



Comparaison des caractéristiques physicochimiques des huiles d'olives issus de différentes zones de la région Tadla Azilal (Maroc) [Comparison of the physico-chemical characteristics of the olive oil coming from different zones in Tadla Azilal area (Morocco)]

H. Meftah¹, H. Latrache¹, F. Hamadi^{1,2}, H. Hanine¹, H. Zahir¹, M. El louali^{1*}

¹ Laboratoire de valorisation et sécurité des produits alimentaires, Faculté de Sciences et Techniques Béni-Mellal, Maroc

² Laboratoire de biotechnologie et valorisation des ressources naturelles, Faculté de Sciences, Université Ibn Zohr, Agadir, Maroc

Received 3 Oct 2013, Revised 16 Nov 2013, Accepted 16 Nov 2013

Auteur Correspondant : Pr Mostafa EL LOUALI, Département des Sciences de la Vie, Université Sultan Moulay Slimane, FST Béni Mellal, B.P. 523, Béni Mellal, Maroc. E-mail : ellouali@fstbm.ac.ma

Résumé

L'olivier est le principal système agricole producteur d'huile dans la région Tadla Azilal (Maroc) (La production oléicole de la campagne 2010-2011 a atteint 156.719 tonnes). A Béni Mellal, l'oléiculture constitue un des piliers de l'économie rurale et où la production d'olives est destinée principalement à l'extraction d'huile. Dans cette région, la Picholine marocaine est la variété la plus dominante. Elle représente 84% de la superficie cultivée [1]. Dans ce travail, nous nous sommes intéressés d'une part à l'évaluation de la qualité de l'huile d'olive de la Picholine marocaine cultivée dans la région Tadla Azilal (Maroc) et triturée par un seul système d'extraction en se basant sur des analyses physicochimiques concernant l'acidité libre, l'indice de peroxydes, la mesure des valeurs standards d'absorption UV et la teneur en polyphénols totaux et d'autre part, à l'étude de l'effet du terroir sur ces mêmes paramètres. L'évaluation des critères de qualité des huiles étudiées, selon la norme commerciale du Conseil Oléicole International, nous a permis de les classer dans les catégories d'huile d'olive vierge à extra vierge. Les résultats trouvés ont permis de mettre en évidence que les principaux critères de qualité de l'huile d'olive tels que l'acidité, la teneur en polyphénols totaux sont fortement influencés par la zone de culture. D'autres paramètres comme l'extinction spécifique à 232 et 270 nm ainsi que l'indice de peroxydes ne présentent pas de différence significative pour l'effet de la zone de culture.

Mots clefs : Région Tadla Azilal, huile d'olive, picholine marocaine, analyses physicochimiques, terroir.

Abstract

The olive tree is the principal producing agricultural oil system in the Tadla-Azilal area (Morocco). The olive growing constitutes one of the pillars of the rural economy in Beni Mellal, and the production of olives is intended mainly for the oil extraction. In this area, the Moroccan Picholine olive is the most dominant variety which counts for 84% of the acreage [1]. In this work, on the one hand we are interested to evaluate the quality of the olive oil of the Moroccan Picholine variety from the Tadla Azilal area (Morocco) triturated by only one system of extraction, while basing ourselves on physico-chemical analyzes relating to free acidity, the peroxide index, the measurement of the standards values of UV absorption and the total polyphenols content, and on the other hand, to study the effect of the growing area on these parameters. The evaluation of the quality standards of the oils studied, according to the International Olive Oil Council, has enabled us to classify them in the categories from virgin olive oil to extra virgin. The found results made it possible to highlight that the principal quality standards of the olive oil such as acidity, the total polyphenols content are strongly influenced by the growing area. Other parameters like the extinction specific at 232 and 270 nm as well as the peroxide index do not present a significant difference for the effect of the growing area.

Key Words: Tadla Azilal area, Olive oil, Moroccan Picholine, physico-chemical analyzes, growing area.

1. Introduction

L'olivier étant une plante emblématique de la Méditerranée. En effet, il n'est pas étonnant que la plupart de la superficie mondiale dédiée à cette culture se trouve, justement, dans le Bassin méditerranéen. C'est ici que se concentrent 95 % de la production et 85 % de la consommation mondiale [2]. Comme pour la plupart des pays

méditerranéens, l'olivier constitue au Maroc la principale essence fruitière qui reste en rapide extension et elle est concentrée dans 3 secteurs : les provinces du sud (31% Haouz de Marrakech, Tadla, région côtière entre Safi et Essaouira), dans le Rif (28%, Taounate, Chefchaouen) et au centre (22% entre Fès et Taza).

Au niveau de la région Tadla Azilal, le secteur oléicole occupe une superficie totale de l'ordre de 60 960 Ha en 2011-2012 et la superficie productive est d'environ 46 860 Ha. Le secteur de l'olivier dans la région ne bénéficie pas encore de techniques culturales appropriées et le processus d'extraction d'huile est pour l'essentiel encore traditionnel avec 1887 unités traditionnelles (maâsras) [1]. La picholine marocaine est la variété la plus dominante (84 % de la superficie totale oléicole) dans le bassin de Tadla Azilal, suivie par les variétés Haouzia et Menara (6 % chacune).

La picholine marocaine est une variété qui s'adapte bien aux sols et aux conditions climatiques de tout le pays et présente les caractéristiques typiques de la variété de double aptitude, les olives produites sont utilisées pour tout type de confiserie : des olives vertes cassées aux olives noires mûres. Elle présente un rendement en huile moyen (20 %) [3].

De nombreuses recherches ont été faites sur la caractérisation et la composition de l'huile d'olive d'origines variées (Bulgarie, Espagne, France, Grèce, Italie, Portugal, Maroc oriental et Tunisie) [4-16]. Pour la classification des huiles d'olive, des méthodes chimométriques ont été appliquées [17,18]. Parmi ces méthodes, l'Analyse en Composante Principale (ACP), l'Analyse Discriminante et la Classification Hiérarchique.

A Tadla Azilal, il n'existe pas de données d'ensemble récentes sur les huiles d'olive régionales issues des principales zones oléicoles. Ce qui nous a conduit à entreprendre ce travail. Celui-ci a pour objectif de caractériser les huiles d'olive de la région Tadla Azilal par leur qualité physicochimique et leur composition en polyphénols et d'étudier l'effet du terroir sur ces paramètres. Le travail a été réalisé sur des échantillons d'huiles d'olives sélectionnés dans les zones suivantes : Ksiba (KS), Bradia (BR), Béni Mella (BM), Souk Sebt (SS) et Fkih Bensalah (FBS).

2. Matériel et méthodes

Les échantillons de l'huile d'olives ont été récupérés directement à partir de plusieurs unités de trituration situées dans différentes zones de la région Tadla Azilal pendant la campagne oléicole 2010/2011. Tous les échantillons récoltés proviennent de la variété connue sous le nom de « Picholine Marocaine ». L'étude a été réalisée sur les échantillons d'huile d'olives sélectionnés à partir des unités traditionnelles situées dans les zones Ksiba (KS), Bradia (BR), Béni Mella (BM), Souk Sebt (SS) et Fkih Bensalah (FBS). Ces unités sont équipées de système de trituration à deux phases. Les échantillons d'huile d'olives ont été préservés dans des bouteilles de verre foncé propres et sèches d'un volume minimal de 250 ml et frigorifiés selon les méthodes standards d'AFNOR [19] afin d'éviter le phénomène d'auto-oxydation qui dépend de plusieurs facteurs, entre autres, le degré d'insaturation de l'huile, les acides gras libres, la présence de traces métalliques et d'eau, l'emballage utilisé, la température ambiante, l'oxygène de l'atmosphère et l'exposition à la lumière du jour pour les emballages transparents [20].

L'acidité libre, l'indice de peroxydes, les valeurs standards d'absorbance à 232 et à 270 nm ainsi que la teneur en polyphénols totaux ont été déterminés en triple pour l'ensemble des échantillons collectés.

2.1. Paramètres de qualité

L'acidité libre exprimée en pourcentage d'acide oléique [21] est déterminée comme suit : 0,1g d'huile d'olives est dissoute dans 50ml d'éthanol, puis titrée avec une solution d'hydroxyde de potassium 0.1 N en présence de phénolphtaléine comme indicateur coloré [22]. Une acidité élevée est le résultat d'une oxydation poussée, qui se traduit par un rancissement de l'huile et qui est due à la dégradation des acides gras insaturés (acide oléique et linoléique) et à la production de composés secondaires d'oxydation dont certains ont été prouvés nuisibles à la santé (aldéhydes, cétones, radicaux libres, hydroperoxydes)[23].

L'indice de peroxydes, exprimé en milliéquivalent d'oxygène actif par kilogramme d'huile ($\text{meq O}_2 \text{ kg}^{-1}$ d'huile), est mesuré par la mise d'une solution de 1g d'huile d'olives dans 12,2ml d'une solution d'acide acétique /chloroforme (3:2, V/V) à laquelle on ajoute 15ml d'une solution saturée de KI. Le mélange est placé par la suite pendant 15min à l'obscurité, puis on additionne 60ml d'eau distillée et 1ml d'une solution d'empois d'amidon (une couleur violette apparaît). A la fin, on titre par la solution de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ à 0,001N jusqu'à la disparition de la couleur violette. Un essai à blanc est réalisé dans les mêmes conditions en remplaçant l'huile d'olive par de l'eau distillée [24].

L'extinction

Les extinctions spécifiques K232 et K270 sont calculées comme suit : on a pris 0,1g de l'huile d'olives à laquelle on a ajouté 10ml de cyclohexane. Après homogénéisation, on mesure les extinctions aux longueurs d'onde 232 et 270nm. En ce qui concerne la (ΔK), on mesure les extinctions spécifiques aux longueurs d'onde 266 et 270nm (on utilise le cyclohexane comme référence). Pour l'extinction spécifique K268, on utilise l'isooctane comme solvant [25].

2.2 Polyphénols totaux

Le contenu en polyphénols totaux a été déterminé selon la méthode de Gutfinger [26]. 2,5 g d'huile d'olives sont dissous dans 5 ml d'hexane puis ajoutés à 5 ml de méthanol/eau (60/40). Ensuite, le mélange est agité vigoureusement. Dans une seconde étape, 0,5 ml du réactif Foline-Ciocalteu et 4,8 ml d'eau bidistillée ont été additionnés à la fraction phénolique. Puis, 1 ml du bicarbonate de soude (35%, poids/volume) et une quantité d'eau bidistillée ont été ajoutés pour avoir un volume final de 10 ml. Le mélange a été incubé pour 2 h dans l'obscurité à la température ambiante. La concentration a été exprimée en mg d'acide gallique par kg d'huile d'olives.

3. Résultats et discussion

L'acidité libre est un facteur de qualité de l'huile d'olives, il renseigne sur l'altération de celle-ci par hydrolyse de certains composés [20]. D'après la figure 1, le pourcentage de l'acidité libre des huiles de différentes zones étudiées se situe entre 0,7 et 1,29%. Ainsi, il reste dans les limites établies par le Conseil Oléicole International [25]. Ces valeurs sont semblables à celles rapportées par Tanouti et al [27] qui ont montré que l'acidité libre reste en dessous de 0,8%. De plus, ils sont moins élevés que ceux rapportés par Hamida Benabid et al [28] qui ont obtenus des valeurs entre 1 et 3,3 meq O₂/kg dans des huiles d'olives de différentes régions oléicoles en Algérie.

Sur la base de l'indice d'acidité et selon la norme commerciale du Conseil Oléicole International, on peut classer les huiles Marocaines étudiées dans la catégorie « des huiles vierges » (acidité libre $\leq 2,0$) à l'exception de l'huile d'olives de la zone de BM qui est classée dans la catégorie « des huiles extra vierges » puisque la teneur en acides gras libres ne dépasse pas 0,8% (figure 1).

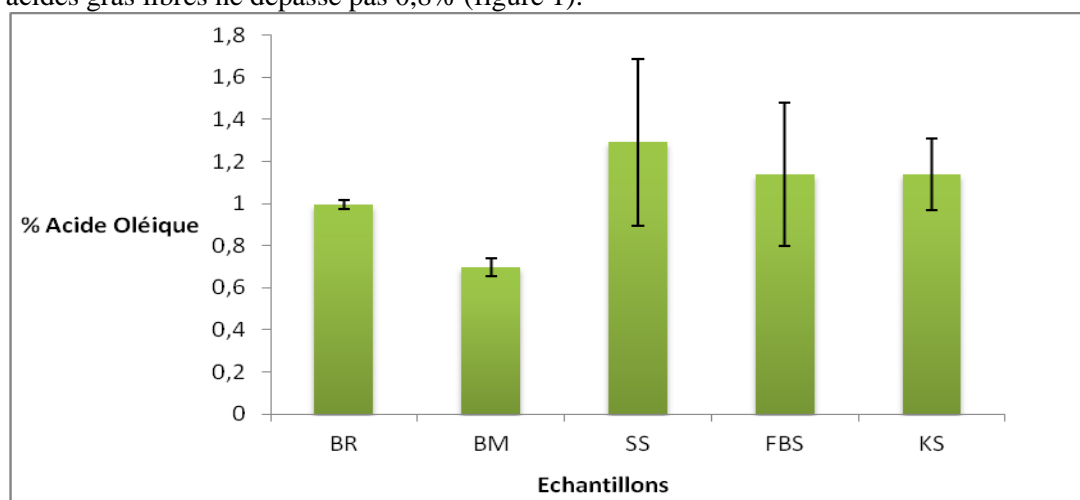


Figure 1: Comparaison des indices d'acidité d'huiles d'olive des différentes zones Ksiba (KS), Bradia (BR), Béni Mella (BM), Souk Sebt (SS) et Fkih Bensalah (FBS).

Sachant que tous les échantillons sont de la même variété et ont subi le même procédé d'extraction, l'huile d'olive de la zone BM est d'une qualité extra vierge, ce résultat est probablement dû aux bonnes pratiques durant toutes les étapes de la production et à l'effet terroir.

Un niveau d'acidité libre élevé peut être dû à l'état de maturité avancé du fruit, ou au stockage inadéquat des olives avant la trituration par l'action des lipases sur les triglycérides de l'huile d'olives qui provoquent l'augmentation de sa teneur en acides gras libres [23].

La figure 2 illustre la variation de l'indice de peroxydes des différents échantillons étudiés exprimé en milliéquivalents d'oxygène active par kilogramme d'huile (meq O₂ kg⁻¹ d'huile).

L'examen de l'indice de peroxydes des huiles étudiées (figure 2) a permis de montrer qu'elles ont des valeurs allant de 12,07% (SS) à 18,66% (FBS). Ces valeurs restent inférieures à la limite établie par la norme commerciale du Conseil Oléicole International pour les huiles d'olives vierge et vierge extra (≤ 20). Ces résultats sont plus élevés que ceux rapportés par Salvador et al [29] qui ont obtenus des valeurs entre 7,8 et 12,9% dans des huiles d'olives de différentes régions oléicoles au centre de l'Espagne. En ce concerne, les huiles d'olives produites au Maroc oriental, elles ont présenté des teneurs en peroxydes qui vont de 7 à 15,4 meq O₂/ kg d'huile [27].

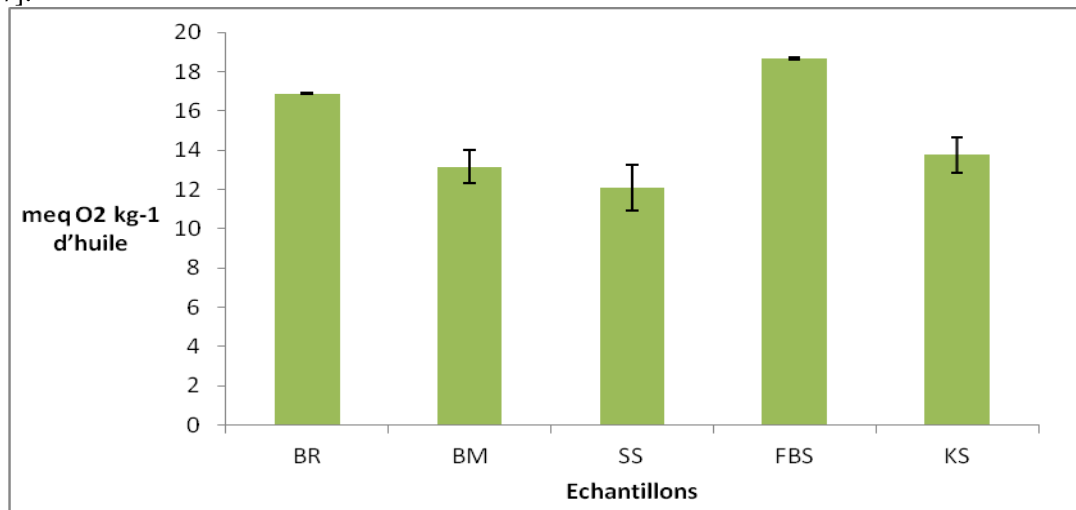


Figure 2: Comparaison des indices de peroxyde d'huiles d'olive des différentes zones Ksiba (KS), Bradia (BR), Béni Mella (BM), Souk Sebt (SS) et Fkih Bensalah (FBS).

En effet, la détermination de l'indice de peroxydes des huiles d'olives permet d'évaluer le niveau d'oxydation primaire de l'huile par l'oxygène. L'action directe de l'oxygène et l'action indirecte des autres facteurs qui permettent à l'oxygène de se fixer sur les acides gras entraînent l'oxydation de l'huile [20]. Cette réaction se déroule en plusieurs étapes et comprend les réactions d'initiation, de propagation et de terminaison. Au cours de la phase d'initiation, l'absorption de l'oxygène est faible. Au cours de la phase de propagation, l'absorption de l'oxygène s'intensifie et les réactions d'oxydation primaire s'accroissent à travers des mécanismes radicalaires en chaîne. Dès que cette phase de propagation a démarré, les réactions d'oxydation secondaire se déclenchent et les radicaux libres se scindent pour former des composés non radicalaires qui affectent la qualité de l'huile et représentent la cause principale de l'altération de son goût et de son odeur [30,31].

Les résultats relatifs à l'extinction spécifique sont présentés dans le tableau 1.

Tableau 1 : Valeurs des extinctions spécifiques en UV à 232 nm, à 270 nm (cyclohexane)/268 nm (isooctane) et la Δk des différents échantillons d'huiles d'olives : (KS) ;Ksiba, (BR) ;Bradia, (BM) ;Béni Mellal, (SS) ;Souk Sebt, (FBS) ;Fkih Bensalah.

Absorbance en UV	Echantillon				
	BR	BM	SS	FBS	KS
k232	1	1,89	1,75	1,62	1,54
K270/K268	0,16	0,11	0,12	0,13	0,11
Δk	0,003	0	0,002	0	0

Il se dégage de ce tableau que le rapport des extinctions spécifiques à 270nm (cyclohexane)/268nm (isooctane) et l'extinction spécifique à 232nm des huiles étudiées ont des valeurs inférieures aux limites supérieures fixées par la norme commerciale du Conseil Oléicole International et au dessus desquelles ces huiles se déclassent dans la catégorie d'huile d'olives vierge extra ($K270/K268 \leq 0,22$ et $K232 \leq 2,50$).

L'extinction spécifique des huiles dans l'ultraviolet constitue un paramètre important de leur qualité. En effet, à 232 nm, elle permet d'évaluer la présence de produits primaires d'oxydation des acides gras (hydroperoxydes linoléiques...), alors qu'à 270 nm les produits secondaires d'oxydation des acides gras (alcools, cétones,...) sont détectés [32]. De nombreuses recherches ont montré que l'origine géographique n'a aucune influence

significative sur ce paramètre analytique qui est fondamentalement affecté par des facteurs endommageant les fruits tels que l'attaque par les mouches, le matériel de la récolte, le transport et le stockage des olives [33, 34]. La figure 3 montre la variation des teneurs en polyphénols totaux des différents échantillons étudiés exprimées en mg de phénols par kilogramme d'huile (mg/Kg).

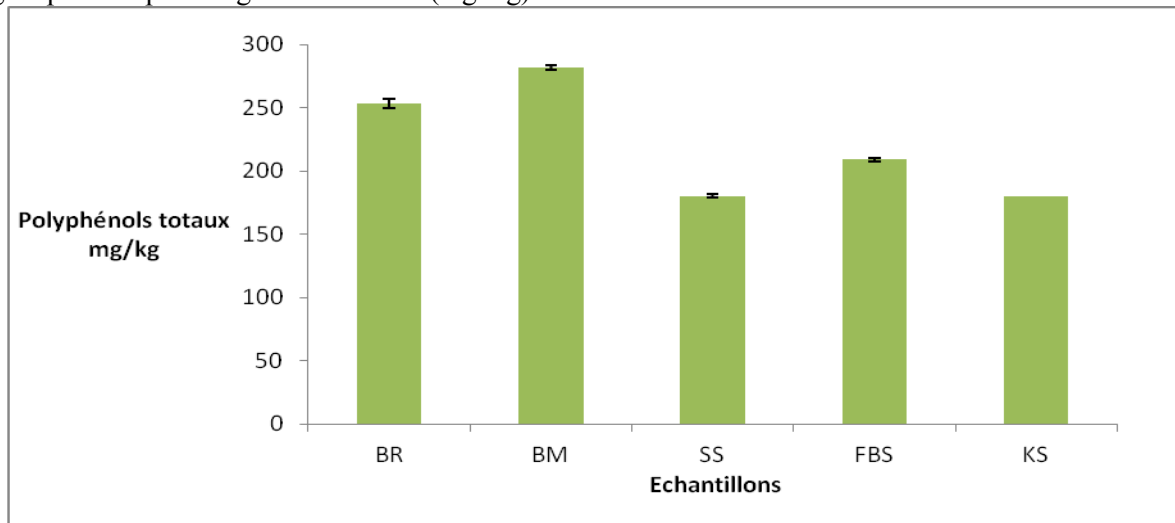


Figure 3: Comparaison des teneurs en polyphénols totaux des huiles d'olives des différentes zones Ksiba (KS), Bradia (BR), Béni Mella (BM), Souk Sebt (SS) et Fkih Bensalah (FBS).

Les huiles d'olives sont connues pour leur teneur élevée en composés phénoliques par rapport aux autres huiles végétales raffinées. Ces composés contribuent à la saveur globale complexe de l'huile d'olives [35] et lui fournissent des effets antioxydants [36] et sont en grande partie responsables de sa durée de conservation [37]. Pour les échantillons étudiés, les teneurs en polyphénols totaux varient de 179,9 (KS) à 281,35 mg/kg (BM) d'huile d'olives. Cette variation peut s'expliquer par plusieurs facteurs à savoir la maturité des olives, le stockage avant la trituration des olives, la méthode de fabrication et la variation de la région de production (effet du terroir).

Les quantités de phénols présentes dans les huiles d'olives qui ont été rapportées dans la littérature sont très variables. D'ailleurs, selon la durée de broyage et le contact avec l'air, l'huile se trouve appauvrie en polyphénols totaux et en o-diphénols responsables de l'activité antioxydante, ces composés relativement hydrosolubles passent partiellement dans les margines [15]. Mais généralement, la concentration en phénols dans l'huile d'olives varie entre 1g/kg et 800 mg/kg [38]. Cette concentration est supérieure à 500 mg/kg obtenues dans l'étude réalisée par Montedero et al [39] et elle varie entre 100 et 800 mg/Kg dans l'étude réalisée par Maestro-Duran et al [40]. D'après Owen et al, la teneur en phénols est de 232 mg/kg pour l'huile d'olives vierge extra et de 62 mg/kg pour l'huile raffinée [41].

Conclusion

La caractérisation des huiles d'olives de quelques zones de la région Tadla Azilal a été étudiée. Ainsi, l'étude de certains paramètres de qualité de ces huiles d'olives a montré qu'elles possèdent des caractéristiques physicochimiques de l'huile d'olives vierge à extra vierge en se référant à la norme commerciale du Conseil Oléicole International. L'huile d'olives BM présente toutefois les meilleurs critères de qualité. En effet, cette huile a montré les valeurs d'acidité libre, de K232 et K270 et d'indice de peroxydes les plus faibles. De plus, ses taux de polyphénols totaux (281,35 mg/kg) sont plus élevés par rapport aux autres huiles.

A travers cette étude, nous avons démontré que l'acidité libre et la teneur en polyphénols totaux sont fortement influencées par la zone de culture malgré que le système d'extraction et la variété sont les mêmes.

Pour valoriser d'avantage ces huiles d'olives régionales et leur donner une valeur ajoutée, l'analyse des autres constituants comme la composition en acide gras, en stérols et en triglycérides s'avère nécessaire. Les résultats de ces analyses feront l'objet d'une publication ultérieure.

Références

1. DPA., Production oléicole définitif au titre de la campagne 2011/2012 et prévisionnel 2012/2013 de la région Tadla Azilal. Direction provinciale de l'agriculture. (2012) 20p.
2. Mili S., *New Medit.* 5 (2006) 27.

3. Loussert R., L'économie de l'olivier. Paris : CIHEAM. (1988) 79.
4. Aparicio R., Albi T., Lanzon A., Navas M.A., Sexia, *Grasas y Aceites*. 38 (1987) (1) 9-14.
5. Leardi R., Paganuzzi V., *Rivista Italiana dell Sostanza Grasse*, LXIV (1987) 131-136.
6. Ferreiro L., Aparicio R., *Grasas y Aceites*, 43(3) (1992) 149-156.
7. Fiorina, M. et Nizzi, F. The spread of olive farming. *Olivae*, 44 (1991) 9.
8. Gigliotti C., Daghetta A., Sidoli A., *I Rivista Italiane dell Sostanza Grasse*, LXX (1993) 483-489.
9. Tsimidou M., Karakostas K.X., *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 62 (1993) 253-257.
10. Ulberth F., Buchgraber M., *Eur. J. Lipid. Sci. Technol.*, 102 (2000) 687-694.
11. Di Giovacchino L., Technological Aspects. In : *Handbook of olive oil : Analysis and properties* . Harwood, J. et Aparicio, R. Edition : An Aspen Publication, USA, (2000) 17-59.
12. Dhifi W., Angerosa F., Serraiocco A., Oumar I., Hamrouni I., Marzouk B., *Food Chemistry*, 93 (2005) 697.
13. Galeano Diaz T., Durán Merás I., Sanchez Casas J., Alexandre Franco M.F., *Food Control*, 16 (2005) 339-347.
14. Pardo J.E., Cuesta M.A., Alvarruiz A., *Food Chemistry*, 100 (2007) 977-984.
15. Chimi H., Technologie d'extraction de l'huile d'olive et gestion de sa qualité, Transfert de technologie en agriculture-bulletin mensuel d'information et de liaison du PNTTA., 141 (2006) 1-4.
16. Tanouti K., Serghini Caid H., Abid M., Mihamou A., Khiar M., Hachem M. E., Bahetta Y., Elamrani A., *Les technologies de laboratoire*, 23 (2011) 58-63.
17. Ollivier D., Artaud J., Pinatel C., Durbec J.P., Guère M., *Food Chemistry*, 97 (2006) 382-393.
18. Runcio A., Sorgona L., Mincione A., Santacaterina S., Poiana M., *Food Chemistry*, 106 (2008) 735.
19. Norme AFNOR, Corps gras-graines oléagineuses -produits dérivés ,4ème édition, Paris, (1984) 459.
20. Bentekaya I., Hassouna M., *OCL.*, 12 (2005) 447.
21. COI T. 15/NC n° 3/Rev. 4. Norme commerciale applicable à l'huile d'olive et à l'huile de grignons d'olive (2009) 7.
22. ISO 3960:1996: Corps gras d'origine animale et végétale-Détermination de l'indice d'acidité et de l'acidité : 1996.
23. Chimi H., Qualité des huiles d'olive au Maroc, enquête national et analyses au laboratoire, Transfert de technologie en agriculture-bulletin mensuel d'information et de liaison du PNTTA., 79 (2001) 4.
24. ISO 3960, Corps gras d'origines animale et végétale --Détermination de l'indice de peroxyde -- Détermination avec point d'arrêt iodométrique : 2007.
25. COI T. 15/NC n° 3/Rev. 6. Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux l'huiles de grignons d'olive : 2011
26. Gutfinger T., *Journal of American Oil Chemists' Society*. 58 (1981) 966.
27. Tanouti K., Elamrani A., Serghini Caid H., Khalid A., Bahetta Y., Benali A., Harkous M., Khiar M., *Les technologies de laboratoire*, 5 (2010) 18-26.
28. Benabid H., Naamoune H., Noçairi H., N. Rutledge D., *Journal of food, agriculture & Environment*. 6 (2008) 43-51.
29. Salvador M. D., Aranda F., Gomez-Alonso S., Fregapane G. *Food Chemistry*. 80 (2003) 359-366.
30. Ranalli A., *Olivae*. 272 (1989) 11.
31. Cheftel J.C., Cheftel H., Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments, Paris : Lavoisier ; 1992 (Tec & doc).
32. Tchiegang C., Dandjouma A., Kapseu C., Parmentier M., *Journal of Food Engineering*. 68 (2005) 79.
33. Ranalli A., Angerosa F., *Journal of the American Oil Chemist's Society*. 73(1996) 417-422.
34. Kiritsakis A.K. Composition of olive oil. In *Olive Oil from the tree to the table*. Food and Nutrition Press, Inc. Trumbull, Connecticut, 006611, USA. Second Edition. (1998) 113-154.
35. Kiritsakis A. K., *Journal of the American Oil Chemists Society*. 75 (1998) 673.
36. Del Carlo M., Sacchetti G., DI Mattia C., Compagnone D., Mastrocola D., Liberatore L., Cichelli A., *Journal Agricultural and Food Chemistry*. 52 (2004) 4072.
37. Servili M., Montedoro G., *European Journal Lipid Science and Technology*. 104 (2002) 602.
38. Visioli F., Galli C., *J. Agric. Food Chem.* 40 (1992) 4292.
39. Montedoro G., Servili N., Baldioli M., Miniati E., *J. Agric. Food Chem.*, 40 (1992) 1571.
40. Maestro-Duran R., Leon-Cabello R., Ruiz-Gutierrez V., Fiestas P., Vasquez-Roncera A., *Grasas y Aceites*. 45 (1994) 332.
41. Owen R.w., Giacosa A., Hullc W.E., Haubner R., Spiegelhaldera B., Bartscha H., *European Journal of Cancer*. 36 (2000) 1235-47.