

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'enseignement Supérieur et de la Recherche scientifique
Université de Blida 1



Faculté des sciences de la nature et de la vie

Département Agro-alimentaire

Mémoire de fin d'étude en vue de l'obtention de diplôme de Master en

Spécialité : Agro-alimentaire et contrôle de qualité

Filière : sciences Alimentaire

Domaine : Sciences de la nature et de la vie

THEME :

Evaluation de la durabilité de quelques huiles de tables

Présenté par :

Kerrat Tinhinane

Noubli Leila

Membres du jury :

Mme. FERNANE	MAA	Président	U. BLIDA 1
Mr. AMALOU	MAA	Promoteur	U. BLIDA 1
Mr. LOUNI	MAA	Examineur	U. BLIDA 1

Année universitaire 2019 - 2020

Remerciements

Nous remercions le bon Dieu tout puissant de nous avoir donné courage et volonté pour accomplir ce modeste travail.

Nous exprimons nos remerciements les plus distingués à notre encadreur M AMALOU DJAMAL pour son orientation, ses conseils, et son aide à progresser dans nos recherches grâce à son esprit critique et son soutien tout le long de la réalisation de ce modeste travail.

Comme nous tenons à remercier les membres du jury d'avoir accepté d'évaluer ce travail.

Un grand merci aux membres de CEVITAL pour leurs aides, leurs soutiens et le temps qu'ils ont bien voulu consacrer à nous tenons compagnie au cours de notre travail (M.Mourad et M. ALIANE KHELLAF). Nos remerciements s'adressent aussi, pour toute personne qui a participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Dédicaces

Je dédie ce travail :

À ma très chère mère : Ouali Yamina

Autant de phrases aussi expressives soient-elles ne sauraient montrer le degré d'amour et d'affection que j'éprouve pour toi. Tu m'as comblé avec ta tendresse et affection tout au long de mon parcours. Tu n'as cessé de me soutenir et de m'encourager durant toutes les années de mes études. J'implore Dieu, tout puissant, de vous accorder une bonne santé, une longue vie et beaucoup de bonheur.

À mon père pour tous ces sacrifices, encouragements, et attention, que Dieu te donner santé, bonheur et longue vie.

À mon frère IDIR à mes sœurs Lydia et aya, à qui je souhaite une vie pleine de bonheur, de santé et de réussite.

À l'âme de mon cher oncle AISSA

À mes cousines et à toute la famille kerrat et Ouali

À tous mes chères amies

MERCI

Kerrat Tinhinane

Dédicaces

Je dédie l'intégralité de ce travail à : Mes très chers parents qui se sont donnés beaucoup de peine dans la vie pour la réussite de leurs enfants, que dieu les protège.

A mes sœurs : sarah, kawthar, hala, khadija , qui ont toujours été pour moi un bon exemple à suivre,

A mes frères : Abdelghani, abdou

À toute ma grande famille

A mes chères amies

MERCI

Noubli LEILA

Sommaire

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Résumé

Introduction

Chapitre I : synthèse bibliographique

I	- Production des huiles végétale a l'échelle mondiale stable en 2017/2018, hausse attendue en 2018/2019.....	1
	1-soja.....	2
	2-colza.....	4
	3-tournesol.....	5
I	- Production des huiles végétales en Algérie.....	7
II	- Industrie des oléagineux.....	8
III	- Les huiles végétales.....	9
	1-les plantes oléagineuses.....	9
	2- Régions de culture des plantes oléagineuses.....	9
	3-les huiles végétales.....	10
IV	- Caractéristiques de quelques huiles	
V	- Composition des huiles végétales	
	1- La fraction saponifiable.....	12
	2-La fraction insaponifiable.....	13
VI	-Obtention des huiles alimentaire.....	16
	7.1-Préparation des graines.....	16
	7.2 Extraction des huiles.....	16
	7.2 La trituration des graines.....	16
VIII	-Raffinage des huiles.....	21
	8.1-But de raffinage.....	21
	8.2-type de raffinage.....	21
	8.3Etape de raffinage.....	22
IX	- Altération des huiles durant le stockage.....	24
	9.1-Altération biologique.....	24

9.2-Altération chimique.....	24
9.2.1-Acidification.....	24
9.2.2-Polymérisation.....	24
9.2.3-Isomérisation.....	25
9.2.4 Oxydation.....	25
X - stockage et conservation.....	28
XI - Caractère organoleptique des huiles.....	29

CHAPITRE II : Partie expérimentale

Matériel et méthode.....	30
1-matériel.....	31
2-Méthodes d'analyses.....	31
2.1-Echantillonnage.....	32
-Analyses chimiques.....	36
-Détermination de l'indice d'acide.....	36
-Détermination des traces de savon.....	37
-Détermination de l'ndice de peroxyde.....	38
-Détermination de la teneur en impuretés.....	39
-Détermination de la stabilité à l'oxydation ou test au Rancimat.....	40
-Analyses physiques.....	41
-Détermination de la couleur.....	41
-Détermination de la teneur en eau (Humidité).....	42
-Détermination de l'indice de réfraction.....	42
-Détermination de la Densité relative à 20°C.....	43

CHAPITRE III : Résultats et discussion

Résultats et discussion.....	44
-------------------------------------	-----------

-Résultats des Analyses chimique.....	45.
-Résultats des Analyse physique.....	48
Résultats de teste de rancimat.....	51

Conclusion générale

Références bibliographiques

Annexe

Liste des abréviations

- **MnT** : million de tonne métrique
- **Mt** : million de tonne
- **UE** : union européenne
- **USDA** : production mondiale d'oléagineux
- **COOH** : groupement acide
- **ODF** : Oléine doublement fractionnée

- **AG** : Acides gras
- **AGI** : Acides gras insaturés
- **AGS** : Acides gras saturés
- **AGMI** : Acides gras mono-insaturés
- **AGPI** : Acides gras polyinsaturés
- **IP** : Indice de peroxyde
- **IA** : Indice d'acide
- **ISO** : International standard organisation
- **Meq 02/Kg** : Milli équivalent d'oxygène actif/Kg de matière grasse
- **PET** : Polyéthylène téréphtalate
- **Fe** : fer
- **Cu** : cuivre
- **Sens** : photo sensibilisateur

Listes des figures

Figure1 : la production mondiale de graines oléagineuse.....	1
Figure 2 : production mondiale oléagineux.....	2
Figure03 : les surfaces de production oléagineuses.....	3
Figure 04 : les pays producteurs de colza.....	5
Figure 5 : tournesol production mondiale (MnT).....	6
Figure 6 : production des graines oléagineuses Algérie.....	7
Figure 07 : Régions de cultures des plus importantes plantes oléagineuses.....	10
Figure 08 : les familles des huiles avec leur compositions des acides gras.....	15
Figure09 : Schéma du procédé d'extraction de l'huile des graines de tournesol.....	20
Figure 10 : Raffinage des huiles par voie chimique.....	23
Figure11 : Différentes huiles commercialisées en Algérie.....	31
Figure 12 : schéma représentatif de l'étape de neutralisation.....	33
Figure 13 : schéma représentatif de l'étape de décoloration.....	34
Figure 14 : schéma représentatif de l'étape de désodorisation.....	35
Figure 15 : Représentation graphique d'indice d'acide.....	46
Figure 16 : Représentation graphique d'indice de peroxyde.....	47
Figure 17 : Représentation graphique de la densité.....	49
Figure 18 : Représentation graphique d'indice de réfraction.....	50
Figure 19 : Représentation graphique de Couleur lovibond.....	50
Figure 20 : Graphe représentant le temps d'induction obtenus par test de Rancimat pour l'huile Elio.....	52
Figure 21 : Graphe représentant le temps d'induction obtenus par test de Rancimat pour l'huile Fleurial.....	53
Figure 22 : Graphe représentant le temps d'induction obtenus par test de Rancimat pour l'huile Fridor.....	53
Figure 23 : Graphe représentant le temps d'induction obtenus par test de Rancimat pour l'huile de graine de tomate.....	54

Liste des tableaux

Tableau 01 : production, surfaces et rendements des graines oléagineuses en France.....	6
Tableau 02 : Caractéristiques physiques de quelques huiles.....	11
Tableau03 : Pourcentage en acides gras dans quelques huiles végétales.....	14
Tableau 04 :Opérations pratiquées lors de l'étape de préparation des graines et de pressage.....	17
Tableau 5 : Opérations pratiquées lors de l'étape d'extraction de l'huile résiduelle contenue dans le tourteau gras à l'hexane.....	19
Tableau 06 : caractéristiques organoleptique des huiles raffinés et l'huile d'olive.....	29
Tableau 07 : normes des huiles alimentaire.....	29
Tableau 08 : représentation des échantillons.....	32
Tableau 09 : résultats des paramètres chimiques des huiles de tables.....	45
Tableau 10 : résultats des paramètres physique des huiles de table.....	48
Tableau 11 : Les temps d'induction du test Rancimat.....	51

Résumé

L'objectif de cette étude est d'évaluer la durabilité de quelques huiles alimentaires commercialisées en Algérie, Elio, Fleurial, Fridor, en les comparant avec d'autres huiles (soja, graine de tomate, d'argan).

Les résultats obtenus ont permis de déduire que les huiles étudiées répondent à la norme de Codex Alimentarius et les normes de l'entreprise.

Commençant par l'indice de peroxyde qui nous renseigne sur le degré d'oxydation et d'altération des huiles, ces résultats varient entre 0,2 et 0,4 meq O₂/Kg MG qui répondent aux normes exigées par le codex STAN 210-1999 et les normes exigées par l'entreprise qui se fixe à 10 meq O₂/Kg MG.

Les résultats de l'évaluation de la stabilité oxydative par le test de Rancimat indiquent que les valeurs les plus élevées sont enregistrées chez l'huile d'argan (33 h), dues principalement à sa composition faible en acides gras polyinsaturés conjugués à sa teneur en antioxydants naturels (tocophérols, du squalène). L'huile de graine de tomate présente un temps d'induction intermédiaire (19,28h) et en 3^{ème} classe les huiles de soja, Fridor, Elio présentent avec une valeur qui se varie entre 14 à 15 h.

De manière générale, plus l'acide gras possède de doubles liaisons plus sa vitesse d'oxydation est élevée. L'oxydation des acides gras entraîne leur transformation en molécules qui peuvent s'avérer toxiques pour l'organisme.

Mot clé : huile alimentaire, analyses physicochimique, codex alimentaire, Rancimat

Abstract

The objective of this study is to assess the durability of some edible oils marketed in Algeria, Elio, Fleurial, Fridor, by comparing them with other oils (soy, tomato seed, argan).

The results obtained made it possible to deduce that the oils studied meet the standard of Codex Alimentarius and company standards.

Beginning with the peroxide index which tells us about the degree of oxidation and deterioration of oils, these results vary between 0.2 and 0.4 meq O₂ / Kg MG which meet the standards required by the codex STAN 210- 1999 and the standards required by the company which sets at 10 meq O₂ / Kg MG.

The results of the evaluation of the oxidative stability by the Rancimat test indicate that the highest values are recorded in argan oil (33 h), mainly due to its low composition in polyunsaturated fatty acids combined with its content natural antioxidants (tocopherols, squalene). Tomato seed oil has an intermediate induction time (19.28h) and in 3rd class soybean, fridor, elio oils have a value that varies between 14 and 15h.

In general, the more double acids the fatty acid has, the faster its oxidation rate. The oxidation of fatty acids leads to their transformation into molecules which can prove toxic to the organism.

Keyword: edible oil, physicochemical analyzes, food codex, Rancimat

تهدف هذه الدراسة إلى تقييم متانة بعض زيوت الطعام المسوقة في الجزائر ، إيو ، فلوريل ، فريدور ، بمقارنتها مع زيوت أخرى (فول الصويا ، بذور الطماطم ، الأركان). جعلت النتائج التي تم الحصول عليها من الممكن استنتاج أن الزيوت المدروسة تلبى المعيار معاير هيئة الدستور الغذائي وشركة. بدءاً بمؤشر البيروكسيد الذي يخبرنا عن درجة أكسدة الزيوت وتدهورها ، تختلف هذه النتائج بين 0.2 و 0.4 ميكروغرام O₂/Kg MG التي تلبى المعايير التي يتطلبها الدستور الغذائي STAN 210-1999 والمعايير المطلوبة من قبل الشركة التي تحدد 10 ميكروغرام O₂/Kg .MG

تشير نتائج تقييم الاستقرار التأكسدي بواسطة اختبار Rancimat إلى أن أعلى القيم مسجلة في زيت الأركان (33 ساعة) ، ويرجع ذلك أساساً إلى انخفاض تكوينه في الأحماض الدهنية غير المشبعة المتعددة مع محتواه مضادات الأكسدة الطبيعية (توكوفيرول ، سكوالين). يتميز زيت بذور الطماطم بوقت تحريض متوسط (19.28 ساعة) وفي زيوت الصويا من الدرجة الثالثة ، فريدور ، إيو لها قيمة تتراوح بين 14 و 15 ساعة. بشكل عام ، كلما زاد عدد الأحماض الدهنية ، زاد معدل الأكسدة. تؤدي أكسدة الأحماض الدهنية إلى تحولها إلى جزيئات يمكن أن تكون سامة للكائن الحي.

الكلمات الرئيسية: زيت الطعام ، التحليلات الفيزيائية الكيميائية

، الدستور الغذائي ، رانسيما

Introduction

Les huiles alimentaires jouent un rôle essentiel dans notre alimentation. Elles assurent tout d'abord une fonction nutritionnelle : elles contribuent à l'apport d'énergie, elles sont source d'acides gras indispensables, en particulier d'acide linoléique, et d'acide alphalinoléique. Elles contribuent à la qualité organoleptique des produits, leur apportant une texture onctueuse, crémeuse, fondante, un aspect brillant et une saveur spécifique. Enfin, elles assurent des fonctions technologiques, comme moyens de transfert de chaleur en cuisson (exemple des huiles de friture), assaisonnement, agents d'enrobage et de démoulage ou comme supports d'arômes et de colorants lipophiles (**Cuvelier et Maillard, 2002**).

Les huiles végétales les plus consommées au monde sont soja, colza et tournesol. Elles proviennent de l'extraction des graines oléagineuses. Les principaux pays producteurs des huiles sont les Etats-Unis, Canada et la Chine.

En Algérie, la consommation de l'huile est assurée pour une part importante par les huiles importées de l'étranger, qui doivent être traitées avant l'utilisation. Elles subissent un traitement de purification et de raffinage, la qualité des produits obtenus dépend de la qualité des matières premières, du procédé de fabrication, de la qualité de l'emballage et enfin des conditions de stockage.

Les huiles consommées sont constituées à 99 % de triglycérides et d'acides gras. Les composants mineurs sont la vitamine E, les phytostérols, les caroténoïdes, les phénols, ...etc. Les acides gras sont des molécules organiques en fonction du nombre d'atomes de carbone et de la nature des liaisons entre eux.

Les huiles alimentaires sont des huiles comestibles, fluides à la température de 15°C, Chaque huile est caractérisée par sa composition en acides gras de l'espèce dont elle est extraite.

Les lipides, ou graisses, comme les autres nutriments occupent une place très importante dans l'alimentation humaine. Ils sont indispensables au bon fonctionnement de l'organisme et fournissent une quantité d'énergie supérieure à celle apportée par les glucides.

Les caractéristiques d'une huile alimentaire de qualité se manifestent par un goût neutre, une bonne stabilité, une grande résistance à l'oxydation et une couleur claire.

Pour cela, les huiles brutes sont soumises aux différents processus du raffinage, qui regroupe quatre étapes essentielles : le dégommeage, la neutralisation, la décoloration et la désodorisation.

La qualité de l'huile dépend essentiellement de sa composition chimique et suivant les conditions de fabrication ou de conservation, les divers éléments constitutifs peuvent subir des modifications, en particulier des réactions d'oxydation, plus ou moins importantes pouvant porter préjudice à sa qualité organoleptique et nutritionnelle.

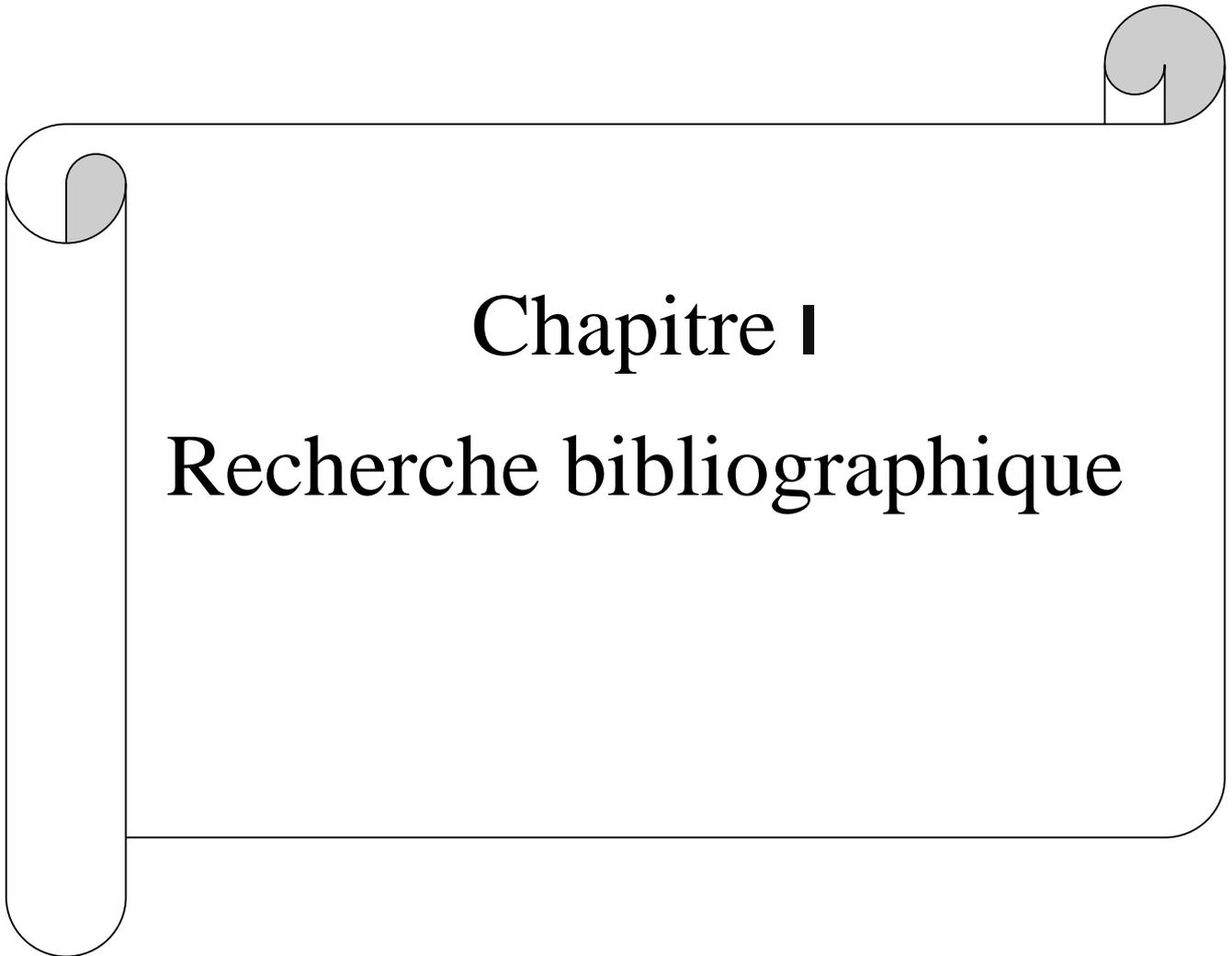
C'est dans cette optique que s'inscrit cette présente étude dont l'objectif de suivre l'évolution de la qualité et de la stabilité de quelque l'huile alimentaire produite par le complexe Cevital.

Ce travail comprendra trois parties:

Une première partie : Synthèse bibliographique dans laquelle nous rapportons des généralités sur la situation économique de la production oléagineuse, sur les huiles végétales et leurs compositions, ainsi que la méthode d'extraction et le processus de raffinage des huiles et leurs stockages et conservation.

Dans la deuxième partie nous décrivons les modes opératoires réalisés dans laboratoire de groupe du CEVITAL pour la détermination des caractéristiques physico-chimiques des huiles Elio, Fleurial, Fridor.

Dans la troisième partie, nous discuterons les différents résultats obtenus ensuite ces derniers sont comparé avec d'autres résultats donnée (huile d'argan, l'huile de soja raffinée, l'huile de graine de tomate).



Chapitre I

Recherche bibliographique

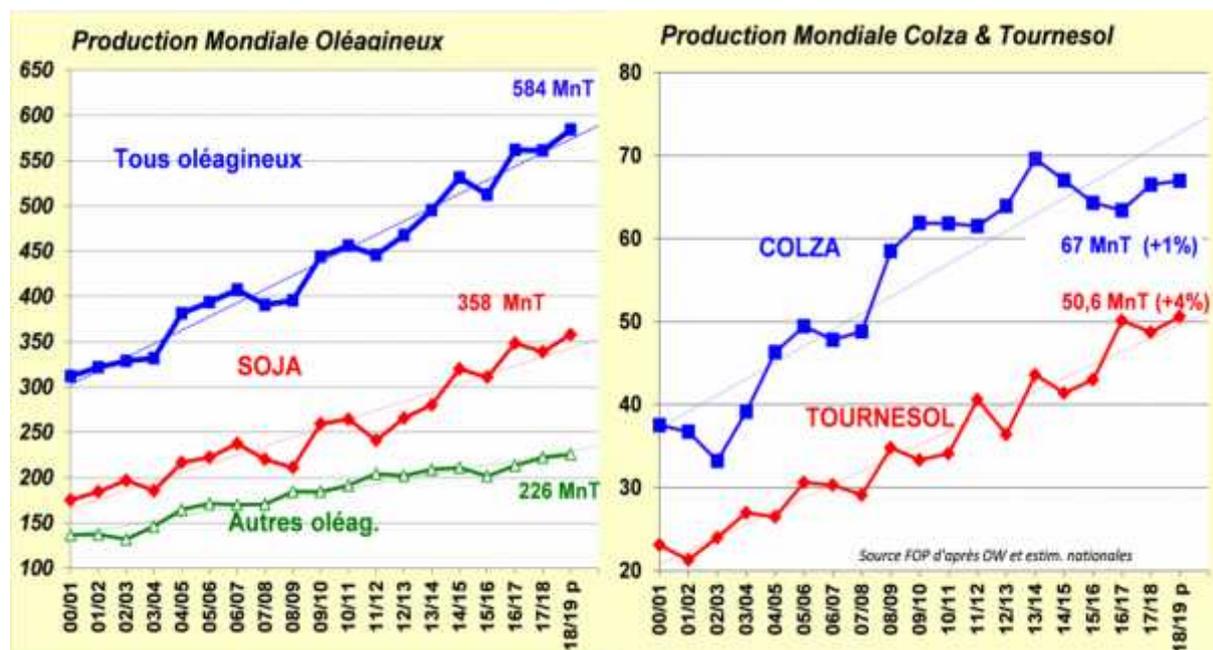
I Production des huiles végétale a l'échelle mondiale stable en 2017/2018, hausse attendue en 2018/2019

En 2017/2018 les surfaces en oléagineux ont progressé de 10 MnHa (+3,5%) à 289 MnHa. La sole mondiale a atteint 128 MnHa en soja, 34 MnHa en coton et en colza, 28 MnHa en tournesol et 27 MnHa en arachide. Mais les conditions climatiques ont été défavorables au soja en

Argentine et la production mondiale d'oléagineux s'est à peine maintenue, à 561 MnT. **(Anonyme, 2018)**

Pour la campagne 2018/19, les conditions climatiques sont correctes et l'on prévoit une nouvelle hausse de la production mondiale d'oléagineux qui pourrait atteindre 584 MnT (+4%), dont 358 MnT de soja (+6%), 67 MnT de colza (+1%) et 51 MnT de tournesol (+4%). **(Anonyme, 2018)**

L'USDA a également publiée ses premières estimations pour la campagne 2019/20. Celles ci incluent une baisse de la production mondiale d'oléagineux de moins de 1,3% par rapport à 2018/19, en raison notamment d'une baisse attendue de la production de soja (-6,7 Mt) de graines de tournesol (1/2 Mt) et d'arachides qui compense la hausse prévue de la production de colza (+de 2 Mt), de graine de coton. **(Anonyme, 2019).**



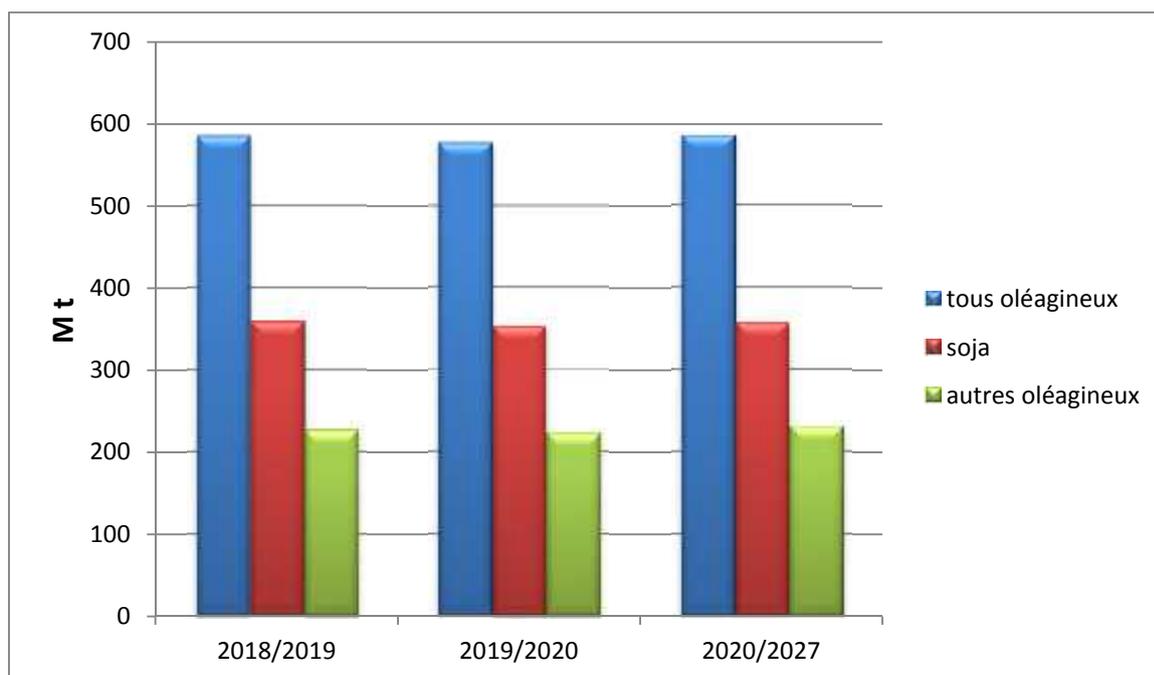


Figure 2: production mondiale oléagineux

- **Soja**

Les Etats Unis ont à nouveau engrangé une récolte record de soja en 2017, de près de 120 MnT. En 2018, les emblavements sont stables à 36 Mnha, et si les conditions restent favorables, la production pourrait atteindre 121 MnT. En Chine les emblavements de soja sont en baisse (-6%) et les bons rendements de l'an passé pourraient ne pas être réitérés. Après le record de 16,7 MnT en 2017, la production pourrait chuter de 13% à 14,5 MnT.

Dans l'hémisphère Sud, la récolte 2018 (campagne 17/18) a été très bonne au Brésil, grâce à de bons rendements et des surfaces en hausse à 118 MnT. Mais en Argentine, Uruguay et Paraguay, les conditions météo n'ont pas été favorables. En Argentine, la sécheresse qui a entraîné une baisse de 10% des surfaces et de 27% des rendements a fait plonger d'un tiers la récolte 2018 à seulement 36 MnT. A l'automne 2018 une hausse des emblavements est attendue au Brésil et en Argentine, qui, sur la base de rendements moyens, permettrait de récolter respectivement 117 et 53 MnT de graines de soja. (**Anonyme, 2018**).

La production mondiale de soja devrait continuer à progresser au cours de la période de projection, mais à un rythme annuel de 1.5 %, soit beaucoup moins vite que pendant la décennie antérieure (4.8 %).

Ce ralentissement est dû, en grande partie, à une moindre augmentation des superficies cultivées. Le Brésil et les États-Unis seront au coude à coude pour le titre de premier

producteur mondial sur la période examinée, avec une production atteignant 129 Mt et 131 Mt respectivement en 2027. Après avoir diminué ces dix dernières années, la production chinoise devrait repartir à la hausse, en raison notamment d'une baisse du soutien des pouvoirs publics à la culture de céréales. Enfin, la production devrait également s'accroître en Fédération de Russie, en Ukraine et dans plusieurs pays d'Afrique subsaharienne. (Anonyme, 2018/2027)

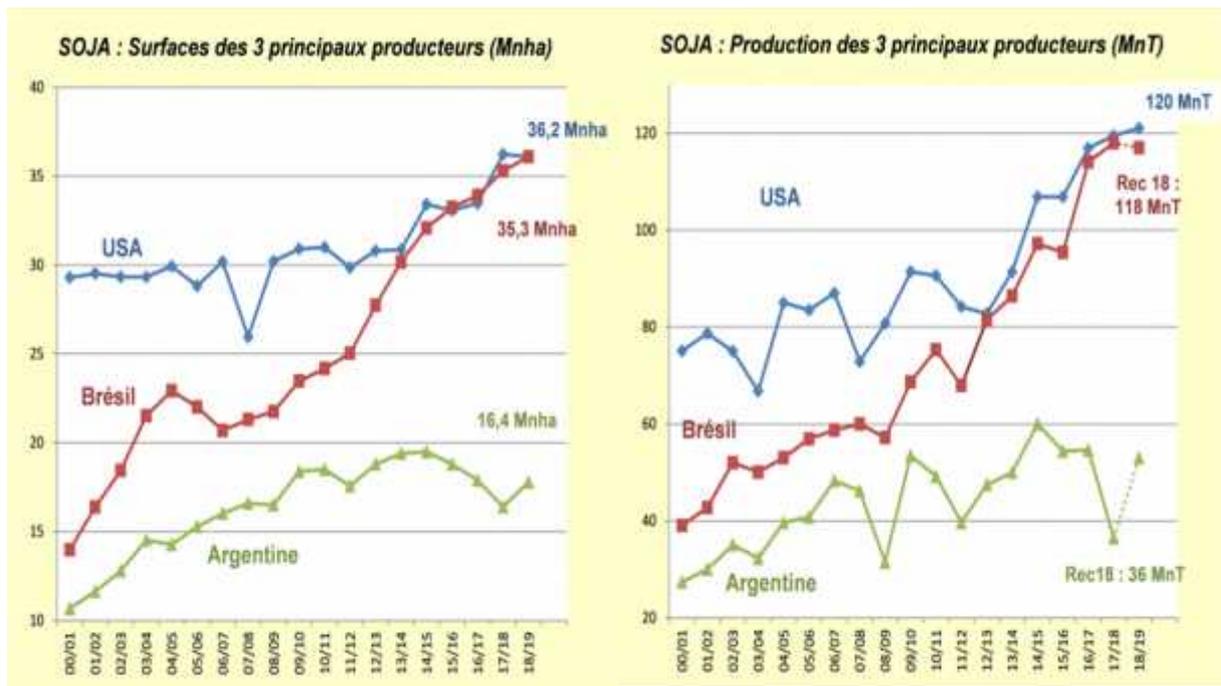


Figure03: les surfaces de production oléagineuses. (Anonyme, 2018).

En France, la production de soja 2017 a atteint le niveau record 410 000 T sur 141 000 ha.

Pour 2018, 143 000 ha sont anticipés (au 1^{er} juin) mais les conditions difficiles ont compliqué les semis dans le Sud-Ouest. Sur 5 ans les rendements sont stables à 27 Q/ha. Le soja français est utilisé à 70% en alimentation animale et à 30% en alimentation humaine. 15 à 20% des sojas français sont cultivés en bio.

Le plan soja, voulu par toute la filière et concrétisé par l'élaboration d'une charte interprofessionnelle pour le Soja de France ambitionne la mise en culture de 250 000 ha de soja en France en 2025/2030 qui pourront remplacer 450 000 T de soja non importés chaque année. (Anonyme, 2018)

- **Colza**

La production mondiale de colza serait stable en 2018/19 à près de 63 MnT. Le Canada pourrait dépasser l'UE28 et devenir le plus gros producteur de colza/canola, avec une récolte record de 22 MnT. L'an passé, près de 90% de la production canadienne a été exportée, sous forme de graines (principalement vers la Chine, le Japon et le Mexique), d'huile (vers les USA et la Chine) ou de tourteaux (vers les USA et la Chine). En Russie et en Ukraine : les surfaces en colza progressent d'environ 15%, mais les rendements record de 2017 ne devraient pas être reproduits et la production pourrait rester quasi stable à près de 4 MnT. En Chine, pour la première fois depuis 8 ans, les emblavements de colza n'auraient pas diminué, la production est attendue à 5,3 MnT. **(Anonyme, 2018)**

Dans l'UE 28 la production 2018 de colza est attendue en baisse, à 21 MnT (21,8 MnT en 2017), conséquence de conditions de cultures difficiles dans plusieurs états membres. Avec 6,65 MnHa de colza semés dans l'UE, la sole est globalement stable. Mais les conditions météorologiques ont souvent été défavorables en France, en Allemagne, en Pologne et dans les Etats baltes (sécheresse). Les récoltes y sont attendues en baisse. A l'inverse, la production de colza devrait progresser en République Tchèque, Roumanie et Hongrie

En France, la production de colza pourrait être inférieure à 4,9 MnT contre 5,4 Mt en 2017 (- 9,1 %). Les surfaces semées ont progressé de 6,2% à 1,358 MnHa, mais certains retournements ne sont peut-être pas encore comptabilisés. Les conditions météorologiques ont souvent été défavorables (humidité, pression parasitaire, manque d'ensoleillement à la floraison ...) Le rendement moyen est estimé à 32,7 Q/ha (Agreste juin), bien inférieur au record de 2017 (38,2 Q/ha). La plupart des régions sont affectées mais les diminutions de rendements les plus fortes sont attendues en : Picardie (- 23,6 %), Bourgogne (- 14,6 %), Champagne- Ardenne (- 13,6 %) et Centre (- 12,5 %). **(Anonyme, 2018)**

Les plus grands producteurs des graines de colza sont la Chine et l'Union européenne, dont la production devrait ressortir à 32 Mt et 30 Mt respectivement en 2027.

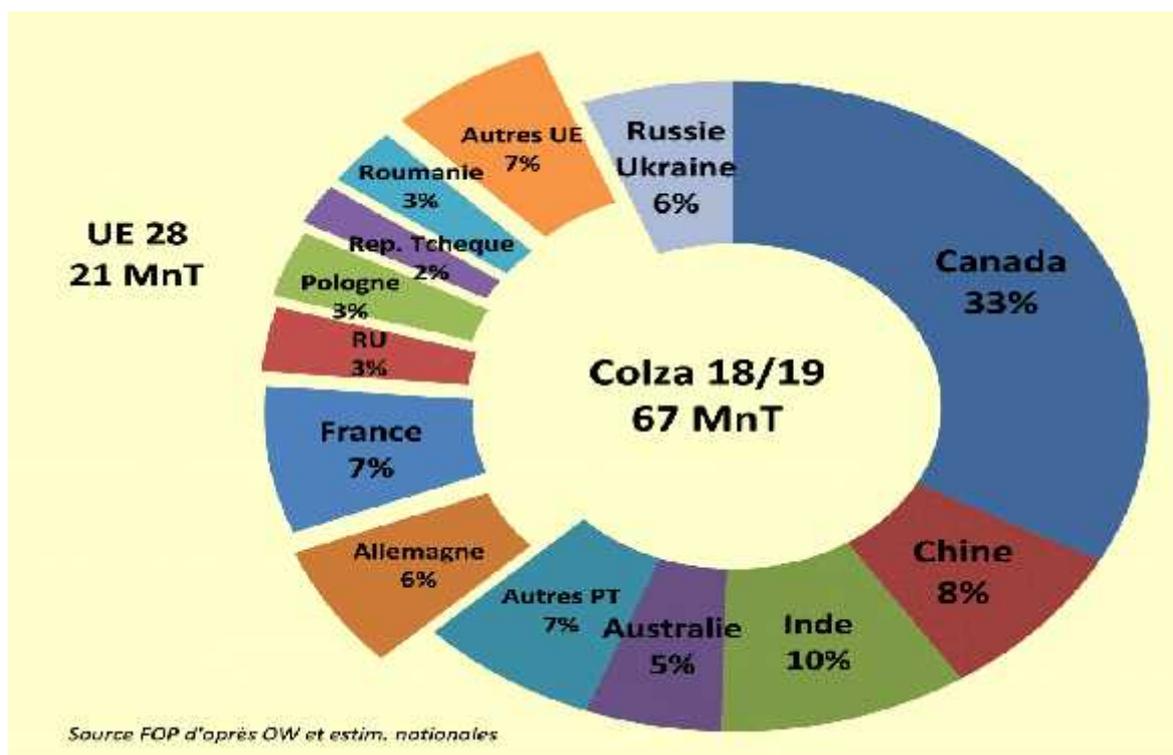


Figure 04 : les pays producteurs de colza. (Anonyme, 2018)

- **Tournesol**

La production mondiale est attendue en hausse, elle pourrait atteindre un nouveau record à 51 Mnt. Les surfaces continuent de croître en Russie et Ukraine atteignant 7,6 Mnha en Russie et 6,5 Mnha en Ukraine. En l'absence d'imprévu, la production de tournesol pourrait ainsi atteindre 11,4 Mnt (+5%) en Russie et 14,5 Mnt en Ukraine (+10%), soit plus de la moitié de la production mondiale. En Argentine, les semis de l'automne 18 pourraient progresser d'au moins 100 000 ha, encouragés par des prix corrects et les bons résultats relatifs du tournesol en 17/18 malgré la sécheresse. Dans l'UE 18, après les bons rendements et la récolte record de 2017 à 9,6 Mnt, la production pourrait baisser légèrement à 9,2 Mnt. En France, la sole en tournesol est en baisse de 3,3% à 567 000 ha, handicapée par des pluies au moment des semis. Comme en colza, le manque d'ensoleillement ralentit la croissance en Fédération de Russie et en Inde. (Anonyme, 2018)

Les deux premiers pays, leaders mondiaux de la production de graines de tournesol, devraient continuer à voir leur production d'autres oléagineux augmenter plus vite que la moyenne mondiale, à 4.3 % et 2.2 % par an, respectivement en 2027.

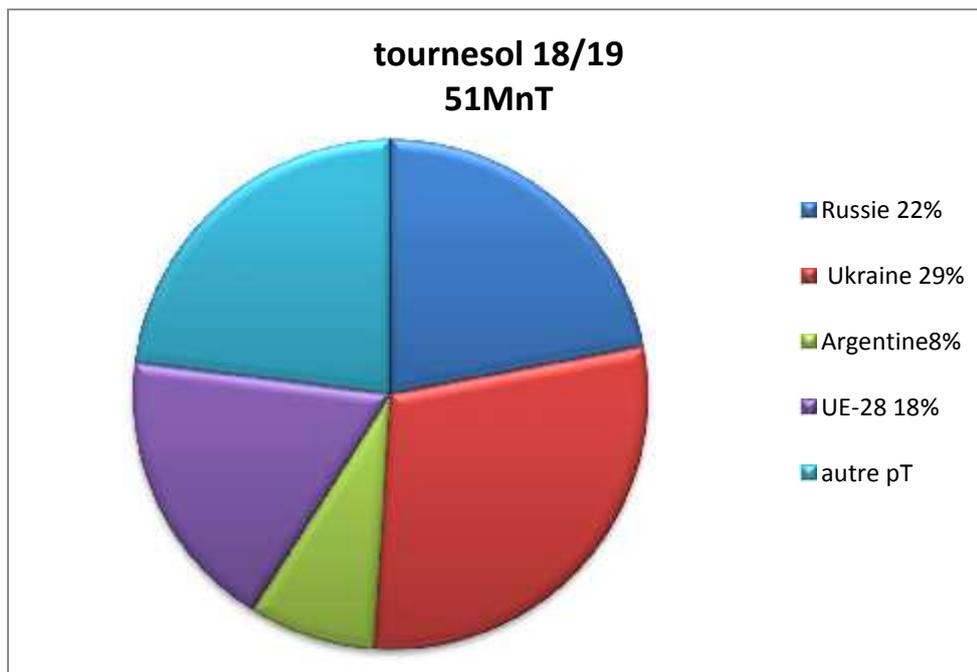


Figure 5 : tournesol production mondiale (MnT). (Anonyme, 2018).

Tableau 01 : production, surfaces et rendements des graines oléagineuses en France. (Anonyme, 2017)

	1983	1993	2003	2013	2014	2015	2016	2017	
COLZA									
Surfaces	470	565	1083	1437	1503	1506	1549	1407	
Rendement	20,6	27,4	31,1	30,4	36,8	35,4	30,6		38,3
Production	967	1 550	3361	4366	5524	5334	4742	5 380	
TOURNESOL									
Surfaces	431	820	694	771	657	619	537	586	
Rendement	19,5	20,0	21,7	20,5	24,1	19,2	21,8		27,3
Production	841	1640	1505	1578	1584	1187	1172	1 603	
SOJA									
Surfaces	13	55	81	43	76	123	137	142	
Rendement	22,5	23,6	18,4	25,6	30	27,5	24,7		29,2
Production	30	130	149	110	227	337	339	414	
Total3graines									
Surfaces	915	1440	1858	2251	2236	2248	2223	2135	
Production	1 838	3320	5015	6 054	7335	6858	6253	7397	

II - Production des huiles végétales en Algérie

La production de graines oléagineuses en Algérie n'a jamais été importante en raison des conditions climatiques et de la préférence accordée à la production de céréales, avec jachère. En conséquence, le colza, l'arachide et le tournesol qui sont les seuls oléagineux de graine cultivés restent cantonnés à quelques milliers de tonnes depuis des décennies. Le colza a été introduit à la fin des années 1970.

Il est monté à 90 000 t en 1989, puis a fléchi à 30 000 t dans les années 2000-2007, pour atteindre 46 500 t en 2012. L'arachide est à 2 800 t, et le tournesol, qui a connu un pic de production à 1800 t au milieu des années 1970, a disparu.

En 2012, on recensait 17 000 ha de colza et 2 300 ha d'arachide, ce qui donne des rendements de 27,4 q/ha en colza et de 12,1 q/ha en arachide, niveaux que l'on peut considérer comme tout à fait corrects en zone méditerranéenne, et qui ont sensiblement progressé dans les 20 dernières années. Les perspectives techniques et économiques de développement des cultures oléagineuses en Algérie sont favorables (Cherfaoui, 2011).

Selon le ministère, la production d'huile d'olive en Algérie devrait atteindre 120.000 tonnes, selon les prévisions pour la saison 2019/2020, précisant que l'Algérie dispose de plus de 1600 Huileries, dont près de 800 huileries industrielle modernes. (Ait Ali, 2020)

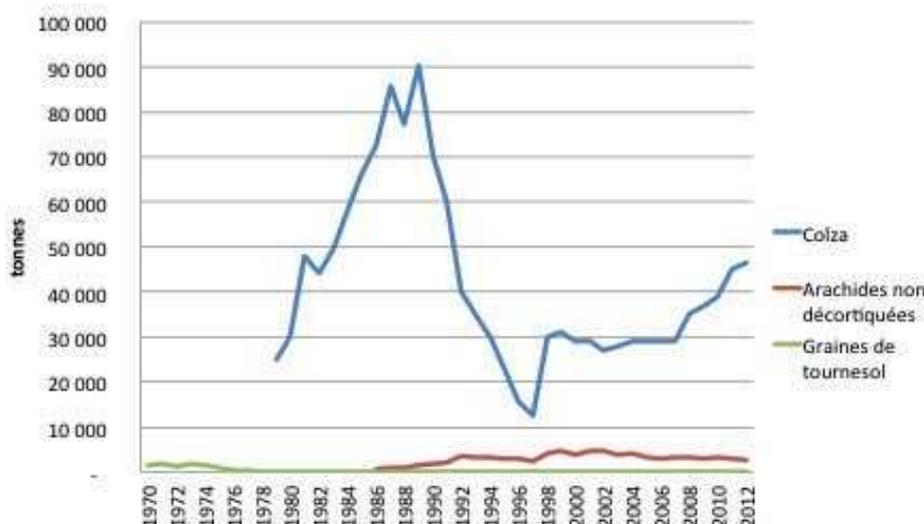


Figure 6 : production des graines oléagineuses Algérie, (Anonyme, 2013)

III - Industrie des oléagineux

L'industrie des oléagineux a pour objet de triturer des graines ou des fruits en vue d'en extraire de l'huile, avec en coproduit des tourteaux destinés à l'alimentation animale dans le cas des graines, puis de raffiner les huiles brutes pour les rendre comestibles. L'Algérie ne dispose pas à ce jour d'unités industrielles de trituration de graines oléagineuses. On note une petite production, à caractère artisanal d'huile d'olive, d'arachide, de colza et de tournesol, entre un total de 70 000 t d'huiles végétales brutes en moyenne entre 2008 et 2012

Le groupe Cevital a déposé auprès des Autorités algériennes un projet de construction d'une importante usine de trituration de graines oléagineuses (3,3 millions de t/an) sur son site de Bejaia qui bénéficie d'un terminal portuaire et dispose déjà de raffineries d'huile et de sucre. Ce projet, qui présente l'avantage de comporter un volet agricole (développement de la production nationale de graines oléagineuses et de tourteaux pour l'alimentation animale), est en standby. En revanche, l'industrie du raffinage d'huiles est solidement implantée en Algérie, avec 5 opérateurs :

- Cevital (Bejaia, marques Elio et Fleurial, entre 50 et 60% du marché algérien des huiles de table)
- Afia International Alegria (filiale du groupe saoudien Savola, une raffinerie dans la wilaya d'Oran, marques Afia et Oleor, environ 20% de part de marche)
- Groupe La Belle (Alger, sociétés des corps gras de Bejaia et Annaba, ex-établissements de l'entreprise nationale des corps gras ENCG, marques Goutte d'or et Huilor, 15%) ;
- Prolipos (société de production des corps gras, Ain M'lila, filiale du groupe Bareche, 6%)
- Safia (division agroalimentaire du groupe Cogral, 4 unités de raffinerie d'huile, marque Safia). (BELAID, 2015)

IV - Les huiles végétales

1-les plantes oléagineuses

Les oléagineux sont des plantes cultivées spécifiquement pour leurs graines ou leur fruit riches en matières grasses, dont on extrait l'huile pour un usage alimentaire, énergétique ou industriel, par un procédé appelé trituration, au cours duquel les graines sont broyées et pressées, laissant alors un coproduit appelé tourteau d'oléagineux, généralement recyclés dans l'alimentation animale.

On distingue :

- les graines oléagineuses, issues de plantes cultivées spécifiquement pour la production d'huile : colza, tournesol, arachide, soja, sésame, noix, amande, ou pour leurs pépins et dont l'huile est un produit accessoire : cotonnier, lin, certaines graines peuvent être consommées sous forme de graines germées (tournesol, soja) ou en farine fraîchement moulues ajoutées dans diverses recettes (lin), ou simplement séchées (tournesol, courge), ou encore sous forme de tofu (soja);
- les fruits oléagineux produits par des arbres : palmier, huile, olivier, cocotier (coprah), noyer, noisetier, amandier.

On peut extraire de l'huile de pratiquement toutes les graines, mais cette extraction est souvent d'une importance limitée. Exemples : huile de pépins de raisin, huile de pépins de courge, etc.

(Anonyme)

2- Régions de culture des plantes oléagineuses

La carte du monde (figure 7), indique les plus grandes régions de cultures des plus importantes plantes oléagineuses. Dans la ceinture du soleil de la terre, entre les deux tropiques, poussent les plantes oléagineuses tropicales suivantes : palmiers cocotiers, palmiers à huile et arachides. Leurs fruits ont une teneur en huile très élevée de 40 à 70 %.

Des plantes oléagineuses importantes poussent également hors ou tropiques, en particulier dans l'hémisphère Nord. En Amérique du Nord en Europe et Asie, il y a de grandes zones de culture du tournesol, du soja, du colza et du coton.

Il y a deux explications au fait que les plantes oléagineuses se développent particulièrement bien sous les tropiques, dans les zones subtropicales et dans les régions les plus exposées au soleil des zones tempérées:

- D'une part, pour produire les substances organiques (albumine, glucides et graisses), les plantes ont besoin d'une grande quantité d'énergie.

- D'autre part, la graisse et l'huile forment une protection naturelle contre les températures

élevées dans les graines et les fruits.

Dans les pays chauds, les graines grasses sont plus résistantes que les féculents (**Pistor, 2013**)

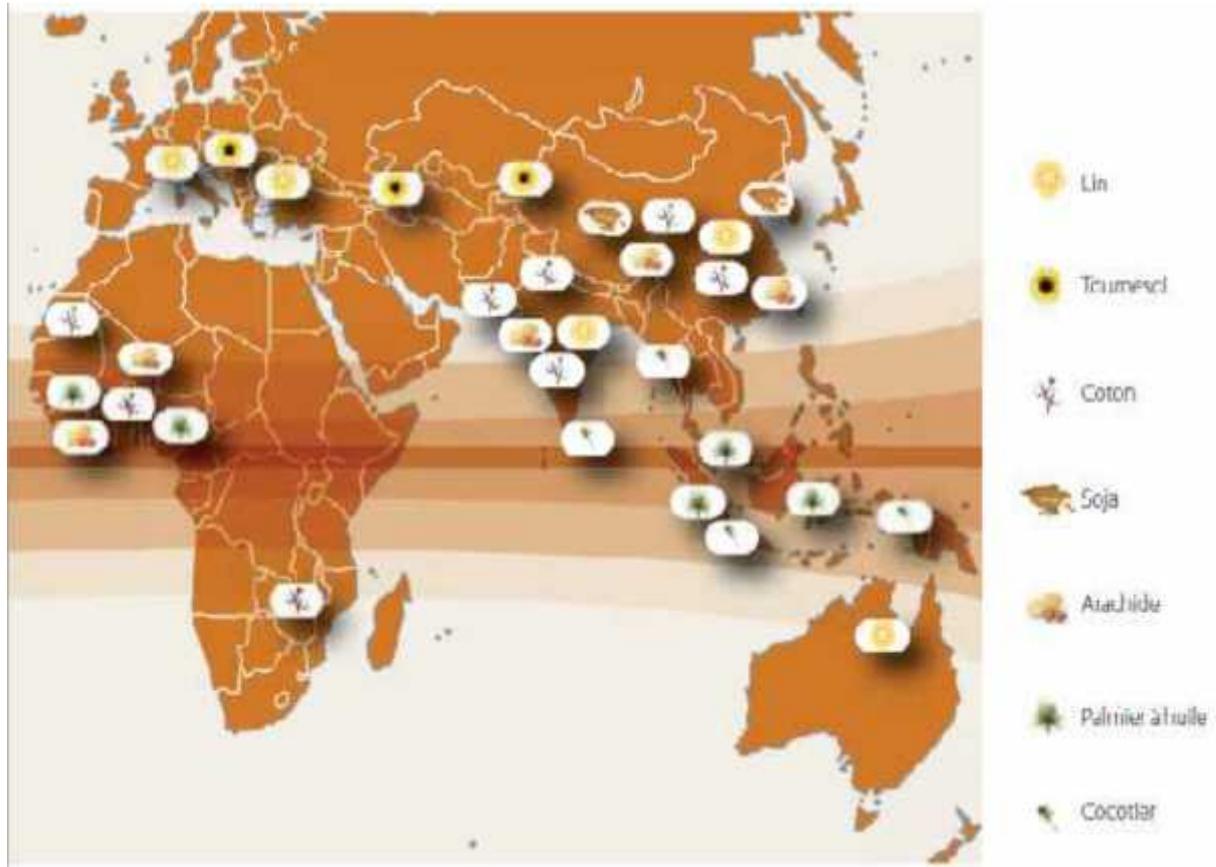


Figure 07 : Régions de cultures des plus importantes plantes oléagineuses (**Pistor, 2013**)

3-les huiles végétales

Nom commerciale donne à un mélange d'huiles d'origines végétales dont la principale composante est souvent l'huile de Soja. Bien que ce mélange d'huiles offre l'avantage d'un bon équilibre des AG, il contient parfois des huiles saturées comme huile de coprah et l'huile de palme.

Les utilisations recommandées pour chaque huile dépendent essentiellement de la nature des AG qui les constituent. De ce fait, les huiles alimentaires sont réparties en trois types d'huiles:

Les huiles pour assaisonnement, les huiles pour cuisson, les huiles pour friture.

Pour chaque huile, il existe une température critique (ou point de fumage) au-dessus de laquelle il ne faut pas chauffer l'huile, Quand l'huile atteint la température critique,

Ses composants se dégradent, forment des composés toxiques et l'huile fume et c'est pour cela que certaines huiles comme l'huile de noix dont la température critique est faible sont déconseillées pour la cuisson (**ANONYME 2, 2011**).

Il existe deux huiles :

Huiles vierges :

- Mono-fruits ou mono-graines : olive, noix, noisette, amande, pistache, pignon, colza grillé, tournesol.
- Ou combinées

Huiles raffinées :

- Mono-graines : colza, tournesol, tournesol oléique, soja, maïs, arachides
- Combinées : mélange de différentes huiles végétales (**Wolff, 1968**).

V - caractéristiques de quelques huiles

Parmi les caractéristiques dépendant des acides gras contenus dans les lipides, nous citons:

- Les huiles riches en acides gras saturés et en acide oléique telles que l'huile d'olive avec respectivement 14% et 81% (**Charles et Den, 1997**).
- Les huiles riches en acides gras polyinsaturés telles que l'huile de soja avec 58% dont 50 à 60% d'acide linoléique, 20 à 30% d'acide oléique et 5 à 9% d'acide linoléique (**Charles et Den, 1997**).
- Les huiles intermédiaires telles que l'huile de colza avec 33% d'acides gras polyinsaturés, 60% d'acide oléique et 7% d'acides gras saturés (**Charles et Den, 1997**).
- **Tableau 2 : Caractéristiques physiques de quelques huiles (Charles et Den, 1997).**

Huile	Point de fusion (°C)	Densité	Viscosité
Huile de tournesol	-15	0,94	66
Huile de maïs	-18 à -10	0,90	65-72
Huile de soja	-15	0,91	57-72
Huile de colza	<2	0,91	98

VI - Composition des huiles végétales

Les corps gras d'origine végétale sont essentiellement des glycérides (98-99 %), appelées fractions saponifiables. Une fraction quantitativement mineure, appelée fraction insaponifiable, est également présente dans ces corps gras. D'autres composés, n'appartenant pas à ces deux catégories, peuvent y être présents dans de faibles proportions : les phospholipides, les cires, les chlorophylles, les caroténoïdes et les produits d'altération, issus de la dégradation des triglycérides durant le stockage (**KARLESKIND, 1992**)

Classification des acides gras :

Les acides gras les plus abondants dans l'alimentation sont les acides gras à chaîne droite comportant un nombre pair d'atomes de carbone. Leur classification se fera selon deux critères:

- Selon la longueur de la chaîne carbonée :

Les longueurs des chaînes couvrent un large éventail, depuis un acide à 4 atomes de carbone contenu dans le lait jusqu'aux acides gras à 30 atomes de carbone qu'on trouve dans certaines huiles de poissons. Ainsi, on distingue:

Les acides gras à chaîne courte comportant 4 à 8 atomes de carbones

Les acides à chaîne moyenne comportant 8 à 12 atomes de carbones

Les acides gras à chaîne longue comportant 14 à 18 atomes de carbones

Les acides gras à chaîne très longue renfermant 20 atomes de carbones et plus.

- Selon le degré d'insaturation de la chaîne carbonée :

Le nombre de double-liaison détermine trois groupes d'acides gras

1- La fraction saponifiable

La fraction saponifiable d'une huile végétale représente un pourcentage massique de 98 à 99 %, contient :

- Les glycérides : Ce sont des esters d'Acides Gras et de Glycérol.
- Les triglycérides : sont des glycérides dans lesquels les trois groupe hydroxyle du glycérol sont estérifiés par des acides gras.

- Glycérides partiels

- Les acides gras : Un acide gras est une molécule formée d'une chaîne de carbones liés à des hydrogènes (c'est ce qu'on appelle un hydrocarbure en chimie organique) terminée par un groupement acide : COOH.

- Les acides gras saturés : Dans un acide gras saturé, toutes les liaisons entre les carbones sont simples, il n'y a pas de liaisons doubles

- Les acides gras mono-insaturés : la chaîne carbonée contient une double-liaison

- Les acides gras polyinsaturés : contenant plusieurs doubles-liaisons

- Les phosphatides : Lipide comme la lécithine ou la céphaline, possédant un groupe phosphate, soit un assemblage de deux acides gras, avec du glycérol et du phosphate, avec une molécule organique simple, comme la choline ou l'éthanolamine

2- La fraction insaponifiable

La fraction insaponifiable d'une huile végétale représente 1 à 2 % d'un lipide non raffiné. Elle comprend les constituants qui sont recueillis après saponification du corps gras par un hydroxyde alcalin (hydrolyse basique) et extraction à l'aide d'un solvant spécifique, cette fraction contient :

Les hydrocarbures.

- Les stérols : Un stérol est un lipide possédant un noyau de stérane dont le carbone 3 est porteur d'un groupe hydroxyle. Les stérols sont considérés comme une sous-classe des stéroïdes
- Les pigments colorés (les chlorophylles et les caroténoïdes).
- Les tocophérols : Composé organique de forte activité biologique entrant dans la composition de la vitamine E
- Les alcools terpéniques : Ils sont présents, dans les végétaux, dont ils sont souvent les constituants "de senteur" (térébenthine, camphre, menthol, citronnelle) on les extrait sous forme d'huiles essentielles pour la parfumerie. Certains d'entre eux ont un rôle biologique important (hormones, vitamines).
- Les composés phénoliques : les phénols sont des composés chimiques portant une fonction hydroxyle -OH. Les dérivés portant plusieurs fonctions hydroxyle sont appelés des polyphénols.
- Les cires : la cire est un ester de l'éthylène glycol et de deux acides gras ou un monoester d'acide gras et d'alcool à longues chaînes.

Tableau (3): Pourcentage en acides gras dans quelques huiles végétales. (PERRIN, 1992)

Acide gras		Huile d'olive	Huile colza	Huile soja	Huile tournesol	Huile maïs	Huile coton
Acide palmitique	C16 :0	7.5 – 20	3.0 - 5.0	8 – 13	5.5 -7.7	9.1 -16.8	21 -26.8
Acide oléique	C18 :1	55 – 83	52 - 67	20 – 50	14 – 38	20 – 38	14 – 22
Acide linoléique	C18 :2	3.5 – 21	16 - 24.8	35 – 60	48.2- 74.2	39.5 – 65	46.5 – 58
Acide arachidique	C20 :0	0.6	0.2 - 0.8	0.2 - 0.5	0.2 - 0.4	0.3 - 0.7	0.2 - 0.5
Acide Palmitoléique	C16 :1	0.3 - 3.5	0.2 - 0.6	0 - 0.2	0 - 0.3	0 - 0.3	0 1.3
Acide myristique	C14 :0	0.05	0.1 - 0.2	0 - 0.1	0 - 0.1	0 - 0.3	0-6 1
Acide Lignocérique	C24 :0	0.2	0 - 0.2	0 - 0.5	0 - 0.4	0 - 0.3	-

Les huiles végétales sont principalement des esters d'acides gras et de glycérol, et sont ainsi insolubles dans l'eau mais solubles dans les solvants organiques.

Les huiles végétales comestibles contiennent rarement des acides gras à chaînes ramifiées, avec un nombre impair de carbones, ou des acides gras insaturés dont le nombre de carbone est inférieur à seize ou supérieur à vingt atomes de carbone (Kiritsakis et Christie, 2000).

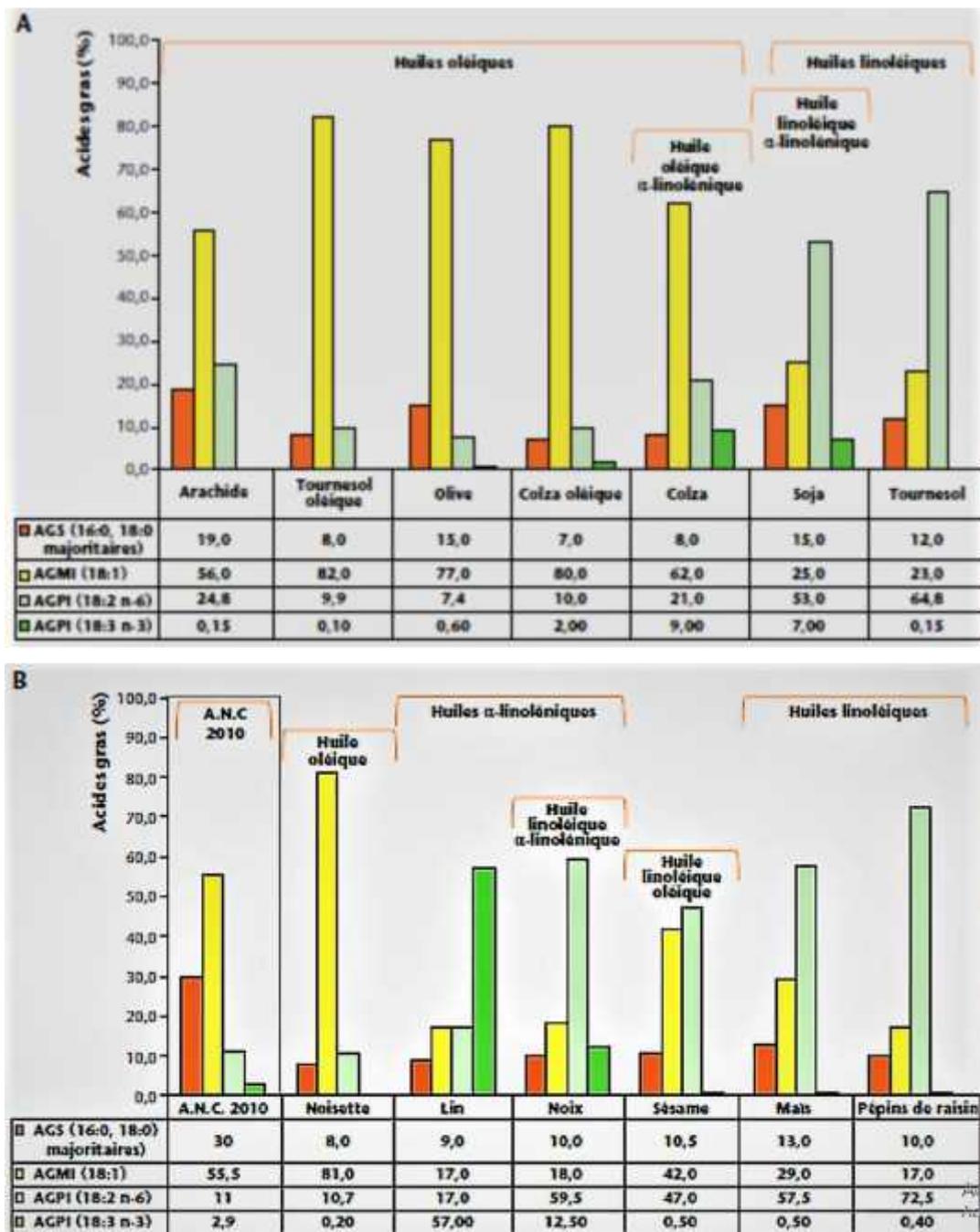


Figure 08: les familles des huiles avec leur compositions des acides gras. (OCL VOL, avril 2012)

VII - Obtention des huiles alimentaire

7.1 Préparation des graines

La préparation des graines ou des fruits joue un rôle très important dans la qualité de l'huile, elles sont tout d'abord triées afin d'éliminer celles qui sont endommagées. Elles subissent ensuite un dépoussiérage par un courant d'air (15-90 minutes à 90-100 °C) qui a pour but d'éliminer les corps étrangers suivi d'un tamisage et d'un brossage, les grains sont décortiqués, et sont broyées à l'aide d'un broyeur dans le but de les réduire en des fractions de granulométrie optimale (LAISNEY, 1992).

7.2 Extraction des huiles

L'huile contenue dans les graines ou les fruits oléagineux, est extraite selon deux méthodes :

- **Extraction physique**

Les matières premières oléagineuses subiront un broyage par presse à vis qui permet de séparer d'une part l'huile brute qui devrait subir une centrifugation et une filtration pour éliminer les particules solides et les traces d'eau. Les autres résidus sont nommés tourteaux contenant des fibres, protéines, amidon, mais aussi de l'huile (LAISNEY, 1992).

- **Extraction chimique**

Le tourteau issu par pression contient environ 15-25% d'huile, l'extraction est améliorée par l'ajout d'un solvant organique (hexane), qui sera éliminé à la fin par distillation et sous vide à une température de 60°C environ (LAISNEY, 1992)

7.2 La trituration des graines

Les procédés industriels de trituration des graines de tournesol reprennent tous le même schéma d'enchaînement d'opérations élémentaires (Figure09). Ils peuvent se décomposer en deux grandes étapes :

- La préparation des graines et leur pressage pour l'obtention d'une huile brute de pression et d'un tourteau gras (Tableau 6). Réalisées dans des appareillages spécifiques, les opérations de prétraitement des graines (nettoyage, séchage, décorticage dans certains cas, broyage-aplatissage et cuisson) sont destinées à optimiser le rendement d'expression d'huile.

Ces derniers sont de l'ordre de 70 à 85 % dans les presses à vis fonctionnant à haut débit (de 150 à 300 tonnes de graines par jour), les « prépresses ».

Mais, ils peuvent atteindre 95 % dans les presses à vis fonctionnant à haute pression, les « pleines presses », pour des débits beaucoup plus faibles (de 20 à 45 tonnes de graines par jour).

- L'extraction de l'huile résiduelle contenue dans les tourteaux gras par l'hexane, la distillation du « miscella » (extrait d'huile dans l'hexane) et la désolvation du tourteau permettant de recycler l'hexane et d'obtenir une huile brute d'extraction et un tourteau déshuilé (entre 0,5 et 1,5 % d'huile résiduelle) (Tableau 6).

Tableau 04:

Opérations pratiquées lors de l'étape de préparation des graines et de pressage.

Opération	Objectifs	Technologie et condition mises en œuvre
Nettoyage	<ul style="list-style-type: none"> • Élimination des impuretés (tiges, feuilles, coques vides, céréales...) et des poussières. • Élimination des corps étrangers (cailloux et ferrailles). 	<ul style="list-style-type: none"> • Tamisage. • Tamisage + passage entre des Aimants.
Séchage	<ul style="list-style-type: none"> • Séchage jusqu'à une humidité admise comprise entre 7 et 10 % (voire jusqu'à 5-6 % dans le cas d'un décorticage ultérieur des graines). 	<ul style="list-style-type: none"> • préchauffage à 40°C.
Décorticage	<p>Elimination de la coque :</p> <ul style="list-style-type: none"> • diminution de la friction dans les presses (usure moindre du matériel). • augmentation des débits d'installation dans les presses. • augmentation du rendement de l'étape pressage. 	<p>-Décortiqueur centrifuge.</p> <p>-aspiration des coques par passage sur trieur à lit fluidisé</p>
Broyage	<ul style="list-style-type: none"> • augmentation du rapport surface /volume 	<ul style="list-style-type: none"> • broyeur à marteaux. • broyeurs à cylindres cannelé

Aplatissage	Cisaillement et écrasement des graines : <ul style="list-style-type: none"> • Rupture de la structure cellulaire. • Augmentation de la surface de contact. 	<ul style="list-style-type: none"> • Laminage réalisé Entre deux Cylindres métalliques et lisse tournant à des vitesses légèrement différentes.
cuisson	<ul style="list-style-type: none"> • Faciliter l'expression ultérieure de l'huile en assurant sa libération ainsi que la coalescence. • Lors du séchage, déshydratation des paillettes cuites jusqu'à des teneurs en eau propices au pressage (entre 3 et 4 % d'humidité). • Durcissement de la structure des flocons • Diminution de la viscosité de l'huile. 	Cuiseurs (le plus souvent cylindriques et verticaux). <ul style="list-style-type: none"> • Fonctionnement en continu. Temps de séjour : <ul style="list-style-type: none"> • De 25 à 40 minutes. • appareils constitués de 2 à 10 étages : <ul style="list-style-type: none"> • cuisson dans les étages supérieurs (80°C environ) • séchage par injection de vapeur dans les étages inférieurs (110°C environ).
Pressage	<ul style="list-style-type: none"> • Expression du liquide huileux hors des cellules de l'amande : action mécanique de préalablement cuits et séchés à l'aide de presses mono-vis continues (presses constituées d'une unique vis sans fin, vis de pas décroissant et tournant lentement à l'intérieur d'un fourreau) 	<ul style="list-style-type: none"> • « Pré-presses » : presses à vis fonctionnant à haut débit (de 150 à 300 tonnes de graines par jour) et à vitesse de vis élevée (presses traditionnellement mises en œuvre dans les huileries industrielle). • « Pleines presses » : Presses à vis travaillant à haute pression, pour des débits beaucoup plus faibles (20 à 45 tonnes de graines par jour).
Traitements de l'huile-brute d'expression	-Élimination des particules solides (jusqu'à 15% de sa masse) -Conservation des qualités de l'huile au cours du stockage.	-Décantation+Filtration par tamisage. - séchage par pulvérisation sous vide à 100°C.

Tableau 5 : Opérations pratiquées lors de l'étape d'extraction de l'huile résiduelle contenue dans le tourteau gras à l'hexane.

Extraction de l'huile résiduelle à l'hexane	<ul style="list-style-type: none"> • Appauvrissement du tourteau en huile jusqu'à une teneur comprise entre 0,5 et 1,5% d'huile en sortie d'extracteur. 	<ul style="list-style-type: none"> • Extracteurs continus <p>Température entre (50et 60°C).</p> <ul style="list-style-type: none"> • Déplacement du solide à contre-courant sur un tapis. • Percolation du solvant sur le lit gras issu du pressage. • Recyclage à plusieurs reprise du solvant. • Enrichissement progressif du solvant en huile (jusqu'à 30% d'huiles dans le miscella, mélange de solvant et d'huile.
Distillation du miscella	<ul style="list-style-type: none"> • Récupération de l'huile brute d'extraction (jusqu'à 30% d'huile dans le miscella par 3 étapes successives de chauffage. • Recyclage du solvant. 	<ul style="list-style-type: none"> • Concentration sous Vide jusqu'à une teneur d'environ 65% (chauffage à l'aide des Vapeurs chaudes se dégagent de l'installation de desolvatation du tourteau appauvri). • Concentration jusqu'à une teneur en hexane de 5% de mélange. • Evaporation du solvant résiduel sous vide jusqu'à Une teneur inferieur à 1000 ppm.
Traitement de L'huile brute d'extraction.	<ul style="list-style-type: none"> • Elimination des particules solides résiduelles. • Concentration des qualités de l'huile au cours du stockage 	<ul style="list-style-type: none"> • filtration • séchage par pulvérisation sous vide à 100°C
Désolvantation du tourteau Appauvri	<ul style="list-style-type: none"> • Elimination de l'hexane contenu dans le tourteau 25 à 30% à la fin d'extraction • Recyclage du solvant. 	<ul style="list-style-type: none"> • Séchage à l'aire chaude. • Entrainement du solvant à la vapeur (80°C) temps de séjour moyen du tourteau : de 30 à 45min

Suite (Tableau 5) : Opérations pratiquées lors de l'étape d'extraction de l'huile résiduelle contenue dans le tourteau gras à l'hexane.

Traitement du tourteau désolvanté	<ul style="list-style-type: none"> • éviter tout phénomène d'agglomérat protéique. • Augmentation de la densité du produit afin d'en faciliter son stockage en silo. 	<ul style="list-style-type: none"> • Séchage • Refroidissement • Conditionnement du tourteau sous forme de granulés.
-----------------------------------	--	---

Les procédés industriels de trituration des graines de tournesol représenté dans le schéma suivant

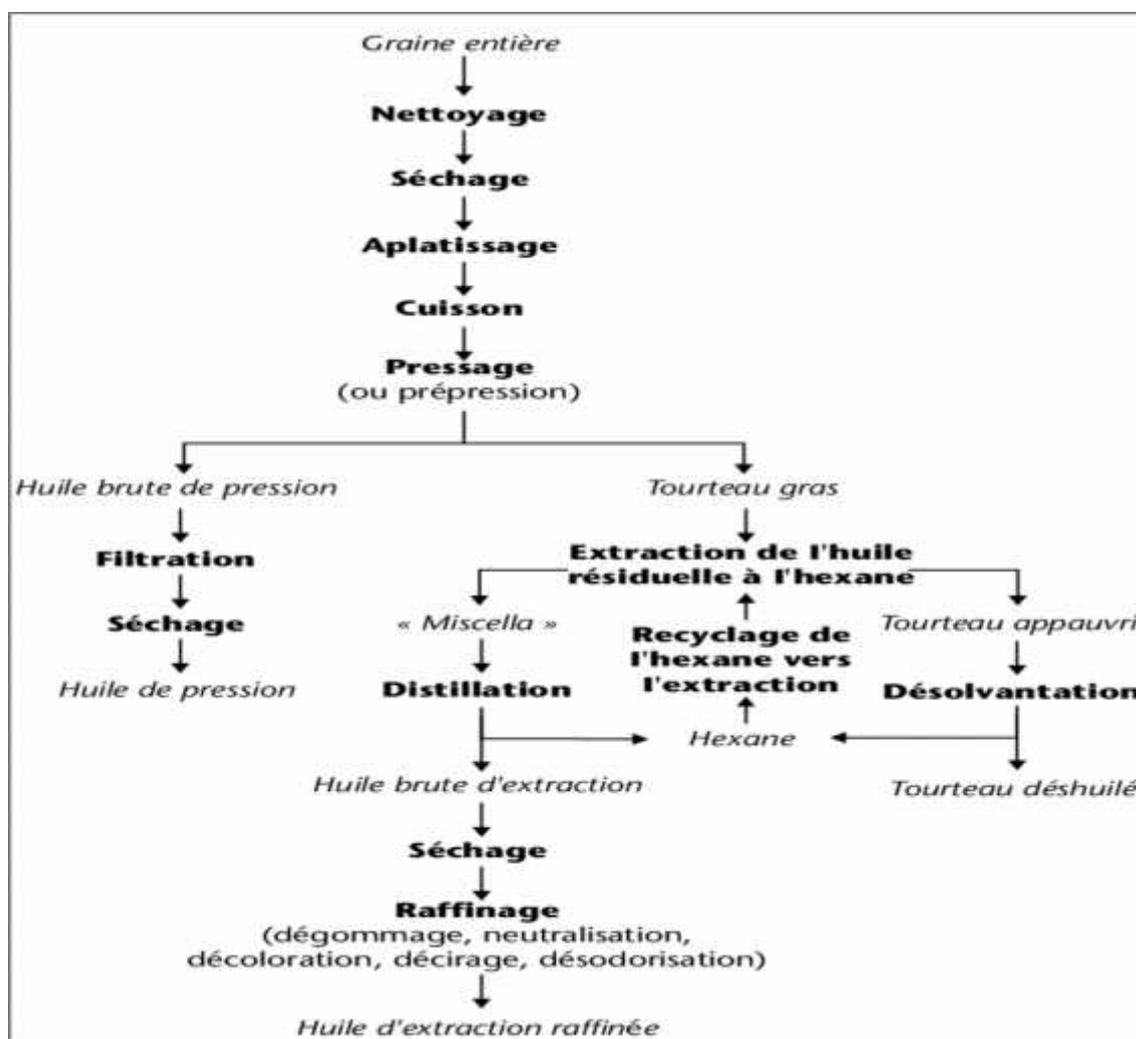


Figure09 : Schéma du procédé d'extraction de l'huile des graines de tournesol (EVON et AL, 2010).

VIII - Raffinage des huiles

8.1 But de raffinage

L'objectif principal du raffinage d'une huile est de réduire son contenu en éléments mineurs non triglycéridique (phospholipides, métaux, acides gras libres, savons, pigments, produit d'oxydation...) qui ont un effet néfaste sur sa qualité en terme de stabilité oxydative.

Il convient par ailleurs de ne pas endommager la fraction triglycéridique et de conserver un maximum de constituants reconnus comme bénéfiques (tocophérols, stérols etc.).

Le processus de raffinage comprend une série d'étapes distinctes qui peuvent s'opérer de trois manières chimique, physique et enzymatique (BAUER *et al*, 2010).

8.2 Types de raffinage

Selon la nature de l'huile brute, différents procédés peuvent être utilisés pour leurs traitements à savoir :

- **Raffinage physique**

Il s'agit en fait d'un entraînement à la vapeur des acides gras, sous vide poussé, à une température supérieure à 235°C. Les seules pertes du procédé résident dans les gouttelettes d'huile entraînées par le courant de vapeur, et d'une partie des AG distillés. Dans les appareils bien dimensionnés les pertes n'atteignent pas 10% de la quantité d'AGL présents initialement dans l'huile brute (KARTIKA, 2005).

- **Raffinage chimique**

Dans le raffinage chimique les AGL, phospholipides et d'autre impureté sont éliminées par le traitement à la soude. Ce type de raffinage est utilisé pour les huiles douces comme l'huile de soja et de tournesol BAUER *et al*, (2010) ont décrit les étapes de raffinage comme suivant :

Démucilagination (ou dégomme)

Pour la plupart des huiles la première étape du raffinage est le dégomme qui permet l'élimination des phospholipides, facteurs d'instabilité qui tendent à troubler l'huile et induisent des colorations lors de son chauffage (Morin et Pagés 2002 ; Ciofalo *et al*, 2006)

D'après Dijkstra (1998), on distingue deux types de dégomme selon le traitement utilisé :

- **Le dégomme acide**

De façon générale, l'acide phosphorique est largement utilisé, car il se forme des liaisons fortes entre les groupements phosphates et les ions calcium, fer ou magnésium (Kartika, 2005 ; Deffense 2009).

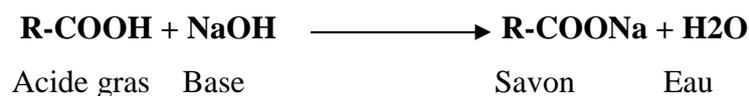
La technique la plus employée consiste à disperser dans l'huile brute chauffée à 60°C, 1 à 3% d'acide phosphorique commercial à 75%. Après un brassage durant 20 minutes pour permettre l'hydratation des **phospholipides (Denise, 1992)**.

- **Dégommage enzymatique**

La démucilagination enzymatique est un type de procédé physique performant, qui produit des rendements en huile plus élevés (**Gibon et Tritiaux, 1998 ; Kovari, 2004**). Elle consiste à transformer les phospholipides non hydratables en lysophospholipides hydrophiles sous l'action d'une phospholipase. (**Gibon et Tritiaux, 1998**).

- **Neutralisation**

C'est une opération qui consiste à éliminer les acides gras libres sous forme de composants très peu solubles dans l'huile, communément appelés pâtes de neutralisation ou soap stock, et qui seront séparés facilement par centrifugation (**Morin et Pagés, 2002**). Ces pâtes sont formées suivant cette réaction :



La neutralisation à la soude reste de loin la méthode la plus employée pour séparer les acides gras libres. Outre son effet neutralisant, la soude permet de débarrasser l'huile de la quasi-totalité des phospholipides restant, et d'éliminer les traces métalliques (fer et cuivre) qui sont des catalyseurs d'oxydation, donc des accélérateurs du rancissement. Enfin, la soude a un effet décolorant parce qu'elle détruit un grand nombre de pigments et de composés colorés d'origine oxydative. (**Denise, 1992**).

A la fin de la neutralisation, l'huile récupérée est bien lavée avec de l'eau chaude (90°C) pour s'assurer que toutes les traces de savons ont disparu, ainsi que les dernières traces de métaux, et d'impuretés. (**Denise, 1992**)

Le lavage est plus efficace lorsqu'il est effectué en deux étapes et de préférence avec une eau décalcifiée afin d'éviter l'encrassement par dépôt de savon et de phosphate de calcium (**Denise, 1992**).

- **Décoloration**

L'huile lavée est séchée par pulvérisation sous vide à environ 90 °C, pour éliminer l'humidité présente avant l'opération de décoloration car elle peut provoquer un colmatage rapide des filtres et inhibe la terre décolorante (**Kartica, 2005**).

Le but de la décoloration (90 à 110°C) n'est pas seulement de produire une huile de couleur conforme mais aussi joue un rôle essentiel dans la purification des huiles (**Pagés et al, 2012**).

Elle consiste à éliminer les pigments colorés par adsorption sur une terre décolorante, suivie d'une filtration qui permet d'obtenir une huile limpide débarrassée de toutes impuretés solides. (Denise, 1992).

8.3.4 Filtration

L'enlèvement total de la terre décolorante de l'huile par filtration est très important car le résidu d'argile agit en tant que pro-oxydant puissant et salit le matériel à l'aval (Mustapha et Stauffer, 2002).

8.3.5 Désodorisation

Dernière étape de raffinage, son but est essentiellement d'éliminer les saveurs (aldéhydes, cétones, peroxydes, alcools et des produits organiques contenus en faible quantité et pour la plupart volatils) de l'huile afin qu'elle soit plate de goût et d'odeur (Pagés et al, 2002).

Elle est effectuée à haute température (220 à 260°C) ; l'huile désodorisée doit présenter des caractéristiques physiques et chimiques qui lui garantissent une stabilité suffisante dans le temps (Denise, 1992).

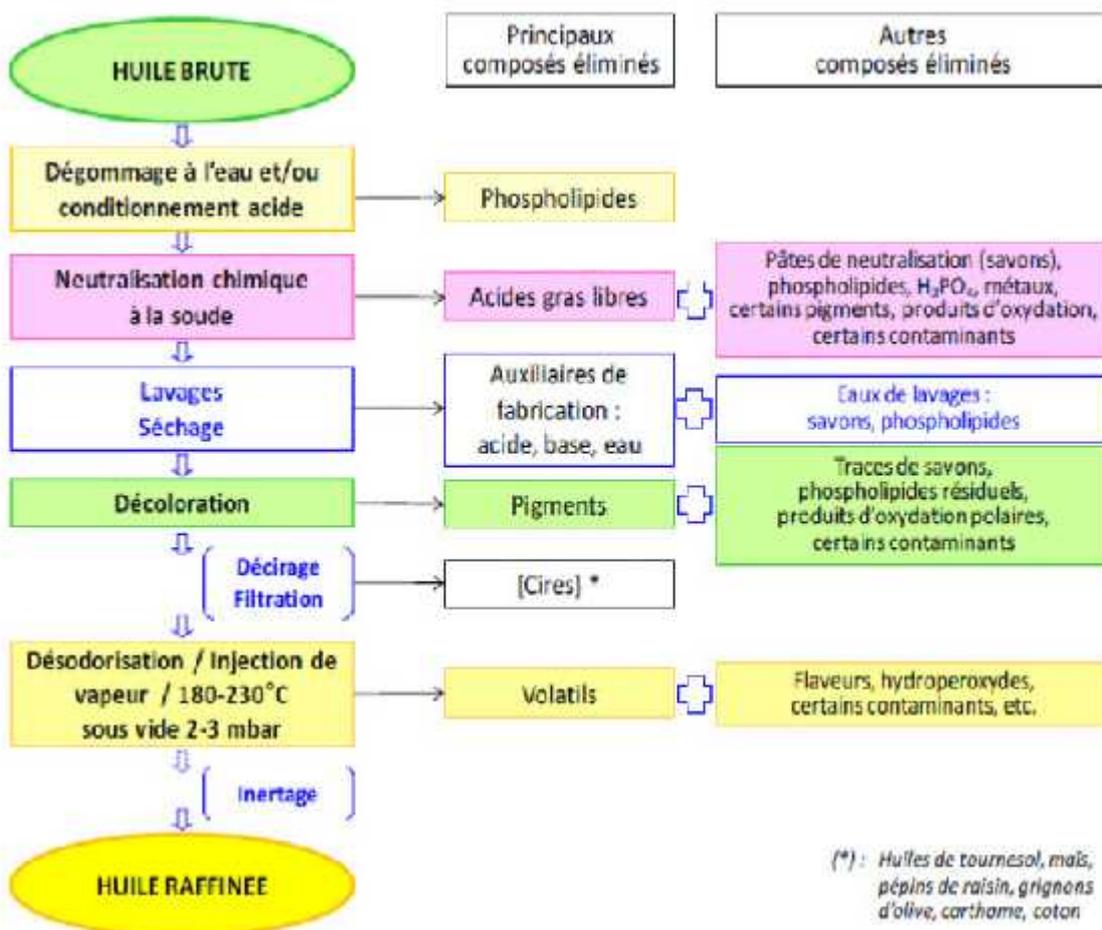


Figure 10: Raffinage des huiles par voie chimique (REGIS et al, 2016).

IX - Altération des huiles durant le stockage

L'altération des huiles alimentaires constitue un problème majeur en industrie des corps gras. En effet, il est évident que l'oxydation des huiles conduit en général à des conséquences indésirables en portant préjudice aux qualités organoleptiques, nutritionnelles et dans des conditions extrêmes, des substances toxiques peuvent se former. Ces altérations peuvent causer des pertes considérables tant sur le plan alimentaire que sur le plan économique.

9.1 Altération biologique

Les huiles végétales sont peu altérées par les micro-organismes ; elles subissent surtout des changements physico-chimiques.

Cependant, les germes lipolytiques peuvent parfois participer à des phénomènes d'hydrolyse et d'oxydation, pourtant le contrôle microbiologique des huiles est rarement pratiqué (GUIRAUD, 2003).

9.2 Altération chimique

9.2.1 Acidification

L'acidification résulte de l'hydrolyse d'un, deux ou trois liaisons esters. L'hydrolyse d'après (ADRIANE et *al*, 2003), peut être de nature enzymatique (action des lipases en présence d'une humidité suffisante) ou chimique (acide ou basique) et elle conduit à la formation d'acide gras libre (AGL) et de glycérides partiels. Ce phénomène ne s'observe pratiquement jamais sur les huiles raffinées car les enzymes responsables ont été éliminées au cours de raffinage, il peut cependant intervenir sur les huiles brutes et sur les huiles de friture (ALUYOR et ORIJEU, 2008).

Les résidus issus de ces dernières sont responsables des principaux changements de goût et d'odeur (VITRAC et *al*, 2003).

9.2.2 Polymérisation

Les réactions de polymérisation des AGI et de leurs glycérides se produisent à une température élevées. Ces réactions produisent des réarrangements inter et intra moléculaire qui sensibilisent l'huile chauffée à l'oxydation et conduisent à l'augmentation de la viscosité apparente des huiles. Des composés semblables à des résines peuvent alors mousser à la surface du bain de friture et sur les parois (VITRAC et *al*, 2003).

9.2.3 Isomérisation

A des températures élevées (au-dessus de 200°C), les doubles liaisons des AGPI sont susceptibles de subir des réactions d'isomérisation en formant le plus souvent des systèmes conjugués. Les doubles liaisons qui ont migré prennent alors la configuration géométrique trans; Cette réaction intervient généralement au cours de la désodorisation des huiles végétales (POKORNY, 2003).

9.2.4 Oxydation

Le rancissement oxydatif des AG est un phénomène chimique, spontané, évolutif, irréversible et altératif.

L'oxydation se caractérise par l'attaque des AGI portés par les molécules lipidiques, par l'oxygène atmosphérique (DRIDI, 2016).

9.2.4.1 Mécanisme d'oxydation des lipides

L'oxydation lipidique peut être, selon le milieu et les initiateurs mis en jeu, le résultat de plusieurs voies réactionnelles (DRIDI, 2016) :

- l'auto-oxydation, initiée par la température, les ions métalliques, ou les radicaux libres correspondants à des lipides déjà oxydés ;
- la photo-oxydation, initiée par la lumière UV en présence de photosensibilisateurs
- l'oxydation enzymatique, catalysée par la lipoxygénase et la cyclooxygénase.

➤ Auto-oxydation

L'auto-oxydation des lipides est une réaction radicalaire en chaîne auto-catalytique. Une séquence impliquant une étape d'initiation correspondant à l'activation de la molécule d'AG, une phase de propagation et des réactions de terminaison a été proposée pour expliquer l'auto oxydation des lipides (JEANTET *et al*, 2006).

• Initiation

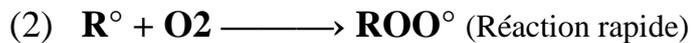
Elle correspond à la formation des radicaux libres (R°). En présence d'un initiateur (I), les lipides insaturés (RH) perdent un atome d'hydrogène pour former un radical libre de lipide (R°). Ce mode d'initiation, favorisé par une élévation de température, peut être produit par des radiations ionisantes, des générateurs chimiques, des systèmes enzymatiques ou chimiques produisant des espèces activées de l'oxygène, ou de traces métalliques (BENJELLOUN, 2014)



• Propagation

C'est une réaction radicalaire en chaîne rapide, c'est la phase de la destruction des hydroperoxydes et l'apparition des composés responsables du goût et de l'odeur de rance.

L'oxygène fixé donne un radical peroxyde instable qui réagit avec une nouvelle molécule d'AGPI et conduit à un néo radical libre et un hydro-peroxyde (BENJELLOUN, 2014).



• Terminaison

Les radicaux formés réagissent entre eux pour conduire à un produit qui n'est pas un radical libre. L'affinité de l'oxydation à des températures élevées, les processus de la cuisson par exemple, est beaucoup plus complexe.

Les réactions thermiques et oxydative interviennent simultanément. La température augmente et la solubilité de l'oxygène diminue rapidement et les réactions d'oxydations sont accélérées. Puisque la pression en oxygène est réduite, la réaction initiale devient alors la plus importante, par conséquent la concentration des radicaux alkyles (R°) diminue, de même pour celle des radicaux hydroperoxydes (ROO°) et les composés polymériques sont formés par l'association des radicaux alkyles (R°) et alcoyls (R°).

Les radicaux (ROOH) sont pratiquement absents à 150C° , cela signifie que la vitesse de leur décomposition devient plus importante que celle de leur formation.

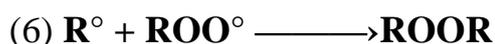
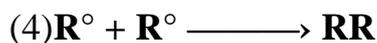


Photo-oxydation

La photo-oxydation est une voie importante de production d'hydro peroxydes en présence d'oxygène, d'énergie lumineuse et de photosensibilisateurs tels que les hémoprotéines ou la riboflavine. Les photosensibilisateurs (Sens) absorbent l'énergie lumineuse et passent à l'état triplet excité (Sens_3). Les photosensibilisateurs interviennent dans l'oxydation des lipides selon deux types de mécanismes (Fränkel, 1998).

Les photosensibilisateurs de type I, telle que la riboflavine, agissent comme les radicaux libres initiateurs. Dans leur état triplet, elles arrachent un atome d'hydrogène ou un électron aux molécules lipidiques pour former un radical capable de réagir avec l'oxygène (7).



Selon le second mécanisme, les molécules photosensibles de type II, telles que la chlorophylle et l'érythrosine, réagissent dans leur état excité (Sens3) avec l'oxygène triplet (8) auquel elles transfèrent leur énergie pour donner de l'oxygène singulet (1 O2).



L'oxygène singulet ainsi formée est très électrophile et peut réagir directement sur un acide gras insaturé (RH) formant ainsi un hydro peroxyde ROOH (9). $1\text{O}_2 + \text{RH} \rightarrow \text{ROOH}$ (9) Par la suite interviennent les réactions radicalaires en chaîne de l'auto oxydation. Les hydro peroxydes ainsi formés sont différents de ceux formés par auto oxydation (Fränkel, 1998).

Oxydation enzymatique

Le phénomène d'oxydation des acides gras insaturés des fruits oléagineux peut être d'origine enzymatique. L'enzyme principalement impliquée est la lipo-oxygénase

. La lipo-oxygénase catalyse l'insertion d'une molécule d'oxygène sur un acide gras insaturé selon une réaction stéréospécifique, et aboutit à la formation d'hydro-peroxyde. Elle agit spécifiquement sur les acides gras non estérifiés (Ait et al, 2011).

- **Facteurs influençant l'oxydation**

De nombreux facteurs sont susceptibles d'influer sur la réaction, soit en la prévenant, soit en la favorisant. Ces facteurs peuvent être classés en :

- **facteurs intrinsèques** : tels que la structure des lipides, la présence de molécules pro-oxydantes (ions métalliques, enzymes) ou d'antioxydants (tocophérols, caroténoïdes, composés phénoliques) ;

-**facteurs extrinsèques** : tels que la température, la lumière, la pression partielle en oxygène, l'activité de l'eau, les conditions de stockage et de transformation (DRIDI,2016) .

Conséquences de l'oxydation :

Selon BENJELLOUN (2014), l'oxydation des CG est importante, ses conséquences peuvent se résumer en trois points :

- **Impact nutritionnel et organoleptique** : dégradation des vitamines liposolubles et des AGE, développement de saveurs anormales, changement de couleur, oxydation de nutriments (disparition des vitamines A, E, C, oxydation d'acides aminés), et enfin, formation des composés toxiques (peroxydes, époxydes, aldéhydes).

- **Impact sanitaire** : les composés secondaires d'oxydation présentent des effets cytotoxiques et mutagènes (cas du malondialdéhyde, par exemple, qui réagit avec l'ADN) ou encore des

effets cancérigènes (cas des monomères cycliques et oxystérols), et aussi l'apparition de maladies cardiovasculaires.

• **Impact économique** : perte de la valeur marchande suite à l'oxydation qui déprécie la qualité du produit.

X - stockage et conservation

Les huiles doivent être protégées de l'air et de la lumière (à cause de l'oxydation), ainsi que la chaleur. La réaction d'oxydation ou rancissement se produit lorsque les acides gras insaturés fixent l'oxygène de l'air : les doubles liaisons sont cassées et elles sont remplacées par des liaisons avec des atomes d'oxygène. L'oxydation a lieu plus vite sous l'effet des rayons ultraviolets, de la chaleur ou en présence d'ions métalliques comme le Fe^{2+} ou Cu^{2+} . Elle modifie le goût et des composés indésirables (acides gras libres et peroxydes) apparaissent, qui peuvent être dangereux pour la santé.

Les huiles pressées à froid contiennent naturellement plus de substances anti oxydantes que les huiles raffinées. Lorsque les antioxydants contenus dans l'huile sont épuisés, elle commence à rancir : elle prend un goût âcre et une odeur désagréable.

Certains extraits de plantes comme le romarin, le sauge, le thé ainsi que des mélanges de tocophérols ou le palmitate d'ascorbyle ont été étudiés pour leurs propriétés anti oxydantes dans les huiles. Les huiles vierges pré-emballées peuvent se conserver jusqu'à un an dans leur bouteille d'origine, à l'abri de la lumière de préférence; après ouverture, il faut les conserver :

- à l'abri de la lumière (à température ambiante ou au réfrigérateur) : pour les huiles d'arachide, de carthame oléique, d'olive, de pépins de courge, de tournesol oléique ou de sésame
- au froid et pas plus de 6 mois pour les plus riches en acides gras polyinsaturés
- au froid entre 1 et 3 mois pour les plus riches en acides alpha-linoléiques
- l'huile de lin est à consommer très rapidement (depuis 2008, elle est à nouveau

Certaines huiles ont tendance à se solidifier en formant des « flocons » à 4 °C : ce phénomène n'a aucune incidence sur leur qualité et ces amas redeviennent liquides à température ambiante. Les huiles les plus riches en acides gras mono-insaturés (comme l'huile d'olive) se figent complètement, il est donc plus pratique de les conserver à température ambiante.

Les huiles majoritairement trouvées dans la grande distribution sont des huiles raffinées, plus stables, et sans arrière-goût végétal car les mucilages, les gommes, la lécithine et d'autres

composés végétaux indésirables ont été éliminés lors du raffinage. Plus une huile contient des acides gras polyinsaturés, plus elle nécessite de précautions pour sa conservation. Mais son intérêt nutritionnel est plus grand également. (Anonyme,2005).

XI - Caractère organoleptique des huiles

Tableau 06 : caractéristiques organoleptique de l'huiles raffinées et l'huile d'olive

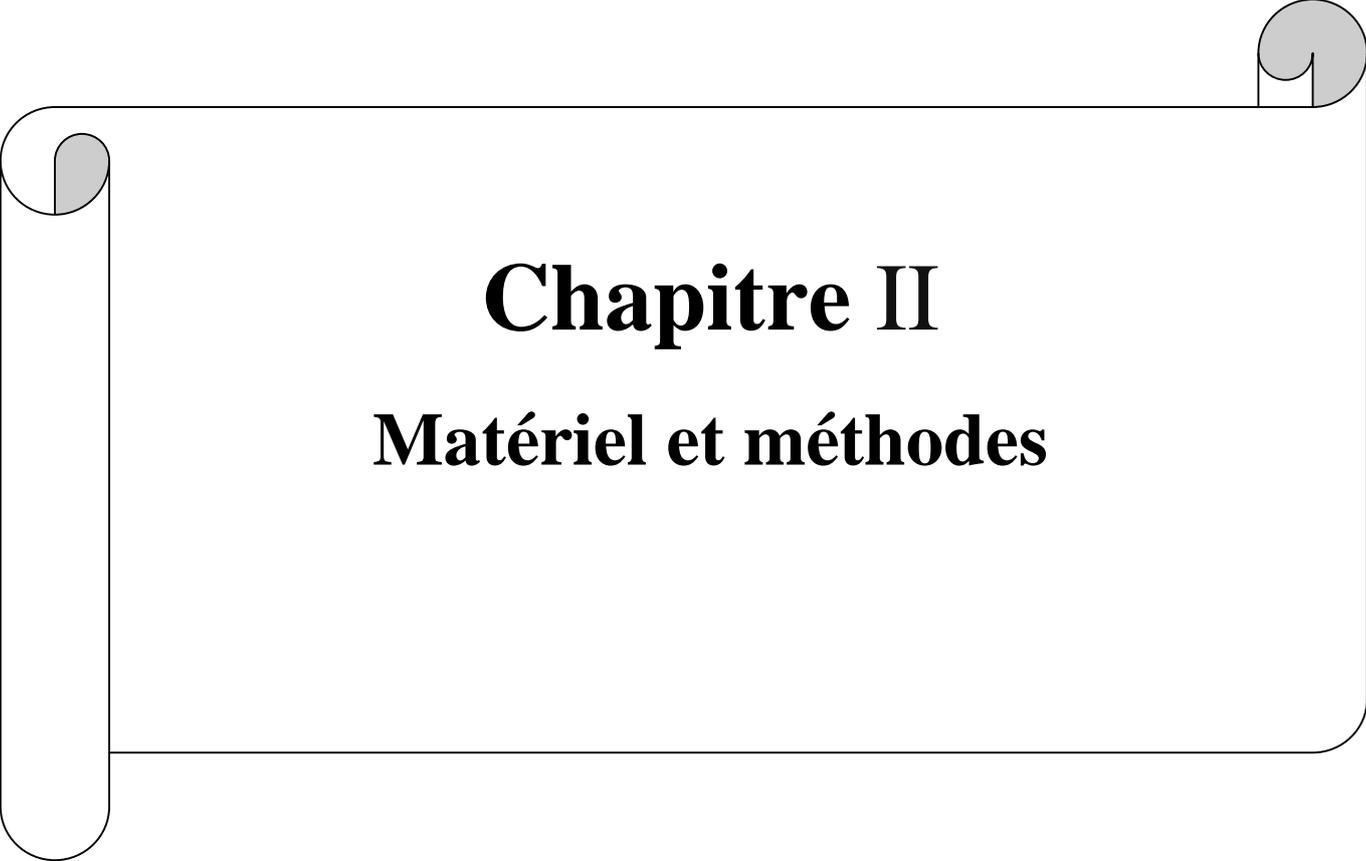
Aspect \ Huiles	Raffinés	Olive
Consistance	Liquide	Liquide
Couleur	Jaune ou Jaune claire	Jaune claire
Odeur	Prononcée ou peu prononcée	Franche de la graine

11.1 Normes Caractéristiques qualitative des huiles de tables

Les huiles alimentaire sont en conformité avec les normes de codex alimentaire, selon les normes de FAO Codex Stan 210 – 1999 utilisées a l'échelle mondiale pour les huiles raffinées et le centre algérienne de contrôle de qualité et d'emballage pour l'huile d'olive les normes des indices physico chimique sont présenté dans le tableau suivant :

Tableau 07 : normes des huiles alimentaire

Type d'huile	Les huiles raffinées	L'huile d'olive
Normes \ caractéristiques	FAO codex Stan 210- 1999	Centre algérienne de contrôle de qualité et d'emballage
Indice de saponification	187 - 195mg KOH/g MG	184 - 196mg KOH/g MG
Indice d'iode	118 – 141 g I2 / 100 g MG	75 – 94 I2 / 100 g MG
Indice de peroxyde	Inférieur à 10 meq O2/kg MG	inférieur à 20 meq O2/kg MG
Indice d'acide	0,3% maximum	1% maximum
Indice de réfraction	1,461 - 1,470	1,467 - 1,470
Densité (20°C/eau à 20°C)	0,910 - 0,925	0,910 - 0,916

A decorative border resembling a scroll, with a vertical strip on the left and rounded corners on the top and right. The scroll is outlined in black and has a light gray shaded area on the left side.

Chapitre II

Matériel et méthodes

En Algérie CEVITAL est l'un des principaux acteurs dans le domaine du raffinage des huiles et dans la production d'huile et de margarine. Dans le secteur des huiles de graines, les principaux producteurs sont Cevital, Safia, Afia Algérie et La Belle. L'Algérie, qui importe l'essentiel de sa consommation d'huile, essaie de développer et de valoriser sa production d'huile. Ces huiles sont utilisées pour l'assaisonnement, la cuisson ou la friture. (Agroligne N°97 - Novembre / Décembre 2015)



Figure11 : Différentes huiles commercialisées en Algérie

1. Matériel

La présente étude effectuée au niveau du complexe agroalimentaire CEVITAL de Bejaia porte sur le suivi de la détermination des caractéristiques physico-chimiques des huiles Elio, Fleurial et Fridor.

Cevital s'approvisionne essentiellement en huiles brutes en fonction du marché demandeur / fournisseur. Les huiles les plus connues et plus consommées en Algérie sont l'huile de tournesol de soja et de colza. Elles sont importées, par bateaux de gros tonnages, de certains pays producteurs tels que: Ukraine, Malaisie, Argentine.

L'huile est déchargée dans des cargos par les pipelines directement reliés aux cuves de stockage. Un bateau peut être vidé de sa cargaison en quelques heures.

La capacité de stockage dont dispose la raffinerie Cevital (47.000 tonnes d'huile brute), permet une production d'une durée de 3 mois.

Les différentes huiles brutes traitées par Cevital sont :

> **Les huiles fluides** : Nécessitent un raffinage physique et chimique (soja, tournesol, colza, maïs).

Les huiles hydrogénées: Subissent uniquement un raffinage physique.

Les huiles de Cevital disponibles sur le marché sont:

- FLEURIAL: 100 % tournesol commercialisée depuis août 1999.
- FRIDOR: Fraction tournesol + ODF selon la saison.
- ELIO : Soja + tournesol.

2. Méthodes d'analyses

2.1 Echantillonnage

Lors de l'échantillonnage de produit fini, les échantillons sont prélevés de manière aléatoire représentatives du lot, à divers endroits de ces derniers.

Tableau 08 : représentation des échantillons

Echantillons	Composition	Marque	conditionnement	Délai de conservation
Huile Elio	80% soja 20% tournesol	Cevital_Algerie Bejaia	Bouteille en PET de 5L	D.F :25/02/2020 24mois
Huile Fridor	25 % tournesol, 25 % soja et 50 % ODF	Cevital Algérie Bejaia	Bouteille en PET de 2L	D.F :03/03/2020 24 mois
Huile fleurial	100% tournesol	Cevital Algérie Bejaia	Bouteille en PET de 5L	D.F : 27/02/2020

ODF : Oléine doublement fractionnée

2.2. Procédés de raffinage des huiles du complexe CEVITAL

Les huiles brutes renferment un certain nombre d'impuretés indésirables, responsables du goût et d'odeur désagréables et de leur mauvaise conservation. Le raffinage a pour but d'éliminer les acides gras libres, les produits d'oxydation, les arômes désagréables, les

colorants. Autrement dit le raffinage consiste à éliminer les composés nuisibles à la qualité ou à la santé.

Les huiles alimentaires d'origine végétales subissent au niveau de la raffinerie de CEVITAL, et qui subissent des différents types de raffinage, qui sont :

- Raffinage chimique à chaud et à froid et un raffinage enzymatique.

Le raffinage s'effectue en suivant trois (03) «étapes principales qui sont :

2.2.1 Neutralisation :

La neutralisation a pour but d'éliminer les déchets solides (sédiments, métaux lourds, insaponifiable etc.), les phospholipides et les acides gras libres. Le schéma ci-après résume cette opération.

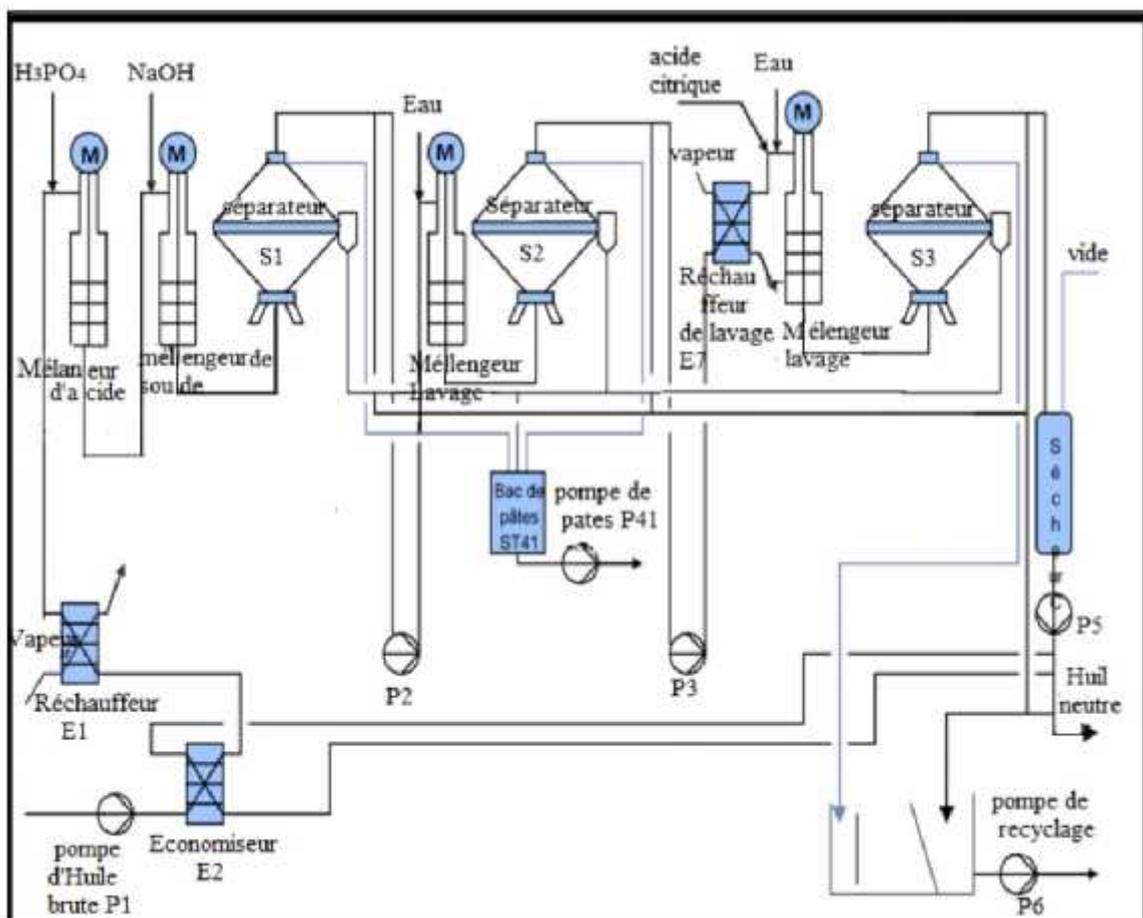


Figure 12 : schéma représentatif de l'étape de neutralisation (cevital 2014)

2.2.2. La décoloration

La décoloration, c'est est la deuxième étape de raffinage dans laquelle on élimine les pigments colorant de l'huile par adsorption sur la terre décolorante (ou le charbon actif), cette opération est divisée en deux étapes principales qui sont :

- **le séchage**

Le séchage a pour but d'éliminer toute trace d'eau dans l'huile neutralisée dans un réacteur doté d'un système d'injection de vapeur directe et sous vide.

- **la filtration**

Après l'injection de la terre décolorante et un temps de rétention entre l'huile et la terre, il est important d'enlever totalement cette terre décolorante de l'huile (figure13).

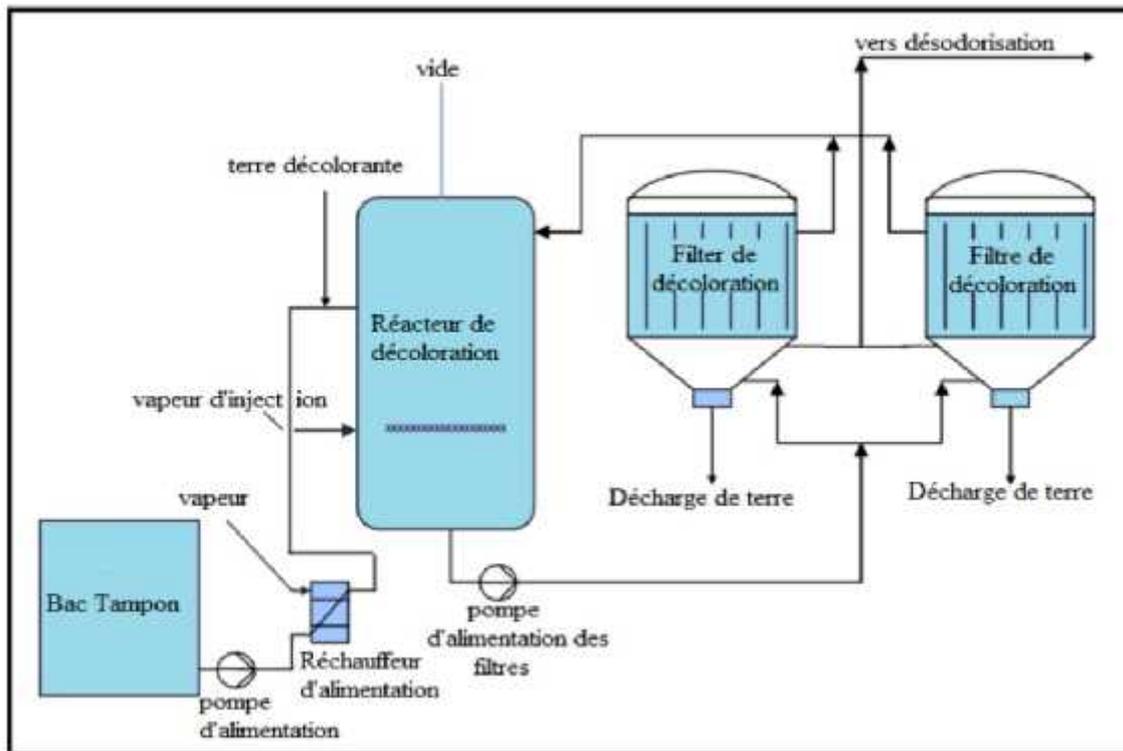


Figure 13: schéma représentatif de l'étape de décoloration (Cevital 2014).

2.2.3. La désodorisation

Elle nécessite deux opérations :

La distillation :

Elle est réalisée dans une colonne de désodorisation est composée de plusieurs plateaux, dans le quelle on réalise une distillation de l'huile pour séparer cette dernière des substances indésirables, en récupérant ces substances (les aldéhydes, les cétones, et acides gras,...) sous forme d'un distillat et l'huile pure sous forme de produit.

• La filtration

On réalise la filtration de l'huile désodorisée pour éliminer les impuretés formées dans la colonne (les polymères). Cette filtration se réalise à l'aide de trois types des filtres : filtres de polymères, filtres à crickets et filtres à poches.

Ces étapes sont décrites dans la figure suivantes.

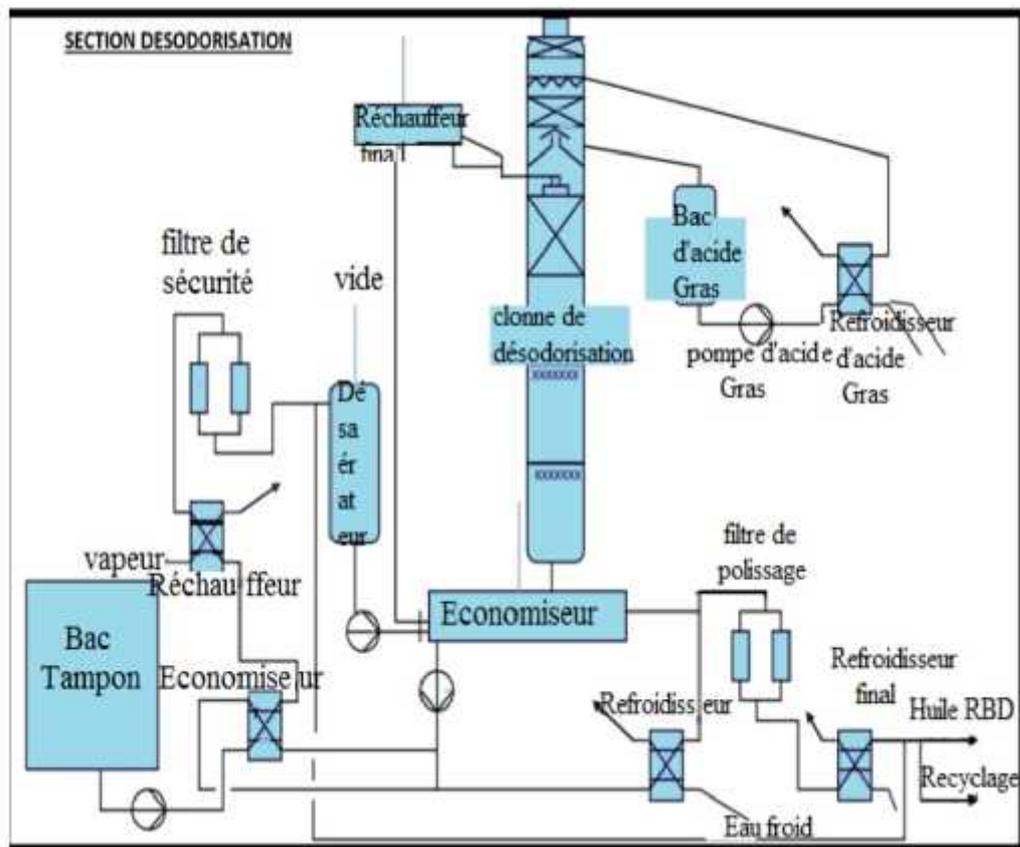


Figure 14: schéma représentatif de l'étape de désodorisation (Cevital 2014)

• Décirage

Appelé aussi (Winterrisation), c'est une étape de purification complémentaire qui a pour but d'éliminer les cires naturelles appliquée à certaines huiles végétales (maïs, tournesol). Les huiles Wintétisées présente l'avantage de ne pas figer en hiver.

2.3. Raffinage enzymatique

Ce type de raffinage consiste à utiliser l'enzyme (**licitasse ultra**) au cours de la neutralisation, qui joue un rôle d'un catalyseur qui favorise la transformation des phospholipides non hydratables en phospholipides hydratables **en lyso phospholipides**, insolubles dans l'huile, peuvent être éliminés par centrifugation.

2.4. Méthodes d'analyses

Analyses chimiques

- **Détermination de l'indice d'acide (ISO 660 3^{ème} édition 2009)**

L'indice d'acide est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaires pour neutraliser les AGL présents dans 1 g de CG.

Le principe consiste à neutraliser les AGL à l'aide d'une solution de KOH en présence de phénophtaléine comme indicateur coloré, selon la réaction suivante :



Principe

Il consiste à neutraliser les acides libres par une solution alcoolique d'hydroxyde de potassium titrée.

Mode opératoire

Peser 2g d'huile dans un erlenmeyer.

→ Ajouter 75 ml d'éthanol à 95°.

→ Neutraliser en présence de quelques gouttes de phénophtaléine à 1%.

→ Agiter énergiquement et titrer avec la solution d'hydroxyde potassium (la solution éthanolique titrée est à 0,1 N) jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante.

_ On note le volume de la solution éthanolique de KOH ajoutée.

Expression des résultats

$$\text{IA} = (V \times 56.1 \times N) / P \text{ (mg de KOH/g d'huile)}$$

Où :

P : Masse (g) de la prise d'essai.

56,11: Masse molaire, exprimée en g/mole, d'hydroxyde de potassium.

V : Volume en ml de KOH (0,1 N) nécessaire au titrage.

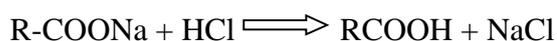
N : Normalité de la solution de potasse (0,1 N).

- **Détermination des traces de savon (A.O.C.S 17-5)**

Principe

C'est la teneur en oléate de sodium dans l'huile qui est soluble dans l'acétone avec de 3 à 4 % d'eau exprimée en partie par million (ppm). Elle nous renseigne sur l'efficacité des séparateurs. Les savons sont libérés directement dans l'acétone en présence du bleu de bromophenol comme indicateur coloré, ils sont ensuite titrés par l'acide chlorhydrique à 0,01N.

La réaction est la suivante:



Mode opératoire

- Dans une éprouvette graduée de 50 ml, verser 48,5 ml d'acétone et compléter avec de l'eau distillée;
- Verser la solution dans un ballon à fond plat et additionner quelques gouttes de bleu de bromophenol et neutraliser avec une goutte de NaOH 0,1N;
- La solution obtenue doit être de couleur jaune en absence de savons, mais dans le cas où elle est bleue ou verte titrer avec du HCl acétonique à 0,01N jusqu'à coloration jaune;
- Peser une prise d'essai (10g d'huile séparée ou 20g d'huile lavée) toujours dans le même ballon.
- Agiter et verser dans une ampoule à décanter afin que l'émulsion se sépare en deux couches : l'une supérieure de couleur verte, et l'autre inférieure de couleur jaune.
- Récupérer la phase verte et la titrer avec l'acide chlorhydrique (0,01 N) jusqu'au virage au jaune de l'indicateur

$$\text{Oléate de Na \%} = 304 \times N \times V / m \times 1000$$

304 : Masse équivalente d'oléate de sodium =281+23;

N : Normalité de HCl =0,01N;

V : Volume en ml d'HCl;

m : Masse en g de la prise d'essai .

- **Indice de peroxyde (IP) (ISO 3960, 2007)**

Principe

Le principe de cette méthode consiste à un traitement d'une quantité d'huile en solution dans l'acide acétique et le chloroforme, par une solution d'iodure de potassium (KI). Le titrage d'iode libéré se fait par une solution de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) à 0,01N en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré.

Mode opératoire

- 5 g de l'huile est mise en solution dans un mélange de 12 ml de chloroforme et 18 ml d'acide acétique
- Ajoutée une solution d'iodure de potassium (1ml)
- agitation durant 1 min avant de mettre au repos à l'abri de la lumière pendant 5 min à une température comprise entre 15 et 25°C.
- on ajoute 75 ml d'eau distillée suivi par une agitation rigoureuse.
- titré l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium (0,01 N).
- en présence d'empois d'amidon comme indicateur. Parallèlement à la détermination, effectuer un essai à blanc.

Expression des résultats

$$\text{IP} = (V - V_0) \times N \times 1000 / P \text{ (meq O}_2\text{/ Kg)}$$

IP : Indice de peroxyde ;

N : Normalité de Na₂S₂O₃ (0,01N) ;

V: Volume de Na₂S₂O₃ utilisé dans le titrage (ml)

V₀ : Volume de Na₂S₂O₃ pour l'essai à blanc (ml)

P: Poids de la prise d'essai (g).

• Détermination de la teneur en impuretés

Principe

Les impuretés insolubles dans l'hexane et l'éther de pétrole, constituent une mesure de la teneur en composés non lipidiques contenus dans l'huile. Leur taux doit être inférieur à 1% (**Van Eys et al, 2005**).

Mode opératoire

- Peser 0,001g d'échantillon dans une fiole de 250 ml puis additionner 200 ml d'hexane ;
- Boucher la fiole, agiter et laisser au repos à une température voisine de 20°C pendant 30 minutes;
- Sécher le filtre à une température de 103 #177; 2°C et refroidir dans un dessiccateur;
- Peser le papier filtre et le placer dans un entonnoir;
- Verser le contenu de la fiole et laver le filtre avec 50 ml d'hexane jusqu'à ce qu'il soit exempt de corps gras;
- Après égouttage, le filtre est séché à l'étuve, refroidis dans un dessiccateur puis pesé.

Expression des résultats

La teneur en impuretés insolubles est obtenue:

$$\text{Impuretés \%} = (m1 - m0)/E \times 100$$

E : La masse en gramme de la prise d'essai;

m0 : La masse en gramme du filtre sans impuretés;

m1 : La masse en gramme du filtre et des impuretés insolubles après séchage

- **Détermination de la stabilité à l'oxydation ou test au Rancimat (ISO 6886, 2006)**

La détermination de l'indice de stabilité oxydative (OSI) par Rancimat, est la méthode standard la plus utilisée lors de l'évaluation de la stabilité des corps gras aux conditions d'oxydation accélérées (**Pedro et al., 2013 ; Velasco et al., 2009 ; Arain et al., 2009 ; García-Moreno et al., 2013**).

La spécification de TIR (Temps d'Induction au test Rancimat, exprimé en heures) correspond au temps pendant lequel la matière grasse a résisté à un stress oxydatif.

Le principe du test consiste à vieillir prématurément les matières grasses par décomposition thermique à 98°C, sous un bullage intensif d'air (Rahmani, 2007).

L'ISO 6886 (2006), définit la période d'induction et la stabilité à l'oxydation comme suit:

_ **La période d'induction** : c'est le temps écoulé entre le début de mesure et le moment où la formation de produits d'oxydation commence à augmenter rapidement.

_ **La stabilité à l'oxydation** : c'est une période d'induction, exprimée en heures

Mode opératoire

-Préparer correctement l'appareillage (Rancimat 743, Metrohm, Suisse) en procédant aux réglages du bloc chauffant (98°C) et du débit d'air (10 litres/heure) ;

_ Remplir les cellules de mesure avec 60 ml d'eau distillée ou déminéralisée;

_ Mettre 3,0 g de chaque l'échantillon dans le flacon d'oxydation à l'air ;

_ Démarrer la pompe à l'air à membrane pour gaz et relier le tube d'arrivée et le tube de sortie d'air aux flacons d'oxydation à l'air et aux cellules de mesure à l'aide des tubes de raccordement ;

_ Introduire le flacon d'oxydation à l'air muni de son couvercle hermétique dans son trou du bloc chauffant, qui doivent être tous deux à la température requise.

Pour l'expression des résultats, l'appareil permet un calcul automatique de la période d'induction, tout en utilisant le maximum de la seconde dérivée de la courbe. La stabilité à l'oxydation est exprimée en heures. Ce résultat sera ensuite comparé avec le témoin.

Analyses physiques

- **Détermination de la couleur (ISO 15305, 1998)**

Principe

La détermination de la couleur est effectuée par un colorimètre LOVIBOND constitué de deux séries de verres colorés : jaune et rouge, la couleur de l'huile est comparée à une couleur obtenue suite à la superposition de ces verres colorés.

Mode opératoire

- Avant de placer l'échantillon d'huile, vérifier si les deux plages ont la même couleur, sinon étalonner l'appareil avant l'opération.
- Déplacer le bouton des jaunes jusqu'à obtention de deux plages identiques (X jaune).
- Verser l'huile à analyser dans une cellule en verre.
- Placer la cellule dans le colorimètre.
- Déterminer la couleur de l'échantillon par une meilleure comparaison possible avec les lames de couleur standard.

Expression des résultats:

La détermination de la couleur de l'échantillon consiste en la lecture de la planche, des valeurs du Jaune, Rouge.

$$(Y-X)J / ZR$$

X : La valeur de la couleur jaune lue au Lovibond avant de placer l'échantillon;

Y : La valeur de la couleur jaune après placement de l'échantillon

(Y- X)J : La valeur de la couleur jaune de l'échantillon;

ZR: La valeur de la couleur rouge lue au Lovibond après placement de l'échantillon

- **Détermination de la teneur en eau (Humidité) (ISO 662, 1998)**

Principe

Elle est basée sur la détermination du poids de l'huile avant et après séchage à l'étuve, toute diminution du poids après séchage indique la présence d'humidité.

Mode opératoire

- On pèse environ 20 g d'huile dans un cristalliseur bien séché
- le placer dans l'étuve pendant 1 heure à température de $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$ et laisser refroidir dans le dessiccateur pendant 30 minutes et peser à nouveau.
- à nouveau, répéter l'opération de chauffage, de refroidissement et de pesée jusqu'à ce que la perte de masse entre deux pesées successives ne dépassent pas 2 à 4 mg.

Expression des résultats

$$\mathbf{H\% = (Pe - Pf / Pe - Po) \times 100}$$

H : La teneur en eau (%) ;

Pe : La masse du cristalliseur et de la prise d'essai avant le chauffage (g) ;

Pf : La masse du cristalliseur et de la prise d'essai après le chauffage (g) ;

Po : La masse du cristalliseur vide (g).

- **Indice de réfraction (ISO6320, 2000-03-15)**

Principe :

A l'aide d'un réfractomètre, on mesure directement l'angle de réfraction que l'on observe à la limite de réfraction totale ; l'huile étant maintenue dans des conditions d'isotropisme et de transparence.

Mode opératoire :

- Nettoyer la lame du réfractomètre avec du papier Joseph.
- Etalonner l'appareil avec l'eau distillée dont l'indice de réfraction est égale à 1.33 à 40°C .

-Déposer quelques gouttes d'huile sur la lame à l'aide d'une pipette pasteur.

-Régler le cercle de chambre sombre et claire dans la moitié et effectuer la lecture des résultats en tenant compte de la température.

Expression des résultats

$$nd\ 40 = nd\ T + 0,00035 (T-40)$$

nd 40: L'indice de réfraction à 40°C.

nd T : L'indice de réfraction à la température de l'analyse.

T : La température de l'échantillon pendant l'analyse.

T: 40°C

0,00035 : La variation de l'indice de réfraction des triglycérides par degré au voisinage de 40°C

- **Densité relative à 20°C (Méthode conventionnelle)**

La densité relative à 20 °C d'une huile ou d'une matière grasse est le quotient de la masse dans l'atmosphère d'un certain volume de cette huile par la masse du même volume d'eau à 20°C.

- **Mode opératoire**

- Mettre 200 ml d'huile à analyser dans une éprouvette de 250 ml ;

- Tremper le densimètre avec un thermomètre dans l'éprouvette et attendre qu'il se stabilise ;

- Lire la densité directement sur le densimètre et la température sur le thermomètre. Les résultats sont exprimés selon la formule suivante :

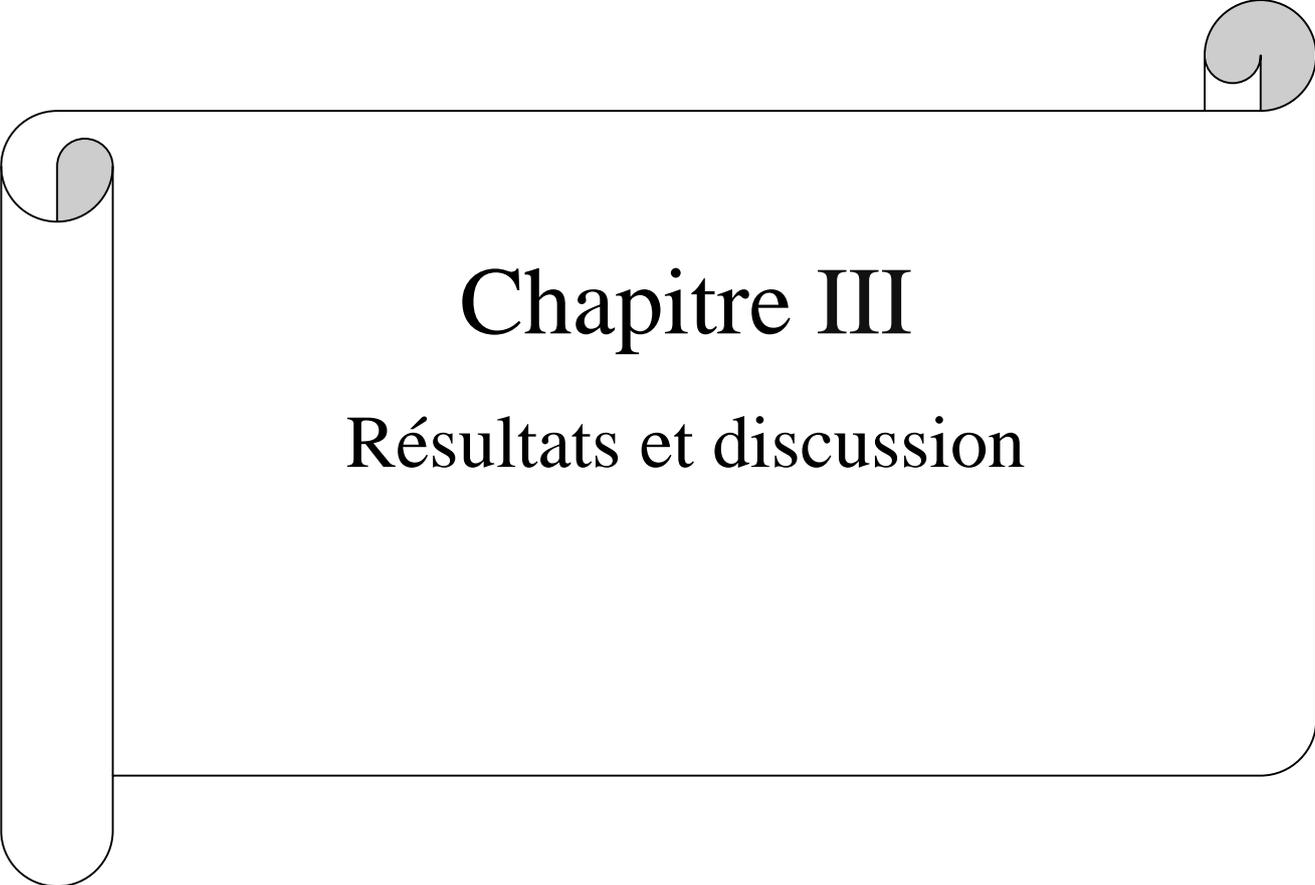
$$DT' = DT + 0,00069 (T-T')$$

DT : Densité lue directement sur le densimètre à une température T ;

DT' : Densité lue sur le densimètre à une température 20°C ;

T : Température lue sur le thermomètre ;

T' : 20 °C ; 0,00069 : Coefficient de correction.

A decorative border resembling a scroll, with a vertical strip on the left and horizontal lines at the top and bottom. The corners are rounded, and there are grey circular accents at the top-left and top-right corners.

Chapitre III

Résultats et discussion

- **Résultats des Analyses chimique**

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau ci-dessous :

Tableau 09: résultats des paramètres chimiques des huiles de tables

	Huile étudié			Huile donnée		
	Elio	Fleurial	Fridor	tomate	soja	Argan
Indice d'acide	0,10	0,12	0,08	0,12	0,05	0,12
Indice de peroxyde	0,4	0,4	0,2	0,4	Néant	0,5
Impureté insoluble	Néant	Néant	Néant	Néant	Néant	1,724
Oléate de sodium	Néant	Néant	Néant	Néant	Néant	Néant

- **Indice d'acide**

D'après les résultats on remarque que l'acidité des huiles « Elio », «Fridor» et Fleurial estimée à 0,10, 0.08 et 0,12 (mg KoH/g MG) sont conformes à la norme d'entreprise (0.6 mg KoH/g MG Max) cette conformité est expliquée par le bon déroulement des étapes du raffinage appliqué par l'entreprise sur les huiles (soja et tournesol, ODF).

Les acides gras libres présents dans les huiles brutes sont des catalyseurs d'oxydation et sont éliminés au cours de la neutralisation et la désodorisation la, donc on peut dire que l'huile est de bonne qualité concernant l'acidité.

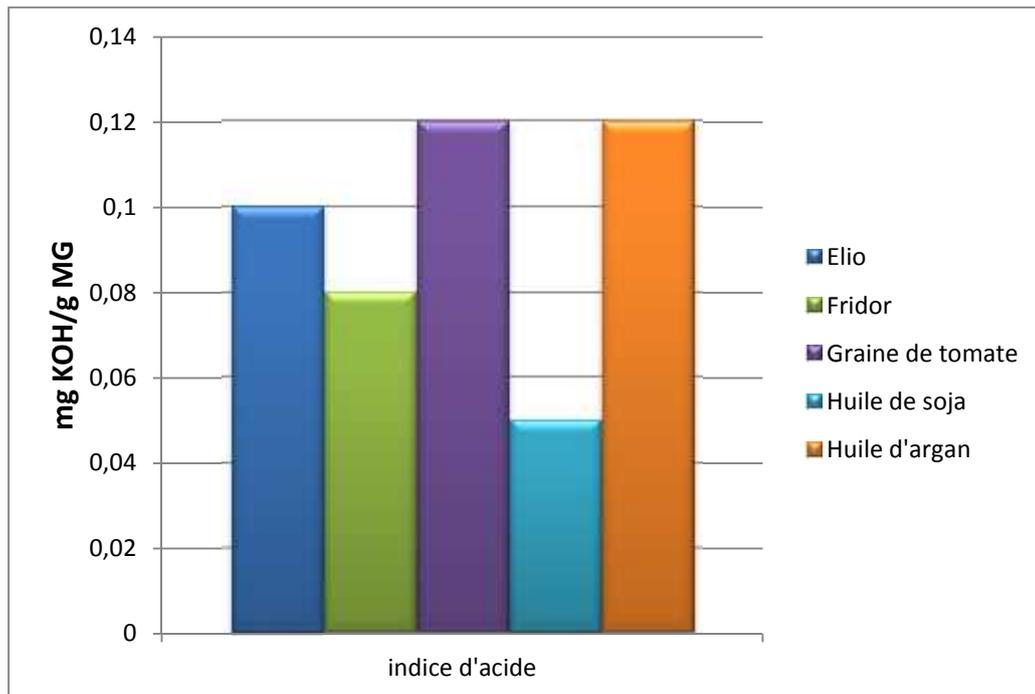


Figure 15: Représentation graphique d'indice d'acide.

Les valeurs d'indice d'acide des huiles sont en conformité avec les normes de l'ISO 660 2009-06-15 qui fixent la valeur max à 0.6 mg KoH/g MG et aux normes marocaine pour l'huile d'argan qui fixe la valeur a 1.15 mg KoH/g MG.

On constate que la moyenne de IA de l'huile d'argan 0.4 mg KoH/g MG.) est élevée par rapport aux autres huiles. Par ailleurs IA de l'huile de Flurial et de la graine de tomate (0.12 mg KoH/g MG) est légèrement élevé par rapport aux huiles Elio, Fridor (0.1 et 0.08 mg KoH/g MG), l'huile de soja raffinée présente la plus faible valeur (0.05 mg KoH/g MG) .on peut dire que notre huile et une huile vierge.

L'indice d'acide est une mesure des acides gras libres présents dans l'huile. Les acides gras se trouvent sous la forme de triglycérides, cependant, au cours de la transformation des acides gras peuvent être hydrolysé en acide gras libre. Plus l'IA est élevé, plus le niveau des AGL qui se traduit par une diminution de la qualité de l'huile (**Monika et al, 2013**).

En principe une huile est considérée consommable si sa teneur en acides libres est inférieur à 1% en masse (**KAPSEU C., 1993 in CODWE EMILE, 2011**).

○ Indice de peroxyde

Dans le produit fini (mélange soja- tournesol- ODF et 100% tournesol), l'indice de peroxyde atteint une valeur de 0,4 meq O₂/Kg dans l'huile Elio et Fleurial et 0,2 meqO₂/Kg pour Fridor, les résultats sont largement inférieure à la limite maximale établit par les normes. Ces résultats probablement dû au traitement thermique appliqué lors du raffinage (élimination des impuretés et désodorisation à hautes températures 270 °C) (Perrin, 1992).

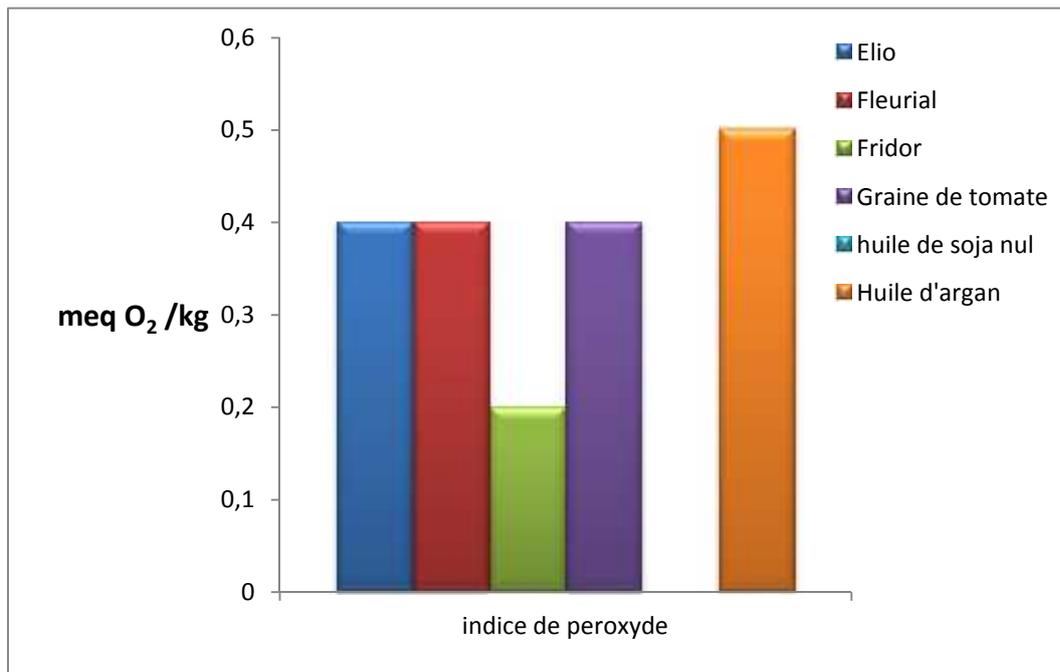


Figure 16: Représentation graphique d'indice de peroxyde.

L'indice de peroxyde obtenu pour les six huiles reprend aux normes du "ISO 3960 ,2009-06-15, qui fixe la valeur inférieure à 10 meq O₂/kg MG pour les huiles raffinées et aux normes marocaine pour l'huile d'argan qui est inférieure à 15 meq O₂/kg MG. On remarque que la moyenne d'Ip de l'huile d'argan (0.5 meq O₂/Kg MG) est légèrement élevée par rapport aux huiles Elio, Fridor, graine de tomate et Fleurial (0.4 et 0.2 meq O₂/Kg MG. Par ailleurs Ip de l'huile de soja raffinée est totalement nul.

Les indices de peroxyde obtenus restent très inférieurs aux valeurs limites par les codex (inferieur à 10 meq O₂/kg MG) Ces valeurs indiquent un bon état de l'huile.

L'oxydabilité d'une huile dépend en grande partie de la nature des acides gras constitutifs. Plus une huile est riche en acides gras insaturés, plus elle devient sensible à l'oxydation. Cette réaction serait favorisée par l'air, la lumière et la chaleur.

- **Impureté insoluble**

La teneur en impureté insoluble est la quantité de poussières et autre matières étrangères insolubles dans l'hexane ou l'éther de pétrole.

Sous le contrôle de qualité dans l'industrie alimentaire, une huile n'est consommable que si le pourcentage d'impuretés ne dépasse pas 1 %, selon les normes marocaine de SNIMA 2003 ce taux ne doit pas dépasser 0,05% pour l'huile d'argan.

D'après les résultats expérimentaux obtenus, on constate que le taux d'impureté insoluble de Elio, Fleurial, Fridor, graine de tomate et huile de soja sont conformes à la norme, Quant à celui de l'huile d'argan, il est supérieur à la valeur donnée par la norme. Cette variation est peut être due à la mauvaise conservation lors du stockage (durée et condition : température et humidité).

- **Oléate de sodium**

Les résultats d'Oléate de sodium des huiles étudiés sont également conformes aux Normes (humidité 0.2% Max, Oléate de sodium 0.005% Max) affirmant encore une fois, la maîtrise et l'efficacité du raffinage appliqué par l'entreprise.

- **Résultats des Analyse physique**

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau ci-dessous :

Tableau 10 : résultats des paramètres physique des huiles de table

	Huile étudié			Huile donnée		
	Elio	Fleurial	Fridor	tomate	Soja	Argan
Densité	0,920	0,920	0,920	Néant	0.918	0,916
Indice de réfraction a 40°	1,467	1,467	1,467	1,467	1,465	1,469
Humidité et matière volatile	Néant	Néant	Néant	Néant	Néant	0,04
Couleur lovibond	10-0,9	04-0,5	7-0,8	26-3,2	10-1,1	39-7,7

○ Densité

Afin de vérifier la pureté des huiles on a déterminé leur densité relative. Les valeurs obtenues montrent que les huiles analysées sont inférieurs aux normes établies par le C.A et le C.O.I (0,910-0,925) ce qui nous permet de dire que ces huiles sont totalement pures. Ce paramètre est un critère de pureté.

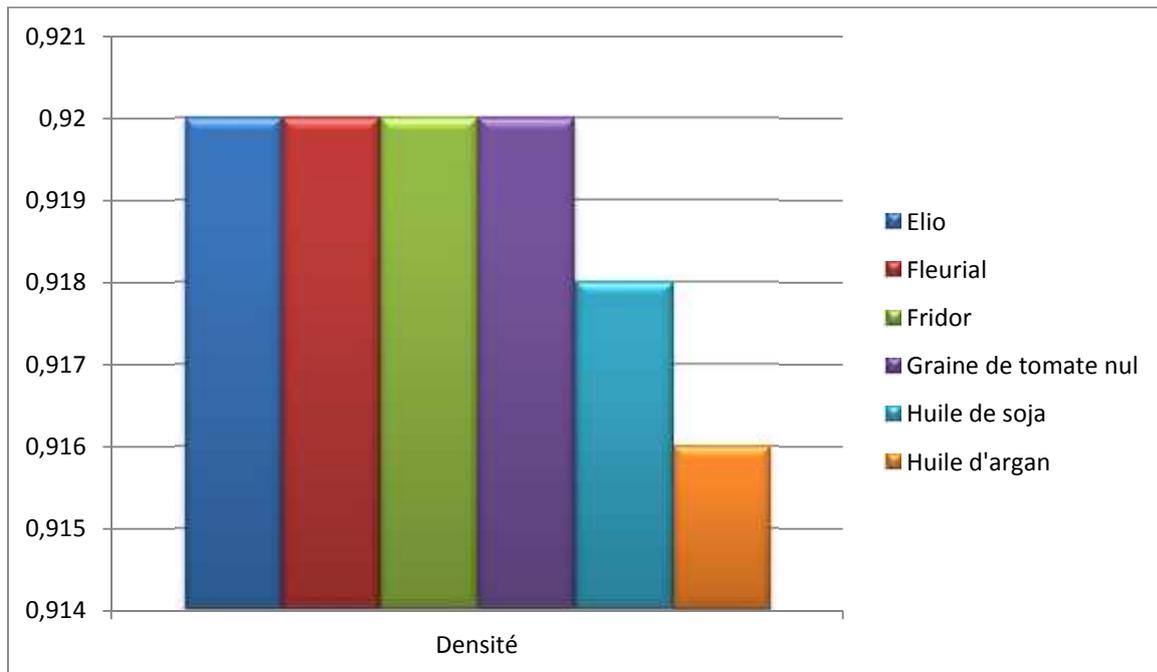


Figure 17 : Représentation graphique de la densité.

○ Indice de réfraction à 40°C

L'indice de réfraction, comme la densité, est considéré comme un critère de pureté d'une huile. Il varie avec la longueur d'onde de la lumière incidente ainsi qu'avec la température. Cet indice est proportionnel au poids moléculaire des acides gras et leur degré d'insaturation.

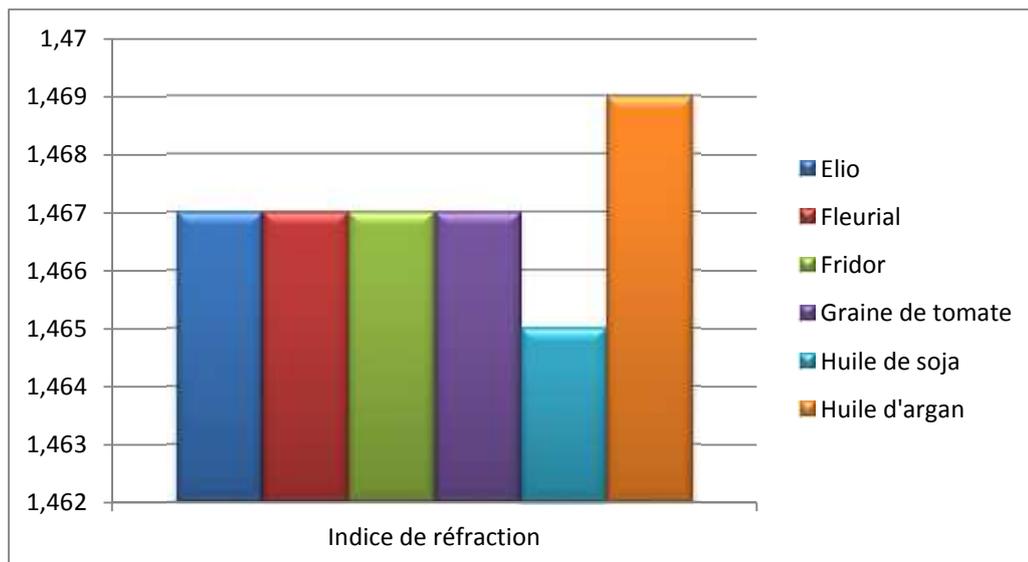


Figure 18: Représentation graphique d'indice de réfraction

D'après les résultats indiqués dans le tableau 10, on remarque que les moyennes des indices de réfraction pour les huiles Elio, Fleurial, Fridor, graine de tomate égale (1,467), huile d'argan présente une valeur légèrement supérieure, toutes ces valeurs sont comprises dans l'intervalle donné par la norme de Codex Alimentarius (1,461-1,470).

○ **Couleur lovibond**

Les critères organoleptiques varient d'une huile à une autre. En effet chaque huile présente des caractères qui lui sont propres, La couleur d'une huile végétale est un paramètre très important pour la détermination de sa qualité. Ces couleurs, nous indiquent la présence des pigments colorés (caroténoïdes, xanthophylles...).

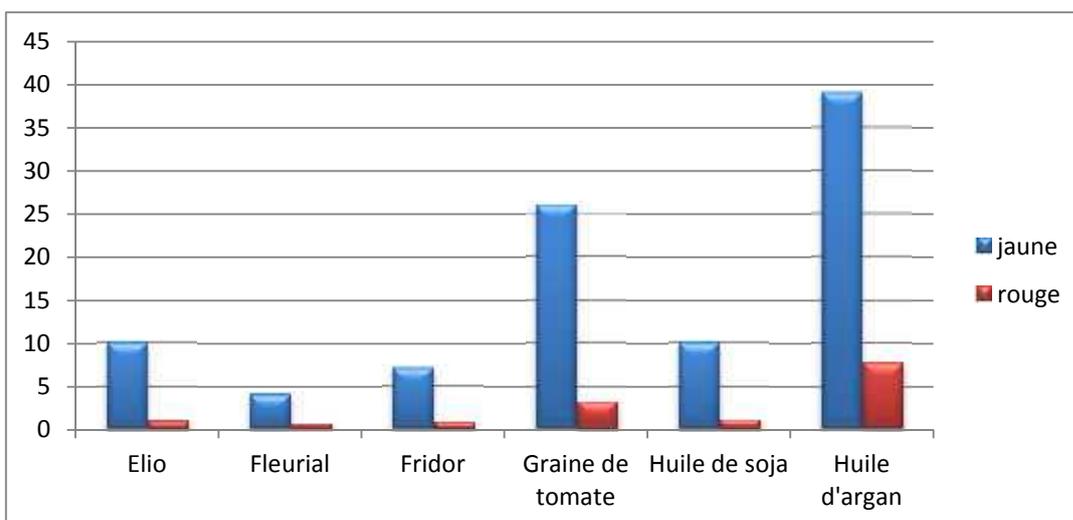


Figure 19: Représentation graphique de Couleur lovibond.

La couleur de l'huile, mesurée au Lovibond, révèle les valeurs les plus importantes sont enregistrées pour l'huile d'argan de $J= 39$ et $R= 7,7$ et l'huile de graine de tomate avec une valeur de 26 pour la couleur jaune et $R= 3,2$. Les couleurs sont plus intenses que les limites établies par la norme du codex

montrant ainsi une richesse en pigments de ces huiles (le bêta carotène, la chlorophylle,..etc). Par contre le reste des huiles (Elio, Fleurial, Fridor, soja) marquent des valeurs conformes à la norme d'entreprise $j=16$, $R=1,6$ ce qui implique le bon déroulement de raffinage.

○ **Humidité et matière volatile**

D'après les résultats expérimentaux obtenus, on constate que de la teneur en eau (Humidité) et matières volatiles des huiles sont également conformes aux Normes (humidité 0.2% Max).

● **Résultats de teste de rancimat**

Les courbes d'Elio, Fleurial et Fridor, ont été réalisées au niveau de complexe cevital

Tableau 11: Les temps d'induction du test Rancimat

Huiles	Elio à 98°C	Fridor à 98°C	Fleurial à 98°C	Tomate à 100°C	Soja à 100°C	Argan à 100°C
Temps d'induction h	14.68	14.05	12.89	19.28	15.78	33

Les courbes d'Elio, Fleurial et Fridor, ont été réalisées au niveau de complexe cevital qui montrent l'évolution de la stabilité des corps gras à une température de 98°C.

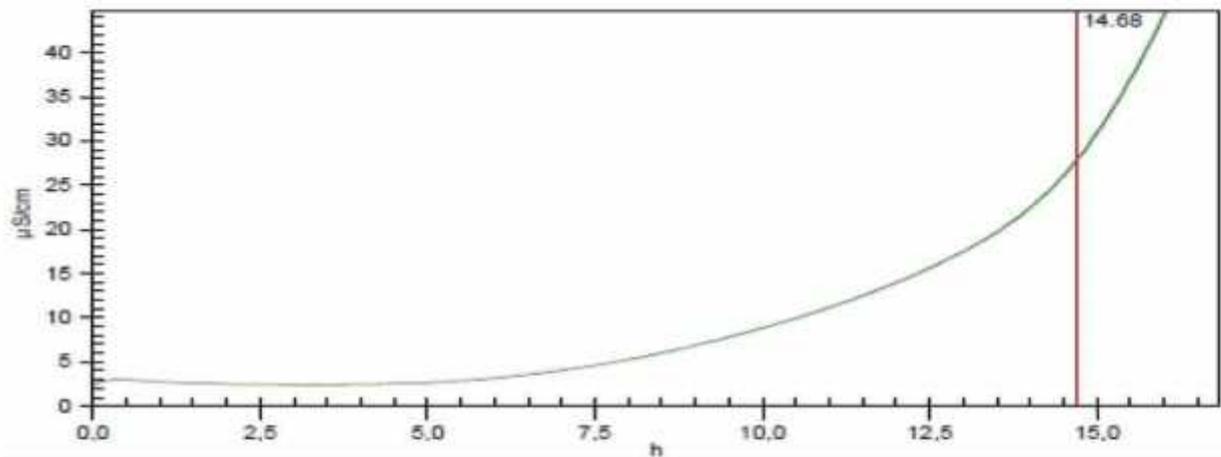
ID 1

ID 2

Huile elio

Induction time

14,68 h



Method name	Test Rancimat	Creation date	25/02/2020	16:37:01
Creator	Administrator			
Temperature	98 °C	Stop time	0,00 h	
Delta T	1,60 °C	Stop at conductivity	0 $\mu\text{S/cm}$	
Gas flow	10 L/h	Stop at endpoint	<input checked="" type="checkbox"/>	
Start delay	0 min	Delta Kappa	0 $\mu\text{S/cm}$	
Start mode	<input checked="" type="radio"/> per channel <input type="radio"/> per 2 channels <input type="radio"/> per block	Evaluation delay	0,00 h	
		Evaluation suppression start	0,00 h	
		Evaluation suppression end	0,00 h	
		Evaluation sensitivity	1,00	

Figure 20: Graphe représentant le temps d'induction obtenus par test de Rancimat pour l'huile Elio

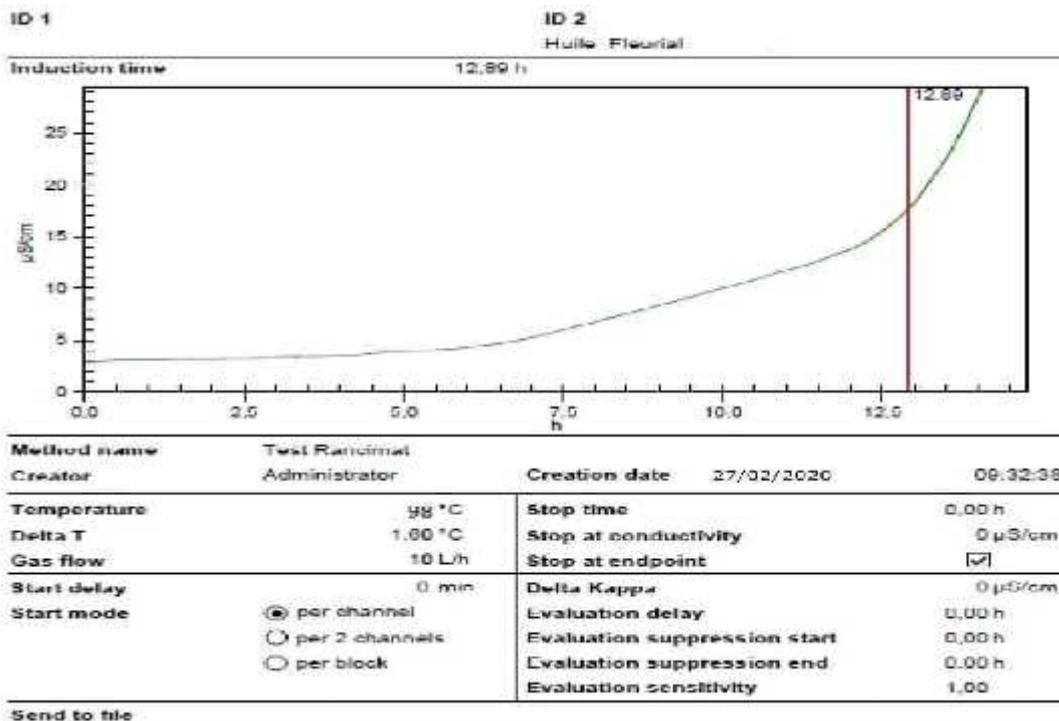


Figure 21: Graphe représentant le temps d'induction obtenus par test de Rancimat pour l'huile Fleurial

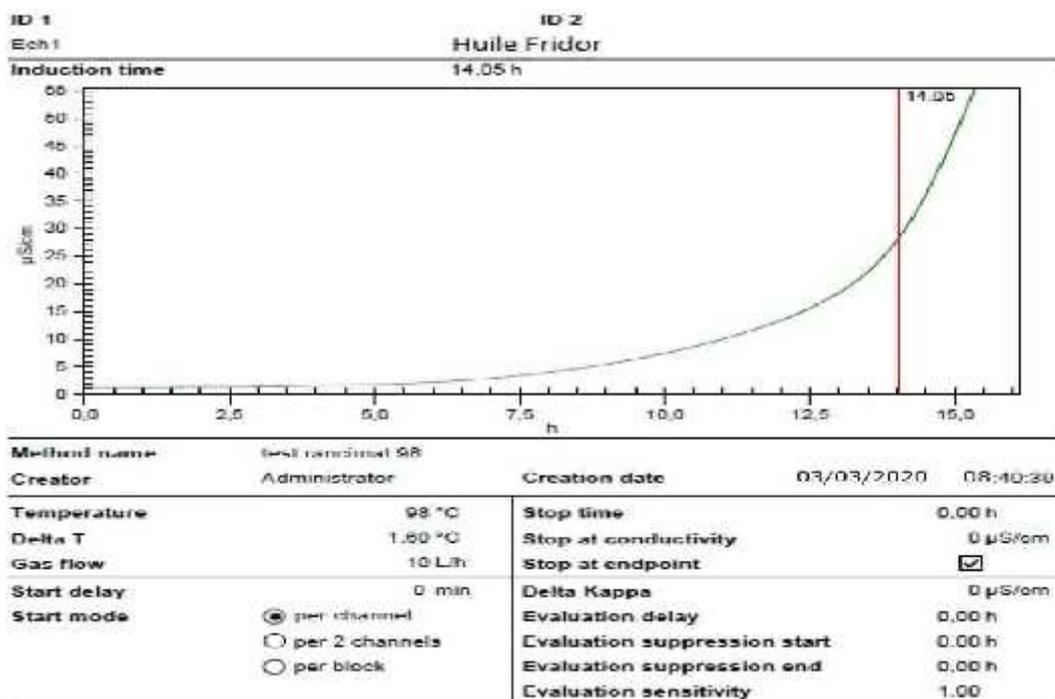


Figure22 : Graphe représentant le temps d'induction obtenus par test de Rancimat pour l'huile Fridor

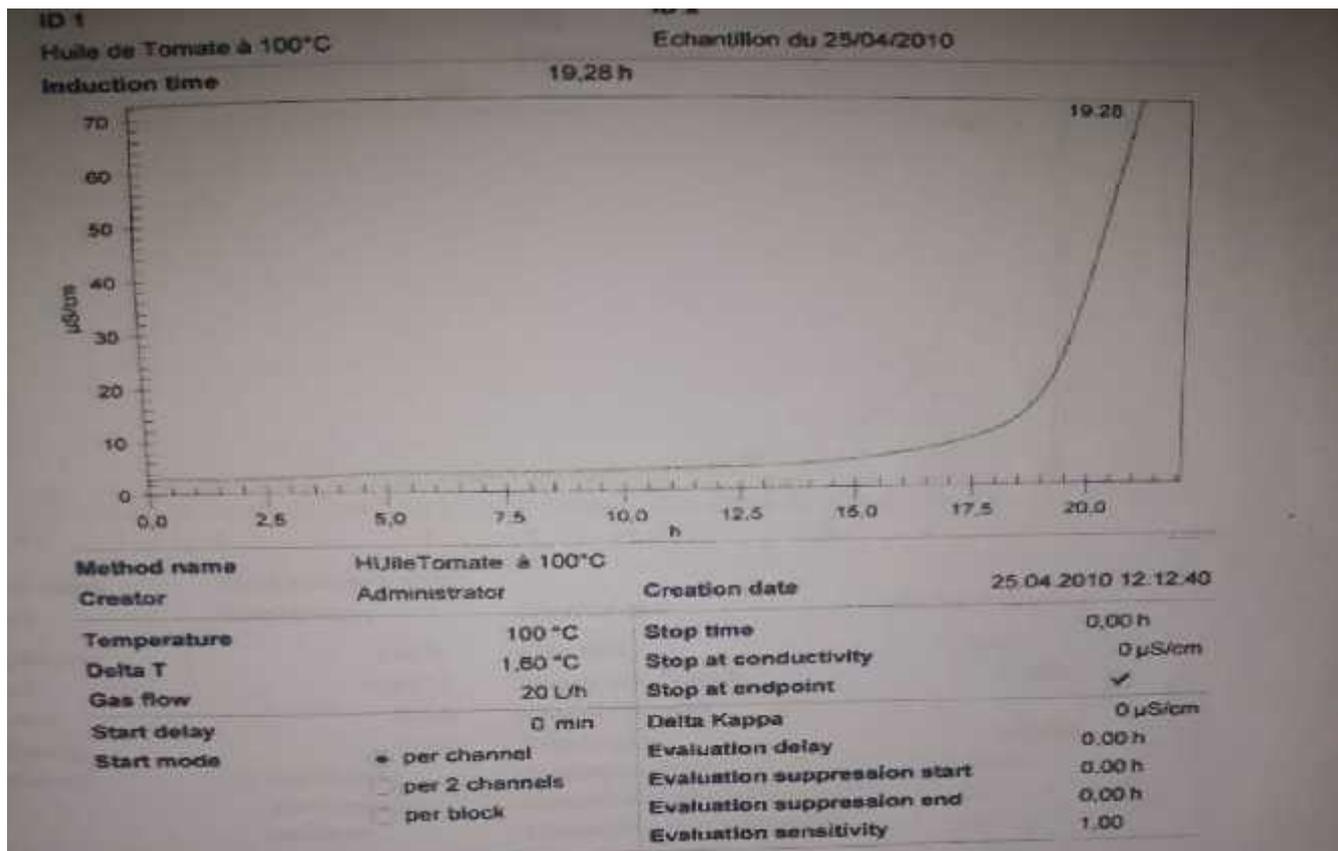


Figure 23 : Graphe représentant le temps d'induction obtenus par test de Rancimat pour l'huile de graine de tomate a une température de 100°C.

La stabilité à l'oxydation accélérée est mesurée par le test Rancimat (Matthaus, 1996; Rahmani, 2007). Les résultats montrent que la variété a influencé clairement la stabilité de l'huile. En effet les valeurs les plus élevées sont enregistrées chez l'huile d'argan (33 h) , dues principalement à sa composition faible en acides gras polyinsaturés conjugué à sa teneur en antioxydants naturels (tocophérols, du squalène). L'huile de graine de tomate présente un temps d'induction intermédiaire (19.28h) et en 3eme classe les huiles de soja, fridor, elio présentent avec une valeur qui se varie entre 14 à 15 h.

De manière générale, plus l'acide gras possède de doubles liaisons plus sa vitesse d'oxydation est élevée. L'oxydation des acides gras entraine leur transformation en molécules qui peuvent s'avérer toxiques pour l'organisme.

En pratique, ce phénomène d'oxydation est facilement repérable car il est responsable d'un changement d'aspect de l'huile végétale (odeur de rance, changement de couleur).

Conclusion

L'industrie des corps gras constitue un investissement important vu la diversité des produits qu'il en ressort et des matières premières utilisées.

Ce stage effectué à CEVITAL la première semaine de mars 2020, cela nous a permis d'observer de plus près le travail qui s'y déroule, de façon perfectionnée grâce aux personnels et leurs équipements.

Au cours de cette étude, le contrôle de la qualité de différents échantillons d'huiles végétales alimentaires raffinées, a été effectué.

Il repose sur la détermination du caractère organoleptique (consistance, couleur et odeur) et de la caractérisation physico-chimique (indice d'acide, indice peroxyde, indice de réfraction, densité relative, taux d'impureté, Oléate de sodium, l'humidité et matière volatile,) des huiles industrielles étudiées (Elio, Fleurial, Fridor,). on les a comparé avec d'autres résultats bibliographique (huile d'argan, l'huile de soja raffinée, l'huile de graine de tomate) il ressort des différentes investigations faites que :

Nos résultats montrent que la qualité varie d'une huile à une autre selon la norme.

- L'évaluation du caractère organoleptique pour les huiles étudiées présente une consistance liquide, une couleur allant de jaune à jaune clair et une odeur conformément prononcé à leur composition.
- L'indice de peroxyde présentent des résultats varie entre 0,2 et 0,4 meq O₂/Kg MG qui répondent aux normes exigées par le codex STAN 210-1999 et les normes exigée par l'entreprise qui se fixe à 10 meq O₂/Kg MG.

La détermination de la teneur en peroxydes dans les huiles permet d'évaluer le niveau d'oxydation primaire produite au cours du stockage et/ou l'élaboration de l'huile.

- On constate que la moyenne d'indice d'acide de l'huile d'argan 0.4 mg KOH/g MG.) est élevée par rapport aux autres huiles. Par ailleurs IA de l'huile de Fleurial et de la graine de tomate (0.12 mg KOH/g MG) est légèrement élevé par rapport aux huiles Elio, Fridor (0.1 et 0.08 mg KOH/g MG), l'huile de soja raffinée présente la plus faible valeur (0.05 mg KOH/g MG) .on peut dire que notre huile et une huile vierge.
- D'après les résultats expérimentaux obtenus, on constate que le taux d'impureté insoluble de Elio, Fleurial, Fridor, graine de tomate et huile de soja sont conformes à la norme (0,05% Max), Quant à celui de l'huile d'argan, il est supérieur à la valeur

donnée par la norme (0,05%) . Cette variation est peut être due à la mauvaise conservation lors du stockage (durée et condition : température et humidité).

- Les résultats d'Oléate de sodium, l'humidité et matière volatiles de toutes les huiles sont également conformes aux Normes (humidité 0.2% Max, Oléate de sodium 0.005% Max) affirmant encore une fois, la maîtrise et l'efficacité du raffinage appliqué par l'entreprise
 - Les valeurs obtenues de la densité montrent que les huiles analysées sont inférieurs aux normes établies par le C.A et le C.O.I (0,910-0,925) ce qui nous permet de dire que ces huiles sont totalement pures. Ce paramétré est un critère de pureté, d'autre part on remarque que les moyennes des indices de réfraction pour les huiles Elio, Fleurial, Fridor, graine de tomate égale (1,467), huile d'argan présente une valeur légèrement supérieure, toutes ces valeurs sont compris dans l'intervalle donné par la norme de Codex Alimentarius (1,461-1,470).
 - Les résultats de l'évaluation de la stabilité oxydative par le test de Rancimat indique que les valeurs les plus élevées sont enregistrées chez l'huile d'argan (33 h), dues principalement à sa composition faible en acides gras polyinsaturés conjugué à sa teneur en antioxydants naturels (tocophérols, du squalène). L'huile de graine de tomate présente un temps d'induction intermédiaire (19.28h) et en 3eme classe les huiles de soja, fridor, elio présentent avec une valeur qui se varie entre 14 à 15 h.
- De manière générale, plus l'acide gras possède de doubles liaisons plus sa vitesse d'oxydation est élevée. L'oxydation des acides gras entraine leur transformation en molécules qui peuvent s'avérer toxiques pour l'organisme.**

En perspectives, il est préférable de compléter cette étude :

- par l'évaluation du teste de Rancimat pour les autres marques d'huiles de tables commercialisées en Algérie.
- Par la mesure de cet indice aux différentes températures d'entreposage de ces huiles lors de leur stockage commercial.

Références bibliographiques :

A

ADRIANE J, POTUS J. et FRANGNE R. (2003). Les sciences alimentaires de A à Z.

3 ème Edition, voisier, Paris. p : 432-

ALUYOR E.O. et ORI-JESU M. (2008). The use of antioxidants in vegetable oils. African Journal of Biotechnology, 7

Ait ammour et ahishakiye 2010 mémoires sur la valorisation de résidus industrielle de tomates, université blida

Ait Ali Farhat, 2020 Algérie ECO

Anonyme 2017, statistique-2017-oléagineux-plantes riches en protéine, p50

Anonyme 2, 2011, Direction générale de Contrôle Economique et de la Répression des fraudes. Guide de contrôle des huiles de friture.

B

BAUER W.J., BADOUD R., LOLIGER J. and ETOURNAUD A. (2010). Sciences technologie des aliments. 1èreEdition.

BELTZ H.D., GROSCH W. et SCHIIBERLE P. (2009). Edible fats and oils. In food chemistry. 4th revised and extended Edition : Springer. pp : 640.

BELAID D., 2015 : La production d'oléagineux en Algérie. P2.

BENJELLOUN N (2014) huile d'argan : propriétés pharmaceutiques et mise en place d'un processus de contrôle. Thèse pour le diplôme d'état de docteur en pharmacie. Université de limgos.

C, E, G, J

Charles A., Den G., 1997. Abrégé de Biochimie alimentaire. 4ème Edition Masson, Paris, pp 225-232.

EVON P., VANDENBOSSCHE V., PONTALIER P.Y. et RIGAL L. (2010). La technologie d'extrusion bi-vis, une solution originale et performante pour le bio-raffinage du tournesol plante entière. OCL ; 17 (6). p405

FRANKEL E.N., 1998. Antioxidants in lipids and their impact on the food quality. 1996. Food chemistry 57. P.51-55.

GUIRAUD J.P. (2003). Microbiologie alimentaire. Edition : Dunod, Paris. p143.

J.Denise, (1992). Raffinage des corps gras. Ed. Lavoisiner. Paris.

JEANTET R., et al. (2006). Oxydation des lipides. In : Science des aliments. Volume 1. Edition : Tec & doc, Lavoisier, Paris. pp : 95-113.

K

KARLESKIND, 1992, Manuel des corps gras, tome II, édition Lavoisier.

Kiritsakis A.K., Christie W.W, 2000. Analysis of Edible Oils. In: Handbook of Olive Oil - Analysis and Properties - An Aspen Publication, Aspen Publishers, Inc., Gaithersburg, Maryland,USA, pp 129-158.

Kovari.physical refining of sunflower oil, (2004), p: 306.

Kartika IA. (2005). Nouveau procédé de fractionnement des graines de tournesol : expression et extraction en extrudeur bi-vis, purification par ultrafiltration de l'huile de tournesol. Thèse de Doctorat de Sciences des Agroressources. L'institut national polytechnique, Faculté de Chimie Agro-Industrielle, Toulouse, p 339.

L, M, N

LAISNEY J. (1992). Obtention des corps gras. In : Manuel des corps gras. Volume 1. Edition: Tec & doc, Lavoisier, Paris.

Lion Ph. Travaux pratiques de chimie organique. Ed. Dunod, Paris.1955.

Mustapha et al. Les matières grasses destinées aux produits de boulangerie.Americansoybean Association. U.S.A.23 (2002)-6

MORIN O., PAGES-XATART-PARES X (2012). Huiles et corps gras végétaux : ressources fonctionnelles et intérêt nutritionnel. OCL ;P :74

M. Philippe EVON NOUVEAU PROCÉDÉ DE BIORAFFINAGE DU TOURNESOL PLANTE ENTIÈRE PAR FRACTIONNEMENT THERMO-MÉCANO-CHIMIQUE EN EXTRUDEUR L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE TOULOUSE 2008 P 19-21

Nihad Nia suivi et comparaison des paramètres physico-chimique de l'huile de soja par cevital Université de béjaia 2008.

O, P

OCL VOL. 19 N8 2 mars-avril 2012.

Pistor, 2013, Huiles et graisses, La brochure complète.

PERRIN, 1992, J.L. PERRIN, Rev. Fr. Corps Gras, 1992.

POKORNY J. (2003). Problème de stabilité des produits alimentaires liés à la présence des lipides. In : Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. p : 7

R, V, Z

REGIS J., JOFFRE F. et FINE F (2016). Consommations et fonctionnalités des lipides : nouveaux horizons Impact de la trituration et du raffinage sur la teneur en micronutriments des huiles végétales de colza, soja et tournesol. OCL , p3.

VITRAC O., TRYSTRAN G. et RAOULT-WACK A.L. (2003). Procédé de friture et produits frits. In: Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. P : 231.

Wolff, 1968 Manuel d'analyse des corps gras. Ed. Azoulay, Paris.

ZoubidaCharrouf, Professeur, Université Mohamed V, Rabat Daniel Pioch, **Dr HDR, Cirad**, Montpellier Projet UE / MEDA / ADS « Appui à l'amélioration de la situation de l'emploi de la femme rurale et gestion durable de l'arganeraie dans le sud-ouest du Maroc »

Les normes :

ISO 6886, 2006 Corps gras d'origines animale et végétale détermination Test de stabilité oxydative.

ISO 15305, 1ere édition, 1998 Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination de la couleur.

ISO 662 2ème édition, 1998 Corps gras d'origines animale et végétale Détermination de la teneur en eau (Humidité)

ISO6320 4ème édition 2000-03-15 Corps gras d'origines animale et végétale Détermination de l'indice de réfraction.

ISO 663 Quatrième édition 2007-03-01 Corps gras d'origines animale et végétale Détermination de la teneur en impuretés

ISO 660 3ème édition 2009 Corps gras d'origines animale et végétale Détermination de l'indice d'acide

A.O.C.S Recommended practice Cc 17-5 Corps gras d'origines animale et végétale Détermination des traces de savon

Liste des sites consultés

Les différents huiles commercialisées en Algérie et leur composition : caractéristique physicochimique des huiles végétales (Agroligne N°79, Novembre/ Décembre, 2015)

Anonyme Conservation des huiles wikipedia

Anonyme, 2018, Fop_marché_oléagineux, juin 2018, p9

Anonyme, 2019, USDA, juin 2019

Anonyme, 2018/2027, (OCDE/FAO 2018-2027).

Annexe : partie experimentale

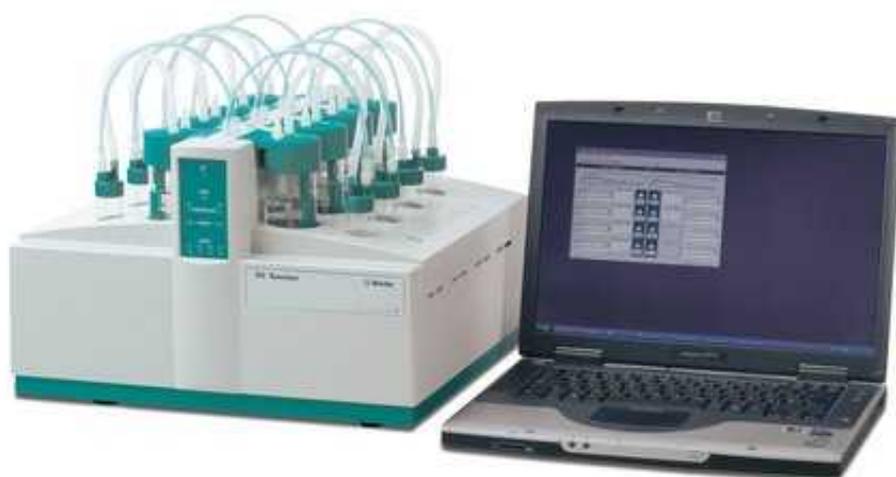


Figure1 : Rancimat metrom 743.



Figure 2 : colorimètre LOVIBOND

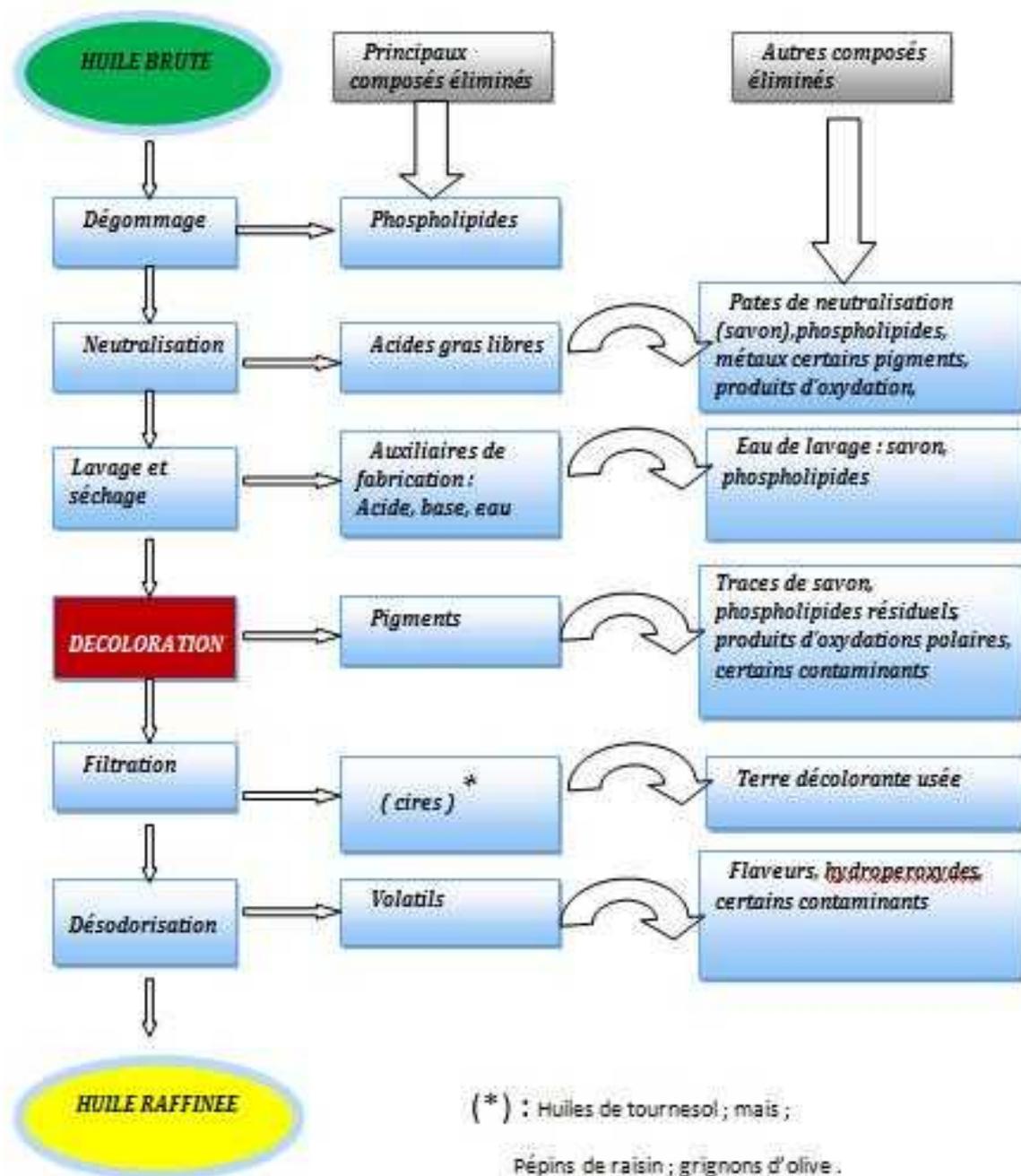


Figure3 : Les étapes du raffinage des huiles végétales brutes (documentation d'entreprise)

**BULLETIN D'ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE
PRODUIT FINI**N° Réf : F-QHSE-01
Date de
révision :
Version :

Bejaia le : 27/02/2020

Nature du produit : FLEURIAL
Conditionnement : Huile : 5L
Date de production : 27/02/2020
Date de péremption : 26/02/2022
Date d'analyse : 03/03/2020
Identification du lot : A
Numéro d'enregistrement : 60/2020

Analyses	Unité	Normes	Résultats	Normes d'essai
Indice d'acide	mg KOH/g MG	0.6 Max	0.12	ISO 660 troisième édition 2009-06-15
Indice de Peroxyde	meq O2 /Kg oil	10 Max	0.4	ISO 3960 Quatrième édition 2007-07-15
Impuretés insolubles	%	0.05 Max	Néant	ISO 663 Quatrième édition 2007-03-01
Humidité et matières volatiles	%	0.2 Max	Néant	ISO 662 Deuxième édition 1998-09-15
Indice de réfraction à 40°C	-	1.467-1.469	1.467	ISO6320 Quatrième édition 2000-03-15
Densité à 20°C	-	0.918-0.923	0.920	Methode conventionnelle
Oléate de sodium	%	0.005 Max	Néant	A.O.C.S Recommended practice Cc 17-95.
Couleur LOVIBOND	J 5P1/4 R	12 1.2	4 0.5	ISO 15305 Première édition 1998-09-15
Odeur et saveur	-	-	-	Caractéristiques au produit.

Commentaire : Produit conforme à la commercialisation.


Direction Des Laboratoires



BULLETIN D'ANALYSE PHYSICO-CHEMIQUE
PRODUIT FINI

N° Réf :	F-QHSE-03
Date de révision :	
Version :	

Béjaia : 25/02/2020

Nature du produit : ELIO
Conditionnement : Huile 5L
Date de production : 25/02/2020
Date de péremption : 24/02/2022
Date d'analyse : 03/03/2020
Identification du lot : B 400T
Numéro d'enregistrement : 386/2020

Analyses	Unité	Normes	Résultats	Normes d'essai
Indice d'acide	mg KOH/g MG	0.6 Max	0.10	ISO 660 troisième édition 2009-06-15
Indice de Peroxyde	meq O2 /Kg oil	10 Max	0.4	ISO 3960 Quatrième édition 2007-07-15
Impuretés insolubles	%	0.05 Max	Néant	ISO 663 Quatrième édition 2007-03-01
Humidité et matières volatiles	%	0.2 Max	Néant	ISO 662 Deuxième édition 1998-09-15
Indice de réfraction à 40°C	-	1.458-1.470	1.467	ISO6320 Quatrième édition 2000-03-15
Densité à 20°C	-	0.912-0.925	0.920	Méthode conventionnelle
Oléate de sodium	%	0.005 Max	Néant	A.O.C.S Recommended practice Cc 17-95.
Couleur LOVIBOND	J 5P1/4 R	16 1.6	10 0.9	ISO 15305 Première édition 1998-09-15
Odeur et saveur	-	-	-	Caractéristiques au produit.

Commentaire : Produit conforme à la commercialisation.





BULLETIN D'ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE
PRODUIT FINI

N° Réf : F-QHSE-01
Date de
révision :
Version :

Béjaia : 03/03/2020

Nature du produit : HUILE FRIDOR PROFESSIONNELS
Conditionnement : Huile : 2L
Date de production : 03/03/2020
Date de péremption : 02/03/2022
Date d'analyse : 04/03/2020
Identification du lot : B 400T
Numéro d'enregistrement : 110/2020

Analyses	Unité	Normes	Résultats	Normes d'essai
Indice d'acide	mg KOH/g MG	0.6 Max	0.08	ISO 660 troisième édition 2009-06-15
Indice de Peroxyde	meq O2 /Kg oil	10 Max	0.2	ISO 3960 Quatrième édition 2007-07-15
Impuretés insolubles	%	0.05 Max	Néant	ISO 663 Quatrième édition 2007-03-01
Humidité et matières volatiles	%	0.2 Max	Néant	ISO 662 Deuxième édition 1998-09-15
Indice de réfraction à 40°C	-	1.458-1.470	1.467	ISO6320 Quatrième édition 2000-03-15
Densité à 20°C	-	0.912-0.925	0.920	Methode conventionnelle
Oléate de sodium	%	0.005 Max	Néant	A.O.C.S Recommended practice Cc 17-95.
Couleur LOVIBOND	J 5P1/4 R	16 1.6	7 0.8	ISO 15305 Première édition 1998-09-15
Odeur et saveur	-	-	-	Caractéristiques au produit.

Commentaire : Produit conforme à la commercialisation.

TERKI Djamila
Chef de Service Qualité Huile
Direction Des Laboratoires
Direction des Laboratoires