



Caractérisation chimique de l'huile d'olive dans la région Marocaine de Tadla Azilal (Chemical characterization of the virgin olive oil in Tadla Azilal Moroccan area)

I. Houlali¹, S. Rabi¹, M. Elbir¹, A. Ait Ider¹, A. Amhoud¹, A. Moubarik²,
A. Hasib³, A. Jaouad⁴, M. Mbarki^{1,*}

1 Equipe Transdisciplinaire des Sciences Analytiques pour le Développement Durable, Faculté des Sciences et Techniques, Université Sultan Moulay Slimane, Béni Mellal Maroc.

2 Institut des Nanomatériaux et Nanotechnologie, Av de l'Armée Royale, ENSET, Madinat el Irfane, Rabat, Maroc

3 Equipe de Valorisation des Agro-Ressources, Faculté des Sciences et Techniques, Université Sultan Moulay Slimane, Béni Mellal Maroc.

4 Laboratoire de Chimie Organique Appliquée, Faculté des Sciences Semlalia, Université Cadi Ayyad, Marrakech, Maroc.

Received 14 Oct 2013, Revised 7 Dec 2013, Accepted 7 Dec 2013

* Corresponding author. E mail: mbarkimeister@gmail.com; Tel: +212 6 66 72 20 38

Abstract

In Morocco there is a need, in terms of chemical characterization, concerning the classification of the Moroccan Picholine virgin olive oil according to different geographical areas. In addition to the chemical analysis of bases (acidity and peroxide) we are interested in the fatty acid composition and application of chemometrics coupled with infrared spectroscopy in order to discriminate between virgin olive oils in the Tadla Azilal region. A series of 142 samples of Moroccan Picholine olive cultivars were crushed in mills in the region of Tadla Azilal during two crop years; 2009/2010 and 2010/2011. The average acidity of olive oil coming from the plain is 2.0 in terms of oleic acid percentage. This acidity is 2.7 for the foothills case and close to the mountain oils value (2.6). The average index of peroxide is 13.5, 6.6 and 8.6 for respectively oils from the plain, the foothills and mountains. The chemical composition of fatty acids was determined using the gas chromatograph after bypass esters methyl. The oils of the mountain would be slightly richer in oleic acid (71.8%) compared to those of the plain (70.4%) and foothills (68.5%). The values of the average unsaturation index are strongly correlated with oleic acid levels. The principal component analysis (PCA) of olive oils shows that there is discrimination between the oils coming from the three geographical zones in the Tadla Azilal area.

Keywords: olive oil, spectroscopic methods, NIR, Chemometric treatment, PCA.

Résumé

Au Maroc, il y a un besoin en termes de caractérisation chimique pour une classification de l'huile d'olive vierge de la Picholine marocaine selon différents zones géographiques. En plus des analyses chimiques de bases (acidité et indice de peroxyde) nous nous intéressons à la composition en acides gras et l'application de la chimiométrie couplée à la spectroscopie infrarouge pour pouvoir discriminer entre les huiles d'olives vierges de la région Tadla Azilal. Une série de 142 échantillons d'olives de la variété "Picholine marocaine" ont été triturés au sein des moulins de la région de Tadla Azilal durant les deux campagnes oléicoles 2009/2010 et 2010/2011. La moyenne de l'acidité des huiles d'olive de la plaine en pourcentage massique d'acide oléique est de 2,0 ; celle des huiles du piedmont est de 2,7, valeur proche de celle des huiles de la montagne (2,6). L'indice de peroxyde moyen est de 13,5 ; 6,6 et 8,6 respectivement les huiles provenant de la plaine, le piedmont et la montagne. La composition chimique en acides gras a été déterminée à l'aide de la chromatographie en phase gazeuse après dérivation en esters méthyliques. Les huiles de la montagne seraient légèrement plus riches en acide oléique (71,8%) par rapport à celles de la plaine (70,4%) et du piedmont (68,5%). L'analyse en composantes principales (ACP) des spectres en moyen Infrarouge des huiles d'olives montre qu'il y a certaines discriminations entre les huiles provenant des trois zones géographiques de la région de Tadla Azilal.

Mots-clés: Huiles d'olives, méthodes spectroscopiques, proche infrarouge, traitement chimiométrique, ACP.

1. Introduction

La qualité d'huile d'olive est influencée par plusieurs facteurs ; notamment la variété de l'olivier et son environnement, les méthodes de récolte des olives et des processus d'extraction [1-3]. Au Maroc, en raison des techniques de récolte et de stockage des olives et des huiles, souvent archaïques, et des procédés de trituration traditionnels, la qualité de l'huile produite ne permet pas, en général, de générer une valeur ajoutée attrayante sur le marché. Au niveau de la région de Tadla Azilal, région à vocation agricole, la superficie oléicole ne cesse d'augmenter puisque le secteur oléicole y est considéré comme agriculture alternative. Le profil variétal est très dominé par la variété dite "Picholine Marocaine". Dans les dernières

années, une variété importée de l'Espagne dite "arbequine" reste, également, très rare dans la région. Le secteur de transformation des olives dans la région est caractérisé par la vétusté de son parc et la dominance des moulins traditionnels influant négativement sur la qualité de l'huile. En outre, l'insuffisance de données sur les huiles d'olives vierges (HOVs) dans la région de Tadla Azilal nous a conduits à entreprendre le présent travail sur les HOVs de la région. En effet, il y a un besoin en termes de caractérisation chimique et de classification de l'huile d'olive vierge de la Picholine marocaine selon différentes zones géographiques du Maroc, contrairement aux nombreux travaux antérieurs consacrés à l'huile d'olive des autres pays producteurs. Or, l'huile d'olive vierge rentre dans le régime alimentaire dit Méditerranéen ayant prouvé des vertus nutritionnelles et thérapeutiques. D'où, l'objectif de ce travail qui est de contribuer à une meilleure connaissance de la qualité de l'huile d'olive et à l'établissement de bases de données de l'huile d'olive produite dans la région Tadla Azilal au Maroc. En plus des analyses chimiques de base (acidité et indice de peroxyde), nous nous sommes intéressés à l'analyse de la matière grasse, particulièrement à la composition en acides gras et à l'application de la chimométrie couplée à la spectroscopie infrarouge pour pouvoir discriminer entre les huiles d'olives vierges de la région de Tadla Azilal. Grâce à de suffisantes banques de données des huiles d'olives vierges, une telle discrimination contribue à l'optimisation du contrôle de la qualité de ses huiles et par suite à assurer leurs compétitivités dans le marché international.

2. Matériels et méthodes

2.1. Collecte et trituration des échantillons d'olives

Une série de 142 échantillons d'olives de la monovariété "Picholine marocaine" a été collectée dans la région de Tadla Azilal durant les deux campagnes oléicoles 2009/2010 et 2010/2011. Dans un délai ne dépassant pas deux jours après leurs cueillettes, ces échantillons ont été triturés dans des moulins de la région. La méthode de collecte, les conditions d'extraction des huiles, de leurs stockage et conservation sont les mêmes pour tous les échantillons.

2.2. Détermination des indices analytiques

L'acidité libre d'échantillons de l'huile d'olive, exprimée en pourcentage de l'acide oléique, est déterminée grâce à un titrage en milieu alcoolique d'acides gras libres de l'huile d'olive, par une solution ethanolique d'hydroxyde de potassium. Un test témoin (à blanc) a été réalisé dans les mêmes conditions. L'indice de peroxyde (IP), exprimé en milliéquivalents d'oxygène actif par kg d'huile (milliéquivalent 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 déclenchée à l'obscurité, en présence d'une solution saturée d'iodure de potassium. L'iode libéré est titré par une solution 0,01 N de thiosulfate de sodium en présence d'amidon et un essai de contrôle (sans matière grasse) est fait dans les mêmes conditions.

2.3. Acides gras

Les esters méthyliques de l'huile d'olive ont été préparés, dans le n-heptane (0.12g/2ml), avec une solution froide de KOH (2M) selon la norme NF EN ISO 5509. Ces esters d'acides gras obtenus ont été analysés selon la norme NF EN ISO 5508 à l'aide d'un chromatographe en phase gazeuse Agilent Technologies 7890A (GC) équipé d'un détecteur à ionisation de flamme (T = 250 ° C). La colonne utilisée est une colonne capillaire de silice 60m x 0,25mm. La pression d'entrée de l'hydrogène comme gaz vecteur était 178kPa, avec un rapport 1:70. Le programme de la température du four était comme suit: 20 min à 210 °C, de 210 à 245 °C à raison de 6 °C/min puis 10 min à 245 °C.

2.4. Spectroscopie proche infrarouge

Les spectres proche Infrarouge à transformée de Fourier (FT-PIR) ont été enregistrés avec un spectromètre Antaris Nicolet. Les échantillons de l'huile d'olive sont introduits dans une cellule de quartz de trajet optique de 2mm. Tous les spectres sont à une résolution de 4 cm⁻¹ entre 4500 et 10000 cm⁻¹ grâce au logiciel résultat intégration 2.1 Thermo Nicolet. Ces spectres FT-PIR se sont avérés étant très similaires pour pouvoir être distingués entre eux. C'est ainsi que nous avons eu recours à une analyse en composantes principales (ACP) afin de discriminer les minimes différences entre ces spectres des huiles de la région Tadla Azilal.

3. Résultats

3.1. Acidité

Les résultats de l'acidité des huiles d'olives obtenus sont donnés au tableau 1 suivant.

Tableau 1 : Répartition des huiles d'olives de la région de Tadla Azilal sur les quatre catégories selon l'acidité

	Extra vierge	Vierge	Courante	Lampante	Total
Plaine	9	19	7	6	41
Montagne	5	17	12	8	42
Piedmont	10	26	9	14	59
Total	24	62	28	28	142

La moyenne de l'acidité des huiles d'olive de la plaine en pourcentage massique d'acide oléique est légèrement inférieure (2,0) à celle des huiles de la montagne (2,6) et celle du piedmont (2,7).

3.2. Indice de peroxyde

Les teneurs en peroxyde des échantillons collectés au niveau de la plaine, varient entre 6 et 35,6 d'huile. En comparant ces valeurs à celles de la norme commerciale du Conseil Oléicole International (COI), on constate que tous les échantillons sont conformes aux exigences de la norme ($IP \leq 20$), à l'exception de deux échantillons (20,1 ; 35,6). Les teneurs en peroxyde des échantillons collectés au niveau du piedmont vont de 19 à 24,7. A l'exception de deux cas, tous les échantillons sont conformes à la norme ($IP \leq 20$). Pour les échantillons issus de la montagne, Les teneurs en peroxyde vont de 3,8 à 22,1. L'indice de peroxyde moyen est de 13,5 ; 8,6 et 6,6 respectivement pour les huiles provenant de la plaine, de la montagne et du piedmont. Le résultat global vis-à-vis de la norme du conseil oléicole international est donné au tableau 2 suivant.

Tableau 2 : Indice de peroxyde des huiles d'olives de la région de Tadla Azilal

	Dans la norme C.O.I	Hors norme C.O.I	Total
Plaine	39	2	41
Montagne	41	1	42
Piedmont	51	8	59
Total	131	11	142

3.3. Chromatographie en phase gazeuse et indices d'insaturations moyens

La figure 1 suivante est un chromatogramme, d'échantillon de l'HOV du piedmont, type de ceux obtenus pour tous les 86 huiles des deux catégories "extra vierge" (HOEV) et "vierge" (HOV)

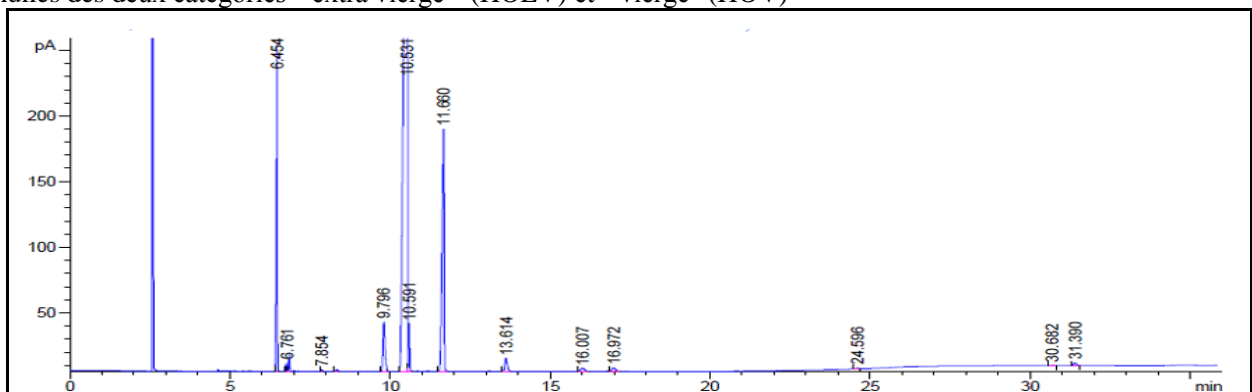


Fig. 1 : Chromatogramme de l'huile d'olive vierge provenant du piedmont dans la région de Tadla Azilal

L'étude des chromatogrammes de ces 86 HOEV et HOV nous a permis de retrouver les acides gras habituellement connus pour l'huile d'olive (tableau 3). Le tableau 3 illustre, également, le résultat des trois indices moyens caractérisant les HOV: l'indice de mono-insaturation (IMI), l'indice de polyinsaturation (IPI) et l'indice d'insaturation totale (IIT).

3.4. Spectroscopie proche Infrarouge (SPIR)

La figure 2 montre les spectres en proche infrarouge (PIR) obtenus pour les échantillons des huiles classées dans les deux catégories "extra vierge" et "vierge" respectant la norme du COI en terme de peroxyde [4].

Afin de pouvoir discriminer entre les spectres PIR sur la base de données spectroscopies, nous avons utilisé le logiciel Unscrambler dans toute la zone spectrale du PIR. Les résultats ont été obtenus en employant différents prétraitements chimiométriques (Smoothing, Normalize, Derivative, Baseline et SNV) et c'est l'utilisation de la SNV qui nous a assuré les meilleurs résultats. Afin d'examiner la structure des données, une analyse en composantes principales (ACP) a été réalisée sur les 86 spectres PIR issus des échantillons des deux catégories "extra vierge" et "vierge" provenant de trois zones géographiques différentes (Plaine, piedmont et montagne) de la région Tadla Azilal au Maroc. La figure 3 illustre la représentation ACP réalisée à partir de ces spectres PIR des HOEVs et HOVs dans le repère de deux premières composantes principales PC1 et PC2. En comparant les résultats des analyses de l'acidité à la norme commerciale du Conseil Oléicole International (COI) [4], 22% des huiles provenant de la plaine semblent se classer dans la catégorie "huile d'olive vierge extra". En fait, la teneur en acide gras libres de ces échantillons reste en dessous de 0,8%. Les huiles d'olive, ayant une acidité entre 0,8 et 2%, nommées huiles d'olives vierges représentent 46,3% tandis que 17,1% des échantillons sont des huiles d'olives "courantes" dont l'acidité est entre 2 et 3,3%. Le reste des huiles de la plaine correspond aux huiles d'olives non propres à la consommation et sont dénommées huiles

d'olive vierges "lampantes" puisque leur acidité est supérieure à 3,3%. Concernant les échantillons de la montagne, 11,9% des huiles se classent dans la catégorie « extra vierge » alors que 40,5% sont des huiles « vierges ».

Tableau 3 : Composition en acides gras et indices d'insaturations moyens d'huiles d'olives vierges et extra vierges provenant de trois zones géographiques différentes

Acide gras	Plaine			Piedmont			Montagne			Norme COI% (m/m) et Codex Alimentarius
	N=28			n=36			n=22			
	Min	Max	Moy	Min	Max	Moy	Min	Max	Moy	
C16:0	7,76	19,62	9,46	8,42	15,99	9,65	8,19	10,02	9,02	7,5-20
C16:1w9	0,17	0,25	0,21	0,10	0,25	0,20	0,16	0,23	0,21	0,3-3,5
C16:1w7	0,40	2,82	0,62	0,44	1,43	0,58	0,36	0,66	0,53	0,3-3,5
C17:0	0,04	0,10	0,04	0,03	0,15	0,04	0,03	0,04	0,04	≤0,3
C17:1w8	0,04	0,21	0,07	0,05	0,28	0,07	0,04	0,07	0,06	≤0,3
C18:0	1,73	3,08	2,54	1,62	3,22	2,49	1,97	3,05	2,47	0,5-5
C18:1w9	46,79	76,06	70,44	46,83	75,08	68,54	65,82	76,31	71,80	55-83
C18:1w7	1,45	4,55	1,85	1,41	3,46	1,91	1,44	1,99	1,78	-
C18:2w6	9,27	22,47	13,02	8,85	28,16	14,77	8,69	18,09	12,35	3,5-21
C18:3w3	0,79	1,21	1,01	0,37	1,26	1,02	0,83	1,23	1,01	≤1
C20:0	0,28	0,35	0,31	0,03	0,35	0,30	0,25	0,34	0,30	≤0,6
C20:1w9	0,21	0,36	0,33	0,16	0,39	0,33	0,29	0,38	0,34	≤0,4
C22:0	0,06	0,12	0,07	0,06	0,12	0,07	0,06	0,09	0,07	≤0,2
C24:0	0,02	0,05	0,04	0,03	0,05	0,04	0,03	0,05	0,04	≤0,2
Somme	9,88	23,31	12,45	10,18	19,88	12,59	10,52	13,59	11,94	-
Somme	59,12	107,9	87,55	58,22	110,3	87,41	77,63	98,96	88,06	-
Somme AG	49,07	84,26	73,52	49,00	80,89	71,63	68,11	79,64	74,71	-
Somme AG	10,06	23,69	14,03	9,22	29,41	15,78	9,52	19,33	13,35	-
IMI	4,96	3,61	5,90	4,81	4,07	5,69	6,47	5,86	6,26	-
IPI	1,02	1,02	1,13	0,91	1,48	1,25	0,90	1,42	1,12	-
IIT	5,98	4,63	7,03	5,72	5,55	6,94	7,38	7,28	7,37	-

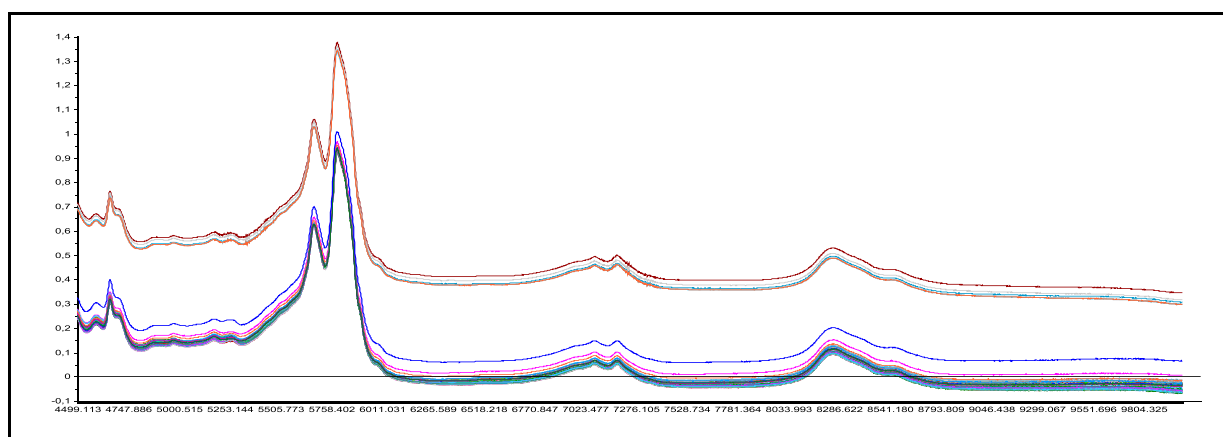


Fig. 2 : Spectres en proche infrarouge des huiles d'olives extra vierges et vierges de la région de Tadla Azilal.

Les huiles issues du piedmont sont à 16,9% des huiles d'olives extra vierges et à 44,1% des huiles d'olives vierges. On observe qu'il y a une certaine variation des échantillons des trois zones géographiques, notamment en termes de fréquence de l'huile d'olive extra vierge. Ce qui est peut être lié aux bonnes pratiques de fabrication et d'hygiène lors du processus de trituration [5-7]. En effet, les olives peuvent subir dans ce cas des lésions qui peuvent engendrer des contaminations de l'huile [8] et donner des huiles avec une forte acidité et des caractères organoleptiques altérés. Cependant, en comparant les trois valeurs de l'acidité libre moyenne des huiles d'olives provenant de trois systèmes agro écologiques distincts : plaine, montagne et piedmont, on peut conclure que le résultat de l'acidité libre est compatible avec celui de la fréquence de l'huile d'olive extra vierge. En termes de teneurs en peroxydes, la quasi-totalité des échantillons est conforme à la norme du COI. Notons que l'indice de peroxyde augmente avec la maturité

des olives, et surtout à cause d'un choc thermique, consécutif à une gelée [5]. Une longue exposition de l'huile avec l'air et à une température relativement élevée, lors des différentes étapes de transformation, contribue également à l'augmentation de la teneur de l'huile en peroxyde.

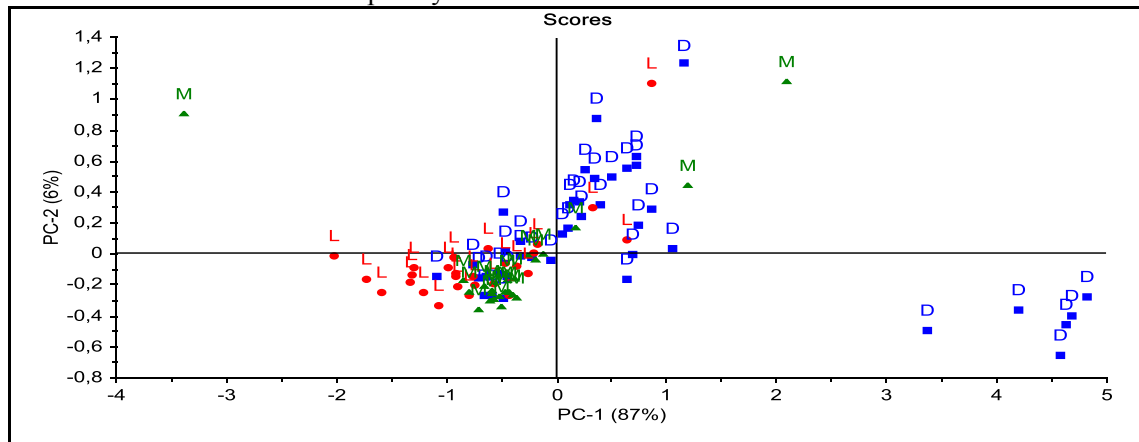


Fig. 3 : Représentation ACP des spectres PIR des échantillons des huiles d'olives extra vierges et vierges. L: Plaine, M: Montagne et D: Piedmont

En comparant l'indice de peroxyde moyen des huiles d'olive provenant de la plaine, d'une part à celui des huiles provenant de la montagne et du piedmont d'autre part, on constate que dans le présent travail il y a une légère différence entre les trois zones. Les indices de peroxyde moyens des huiles sont 13,5 ; 8,6 et 6,6 pour la plaine, la montagne et le piedmont, respectivement. Un tel résultat peut s'expliquer par le fait que les huiles sont de moins en moins exposées à l'oxydation par l'effet de la température en allant de la plaine à la montagne. Cependant, globalement, seul 7,75% des olives présentent un indice de peroxyde hors norme, par contre 39,4% des huiles ont été classées hors des deux catégories "extra virge" (HOEV) et "vierge" (HOVE). Ces résultats confirment ceux qui ont été rapportés par H. Chimi, sur l'huile d'olive produite au Maroc, qui a détecté un problème d'acidité dans les huileries, notamment dans la région géographique sujet du présent travail [1].

La composition en acides gras des HOVEs et HOVs (figures 1 et tableau 3) montre l'existence, dans toutes ces huiles, d'acides gras attendus suivants :

- Acides gras saturés: acide palmitique (C16:0), acide margarique (C17 :0), acide stéarique (C18:0), acide arachidique (C20 :0), acide béhénique (C22 :0) et acide lignocérique (C24 :0)
- Acides gras monoinsaturés: acide palmit-oléique (C16:1), acide margaroléique, acide oléique (C18:1) et acide gadoléique (C20 :1)
- Acides gras diinsaturé: l'acide linoléique (C18:2)
- Acides gras triinsaturé: l'acide linoléique (C18:3).

Cette composition en acides gras (AG) des huiles d'olive analysées est similaire à celles observées par les auteurs de travaux antérieurs [9-13].

Le tableau 3 illustre les valeurs moyennes, minimales et maximales de chacun des acides gras dont le taux est supérieur à 0,01 % ainsi que les trois indices moyens (IMI, IPI et IIT).

L'analyse de la composition en acides gras de 86 échantillons d'huiles d'olives extra vierges et vierges ne montre pas de différence particulière selon l'origine géographique. Les huiles de la montagne seraient plus riches en acide oléique (71,8%), acide gras majeur de l'huile d'olive, par rapport aux échantillons provenant de la plaine (70,4%) et du piedmont (68,5%). Notons que le taux de l'acide linoléique est le plus élevé pour les huiles du piedmont (14,8%), suivi des deux cas de la plaine (13,02%), et la montagne (12,35%). Résultat concordant avec celui de la teneur en acide oléique puisqu'en termes de teneurs, ce dernier serait en corrélation négative avec l'acide linoléique. Globalement, aussi bien la teneur en acide palmitique que celle des acides gras saturés et insaturés dans les huiles d'olives provenant du piedmont, de la plaine et de la montagne ne présentent pas de variation nette.

Les indices moyens caractérisant l'huile d'olive sont comparables à ceux d'autres auteurs [14]. Les valeurs de l'IMI sont fortement corrélées aux taux d'acide oléique car c'est l'AG majoritaire. Ainsi, les huiles de la montagne sont caractérisées par un indice moyen assez élevé (6,26) par rapport à celles collectés de la plaine (5,90) et du piedmont (5,69). Les valeurs de l'IIT sont très voisines de celles de l'IMI en raison de la prise en compte à la fois de l'acide oléique et l'acide linoléique. L'IPI expliquent la richesse des huiles en acides polyinsaturés (linoléique et linoléique), on remarque que les différents échantillons analysés possèdent des valeurs de l'IPI proches (plaine : 1,13 ; piémont : 1,25 et montagne : 1,12).

Ces indices moyens, sont l'outil de comparaison entre profil variétal selon l'origine géographique [11]. Les huiles d'olives de la région Tadla Azilal ne présentent pas de différences considérables, ce qui est lié à la dominance de la

variété population "Picholine marocaine" dans les parcelles oléicoles de la région Tadla Azilal. D'ailleurs, c'est le facteur variété qui vient en premier lieu des facteurs influant l'olive suivi du facteur sol.

Les spectres en proche infrarouge obtenus des échantillons HOVEs et HOVs sont très similaires (figure 2). Les bandes à 8280 cm^{-1} sont attribuées aux secondes harmoniques des vibrations d'élongations CH alors que celles observées aux alentours de 7180 cm^{-1} proviennent de la combinaison de l'élongation CH et de la déformation CH du groupe -CH. Les bandes enregistrées aux alentours de 5800 cm^{-1} correspondent aux premières harmoniques des vibrations CH de -CH₃, -CH₂ et -CH=CH-. Les absorptions à 4600 cm^{-1} proviennent des bandes de combinaisons des vibrations CH de -CH₃ et -CH₂. D'après la figure 3, l'ACP des huiles d'olives montre de la première composante principale PC1 et la deuxième composante principale PC2 expliquent, respectivement, 74% et 11% soit 85% de la variance totale. En fait, la composante PC1 renseigne sur le maximum d'information et la composante PC2 donne la majorité de l'information résiduelle. Nous observons qu'il y a certaines discriminations entre les 3 groupes d'huiles provenant des trois zones géographiques de la région de Tadla Azilal. En outre, il y a une discrimination entre les huiles provenant du piedmont. Ce dernier résultat peut être expliqué à une différence de spécificités telles que celles liées au microclimat et au sol. En fait, grâce aux couplages entre méthodes physicochimiques analytiques d'une part et des méthodes chimiométriques d'autre part, divers travaux antérieurs ont évoqués les spécificités régionales des huiles d'olives produites dans le monde [15-21].

Conclusion

Le présent travail contribue au fait de combler le besoin en termes de caractérisation chimique et de classification de l'huile d'olive de la variété Picholine marocaine selon différentes zones géographiques du Maroc, notamment de la région de Tadla Azilal. Nous observons qu'il y a certaines discriminations entre les trois groupes d'huiles provenant des trois zones géographiques de la région de Tadla Azilal ; plaine, montagne et piedmont. Les résultats des deux campagnes oléicoles 2009/2010 et 2010/2011 montrent que l'acidité des huiles d'olive de la plaine serait moins élevée que celles des huiles du piedmont et de la montagne contrairement aux résultats de l'indice de peroxyde. Les huiles de la montagne seraient légèrement plus riches en acide oléique (71,8%) par rapport aux celles de la plaine (70,4%) et du piedmont (68,5%). Il y aurait une corrélation négative entre la teneur en acide oléique et celle de l'acide linoléique. Ainsi, ce travail contribue à une meilleure connaissance de la qualité de l'huile d'olive et à l'établissement de bases de données de l'huile d'olive produite dans la région Tadla Azilal au Maroc.

Références

1. Chimi, H. *MADRPM/NERD, PNTTA*. 141 (2006) 1-4.
2. Kandylis P., Vekiaris A.S., Kanellaki M., Grati Kamoun N., Msallem M., Kourkoutas Y., *Food Science and Technology*. 44 (2011) 1333.
3. Ben Ahmed, C., Ben Rouina, B., Boukhris, M. *Scientia Horticulturae*. 113 (20) (2007) 267-277.
4. Conseil Oléicole International. COI/T.15/NC (3/Rév.6) (2011)
5. Association Française Interprofessionnelle de l'Olive. Comité Economique agricole de l'Olivier. 7 (2003).
6. El Antari, A., Hilal, A., Boulouha, B., El Moudni, A. *J. Olivae*. 80 (2000) 29-36.
7. Ocakoglu, D., *Thesis of Master of Science In Food Engineering Graduate School of Engineering and Science. Izmir Institute of Technology Turkish*. (2008).
8. Ledrole, R., Siciliano, A., Ramu, L. *Groupement des oléiculteurs de Haute Provence et du Luberon, Edisud ed.* (2004) 82-83.
9. Abaza, L., Msallem, M., Daoud, D., Zarrouk, M. *Oléagineux, Corps Gras, Lipides*. 9(2) (2002) 174-79.
10. Mordret, F. *OCL*, 6 (1999) 69-76.
11. Ollivier, D., Pinat, C., Dupu, N., Guérèr, M., Artau, J. *Oléagineux, Corps Gras, Lipides*. 14 (2) (2007) 116.
12. Ollivier, D., Richard, M., Guèrère, M., Pinat, C., Petit, C., Artaud, J. *le Nouvel olivier*. 34 (2003) 17.
13. Codex Alimentarius, Food and Agriculture Organization of the United Nations. World Health Organization. 2003.
14. Tanouti, K., Serghini Caid, H., Abid, M., Mihamou, A., Khiar, M., Hachem, M. E., Bahetta, Y., Elamrani, A. *les Technologies de laboratoire*. 6(23) (2011) 58.
15. Pristouri, G., Badeka, A., Kontominas, M. G. *Food Control*. 21 (2010) 412-418.
16. Elbir, M., Moubarik, A., Rakib, E.M., Grimi, N., Amhoud, A., Miguel, G., Hanine, H., Artaud, J., Vanlout, P., Mbarki, M., *Maderas ciencia y tecnologia*. 14 (2012) 361-371.
17. Ollivier, D., Artaud, J., Pinat, C., Durbec, J. P., Guerer, M. *Food Chemistry*. 97 (2006) 382-393.
18. Veillet, S., Tomao, V., Bornard, I., Ruiz, K., Chemat, F., *Chimie, C. R.* 12 (2009) 895-904.
19. De Luca, M., Terouzi, W., Ioele, G., Kzaiber, F., Oussama, A., Oliverio, F., Tauler, R., Ragno, G. *Food chemistry*. 124 (2011) 1113.
20. Rubén, M., Lorenzo, C., Emma, C., Teodoro, S. K., Alessandra, B. *Food Control*. 21 (2010) 890-89.
21. Galtier O., Dupuy N., Le Dréau Y., Ollivier D., Pinat C., Kister J., Artaud J., *Analy Chimica Acta*. 595 (2007) 136-144.

(2014) ; <http://www.jmaterenvironsci.com>