

# MISE AU POINT SUR UNE METHODE RAPIDE DE RECHERCHE DU TRICRESYLPHOSPHATE DANS LES HUILES ALIMENTAIRES

V. TOUBOL \*

L'auteur a été assez surpris de trouver, dans un numéro de l'organe officiel de la Société des experts-chimistes de France \*\*, une appréciation erronée de la méthode rapide qu'il a utilisée pour le contrôle des huiles alimentaires au Maroc, en vue du dépistage du Tricrésylphosphate dans ces huiles.

Les signataires de cet article — qui se sont référés aux travaux de l'Institut national d'hygiène du Maroc parus dans la Semaine des hôpitaux de Paris (N° 52) — sont, sans doute, assez mal renseignés, car ce procédé mis au point par l'auteur et ses collaborateurs du Laboratoire officiel d'analyses et de recherches chimiques de Casablanca, a permis de contrôler en un laps de temps très court des milliers d'échantillons.

Ce contrôle a été suffisamment efficace pour que cesse, en peu de temps, une intoxication qui, jusqu'à la découverte de ses origines par les services d'hygiène, aurait pu être encore plus grave qu'elle ne le fut.

Les services d'hygiène, en effet, par l'examen de nombreux échantillons de produits alimentaires, avaient déterminé que l'intoxication provenait des huiles, presque en même temps que le Laboratoire officiel décelait la qualité non marchande d'un prélèvement de cette denrée.

Le produit toxique défini comme étant le Tricrésylphosphate (T.C.P.), le Laboratoire fut appelé à rechercher d'urgence un moyen de contrôle de toutes les huiles du Maroc, y compris les dépôts de quelques litres.

La documentation rapidement compulsée fournissait de bonnes méthodes, sûres et sensibles, mais impraticables dans les circonstances présentes en raison de leur complexité. La nécessité de ne pas priver le pays d'une denrée essentielle et de lui fournir cette denrée avec toutes

---

\* Directeur du Laboratoire officiel d'analyses et de recherches chimiques de Casablanca.

\*\* Annales des falsifications et de l'expertise chimique, n° 642, juin 1962, p. 217. Al Awamia, 7, pp. 89-91, avril 1963.

les garanties de contrôle, non seulement pour assurer sa nourriture mais encore pour préserver un important commerce d'exportation de conserves à l'huile, nous a conduit à la simplification des méthodes employées jusqu'alors.

Cette obligation de simplifier à l'extrême a fait retenir un test dont l'origine est due à Denigés\*.

Un simple tube à essai et des réactifs courants (alcool rectifié à 95°, acide acétique, formol et acide sulfurique) suffisent pour réaliser ce test. Il dure cinq minutes, mais dix essais peuvent être réalisés en série pendant le même laps de temps.

Il est facile alors de comprendre que des milliers d'échantillons prélevés dans tout le Maroc aient pu être ainsi examinés avec toute la célérité désirable. Les retards étaient imputables plus aux opérations administratives (enregistrement, numérotation, établissement de procès-verbaux, de bulletins, etc.) qu'aux opérations techniques elles-mêmes.

Il va de soi que, pour éviter des conséquences graves, tout produit suspect était directement signalé par téléphone, et que des recherches plus complètes, suivies d'une procédure administrative très régulière, étaient appliquées à ces cas suspects.

Que vaut le procédé ? Il faut le juger d'après ses résultats. Les échantillons soumis étaient anonymes. Les huiles prélevées en plusieurs endroits (et parfois au même endroit, car il apparaissait que des cas d'intoxication semblaient dus à l'huile soumise à notre contrôle) ont, sans aucun doute, après examens distincts, fourni le même résultat. De nombreux particuliers qui suspectaient leur huile l'ont consommée, après le test, sans que se révèle la moindre intoxication.

Le laboratoire a autorisé la commercialisation de milliers de tonnes d'huile, après examen par ce test, et aucune intoxication n'est réapparue : c'est la meilleure preuve de la validité de la méthode essayée. Dans les cas douteux, difficiles à trancher, qui se sont toutefois présentés, on s'est trouvé dans l'obligation soit de risquer de léser le commerçant en lui condamnant sa marchandise, soit d'avoir recours à d'autres moyens d'investigation. Il a donc paru préférable d'utiliser une méthode d'analyse basée sur la détermination olfactive : on sait, en effet, que la mise en liberté de traces de crésyl est perceptible avec une acuité bien caractérisée.

Une saponification de 5 g d'huile, suivie d'une dessiccation au bain-marie en couche mince, une acidification par quelques gouttes d'acide chlorhydrique et, immédiatement, les traces de crésyl peuvent être décelées

---

\* Précis de Chimie analytique, 6<sup>e</sup> édition, 1930, p. 202.

par l'odorat. Des essais préalables, avec addition d'huile toxique en proportion infime, nous ont montré la sensibilité de ce procédé.

### Méthode d'analyse

Dans un tube à essai 18/18 on place 5 cm<sup>3</sup> d'huile à examiner et 10 cm<sup>3</sup> d'alcool rectifié à 95°. On agite énergiquement à la main et on abandonne pendant 2-5 minutes. L'alcool se décante rapidement. On fait passer la majeure partie de cet alcool décanté dans un autre tube à essai semblable et l'on y ajoute successivement 1 cm<sup>3</sup> d'acide acétique cristallisable, 2 ou 3 gouttes de formol puis, goutte à goutte pour éviter un échauffement trop rapide, de l'acide sulfurique concentré (1 cm<sup>3</sup> environ) tombant dans l'axe du tube. Il faut observer le parcours de l'acide depuis la surface jusqu'au fond du tube. La présence d'orthocrésol fait apparaître une coloration « rose pur » dès les premières gouttes, nettement distincte d'une coloration brunâtre provoquée par l'élévation de température après les premières gouttes d'acide et par la présence d'acides gras extractibles à l'alcool. La pratique, vite acquise au moyen d'essais témoins, permet de donner à ce test, extraordinairement rapide, une sensibilité largement suffisante.

Un litre d'huile minérale contenant de 2 à 3 % de T.C.P. mélangé à 3 l d'huile végétale, ce qui ramène la proportion de T.C.P. dans le mélange à 0,5 - 0,75 % représente, par 5 cm<sup>3</sup> examinés, environ 50 mg, soit 10 fois plus que le minimum indiqué par Denigés. Ainsi la fraude ne peut passer inaperçue, comme l'expérience l'a montré.

Si le moindre doute venait à s'élever pour une raison quelconque (forte coloration de l'huile, par exemple) un autre essai peut se substituer ou même s'ajouter au précédent pour établir une conviction certaine :

5 g environ d'huile suspecte sont saponifiés par de la potasse alcoolique comme pour établir un indice de saponification. Après 20 minutes d'ébullition sous réfrigérant ascendant, le contenu du ballon, encore chaud, est placé dans une capsule de porcelaine de forme plate et l'alcool chassé au bain-marie jusqu'à dessiccation. Sitôt sec et encore chaud, laisser tomber 5 à 10 gouttes d'acide chlorhydrique 2/1 sur toute la surface.

La présence de traces de T.C.P. est facilement reconnue par l'odeur caractéristique des phénols, même en présence de savon.

Cet essai extrêmement sensible, mais nettement plus long à exécuter, lève le doute qui pouvait subsister.

L'exposé ci-dessus doit avoir apporté la preuve de l'efficacité de cette méthode dans le dépistage du T.C.P. Sa rapidité et sa simplicité sont hors de doute.