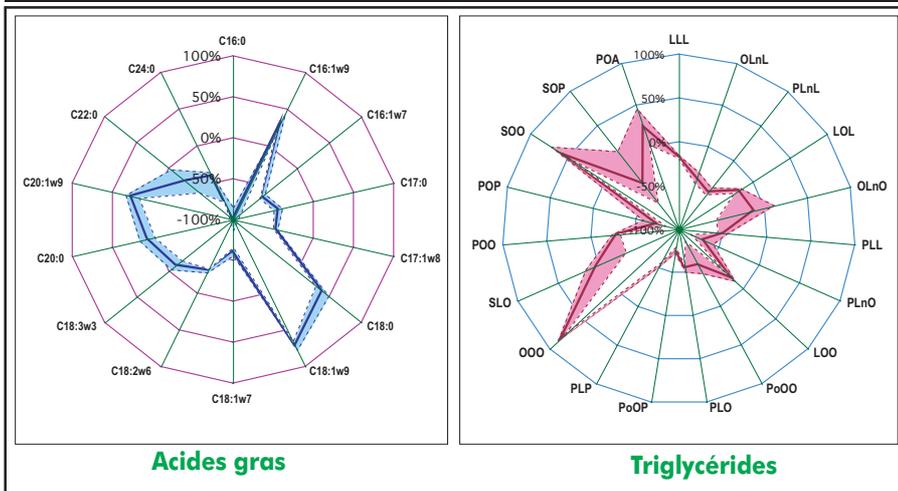


Tableau 4 : Compositions en triglycérides (%) de 539 échantillons d'huiles d'olive vierges^a provenant de cinq AOC Françaises

AOC	Aix-en-Provence			Haute-Provence			Nyons			Nice			Vallée des Baux		
Nombres d'échantillons	99			85			126			131			98		
Triglycérides	Plage de variation														
	moy.	mini	maxi												
LLL	0,21	0,06	0,47	0,08	0,03	0,16	0,06	0,02	0,13	0,06	0,01	0,15	0,31	0,11	0,67
OLL n + PoLL ^b	0,32	0,19	0,53	0,18	0,11	0,35	0,17	0,10	0,24	0,20	0,13	0,36	0,39	0,24	0,64
PLL n	0,09	0,04	0,14	0,04	0,02	0,10	0,02	0,00	0,08	0,05	0,02	0,07	0,11	0,06	0,19
LOL	2,91	1,36	4,98	1,29	0,61	2,03	1,13	0,57	1,70	1,30	0,57	2,38	3,80	1,78	5,65
OOL n	1,65	1,03	2,02	1,41	0,74	1,95	1,47	0,83	2,03	1,40	0,64	2,26	1,80	1,45	2,01
PLL	1,09	0,44	2,20	0,39	0,11	0,67	0,17	0,05	0,37	0,35	0,10	0,82	1,53	0,60	2,75
POL n	0,84	0,67	1,11	0,74	0,51	0,95	0,46	0,25	0,72	0,60	0,32	1,00	0,91	0,63	1,12
LOO + PLn P ^b	14,97	1,52	18,13	12,05	10,22	14,54	12,00	10,29	13,87	12,83	10,39	16,68	16,35	12,16	18,70
PoOO	1,88	1,27	2,31	1,55	0,70	2,27	0,78	0,27	1,27	1,04	0,20	2,01	2,06	1,65	3,21
PLO + SLL ^b	7,74	4,94	10,58	4,90	3,51	6,31	3,14	2,16	4,10	4,61	3,30	6,97	9,04	5,70	11,56
PoOP	0,93	0,47	1,32	1,09	0,77	1,37	0,27	0,17	0,39	0,46	0,24	0,87	1,01	0,63	1,63
PLP	0,80	0,40	1,32	0,34	0,17	0,66	0,17	0,00	0,27	0,29	0,00	0,69	1,07	0,47	1,59
OOO	35,81	27,71	45,01	45,36	39,71	51,94	54,59	50,95	58,58	49,01	40,43	56,02	32,63	25,22	42,68
SOL	1,03	0,58	1,56	0,58	0,07	1,02	0,62	0,11	1,06	0,46	0,04	0,93	1,17	0,61	1,61
POO	21,72	18,70	24,56	21,69	18,95	24,92	17,22	14,69	18,78	20,15	17,56	22,92	19,80	17,03	23,47
POP	3,56	2,41	4,40	3,31	2,53	4,64	2,03	1,53	2,65	2,69	1,99	3,95	3,49	2,89	4,06
SOO	3,18	2,53	3,96	3,70	2,98	4,59	4,49	3,73	5,60	3,32	2,43	5,12	3,17	2,63	3,69
POS	0,86	0,59	1,21	0,83	0,60	1,24	0,68	0,38	1,05	0,66	0,43	1,19	0,89	0,59	1,34
POA	0,43	0,30	0,54	0,49	0,32	0,70	0,52	0,35	0,74	0,51	0,33	0,98	0,44	0,30	0,80

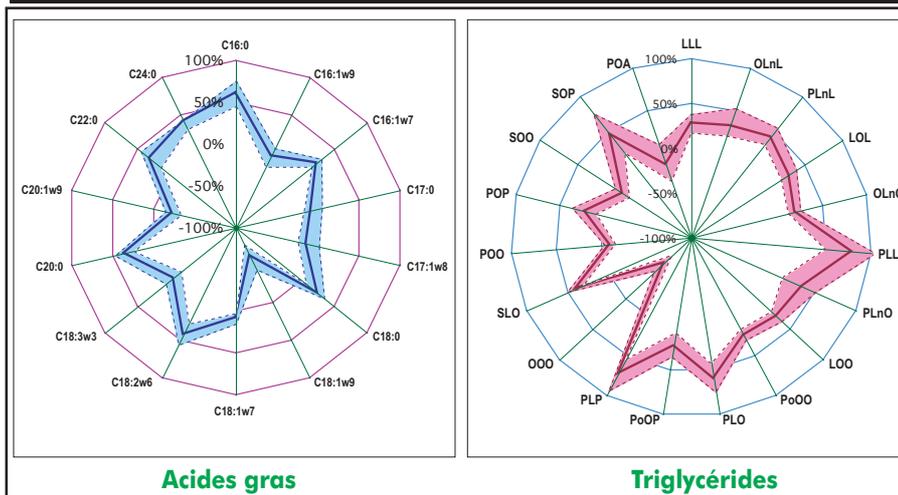
a Récoltes : 1997/1998, 1998/1999, 1999/2000, 2000/2001, 2001/2002, 2002/2003, - b Tricycéride en faible teneur

Graphique 4a : AOC Nyons



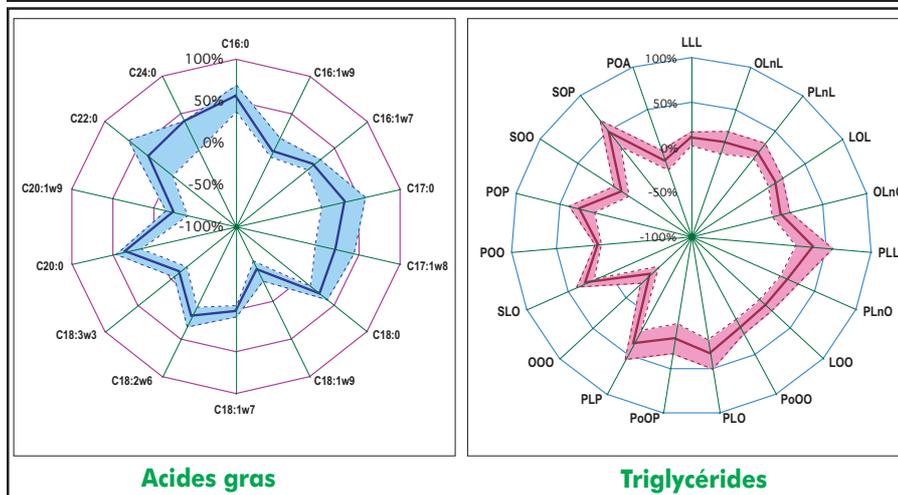
Source : base FATG-BD01 - Nyons - Pinatel C. - Ollivier D. - Artaud J.

Graphique 4b : AOC Vallée des Baux de Provence



Source : base FATG-BD01 - Vallée des Baux de Provence - Pinatel C. - Ollivier D. - Artaud J.

Graphique 4c : AOC Aix-en-Provence



Source : base FATG-BD01 - Aix-en-Provence - Pinatel C. - Ollivier D. - Artaud J.

Les paires de graphiques 4a à 4c donnent pour chaque AOC une représentation graphique de la composition en acides gras et triglycérides. La méthode de représentation fonctionne sur l'écart de chacune des variables par rapport à une moyenne issue d'une base de données. Cette base de données est établie à partir des valeurs observées sur les huiles de 46 variétés cultivées en France, les productions de 5 AOC françaises et les huiles de 6 pays méditerranéens, totalisant 1400 huiles analysées. Chaque axe donne ainsi, pour l'huile représentée, la position de la moyenne centrée (moyenne sur 50 % des valeurs centrales) de la variable indiquée, ainsi que le premier et le troisième quartile, qui limitent l'ensemble des huiles prises en compte pour le calcul de la moyenne centrée. Ces positions sont représentées en pourcentage par rapport à la variation maximale observée sur l'ensemble des huiles de la base de données. Une représentation en cercle serait donc la représentation d'une huile « moyenne » qui serait un mélange des diverses huiles analysées. Ces graphiques, qui constituent de véritables « empreintes digitales » des productions en AOC, font apparaître les particularités de chacune d'elles, mais ne font pas apparaître les valeurs brutes que l'on trouve dans les tableaux 3 et 4.

La paire de graphiques 4a représente la composition de l'huile d'olive AOC Nyons. On peut visualiser immédiatement les particularités de cette huile d'olive. Sur le graphique de gauche, représentant les acides gras, on voit que le taux d'acide oléique (C18 :1w9) y est très important, et que le taux d'acide palmitique est le plus faible de la base de données, puisqu'il est situé à -100%. On constate par ailleurs que cela s'accorde avec le graphique de droite, qui donne la situation au niveau des triglycérides. L'huile de Nyons se distingue par une très forte teneur en trioléine (OOO), et une teneur parmi les plus faibles en POP.

La paire de graphiques 4b représente la composition de l'huile de la vallée des Baux. On constate au niveau des acides gras une faible teneur en acide oléique (C18 :1w9), et des teneurs assez élevées en acide palmitique (C16 :0), acide stéarique, (C18 :0), acide linoléique (C18 :2w6) et acide arachidique (C20 :0). Au niveau des triglycérides, il apparaît la faiblesse en trioléine (OOO), conséquence d'une faible teneur en acide oléique, et les fortes teneurs en PLL et PLP, résultant des fortes teneurs en acides palmitique et linoléique.

La paire de graphiques 4c représente la composition de l'huile AOC Aix-en-Provence. On constate une forte ressemblance avec l'huile de la Vallée des Baux. Les différences proviennent essentiellement des proportions différentes sur deux des variétés principales : Salonenque et Aglandau. Ceci se traduit, au niveau des acides gras, par une teneur un peu moins forte en acide linoléique (C18 :2 ω6), très élevée chez Salonenque (13), et de teneurs un peu plus élevées en acides margarique et margaroléique (C17 :0 et C17 :1 ω8), caractéristiques d'Aglandau. Au niveau des triglycérides, les différences les plus nettes se retrouvent au niveau de PLL, PLP et OOO.

La paire de graphiques 4d représente la composition de l'huile de Haute-Provence. Au niveau des acides gras, la distinction se fait essentiellement par les teneurs des acides margarique et margaroléique (C17 :0 et C17 :1ω8), pour lesquels cette huile présente les valeurs les plus élevées de la base de données. Au niveau des triglycérides, on note une teneur assez forte en PoOP.

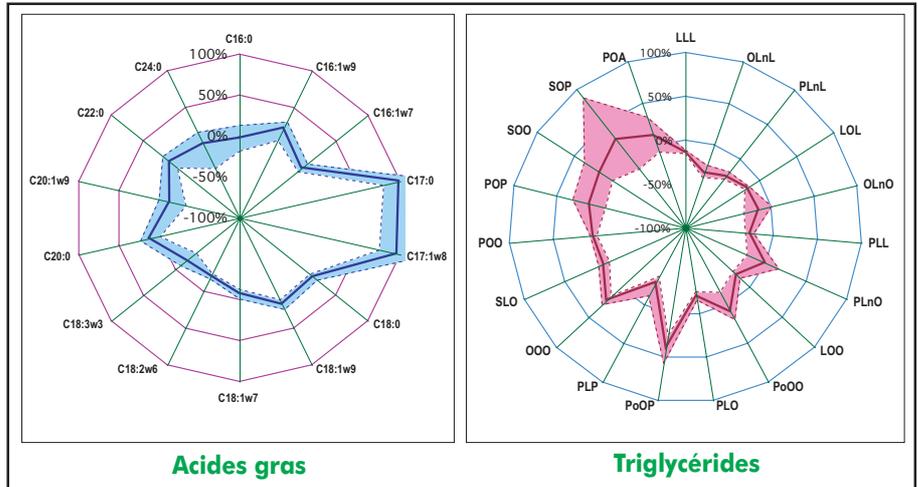
La paire de graphiques 4e présente la composition de l'huile AOC Nice.

Celle-ci est essentiellement caractérisée par une forte teneur en acide oléique (C18 :1 ω9). Cet acide gras étant majoritaire dans les huiles d'olive, une forte teneur entraîne un abaissement de la plupart des autres composants. C'est ce que l'on observe pour la plupart d'entre eux, sauf pour les acides gras à longue chaîne. Dans la composition triglycéridique, le phénomène est quasiment identique, avec la trioléine (OOO) dominante. Seul POA est légèrement supérieur à la moyenne.

Les résultats de l'analyse statistique linéaire discriminante confirment les résultats de l'approche précédente.

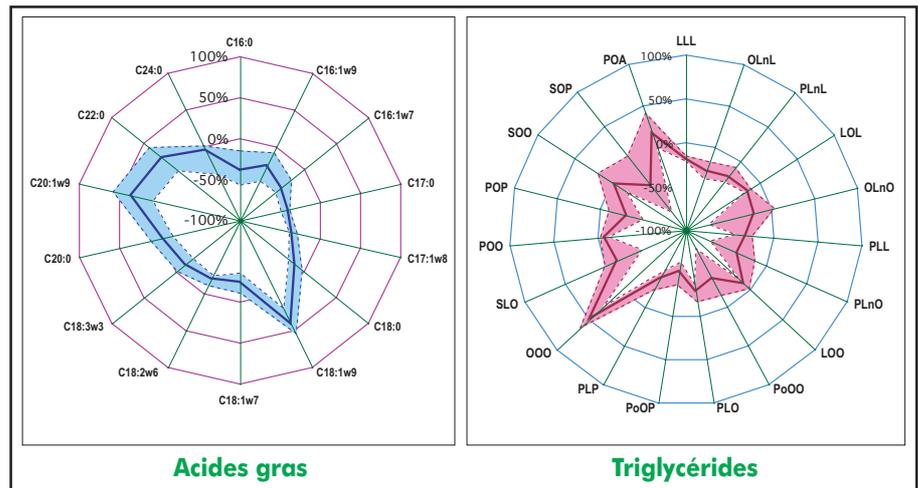
La figure 2 permet de visualiser en trois dimensions la séparation des cinq groupes d'AOC. On constate la très bonne séparation des trois groupes d'AOC Nyons (T), Nice (C), Haute-Provence (A). Les AOC Aix-en-Provence (PA) et Vallée des Baux de Provence (VB) ne sont pas totalement séparés. Le groupe Aix-en-Provence (PA) est dans une position intermédiaire par rapport aux groupes de Haute-Provence (A) et Aix-en-Provence (PA).

Graphique 4d : AOC Haute-Provence



Source : base FATG-BD01 - Nyons - Pinatel C. - Ollivier D. - Artaud J.

Graphique 4e : AOC Nice



Source : base FATG-BD01 - Nyons - Pinatel C. - Ollivier D. - Artaud J.

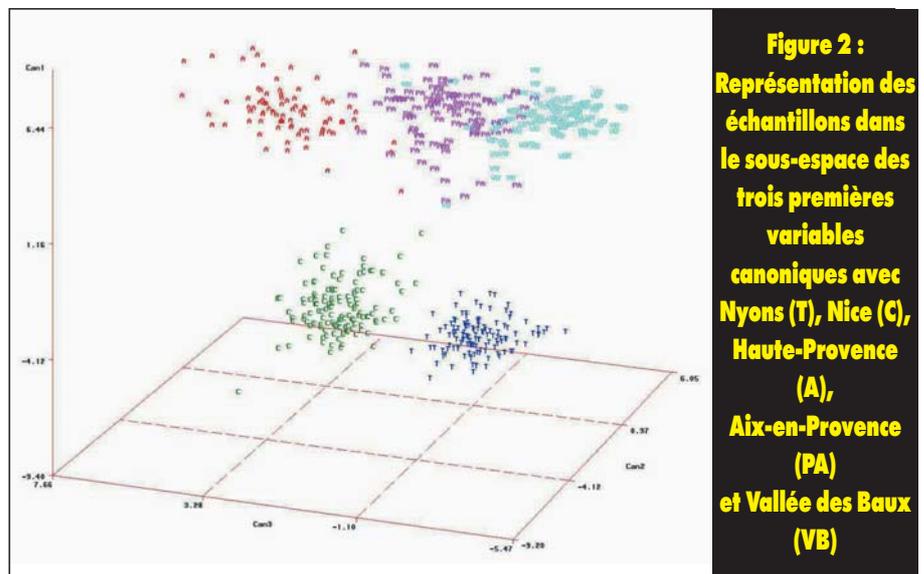


Figure 2 :
Représentation des échantillons dans le sous-espace des trois premières variables canoniques avec Nyons (T), Nice (C), Haute-Provence (A), Aix-en-Provence (PA) et Vallée des Baux (VB)

Le tableau 3 donne les résultats d'une validation croisée qui consiste à attribuer de façon itérative chaque échantillon à un des cinq groupes d'AOC constitués par la totalité des échantillons moins un.

Sur l'ensemble des résultats, seulement 3,5% des échantillons ne sont pas bien classés. Tous les échantillons des AOC Nyons et Nice sont correctement attribués. Un échantillon de Haute-Provence est attribué à Aix-en-Provence. Quatre échantillons d'Aix-en-Provence ont une mauvaise prédiction et sont classés l'un à Haute-Provence et trois autres à Vallée des Baux. Enfin 14 échantillons de Vallée des Baux sont considérés comme appartenant à Aix-en-Provence.

En fait, il s'agit d'AOC qui présentent des similitudes de compositions variétales. Haute-Provence est constituée principalement d'Aglandau que l'on retrouve comme

Tableau 3 : Classification des huiles par validation croisée

huiles groupes	Haute-Provence	Nice	Aix-en-Provence	Nyons	Vallée des Baux
Haute-Provence	84	0	1	0	0
Nice	0	131	0	0	0
Aix-en-Provence	1	0	95	0	14
Nyons	0	0	0	126	0
Vallée des Baux	0	0	3	0	84
Total	85	131	99	126	98

une des variétés principales dans Aix-en-Provence et Vallée des Baux (Tableau 1). Vallée des Baux et Aix-en-Provence sont des huiles polyvariétales constituées entre autres de deux variétés primaires : Salonenque et Aglandau. La composition variétale de ces deux AOC est proche ce qui

explique les difficultés rencontrées pour les séparer totalement (14 échantillons de Vallée des Baux classés Aix-en-Provence). En règle générale, lors des assemblages, le cultivar Salonenque est très majoritaire dans Vallée des Baux tandis que les proportions avec le cultivar Aglandau sont plus équilibrées dans Aix-en-Provence. L'étude statistique confirme que ces deux variétés sont bien les variétés dominantes pour chacune des ces deux AOC. Il existe une plus grande similitude entre Aix-en-Provence et Haute-Provence qu'entre Vallée des Baux et Haute-Provence (figure 2) ce qui permet d'expliquer l'attribution d'un échantillon de Haute-Provence à Aix-en-Provence et inversement d'un échantillon d'Aix-en-Provence à Haute-Provence.



Références

- (1) Règlement (CE) n°796/2002 de la Commission du 6 mai 2002, relatif aux normes commercialisation de l'huile d'olive.. J.O.C.E du 15.5.2002.
- (2) Ollivier D., Artaud J., Pinatel C., Durbec J.P., & Guérère M. (2003). Triacylglycerol and fatty acid compositions of french virgin olive oils. Characterization by chemometrics. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51, 5723-5731.
- (3) Ollivier D., Souillol S., Noyer C., Guérère M., Pinatel C., Durbec J.P. & Artaud J (2003). Contribution à l'étude de la traçabilité d'huiles d'olive vierges françaises : approche chimique. *Le Nouvel Olivier*, n°31, 3-7.
- (4) Norme Européenne NF EN ISO 5509 (2000). Préparation des esters méthyliques d'acides gras. AFNOR Ed., Paris.
- (5) Norme Européenne NF EN ISO 5508 (1995). Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques d'acides gras. AFNOR Ed., Paris.
- (6) Ollivier D., Souillol S., Noyer C., Guérère M., & Artaud J. (2001). Optimisation de l'analyse des triglycérides et des phénols dans les huiles végétales par chromatographie liquide. *Annales des Falsifications de l'Expertise Chimique et Toxicologique* 94(956), 291-295.
- (7) Rencher A. C. (1995). Methods of Multivariate Analysis. Series in probability and mathematical statistics. J. Wiley, New-York.
- (8) SAS Institute Inc. (1990) SAS/STAT User's guide, version 6, Cary, NC, SAS Institute.
- (9) Pinatel C., Petit C., Ollivier D., Artaud J. (2004). Outils pour l'amélioration organoleptique des huiles d'olive vierges. OCL, Vol. 11, Numéro 3, Mai-Juin 2004
- (10) Règlement (CE) n°2568/91 de la Commission du 11 juillet 1991, relatif aux normes commerciales de l'huile d'olive. J.O.U.E. du 13.11.2003.
- (11) Codex Alimentarius. (2003). Food and Agriculture Organization of the United Nations. World Health Organisation. Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Rome.
- (12) Norme commerciale applicable à l'huile d'olive et à l'huile de grignon d'olive. Conseil Oléicole International. (2003) T.15/NC n°3. Principe de Vegara, 154, 28002 Madrid, Espagne.
- (13) Moutier M., Pinatel C., Martre A., Roger J.P., Khadari B., Burgevin J.F., Ollivier D., Artaud J. (2004). Identification et caractérisation des variétés d'olivier cultivées en France, Naturalia Publications, 044250 Turriers.