

Contrôle de la sécurité sanitaire de l'huile d'olive vierge

Oléagineux, Corps Gras, Lipides. Volume 11, Numéro 3, 210-6, MAI-JUIN 2004, Qualité

Auteur(s) : Florence LACOSTE, Bénédicte SOULET, Jean-Noël ARNAUD, Evelyne BRENNE, Hervé LECHAT

Institut des Corps Gras, ITERG, Rue Monge – 33600 Pessac

ARTICLE

L'huile d'olive vierge, dont la consommation en France a plus que doublé en près de dix ans, est un produit d'exception à plusieurs niveaux. C'est en effet la seule huile vierge qui bénéficie d'une médiatisation importante vantant ses propriétés nutritionnelles et son goût, avec l'appui de la communauté scientifique. Pour cela, la contribution du Conseil oléicole international [1], chargé d'administrer l'accord international sur l'huile d'olive et les olives de table, a été remarquable notamment par ses campagnes de promotion et d'information du consommateur et ses travaux de réglementation et de normalisation du marché oléicole. C'est également la seule huile pour laquelle un encadrement réglementaire très élaboré a été mis en place en Europe, relayé par des spécifications particulières dans le cadre de la normalisation du commerce international, qui vise à contrôler sa qualité par des tests physico-chimiques et sensoriels [2]. C'est enfin une huile dont 95 % de la quantité consommée en France, soit 95 000 tonnes (2002/2003), sont produits à l'étranger et plus particulièrement dans les principaux pays européens producteurs : Espagne, Italie, Grèce. En dépit de ses nombreux atouts, l'huile d'olive vierge est considérée comme un produit fragile vis-à-vis du risque d'éventuelles contaminations, car elle ne subit pas de purification supplémentaire comme c'est le cas des huiles de tournesol ou de colza qui sont raffinées. Il est donc primordial d'établir un contrôle vigilant de la qualité sanitaire des huiles d'olive vierges, ceci afin de protéger la santé des consommateurs et l'image de marque de ce produit. Rappelons que le monde de l'oléiculture a subi quelques « crises sanitaires », telles que celles engendrées par la détection de perchloréthylène ou de solvants aromatiques dans les huiles d'olive, respectivement en 1987 et 1994. A chaque fois, il a été nécessaire de mener des travaux de recherche des causes puis de procéder à la mise en place d'améliorations technologiques limitant la contamination mise à jour. Afin de détecter ces éventuelles contaminations et d'y remédier, il faut d'une part posséder des méthodes analytiques sensibles et éprouvées et d'autre part maintenir une surveillance régulière. La mise en place de plans de surveillance de la contamination éventuelle des huiles d'olive vierges est donc vivement conseillée. Son objectif est de fournir une connaissance du niveau et de l'évolution d'une contamination spécifique, de prévoir et anticiper des événements préjudiciables, d'établir un dossier consistant et actualisé pour affronter une situation de crise. Cet article abordera successivement quatre types de risque identifiés comme à surveiller pour la filière oléicole. Pour chacun d'eux un examen des méthodes analytiques disponibles et des niveaux de contamination sera réalisé.

Détection de contaminants issus de la technologie ou de l'environnement

Solvants chlorés

La présence de perchloréthylène (ou tétrachloroéthylène) dans les huiles d'olive, détectée en 1987, avait vraisemblablement pour origine une mauvaise utilisation de la méthode de dosage de l'huile dans les olives à l'aide de l'appareil FOSS-LET. En effet, cette analyse consistait à broyer les olives dans du perchloréthylène afin de réaliser une mesure de densité après filtration. L'examen de plus de 200 échantillons au cours de l'année 1988, réalisé par les services de la Répression des fraudes, avait montré que le problème concernait essentiellement les huiles d'olive vierges d'importation dont la teneur moyenne était de 197 µg/kg [3]. Des travaux complémentaires de l'ITERG prouvaient que plus de 50 % des échantillons contenaient moins de 100 µg/kg [4].

Afin de garantir la commercialisation de produits sains, une réglementation européenne limitant la teneur maximale en perchloréthylène à 0,10 mg/kg a été mise en place dès août 1988. Cette réglementation fournissait une méthode d'analyse basée sur le dosage de ce dérivé chloré dans l'espace de tête de l'échantillon d'huile, par chromatographie en phase gazeuse avec une détection spécifique (capture d'électrons). Depuis, la réglementation a été étendue à l'ensemble des solvants halogénés et la limite fixée est de 0,20 mg/kg [5], tout en conservant une limite de 0,10 mg/kg pour les composés détectés individuellement.

A l'heure actuelle, la présence de solvants chlorés ne constitue plus un risque pour le consommateur, puisque les échantillons contrôlés à l'ITERG sont toujours inférieurs aux limites de quantification (0,002 mg/kg pour le perchloréthylène).

Hydrocarbures aromatiques volatils

En 1994, une analyse faite en Allemagne sur une soixantaine d'échantillons d'huiles d'olive vierges a révélé la présence de traces d'hydrocarbures aromatiques volatils : benzène, toluène, éthyl-benzène, xylène et styrène. Ces résultats ont été confirmés au niveau français (tableau 1) (*Tableau 1*) par une étude menée sur des échantillons issus de différentes récoltes [6]. Les composés majoritaires sont le styrène, les xylènes (isomères o, m et p) et le toluène.

La difficulté du dosage des faibles quantités de substances volatiles dans les huiles d'olive vierges résulte de la richesse de ces huiles en composés d'arômes, qui interfèrent avec les hydrocarbures aromatiques volatils lors de l'analyse chromatographique. Pour être juste et précise, cette détermination requiert l'analyse de l'espace de tête (statique ou dynamique) de l'échantillon par couplage de la chromatographie en phase gazeuse avec une détection par spectrométrie de masse [2, 6, 7].

Des hypothèses quant à l'origine de ces composés ont été émises, comme la dégradation de constituants d'origine naturelle au cours du stockage des olives [6], mais aussi la pollution atmosphérique au niveau des moulins par les gaz d'échappement des véhicules ou des engins agricoles [7]. La première hypothèse pourrait expliquer l'augmentation de la teneur en styrène observée au cours du stockage des olives avant leur transformation. Quant à la dernière hypothèse, elle est basée sur le fait que la teneur moyenne en hydrocarbures aromatiques volatils est plus importante dans des huiles issues d'un procédé traditionnel de pression que pour celles issues d'un procédé continu de centrifugation (*figure 1*).

Il n'existe pas de réglementation dans le cas des huiles d'olive, bien que des valeurs limites aient été proposées en Allemagne [8] (tableau 2)

Bien que certains échantillons dépassent les limites fixées en Allemagne, un avis du Comité scientifique européen sur les aliments datant de 1999 [9] a considéré qu'il était peu probable, compte tenu des concentrations enregistrées, que l'ingestion de benzène, toluène, xylènes, éthylbenzène et styrène via les aliments, y compris par l'huile d'olive, puisse constituer un risque pour la santé et que la contribution d'autres sources, particulièrement via l'inhalation, était plus importante.

Tableau 1 Teneurs moyennes en hydrocarbures aromatiques volatils dans les huiles d'olive vierges d'origine française et européenne (hors France) [6].

Pays	Nombre d'échantillons	Teneurs en :	benzène	toluène	éthylbenzène	xylènes	styrène	Total
CEE	72	µg/kg	5	24	8	41	144	222
%	2,3	10,8	3,6	18,5	64,9			
France	253	µg/kg	12	93	33	108	156	402
%	3,0	23,1	8,2	26,9	38,8			

Tableau 2 Limites maximales pour les hydrocarbures aromatiques volatils fixées en Allemagne [8].

Composé aromatique	Valeurs limites proposées (µg/kg)
benzène	50
toluène	180
éthylbenzène	50
xylènes (o,m,p)	280
styrène	640

Hydrocarbures aromatiques polycycliques

Bien que la présence des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) dans les huiles végétales soit majoritairement due au séchage direct par des gaz de combustion des matières premières comme les pépins de raisin ou le coprah, il est aussi possible que la pollution atmosphérique induise une contamination des huiles. C'est vraisemblablement le cas de l'huile d'olive puisque les olives ne subissent aucun séchage avant leur trituration.

Dans l'attente d'une réglementation européenne en préparation, le code des bonnes pratiques de FEDIOL ou la résolution du Conseil Oléicole International [10] devraient être suivis (Internet : www.fediol.be/codes/cop_pah.pdf et www.internationaloliveoil.org/downloads/Res4f.pdf).

Ce dernier texte concerne sept HAP connus pour leur toxicité (benzo[a]anthracène, benzo[b]fluoranthène, benzo[k]fluoranthène, benzo[a]pyrène, dibenzo[a,h]anthracène, benzo[g,h,i]pérylène, indéno[1,2,3-cd]pyrène), ainsi qu'un autre congénère peu souvent mentionné, le benzo[e]pyrène. Chaque HAP est limité à 2 µg/kg et leur somme doit être inférieure ou égale à 5 µg/kg.

La détermination de la totalité des HAP présents dans les corps gras est rendue délicate par le faible niveau de chaque HAP à quantifier et la complexité des étapes d'extraction et de purification. La seule méthode faisant l'objet d'une norme (NF EN ISO 15302) concerne la détermination de la teneur en benzo[a]pyrène. Un projet de méthode fourni par l'ITERG est en cours d'évaluation dans le cadre des travaux du sous-comité ISO/TC34/SC11 des « Corps gras d'origines animale et végétale ». Il permet la quantification de 12 HAP dans les corps gras, avec une limite de quantification de 0,2 µg/kg pour tous les composés analysés, à l'exception des fluoranthène et benzo[g,h,i]pérylène où celle-ci est de 0,3 µg/kg, ainsi que de l'indéno[1,2,3-cd]pyrène pour lequel la limite de quantification atteint 1 µg/kg [11]. Cette méthode, initialement développée pour les huiles de pépins de raisin et les huiles de coprah, peut être également utilisée pour d'autres huiles végétales telles que les huiles de colza, tournesol, soja et olive.

Peu d'études publiées portent sur la teneur en HAP des huiles d'olive vierges. L'une des plus récentes fait le bilan de la contamination d'une cinquantaine d'échantillons pour 13 HAP [12] :

- - 6 HAP de moindre toxicité : fluorène, phénanthrène, anthracène, fluoranthène, pyrène, chrysène,
- - 7 HAP plus toxiques faisant partie de la liste de composés à surveiller selon le Conseil Oléicole International [10] : benzo[a]anthracène , benzo[b]fluoranthène, benzo[k]fluoranthène, benzo[a]pyrène, dibenzo[a,h]anthracène, benzo[g,h,i]pérylène, indéno[1,2,3-cd]pyrène.

Les résultats de cette étude montrent que les HAP de moindre toxicité sont prépondérants puisque la répartition de leur somme, en termes de teneurs, est équivalente à celle des HAP totaux (*figure 2*). Les teneurs en HAP totaux varient en effet entre 3 et 149 µg/kg alors que les teneurs globales en HAP de moindre toxicité sont comprises entre 3 et 140 µg/kg. Le phénanthrène est le composé majoritaire avec une concentration maximale de 53 µg/kg, suivi du fluoranthène (max : 53 µg/kg) et du pyrène (max : 28 µg/kg).

Les teneurs individuelles en HAP de toxicité élevée sont nettement plus faibles, puisqu'elles sont inférieures ou égales à 2 µg/kg à l'exception de celles relatives au benzo[a]anthracène (*figure 3*). Pour ce composé, seuls 2 échantillons sur 51 dépassent cette valeur cible de 2 µg/kg, fixée par le Conseil oléicole international pour les huiles de grignons d'olive [10]. Le traceur choisi par FEDIOL, le benzo[a]pyrène, est quant à lui inférieur à 1 µg/kg, valeur cible du code FEDIOL, à l'exception d'un échantillon de teneur égale à 1,2 µg/kg.

L'examen de ces résultats prouve que la contamination des huiles d'olive vierges en hydrocarbures aromatiques polycycliques de toxicité élevée est relativement faible. Cependant, il est souhaitable de maintenir un contrôle régulier de la teneur en benzo[a]pyrène dans les huiles d'olive vierges en vue de la mise en place annoncée d'une réglementation européenne qui, d'après les informations disponibles à ce jour, pourrait concerner dans un premier temps uniquement ce traceur.

Détection de métaux lourds issus de l'environnement : cadmium et plomb

Les métaux lourds tels que le plomb et le cadmium, parfois retrouvés en quantité très faible dans les corps gras, sont le plus souvent liés à la contamination de l'environnement : rejets industriels, gaz d'échappement des automobiles, épandage de boues industrielles. Le transfert des métaux du sol aux cultures a fait l'objet de travaux récents et les différents résultats sont à peu près unanimes, les éléments comme le plomb et le cadmium sont essentiellement retrouvés au niveau de la partie protéinique des graines oléagineuses et très peu dans l'huile [13].

Le dosage des métaux lourds dans les huiles végétales est le plus souvent réalisé par absorption atomique avec four graphite, après une simple dilution dans un solvant [14]. Cette méthode a d'ailleurs été retenue par la normalisation internationale [15, 16]. Les limites de quantification obtenues sont très basses : 10 µg/kg pour le plomb et 2 µg/kg pour le cadmium. Pour les huiles végétales, la réglementation européenne fixe une limite pour le plomb de 0,1 mg/kg [17], mais aucune valeur n'a été fixée pour le cadmium bien que cet élément soit plus toxique. Cette différence provient vraisemblablement des teneurs très faibles en cadmium des huiles, comparativement à d'autres sources alimentaires, telles que les abats, les mollusques et les crustacés, les volailles et les œufs [18, 19].

Les données fournies par la bibliographie [20-22] montrent qu'effectivement les teneurs en plomb dosées dans les huiles d'olive sont supérieures à celles en cadmium (*figure 4*) et tableau 4).

D'autre part, il apparaît que le procédé par pression augmente le transfert du plomb de l'olive vers l'huile, comparativement au procédé par centrifugation (tableau 3).

A l'exception d'un échantillon italien analysé en 1993 [22], toutes les huiles étudiées contiennent moins de 0,1 mg/kg de plomb et sont donc conformes à la réglementation européenne.

Les données présentées dans le tableau 4 confirment que la contamination en cadmium est très limitée puisque les teneurs enregistrées ne dépassent pas 0,002 mg/kg [21, 23].

En conclusion, la présence de métaux toxiques dans les huiles d'olive vierges, tels que le plomb et le cadmium, ne constitue pas un risque pour le consommateur. Cependant, dans le cadre de la mise en place de plans de surveillance de la contamination potentielle des huiles d'olive vierges, la teneur en plomb pourrait être un paramètre à sélectionner afin de s'assurer du respect de la réglementation.

Tableau 4 Teneurs moyennes en cadmium dans les huiles d'olive vierges commercialisées en France (1996) et de production italienne (1999-2000). D'après [23, 21].

Cadmium (mg/kg)	France [23]		Italie [21]
coopératives	commerce		
Nombre d'échantillons	20	20	82
Teneur maximale (mg/kg)	0,002	0,002	0,002
Cd ≤ 0,002 mg/kg	100 % des échantillons	100 % des échantillons	100 % des échantillons

Tableau 3 Influence du procédé d'obtention sur la teneur en plomb dans les huiles d'olive vierges, production italienne (1993). D'après [12].

Plomb	Centrifugation	Pression
Nombre d'échantillons	43	26
Moyenne (mg/kg)	0,008	0,023
Teneur maximale (mg/kg)	0,080	0,272
Pb ≤ 0,020 mg/kg	91 % des échantillons	73 % des échantillons
0,020 < Pb ≤ 0,100 mg/kg	9 % des échantillons	27 % des échantillons
> 0,100 mg/kg	-	1 échantillon

Détection de résidus de pesticides : cas des organophosphorés et des pyréthrinoïdes

Afin de limiter l'attaque des oliveraies par les ravageurs (mouche de l'olivier) et maintenir ainsi un niveau de production élevée, des traitements phytosanitaires sont utilisés pour la culture des olives. Environ une trentaine de molécules sont préconisées par l'ACTA en oléiculture, dont les plus utilisées sont les pesticides organophosphorés et les pyréthrinoïdes. Etant donné leur toxicité et le développement de la consommation de l'huile d'olive vierge, une attention toute particulière doit être apportée aux problèmes de sécurité alimentaire posés par ces contaminants. Signalons que la réglementation française et la normalisation internationale (CODEX Alimentarius) dans ce domaine, concernent majoritairement les olives et pour quatre pesticides organophosphorés l'huile d'olive vierge ou raffinée (tableau 5).

Il est donc nécessaire de s'assurer, par une surveillance systématique (enquête ou plan de surveillance), que la qualité de l'huile d'olive vierge reste optimale. Pour atteindre cet objectif, il faut disposer de méthodes analytiques performantes permettant le contrôle de nombreux échantillons pour la plupart des pesticides autorisés en oléiculture. Les méthodes développées font appel à des étapes d'extraction par solvant, de purification sur cartouche de silice greffée C18 et/ou de florisil,

puis à une analyse par chromatographie en phase gazeuse avec une détection spécifique, thermoïonique pour les organophosphorés et capture d'électrons pour les organochlorés [24].

Depuis une dizaine d'années, l'ITERG réalise régulièrement un état des lieux de la contamination des huiles d'olive vierges par des résidus phytosanitaires. L'analyse des composés organophosphorés dans 121 échantillons d'huiles d'olive vierges produites en 2000/2001 et 2001/2002, provenant de cinq pays européens (Espagne, Italie, Grèce, France et Portugal), n'a pas montré de contamination excédant les limites maximales en résidus réglementaires (LMR). Ainsi, environ 95 % des échantillons analysés présentent des teneurs en composés organophosphorés inférieures à 0,050 mg/kg (*figure 5*). Seuls 5 échantillons ont montré des teneurs supérieures à 0,100 mg/kg mais inférieures à 0,300 mg/kg.

Les niveaux de contamination observés en 2001/2002, à peu près semblables à ceux de la saison 2000/2001, confirment les progrès réalisés depuis les campagnes de production 1995/1996 et 1996/1997.

Le fenthion, présent dans 31 % des échantillons analysés, reste le plus répandu des résidus organophosphorés (tableau 6). Avec une valeur moyenne de 0,087 mg/kg, une teneur maximale enregistrée de 0,250 mg/kg ou de 0,839 mg/kg si son métabolite (le fenthion sulfoxyde) est considéré, les teneurs en fenthion restent dans tous les cas inférieures à la LMR fixée à 1 mg/kg par le CODEX, et ne présentent donc pas de risque pour la santé. Un certain nombre d'autres molécules ont été détectées en moindre quantité : méthidathion, chlorpyrifos, diméthoate, diazinon et fénitrothion.

Une étude italienne récente montre que le fenthion est également le résidu majoritaire, avec le diméthoate, pour 48 huiles d'olive de Sicile de la récolte 2003-2003 [26]. Ces deux résidus sont en effet présents dans 13 % des échantillons avec des concentrations maximales relativement faibles, respectivement 0,032 et 0,042 mg/kg. Le fenthion est aussi l'un des insecticides les plus utilisés en Grèce [27, 28], ce qui explique que tous les échantillons d'huile d'olive examinés présentent des traces de fenthion, avec des teneurs comprises entre 0,007 et 0,24 mg/kg. En tenant compte des différents métabolites, les teneurs en « fenthion total » sont alors comprises entre 0,007 et 1,57 mg/kg, ce qui montre l'importance de prendre en compte le dosage du fenthion sulfoxyde et du fenthion sulfone.

En ce qui concerne la présence de pyréthriinoïdes, l'étude de l'ITERG a conduit à un résultat négatif pour les 34 échantillons analysés [25]. Ce résultat est confirmé par des travaux réalisés sur des huiles d'olive vierges produites en Grèce où pour 338 échantillons examinés [29], seulement deux contiennent des traces de λ -cyhalothrine (0,02 mg/kg) et de cyperméthrine (0,04 mg/kg).

En conclusion, les huiles d'olive consommées en France sont saines et ne présentent pas de risques pour les consommateurs. Cependant, à l'heure où la réglementation a tendance à diminuer les LMR et où le nombre de matières actives autorisées est revu à la baisse, un suivi régulier des résidus présents dans les huiles d'olive vierges s'impose afin de s'assurer de la conformité des produits mis sur le marché. C'est pourquoi l'ITERG a mis en place en 2003, un « observatoire huile d'olive vierge » couvrant plus d'une vingtaine de molécules, en concertation avec les organisations professionnelles et les industriels français concernés. Les sociétés qui y ont adhéré, fournissent un nombre fixe par an de données d'auto-contrôle, obtenues en faisant appel à des laboratoires sous-traitants sélectionnés

sur la base d'essais d'intercomparaison. La mutualisation de ces résultats permet ainsi de disposer de données cohérentes, représentatives et surtout actualisées.

Tableau 5 Liste des molécules organophosphorées et pyréthrinoïdes et limites maximales en résidus autorisées (LMR).

Pesticide	Réglementation française	CODEX Alimentarius	
	LMR dans les olives (mg/kg)	LMR dans les huiles d'olive (mg/kg)	
Azinphos éthyle	0,05	—	—
Azinphos méthyle	0,5	—	—
Carbophénothion(* 1987)	—	—	—
Chlorpyriphos éthyle	0,05	—	—
Cyfluthrine	0,02	—	—
λ-Cyhalothrine	0,02	—	—
Cyperméthrine	0,05	—	—
Deltaméthrine	0,1	0,1	—
Diazinon	0,02	—	—
Dichlorvos	0,1	—	—
Diméthoate	2	1	0,05 (**)
Etrimfos(* 1997)	—	—	—
Fenitrothion	0,5	—	—
Fenthion	1	1	1
Heptenophos	0,1	—	—
Malathion	0,5	—	—
Méthidathion	1	1	2
Parathion éthyle	0,5	0,5	2

Perméthrine	0,05	1	—
Phosphamidon	0,15	—	—
Pirimiphos méthyle	0,05	5	—

(*) Indique que ce pesticide n'est plus fabriqué ou utilisé pour la protection des cultures, la date correspond à la dernière édition du « Pesticide Manual » dans laquelle apparaît ce pesticide.

(**) Valeur se rapportant à l'huile d'olive raffinée.

Tableau 6 Liste des composés organophosphorés majoritairement détectés dans les huiles d'olive consommées en France – Données de l'ITERG (25).

Pesticide	Proportion d'échantillons positifs	Teneur maximale mesurée (µg/kg)
Fenthion + fenthion sulfoxyde	31 %	839
Chlorpyrifos	15 %	22
Méthidathion	9 %	65
Diméthoate	9 %	18,7
Fenitrothion	8 %	30,8
Diazinon	5 %	46,6
Pirimiphos méthyle	4 %	< 10
Parathion éthyle	1 %	< 20
Malathion	1 %	< 10
Etrimfos	1 %	< 10

Détection des mycotoxines

Bien que les olives ne constituent pas un substrat oléagineux particulièrement favorable à la production d'aflatoxine B1 et d'ochratoxine A, les produits oléicoles peuvent néanmoins être considérés comme susceptibles d'être contaminés par ces deux mycotoxines. En effet, les conditions de stockage des olives, température et humidité élevées, sont des conditions propices au développement de moisissures.

Les méthodes d'analyse utilisées pour les doser dans l'huile, font appel à des techniques très diverses : CCM, HPLC, infra-rouge, kits Elisa. Cependant, s'agissant d'analyse de traces (quelques $\mu\text{g}/\text{kg}$), il est nécessaire d'extraire préalablement les mycotoxines (mélange méthanol/eau le plus souvent), puis de les purifier sur gel de silice ou colonnes d'immuno-affinité [30]. La sensibilité de l'analyse par chromatographie liquide haute performance avec une détection fluorimétrique est excellente puisque les limites de détection sont respectivement de 0,005 et 0,056 $\mu\text{g}/\text{kg}$ pour l'ochratoxine A et l'aflatoxine B1.

Bien que la présence de *Penicillium* et d'*Aspergillus*, dont *flavus* et *ochraceus*, ait été détectée dans les olives et les grignons, aucune ne sécrète de fortes concentrations de mycotoxines dans les olives. Cependant, les analyses assez anciennes de produits du commerce ont permis de mettre en évidence la contamination, par aflatoxine B1 et ochratoxine A, de quelques échantillons d'huiles d'olive vierges à des teneurs inférieures à 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ pour l'aflatoxine B1 et de l'ordre de 40 $\mu\text{g}/\text{kg}$ pour l'ochratoxine A [31]. Ce sont surtout les huiles vierges extraites par pression d'olives conservées trop longtemps dans les petites huileries artisanales, et destinées à la consommation locale, qui semblent présenter le plus de risques de contamination [32]. Au cours de la pression, seule une faible proportion de l'aflatoxine initialement présente dans les olives, 5 à 10 %, passerait dans l'huile [33, 34].

Une étude menée sur une cinquantaine d'huiles d'olive vierges, produites en Grèce entre 1998 et 2001, permet de disposer de données récentes et fiables [30]. La prépondérance de l'ochratoxine A y est mise en évidence, puisque cette toxine est détectée dans 88 % des échantillons étudiés alors que l'aflatoxine B1 n'est présente que dans 12 % de ces mêmes échantillons. Les teneurs sont néanmoins faibles puisqu'elles ne dépassent pas respectivement 0,06 et 1,03 $\mu\text{g}/\text{kg}$, pour l'aflatoxine B1 et l'ochratoxine A (*figure 6*).

A titre indicatif, les teneurs en aflatoxine B1 dosées au cours de cette étude sont donc très nettement inférieures à la limite de 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$, fixée par le Conseil supérieur d'hygiène publique de France, pour toutes les huiles végétales vierges ou en mélange avec des huiles raffinées [35] (*figure 6*).

Bien que ces deux mycotoxines aient une toxicité avérée, la conclusion tirée par l'équipe de Markaki [30] est que les teneurs dosées dans les huiles d'olive vierges ne constituent pas un risque d'exposition très élevé pour le consommateur. Néanmoins, dans le cadre de la mise en place de plans de surveillance de la contamination potentielle des huiles d'olive vierges, la teneur en ochratoxine A pourrait être un paramètre à sélectionner afin de disposer de données plus nombreuses et surtout représentatives des produits consommés en France.

Conclusion

La notoriété de l'huile d'olive vierge ne pourra se maintenir que si sa qualité en termes de sécurité alimentaire est garantie. L'état des lieux fait dans cet article sur l'éventuelle contamination de l'huile d'olive vierge par un certain nombre de composés tels que les solvants chlorés, les hydrocarbures aromatiques volatils, les hydrocarbures aromatiques polycycliques, les métaux toxiques (cadmium et le plomb), les résidus de pesticides organophosphorés et pyréthrinoïdes, les mycotoxines et en particulier l'aflatoxine B1 et l'ochratoxine A, montre que la présence potentielle de ces contaminants

dans les huiles d'olive ne constitue pas un risque pour la santé des consommateurs. En effet, les résultats disponibles dans la littérature scientifique sont, pour la plupart, conformes à la réglementation en vigueur.

Cependant, la vigilance doit être maintenue en raison de la mise en place de réglementations de plus en plus strictes dans ce domaine. Afin de disposer de données fiables et actualisées, la mise en place de plans de surveillance sur des contaminants tels que les résidus de pesticides, le benzo[a]pyrène, le plomb, et l'ochratoxine A, est donc vivement conseillée.

Références

1 Le Conseil Oléicole International. OCL 1997 ; 4(5) : 338-40.

2 MORDRET F, COUSTILLE JL, LACOSTE F. Méthodes physico-chimiques d'analyse des huiles d'olive. OCL 1997 ; 4(5) : 364-9.

3 OLLIVIER D, GARETIER T, DUPLATRE A, TISSE C, GUERERE M. Le point sur le dosage du perchloréthylène dans les huiles d'olive. Ann Fals Exp Chim 1990 ; 83(884) : 19-27.

4 ITERG, Rapport d'Activité des Laboratoires (1988), document non publié

5 Texte consolidé du Règlement CEE n°2568/91 en date du 01/11/2003, relatif aux caractéristiques des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive ainsi qu'aux méthodes d'analyse afférentes

6 OLLIVIER D, GUERERE M. Recherche et dosage des hydrocarbures benzéniques dans l'huile d'olive vierge. Ann Fals Exp Chim 1990 ; 93(950) : 67-82.

7 MORCHIO G, SPADONE JC, BRACCO U. Volatile aromatic hydrocarbons in edible vegetable oils with particular reference to virgin olive oil. Riv Ital Sostanze Grasse 1994 ; 71 : 491-502.

8 Comité de contrôle des denrées alimentaires, Séance extraordinaire Hambourg, 14 avril 1994

9 Commission Européenne DG XXIV, Scientific Committee on Food, « Opinion on certain aromatic hydrocarbons present in food » en date du 20/1/1999.

10 Conseil Oléicole International - Résolution n° RÉ5-4/85-IV/01 Détection des hydrocarbures aromatiques polycycliques dans les huiles de grignons d'olive.

11 LACOSTE F, RAOUX R, DUBOIS D, SOULET B. Problématiques des hydrocarbures aromatiques polycycliques dans les corps gras. OCL 2003 ; 10(4) : 287-95.

12 MORET S, PIANI B, BORTOLOMEAZZI R, CONTE LS. HPLC determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in olive oils. Z Lebensm Unter Forsch A 1997 ; 205 : 116-20.

13 BERNARD-BITAUD C, BOURRIE B, BURGHART P, EVRARD J, LACOSTE F, PAGES X. Heavy metals transfer from soil to rapeseed oil, 2nd Euro Fed Lipid Congress, 6-8 Novembre 2002, Strasbourg, Communication

14 LACOSTE F, CASTERA A, LESPAGNE J. Dosage des métaux toxiques dans les corps gras : cadmium, plomb, étain, arsenic et chrome (méthodes et applications). Rev Franç Corps Gras 1993 ; 40(1/2) : 19-31.

15 NF EN ISO 15774. Corps gras d'origines animale et végétale - Détermination de la teneur en cadmium par spectrométrie d'absorption atomique à four graphite.

16 NF EN ISO 12193. Corps gras d'origines animale et végétale - Détermination de la teneur en plomb - Méthode par spectrométrie d'absorption atomique avec four en graphite.

17 Texte consolidé du Règlement CEE n°466/2001 en date du 02/01/2004, relatif aux teneurs maximales pour certains contaminants dans les denrées alimentaires

18 DECLOITRE F. La part des différents aliments dans l'exposition au plomb, au cadmium et au mercure en France. Cah Nutr Diét 1998 ; 33 : 167-75.

19 DABEKA W, MCKENZIE AD. Total diet study of lead and cadmium in food composites : preliminary investigations. J AOAC Int 1992 ; 75(3) : 386-94.

20 ITERG, Rapport d'Activité des Laboratoires (1997), sujet 4.2, document non publié.

21 LA PERA L, LOCOCO F, MAVROGENI E, GIUFFRIDA D, DUGO G. Determination of copper (II), lead (II), cadmium (II) and zinc (II) in virgin olive oils produced in Sicily and Apulia by derivative potentiometric stripping analysis. Ital J Food Sci 2002 ; 14(4) : 389-99.

22 DI BATTISTA T, CICHELLI A, SOLINAS M, ANGEROA F. L'analisi statistica multivariata applicata alla determinazione dei metalli in oli vergini di oliva estratti con diversi sistemi. Riv Ital Sostanze Grasse 1993 ; 70 : 541-8.

23 ITERG, Rapport d'Activité des Laboratoires (1998), sujet 4.2, document non publié.

24 RAOUX R, COUSTILLE JL, RAMBAUD S. Analyse des pesticides organochlorés, organophosphorés et des polychlorobiphényles dans les corps gras. Méthode d'extraction et de purification multicartouches. OCL 1997 ; 4(1) : 71-80.

25 SOULET B, LACOSTE F, ARNAUD JN. Survey on pesticide residues in virgin olive oils consumed in France, 5th European Pesticide Residues Workshop, 13-16 Juin 2004, Stockholm (Suède), Poster.

26 DI BELLA G, SALVO F, BRUZZESE A, LO TURCO V, DUGO G. Caratterizzazione degli oli di oliva vergini siciliani. Nota XII - Livelli di contaminazione da pesticidi organofosforici. Riv Ital Sostanze Grasse 2004 ; 81 : 148-51.

27 BOTITSI E, KORMALI P, KONTOU S, MOURKOJANNI A, STAVRAKAKI E, TSIPI D. Monitoring pesticide residues in olive oil samples : results and remarks between 1999 and 2002. Intern J Environ Anal Chem 2004 ; 84(1-3) : 231-9.

28 TSATSAKIS AM, TSAKIRIS IN, TZATZARAKIS MN, AGOURAKIS ZB, TUTUDAKI M, ALEGAKIS AK. Three-year study of fenthion and dimethoate pesticides in olive oil from organic and conventional cultivation. Food Addit Contam 2003 ; 20(6) : 553-9.

29 LENTZA-RIZOS CH, AVRAMIDES EJ, VISI E. Determination of residues of endosulfan and five pyrethroid insecticides in virgin olive oil using gas chromatography with electron-capture detection. J Chromatogr 2001 ; 921(2) : 297-304.

30 PAPACHRISTOU A, MARKAKI P. Determination of ochratoxin A in virgin olive oils of Greek origin by immunoaffinity column clean-up and high-performance liquid chromatography. Food Addit Contam 2004 ; 21(1) : 85-92.

31 TANTAOUI-ELARAKI A, LE TUTOUR B. Contamination éventuelle des olives et dérivés par les mycotoxines : le point. Oléagineux 1985 ; 40 : 8-9.

32 BELAICHE T. Effets de la contamination par *Aspergillus flavus* et *ochraceus* sur la qualité des olives. Ind Alim & Agricoles Janvier-février 2001.

33 GRACIAN J, AREVALO G. Presencia de aflatoxinas en los productos del olivar. Grasas y Aceites 1980 ; 31 : 167-71.

34 TANTOUUI-ELARAKI A, LE TUTOUR B, ABOUSSALIM A. Conséquences de la contamination des olives par des *Aspergilli* toxigènes sur la quantité et la qualité de l'huile de pression. Revue Française des Corps Gras 1983 ; 30(n°11/12) : 473-6.

35 Note de Service DGCCRF n°5662 du 12/12/1990 basée sur un avis du Conseil Supérieur d'Hygiène Publique de France

Illustrations

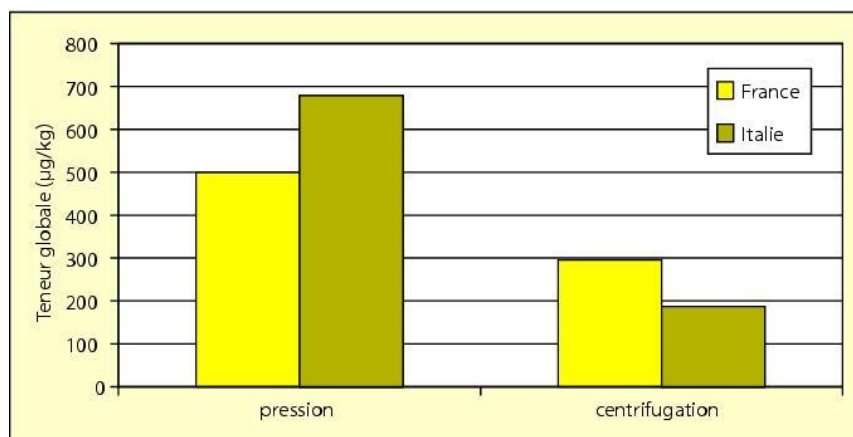


Figure 1 Effet du mode d'obtention de l'huile d'olive sur la teneur globale moyenne en hydrocarbures aromatiques volatils. D'après [6, 7].

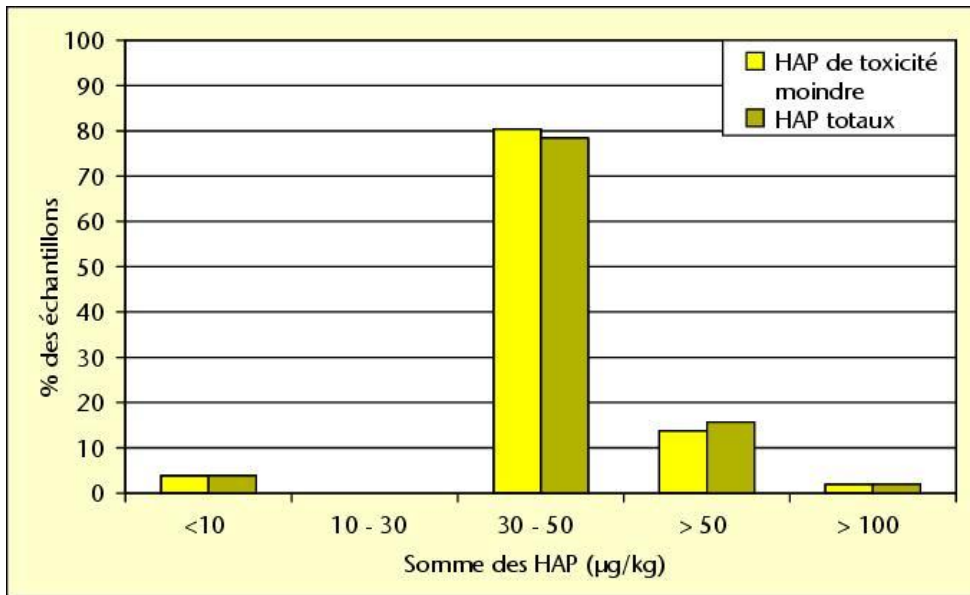


Figure 2 Répartition des teneurs en hydrocarbures aromatiques polycycliques de moindre toxicité (fluorène, phénanthrène, anthracène, fluoranthène, pyrène, chrysène) et hydrocarbures aromatiques polycycliques totaux dans une cinquantaine d’huiles d’olive vierges. D’après [12].

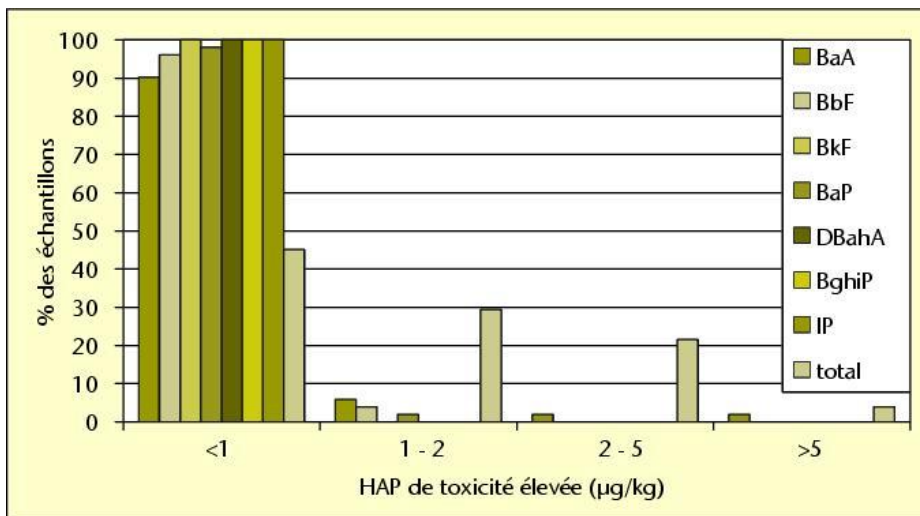


Figure 3 Répartition des teneurs en hydrocarbures aromatiques polycycliques de toxicité élevée dans une cinquantaine d’huiles d’olive vierges. D’après [12]. benzo[a]anthracène (BaA), benzo[b]fluoranthène (BbF), benzo[k]fluoranthène (BkF), benzo[a]pyrène (BaP), dibenzo[a,h]anthracène (DBahA), benzo[g,h,i]pérylène (BghiP), indéno[1,2,3-cd]pyrène (IP).

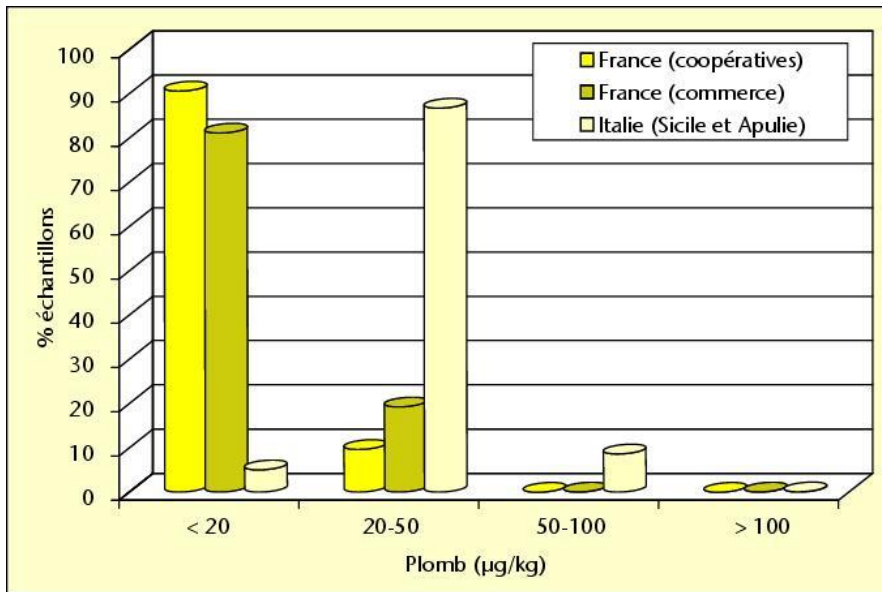


Figure 4 Teneurs moyennes en plomb dans les huiles d'olive vierges commercialisées en France (1996) et de production italienne (1999-2000). D'après [20, 21].

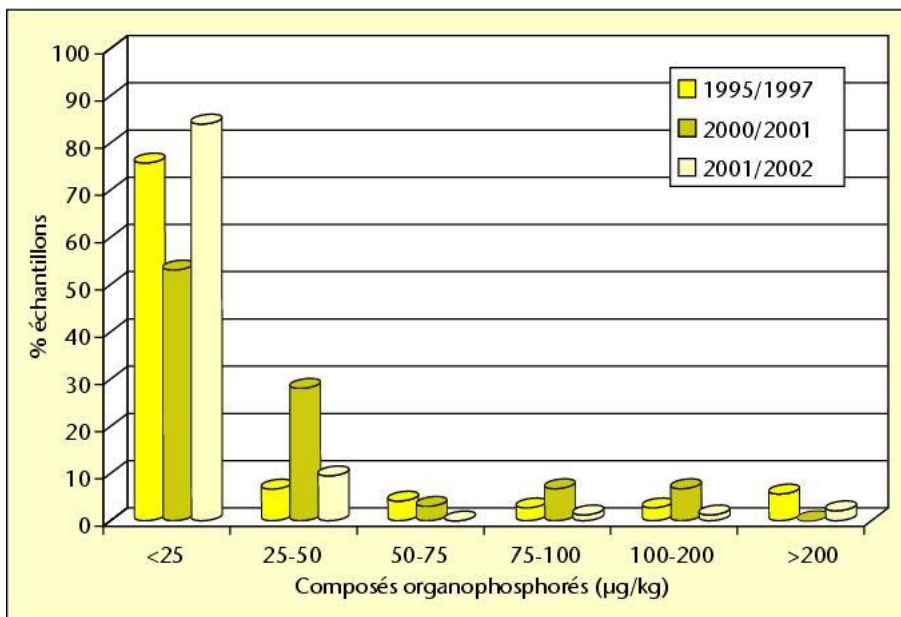


Figure 5 Niveaux de contamination des huiles d'olive vierges consommées en France par des composés organophosphorés (hors métabolites) – Données de l'ITERG.

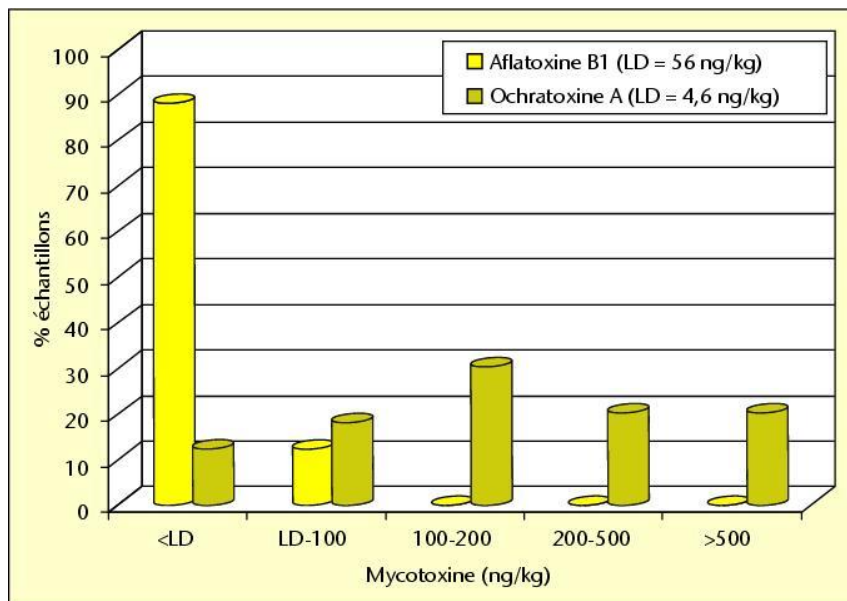


Figure 6 Niveaux de contamination des huiles d'olive vierges par l'aflatoxine B1 et l'ochratoxine A (LD : limite de détection). D'après [30].