

## **Recherche d'adultération dans les huiles végétales : application à la qualité des huiles vierges et notamment de l'huile d'olive**

Oléagineux, Corps Gras, Lipides. Volume 10, Numéro 4, 315-20, JUILLET-AOÛT 2003, Problématiques actuelles dans le domaine de l'analyse des oléagineux et des corps gras

**Auteur(s)** : Denis OLLIVIER , Laboratoire de Marseille, Direction Générale de la Concurrence, consommation et de la Répression des Fraudes, 146 traverse Charles-Susini, 13388 Marseille cedex 13 Tél : 33 4 91 61 82 00 Fax : 33 4 91 61 82 19 <denis.ollivierdgccrf.finances.gouv.fr> .

**Author(s)** : Denis OLLIVIER

**Résumé** : La recherche d'adultération des huiles végétales alimentaires, notamment par des huiles raffinées dans les huiles vierges, et plus spécialement dans le cas des huiles d'olive vierge, constitue un véritable défi analytique. L'évolution de l'aspect réglementaire est décrite. Les différentes méthodes de dosage sont passées en revue : compositions en acides gras, en stérols, en triglycérides, analyse spectrophométrique, teneurs en stigmastadiènes. Un bilan analytique est dressé.

**Summary** : The determination of virgin vegetable adulteration by refined oils, especially for the virgin olive oils, is a real analytic challenge. The evolution of the regulation is described. The different methods of dosage are reviewed : fatty acid, sterol and triacylglycerol compositions, spectrometric analysis, quantitation of 3,5-stigmastadiene. These methods are applied to the quality research on edible fat.

**Mots-clés** : huile raffinée, huile vierge, huile d'olive vierge, adultération, réglementation.

**Keywords** : refined oil, virgin oil, virgin olive oil, adulteration, regulation.

ARTICLE

**Auteur(s)** : Denis OLLIVIER

Laboratoire de Marseille, Direction Générale de la Concurrence, consommation et de la Répression des Fraudes, 146 traverse Charles-Susini, 13388 Marseille cedex 13

Tél : 33 4 91 61 82 00

Fax : 33 4 91 61 82 19

<denis.ollivier@dgccrf.finances.gouv.fr>

### **Introduction**

La production des huiles végétales représentait 75 % de la production mondiale des corps gras il y a quelques années. En 2002-2003, on prévoit que la production d'huile comestible augmentera pour atteindre le niveau record de 93 millions de tonnes (Mt) en raison de la production accrue d'huiles

végétales qui s'établira à 91,8 Mt et à une production stable d'huile d'animaux marins (1,2Mt). La répartition de la production d'huile végétale est la suivante : soja (32 %), palme (28 %), colza (13 %) et tournesol (9 %). Le reste comprend les huiles de coton, d'arachide, de coprah, d'olive et de palmiste. La production d'huile de soja, d'huile de palme et d'huile de tournesol devrait augmenter et compenser largement la baisse de production de l'huile de colza [1]. Pendant cette période, l'Union Européenne (UE) devrait produire le niveau record de 3,2 Mt de soja en raison d'une hausse des activités de trituration. La demande de tourteau de soja s'est intensifiée fortement lorsque l'on a interdit l'utilisation de farine de déchets d'abattage dans les rations du bétail en raison de la poussée d'encéphalopathie bovine spongiforme (ESB). La consommation d'huile végétale est en perpétuelle évolution, au détriment des corps gras d'origine animale, elle a atteint en France, pour les années 2002-2003, un niveau record avec une huile de colza (479 000 T en 2000) qui se rapproche de la consommation d'huile de tournesol (461 000 T en 2000) (source SGFHT et Fedhuil). Ce phénomène est surtout lié à la demande des consommateurs qui surveillent de plus en plus leur régime alimentaire. Dans ce contexte, les huiles vierges synonymes de produit naturel riche en « micro nutriments » bénéfiques pour la santé, prennent un essor qui était difficilement prévisible il y a une dizaine d'années. Parmi ces huiles, l'huile d'olive vierge, qui est l'huile vierge la plus consommée grâce à la forte médiatisation des bienfaits de l'huile d'olive sur la santé, a vu sa consommation doubler en dix ans pour dépasser les 85 000 T en 2002 dans l'hexagone. La production mondiale annuelle d'huile d'olive s'est élevée pour la campagne 2001/2002 à plus de 2,7 millions de tonnes, ce qui représente un record historique. Si elle ne représente que 4 % en volume des échanges internationaux, elle représente par contre 15 % en valeur marchande. Bien que l'olivier soit présent sur 4 continents, 98 % de la production mondiale provient du bassin méditerranéen, l'UE fournissant 75 % de cette production et en consommant 71 % [2]. Au sein de l'UE, l'Espagne (43 %), l'Italie (32 %) et la Grèce (22 %) assurent 97 % de la production d'huile d'olive. La production française, avec ses 2 500 à 4 500 tonnes d'huiles représentant moins de 0,15 % de la production mondiale, est marquée par une grande diversité tant sur le plan de ses caractéristiques physico-chimiques que de ses qualités organoleptiques.

### **Recherche d'adultération**

La grande différence de prix entre les huiles et notamment les huiles vierges et les huiles raffinées peut entraîner des tentations de falsification consistant à introduire tout ou partie d'une huile de moindre coût dans une huile d'un prix supérieur. On peut constater au niveau du commerce de détail des prix qui sont pour des huiles de types arachide, maïs, tournesol de 1,05 à 2,5 €. Pour des huiles de moindre coût comme le colza ou le soja, les prix varient entre 0,76 et 1,22 € alors que des huiles vierges ont des prix qui varient entre 2,5 et 30 €. Le prix de revient à la production d'une huile d'olive vierge française était pour la campagne 2002/2003 d'environ 8,5 €/L. Il n'est donc pas possible de trouver des huiles françaises au niveau du commerce de détail à des prix inférieurs à 11 €/L. Du fait de ces différences de prix, la recherche d'adultération se fera le plus souvent dans le sens de la détection dans une huile d'olive d'une autre huile ou dans le sens de la détection d'une huile raffinée dans une huile vierge. Le décret du 11 mars 1908 [3] définit notamment les différentes dénominations d'huiles ou de graisses qui peuvent être employées ainsi que les mentions d'utilisation qui doivent figurer sur l'étiquetage. Cet arrêté définit les étapes du raffinage et renvoi à d'autres textes pour les taux limites résiduelles des substances qui peuvent être employées aux cours du raffinage [4,5]. Mais il n'existe pas dans ces textes réglementaires de caractéristiques concernant la composition des huiles. Il faut donc utiliser des monographies comme le Manuel des

Corps Gras [6] ou le Répertoire Général des aliments [7] pour avoir des bases de comparaison afin de mettre en évidence des problèmes de composition. Au niveau international, le Codex Alimentarius [8] devrait donner avec sa révision de 2003 des bases de plus en plus précises sur les critères physico-chimiques des huiles végétales. Seule l'huile d'olive est soumise à un règlement européen depuis 1991 qui définit ses caractéristiques tant physico-chimiques qu'organoleptiques ainsi que les méthodes y afférentes [9]. Ce règlement a été modifié 19 fois entre sa date d'application et l'année 2002, montrant que l'évolution des techniques analytiques et les résultats des recherches concernant la mise en évidence des adultérations peuvent être prises en compte rapidement par le législateur.

### **Utilisation de l'analyse des acides gras**

Il est d'usage de débiter une analyse de recherche d'adultération par la caractérisation de sa composition en acides gras. Cette détermination permet de détecter des ajouts d'huile linoléique (% C18 : 2 > 50 %) ou d'huile linoléique (% C18 : 3 > 7 %) à des teneurs de l'ordre de 10 à 20 % dans des huiles oléiques comme l'huile d'olive (*figure 1*). L'huile d'olive possède la particularité d'être très riche en un acide gras mono insaturé, l'acide oléique (C18 : 1w9 > 60 %), accompagné de trois autres acides gras principaux l'acide linoléique (C18 : 2w6), l'acide palmitique (C16 : 0) et l'acide stéarique (C18 : 0). Sa composition en acides gras varie avec l'origine de l'huile. L'apparition sur le marché de tournesol oléique (à teneur en C18 : 1 > 80 %) rend cette analyse beaucoup moins efficace puisque comme le montre la *figure 2*, les variations de composition d'huile de tournesol oléique sont comprises dans les variations de compositions des huiles d'olive. Cette analyse devient donc impuissante à caractériser l'adultération d'une huile d'olive par une huile de tournesol oléique. Cette technique analytique s'est améliorée par l'utilisation de colonnes capillaires et de phases stationnaires plus spécifiques, permettant de séparer des isomères ou des composés qui n'étaient pas pris en considération, et qui pourront servir de critères discriminants pour mettre en évidence des adultérations. Par exemple la séparation des isomères d'acides gras en C16 : 1 permet en routine de différencier l'acide palmitoléique de l'acide 7-hexadécénoïque et pour les acides gras en C18 : 1 de séparer l'acide oléique (C18 : 1w9) de l'acide cis vaccénique (C18 : 1w7).

### **Utilisation de l'analyse des stérols**

L'utilisation de l'analyse des stérols permet de détecter facilement des huiles de type colza ou tournesol « classique » à des teneurs inférieures à 2 % dans une huile d'olive. La *figure 3* montre la répartition de 5 stérols caractéristiques de ces trois huiles. La présence de taux importants de brassicastérol et de campestérol permet de mettre en évidence la présence d'huile de colza alors que la présence de  $\Delta$ -7-stigmastérol et de  $\Delta$ -7-avénastérol permet de mettre en évidence du tournesol. L'huile de tournesol oléique peut ainsi être détectée. Par contre, de nouveau traitement de déstérolisation peuvent être appliqués aux huiles et, dans ce cas, comme le montre la *figure 4*, les taux des stérols d'une huile de tournesol oléique destérolisée sont compris dans les domaines de variations des huiles d'olive. Actuellement, l'analyse des stérols se diversifie, le dosage des stérols est effectué sur la fraction estérifiée, sur la fraction libre et globalement. Ce type d'analyse est utilisé dans le cadre du projet Européen MÉDÉO pour mettre en évidence des ajouts inférieurs à 5 % d'huile de noisette dans de l'huile d'olive vierge.

### **Utilisation de l'analyse des triglycérides**

La chromatographie liquide, appliquée à l'analyse des triglycérides des huiles végétales, est utilisée dans les laboratoires depuis plus de vingt ans pour caractériser les corps gras bien qu'il n'existe que très peu de recueil de ces données. La séparation des triglycérides s'effectue en fonction de leur nombre de carbone équivalent (ECN). Cette technique a été normalisée par l'UICPA (2.324) en 1987 [10], et demeure inchangée depuis cette date. Elle a même été reprise en l'état dans la réglementation européenne concernant l'analyse de l'huile d'olive en 1991 [9]. Le principe général de cette technique est d'utiliser une phase stationnaire à polarité de phase inversée hydrophobe (type RP-18) avec comme phase mobile un mélange acétone/acétonitrile. La différence des ECN42 (Delta ECN42) permet d'abaisser le seuil de détection à moins de 2 % pour des huiles de tournesol oléique. Par contre, elle n'est pas très adaptée à la recherche d'adultérations des huiles d'olive vierges par des huiles de noisette et d'amande [11]. En 1981, Schulte a montré l'intérêt d'utiliser du propionitrile comme éluant pour l'analyse des triglycérides [12]. Les conditions analytiques complètes ont été décrites dans un précédent travail [11], elles ont été reprises par Arturo Cert [13] qui coordonne actuellement, dans le cadre du projet Européen MÉDÉO, la recherche d'huile de noisette dans l'huile d'olive en utilisant tous les triglycérides chromatographiés. La *figure 5* montre deux exemples de séparations portant sur des huiles de Soja et d'Olive vierge, réalisées avec l'acétone/acétonitrile et le propionitrile comme éluants. L'utilisation du propionitrile comme solvant d'éluion permet de séparer des triglycérides qui sont co-élus ou mal résolus dans la méthode normalisée par exemple pour des triglycérides dont les ECN sont de 44, 46 et 48. Ce solvant conduit à une analyse plus précise dont les résultats devront être pris en considération pour réviser les valeurs admises des compositions triglycéridiques des huiles végétales. Il permet de mieux mettre en évidence des adultérations d'huile de sésame par des huiles de soja, de mieux caractériser les huiles de pépins de raisins, d'arachide, des beurres de Cacao, de Karité...

### **Mise en évidence d'huile raffinée dans une huile vierge**

La détermination du coefficient spécifique d'extinction dans l'ultra violet à 270 nm (K270) pour une solution d'huile à 1 % dans un solvant permettait de déterminer si l'huile avait été raffinée (*figure 6*). En effet le traitement thermique du raffinage et le passage sur terre activée entraînent d'une part l'élimination de composants mineurs et d'autre part une conjugaison des doubles liaisons des acides gras avec formation de diènes et de triènes conjugués qui absorbent entre 225 nm et 280 nm. Ces derniers critères permettent de connaître aussi le niveau d'oxydation du corps gras. Pour certaines huiles vierges comme l'onagre, la bourrache, le tournesol...l'utilisation directe du spectre d'absorption ne suffit pas et il faut utiliser la dérivée seconde de ce spectre, comme l'ont montré Ollé et Furon [14], afin de vérifier qu'il n'y ait pas de pic détecté. La *figure 7* montre les spectres d'absorption de deux huiles d'onagre ainsi que la dérivée seconde de ces spectres. Sur les spectres initiaux, il n'est pas possible de vérifier si ces huiles sont vierges ou non, les dérivées secondes des spectres permettent de conclure que l'huile A contient de l'huile raffinée et que l'huile B paraît vierge. Cette analyse rapide pourrait permettre à un laboratoire de routine de vérifier rapidement la qualité du produit qu'il reçoit.

Le dosage des acides gras trans, par chromatographie en phase gazeuse, peut être utilisé pour mettre en évidence des ajouts d'huile raffinée dans des huiles vierges.

Ces critères analytiques sont-ils suffisants pour éviter toutes fraudes ? Non car Morchio *et al.* [15] ont trouvé sur le marché des huiles d'olive raffinées, absolument incolores, qui possédaient des K270 et des K232 permettant de classer ces échantillons en huile d'olive vierge (huile identifiée dans la *figure 6* comme H. raffinée traitée). De plus, ces huiles ne contenaient pas d'acides gras trans en quantité notable. Ces huiles obtenues après traitement avec de l'anhydride maléique agissant sous la forme d'une cyclo-addition de type Diels-Alder sur les doubles liaisons cis-cis, voient leur K270 diminuer d'un facteur 2 à 3. Il était alors possible d'ajouter jusqu'à 40 % de ces huiles traitées dans une huile d'olive vierge tout en restant pour le K270, en-dessous des valeurs réglementaires.

C'est pourquoi à la suite des travaux de Lanzon [16] et de Grob [17], le dosage des stigmastadiènes a été intégré à la panoplie analytique réglementaire concernant l'huile d'olive. Ces composés sont issus de la déshydratation du  $\beta$ -sitostérol, composé prépondérant dans les stérols de l'huile d'olive, lors d'opération de raffinage et particulièrement lors de la désodorisation et du passage sur terre activées. Cette déshydratation affecte aussi les autres stérols : le campésterol donnant du campésta-3,5-diène, le stigmastérol donnant du stigmastatriène.

La *figure 8* montre les essais que nous avons réalisés au laboratoire. Un ajout de 1 à 5 % d'huile raffinée (fonction de la qualité du « raffinage ») dans une huile vierge est déclaré conforme par rapport à la teneur en stigmastadiène puisque cette teneur peut être inférieure la limite réglementaire de 0,15 mg/kg. Les huiles vierges à la sortie du moulin ont une teneur en stigmastadiène ne dépassant jamais 0,03 mg/kg. Il faudrait donc progressivement abaisser la limite réglementaire de ce composé afin de pouvoir détecter les plus petites adultérations.

### **Détermination de l'origine des huiles d'olive**

Le règlement CE n° 2515/1998 [18] qui conférait à l'huile d'olive issue d'olives achetées à l'étranger, l'origine nationale du moulin de trituration, a été modifié par le règlement CE n° 2152/2001 [19]. La désignation de l'origine est devenue la zone géographique dans laquelle les olives ont été récoltées et où l'huile issue de ces olives a été obtenue.

Le règlement CE n° 1019/2002 [20] qui fixe les normes de commercialisation et d'étiquetage de l'huile d'olive, considère qu'un « régime de désignation obligatoire de l'origine pour les huiles d'olive est l'objectif à atteindre. Toutefois, en l'absence d'un système de traçage et de contrôles..., un régime facultatif de l'origine des huiles d'olive vierges et vierges extra doit donc être établi ». La désignation de l'origine consiste, en dehors des produits bénéficiant d'une AOC ou d'une Indication Géographique Protégée (IGP), en la mention d'un État membre ou de la Communauté ou d'un pays tiers. L'utilisation d'une mention facultative pour désigner une huile mono-variétale comme par exemple « Aglandau » ou « Salonenque » devrait être justifiée afin de bien informer le consommateur.

Devant la multiplicité et la difficulté des problèmes à résoudre pour caractériser l'origine des huiles d'olive vierges, les chercheurs ont exploré différentes pistes : analyse isotopique (rapport  $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ ), RMN du carbone 13, caractéristiques physico-chimiques diverses. Dans le cadre d'un projet Européen Oliv-track, différentes techniques sont étudiées dans le but de caractériser l'origine des huiles d'olive vierges. Les techniques bio-moléculaires qui permettent

d'identifier les variétés des olives seront appliquées aux huiles vierges. Pour notre part, nous essayons de caractériser l'origine des huiles d'olive vierges d'Appellation d'Origine Contrôlée en utilisant un traitement statistique sur la composition en acides gras et en triglycérides (21-22). La *figure 9* montre un exemple de caractérisation de trois AOC françaises.

## **Bilan des contrôles analytiques effectués**

### ***Huiles raffinées***

Sur l'ensemble des échantillons analysés, 94 % sont déclarés conforme à leur étiquetage et respectent les taux limites résiduelles des substances qui peuvent être employées aux cours du raffinage. 5 % des échantillons analysés présentent des problèmes d'étiquetage à savoir une mauvaise indication sur la répartition des acides gras de l'huile contenue dans la bouteille (Arrêté du 12 Février 1973). Ceci est dû pour le plus souvent au stock d'étiquettes qui n'est pas en relation avec les approvisionnements d'huiles et leurs assemblages. Les échantillons représentant le 1 % restant, présentent des anomalies dans leur teneur en vitamine E rajoutée, cette teneur étant le plus souvent en excès par rapport aux apports nutritionnels quotidiens recommandés. La dénomination des huiles contenant des aromates ou des arômes qui devrait être « Préparation à base d'huile (nom d'une graine ou du fruit) et d'aromates (ou arômes) pour...(poisson, grillade...) » n'est pas toujours appliquée ou du moins la typographie de la totalité de la dénomination n'est pas toujours respectée ce qui peut créer une confusion aux yeux du consommateur.

### ***Huiles vierges autres que l'huile d'olive***

Il n'y a pas de réglementation spécifique pour ces huiles, les résultats obtenus sont comparés aux bibliographies existantes, aux monographies de la pharmacopée ou du Codex Alimentarius. Au cours d'une enquête réalisée en 1998, on constate que 76 % des 50 échantillons analysés ont été déclarés conforme aux données bibliographiques existantes. 12 % ont été déclarés comme présentant des problèmes légers liés le plus souvent à un étiquetage peu clair. Les échantillons restant (12 %) ont présenté des traces d'huiles raffinées, une mention « naturelle » qui peut être appliquée à une huile vierge alors que l'huile était raffinée, une mention première pression à froid alors que l'huile était obtenue par des opérations de raffinage et enfin, le plus souvent dans des gélules, des teneurs excessives en vitamine E rajoutée par rapport aux apports nutritionnels quotidiens recommandés. Les huiles vierges « nouvelles » qui n'était pas utilisées classiquement dans l'alimentation humaine et qui apparaissent sur le marché doivent dans le cadre du règlement CEE n° 258/97 du 27/01/1997 relatif aux nouveaux aliments faire l'objet d'une demande d'autorisation d'emploi en tant que nouvel ingrédient.

### ***Huile d'olive vierge***

Sur les échantillons analysés au cours de l'année 2002, 68,1 % sont déclarés conforme à leur dénomination selon le règlement CE n° 2568/91. 15,9 % des échantillons analysés présentent des problèmes légers liés à :

– l'aspect organoleptique, les échantillons ont été déclassés par le panel test d'huile vierge extra à huile vierge ;

- la présence de caractères d'oxydation marqué avec des indices de peroxyde supérieurs à la limite de 20 meq/kg mais proches de cette limite compte tenu de l'incertitude de la mesure ;
- des traces d'huiles raffinées, avec une valeur en stigmasta-3,5-diène très proche de la valeur réglementaire.

14,5 % des échantillons analysés présentent des problèmes plus important liés à :

- l'aspect organoleptique ; les échantillons ont été déclassés par le panel test d'huile vierge extra à huile vierge courante, non commercialisable en l'état ;

- des indices d'oxydation importants (acidité, indice de peroxyde) ;

- des traces d'huiles raffinées avec une valeur en stigmasta-3,5-diène supérieure la valeur réglementaire ;

- des problèmes d'étiquetage avec la non utilisation de la langue française ou des mentions d'origine abusives.

1,4 % des échantillons analysés présentent des caractéristiques d'oxydation très marquées – analyses organoleptique et physico-chimique- qui déclassent ces huiles en huiles lampantes.

## **Conclusion**

Les analyses de base telles que les déterminations de la composition en acides gras et en stérols par chromatographie gazeuse permettent depuis trente ans de mettre en évidence la pureté des corps gras. Néanmoins, des techniques complémentaires qui sont passées ces dernières années dans le domaine des analyses de routine comme les dosages des tocophérols, des triglycérides, des stigmastadiènes... sont désormais nécessaires à l'analyste pour qu'il émette un avis sur le produit analysé.

Le coût analytique n'a cessé d'augmenter au cours de ces dernières années mais il est encore loin de parvenir aux sommets atteints lors de problématiques particulières comme la recherche d'huile de noisette dans l'huile d'olive, ou la caractérisation de l'origine des huiles d'olive où la RMN, la déviation isotopiques du carbone, de l'hydrogène, de l'oxygène sont utilisées.

## **RÉFÉRENCES**

1. Ministère de l'Agriculture du Canada. Huile végétale : situation et perspectives (2002). In : *Le bulletin bimensuel*, 15, 19, [www.arg.gc.ca](http://www.arg.gc.ca).
2. Conseil Oléicole International. Le marché mondial de l'huile d'olive (2002). *OLIVAE*, 92, 6 : 22-27.
3. Décret du 11 Mars 1908, portant règlement d'administration publique pour l'application du 1<sup>er</sup> août 1905 sur la répression des fraudes dans la vente des marchandises et des falsifications des denrées alimentaires et des produits agricoles, en ce qui concerne les graisses et huiles comestibles. *J.O.* du 14.03.1908.
4. Arrêté du 12 Février 1973. Liste des substances dont l'emploi est autorisé pour le raffinage et la transformation des corps gras alimentaires. *J.O.* du 15.02.1973.

5. Arrêté du 19 Novembre 1990, relatif aux solvants d'extraction utilisés dans la fabrication des denrées alimentaires ou de leurs ingrédients. *J.O.* du 06.12.1990.
6. A. KARLESKIND (1992). *Manuel des corps gras*. Tec, Doc, Lavoisier Ed. Paris.
7. FEINBERG M, FAVIER JC, IRELAND-RIPERT J (1987). *Répertoire général des aliments, tome 1 : table de composition des corps gras*. Tec, Doc, Lavoisier Ed. Paris.
8. Codex Alimentarius : (2003). Food and Agriculture Organization of the United Nations. World Health Organisation. Viale delle Terme di Caracalla 00100 Rome.
9. Règlement (CE) n° 2568/91 de la Commission du 11 juillet 1991, relatif aux normes commerciales de l'huile d'olive. *J.O.C.E.* du 28.11.1992.
10. IUPAC 2.324 (1987). Determination of Triglycerides in Liquid Vegetable Oils in Terms of Their Equivalent Carbon Number by High-Performance Liquid Chromatography. 7<sup>th</sup> ed., Blackwell Scientific Publications-Oxford, UK.
11. OLLIVIER D, BRUCKERT B, NOYER C, GUÉRÈRE M, ARTAUD J (1999). Analyses multicritères pour la recherche d'adultération d'huile d'olive vierge par des huiles de noisette et d'amande. *Ann Fals Exp Chim* 92 (947) : 161-176.
12. SCHULTE Von E (1981). Trennung von triglyceriden nach kettenlänge und Sättigungsgrad durch HPLC. *Fette Seifen Anstrichmittel*, 83, 8 : 289-291.
13. MOREDA W, PÉREZ-CAMINO MC, MATEOS R, CERT A (2003). Improved method for the determination of triacylglycerols in olive oils by HPLC. *Grasas Aceites* (Sevilla), 54 : 115-119.
14. OLLE M, FURON D, (1988). Aspects récents de l'analyse des huiles vierges. *Rev. Franç.Corps Gras*, 35, 2 : 63-65.
15. MORCHIO G, DIBELLO A, MARIANI C, FEDELI E (1989). Individuazione di particolari oli rettificati in oli vergini di oliva. *Riv.Ital.Sostanze Grasse*, 66 : 251-257.
16. LANZON A, CERT A, ALBI T (1989). Deteccion de la presencia de aceite de oliva refinado en el aceite de oliva virgen. *Grasas y Aceites*, 40 : 385-389.
17. GROB K, ARTHO A, MARIANI C (1992). Determination of raffination of edible oils and fats by olefinic degradation products of sterols and squalene, using coupled LC-GC. *Fat Sci.Technol.* , 94 (10) : 394-400.
18. Règlement (CE) n° 2815/98 de la Commission du 22 décembre 1998, relatif aux normes commerciales de l'huile d'olive. *J.O.C.E.* du 24.12.98.
19. Règlement (CE) n° 2152/2001 de la Commission du 31 octobre 2001 relatif aux normes commerciales de l'huile d'olive. *J.O.C.E.* du 11.11.2001.
20. Règlement (CE) n° 1019/2002 de la Commission du 13 juin 2002, relatif aux normes commercialisation de l'huile d'olive. *J.O.C.E.* du 14.6.2002.



**21.** OLLIVIER D, SOUILLOL S, GUÉRÈRE M, PINATEL C, DURBEC JP, ARTAUD J (2001). Étude préliminaire en vue de la caractérisation des huiles d'olive vierges françaises. *Ann. Fals. Exp. Chim.*, 94, (956) : 273-280.

**22.** OLLIVIER D, ARTAUD J, PINATEL C, DURBEC JP, GUÉRÈRE M (2003). Triacylglycerol and fatty acid compositions of french virgin olive oils. Characterization by chemometrics. *J Agric Food Chem*, 51 : 5723-5731. n