

CARACTERISTIQUES ANALYTIQUES DE L'HUILE DE COLZA PRIMOR

F. Mordret et J.P. Helme

A la suite des travaux de chercheurs français, et en particulier de MORICE, une nouvelle variété de colza à faible teneur en acide érucique a été mise au point. C'est le colza Primor. A partir de cette année, il remplace les 4/5 du colza traditionnel cultivé en France et, étant donné l'importance de ce nouvel oléagineux pour notre pays, nous avons voulu donner ici quelques indications sur les caractéristiques analytiques de l'huile. Celles-ci sont présentées en comparaison des mêmes valeurs déterminées sur l'huile de Canbra-Oro et de colza riche en acide érucique.

Tableau 1:

	Colza Canbra Primor		
Indice de saponification	173	190	190
Indice d'iode	103	114	115
Insaponifiable	1,2	1,4	1,2

Je n'insisterai pas sur les données du Tableau 1 dans lequel figurant les indices classiques des trois huiles brutes. Il n'y a pratiquement pas de différence entre Canbra et Primor et ces deux huiles se di-

stinguent du colza surtout par leur indice de saponification qui, dans un premier temps, pourrait être retenu pour détecter de fortes adjonctions de colza dans le Canbra ou le Primor.

Les compositions qualitatives et quantitatives en acides gras de ces trois huiles ont été déterminées par chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques.

Les résultats de ces analyses figurent dans le Tableau II. Dans les huiles de Canbra et Primor, c'est évidemment le pourcentage en acide érucique qui est le plus spectaculairement abaissé et, ceci, dans un rapport supérieur à 100 si l'on se réfère à l'huile de colza. En moindre part, il y a aussi diminution de l'acide gadoléique, alors que les pourcentages relatifs aux acides saturés et à l'acide linoléique varient peu. Cette transformation conduit à des huiles à forte teneur en acide oléique.

Par ailleurs, l'hydrolyse enzymatique par la lipase pancréatique nous a permis de comparer les compositions des acides gras en position  $\beta$  pour les huiles de Canbra, Primor et arachide. D'après les résultats du Tableau III, il apparaît que, pour Canbra et Primor, les compositions sont très semblables et se rapprochent de l'arachide en faisant abstraction de l'acide linoléique. Enfin par ozonolyse réductrice, UCCIANI et PELLOQUIN de notre laboratoire de Marseille viennent de montrer que 95 % de la double liaison de la fraction octadécénoïque du Primor occupent la position ( $\Delta$  9), alors que les 5 % restant sont réparties entre les positions 10 et 11. Les déterminations analogues sont en cours sur des huiles d'arachide et de soja.

Tableau II:

Composition en acides gras de trois huiles de crucifères

Acides gras	Huiles raffinées		
	Colza	Canbra-Oro	Primor
C <sub>10</sub>			
C <sub>12</sub>		0,2	
C <sub>14</sub>	3,5	4,5	4,7
C <sub>16</sub>	tr	0,2	0,2
? <sub>16</sub>			
C <sub>18</sub>	1,0	1,3	1,8
C <sub>18</sub> <sup>s</sup>	13,7	63,2	62,6
C <sub>18</sub> <sup>n</sup>	14,2	21,4	20,8
C <sub>18</sub> <sup>n</sup> <sub>1</sub>	9,2	7,0	7,9
C <sub>18</sub> <sup>n</sup> <sub>2</sub>	0,5	0,3	0,4
C <sub>20</sub>	9,9	1,4	1,2
C <sub>20</sub> <sup>s</sup>	0,4		
C <sub>20</sub> <sup>n</sup>			
? <sub>20</sub>			
C <sub>22</sub>			0,3
C <sub>22</sub> <sup>s</sup>	46,4	0,3	0,3
C <sub>22</sub> <sup>n</sup>	0,4		
C <sub>24</sub>			0,15
C <sub>24</sub> <sup>s</sup>			0,15

Tableau III:

Composition des acides gras en position β

Acides gras	Canbra	Primor	Arachide
C <sub>12</sub>			0,06
? <sub>12</sub>	0,82		0,50
C <sub>14</sub>	0,16	0,13	0,08
? <sub>14</sub>		0,38	
C <sub>16</sub>	1,16	1,63	2,85
C <sub>16</sub> <sup>s</sup>	0,53	0,12	0,10
C <sub>16</sub> <sup>n</sup>	0,45	0,80	0,67
C <sub>18</sub>	52,44	49,41	53,22
C <sub>18</sub> <sup>s</sup>	31,77	32,80	41,25
C <sub>18</sub> <sup>n</sup>			
? <sub>18</sub>	0,28		
C <sub>18</sub> <sup>n</sup> <sub>1</sub>	12,29	14,48	0,46
C <sub>18</sub> <sup>n</sup> <sub>2</sub>	tr	tr	0,15
C <sub>20</sub>		0,21	0,20
C <sub>20</sub> <sup>s</sup>			0,14
C <sub>20</sub> <sup>n</sup>			0,21
C <sub>22</sub>			
C <sub>22</sub> <sup>s</sup>			
C <sub>24</sub>			

**Tableau IV:**

**Principales caractéristiques des insaponifiables**

**Teneur des principaux constituants**

	Colza	Canbra	Primor
	(mg/100 g)		
<b>Stérols</b>	540	531	791,6
<b>Alcools totaux</b>	95	76	108,2
<b>Hydrocarbures</b>	36	44	42,4
<b>Tocophérols</b>	68,7	66,3	87,6
	(en ppm)		
<b>Caroténoïdes totaux</b>	51	74,7	30,6
<b>Chlorophylles</b>	13,4	37,3	12,3

**Compositions des fractions**

	Colza	Canbra	Primor
	(%)		
<b>1) Sterols</b>			
<b>Cholestérol (?)</b>			0,8
<b>Brassicastérol</b>	11	7,4	8,0
<b>Campestérol</b>	29	35,5	40,5
<b>Stigmastérol</b>			tr
<b><math>\beta</math>-sitostérol</b>	60	57,1	50,7
<b>2) Tocopherols</b>			
$\alpha$	37,8	28,9	29,8
$\gamma$	62,2	64,7	70,2
$\delta$	tr	6,4	tr

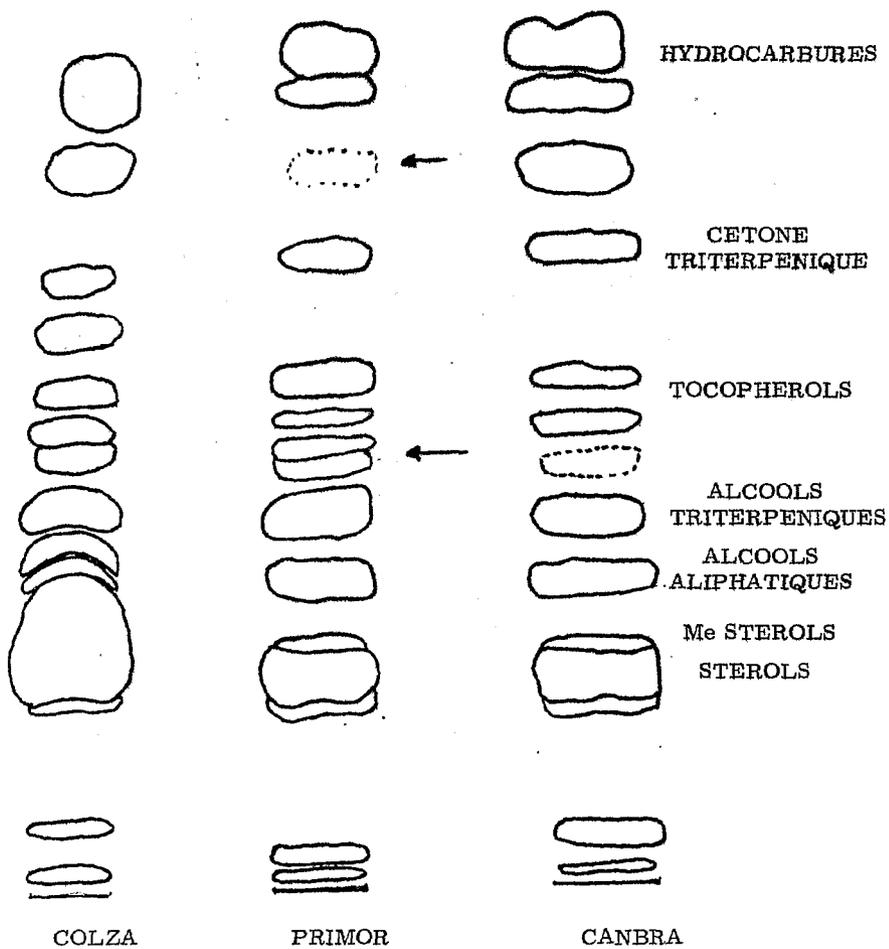
stérol dans la fraction stérolique des huiles de Canbra et Primor est moindre que dans la colza. Précédemment, nous avons observé que, sur des graines récoltées avant maturité complète (INRA-0), ce pourcentage tombait à 2 %. Cette remarque me paraît importante car désormais, en l'absence d'acides gras caractéristiques, le brassicastérol devient l'un des rares constituants dont la mise en évidence permettra de détecter l'adjonction de ces huiles dans d'autres corps gras.

Depuis trois ans, dans le cadre des travaux effectués en France et concernant les effets physiopathologiques des huiles de crucifères sur le myocarde (ATP 6 - INSERM), l'Institut des Corps Gras a eu pour mission de fournir à plusieurs laboratoires des huiles analytiquement contrôlées ainsi que des dérivés. L'hypothèse incriminant un constituant mineur comme étant en partie à l'origine des lésions observées nous a conduits à travailler dans deux directions:

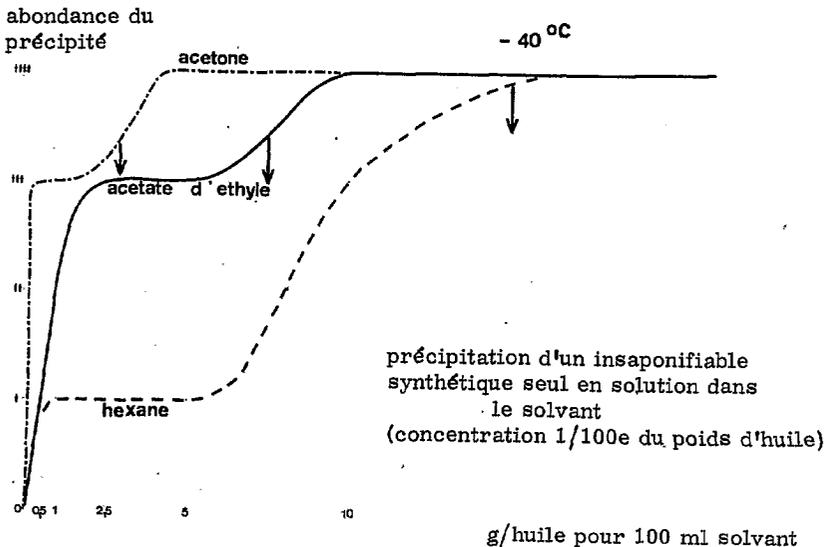
- Obtention de concentrats par distillation moléculaire des huiles. Ceux que nous avons préparés renfermaient jusqu'à 18 % d'insaponifiable.

Les teneurs de ces trois huiles en matière insaponifiable sont sensiblement identiques (tableau IV). Chaque insaponifiable a été fractionné par chromatographie en phase liquide sur colonne et couche mince; les principales fractions ont été récupérées, puis pesées. Les tocophérols totaux et pigments sont déterminées par des dosages spécifiques. La CCM permet, qualitativement, de déceler quelques différences (Figure 1) entre ces insaponifiables et celles-ci font actuellement l'objet de notre étude. L'analyse par chromatographie en phase gazeuse des tocophérols et stérols montre que ce sont surtout les proportions entre constituants qui sont modifiées et non leur nature (tableau IV); par exemple, la proportion de brassicastérol

Figure 1:



- Obtention de corps gras de structure glycérique non modifiée et pratiquement dépourvus d'insaponifiable. La cristallisation à basse température en milieu solvant a été utilisée, en particulier par le Pr JACINI, pour réaliser des enrichissements en constituants mineurs. Inversement, nous avons repris cette technique pour mettre au point une méthode de purification des triglycérides. Nous avons déterminé la nature du solvant, la température et les domaines de concentration en huile assurant une précipitation maximum en triglycérides et minimum en constituants mineurs (Figure 2); par exemple, à  $-40^{\circ}\text{C}$ , en plaçant l'huile Primor à 5 % en solution dans l'acétate d'éthyle, nous avons préparé un corps gras ne renfermant plus que 0,04 % d'insaponifiable. La composition en acides gras du précipité ne correspond pas exactement à celle de l'huile de départ (Tableau V) mais l'expérimentation avec de tels corps gras permettra peut-être de préciser quel rôle est joué par la fraction insaponifiable dans le comportement particulier de ces huiles.



En conclusion, les huiles de Canbra et Primor ont des compositions très voisines et, sur quelques points, une comparaison peut être établie avec l'huile d'arachide prise souvent comme témoin dans l'expérimentation animale (Tableau VI):

- Teneur en monomères totaux supérieures à  $\text{C}_{18}$  à peu près identique dans les trois cas (Cette remarque avait été formulée par ROCQUELIN).

Tableau V:

Fractionnement de l'huile Primor à 5 % dans l'acétate d'éthyle

	Primor	Fractions précipitées	
		-40° C	-50° C
C <sub>16</sub>	4,7	5,98	5,44
C <sub>16</sub> <sup>v</sup>	0,2	tr	0,11
C <sub>18</sub>	1,8	2,71	2,05
C <sub>18</sub> <sup>v</sup>	62,6	73,8	68,2
C <sub>18</sub> <sup>tt</sup>	20,3	10,8	16,35
C <sub>18</sub> <sup>ttv</sup>	7,9	3,45	5,61
C <sub>20</sub>	0,4	0,8	0,52
C <sub>20</sub> <sup>v</sup>	1,2	1,53	1,15
C <sub>22</sub>	0,3	0,49	0,32
C <sub>22</sub> <sup>v</sup>	0,3	0,33	0,22
C <sub>24</sub>	0,15		
C <sub>24</sub> <sup>v</sup>	0,15		
Insaponifiable		0,04 %	0,12 %
Rendement		37,6 %	63 %

Tableau VI:

Acides gras	Cambra	Primor	Arachide	Primor + 20 % palme
C <sub>14</sub>	0,2			0,2
C <sub>16</sub>	4,5	4,7	10,2	12,3
C <sub>16</sub> <sup>v</sup>	0,2	0,2	0,5	0,2
C <sub>18</sub>	1,3	1,8	3,6	2,5
C <sub>18</sub> <sup>v</sup>	63,2	62,6	54,7	58,4
C <sub>18</sub> <sup>tt</sup>	21,4	20,4	23,2	18,2
C <sub>18</sub> <sup>ttv</sup>	7,0	7,9	tr	5,9
C <sub>18</sub> <sup>ttvv</sup>	0,3	0,4	1,2	0,5
C <sub>20</sub>	1,4	1,2	1,0	1,1
C <sub>20</sub> <sup>v</sup>		0,3	2,7	0,3
C <sub>22</sub>	0,3	0,3		0,2
C <sub>22</sub> <sup>v</sup>		0,15	1,2	
C <sub>24</sub>		0,15		
C <sub>24</sub> <sup>v</sup>				

- Déficience en acide palmitique pour les crucifères; par exemple, une adjonction de 15 à 20 % d'huile de palme pourrait corriger ce défaut.
- Chez les crucifères, présence de brassicastérol et absence presque totale de stigmastérol. C'est le contraire pour les autres huiles végétales.

La comparaison ne doit pas s'arrêter là et, à l'aide de techniques plus résolutive ou plus sensibles (chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire, chromatographie en phase liquide sous pression ozonolyse), nous essayons actuellement, par rapport à l'huile d'arachide, de mieux préciser ce qu'il y a en plus, ce qu'il y a en moins ou ce qui est différent (isomères) dans cette nouvelle variété d'huile de crucifères.