

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE
جامعة عمار ثليجي بالأغواط
UNIVERSITE AMAR TELIDJI LAGHOUAT

كلية العلوم
FACULTE DES SCIENCES ET DE LA NATURE ET DE LA VIE
قسم البيولوجيا
DEPARTEMENT DE BIOLOGIE



Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de Master

Filière : Sciences Biologiques

Option : Biochimie Appliquée

THÈME

Contribution à l'étude de l'effet de la température sur quelques paramètres de l'huile de table

Présenté par :

- AISSAOUI Nadia
- GOURINE Manal
- OMAR Fatima Zohra

Devant le jury composé de :

Noms et Prénoms:	Grade :	Université AT Laghouat
Président: SIFI Ibrahim	MCA	U.A.T.Laghouat
Examinatrice: HADJ AISSA Fatima Z	MAA	U.A.T.Laghouat
Rapporteur: NEBEG Halima	MAA	U.A.T.Laghouat
Co-Rapporteur: ZAKHROUF Zohra	MAA	U.A.T.Laghouat

Soutenu publiquement le : 19/09/2020.

Résumé

L'objectif de cette étude est de déterminer l'effet de la température sur les paramètres physico-chimiques (indice d'acide et indice de peroxyde) de trois huiles vendues dans le marché Algérien (Elio, Fleurial, Afia) et l'huile d'olive. Les valeurs de l'IA et de l'IP des différentes huiles, ont révélées que les huiles raffinées sont plus stables que l'huile d'olive vierge, et que l'IA et IP des huiles raffinées augmentent considérablement avec la cuisson. Les valeurs des IA et IP obtenues dans cette étude pour les trois huiles raffinées, restent toujours dans la norme, alors que l'huile d'olive après chauffage et friture est devenue impropre à la consommation humaine.

Mots clés: Huile de table, Paramètres physicochimiques, Température, Qualité.

Abstract

The objective of this study is to determine the effect of temperature on the physico-chemical parameters (Acid index and peroxide index) of three oils sold in the Algerian market (Elio, Fleurial, Afia) and Olive oil. The values of AI and PI, of the different oils, revealed that refined oils are more stable than virgin olive oil, and that the AI and PI of refined oils increase considerably with cooking. The values of AI and PI obtained in this study for the three refined oils, always remain within the norm, whereas the olive oil after heating and frying became unfit for human consumption.

Keywords: Table oil, Physico-chemical parameters, Temperature, Quality.

ملخص

الهدف من هذه الدراسة هو تحديد تأثير درجة الحرارة على المعايير الفيزيوكيميائية (مؤشر الحمض و مؤشر البيروكسيد) لثلاثة زيوت تباع في السوق الجزائري (إيليو، فلوريال، عافية) و زيت الزيتون. أظهرت قيم م.ح و م.ب، للزيوت المختلفة، أن الزيوت المكررة أكثر استقرارا من زيت الزيتون البكر، و أن م.ح و م.ب للزيوت المكررة يزداد بشكل كبير مع الطهي. لا تزال قيم م.ح و م.ب التي تم الحصول عليها في هذه الدراسة للزيوت الثلاثة المكررة، دائما ضمن المعيار، في حين ان زيت الزيتون بعد التسخين و الفلي أصبح غير صالح للاستهلاك البشري.

الكلمات المفتاحية : زيت المائدة، المعايير الفيزيوكيميائية، درجة الحرارة، النوعية.

Dédicace

J'ai l'honneur de dédier ce modeste travail

A ceux qui m'ont tout donné sans rien en retour

A ceux qui m'ont encouragé et soutenu dans mes moments les plus durs

Et ceux à qui je doit tant a mes parents,

pour leur amour et leur support affectif.

A Ma très chères sœur : Insaf.

A Mes frères : Mohamed, Samir, Tayeb.

A Mes chères grands-mères, mes tantes, mes oncles, mes cousines.

Ainsi qu'a toutes mes amies : Fatima, Manal, Afaf, Hayat, Loubna.

Que j'ai vécu avec elles des beaux moments au cour de mon cursus à l'université.

A tous qui me connaisse de près ou de loin.

Nadia

En premier lieu je remercie Allah le tout puissant de m'avoir donné la volonté, la santé et le courage pour réaliser ce travail.

Je dédie ce travail :

À celle qui m'a donné la vie, le symbole de tendresse, qui s'est sacrifiée pour mon bonheur et ma réussite, à ma chère mère... et mon cher père, école de mon enfance, qui a veillé tout au long de ma vie à m'encourager, à me donner aide et protection.

Que dieu les garde et les protège.

À mes chères sœurs : Khadidja, hadjer.

À mes chers frères : Nabil, walid.

À mes neveux : Mohammed, Younes et Mohammed

À mon encadreur : M Nbeg Halima.

À mes chères amies et collègues du travail

À toute ma promotion de Master 2.

Et à tous ceux qui ont contribué à la réalisation de ce travail.

Manal

A Allah le Miséricordieux, le Très Miséricordieux

*A l'homme de ma vie, mon exemple éternel, celui qui s'est toujours sacrifié
pour me voir réussir, à toi mon père « MOHAMMED ».*

*A maman « KHADEDJA » pour son amour, et qu'elle m'a toujours accordé en
témoignage de ma reconnaissance envers sa confiance, ses sacrifices et sa tendresse.*

*A mon soutien moral et source de joie et de bonheur, mon frère « MADANI »
pour l'encouragement et l'aide qu'il m'a toujours accordé.*

*A mes sœurs, « ASMA », « NESRINE », et « LINA » pour l'amour qu'elles
me réservent*

Je leurs souhaite une vie pleine du bonheur et de succès

*Mes chères amies et collègues du travail « MANAL et NADIA » et à toute ses
famille*

A mes amis, Ma promotion « Master II Biochimie appliquée 2019/2020 »

Au nom de l'amitié qui nous réunit,

Et au nom de nos souvenirs inoubliables

A tous ceux qui me sont chers.

Fatima Zohra

Remerciement

Nous remercions tout d'abord Dieu qui nous a donné le courage et la patience dans toute notre vie et pour achever ce modeste. Toujours en lui nous avons mis tout notre confiance et ne n'avons jamais déçu. Nous exprimons nos profondes gratitudes et reconnaissances à notre encadreur de recherche madame NEBEG Halima, Professeur au département de biochimie à la Faculté de science de la nature et de la vie « université de Laghouat » pour nous avoir proposée et acceptée de diriger avec beaucoup de patience ce sujet de mémoire de fin d'études.

Nous la remercions pour ses encouragements ses conseils et le prie de trouver ici le témoignage de nous respectueuse reconnaissance.

Nous remercions le professeur SIFI Ibrahim, MCA au département de Biologie pour avoir accepté de présider ce jury. Nous le remercions pour sa compréhension

Et Mme HADJ AISSA Fatima Zohra, MAA au département de Biologie pour avoir acceptée de juger et examiner ce modeste travail.

Nous adressons nos sincères remerciements à tous les professeurs, intervenants et toutes les personnes qui par leurs paroles, leurs écrits, leurs conseils et leurs critiques ont guidé nos réflexions jusqu'à l'obtention du diplôme de master.

Nous adressons nos remerciements aux ingénieurs du laboratoire de Biochimie qui nous ont aidés à la réalisation de la partie pratique de notre mémoire.

Nos vifs remerciements et notre profonde reconnaissance vont à tous les personnes qui ont contribué à la réalisation de ce travail.

AISSAOUI Nadia

GOURINE Manal

OMAR Fatima Zohra

Liste des Tableaux

Tableau 1: La composition en acides gras de quelques huiles végétales	6
Tableau 2 :La composition des huiles alimentaires fabriquées en Algérie.	9
Tableau 3: Composition en acides gras de l'huile de soja.....	10
Tableau 4: Composition en acides gras (%) de l'huile de tournesol.	11
Tableau 5 :Composition en acides gras de l'huile de maïs en (%).....	12
Tableau 6: Les principaux acides gras présentent dans l'huile d'olive.	14
Tableau 7: Principales voie de formation des nouvelles espèces chimiques.....	22
Tableau 8: Les verreries utilisées dans les expériences.....	29
Tableau 9: les produits chimiques utilisés.....	30
Tableau 10: La présentation des échantillons des quatre huiles étudiées.	31
Tableau 11: Présentation de procédé de friture.	32
Tableau 12: Les valeurs d'indice d'acide des échantillons d'huiles	37
Tableau 13: Évaluation de l'indice de peroxyde des échantillons d'huiles.....	40
Tableau 14: Étude comparative avec d'autres travaux.	41

Liste des figures

Figure 1 : Production et consommation mondiales des l'huiles végétales	8
Figure 2: Les différents huiles commercialisées en algérie.....	8
Figure 3: Plante de soja.....	9
Figure 4: Fleurs de tournesol.....	11
Figure 5: L'aspect générale de maïs et de graines de maïs	12
Figure 6: Huile d'olive.....	13
Figure 7: Opération unitaires du procédé de trituration de graines oléagineuses.	16
Figure 8: Procédé de raffinage chimique des huiles végétales.....	18
Figure 9: Échantillons d'huiles (Afia, Elio, Fleurial et Olive)	32
Figure 10: Titrage de solution éthanolique	34
Figure 11: Titrage de l'iode libéré par le thiosulfate de sodium	35

Abréviations

Ac : Acide.

AG : Acides Gras.

AGI : Acides Gras Insaturés.

AGMI : Acides Gras Monoinsaturés.

AGPI : Acides Gras Polyinsaturés.

AGS : Acides Gras Saturés.

DE : Date d'expiration.

DF : Date de fabrication.

IA : Indice d'acide.

IP : Indice de peroxyde .

KI : Iodure de potassium.

KOH : Hydroxyde de potassium.

Méq : Milli équivalent.

MG : Matière grasse.

N : Normalité.

NaOH : Hydroxide de sodium

RH : lipides insaturés.

R° : Radicaux libre.

Ro°: Radical peroxy.

ROOH: Hydroperoxydes.

TG : Triglycéride.

TAG : Tri.acyl .glycérol.

Table de matière

INTRODUCTION	1
CHAPITRE I : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE	4
I Les huiles végétales	5
I.1 Généralité	5
I.2 Composition des huiles végétales	5
I.3 Quelques définition	6
I.4 Les huiles alimentaires	6
II Production mondiale	7
III Les différentes huiles commercialisées en Algérie et leurs compositions	8
IV Les différentes huiles végétales	9
IV.1 Huile de soja	9
➤ Composition de l'huile de soja	10
IV.2 Huile de tournesol	10
➤ Composition de l'huile de tournesol	11
IV.3 Huile de maïs	11
➤ Composition de l'huile de maïs	12
IV.4 Huile d'olive	13
➤ Caractéristiques et composition de l'huile d'olive	13
V . Procédés de fabrication des huiles	14
V.1 Extraction des huiles végétales	15
➤ Préparation des graines	15
➤ Pressage à froid	15
➤ Pressage à chaud	15
➤ Extraction par solvant	15
V.2 Raffinage des huiles végétales	17
➤ Définition	17
➤ Les étapes de raffinage	17
VI Mode d'emballage et de stockage des huiles végétales	19
VI.1 L'emballage des huiles	19
VI.2 Stockage	20

VII	La friture	20
VII.1	Réactions de dégradation des huiles de friture	20
VII.2	Modifications aux cours de friture	22
VIII	Oxydation des huiles alimentaires	23
VIII.1	Les réactions d'oxydation	23
➤	Auto-oxydation	23
➤	La photo-oxydation	24
➤	Oxydation enzymatique	25
VIII.2	Les facteurs favorisant l'oxydation	25
➤	Facteurs intrinsèques	25
➤	Facteurs environnementaux	26
CHAPITRE II : MATERIELS ET METHODE		28
I	Matériels et produits utilisés	29
I.1	Matériels utilisés	29
I.2	Produits utilisés	29
II	Méthodes	30
II.1	Introduction	30
II.2	Échantillonnage	30
II.2.1	Échantillonnage d'huile : froide, de friture et l'huile chauffée	31
II.3	Détermination des caractéristiques chimiques des huiles étudiées	33
II.3.1	L'indice d'acide	33
II.3.2	Indice de peroxyde	34
CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS		36
I.	Indice d'acide	37
II.	L'indice de peroxyde	39
CONCLUSION		43
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES		45
ANNEXES		50

Introduction

Introduction

Notre alimentation comprend trois macronutriments (protéines, glucides et lipides) et un grand nombre de micronutriments (vitamines, minéraux, les antioxydants, etc.). La bonne santé repose, en partie, sur un apport adéquat et équilibré de ces composants. **(Gunstone.,2003)**

Les lipides sont plus connus sous le terme de graisse, sont partie aux éléments essentiels dans l'alimentation humaine et représentent la source d'énergie la plus importante pour l'organisme., ils constituent quel que soit leur origine, des sources industrielles d'huiles ou de graisse. Les huiles végétales occupent une place importante dans divers secteurs économiques : agroalimentaire, pharmaceutique et cosmétique. **(Benaissa.,2017)**

De nos jours, les préoccupations des consommateurs vis-à-vis des aliments ne sont plus seulement d'ordre quantitatif, elles concernent de plus en plus la qualité des produits et les experts de santé conseillent de consommer régulièrement les aliments qui contiennent les huiles végétales car elles contiennent des éléments plus sains que les graisses animales. **(Benaissa.,2017)**

La qualité de l'huile dépend essentiellement de sa composition chimique ; suivant les conditions de fabrication ou de conservation, les divers éléments constitutifs peuvent subir des modifications plus au moins importantes, pouvant porter préjudice à sa qualité. **(Ait et Azzoune.,2019)**

Aujourd'hui le procédé de friture absorbe la majorité des huiles alimentaires produites dans le monde et des produits frits sont consommés sur tous les continents. La friture est le siège de réactions chimiques innombrable (oxydation, polymérisation, hydrolyse). L'huile chaude subit des transformations chimiques conduisant à la formation de composés polaires, la diminution de certains composés d'intérêt nutritionnel, l'apparition de composés volatils responsable d'odeurs désagréables et l'apparition de composés non volatils qui s'avèrent toxiques à fortes doses. **(Gornay.2006)**

La température a été reconnue comme l'un des facteurs qui réduisent la qualité de l'huile, modifié les caractéristiques organoleptiques et accroît les risques pour la santé du consommateur.Cette étude a pour but d'étudier l'effet de la température sur quelques paramètres (Indice d'acide, indice de peroxyde) de quatre huiles alimentaires commercialisées en Algérie : Elio, Fleurial, Afia et l'huile d'olive.

Notre travail est reparti comme suit :

La première partie : une synthèse bibliographique sur les huiles végétales ,leurs production mondiale , quelques exemples sur les huiles végétales (définition, composition en acides gras), les procédés de fabrication des huiles végétales (extraction et raffinage) ,leurs stockage et emballage et le processus de friture ,oxydation

Dans la deuxième partie, nous décrivons les méthodes opératoires réalisés pour déterminer les différents paramètres étudiés;

Dans la troisième partie nous discutons les résultats obtenus.

Chapitre I :
Étude
Bibliographique

I Les huiles végétales :

I.1 Généralité :

Les huiles ont été utilisées pour l'alimentation et dans d'autres applications depuis la préhistoire, elles sont principalement obtenues à partir des graines oléagineuses et des fruits riches en huile, tels que le fruit du palmier, de l'olivier, du coprah, de l'arachide, des fleurs de tournesol, de colza ou encore du coton et du soja. Une huile végétale renferme en général plus de 99 % de lipides et quelques vitamines et antioxydants liposolubles, ni glucides, ni protides . En principe l'huile est une matière grasse, onctueuse et épaisse, liquide à température ambiante. Physiquement, les huiles et les graisses sont fondamentalement de composition similaire. (Barka.,2016)(Fakhri et Qadir.,2011)

Les huiles végétales peuvent être classées en 3 grandes catégories :

- **Les huiles saturées** : les huiles de Coprah, de Palme et de Palmiste.
- **Les huiles semi-siccatives** : les plus nombreuses avec l'huile d'olive, d'arachide, de purghère, de colza, moyennement visqueuses et les huiles de tournesol, soja, maïs, coton, carthame.
- **Les huiles siccatives** : comprenant des longues chaînes carbonées telles que l'huile de lin et les huiles de poisson. (Benaissa.,2017)

I.2 Composition des huiles végétales :

Les corps gras, provenant du règne végétal, sont composées de deux fractions :

Fraction saponifiable: représentant un pourcentage massique de 98 à 99%, sont essentiellement des glycérides (Les triglycérides, glycérides partiels), des phosphatides, et des acides gras qui sont formée par un mélange d'acides gras saturés (AGS) et insaturés (AGI) classés selon le nombre de liaisons insaturées en acides gras monoinsaturés (AGMI) ou polyinsaturés (AGPI).

Fraction insaponifiable : représentant un pourcentage massique de 1 à 2%, Parmi ces constituants on rencontre les stérols, les alcools gras, les pigments colorés, les cires, les hydrocarbures, les tocophérols, les alcools terpéniques, Les composés phénoliques. (Bourachouche et Boudei.,2016)

La Composition chimique de quelques huiles végétales est montrée dans le **Tableau 1**

Tableau 1: La composition en acides gras de quelques huiles végétales.
(Bourachouche et Boudei.,2017)

Acide gras	Formule	Huile d'olive	Huile colza	Huile soja	Huile maïs	Huile tournesol	Huile coton
Acide myristique	C14 :0	≤ 0,05	0,1- 0,2	0 – 0,1	0 – 0,3	0 – 0,1	0,6 1
Acide palmitique	C16 :1	7,5-20	3,0-5,0	8-13	9,1-16,8	5,5-7,7	21-26,8
Acide palmitoléique	C16 :1	0,3-3,5	0,2-0,6	0-0,2	0-0,3	0-0,3	0-1,13
Acide stéarique	C18 :0	05-5	1-2	2-5	1,4-3	2.8-6,5	2-3,3
Acide oléique	C 18 :1	55-83	52-67	20-50	20 -38	14-38	14-22
Acide linoléique	C18 :2	≤ 3,5 – 21	16-24,8	35-60	39,5-65	48,2 -74,2	46,5-58
Acide linoléinique	C18 :3	≤0,9	6,5-14	4-10	0,6-1,4	0-0,1	0-0,4
Acide arachidique	C20 :0	≤ 0,6	0,2-0,8	0,2-0,5	0,3-0,7	0,2-0,4	0,2-0,5
Acide eïcosénoïque	C20 :1	≤ 0,4	0,9-2,4	0-0,2	0,2-0,4	0-0,2	0-0,1
Acide béhénique	C22 :0	≤ 0,2	0,1- 0,5	0,5-1,6	0-0,5	0,7-1,3	0,06
Acide lignocérique	C24 :0	≤ 0,2	0 – 0,2	0 – 0,5	0 – 0,3	0 – 0,4	-

I.3 Quelques définition :

I.4 Les huiles alimentaires :

Les huiles et les graisses alimentaires sont extraites à partir des graines ou des fruits oléagineux de productions végétales diverse, et aussi à partir de tissus adipeux d'animaux terrestres ou marins. Les huiles alimentaires sont des huiles végétales utilisée en cuisine comme l'huile de cuisson, de fritures ou d'assaisonnement. (Benaïssa.,2017)

L'huile végétale sera qualifié de vierge, raffinée (comestible) ou pressée à froid :

- **Huile comestible** : les huiles comestibles sont l'huile qui est extrait de plusieurs légumes par des processus mécanique et chimique (extraction par solvant), composés d'environ 96% de triglycérides et peuvent aussi contient de petite quantité d'autres lipides tels que les phosphatides, de constituants insaponifiables et d'acides gras libres naturellement présents dans la graisse ou l'huile. (B. Mattahus.,2010)
- **Huile vierge** : les huiles vierges sont des huiles qui sont obtenue à partir des procédés de fabrication mécanique.il ne subissent aucun traitement et ne contiennent aucun additif, et obtenus sans altérer la nature de l'huile. Les huiles

vierges sont des huiles de bonne qualité, lorsqu'ils conservent leurs propriétés lors de procédés de l'extraction. (**Bourachouche et Boudei.,2017**)

- **Huile pressée à froid** : L'extraction par pression à froid est l'une des méthodes d'extraction mécanique qui nécessite moins d'énergie que les autres techniques d'extraction, tout en étant respectueuse de l'environnement. Elle est utilisée pour extraire de l'huile à partir de diverses matrices et est surtout utilisée dans la production d'huile à partir de graines oléagineuses. Des huiles de haute qualité peuvent être obtenues en effectuant une production à basse température par la méthode de la pression à froid. (**Çakaloğlu Büşra et al.,2018**)

- **Les huiles alimentaires sont divisées en plusieurs classes :**
 - ✓ **Huiles végétales fluides** : huile d'arachide, de colza, tournesol, soja, d'olive.
 - ✓ **Huiles végétales concrètes** : huile de coprah, huile de palme et palmiste.
 - ✓ **Huiles et graisses d'origine animales**: huile de cheval, suif (graisse de bœuf ou mouton), marine: baleine, poissons(sardine). (**Benhamma et Benzine.,2018**)

II Production mondiale :

La production mondiale des huiles végétales est en augmentation, elle est estimée à 187 millions de tonnes en 2016/2017, avec une prévision de 195 millions due à l'augmentation de la consommation alimentaire et à l'application des biocarburants, dont 37.6% (70.3 millions de tonnes) sont fournis par les palmiers et palmistes, et 30% (55 millions de tonnes) par le soja, les 32.5% restants sont fournis par les huiles de canola, de tournesol, d'arachide et de coton. (**Colombo et al.,2017**)

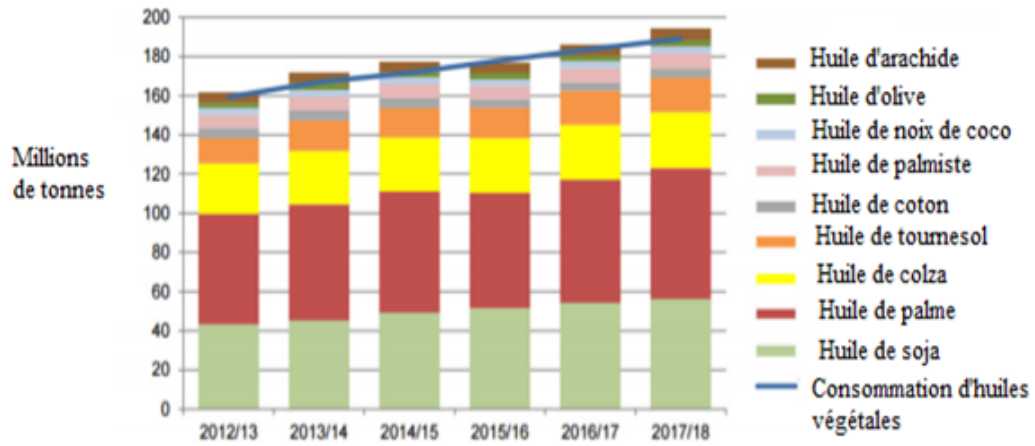


Figure 1 : Production et consommation mondiales des l'huiles végétales. (Colombo et al.,2017)

III Les différentes huiles commercialisées en Algérie et leurs compositions :

Il existe plusieurs marques d'huiles comestibles sur le marché algérien, qu'elles soient mixtes ou non, celles-ci sont utilisées pour l'assaisonnement, la cuisson ou la friture. (Benaissa.,2017)



Figure 2: Les différents huiles commercialisées en algérie. (Bourachouche et Boudei.,2017)

La composition des différentes huiles commercialisées en Algérie est montrée dans le Tableau 2

Tableau 2: La composition des huiles alimentaires fabriquées en Algérie. (Benaissa.,2017)

Marque	Nature de l'huile
Huile ELIO	80% Soja, 20% Tournesol
Huile FLEURIAL	100% Tournesol
Huile AFIA	95% Soja, 5% Mais
Huile HUILIOR	100% Soja
Huile BONAL	100% Soja
Huile LYNOR	90% Soja, 10% Palme
Huile SAFIA	100% Soja
Huile LABELLE	100% Soja

IV Les différentes huiles végétales :

IV.1 Huile de soja :

L'huile de soja est une huile végétale extraite des graines de soja. C'est l'une des huiles la plus consommées dans tous les pays. Les principaux producteurs d'huile de soja sont les États-Unis, le Brésil, Argentine, la Chine e L'Union européenne , elle est vendue comme huile de soja pure ou en tant qu'ingrédient dans les huiles végétales. (Gunstone.,2002)

L'huile de soja est fluide et d'une couleur jaune plus ou moins foncée suivant la nature des graines et les procédés d'extraction. Fraîche, elle a une saveur assez prononcée d' haricot. Elle est riche en acides gras polyinsaturés et en lécithine. (Bouhi et al.,2019).



Figure 3: Plante de soja.(Ferguene.,2015)

➤ Composition de l'huile de soja :

L'huile de soja à une teneur élevée en acide linoléique et un niveau inférieur d'acide linoléique. Ce sont à la fois des acides gras essentiels pour l'homme et donc d'importance alimentaire, mais ils sont également à l'origine de l'instabilité oxydative de cette huile. En raison de la forte concentration d'acide gras insaturé dans l'huile de soja, presque toutes les molécules de triglycérides contiennent au moins deux acides gras insaturés, et les di- et tri saturés sont essentiellement absents. (Gunstone.,2002).

La composition typique en acides gras de l'huile de soja est indiquée dans le **Tableau 3**

Tableau 3: Composition en acides gras de l'huile de soja. (Barka.,2016)

Types d'acides gras	Pourcentage (%)
Acide palmitique (C16 : 0)	11,5
Acide stéarique (C18 : 0)	4,0
Acide oléique (C18 :1)	25,0
Acide linoléique (C18 : 2)	51,5
Acide linoléique (C 18 : 3)	7,5
Acide arachidique (C20 : 0)	0,5

IV.2 Huile de tournesol :

Le tournesol (*Helianthus annus L*), est une plante oléagineuse annuelle appartenant à la famille des Astéracées. L'appellation de tournesol provient de sa tendance à suivre la position du soleil pendant la journée. Le tournesol est l'une des cultures oléagineuses les plus importantes dans le monde, il est cultivé pour ses graines qui apportent une grande valeur économique en tant que source d'huile alimentaire avec une teneur voisine de 44-45%.

Les graines de tournesol sont utilisées par les Américains depuis plus de 5000 ans et ont été introduit en Europe par les espagnols. leurs huile est utilisée pour la cuisson, la friture et comme source de vitamine E et dans le secteur non alimentaire, est utilisée comme solvant dans le domaine de peinture, biocarburants dans les moteurs diesel souvent à la suite de son estérification en esters méthylique. (Zeaiter.,2018)(Archad et Amjad.,2012)



Figure 4: Fleurs de tournesol.(Barka.,2016)

➤ **Composition de l'huile de tournesol :**

La composition typique en acides gras de l'huile de tournesol est indiquée dans le **Tableau 4**

Tableau 4: Composition en acides gras (%) de l'huile de tournesol. (Zeaiter.,2018)

Acides gras	Huile de tournesol standard	Forte teneur en acide oléique	Mid-oléique
Acide palmitique	5.0-7.6	2.6-5.0	4.0-5.5
Acide stéarique	2.3-4.0	2.0-4.0	3.0-5.0
Acide arachidique	0.1-0.5	0.2-0.5	0.2-0.4
Acide béhénique	0.3-1.5	0.5-1.6	0.6-1.1
Acide oléique	14.0-39.4	75.0-90.7	43.1-71.8
Acide linoléique	48.3-74.0	18.7-45.3	2.1-17

IV.3 Huile de maïs :

Le maïs (*Zea mays, L.*) est l'une des céréales les plus importantes qui constitue une source commerciale d'huile végétale. L'huile de maïs ou précisément huile de germe de maïs est généralement obtenue à partir de graines de maïs, principalement par les germes qui sont riche en huile (>30%) (Gunstone., 2002), le germe de maïs est représenté 6% du poids de la grains entière qui trouve bien caché à l'intérieur du grain.

Plusieurs procédés d'extraction peuvent être effectuées pour extraire l'huile comme : pressage à froid, solvant, fluide supercritique et extractions aqueuses. Cette huile est particulièrement recommandée pour les assaisonnements. (Chekroun.,2013).



Figure 5: L'aspect générale de maïs et de graines de maïs. (Chekroun.,2013)
(Bourachouche et Boudei.,2017)

➤ **Composition de l'huile de maïs :**

L'huile de maïs est obtenue à partir des germes du grain de maïs qui est composé de 5 éléments : Amidon 66%, Fibre 19%, Germe de maïs 6%, Protéine 5% et Grain de maïs broyé 4%. L'huile de maïs est assez bien équilibrée en acides gras mono et polyinsaturés. C'est une des plus riches en vitamine E. Elle ne prend pas de mauvais goût quand on la chauffe car elle renferme moins de 2 % d'acide alpha-linolénique. L'huile de maïs supporte une chaleur jusqu'à 170 - 180°C mais elle ne convient pas pour les fritures qui exigent une température plus élevée. (Chekroun.,2013).

La composition typique en acides gras de l'huile de maïs est indiquée dans le **Tableau 5**

Tableau 5 :Composition en acides gras de l'huile de maïs en (%). (Chekroun.,2013)

Types d'acides gras	Pourcentage %
Acide linoléique (C18 : 2)	53.51
Acide oléique (C18 : 1)	27.33
Acide palmitique (C16 : 0)	10.57
Acide stéarique (C18 : 0)	1.84
Acide linolénique (C 18 : 3)	1.16
Acide arachidique (C20 : 0)	0.50

IV.4 Huile d'olive :

La production d'huile d'olive est une industrie clé dans le secteur agro-industriel des pays méditerranéens en raison du nombre élevé et de la capacité des installations de transformation des olives et de la grande surface consacrée à la culture des oliviers. (Manzanares et al.,2020)

Depuis la civilisation grecque jusqu'à nos jours, l'huile d'olive est la meilleure source de matière grasse du régime méditerranéen, et aussi elle possède un effet bénéfique pour la santé humaine. L'huile d'olive est une huile de bonne qualité obtenue du fruit de l'olivier et uniquement par utilisation de procédés physiques, sans recourir à des étapes de raffinage. L'absence d'étape de raffinage permet à l'huile d'olive de conserver tous ses antioxydants car ils ne vont pas être éliminés lors de ce procédé. (Sébastien.,2010).



Figure 6: Huile d'olive. (Bourachouche et Boudei.,2017)

➤ **Caractéristiques et composition de l'huile d'olive :**

Les huiles d'olive jouent un rôle important dans la nutrition humaine. Elles sont également une source importante d'acides gras polyinsaturés essentiels car non synthétisés par le corps humain, de plus elles sont riches en vitamines liposolubles et en polyphénols qui sont des antioxydants.

La composition de l'huile d'olive change selon la variété, les conditions climatiques et l'origine géographique. (Bourachouche et Boudei.,2017)

Les principaux acides gras présentés dans l'huile d'olive sont montrés dans le **Tableau 6**

Tableau 6: Les principaux acides gras présentent dans l'huile d'olive.
(Bourachouche et Boudei.,2017)

Acide gras	Teneur en %
Acide oléique	55 – 83
Acide linoléique	3.5 – 21
Acide palmitique	7.5 – 20
Acide stéarique	0.5 – 5
Acide palmitoléique	0.3 – 3.5
Acide linoléique	≤0.9
Acide Arachidique	≤0.6
Acide gadoléique	≤0.4
Acide heptadécanoïque	≤0.3
Acide heptadécanoïque	≤0.3
Acide béhénique	≤0.2
Acide lignocérique	≤0.2
Acide myristique	≤0.05

V . Procédés de fabrication des huiles :

L'obtention des huiles comprennent deux grandes étapes :

- Extraction des huiles végétales.
- Raffinage des huiles végétales.

V.1 Extraction des huiles végétales :

L'extraction des huiles est effectuée par pression ou par solvant, mais avant l'extraction les graines subissent un prétraitement pour améliorer la qualité de l'huile.

➤ Préparation des graines :

- **Nettoyage et décorticage** : dépoussiérage des graines et élimination des impureté de grande taille par tamisage, puis elles sont décortiquées (séparé l'amande de la coque).
- **Broyage et Aplatissage** : les graines sont broyées dans un broyeur à marteau ou à cylindres cannelés puis elles subissent une opération de laminage réalisée par écrasement entre des cylindres lisses à une température de 40°C permettant d'augmenter la plasticité de la graine.
- **Cuisson** : C'est une étape très importante pour l'efficacité de pressage et la qualité des huiles. Elle est menée à température inférieur à 100°C, elle permet de stériliser les graines, coaguler les protéines, assurant ainsi la libération des gouttelettes lipidiques. (Kartika.,2005)
- **Extraction par pression** : elle est réalisée à l'aide d'une presse hydraulique ou, mieux encore à l'aide d'une presse à vis. (Marouf et Tremblin.,2009)

➤ Pressage à froid :

Les graines sont pressées dans une presse à vis tournant lentement afin d'éviter l'échauffement mécanique de l'huile, après centrifugation, clarification, décantation et filtration, une huile avec une odeur, une saveur et une couleur très marquée est obtenue selon ce procédé, l'huile obtenue conserve tous ses nutriments tels que les oméga3 et 6 et vitamine E. La méthode de pressage à froid permet d'obtenir une huile vierge qui est issue d'une seule pression à froid. (Ayerdi.,2008)

➤ Pressage à chaud :

Le pressage à chaud s'effectue mécaniquement par le passage de la pâte dans des presses à vis chauffées à une température de 80 à 120°C, l'huile obtenue est de l'huile brute. (Benaissa.,2017)

➤ Extraction par solvant :

La majorité des procédés d'extraction des huiles végétales utilise l'hexane (C₆H₁₄), (point d'ébullition: 68-70°C, densité: 0.68). (Marouf et Tremblin.,2009)

L'extraction est menée par percolation de l'hexane sur le tourteau gras issu du pressage à une température inférieure à 60°C. les appareillages sont du type extracteur continu à contre-courant. En sortie de l'extracteur, le mélange huile-hexane distillé et le solvant recyclé et obtention de l'huile brute. (Kartika.,2005)

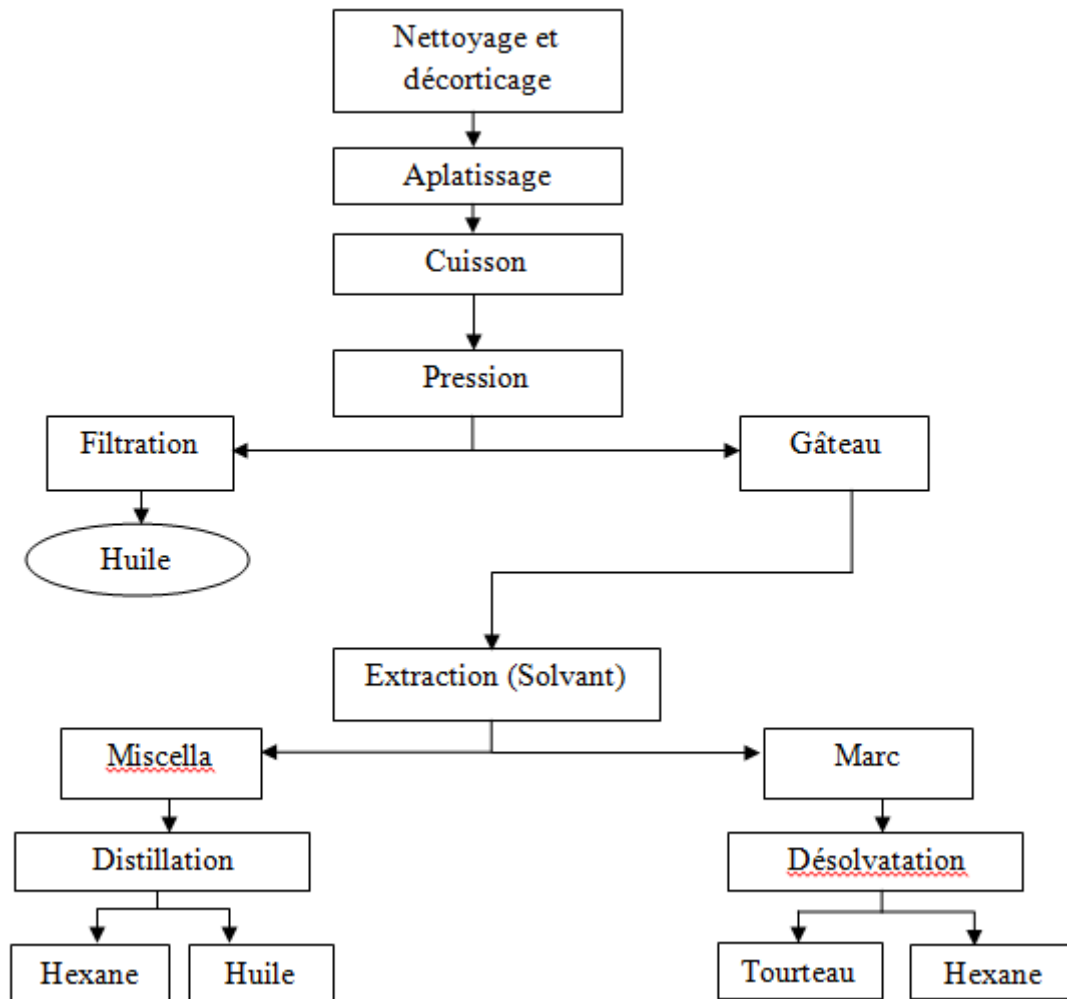


Figure 7: Opération unitaires du procédé de trituration de graines oléagineuses. (fine et al.,2013)

V.2 Raffinage des huiles végétales :

➤ Définition :

Le raffinage est une technologie puissante qui permet de garantir une qualité alimentaire élevée des huiles et graisses raffinées.

Le raffinage a pour but de maintenir ou d'améliorer les caractères organoleptiques (goût et odeur neutres, limpidité, couleur jaune clair), nutritionnels et la stabilité des corps gras. Pour ce faire, il met en œuvre plusieurs étapes pour éliminer des composés indésirables (gommes, cires, acides gras libres, pigments, traces métalliques, composés odorants volatils) et les contaminants potentiellement présents dans les matières premières, tout en maîtrisant la formation de nouveaux composés indésirables par hydrolyse, oxydation ou isomérisation. **(Pages et al.,2010)**

➤ Les étapes de raffinage :

Le procédé de raffinage comprend quatre étapes clef dans la fabrication des huiles végétales qui sont : **(Haddad et Djebbari.,2012)**

1. La démuléation
2. La neutralisation
3. La décoloration
4. La désodorisation

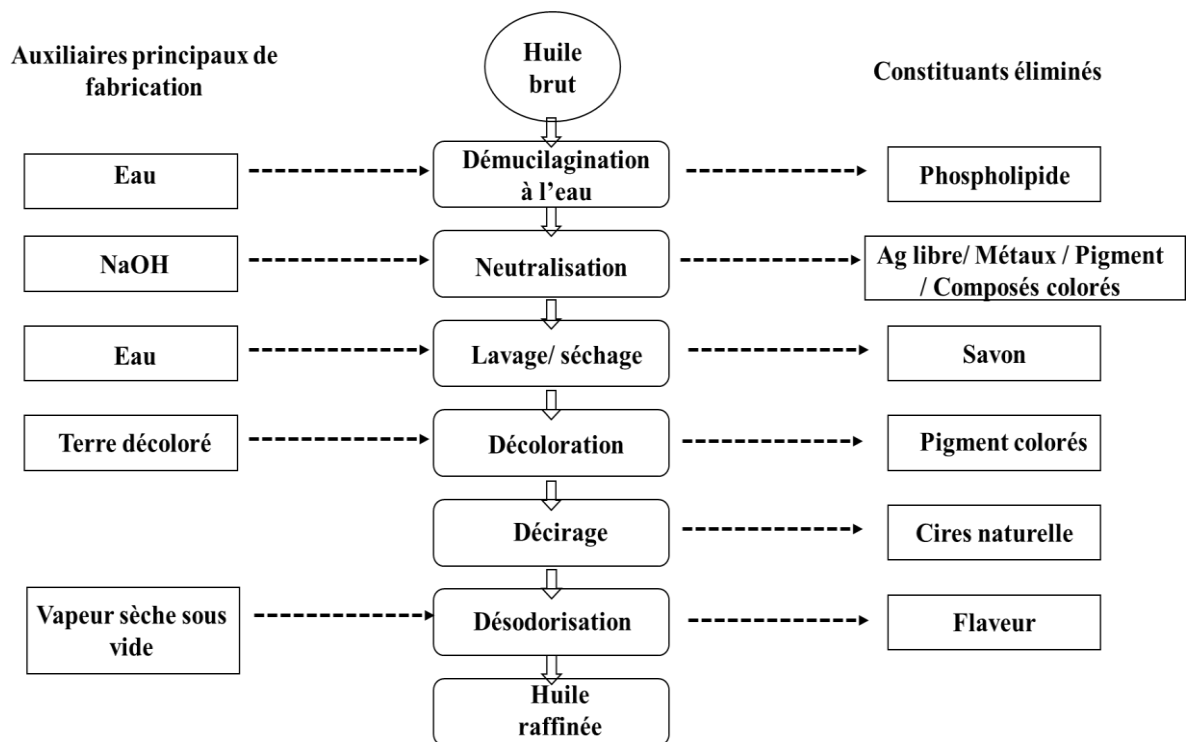


Figure 8: Procédé de raffinage chimique des huiles végétales.(Haddad et Djebbari.,2012)

Démucilagination ou le dégomme : Le principe utilisé dans cette étape est l'insolubilisation par des solutions à PH variés, qui est effectuée par lavage des huiles à l'aide de vapeur d'eau acidulée ou additionnée de phosphates. Le but de dégomme des huiles est l'élimination des cires et des mucilages (substances gélifiantes) qui provoqueraient des dépôts dans les bouteilles lors du stockage et le moussage des bains de friture. Il permet aussi d'éliminer des glucides, des protéines et d'une partie de chlorophylle et des phospholipides. (Haddad et Djebbari.,2012)

Neutralisation : L'huile brute est légèrement acide. Cette acidité est due d'abord à la présence d'acide gras libre dans l'huile et l'excès d'acide phosphorique qui n'a pas réagi avec les phosphatides lors de l'opération de dégomme. Cette acidité est neutralisée par ajout d'une solution de soude directement sur l'huile. Il se forme une pâte appelée « soap stock » ou savon. La pâte est séparée de l'huile par centrifugation. L'huile neutralisée contient encore des traces de savon. (Haddad et Djebbari.,2012)

Lavage : Le lavage est l'opération qui effectuée pour éliminer les substances alcalines (savon et soude en excès) qui présente dans l'huile à la sortie de la turbine de neutralisation, ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides et autres impuretés. Il est essentiel que l'huile brute ait subi une bonne préparation ("conditionnement"). Dans le cas contraire, il

peut se produire des émulsions importantes et une partie du savon risque de n'être pas éliminée. **(Haddad et Djebbari.,2012)**

Séchage : L'humidité présente dans l'huile lavée est éliminée avant l'opération de décoloration car elle peut provoquer un colmatage rapide des filtres, surtout en présence de savon. **(Haddad et Djebbari.,2012)**

Décoloration : La décoloration est une opération qui permet l'élimination des pigments colorés que la neutralisation n'a que très partiellement détruits. Elle fait intervenir un phénomène physique : l'adsorption sur des terres décolorantes, du charbon actif, de bentonite, des silices spéciales ou des combinaisons de ces substances. **(Haddad et Djebbari.,2012)**

Décirage : Est l'opération de purification complémentaire a pour but d'éliminer les cires naturelles (huile de tournesol), soluble à 40°C, mais très peu soluble à température ambiante. **(Haddad et Djebbari.,2012)**

Désodorisation : La désodorisation est la dernière étape dans le procédé de raffinages, elle a pour but d'éliminer les substances odorantes par distillation. **(Haddad et Djebbari.,2012)**

VI Mode d'emballage et de stockage des huiles végétales :

VI.1 L'emballage des huiles :

L'emballage des huiles est l'une des étapes finales dans le domaine de fabrication des huiles alimentaire qui assure leur conservation et leur transfert depuis l'usine de fabrication jusqu'aux consommateurs. **(Benseghier et Khamed.,2014)**

De nombreux types d'emballages sont utilisés pour les huiles végétales : les boîtes en fer blanc, les bouteilles en verre, les bouteilles en plastique PET ou PEHD et les cartons à base de papier sont les plus courants. La sélection du type d'emballage à utiliser se fait généralement sur la base de critères commerciaux et économiques ; toutefois, un emballage approprié fournira dans de nombreux cas les conditions nécessaires pour assurer une durée de conservation adéquate pour la distribution et la commercialisation. **(Giovanni et Limbo.,2010).**

Les matières d'emballage doit réunissent les qualités suivantes :

- ✓ Etanchéité et imperméabilité
- ✓ Bonne résistance mécanique
- ✓ Non toxicité

- ✓ Non miscibilité des constituants de ces matières avec le produit (corps gras) à conserver. **(Benseghier et Khamed.,2014)**

VI.2 Stockage :

Bien que certaines huiles se conservent le plus longtemps, en raison de leur faible acidité et de leur antioxydant, cette conservation n'est pas infinie, du moins en ce qui concerne ses qualités organoleptiques.

Il convient, donc, de respecter les règles suivantes :

- ✓ La température de stockage doit être relativement basse. Il faudra, donc, utiliser des systèmes tendant à éviter les sources de chaleur, mais sans recourir aux systèmes de refroidissement. La température optimale se situe entre 15 et 25°C.
- ✓ L'absence de radiations, et en particulier de radiations ultraviolettes, qui sont à l'origine de la formation des radicaux qui déclenchent les réactions d'auto-oxydation.
- ✓ Le matériau des récipients doit être inattaquable ; à cet effet, les meilleurs matériaux sont l'acier inoxydable de qualité alimentaire et le fer iso vitrifié. Les revêtements en matières plastiques sur l'acier sont à déconseiller. **(Benseghier et Khamed.,2014)**

VII La friture

La friture est l'un des plus anciens procédés d'élaboration des aliments, elle peut être réalisée à la poêle en présence de peu de matière grasses (friture plate) ou dans un grand volume d'huile (friture profonde). En une seule et même étape de traitement, la friture permet de déshydrater, cuire, texturer et formuler des aliments (imprégnation en matière grasse, perte de solutés propres, développement d'arômes). l'application la plus répandue de la friture est la déshydratation-cuisson des aliments riches en eau (viandes, légumes, poisson). **(Gornay.,2006)**

VII.1 Réactions de dégradation des huiles de friture :

La friture est le siège de réactions chimiques, à une température élevée entre 160 °C et 180°C, en présence d'eau et d'oxygène, les triglycérides subissent des réactions d'oxydation, polymérisation, hydrolyse. **(Gornay.,2006)**

➤ **Réactions d'oxydation :**

Au contact de l'oxygène de l'air, elles provoquent l'apparition d'arômes et de changement de couleur, souvent indésirables, dans les huiles de friture ou dans les produits frits. Ces composés d'oxydation indésirables dérivent des hydroperoxydes, composés primaires de l'oxydation. Les réactions en chaînes responsable de leur formation sont autocatalysées, car initiées par l'apparition de composés radicalaires, issus eux-mêmes de l'oxydation des triglycérides. **(Gornay.,2006)**

➤ **Réactions d'hydrolyse :**

Elles sont de loin les plus nombreuses dans les conditions normales de friture. Lors de la friture, la frite perd une grande quantité de son eau (environ 50%) du fait de la température élevée du bain où elle est prolongée, en s'évaporant cette eau provoque des réactions d'hydrolyse des triglycérides ce qui conduit à la formation d'acide gras libres, Monoglycérides, diglycérides , glycérol. Ces composés sont alors très sensibles aux réactions d'oxydations et de polymérisation. **(Hamouche et Sanat.,2015)(Gornay.,2006)**

➤ **Réaction de polymérisation :**

Elles sont responsables de réarrangements inter et intramoléculaires dans l'huile de friture**(Gornay.,2006)** , deux type de polymères se forment : des polymères oxydatifs résultant de la combinaison des radicaux libres formés par l'auto-oxydation et des polymères thermique qui sont des longue molécules issues des interactions entre les composés formés au cours de décomposition de l'huile a une température élevée. **(Hamouche et Sanat.,2015)**

VII.2 Modifications aux cours de friture :

L'huile chaude subit différentes altérations conduisant à des modifications et l'apparition des nouveaux composés (**Tableau 7**)

➤ Modifications de l'huile :

L'huile subit de nombreuses modifications au fur et à mesure de leur utilisation telles que :

- La diminution de certains composés d'intérêt nutritionnel en particulier les acides gras essentiels, les vitamines.
- Modifications organoleptiques : changement de couleur, défauts de goût et d'odeur.
- Modifications physico-chimiques : la densité, la viscosité, et l'indice de réfraction augmente et son acidité augmente. (**Hamouche et Sanat.,2015**)(**Gornay.,2006**)

➤ Les nouveaux composés formés :

Les transformations chimiques conduisent aux formations de composés polaires, l'apparition de composés volatils, l'apparition des composés non volatils qui s'avèrent toxiques à fortes doses. (**Gornay.,2006**)

Les nouveaux composés formés au cours de la friture sont montrés dans le **Tableau 7**

Tableau 7: Principales voie de formation des nouvelles espèces chimiques.
(**Gornay.,2006**)

Type d'altération:	Origine	Composés formés
Oxydation	Oxygène de l'air	-Monomères oxydés -Dimères -Composés volatiles
Thermique	Température du bain	-Monomères cycliques -Dimères non polaires
hydrolyse	Eau des aliments	-Acides gras libres -Diglycérides

VIII Oxydation des huiles alimentaires :

Au plan nutritionnel, l'oxydation des huiles est l'une des causes principales de la diminution de leur qualité nutritionnelle, altère le goût, modifie la texture et l'aspect de la denrée et raccourcit sa durée de conservation., en raison notamment de la dégradation partielle des AG indispensables et des vitamines E et A (sous la forme de son précurseur), la stabilité oxydative des huiles dépendra en particulier de leur teneur et de leur composition en acides gras insaturés (AGI). Ainsi, les huiles les plus insaturées seront les moins stables à l'oxydation, Ils s'oxydent en général plus vite lorsqu'ils sont libres et plus insaturés, les acides gras saturés ne s'oxydent qu'à une température supérieure à 60°C, tandis que les acides polyinsaturés s'oxydent même lors de l'entreposage des aliments à l'état congelé. (Cuvelier et Maillard.,2012; Chelouche et Small.,2016)

VIII.1 Les réactions d'oxydation :

Les principales réactions d'oxydation des lipides insaturés sont classées en trois mécanismes : la photo-oxydation, l'auto-oxydation et l'oxydation catalysée par des enzymes. (Cuvelier et Maillard.,2012)

➤ Auto-oxydation :

L'auto-oxydation, est catalysée par la température, les ions métalliques ou les radicaux libres correspondants à des lipides déjà oxydés. Elle aboutit à la formation de nombreux composés allant de la formation des produits primaires de type hydroperoxydes jusqu'à celles des produits terminaux (aldéhydes, composés cyclique, composés polaires et polymères). (Chelouche, et Small.,2016)

L'auto-oxydation est considérée comme un ensemble de réactions radicalaire en chaîne qui se repartie en trois étapes principales : initiation, propagation et terminaison.

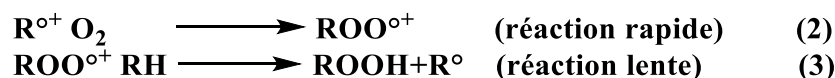
a. Initiation :

L'initiation correspond à la formation de radicaux lipidiques libres,dans ce cas les lipides insaturés (RH) perdent un atome d'hydrogène pour former un radical libre centré sur le carbone(R°) (radical alkyle). Cette réaction se fait en présence d'un initiateur (la chaleur, la présence de traces de sels de métaux de transition et la lumière ultraviolette). (Chelouche et Small.,2016)



b. Propagation:

Le radical alkyle, formé pendant l'initiation, fixe très rapidement une molécule d'oxygène pour former un radical hydro peroxyde instable, centré sur l'oxygène ; celui-ci détache à son tour un hydrogène labile d'un deuxième acide gras, pour former un hydro peroxyde non radicalaire plus stable. (Chelouche et Small.,2016).



c. Terminaison :

La phase de terminaison correspond aux derniers stades de l'oxydation pendant lesquels les espèces radicalaires se recombinent pour former des produits non radicalaires, ce qui met fin aux cycles réactionnels. (Chelouche et Small.,2016)



➤ **La photo-oxydation :**

La photo-oxydation est une voie de peroxydation lipidique qui correspond à la dégradation oxydative due à l'exposition à la lumière en présence de photosensibilisateurs et d'oxygène.

Les photosensibilisateurs (Sens) tel que la chlorophylle, la riboflavine ou les hémoprotéines absorbent l'énergie lumineuse et passent à l'état triplet excité . (Dridi.,2016).

Les photosensibilisateurs interviennent dans l'oxydation des lipides selon deux types de mécanismes :

A. Selon le premier mécanisme : Les molécules 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. (Chelouche et Small.,2016)

B. Selon le second mécanisme : les molécules photosensibles de type II (exemple : la chlorophylle et l'érythrosine), se réagissent dans leur état excité (Sens3) avec l'oxygène triplet (3O_2) auquel elles transfèrent leur énergie pour donner de l'oxygène singulet (1O_2). (Chelouche et Small.,2016)

En effet, la molécule d'oxygène sous son état triplet (état fondamental) est stable et incapable de réagir avec les acides gras insaturés, donc les photosensibilisateurs absorbent l'énergie lumineuse et convertit l'oxygène triplet ($3O_2$) en oxygène singulet ($1O_2$). (Dridi., 2016)

L'oxygène singulet formé est très électrophile et peut réagir directement sur un acide gras insaturé (RH), formant ainsi un hydro peroxyde (ROOH). (Coulibaly et al.,2010).

➤ **Oxydation enzymatique :**

Le phénomène d'oxydation des acides gras insaturés peut être d'origine enzymatique. Les enzymes principalement impliquées sont la lipoxigénase et la cyclooxygénase. (Dridi.,2016)

Selon une réaction stéréospécifique, la lipoxigénase catalyse l'insertion d'une molécule d'oxygène sur un acide gras insaturé et provoque la formation d'hydro peroxydes. Elle agit spécifiquement sur les acides gras non estérifiés, son activité est donc souvent couplée avec celle des lipases et phospholipases (Figure 11). La cyclooxygénase est une lipoxigénase qui forme des hydro peroxydes spécifiques par incorporation de deux molécules d'oxygène au niveau d'un acide gras.

L'oxydation enzymatique se produit même à basse température. Durant le stockage à l'état congelé l'activité enzymatique est très faible. Cependant, une fois la décongélation amorcée et des températures de $0^{\circ}C$ à $4^{\circ}C$ atteintes, il semblerait que cette activité reprenne et s'accroisse. (Chelouche et Smail.,2016).

VIII.2 Les facteurs qui influencent l'oxydation:

Les facteurs qui influencent l'oxydation des lipides sont nombreux, Ils peuvent être classés en : (Zitoun et Bouldjennet.,2016).

➤ **Facteurs intrinsèques :**

La composition en acides gras insaturé, l'activité de l'eau, la présence d'espèces pro-oxydants (ions métalliques, hèmes, enzymes) ou d'antioxydants naturels (tocophérols, caroténoïdes, etc.).

✓ **L'influence de la composition des acides gras :**

La nature des acides gras (concentration et nombre d'insaturation) est très importante pour la stabilité à l'oxydation d'une huile, plus la teneur en acides gras insaturés est élevée plus

l'oxydation sera plus rapide (**Benseghir et Khamed.,2014**). En effet les acides gras libres ou estérifiés sous forme de mono ou diglycérides vont s'oxyder à des vitesses différentes et toujours plus rapidement que les triglycérides. (**Chelouche et Smail.,2016**)

✓ **L'activité de l'eau :**

L'activité de l'eau influence fortement sur la stabilité oxydative des huiles, dans les huiles végétales totalement anhydrides sont plus stables à l'oxydation que les huiles hydroperoxydes. (**Chelouche et Smail.,2016**)

✓ **Présence d'agents pro-oxydants (les métaux) :**

Les métaux sont des catalyseurs efficaces de l'oxydation, l'oxydation lipidique initiés par les métaux se fait soit par le transfert d'électrons ou par la formation de complexes de transition ou de complexes avec le peroxyde d'hydrogène qui catalysent l'auto-oxydation et la décomposition hydroperoxydes par des réactions de type redox.

Les métaux qui sont capables de transférer un électron comme, le fer, le cuivre, le magnésium peuvent catalyser l'oxydation lipidique.

D'un point de vue cinétique, la dose maximale de fer tolérée dans les huiles est supérieure à celle du cuivre (1,5 mg/kg de fer contre 0,1 mg/kg de cuivre, dans les huiles raffinés), en raison que le cuivre est plus pro-oxydant que le fer vis-à-vis des huiles. (**Chelouche et Smail.,2016**)

✓ **Teneurs en antioxydants :**

Les antioxydants sont des molécules qui empêche ou ralentit les processus oxydatifs, ils peuvent être définis soit comme des agents capables d'interrompre la chaîne Radicalaire. (**Chelouche, et Smail.,2016**)

➤ **Facteurs environnementaux :**

Dont les principaux sont la température, la lumière et la pression partielle en oxygène.

✓ **La température :**

La température est connue comme un principal facteur à l'origine de ces réactions d'oxydation, une étude de l'oxydation de 10 huiles végétales différentes montre que l'oxydation lipidique est fortement corrélée à la chaleur. En général, l'effet de l'augmentation de la chaleur entraîne une augmentation de la vitesse d'oxydation (**Dridi., 2016**)

✓ **La lumière :**

La lumière a un rôle important dans les réactions d'oxydation, elle participe à l'accélération du mécanisme d'oxydation. En présence d'énergie lumineuse, d'oxygène et de photosensibilisateurs constitue une voie importante de production d'hydroperoxydes. (Chelouche, et Smail ,2016).

✓ **Oxygène :**

La concentration de l'oxygène influence sur la vitesse de l'oxydation, la réaction d'oxydation en présence de l'oxygène singulet 1O_2 est beaucoup plus rapide qu'en présence de l'oxygène triplet 3O_2 car l'oxygène singulet peut directement réagir avec les lipides alors que l'oxygène triplet réagit avec les radicaux lipidiques. et la quantité d'oxygène dissout dans l'huile est suffisante pour oxyder l'huile à une valeur de l'indice de peroxyde d'environ 10 méq/kg. (Drid.,2016)

Chapitre II :
Matériels et
Méthode

I Matériels et produits utilisés :

I.1 Matériels utilisés :

Les matériels utilisés dans les expériences sont indiqués dans le **Tableau 8**.

Tableau 8: Les verreries utilisées dans les expériences.

Les Verreries	Volume en (ml)
Erlenmeyer (Labbox)	250 ml
Béchers (Labbox)	100ml, 25ml
Micropipettes	1 ml
Entonnoir	/
Burette	50 ml
Éprouvettes	10 ml, 15ml, 50ml, 100ml
Balance de précision (KERN)	/
Balance (OHAUS)	/
Fiole jaugée	250 ml
Agitateur (Stuart)	/
Pissette	/

I.2 Produits utilisées :

Les Produits comestibles :

- ✓ Huiles de table: Huiles Elio, Huiles fleurial, Huiles Afia, huiles d'olive.
- ✓ Pomme de terre

Les produits chimiques :

Les produits chimiques utilisés sont indiqués dans le **Tableau 9**.

Tableau 9: les produits chimiques utilisés.

Produit	Formule brute	Masse molaire (g/mol)	Pureté (%)	Marque
Ethanol	$C_6H_{10}O_5$	46.07	≥ 99.8	Honeywell
Hydroxyde de potassium	KOH	56.1	85	Sigma-Aldrich
Phénolphtaléine	$C_{20}H_{14}O_4$	318.32	–	-
Chloroforme	$CHCl_3$	119.38	99	Scharlau
Iodure de potassium	KI	166.00	99	Riedel-de Haën
Acide acétique	CH_3COOH	60.04	99	Sigma-Aldrich
Thiosulfate de Sodium	$Na_2S_2O_3$	248.18	≥ 98	Sigma-Aldrich
Empois d'amidon	$C_6H_{10}O_5$	162.141	–	Riedel-de Haën

II Méthodes :

II.1 Introduction :

Au cours de cette étude, nous avons étudié l'effet de la température sur quelques paramètres physico-chimiques (indice d'acide, indice de peroxyde) de quatre huiles alimentaires commercialisées en Algérie : Elio, Fleurial, Afia et l'huile d'olive.

II.2 Échantillonnage :

Pour cette étude, quatre échantillons ont été utilisés : Trois huiles commercialisées dans le marché Algérien (Elio, Fleurial, Afia) et l'huile d'olive vierge.

Les propriétés des huiles étudiées sont indiquées dans le **Tableau 10**

Tableau 10: La présentation des échantillons des quatre huiles étudiées.

Huile alimentaire	Composition	Couleur	Goût	Odeur	Conditionnement	Délai de conservation
Huile AFIA	95% soja +5% maïs	Jaune	Neutre	Quasi sans odeur	Bouteille en plastique transparente de 2L	F : 03/01/2020 E : 03/01/2022
Huile ELIO	100% soja	Jaune	Neutre	Quasi sans odeur	Bouteille en plastique transparente de 1L	F : 29/12/19 E : 28/12/21
Huile FLEURIAL	100% tournesol	Jaune claire	Neutre	Quasi sans odeur	Bouteille en plastique transparente de 4L	F : 15/10/2019 E : 11/10/2021
Huile d' Olive	Fruit d'olive	Jaune à vert	bonne	caractéristique	Bouteille en plastique transparente de 2L	F : 05/02/2020

II.2.1 Échantillonnage d'huile : froide, de friture et l'huile chauffée :

Le nombre total d'échantillons étudiés est au totale 12 échantillons. (**Figure 9**) :

- ✓ 3 échantillons d'huile Afia (A : Température ambiante, A1 : friture, A2 : chauffées).
- ✓ 3 échantillons d'huile Fleurial (F, F1, F2).
- ✓ 3 échantillons d'huile Elio (E, E1, E2).
- ✓ 3 échantillons d'huile d'Olive (O, O1, O2).

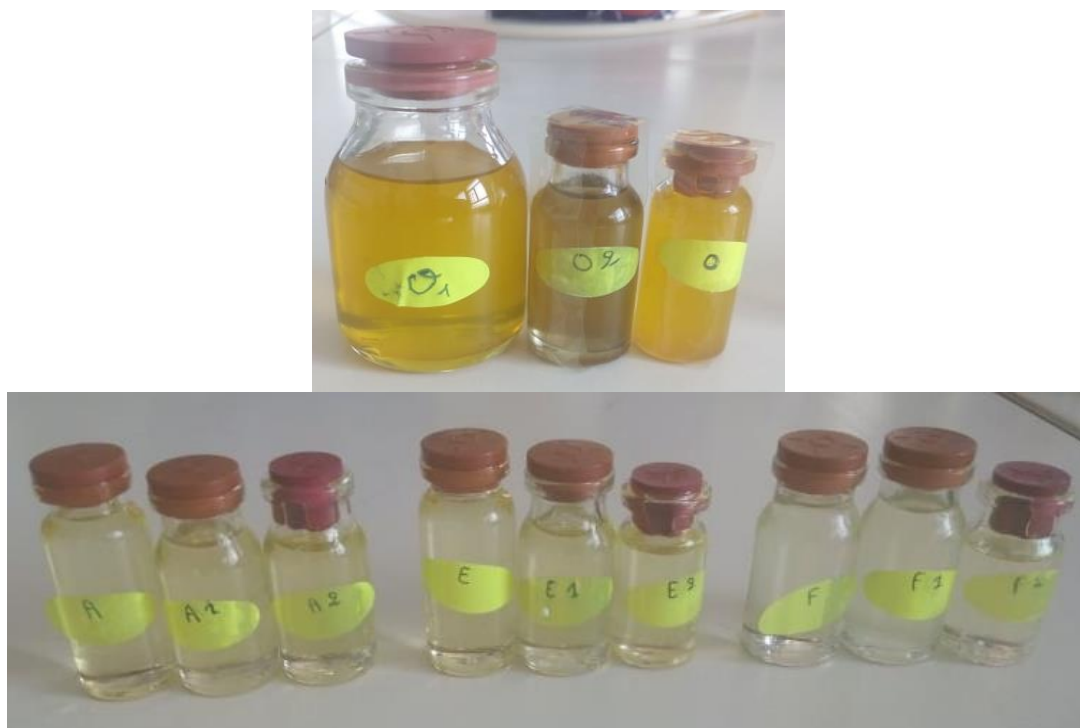


Figure 9: Échantillons d'huiles (Afia, Elio, Fleurial et Olive). (Originales.,2020)

Huile à Température ambiante :

Pour chaque type d'huile, un prélèvement à Température ambiante , est réalisé et les huiles sont conservées dans des flacons en verre bien fermés pour des éventuelles analyses.

Huile de friture :

Une seule friture, pour une quantité de deux pommes de terre, est réalisée par chaque type d'huile dans et avec la même température (**Tableau11**) et les l'échantillons d'huile sont ensuite conservées après refroidissement dans les mêmes conditions.

La présentation de procédé de friture est indiquée dans le **Tableau 11**

Tableau 11: Présentation de procédé de friture.

Huile	Quantité de pommes de terre	Nombre de fritures	Temps de cuisson
Elio	2 pommes de terre	1	10min 30sec
Fleurial	2 pommes de terre	1	7min 36sec
Afia	2 pommes de terre	1	8min 39sec
Olive	2 pommes de terre	1	07min 41sec

Échantillon de l'huile chauffée : Les huiles sont chauffées avec la même température pendant 08 :68 min (le temps moyen d'une seule friture)

Remarque : Les procédés de chauffage et de friture sont réalisés dans une poêle d'une capacité de 1 litre et les huiles sont conservées, après refroidissement, dans des petites bouteilles en verre.

II.3 Détermination des caractéristiques chimique des huiles étudiés :

II.3.1 L'indice d'acide :

✓ Définition :

L'indice d'acide est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaires pour la neutralisation des acides libres contenus dans un gramme de corps gras (Barka.,2016)

✓ Principe :

Il consiste à neutraliser les acides libres par une solution alcoolique d'hydroxyde de potassium titrée. (Barka.,2016)

✓ Méthode de calcul :

L'indice d'acide est calculé selon la formule suivant :

$$Ia = \frac{56.11 \times V \times N}{P}$$

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). (Barka.,2016)

✓ Mode opératoire :

Une prise d'essai de 0.6g d'huile est dissoute dans 25ml d'éthanol. Le mélange est titré par une solution d'hydroxyde de potassium de 0.1 N en présence de phénolphtaléine jusqu'à l'apparition d'une coloration rose persistante. Le volume de solution de KOH de neutralisation est noté.



Figure 10: Titrage de solution éthanolique. (Originale.,2020)

II.3.2 Indice de peroxyde :

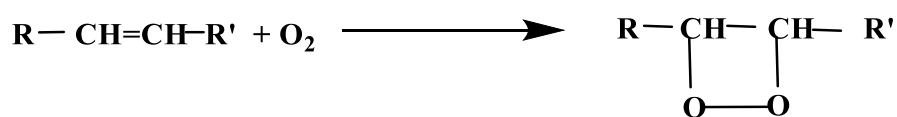
✓ **Définition :**

C'est le nombre de milli équivalent d'oxygène actif de peroxyde par Kilogrammes de corps gras et oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode.(Aïssi *et al.*,2009).

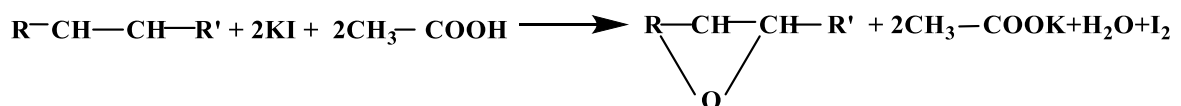
✓ **Principe :**

Le principe de cette méthode est que le thiosulfate de sodium titre l'iode libéré suite à l'oxydation de l'iodure de potassium par les peroxydes présents.(Cherif.,2017;Hammar et Tahenni .,2018)

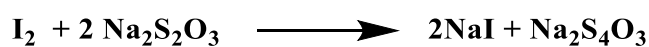
Réaction de la formation de peroxyde :



Réaction de la formation de l'iode libéré :



Réaction de Titrage de l'iode libéré par le thiosulfate de sodium :



✓ **Méthode de calcul :**

L'indice de peroxyde est déterminé par la formule suivante :

$$IP \text{ (m\acute{e}q d'O}_2\text{/ Kg)} = \frac{(V1 - V0) \times N}{P} \times 100$$

V0 : volume en ml de la solution de thiosulfate de sodium utilisée pour l'essai à blanc.

V1 : volume en ml de la solution de thiosulfate de sodium utilisée pour l'échantillon.

N : normalité de la solution de thiosulfate de sodium (0.1).

P : masse en g de la prise d'essai.

Protocole :

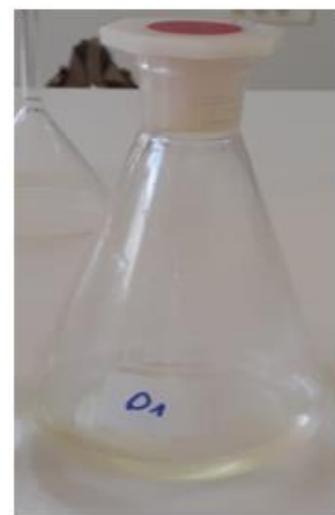
Une prise d'essai d'huile (1g) est mise en solution dans un mélange d'acide acétique (10ml) et de chloroforme (10ml), 1ml d'une solution d'iodure de potassium est additionnés au mélange. Ce dernier est placé à l'obscurité pendant 5 min et à une température comprise entre 15 et 25 °C, ensuite 75ml d'eau distillée est ajoutée. A la fin, l'iode libéré est titré par le thiosulfate de sodium (0.1 N) en présence d'amidon comme indicateur coloré. un essai à blanc est effectué en parallèle.



Le mélange préparé



Titration



Résultat

Figure 11: Titration de l'iode libéré par le thiosulfate de sodium. (Originale.,2020)

Chapitre III :
Résultats et
discussions

I. Indice d'acide :

Les acides gras se trouvent normalement sous forme de triglycérides mais ils peuvent se décomposer en acides gras libres au cours de la production, cette dégradation peut être causée par une température élevée, l'humidité dans l'huile et plus important encore, les lipases provenant de la source. Un indice d'acidité élevé indique un taux élevé d'acides gras libres, ce qui provoque le rancissement de l'huile. (Dawodu et al.,2015).

Les résultats d'IA des échantillons d'huiles obtenus dans ce travail sont présentés dans le **Tableau 12**

Tableau 12: Les valeurs d'indice d'acide des échantillons d'huiles.

Indice d'acide	Échantillon	Huile Elio	Huile Afia	Huile Fleurial	Huile Olive
IA mg KOH/g d'huile	Température ambiante	2.34 ±0.39	1.68 ±0.26	2.38 ±0.07	3.37 ±0.52
	Chauffée	2.52 ±0.66	2.15 ±0.13	2.62 ±0.58	3.60 ±0.46
	Friture	2.90 ±0.39	2.15 ±0.52	2.71 ±0.79	5.05 ±1.58
Norme	C.A 1983: 2.2 –7.26. (Huiles raffinées) C.A 1981, C.O.I: Max 4 mg de KOH/g d'huile. (Huile d'olive)				

Ces valeurs sont une moyenne de deux essais.

D'après ces résultats nous remarquons que :

Les huiles raffinées «Afia», «Elio» et « Fleurial » analysées possèdent une indice d'acide de : 1.68 ; 2.34 ; 2.38 mg KOH/g respectivement, ces valeurs sont en conformité avec la norme du Codex Alimentaire qui dit que l'indice d'acide ne doit pas dépasser une valeur de 7.26 mg KOH/g.

L'IA est un critère de qualité permettant de rendre compte de l'état de conservation d'une huile (**Bourachouche et Boudei.,2017**), les valeurs trouvés, reflètent la stabilité et les bonnes conditions de conservation des huiles étudiées. (**Aïssi et al.,2009**).

Les valeurs d'indice d'acide pour l'huile de « Elio » et de « Fleurial » sont presque les mêmes (2.34 ; 2.38 mg KOH/g respectivement), par contre l'IA d'huile « Afia » possède la valeur la plus faible et donc une qualité meilleure.

Nous remarquons que l'indice d'acide des huiles analysées augmente sous l'effet de la température (chauffage, friture); mais les valeurs notées restent acceptables et une réutilisation de ces huiles reste possible.

Nous remarquons aussi que les valeurs de l'IA des huiles «Elio» et «Fleurial» et d'olive utilisées pour la friture sont plus élevées à ceux des huiles chauffées , ça peut être due à la présence des pommes de terre(riche en amidon et en eau), par ce que les triglycérides, en contact de la vapeur d'eau, s'hydrolysent et libèrent des acides gras libres. (**Gornay.,2006**). Cependant les valeurs d'IA d'huile «Afia» chauffée et de friture sont les même (2.15 mg KOH/g), ce qui confirme son stabilité après la première friture.

Plusieurs auteurs ont procédé à la détermination de l'acidité libre comme paramètre très important pour l'évaluation de la qualité des huiles alimentaires , les valeurs de IA des échantillons d'huiles de « Afia » et « Elio » sont inférieures à celles obtenues par (**Benaïssa.,2017**) de 2.5 et 3.12 mg KOH/g , par contre (**Barka.,2016**) a noté une valeur de 2.24 mg KOH/g pour l'huile de « Elio » qui est proche au valeur trouvée dans ce travail . Par ailleurs, nos résultat, pour l'huile de « Fleurial» (2.38 mg KOH/g) ,est très proche à ceux obtenues par (**Benaïssa.,2017**)(**Barka.,2016**) (2.3 et 2.34 mg KOH/g respectivement).

Pour les huiles de friture , les résultats de l'IA pour les huiles de « Afia » et « Elio », sont respectivement de 2.15 et 2.9 mg KOH/g, ces valeurs sont inférieures à celles notées par (**Benaïssa.,2017**) de 3.36 et 3.21 mg KOH/g respectivement. Ayant analysés les mêmes marques d'huiles, cette variation dans l'indice d'acide peut être due au différence des échantillons (lot , date de production...ect) et au conditions de friture (la durée de friture et température).Cependant, notre résultat pour l'huile de «Fleurial» (2.71 mg KOH/g) est très proche à ce obtenu par (**Benaïssa.,2017**) avec une valeur de 2.8 mg KOH/g.

Pour l'huile d'olive fraîche, la valeur de l'indice d'acide trouvée dans ce travail est de 3.37 mg KOH/g, selon la norme C.A et C.O.I, nous constatons que l'échantillon analysé est de type huile d'olive vierge, puisqu'elle présente une valeur inférieure à 4 mg de KOH/g d'huile.

Sous l'effet de la température, nous remarquons que l'IA d'huile olive augmente (3.59 mg KOH/g) et rapproche aux valeurs maximales du norme. Cependant, la valeur d'IA d'huile d'olive de friture est supérieure au norme et l'huile devient impropre à la consommation humaine.

Les valeurs de l'IA, des différentes huiles, ont révélées que les huiles raffinées sont plus stables que l'huile d'olive vierge, due au procédé de raffinage qui élimine les acides gras libre présents dans l'huile brute, ce qui maintient la stabilité de l'huile. **(Moran et Pagès-Xatart.,2012)**

D'après **(Addou.,2017)**, qui a analysé trois échantillons d'huiles d'olives (l'huile d'olive de Tlemcen, d'Ouzidane et de Nedroma), nous remarquons que la valeur de l'indice d'acide de l'huile d'olive de Laghouat est supérieure à ce de l'huile d'olive de Tlemcen (1.18 mg KOH/g) et huile d'Ouzidane (2.26 mg KOH/g), mais inférieure à l'huile d'olive de Nedroma (4.07 mg KOH/g). Ces écarts pourraient être dues aux mauvaises pratiques de récolte, fabrication et aux conditions de stockage des olives.

II. L'indice de peroxyde :

L'indice de peroxyde est l'un des paramètres de qualité les plus fréquemment déterminés lors de la production, du stockage et de la commercialisation de l'huile **(Mariod, et al 2017)**. L'indice de peroxyde permet de mettre en évidence l'état d'oxydation des huiles en déterminant la quantité des peroxydes totaux contenu dans l'huile et qui est considéré comme un produit primaire d'oxydation. **(Dermiş et al.,2012)**

Les peroxydes sont les précurseurs des produits de dégradation qui provoquent le rancissement des graisses et la concentration de peroxydes indique une oxydation au cours des premiers stades de la détérioration des lipides. **(Dermiş et al.,2012)**

Les valeurs de l'IP des échantillons d'huiles, obtenus dans ce travail, sont résumées dans le **Tableau 13**.

Tableau 13: Évaluation de l'indice de peroxyde des échantillons d'huiles.

Indice de peroxyde	Echantillons	Huile Elio	Huile Afia	Huile fleurial	Huile olive
IP mèq d'oxygène actif/Kg d'huile	Température ambiante	1 ±0	1 ±0	2 ±0.1	6.11 ±0.5
	Chauffée	2.9 ±0.1	1 ±0	3 ±0.15	8.5 ±0.64
	Friture	3.9 ±0.15	1.5 ±0.05	3.9 ±0.05	12.3 ±1.05
Norme	CA 1981: Jusqu'à 10 mèq d'oxygène actif/Kg d'huile. (Huiles Raffinées). CACQE : IP ≤ 20 mèq d'oxygène actif/Kg d'huile. (Huile d'Olive).				

D'après les résultats obtenus dans notre étude :

- ✓ Les faibles valeurs d'indice de peroxyde des huiles raffinées : Elio, Fleurial, Afia qui sont respectivement 1 ; 2 ; 1 mèq O₂/kg MG sont inférieures à celle de la norme Codex STAN 19-1981, qui fixe une valeur inférieure à 10 mèq O₂/kg pour les huiles raffinées, ça peut être du au bonne stockage et aussi à l'addition des anti-oxydants (Vitamine E pour l'huile Fleurial et SIN 319 pour l'huile Afia). **(Cuvelier et Maillard.,2012)**
- ✓ Pour l'huile d'olive, la valeur de l'indice de peroxyde trouvée dans ce travail 6.11 mèq d'oxygène actif/Kg d'huile, est aussi en conformité avec la norme CACQE, puisqu'elle présente une valeur inférieur à 20 mèq d'oxygène actif/Kg d'huile.

- ✓ Les valeurs de l'IP, des différentes huiles, ont révélées que les huiles raffinées sont plus stables que l'huile d'olive vierge, due au procédé de raffinage qui consiste à éliminer les composés indésirables (pro-oxydant) comme les acides gras libres, les traces métalliques et les pigments ce qui augmente la stabilité de l'huile. **(Moran et Pagès-Xatart.,2012)**
- ✓ L'indice de peroxyde augmente aux cours des traitements thermiques appliqués (chauffage et friture), parce qu'en raison de l'exposition à l'air et la chaleur en plus la présence des pommes de terre, ont subi une réaction d'oxydation (formation des peroxydes). pour toutes les marques d'huile analysées tandis, l'IP de l'huile de friture était plus élevé que ce de chauffage; Mais malgré cette augmentation, les valeurs d'IP des huiles analysées après chauffage et de friture ne dépassent pas la norme. **(Marouf et Tremblin.,2009)**

D'autres travaux ont été réalisés pour le contrôle de la qualité des huiles végétales de friture et les résultats obtenus sont résumés dans le **Tableau 14**

Tableau 14: Étude comparative avec d'autres travaux.

Références bibliographiques	(Benaissa.,2017)		(Bourachouche et Boudei.,2017)
	Huile de friture	Huile froid	Ces résultats sont la moyenne de 5 essais
Indice de peroxyde (milli équivalent d'O ₂ /Kg d'huile)	Elio 1 ^{er} F : 6.33	6.74	Elio : 2
	Fleurial 1 ^{er} F : 6.95	6.90	Fleurial : 4.78
	Afia 1 ^{er} F : 10.30	10.27	Afia : 1.8
			Olive : 14.32

D'Après cette étude comparative :

- Nous constatons que nos résultats sont inférieurs à ceux obtenus par **(Benaissa.,2017)** et **(Bourachouche et Boudei.,2017)** , ayant travaillé sur les mêmes huiles raffinées. Cet écart pourrait être due aux conditions de raffinage et de stockage
- Les valeurs de IP des huiles de friture sont inférieures à celles notées par **(Benaissa.,2017)**, ce qui est due au conditions de friture (la durée de friture) ou bien au qualité d'huiles (échantillons).
- Nous remarquons que la valeur de l'IP d'huile d'olive de Laghouat analysé est inférieure à celle de l'huile d'olive de type extra vierge de marque NUMIDIA (huilerie Ouzellaguone) **(Bourachouche et Boudei.,2017)**, cet écart pourrait être dû aux conditions de récolte et du stockage des olives.

Conclusion

Dans le présent travail, nous avons évalué principalement l'effet de la température sur quelques paramètres chimiques (Indice d'acide, indice de peroxyde) pour quatre huiles végétales commercialisées en Algérie : Elio, Fleurial, Afia et l'huile d'olive, dans le but de vérifier leurs qualité avant et après traitement.

D'après les résultats de cette étude nous pouvons dire que :

Les paramètres testés (Indice d'acide, indice de peroxyde) des différents échantillons sont conformes aux normes exigées par le Codex alimentaires pour les huiles raffinées et le « Centre Algérien de Contrôle de Qualité et Emballage » et de « Conseil Oléicole International » pour l'huile d'olive.

Les tests ont aboutis à conclure que l'huile d'olive analysée est, en générale, de qualité « Huile vierge », et que tous les huiles raffinées sont de bonne qualité, et on peut utiliser pour la cuisson.

Lors du processus de friture, plusieurs dégradations se produisent au niveau des acides gras. La température employée, les aliments qui y sont frits et la présence d'oxygène dans l'huile sont les principaux facteurs qui induisent ces dégradations. Les résultats de cette étude ont révélé que l'I.A, l'I.P augmentent après la première friture. En général, les caractéristiques chimiques restaient inférieures aux limites maximales souhaitables fixées par le Codex.

Les indices de qualité des huiles alimentaires raffinées (Elio, Fleurial, et Afia) sont toujours inférieures à ceux de l'huile d'olive vierge, ceci peut s'expliquer, par le fait que l'huile d'olive est riches en élément pro-oxydants comme la chlorophylle.

En perspectives, il est préférable de compléter cette étude, pour Comprendre le processus de détérioration des huiles végétales durant le cycle de chauffage, par le dosage de la vitamine E, un certain nombre d'analyses organoleptiques (consistance, Odeur, couleur...), aussi en compléter toutes les autres analyses physico-chimiques restés (densité, humidité, viscosité, indice d'iode et indice de saponification..).

Références Bibliographique

- ✦ Addou, S. Etude des paramètres physico-chimiques et organoleptiques de l'huile d'olives de la variété Siguoise dans la région de Tlemcen (Doctoral dissertation), p38.
- ✦ Ait Gana, D., & Azzoune, C. (2019). Etude comparative de la stabilité des huiles de table (Afia, Elio et Fleurial) lors des fritures répétées (Doctoral dissertation, Université Mouloud Mammeri).
- ✦ Aïssi, V. M., Soumanou, M. M., Tchobo, F. P., Kiki, D.(2009). Etude comparative de la qualité des huiles végétales alimentaires raffinées en usage au Bénin. *Bulletin d'Informations de la Société Ouest Africaine de Chimie*, 6, 25-37, p31,28.
- ✦ Arshad, M ., Amjad, M.(2012). Medicinal use of sunflower oil and present status of sunflower in pakistan: A Review Study. *Sci., Tech. and Dev*, 31(2), 99-106., p99.
- ✦ Ayerdi Gotor, A.(2008). Etude des variations des teneurs et de la variabilité des composition en tocophérols et en phytostérols dans les akènes et l'huile de tournesol (*Helianthus annus L*), université de Toulouse, thèse de doctorat, p14.
- ✦ B. Matthäus.,(2010)., Chapter: 6 Oxidation of edible oils.,Titre: Oxidation in Foods and Beverages and Antioxidant Applications., p183-238.
- ✦ Barka, A.(2016). Evaluation des indices de nature physico-chimiques de quelques huiles alimentaires de friture et impact sur la santé du consommateur., université A.B- Tlemcen, mémoire de master2, p18,49.
- ✦ Benaïssa, Z.(2017). Contribution à l'étude physico-chimique et de pouvoir antimicrobienne des huiles alimentaires après fritures Impact sur leurs qualités, université Abou Bekr Belkaid-Tlemcen, mémoire de master2, p 2,6,20,40,42.
- ✦ Benhamma, S., Benzine, M. (2018). Analyses comparative de la qualité physicochimique de l'huile de Elio de cevital quatre autres huiles de firmes différentes, université A.MIRA-Béjaïa, mémoire de master2, p3.
- ✦ Benseghier,K., & Khamed,O.(2014). Huiles Alimentaire de graines *Pinus pinea* Extraction et Caractérisation physique-chimique (Doctoral dissertation), p66.
- ✦ Bouhi, S., Bentouati, Y., & Ait Ahmed, N. (2019). Contribution à l'étude de l'influence des fritures sur les caractéristiques physico-chimiques de l'huile de soja, université Abderrahmane Mira-Bejaïa, mémoire de master 2, p8.

- ✦ Bourachouche, K., Boudei, A. (2017). Caractérisation Physico-chimique des huiles végétales alimentaires., Université A. MIRA – Bejaia, mémoire de master 2, p12,21, 24.
- ✦ Cakaloglu, B., Ozyurt, V. H., & Otles, S. (2018). Cold press in oil extraction. A review. *Ukrainian food journal*, (7, Issue 4), 640-654.
- ✦ Chekroun, N. (2013). Détermination de la capacité antioxydante des huiles végétales : Huile Afia, Université abou bakr belkaid., mémoire de master2, p15, 17.
- ✦ Chelouche, F., & Smail, L. (2017). Effet de la lumière sur la qualité de deux huiles commercialisées en Algérie, Université Mouloud Mammeri, mémoire de master 2, p16,18,20.
- ✦ Cherif, I. (2017). Effets des différentes fritures sur les qualités physico-chimique et nutritionnelles des huiles, université Abdelhamid Ibn Badis Mostaganem, mémoire de master2, p21.
- ✦ Colombo, C. A., Berton, L. H. C., Diaz, B. G., & Ferrari, R. A. (2018). Macauba: a promising tropical palm for the production of vegetable oil. *OCL*, 25(1), D108, p2.
- ✦ Cuvelier, M. E., & Maillard, M. N. (2012). Stabilité des huiles alimentaires au cours de leur stockage. *Oléagineux, Corps gras, Lipides*, 19(2), 125-132, p126,128.
- ✦ Dawodu, M. O., Olutona, G. O., & Obimakinde, S. O. (2015). Effect of temperature on the chemical characteristics of vegetable oils consumed in Ibadan, Nigeria. *Pakistan Journal of Nutrition*, 14(10), 698, p701.
- ✦ Dermiş, S., Can, S., & Dođru, B. (2012). Determination of peroxide values of some fixed oils by using the mFOX method. *Spectroscopy Letters*, 45(5), 359-363, p359,360.
- ✦ Dridi, W. (2016). Influence de la formulation sur l'oxydation des huiles végétales en émulsion eau-dans-huile (Doctoral dissertation, Bordeaux), p12,13,17.
- ✦ Eymard, S. (2003). Mise en évidence et suivi de l'oxydation des lipides au cours de la conservation et de la transformation du chinchard (*Trachurus trachurus*): choix des procédés (Doctoral dissertation, Nantes), p29
- ✦ Fakhri, N. A., & Qadir, H. K. (2002). Studies on various physico-chemical characteristics of some vegetable oils. *Journal of Environmental Science and Engineering*, 5(7), p1.
- ✦ Ferguene, L., & Berkati, S. E. (2015). Étude de l'évolution des indices de qualité d'une huile raffinée «Elio» CEVITAL au cours du stockage, p11.

- ✦ Fine, F., Vian, M. A., Tixier, A. S. F., Carre, P., Pages, X., & Chemat, F. (2013). Les agrosolvants pour l'extraction des huiles végétales issues de graines oléagineuses. *OCL*, 20(5), A502, p2.
- ✦ Gornay, J. (2006). Transformation par voie thermique de triglycérides et d'acide gras application a la valorisation chimique des déchets lipidiques, thèse de doctorat, INPL Vandœuvre-lès-Nancy , p 24,25,26,27,28.
- ✦ Guendzi , C.(2017). Contribution à l'analyse physico-chimique de l'huile d'arachides,d'amandes et de leur mélange. Détermination de leurs pouvoirs antimicrobiens.
- ✦ Gunstone, F. (Ed.). (2002). *Vegetable oils in food technology: composition, properties and uses*. John Wiley & Sons, p7, 278.p7,20.
- ✦ Haddad, N., Djebbari ,K.(2012). Optimisation des paramètres qui influent sur le procédé de la decoloration des huiles végétales (huile de soja), université A. Mira-Bejaia., mémoire de master2,p 21, 22, 23, 24, 25
- ✦ Lion, P H.(1955). *Travaux pratique de chimie organique*. Ed. Dunod, Paris,
- ✦ Hammar, A ., Tahenni, S. (2018). Effet des matériaux d'emballage et des conditions de stockage sur la qualité de l'huile d'olive conservée, université Mouloud Mammeri –Tizi-Ouzou, mémoire de master2 p 40.
- ✦ Hamouche,T., Sanat, T. (2015). Evaluation de la stabilité de l'huile Elio au cours de friture repetées avec incorporation de l'huile fraiche, université Mouloud Mammeri-Tizi- Ouzou, mémoire de master2 p 19, 23,24.
- ✦ Kartika, I. (2005). Nouveau procédé de fractionnement des graines de tournesol : expression et extraction en extrudeur bi-vis, purification par ultrafiltration de l'huile de tournesol, université ENSIACET Toulouse, thèse de doctorat, p21,23,34.
- ✦ Manzanares, P., Ballesteros, I., Negro, M. J., González, A., Oliva, J. M., & Ballesteros, M. (2020). Processing of extracted olive oil pomace residue by hydrothermal or dilute acid pretreatment and enzymatic hydrolysis in a biorefinery context. *Renewable Energy*, 145, 1235-1245.
- ✦ Mariod, A. A., Mirghani, M. E. S., & Hussein, I. H. (2017). *Unconventional oilseeds and oil sources*. Academic Press.
- ✦ Marouf, A., Tremblin, G.(2009). *Abrégé de biochimie appliquée.*, EDP science France., p116,119.

- ✦ Morin, O., & Pagès-Xatart-Parès, X. (2012). Huiles et corps gras végétaux: ressources fonctionnelles et intérêt nutritionnel. *Oléagineux, Corps gras, Lipides*, 19(2), 63-75,p 70.
- ✦ Pages, X., Morin, O., Birot, C., Gaud, M., Fazeuilh, S., & Gouband, M. (2010). Raffinage des huiles et des corps gras et élimination des contaminants. *Oléagineux, corps gras, lipides*, 17(2),86-99.
- ✦ Piergiovanni,L.,Limbo,S.(2010).17 Packaging and the Shelf Life of Vegetable Oils.Food packaging and shelf life, p317.
- ✦ Veillet.S.(2010). Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : Entre Tradition et Innovation., UNIVERSITE D'AVIGNON ET DES PAYS DE VAUCLUSE, p1.
- ✦ Zeaiter, A. (2018). Intensification par détente instantanée contrôlée(DIS) de la fonctionnalisation physico-chimiques des graines végétales (caroub et tournesol), université Libanaise, Rochelle, thèse de doctorat, p 21,24,25.
- ✦ Zitoun, T.S.,Bouldjennet,S.(2016).Evaluation de la résistance à l'oxydation des huiles et graisse de consommation par test de Swift, Université M'hamed Bougara Bouardes,mémoire de master 2,p 20,21,22.

Annexes

Annexe A : Groupe permanent d'étude des marchés de denrées alimentaires (GPEM/DA)
 Spécification technique n.° E4-05 du 31 mars 2005 relatives aux huiles végétales.

HUILES VEGETALES	10 g (1 c. à soupe) apportent Energie : 90 kcal ou 376,2kJ AGS: S / AGMI: MI/ AGPI: PI (en g) : acide linoléique (oméga 6) acide linoléique (oméga 3) Vitamine E (en mg)	USAGES	REMARQUES
FLUIDES			
Riches en AGMI			
Amande	S : 0,8 / MI : 7 / PI : 2 ($\omega 6$: 2 / $\omega 3$: NS) Vit E : 3 mg	Peu utilisé en alimentaire	*
Arachide	S : 2 / MI : 6 / PI : 2,5 ($\omega 6$: 2,5 / $\omega 3$ NS) Vit E : 2 mg	Assaisonnement, cuisson, friture	Huile raffinée, goût neutre Dérivée de la cacahuète*
Noisette	S : 0,8 / MI : 8 / PI : 1 ($\omega 6$: 1 / $\omega 3$ NS) Vit E : 2,5 mg	Assaisonnement, cuisson	Huile vierge à goût : usage en friture peu conseillé (coût)*
Olive	S : 1,5 / MI : 7,7 / PI : 0,8 ($\omega 6$: 0,7 / $\omega 3$ 0,1) Vit E : 1 mg	Assaisonnement, cuisson	Peu de Vitamine E mais contient des biophénols (rôle antioxydant) Huile vierge ou vierge extra à goût : usage en friture peu conseillé (coût) Dénomination "huile d'olive" : mélange H. vierge / H. raffinée, peut être utilisée en friture
Tournesol oléique	S : 0,8 / MI : 8,2 / PI : 1 ($\omega 6$: 1 / $\omega 3$ NS) Vit E : 7 mg	Composant d'huiles combinées ou huiles pour friture	Huile raffinée, goût neutre, n'est pas disponible en l'état Comme le tournesol, riche en Vitamine E
Riches en AGPI $\omega 3$			
Colza	S : 0,8 / MI : 6 / PI : 3 ($\omega 6$: 2 / $\omega 3$ 1) Vit E : 3 mg	Assaisonnement, cuisson [£]	Huile oléique / alpha-linolénique - Rapport $\omega 6$ / $\omega 3$ intéressant Huile raffinée, goût neutre / Huile vierge à goût caractéristique
Noix	S : 1 / MI : 2 / PI : 7,3 ($\omega 6$: 6 / $\omega 3$ 1,3) Vit E : 0,7 mg	Assaisonnement [£]	Huile vierge à goût, existe en raffinée* Rapport $\omega 6$ / $\omega 3$ optimal Choisir petits conditionnements, conserver au froid
Soja	S : 1,5 / MI : 2,5 / PI : 2,5 ($\omega 6$: 5,3 / $\omega 3$ 0,7) Vit E : 2 mg	Assaisonnement, cuisson [£]	Huile linoléique / alpha-linolénique - Rapport $\omega 6$ / $\omega 3$ intéressant* Huile raffinée, goût neutre / Huile vierge à goût caractéristique (verdure)

Riches en AGPI $\omega 6$			
Blé (germe de)	S : 2 / MI : 1,5 / PI : 7 ($\omega 6$: 6 / $\omega 3$ 1) Vit E : 14 mg	Diététique, à froid	Huile diététique, très riche en vitamine E* Rapport w6 / w3 optimal
Maïs (germe de)	S : 1,5 / MI : 3 / PI : 6 ($\omega 6$: 5,9 / $\omega 3$ 0,1) Vit E : 2,5 mg	Assaisonnement, cuisson, friture	Huile raffinée, goût neutre
Pépins de raisin	S : 1 / MI : 1,7 / PI : 7,3 ($\omega 6$: 7,3 / $\omega 3$ NS) Vit E : 1,5 mg	Assaisonnement, cuisson, friture	Huile raffinée, goût neutre
Tournesol	S : 1 / MI : 2,3 / PI : 6,5 ($\omega 6$: 6,5 / $\omega 3$ NS) Vit E : 7 mg	Assaisonnement, cuisson, friture	Riche en Vitamine E Huile raffinée, goût neutre Huile vierge à goût caractéristique (graine): peu conseillée en friture
Mixtes AGMI / AGPI			
Sésame	S : 1,5 / MI : 4 / PI : 4 ($\omega 6$: 4 / $\omega 3$ NS) Vit E : 0,5 mg	Assaisonnement, cuisson	Huile vierge à goût caractéristique, peu conseillée en friture / Huile raffinée, goût neutre Dérivée de la graine de sésame*
Huiles combinées	Selon formulation / étiquetage	Selon mentions d'utilisation	
CONCRETES - SEMI-FLUIDES			
Coprah	S : 9 / MI : 0,7 / PI : 0,2 ($\omega 6$: 0,2 / $\omega 3$ NS) Vit E : 0,2 mg	Graisses de friture Shortenings / Substituts beurre de cacao	Riche en acides gras saturés (chaînes courtes et moyennes - C12, laurique : majoritaire) Graisse raffinée, goût neutre
Palme	S : 5 / MI : 4 / PI : 1 ($\omega 6$: 1 / $\omega 3$ NS) Vit E : 3 mg	Graisses de friture Shortenings	Riche en acides gras saturés (chaînes moyennes - C16, palmitique : majoritaire) Graisse raffinée, goût neutre

NS : non significatif

* allergénicité: directive 2003/89 du 10-11-2003

² hors friture

Annexe B : Codex stan 19-1981.

CODEX STAN 19-1981

ANNEXE

AUTRES FACTEURS DE COMPOSITION ET DE QUALITÉ

Ces facteurs de qualité et de composition sont des informations qui complètent les facteurs essentiels de composition et de qualité de la norme. Un produit conforme aux facteurs essentiels de qualité et de composition mais non conforme à ces facteurs complémentaires peut toutefois être aussi en conformité avec la norme.

FACTEURS DE QUALITÉ

Couleur

Caractéristique du produit désigné.

Odeur et saveur

Caractéristiques du produit désigné et exemptes d'odeur et de saveur étrangères et de toute rancidité.

Indice d'acide:

Graisses et huiles raffinées	0,6 mg de KOH/g de graisse ou d'huile
Graisses et huiles vierges	4,0 mg de KOH/g de graisse ou d'huile
Graisses et huiles pressées à froid	4,0 mg de KOH/g de graisse ou d'huile

Indice de peroxydes:

Huiles vierges et graisses et huiles pressées à froid	jusqu'à 15 méq d'oxygène actif/kg d'huile
Autres graisses et huiles	jusqu'à 10 méq d'oxygène actif/kg d'huile

Annexe C : Codex stan 33-1981.

CODEX STAN 33-1981

CHAMP D'APPLICATION

La présente norme s'applique aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive décrites à la section 2 présentées dans un état propre à la consommation humaine.

DESCRIPTION

L'huile d'olive est l'huile provenant uniquement du fruit de l'olivier (*Olea europaea* L.), à l'exclusion des huiles obtenues par solvants ou par des procédés de réestérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature.

Les huiles d'olive vierges sont les huiles obtenues du fruit de l'olivier uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions, particulièrement thermiques, qui n'entraînent pas d'altération de l'huile et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration.

L'huile de grignons d'olive est l'huile obtenue par traitement aux solvants autres que des solvants halogénés ou par d'autres procédés physiques, des grignons d'olive, à l'exclusion des huiles obtenues par des procédés de réestérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature.

FACTEURS ESSENTIELS DE COMPOSITION ET DE QUALITÉ

Huile d'olive vierge extra: huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,8 g/100 g et dont les autres caractéristiques correspondent à celles indiquées pour cette catégorie.

Huile d'olive vierge: huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 2 g/100 g et dont les autres caractéristiques correspondent à celles prescrites pour cette catégorie.

Huile d'olive vierge courante: huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 3,3 g/100 g et dont les autres caractéristiques correspondent à celles prescrites pour cette catégorie.¹


Huile d'olive raffinée: huile d'olive obtenue à partir des huiles d'olive vierges par des techniques de raffinage qui n'entraînent pas de modifications de la structure glycéridique initiale. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,3 g/100 g et ses autres caractéristiques correspondent à celles prescrites pour cette catégorie.¹

Huile d'olive: huile constituée par le coupage d'huile d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges propres à la consommation humaine. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 1 g/100 g et ses autres caractéristiques correspondent à celles prescrites pour cette catégorie.²

Huile de grignons d'olive raffinée: huile obtenue à partir d'huile de grignons d'olive brute par des techniques de raffinage n'entraînant pas de modifications de la structure glycéridique initiale. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,3 g/100 g et ses autres caractéristiques correspondent à celles prescrites pour cette catégorie.¹


Huile de grignons d'olive: huile constituée par le coupage d'huile de grignons d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 1 g/100g et ses autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie.²

Annexe D : Centre Algérienne de contrôle de qualité et emballage (CACQE).



Caractéristiques physicochimiques de l'huile d'olive

Densité relative	0,910 – 0,916 (20°C/eau à 20°C)
Indice de réfraction	1,467 - 4705 (n ²⁰)
Indice de saponification	184 - 196 (mg KOH/g d'huile)
Indice d'iode	75 - 94 (Wijs)
Acidité libre	0,3 - 1 % (g d'acide Oléique libre/100g d'huile)
Indice de peroxyde	≤20 - ≤15 (Milliéquivalents d'oxygène actif/kg d'huile)
Absorbance dans l'ultraviolet	2,50 - 2,60 (à 232 nm).



Annexe E : Commission du codex Alimentarius.

COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS

VISION STRATÉGIQUE

La Commission du Codex Alimentarius envisage une offre alimentaire mondiale assurant au consommateur un niveau de protection le plus élevé possible, notamment en matière de sécurité sanitaire et de qualité des aliments. À cette fin, la Commission élaborera des normes et textes correspondants reconnus au niveau international, qui soient fondés sur des principes scientifiques et aient pour but de protéger la santé des consommateurs et d'instaurer des pratiques commerciales équitables, en vue de leur intégration dans les règlements nationaux et de leur application au niveau du commerce international des denrées alimentaires.

Un système de contrôle des denrées alimentaires efficace est indispensable pour permettre à tous les pays de garantir la sécurité sanitaire de leurs denrées alimentaires faisant l'objet d'un commerce international et pour assurer la conformité des denrées alimentaires importées aux exigences nationales. L'harmonisation internationale fondée sur les normes, directives et recommandations du Codex est un préalable indispensable à la promotion d'une approche globale de la protection de la santé des consommateurs, y compris de moyens de réduire les risques liés à l'alimentation, et à l'atténuation des effets négatifs des réglementations techniques sur le commerce international. À cette fin, la Commission du Codex Alimentarius fournira les orientations indispensables à ses membres grâce à l'élaboration continue de normes et de directives internationales relatives à la sécurité sanitaire et à l'hygiène des denrées alimentaires, à la nutrition, à l'étiquetage, à l'inspection et à la certification des importations et des exportations. Une telle entreprise exige un engagement et un effort soutenus dans les domaines clés suivants:

- La Commission du Codex Alimentarius élaborera des normes, directives et recommandations internationales fondées sur des principes scientifiques afin de réduire les risques sanitaires tout au long de la filière alimentaire, y compris l'alimentation animale le cas échéant. En faisant porter ses efforts essentiellement sur l'élaboration de normes et de textes apparentés fondés sur les risques et sur les résultats applicables à un large éventail de produits, la Commission accordera la priorité à la création d'un corpus cohérent et intégré de normes alimentaires couvrant la totalité de la filière alimentaire. Une telle approche pourra servir de modèle aux membres de la Commission souhaitant mettre en place des systèmes réglementaires garantissant aux consommateurs des aliments sains et sûrs et facilitant l'adoption de pratiques équitables en matière de commerce international des denrées alimentaires;
- Les normes et textes apparentés du Codex concernant la sécurité sanitaire et la qualité des denrées alimentaires, y compris l'étiquetage, devraient être rédigés avec soin de façon à refléter les variations possibles d'une région à l'autre. Les normes Codex relatives à la qualité des denrées alimentaires devraient porter sur les caractéristiques essentielles des produits de façon à ne pas être trop rigides et à ne pas imposer de restrictions excessives au commerce international du produit concerné; et
- La Commission devrait, quand elle élabore et adopte des normes et textes apparentés, tenir compte de leurs conséquences techniques et économiques pour tous les membres ainsi que des besoins particuliers des pays en développement, notamment en matière d'infrastructures, de ressources et de capacités techniques et juridiques. Les normes et textes apparentés du Codex ne devraient pas avoir pour effet de créer des obstacles inutiles, injustifiés ou discriminatoires aux exportations des pays en développement.

Dans de nombreux pays, l'efficacité du contrôle des denrées alimentaires est compromise par la fragmentation des législations, la multiplicité des juridictions et la faiblesse des dispositifs de surveillance, de contrôle et de mise en œuvre. Des systèmes nationaux cohérents de contrôle et de réglementation des denrées alimentaires sont indispensables pour préserver la santé et la sécurité de la population et garantir la sécurité sanitaire et la qualité des denrées faisant l'objet d'un commerce international. La FAO et l'OMS ont déjà beaucoup travaillé à l'établissement de cadres réglementaires cohérents au niveau national. La Commission, tout en encourageant ses membres à utiliser les normes pertinentes du Codex, exhorte la FAO et l'OMS à continuer à promouvoir des systèmes réglementaires nationaux qui reposent sur des principes et directives reconnus à l'échelon international et intègrent tous les éléments de la filière alimentaire. La mise en place d'une infrastructure solide de contrôle et de réglementation des denrées alimentaires, avec les ressources humaines que cela suppose, est d'une importance décisive pour les pays en développement qui s'efforcent d'améliorer la sécurité sanitaire de leurs denrées alimentaires et leur niveau nutritionnel et exige un engagement politique au plus haut niveau.⁴ Par ailleurs, la négociation réussie d'accords bilatéraux de reconnaissance et d'équivalence mutuelle des systèmes de contrôle des denrées alimentaires dépend de l'aptitude des pays à se rassurer mutuellement sur l'intégrité et la conformité aux normes internationales de leurs systèmes réglementaires.

