

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université A. MIRA – BEJAIA

Faculté de Technologie

Département de Génie des Procédés

En vue de l'obtention du diplôme de

MASTER

En Génie des Procédés

Option : Génie Chimique

Thème



Caractérisation Physico-chimique des huiles végétales alimentaires

Réalisé par :

BOURACHOUCHE Karim

BOUDEI Amir

Membre du jury :

Président du jury : M^{me} N.BELHADJ

Examinatrice : M^{me} H.BELKACEMI

Promotrice : M^{me} Z.BOUARICHE

Promotion 2016/2017

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 Mme BOUARICHE Zakia 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 du laboratoire pour leurs soutiens et leurs encouragements (MAGDA, KAHINA, KATIA...).

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 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 protègent.

A ma très chère femme Kahina.

Mon frère : Halim.

Mes sœurs : Louisa, Radia, Siham.

Un grand merci pour mon camarade et amie Amir.

Karim.



Dédicace

Je dédie ce travail :

À mes chers parents, pour tous leurs sacrifices, leurs encouragements, leur attention et leur soutien moral. Ils ont été un réconfort constant, tout au long de mes études.

À mon frère Khaled à ma sœur Lamia, qui ont toujours été pour moi un bon exemple à suivre, à qui je souhaite une vie pleine de bonheur, de santé et de réussite.

À

toute ma grande famille.

À tous mes amis " Amir " et à toute ma promotion Génie des procédés 2017.

À mon très cher ami Karim et sa famille.

Amir.



Liste des abréviations

A : acidité.

AG : acide gras.

AGI : acide gras insaturé.

AGMI : acides gras mono-insaturés.

AGPI : acide gras polyinsaturé.

AGS : acide gras saturé.

CAQCE : Centre algérienne de contrôle de qualité et emballage.

d₂₀²⁰ : densité relative à 20 °C.

I_A : indice d'acide.

I_E : indice d'ester.

I_i : Indice d'iode.

I_P : Indice de peroxyde.

I_R : indice de réfraction.

I_S : indice de saponification.

T_i : taux d'impureté.

m_{eq} : Milli-équivalent

MG : matière grasse.

N : Normalité.

Liste des figures

Figure I.1: Structure des glycérides.....	3
Figure I.2 : Structure des glycérophospholipides.....	4
Figure I.3 : Structure schématisée du β carotène.....	6
Figure I.4 : Structure de la chlorophylle "a" et de la chlorophylle "b".....	6
Figure I.5 : Composition panoramique des corps gras	7
Figure I.6 : Diagramme représentant la composition de l'huile végétal.....	10
Figure I.7 : les familles des huiles avec leur compositions des acides gras.....	13
Figure I.8 : images correspondantes aux différentes huiles commercialisées en Algérie.....	14
Figure I.9 : Image correspondante au plante et grain de maïs.....	15
Figure I.10 : Image correspondante au plante et grain de Tournesol.....	18
Figure I.11 : Image correspondante au plante et grain de maïs.....	20
Figure I.12 : Image correspondante au plante et grain de l'olive.....	21
Figure I.13 : Les étapes d'extraction d'huile brute.....	26
Figure I.14 : Diagramme des étapes de raffinage des huiles.....	29
Figure III.1 : variation des moyennes de l'acidité pour les Cinq huiles étudiées.....	41
Figure III.2 : variation des moyennes de l'indice d'acide pour les Cinq huiles étudiées.....	41
Figure(III.3): variation des moyennes de l'indice de peroxyde pour les cinq huiles étudiées.....	42
Figure III.4 : variation des moyennes de l'indice d'iode pour les cinq huiles étudiées.....	43
Figure III.5 : variation des moyennes de l'indice de saponification pour les cinq huiles étudiées..	44
Figure III.6 : variation des moyennes de l'indice d'ester pour les cinq huiles étudiées.....	45
Figure III.7 : variation des moyennes de taux d'impureté pour les cinq huiles étudiées.....	46

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Pourcentage des acides gras dans quelques huiles végétales.....	11
Tableau I.2 : différentes huiles produites en Algérie avec leur composition.....	15
Tableau I.3 : Composition de l'huile de Soja en acide gras.....	16
Tableau I.4 : Composition de l'huile de Soja en insaponifiable.....	17
Tableau I.5 : Composition de l'huile de Tournesol en acides gras.....	19
Tableau I.6 : Composition de l'huile de Tournesol en insaponifiable.....	19
Tableau I.7 : Composition en acides gras l'huile de maïs.....	21
Tableau I.8 : les différentes classes de l'huile d'olive et leurs critères de qualité.....	24
Tableau I.9 : Les principaux acides gras présents dans l'huile d'olive.....	25
Tableau II.1 : montre l'échantillonnage des Cinq huiles étudiées.....	30
Tableau II.2 : montre les produits utilisés.....	31
Tableaux III.1 : aspect des différentes huiles.....	40
Tableau III.2 : les moyennes de l'indice de la densité pour les cinq huiles étudiées.....	46.
Tableau III.3 : les moyennes de l'indice de réfraction pour les cinq huiles étudiées.....	47
Tableaux III.4 : tableaux récapitulatives pour tous les résultats obtenus.....	48

SOMMAIRE

Dédicace	
Remerciement	
Liste des abréviations	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Introduction générale	1

Chapitre 1 : synthèse bibliographique

I. Généralités sur les corps gras	3
1. Composition d'un corps gras	3
I.1. Lipides simples	3
I.1.1. Glycérides	3
I.1.2. Acides gras	4
I.1.3. Cérides	4
I.1.4. Stérides	4
1.2. Lipides complexes.....	4
1.2.1. Phospholipides.....	4
1.2.2. Insaponifiables.....	4
1.2.2.1. Stérols	5
1.2.2.2. Tocophérols.....	5
1.2.3. Cire	5
1.2.4. Pigments	5
1.2.4.1. Caroténoïdes	5
1.2.4.2. Chlorophylles	6
2. Propriétés des corps gras	7
2.1. Propriétés physiques	7
2.1.1. Etat naturel et aspect	7
2.1.2. Densité.....	7
2.1.3. Le point de fusion et de solidification	7
2.1.4. Solubilité	8
2.1.5. Viscosité	8
2.2. Propriétés chimiques	8

2.2.1. Hydrolyse et saponification	8
2.2.2. Hydrogénation	8
2.2.3. Transestérification	8

II. Généralités sur les huiles végétales.....	9
1. Définition	9
2. Composition des huiles végétales.....	9
2.1. La fraction saponifiable.....	9
2.2. La fraction insaponifiable	9
3. Définition de quelques huiles	12
4. Les différentes familles des huiles	12
5. Les huiles alimentaires	13
6. Les différentes huiles commercialisées en Algérie et leur composition.....	14
7. Huile de soja.....	15
7.1. Définition	16
7.2. Composition de l'huile de soja	16
7.2.1. Composition en acide gras.....	16
7.2.2. Composition en insaponifiable	17
7.2.3. Composition en phospholipides	17
8. Huile de tournesol	18
8.1. Définition.....	18
8.2. Composition de l'huile de tournesol	18
8.2.1. Composition en acides gras	19
8.2.2. Composition en insaponifiables	19
8.2.3. Composition en phospholipides	20
9. Huile de maïs	20
9.1. Définition.....	20
9.2. Origine et composition	20
9.3. Propriétés	21
10. Huile d'olive	21
10.1. Définition	21
10.2. Procédé d'extraction	22

10.2.1.	La séparation de la phase liquide des grignons	22
10.2.2.	Séparation de l'huile de margines	22
10.3.	Classification des huiles d'olive.....	23
10.3.1.	L'huile d'olive vierge	23
10.3.1.1.	L'huile d'olive vierge	23
10.3.1.2.	L'huile d'olive vierge non propre à la consommation.....	23
10.3.2.	L'huile d'olive raffinée	23
10.3.3.	L'huile d'olive	24
10.4.	La composition de l'huile d'olive	24
11.	Extraction des huiles brutes	25
11.1.	Préparation des graines	25
11.2.	Extraction d'huile	25
11.2.1.	Extraction physique	26
11.2.2.	Extraction chimique	26
12.	Généralités sur le raffinage des huiles végétales	27
12.1.	Présentation du procédé de raffinage	27
12.2.	Objectif du raffinage	27
12.3.	les types de raffinage	27
12.4.	Les étapes de raffinage	27
12.4.1.	Démucilagination	28
12.4.2.	Neutralisation	28
12.4.3.	Décoloration	28
12.4.4.	Filtration	28
12.4.5.	Désodorisation	28

CHAPITRE 2 : Partie expérimentale

I.	Introduction.....	30
II.	Échantillonnages	30
III.	Les produits utilisés	31
IV.	Détermination des caractéristiques physico-chimiques	32
IV.1.	Caractères physiques	32

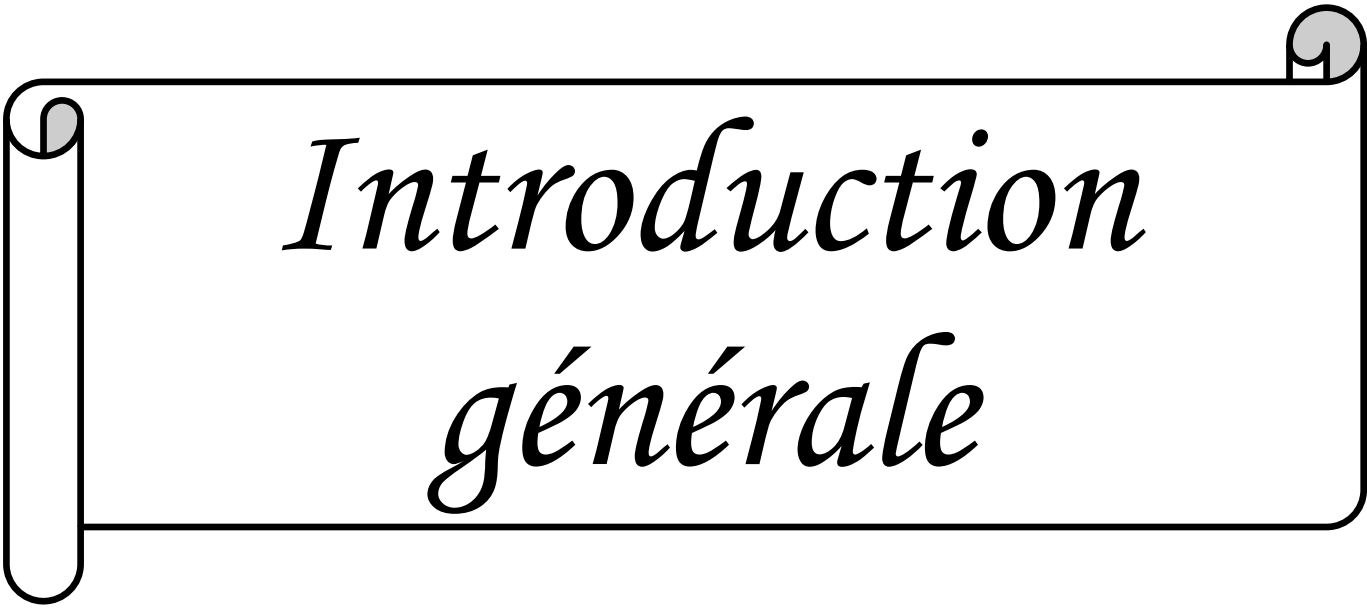
I.V.1.1. La densité relative	32
IV.1.2. Indice de réfraction	33
IV.2. Caractères chimiques	34
IV.2.1. Indice d'acide	34
IV.2.2. Indice de saponification	35
IV.2.3. Indice de peroxyde	36
IV.2.4. Indice d'iode	37
IV.2.5. Indice d'ester	38
IV.2.6. Taux d'impuretés	39

CHAPITRE 3 : Résultats et discussion

I. Caractère organoleptique des différentes huiles	40
II. Analyses chimiques	41
II.1. Acidité.....	41
II.2. Indice de peroxyde	42
II.3. Indice d'iode	43
II.4. Indice de saponification	44
II.5. Indice d'ester et le taux d'impureté	45
III. Analyses physique	46
III.1. La densité relative	46
III.2. Indice de réfraction	47
 Conclusion générale.....	 50

Références bibliographiques

Annexe



*Introduction
générale*

La consommation des huiles alimentaires ne cesse d'augmenter. En effet, au cours de ces cinq dernières années, sa production a atteint une moyenne de 15 millions de tonnes/ans.

L'huile, cet élément essentiel à la nutrition peut être de nature végétale sous forme de corps gras, extraite de graine oléagineuse et de fruits ; elle est utilisée principalement comme huiles de tables. A l'état naturel, elle est accompagnée de matières indésirables (phospholipides et pigments colorés...) dont l'élimination est indispensable pour obtenir un produit fini de qualité.

Les huiles végétales 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 végétales comestibles, fluides à la température de 15 °C, Chaque huile est caractérisée par sa composition en acides gras de l'espèce végétale 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.

Il existe sur le marché Algérien différentes marques d'huiles végétales alimentaires, qu'elles soient pures (huile de soja, maïs et tournesol) ou mélangées, L'objectif de notre travail consiste à la détermination de quelques caractéristiques physico-chimiques des huiles végétales alimentaires Elio, Fleurial, Afia, Safia et Olive dans le but de faire une étude comparative de leurs qualités.

Pour cela notre travail a été réparti comme suit :

- Une première partie : Synthèse bibliographique dans laquelle nous rapportons des généralités sur les corps gras, sur les huiles végétales et sur les huiles de tournesol, maïs, soja et olive ; ainsi que la méthode d'extraction de grain et le processus de raffinage des huiles.

- Dans la deuxième partie nous décrivons les modes opératoires réalisés pour la détermination des caractéristiques physico-chimiques des huiles (Indice d'acide, l'acidité, indice d'ester, indice de saponification, indice de peroxyde, indice d'iode, indice de réfraction, densité relative et le taux d'impureté).
- Dans la troisième partie, nous discuterons les différents résultats obtenus.
Et enfin, nous terminerons cette étude par une conclusion et quelques perspectives.



Chapitre I

Synthèse bibliographiques

I- Généralités sur les corps gras

Les corps gras, qui correspondent à la partie « graisses neutres » de la fraction lipidique totale sous forme de microgouttelettes dans certains tissus animaux et végétaux, ont surtout un rôle nutritionnel sur les plans énergétique et métabolique. La partie grasse des aliments est également appelée lipides (du grec lipos, « gras »). Les corps gras alimentaires comprennent les huiles et les graisses d'origine végétale ou animale, les beurres et les margarines [2].

1. Composition d'un corps gras

Les corps gras alimentaires comprennent les huiles et les graisses d'origine végétales ou animales. Un corps gras brut, à l'état naturel, est constitué essentiellement de lipides environ 99%, de phosphatides et des insaponifiables. Les lipides sont des dérivés naturels, qui résultent de l'estérification d'acide gras avec un alcool ou une amine [3].

1-1- Lipides simples

1-1-1- Glycérides

Les glycérides sont des esters d'acides gras et de glycérol, ils sont très hydrophobes insolubles dans l'eau.

L'estérification des trois groupements hydroxyles du glycérol avec les acides gras forme des triglycérides, y'a également les di-glycérides, et les mono-glycérides[4].

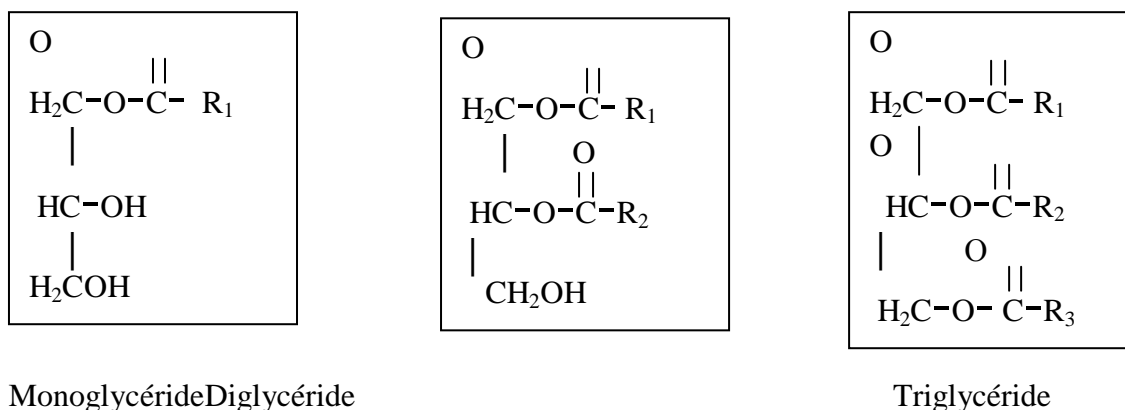


Figure (I.1) : Structures des glycérides.

1-1-2- Acides gras

Les acides gras sont des acides carboxyliques à chaîne aliphatique hydrophobe saturée ou insaturée. Ce sont les composants majoritaires des glycérides sur le plan pondéral, les acides gras connus sont extrêmement nombreux, en particulier dans le règne végétal [5].

1-1-3- Cérides

Ce sont des esters d'acides gras et de mono (éventuellement di) alcools.

1-1-4- Stérides

Ce sont des esters d'acides gras et de stérol [6].

1-2- Lipides complexes

1-2-1- Phospholipides

Les phospholipides sont des esters du glycérol dont les positions sn-1 et sn-2 sont estérifiées par des AG et la fonction alcool en sn-3 est naturellement estérifiée par un acide phosphorique, lui-même associé à un sucre (inositol) ou une amine (choline, éthanolamine, sérine)[5].

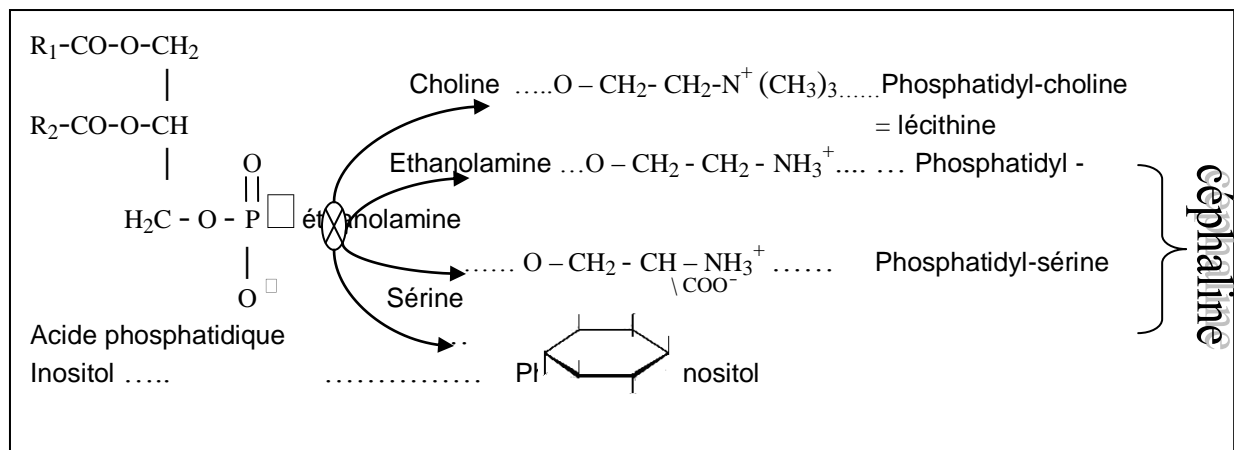


Figure (I.2) : Structure des glycérophospholipides

1-2-2- Insaponifiables

L'insaponifiable est constitué de composés qui, après hydrolyse basique (saponification), sont très peu solubles dans l'eau mais solubles dans les solvants organiques (tel l'hexane) des corps gras [7].

1-2-2-1- Stérols

Les stérols constituent la fraction la plus importante de l'insaponifiable de 30 à 60%. Ce sont des composés tétracycliques le plus souvent de 27 ou 28 atomes de carbones, ils sont présents sous formes libres ou estérifiés. Les deux stérols les plus importants du règne végétal sont le β -sitostérol et le sigma-stérol [7].

1-2-2-2- Tocophérols

Les tocophérols sont au nombre de 4 (α , β , γ , δ -tocophérols), ils jouent le rôle d'antioxydants naturels, ce qui explique la bonne résistance des huiles végétales au phénomène de rancissement.

Parmi les tocophérols, l' α -tocophérol ou vitamine E est doté de l'effet antioxydant le plus puissant [7].

1-2-3- Cire

Les cires sont des acides gras et alcools gras, chez les végétaux, elles contribuent à la formation de pellicules protectrices des graines et des fruits. Dans les huiles, surtout le Tournesol, leur présence est responsable de l'apparition de trouble par début de cristallisation à basse température ou à température ambiante [7].

1-2-4- Pigments

Les principaux pigments naturels appartiennent à trois grandes catégories :

- ✓ Pigments porphyriniques, parmi lesquels les chlorophylles.
- ✓ Les caroténoïdes, parmi lesquels le β -carotène.
- ✓ Les flavonoïdes et leurs dérivés.

Les caroténoïdes et les chlorophylles contribuent à la couleur des huiles, ces pigments naturels sont éliminés en grande partie par le raffinage [7].

1-2-4-1- Caroténoïdes

Les caroténoïdes sont des pigments naturels, largement répandus dans la nature. Ils sont à l'origine de teintes brillante, jaune, orange et rouge. Ce sont des tétra-terpènes provenant de l'évolution du lycopersène, ils comprennent les carotènes et les xanthophylles [7].

✓ Carotène

Le carotène est un terpène, pigment de couleur orange, important pour la photosynthèse. Le carotène est le dimère de la vitamine A et se présente sous deux formes : α et β -carotène[7].

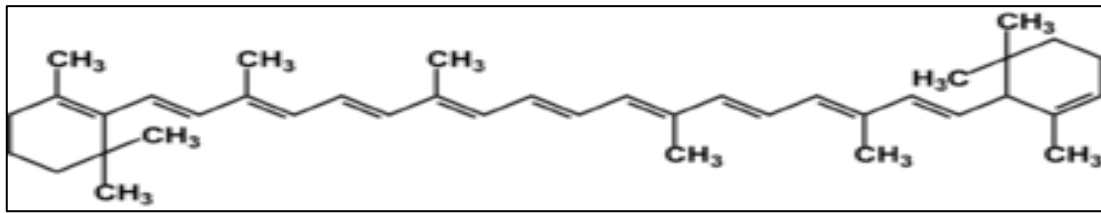


Figure (I.3) : Structure schématisée du α carotène.

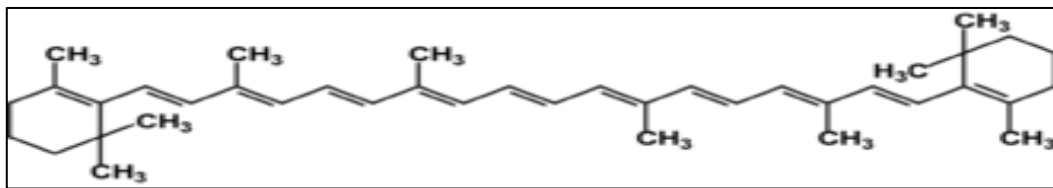


Figure (I.4) : Structure schématisée du β carotène.

1-2-4-2- Chlorophylles

Les chlorophylles font partie d'un groupe de pigments tétra-pyrroliques avec des fonctions et des éléments structuraux communs. Elles sont caractérisées par un iso-cycle à cinq membres et par la présence d'un atome de magnésium complexé à leur centre. Les plus répandues et également les plus étudiées sont les chlorophylles "a" et "b". La formule de la chlorophylle "a" est $C_{55}H_{72}N_4Mg$ et celle de la chlorophylle "b" est $C_{55}H_{70}O_6N_4Mg$, le maximum d'absorption des chlorophylles a et b se situe respectivement à 660 nm et 643 nm. [7]

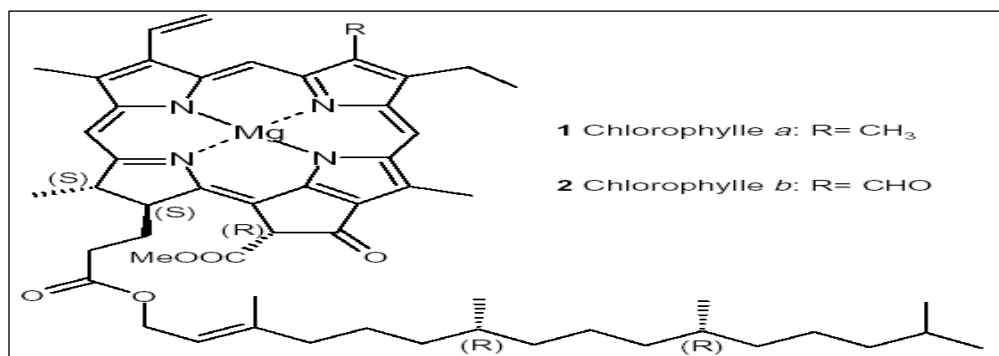
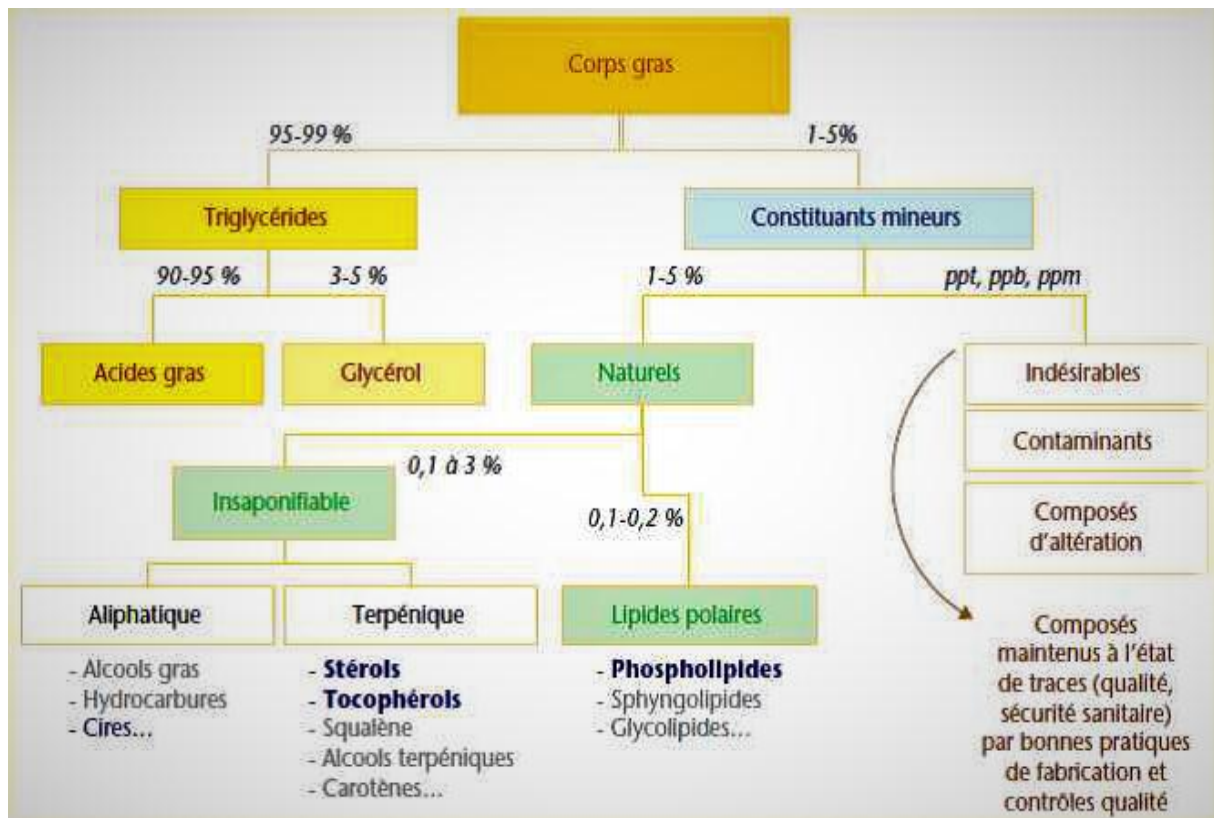


Figure (I.5) : Structure de la chlorophylle "a" et de la chlorophylle "b"

✓ Composition panoramique des corps gras :



La figure (I.6) :Composition panoramique des corps gras [8]

2- Propriétés des corps gras

2-1- Propriétés physiques

Les propriétés des corps gras sont :

2-1-1- État naturel et aspect

On sait que les corps gras sont liquides ou solides à la température ambiante suivant leur composition chimique [9].

2-1-2- Densité

C'est la masse de l'unité de volume exprimée en grammes à la température T. La densité des huiles végétales varie de 0.915 à 0.964. La densité des corps gras animaux varie de 0.866 à 0.933 [8].

2-1-3- Le point de fusion et le point de solidification

Ils permettent d'apprécier le degré de pureté d'un corps gras [9].

2-1-4- Solubilité

Tous les acides gras dont le nombre de carbone est supérieur à 8 sont insolubles dans l'eau, et sont généralement solubles dans les solvants organiques tels que l'éther, le chloroforme et le benzène [9].

2-1-5- La viscosité

La viscosité des acides gras et des triglycérides est liée à leurs structures, à la longueur de la chaîne et à leur saturation. Elle augmente avec le poids moléculaire et diminue avec l'augmentation de l'insaturation. La viscosité des huiles est relativement très élevée [10].

2-2- Propriétés chimiques

Les propriétés chimiques des glycérides dépendent essentiellement de celle des acides gras qui les constituent.

2-2-1- Hydrolyse et saponification

L'hydrolyse des triglycérides libère un ou plusieurs AG. La réaction peut se faire par l'acide sulfurique ou par voie enzymatique. La saponification est une hydrolyse alcaline par KOH ou NaOH [10].

2-2-2- Hydrogénation

En présence d'hydrogène et d'un catalyseur (nickel finement divisé), les doubles liaisons des AG insaturés des triacylglycérols sont saturées. Le point de fusion du produit et les huiles deviennent solides.[10].

2-2-3- Transtérification

La transtérification vise à modifier la structure glycéridique des matières grasses par réarrangement intra- et intermoléculaire des AG sur le glycérol [10].

II- Généralité sur Les huiles végétales

1- Définition

Les huiles végétales sont extraites des graines, des amandes et des fruits. Les oléagineux sont ceux qui servent à produire industriellement de l'huile et qui sont cultivés dans ce but. Parmi les plantes cultivées pour leur huile, on cite : l'arachide, l'olivier, le colza, le ricin, le soja et le tournesol. En général, toutes les graines contiennent de l'huile.

Les huiles végétales sont des substances insolubles dans les solvants minéraux, constituées en majeure partie d'esters de glycérol d'acides gras, appelés triglycérides [11].

2- 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 [12].

2-1- La fraction saponifiable

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

- ✓ Les glycérides:
 - Les triglycérides.
 - Glycérides partiels.
- ✓ Les acides gras :
 - Les acides gras saturés.
 - Les acides gras mono-insaturés.
 - Les acides gras polyinsaturés.
- ✓ Les phosphatides.

2-2- 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.
- Les pigments colorés (les chlorophylles et les caroténoïdes).
- Les tocophérols.
- Les alcools terpéniques.
- Les composés phénoliques.
- Les cires.

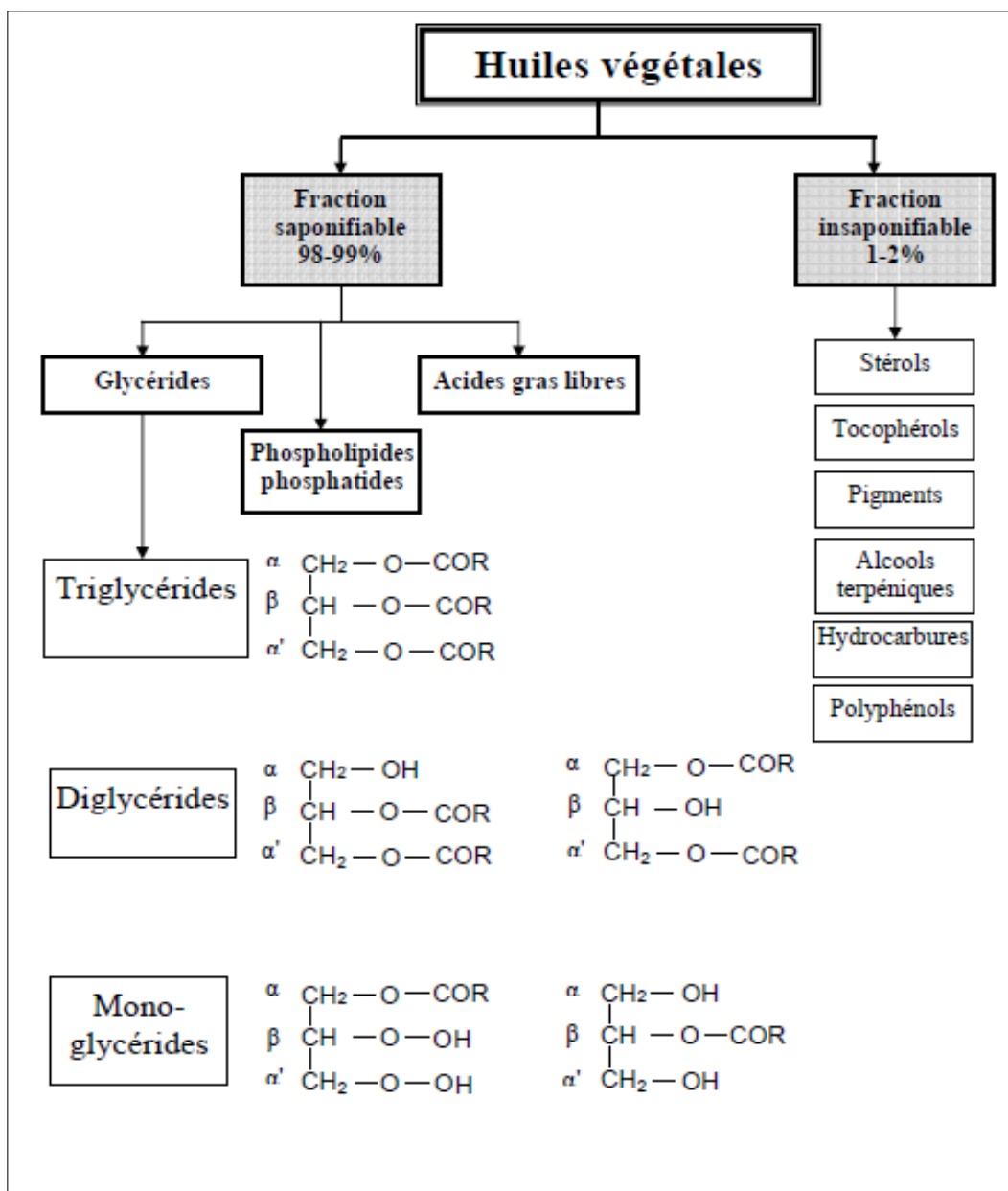


Figure (I.7) : Diagramme représentant la composition de l'huile végétal.

Tableau (I.1): Pourcentage des acides gras dans quelques huiles végétales [13]

Acide gras		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 :0	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 1.3
Acide heptadécanoïque	C17 :0	≤0.3	-	-	-	-	-
Acide heptadécanoïque	C17 :1	≤0.3	-	-	-	-	-
Acide stéarique	C18 :0	0.5 – 5	1 – 2	2 - 5	1.4 - 3	2.8 - 6.5	2 - 3.3
Acide oléique	C18 :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 linoléique	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 - 0.6
Acide lignocérique	C24 :0	≤ 0.2	0 - 0.2	0 - 0.5	0 - 0.3	0 - 0.4	-

3- Définition de quelques huiles

Ci-après la définition de quelques huiles [14].

✓ Les huiles végétales comestibles

Sont des denrées alimentaires qui se composent essentiellement de glycérides d'acides gras exclusivement d'origine végétale. Elles peuvent contenir en faible quantité d'autres lipides comme les phosphatides, des constituants insaponifiables et les acides gras libres naturellement présents dans la graisse ou l'huile.

✓ Les huiles vierges

Sont obtenues, sans modification de la nature de l'huile, exclusivement au moyen de procédés mécaniques, par exemple expulsion ou pression, et d'un traitement thermique. Elles peuvent avoir été purifiées uniquement par lavage à l'eau, décantation, filtrage et centrifugation.

✓ Les huiles pressées à froid

Sont obtenues, sans modification de l'huile, exclusivement par des procédés mécaniques, par exemple expulsion ou pression, sans utilisation de procédés thermiques. Elles peuvent avoir été purifiées uniquement par lavage à l'eau, décantation, filtrage et centrifugation.

4- Les différentes familles des huiles

Les huiles par leur composition en acides gras se répartissent en différentes familles. Selon les critères de caractérisation de ces familles, il existe quatre principales :

✓ Famille oléique

Cet acide gras, principal représentant des acides gras mono-insaturés (AGMI), est majoritairement dans l'huile d'olive, d'arachide, de noisette, les variétés de tournesol et de colza riches en acide oléique et l'huile de colza elle-même [15].

✓ famille linoléique

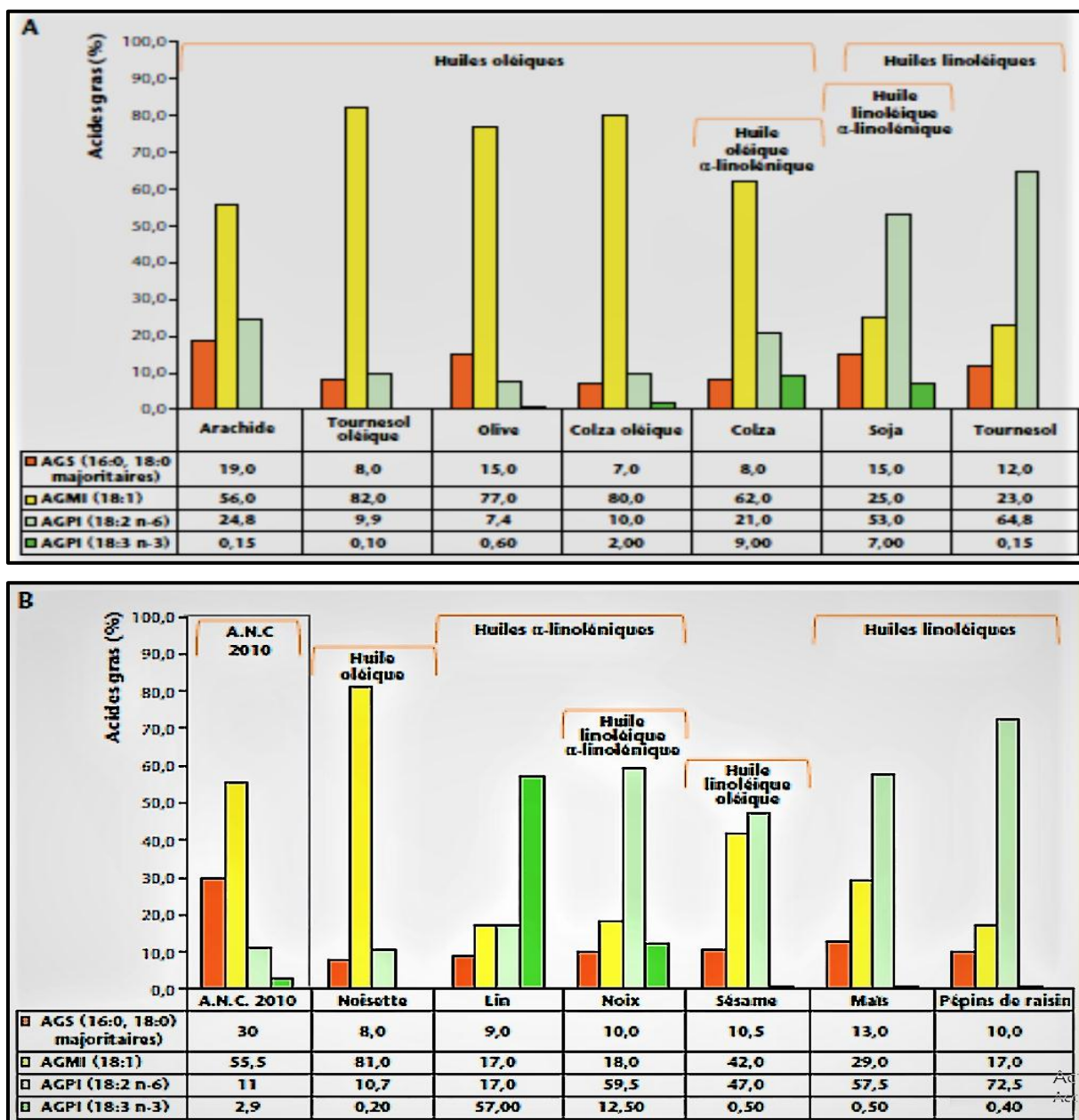
Cet acide gras (C18:2 oméga-6) acide gras polyinsaturé (AGPI), est majoritaire : huiles de soja, de tournesol, de germe de maïs et de pépins de raisin [15].

✓ famille α -linoléique

Cet acide gras (C18:3 oméga-3/AGPI) est présent en quantité significative : huiles de colza, de soja, de noix et de lin ou cet acide gras est majoritaire [15].

✓ Famille des corps gras riches en acides gras saturés (AGS)

Leurs principaux représentants (C12:0, C16:0, C18:0) présents en quantité moyenne à forte : les huiles de palme, les huiles de palmiste et de coprah riches en acide laurique (C12:0), le beurre de cacao et pour comparaison la matière grasse de beurre [15].



La figure (I.8) : les familles des huiles avec leur compositions des acides gras.

5- Les huiles alimentaires

Les huiles et les graisses alimentaires sont préparées à partir de graines ou de fruits oléagineux, germes ou pépins de production végétale diverse et de tissus adipeux d'animaux terrestres ou marins. On différencie généralement les huiles des graisses par leur point

defusion. Les huiles sont des corps gras liquides à la température de 15°C alors que les graisses sont plus ou moins solides à cette température, dans la catégorie des huiles, nous trouvons principalement l'huile d'olive, de noix, d'arachide, de tournesol, de soja, de colza, des germes de blé, de maïs et des pépins de raisin [16].

Les huiles et les graisses alimentaires sont subdivisées en plusieurs classes :

- ✓ Huiles végétales fluides : huile d'arachide, de colza, de germes de maïs, de tournesol, de soja et d'olive [16].
- ✓ Huiles végétales concrètes (graisses) : coprah (provenant de la noix de coco), huile de Palme [16].
- ✓ Huiles et graisses d'origine animale : (animaux terrestres) : saindoux (graisse de porc), suif (graisse de bœuf ou de mouton), huile de cheval et graisse d'oie [16].

6- Les différentes huiles commercialisées en Algérie et leur composition

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 [17].



La figure(I.9) : images correspondantes aux différentes huiles commercialisées en Algérie

Tableau (I.2): différentes huiles produites en Algérie avec leur composition.

Marque	Entreprise de production	Nature de l'huile
Huile ELIO	CEVITAL SPA BEJAIA	80% Soja, 20% Tournesol
Huile FLEURIAL	CEVITAL SPA BEJAIA	100% Tournesol
Huile FRIDOR	CEVITAL SPA BEJAIA	25 % tournesol, 25 % soja et 50 % ODF
Huile AFIA	AFIA SPA Oran	95% Soja, 5% maïs
Huile LYNOR	PROLIPOS Sarl Ain M'lila	90% Soja, 10% Palme
Huile SAFIA	Groupe Cogral Algérie Alger	100% Soja
Huile LABELLE	CO-GB La Belle Bejaia	100% soja

✓ ODF : Oléine doublement fractionnée

7- Huile de Soja

7-1- Définition

Le Soja, *Glycine max* (L), est une plante de la famille des légumineuses, sous famille des "papilionoideae". Le Soja est originaire de la Chine, et son utilisation par l'Homme remonte probablement aux alentours du XV^{ème} siècle avant Jésus Christ.

Ce n'est cependant qu'au cours du dernier siècle que le Soja s'est développé comme culture au plan mondial, avec l'utilisation de cette graine en trituration industrielle aux USA d'abord, puis en Europe et en Amérique du sud [18].



La figure (I.10) : Image correspondante au plante et grain de soja.

7-2- Composition de l'huile de Soja

Les triglycérides constituent plus de **95%** des composés lipidiques de la graine de Soja. Les autres composés étant les phospholipides et les diacyglycérols [18].

7-2-1- Composition en acides gras

L'huile de Soja est une huile très polyinsaturée. Comme toute huile végétale, elle est exempte de cholestérol et très pauvre en acides gras saturés [18].

Tableau (I.3) : Composition en acide gras de l'huile de Soja [18].

Acide gras		Teneur(% massique)	Teneur moyenne(%massique)	
Saturés	Laurique	C 12	Trace	0,1
	Myristique	C 14	<0,5	0,2
	Palmitique	C 16	7 à 12	10,7
	Stéarique	C 18	2 à 5,5	3,9
	Arachidique	C 20	1,0	0,2
	Béhénique	C 22	0,5	Trace
	Total		10 à 19	15,0
Insaturés	Palmitoléique	C16 :1	<0,5	0,3
	Oléique	C18 :1	20 à 50	22,8
	Linoléique	C18 :2	35 à 60	50,8
	Linoléinique	C18 :3	2 à 13	6,8
	Eicosénoïque	C20 :1	1,0	Trace
	Total		81 à 90	85,0

7-2-2- Composition en insaponifiables

La partie insaponifiable de l'huile de Soja représente 1,6% de l'huile brute et 0,6% à 0,7% de l'huile raffinée. Elle se compose essentiellement de stérols et de tocophérols [19].

Tableau (I.4) : Composition en insaponifiable de l'huile de Soja.

Insaponifiables : 0,5 – 1,6%			
Stérols (en mg/100g)	250-418	Hydrocarbures (en mg/100g)	80-167
		Tocophérols (en mg/100g)	
Composition des stérols (en % des stérols totaux)		Composition des Tocophérols (en % des tocophérols totaux)	
Cholestérol	<1	Alpha tocophérol	
Brassicastérol	-	Beta tocophérol	5-10
β -Sitostérol	47-59	Gamma tocophérol	2-3
Campastérol	19-23	Delta tocophérol	44-60
Stigmastérol	17-19	Tocophérols	30-43
Δ -5-Avénaatérol	2-4	Alcools triterpéniques	-
Δ -7-Stigmastérol	1-2	(en mg/100g)	
Δ -7-Avénaatérol	<3		
Ergostérol			

7-2-3- Composition en phospholipides

Ils sont présents dans l'huile sous deux formes :

✓ Hydratables

Ces formes contiennent un groupe fortement polaire, ce sont en particulier la phosphatidyl-choline et la phosphatidyl-éthanolamine qui sont aisément éliminées [20].

✓ Non hydratables

Ce sont les sels de calcium et de magnésium des acides phosphatidiques et des phosphatidyl-inositol. Dans chaque type d'huile, les phosphatides ont des proportions différentes, pour l'huile de Soja : 30% de lécithine (PC), 30% de céphaline (PE, PS) et 40% d'inositol (PI) [18].

8- Huile de Tournesol

8-1- Définition

Le Tournesol est une plante oléagineuse annuelle dont le nom scientifique est *Helianthus annuus* L. L'appellation Tournesol provient de sa tendance à se tourner vers le soleil pendant la journée. En grec *Helios* signifie soleil et *anthos* signifie fleur.

Le Tournesol est l'une des plus anciennes espèces endémique dans le sud de l'Amérique du Nord, dont les plus anciennes traces de culture, trouvées en Arizona, ont été datées à 3000 ans avant notre ère. Cultivé par les amérindiens à des fins alimentaires (graine crue ou pâte), mais aussi à d'autres fins (médicinale, colorante, ...), le Tournesol avait aussi une fonction ornementale et symbolique, lié à sa forme de soleil, comme en atteste les décorations de temples du soleil aztèques, au Pérou. C'est pour cette fonction ornementale que le Tournesol a été introduit en Espagne au retour des explorateurs espagnols, au début du 16^{ème} siècle [21].



La figure (I.11) :Image correspondante au plante et grain de Tournesol.

8-2- Composition de l'huile de Tournesol

Comme pour toutes les huiles végétales, l'huile de Tournesol se compose essentiellement de triglycérides (98 à 99%) et d'une faible proportion, de substances diverses regroupées sous le terme de « fraction insaponifiable » [21].

8-2-1- Composition en acides gras

Les variétés classiques de Tournesol produisent des huiles riches en acide linoléique (C18:2, \approx 60%), à faible teneur en acide oléique (C18:1, \approx 20%) et pratiquement sans acide linoléique (C18:3, $<$ 1%) [1].

Tableau I. 5 : Composition de l'huile de Tournesol en acides gras [22].

Nature	Teneur totale (%)
C16:0	5-7
C16:1	\leq 0,4
C17:0	\leq 0,1
C18:0	4-6
C18:1	15-25
C18:2	62-70
C18:3	\leq 0,2
C20:0	$<$ 1
C20:1	$<$ 0,5
C22:0	$<$ 1

8-2-2- Composition en insaponifiables

Ces substances sont de nature très diverse: cires, glucides, stérols et antioxydant. Deux fractions sont importantes : les stérols et les tocophérols[22].

Tableau (I.6) : Composition de l'huile de Tournesol en insaponifiable

Insaponifiables : 0,5 à 1,5%			
-Teneur en stérols (en mg/100g de corps gras)	325-515	-Teneur en tocophérols (en mg/100g corps gras)	44-120
Composition des stérols : (en % des stérols totaux)		Composition des tocophérols : (en % des tocophérols totaux)	
Cholestérol	$<$ 0,4	alpha tocophérol	91-97
Brassicastérol	0	beta tocophérol	3-6
Campestérol	8-11	gamma tocophérol	\leq 2
Stigmastérol	7-10	delta tocophérol	-
β -sisostérol	58-64	tocotrienol	-
Δ -5- Avénastérol	2-7		
Δ -7-stigmastérol	9-14		
Δ -7-Avénastérol	4-6		
Isofucostérol	0,4-1		
Fucostérol	2-3	teneur-en-alcool-aliphatiques (en mg/g de corps gras)	
-Teneur en hydrocarbures (en mg/100g de corps gras) dont squalène	15-20		100

8-2-3- Composition en phospholipides

On rapporte que la teneur en phospholipides de l'huile de Tournesol est comprise entre 500 et 1000 mg par 100g d'huile. Ces phospholipides se composent essentiellement de phosphatidyl-cholines (52%), phosphatidyl-éthanolamines (19,7%), phosphatidyl-inositols (26%) et d'acides phosphatiques (2,2%)[22].

9- Huile de maïs

9-1- Définition

L'huile de maïs, de la famille des graminées, originaire d'Amérique est de couleur ambrée et de saveur douce. Elle ne devrait pas s'appeler ainsi mais l'huile de germe de maïs. C'est le germe du grain de maïs, riche en lipides, qui fournit en fait l'huile. Mais comme il se trouve bien caché à l'intérieur du grain, c'est celui-ci entier qui est traité. Le germe de maïs utilisé pour la fabrication de l'huile représente environ 6% du poids de la graine entière. Les germes contiennent 45 à 50% d'huile (Alfred Thomas, 2002). Cette huile est particulièrement recommandée pour les assaisonnements. Elle peut être utilisée à chaud, mais elle est déconseillée en friture [1].



La figure (I.12) : Image correspondante au plante et grain de maïs.

9-2- Origine et composition

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 [1].

Tableau(I.7) : Composition en acides gras l'huile de maïs.

Types d'acide gras	Pourcentage (%)
Acide linoléique (C18 :2)	53.51
Acide oléique (C18 :1)	27.33
Acide palmitique (C16 :0)	10.75
Acide stéarique (C18 :0)	1.84
Acide linolénique (C18 :3)	1.16
Acide arachidique (C20 :0)	0.50

9-3- Propriétés

L'huile de germe de maïs, protectrice du système nerveux, elle est très riche en graisses polyinsaturées et contient des acides gras qui permettent de lutter contre le cholestérol.

Anti cholestérol, anti dermatoses, anti-oxydante. Sa valeur énergétique est de 899.10 calories au 100 grammes soit 99.90 g de lipides[1].

10. Huile d'olive

10.1. Définition

L'huile d'olive provenant uniquement du fruit de l'olivier à l'exclusion des huiles obtenues par solvant ou par des procédés de ré estérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature[23].



La figure (I.13) : Image correspondante au plante et grain de l'olive.

10.2. Procédé d'extraction

Il correspond à l'extraction proprement dite : c'est-à-dire la séparation entre la phase solide "les grignons", la phase aqueuse "les margines" et la séparation huileuse [23]. Cette extraction se déroule en deux étapes :

10.2.1. La séparation de la phase liquide des grignons

Elle se caractérise par les systèmes suivants :

- **La séparation par pression**

Ce système est plus ancien, employé pour extraire l'huile d'olive vierge. Il est basé sur le fait que dans certaines conditions appropriées et sous une pression la pâte d'olive dégage le mout huileux par suite de l'action de drainage exercée par les scourtins [24].

- **La séparation par centrifugation**

La centrifugation est une technique très répandue dans le monde. Elle permet d'obtenir une huile vierge en appliquant des forces centrifuges sur la pâte d'olive (diluée avec de l'eau) pour augmenter la différence de poids entre la phase solide et la phase liquide immiscibles (eau et huile) [24].

- **La séparation par percolation**

La séparation de phase liquide et de la phase solide est basée sur la différence entre les tensions interfaciales que présente l'huile et les margines par rapport à une lame d'acier qui de façon continue, plonge dans le magma pour en ressortir aussitôt [24].

Cette technique ne permet d'extraire que 70% de l'huile de la pâte d'olive, et doit être couplée avec une autre technique d'extraction pour récupérer le maximum d'huile [24].

10.2.2. Séparation de l'huile des margines

La séparation finale de l'huile des margines peut se faire par deux techniques :

- **La séparation par décantation** : C'est une technique de séparation traditionnelle. On laisse reposer la phase liquide dans des tanks où la séparation huile / eau se fait naturellement par gravité [25].

- **La séparation par centrifugation :** Les centrifugeuses séparent l'huile de l'eau par un processus rapide et continu, qui mobilise beaucoup moins d'espace que la simple décantation[25].

10.3. Classification des huiles d'olive

Les huiles d'olive sont classées par le conseil oléicole international en fonction des évaluations chimiques et organoleptiques, mais aussi en fonction des méthodes d'extraction employées. On distingue :

10.3.1.L'huile d'olive vierge

C'est une huile obtenue du fruit de l'olivier uniquement par des procédés physiques et dans des conditions,notamment thermiques n'entraînant pas l'alternation de l'huile. Elle ne doit avoir subi aucun autre traitement que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration[25].

10.3.1.1. L'huile d'olive vierge propre à la consommation en l'état :

- **l'huile d'olive extravierge**

C'est une huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,8 gramme pour cent grammes.

- **l'huile d'olive vierge**

C'est une huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 2 grammes pour 100 grammes.

- **l'huile d'olive vierge courante (ordinaire)**

C'est une huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum 3,3 grammes pour 100 grammes.

10.3.1.2. l'huile d'olive vierge non propre à la consommation en l'état dénommée huile d'olive vierge lampante : C'est une huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est supérieur à 3,3 grammes pour 100 grammes .Elle est destinée aux industries du raffinage ou à des usages techniques .

10.3.2. L'huile d'olive raffinée

Elle est obtenue des huiles d'olive vierge par des techniques de raffinage qui n'entraînent pas de modification de la structure glycéridique initiale. Son acidité libre exprimée en acides oléique ne doit pas excéder 0.3 grammes pour 100 grammes.

10.3.3. L'huile d'olive (mélangé) :

C'est une huile constituée par un mélange d'huile d'olive raffinée et d'huile d'olive vierge propre à la consommation en l'état. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 1 gramme 100 grammes[6].

Tableau (L8) : les différentes classes de l'huile d'olive et leurs critères de qualité.

Huile	Huile d'olive vierge extra	Huile d'olive vierge	Huile d'olive vierge courante	Huile d'olive vierge lampante
Paramètre				
Caractéristiques organoleptiques				
Médiane- Fruité -défaut	>0 Me =0	>0 0 < Me < 2.5	=0 2.5 < Me < 6.0	Me > 6.0
Acidité libre (% d'acide oléique)	≤ 0.8	≤ 2.0	≤ 3.3	> 3.3
Indice de peroxyde (meq O ₂ /kg)	≤ 20	≤ 20	≤ 20	Non limité
Extinction spécifique (UV)				
-270nm	≤ 0.22	≤ 0.25	≤ 0.30	-
-232nm	≤ 2.50	≤ 2.60	-	-
(Absorbance)				

10.4. La composition de L'huile d'olive

L'huile d'olive est composée d'une fraction saponifiable constituée de triglycérides et d'une fraction insaponifiable (composants mineurs). La fraction saponifiable représente 99% de l'huile. Les acides gras constituant les triglycérides présentent une certaine variabilité en fonction des régions de provenance.

Le tableau (I.9) : Les principaux acides gras présents dans l'huile d'olive [24].

Acides gras	Longueur de la chaîne et nombre d'insaturation	Teneur en %
Acide oléique	C18 : 1	55 – 83
Acide linoléique	C18 : 2	3,5 – 21
Acide palmitique	C16 : 0	7,5 – 20
Acide stéarique	C18 : 0	0,5 – 5
Acide palmitoléique	C16 : 1	0,3 – 3,5
Acide linoléique	C18 : 3	≤0,9
Acide Arachidique	C20 : 0	≤0,6
Acide gadoleique	C20 : 1	≤0,4
Acide heptadécanoïque	C17 : 0	≤0,3
Acide héptadécénoïque	C17 : 1	≤0,3
Acide béhenique	C22 : 0	≤0,2
Acide lignocérique	C24 : 0	≤0,2
Acide myristique	C14 : 0	≤0,05

11. Extraction des huiles brutes

11-1- 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, puis elles sont décortiquées, et sont broyées à l'aide d'un broyeur dans le but de réduire les graines entières en des fractions de granulométrie optimale [26].

11-2- Extraction d'huile

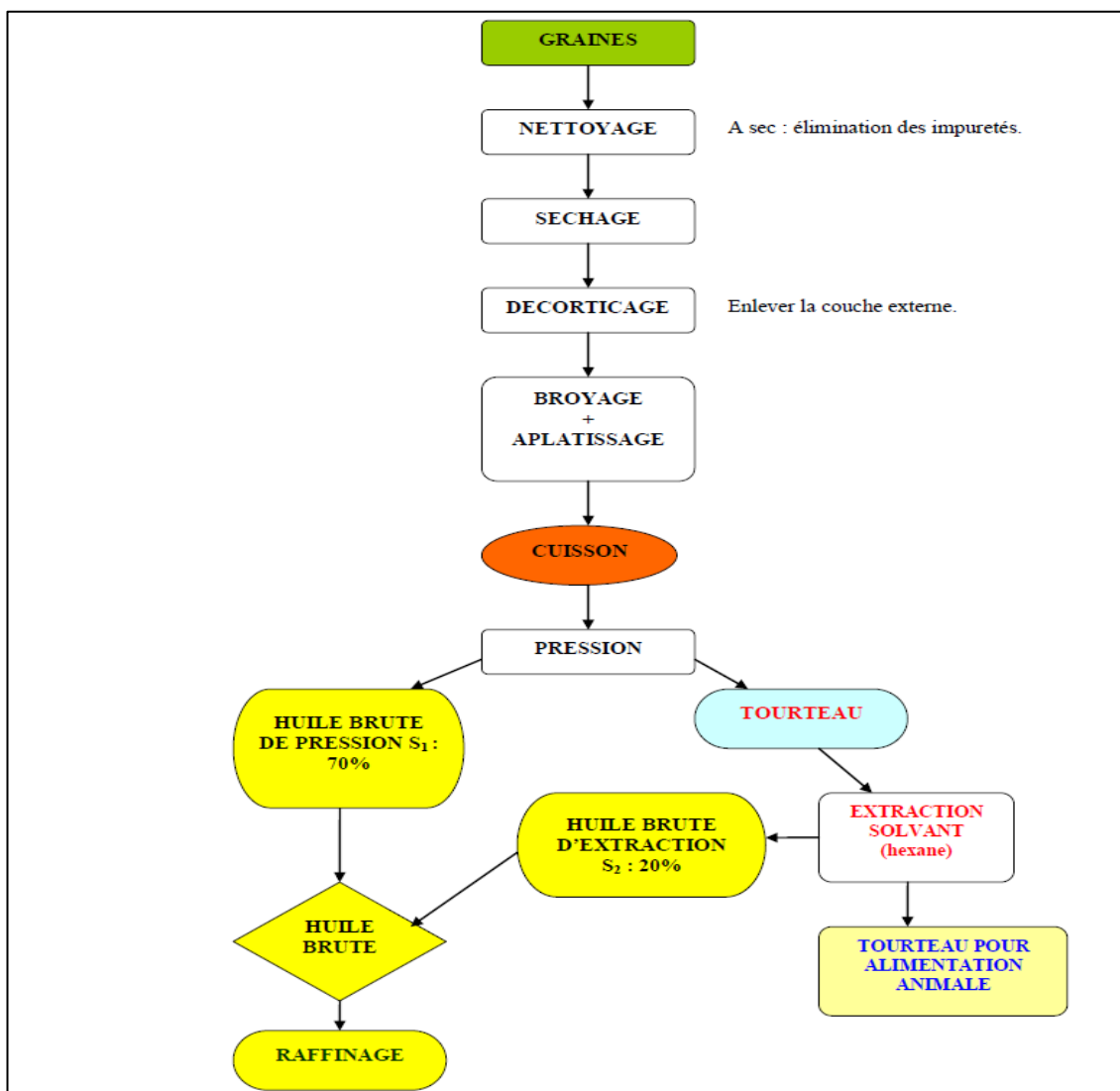
L'huile contenue dans les graines ou les fruits oléagineux, est extraite selon deux méthodes : mécanique ou physique par pression et chimique à l'aide d'un solvant, hexane le plus souvent[24].

11-2-1- 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 tourteau contenant des fibres, protéines, amidon, mais aussi de l'huile [26].

11-2-2- 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 [26].



La figure (I.14) : Les étapes d'extraction d'huile brute.

12. Généralités sur le raffinage des huiles végétales

12-1- présentation du procédé de raffinage

Le raffinage est l'ensemble des opérations qui servent à transformer l'huile brute en un produit comestible en éliminant les impuretés qui le rendent impropres à la consommation en l'état. En effet, les huiles contiennent de nombreux composés : certains sont très utiles (vitamines, insaponifiables tel que stérols, tocophérols,...), d'autres sont nuisibles à leur qualité (gommes (phospholipides), acides gras libres, pigments colorés, agents odorants,..) [27].

Le raffinage consiste donc à éliminer au mieux ces composés afin d'obtenir une huile aux qualités organoleptiques et chimiques satisfaisantes[27].

12-2- Objectif du raffinage

Éliminer les produits indésirables (cités ci-dessous) pour avoir un produit d'un bon niveau de pureté et de stabilité [25] :

- ✓ Produits d'oxydation et de décomposition.
- ✓ les phosphatides et les métaux.
- ✓ Les résidus d'herbicides et de pesticides.
- ✓ Autres produits mineurs.
- ✓ Réduire le niveau de couleur.
- ✓ Préserver le contenu en vitamines.

12-3- les types de raffinage

Selon la nature de l'huile brute, différents procédés peuvent être utilisés pour leur traitement à savoir [27]:

- ✓ le raffinage chimique (à chaud et à froid).
- ✓ le raffinage physique.
- ✓ le dégommeage enzymatique.

12-4- Les étapes de raffinage

Les opérations essentielles du raffinage sont les suivantes:

- ✓ La démulcination (ou dégommeage).
- ✓ La neutralisation.
- ✓ La décoloration (ou blanchissement).
- ✓ La filtration.
- ✓ La désodorisation.

Nous rappelons dans ce qui suit le principe de chacune de ces étapes.

12-4-1- Démucilagination (ou dégomme)

Elle permet de débarrasser les huiles des gommes (phospholipides, protéines) après leur hydrolyse par un acide.

Il est exclu de neutraliser en présence de ces composés car ils causent en présence d'eau des émulsions pouvant provoquer des colmatages au niveau des filtres des installations industrielles[27].

12-4-2- Neutralisation

La neutralisation ou la désacidification consiste à éliminer les acides gras libres de l'huile démucilaginée. Les techniques de neutralisation des huiles végétales les plus utilisées sont :

- ✓ La neutralisation chimique ou alcaline (par la soude ou par la chaux).
- ✓ La neutralisation physique (par distillation).

Outre l'élimination des acides gras libres, la neutralisation permet d'éliminer la totalité des phospholipides, les traces de métaux et les produits dégradés par oxydation[28].

12.4.3. Décoloration

La décoloration succède à l'étape de neutralisation au cours du raffinage. C'est une opération qui vise à éliminer les pigments colorés que la neutralisation n'a que partiellement détruits. Elle fait intervenir un phénomène physique : l'adsorption sur des terres décolorantes, du charbon actif, des silices spéciales ou des combinaisons de ces substances.

Nous allons approfondir notre étude, dans le chapitre suivant, sur cette étape et sur le phénomène d'adsorption que cette étape fait intervenir[27].

12-4-4- Filtration

Cette étape permet d'obtenir une huile limpide après élimination de la terre décolorante usée[27].

12-4-5- Désodorisation

Cette étape permet de débarrasser, l'huile des substances odorantes (essentiellement les composés soufrés, les aldéhydes, les cétones...) par distillation sous vide poussé à température élevée (220°C-240°C)[27].

Les étapes du raffinage à l'échelle industrielle sont illustrées par la figure suivante :

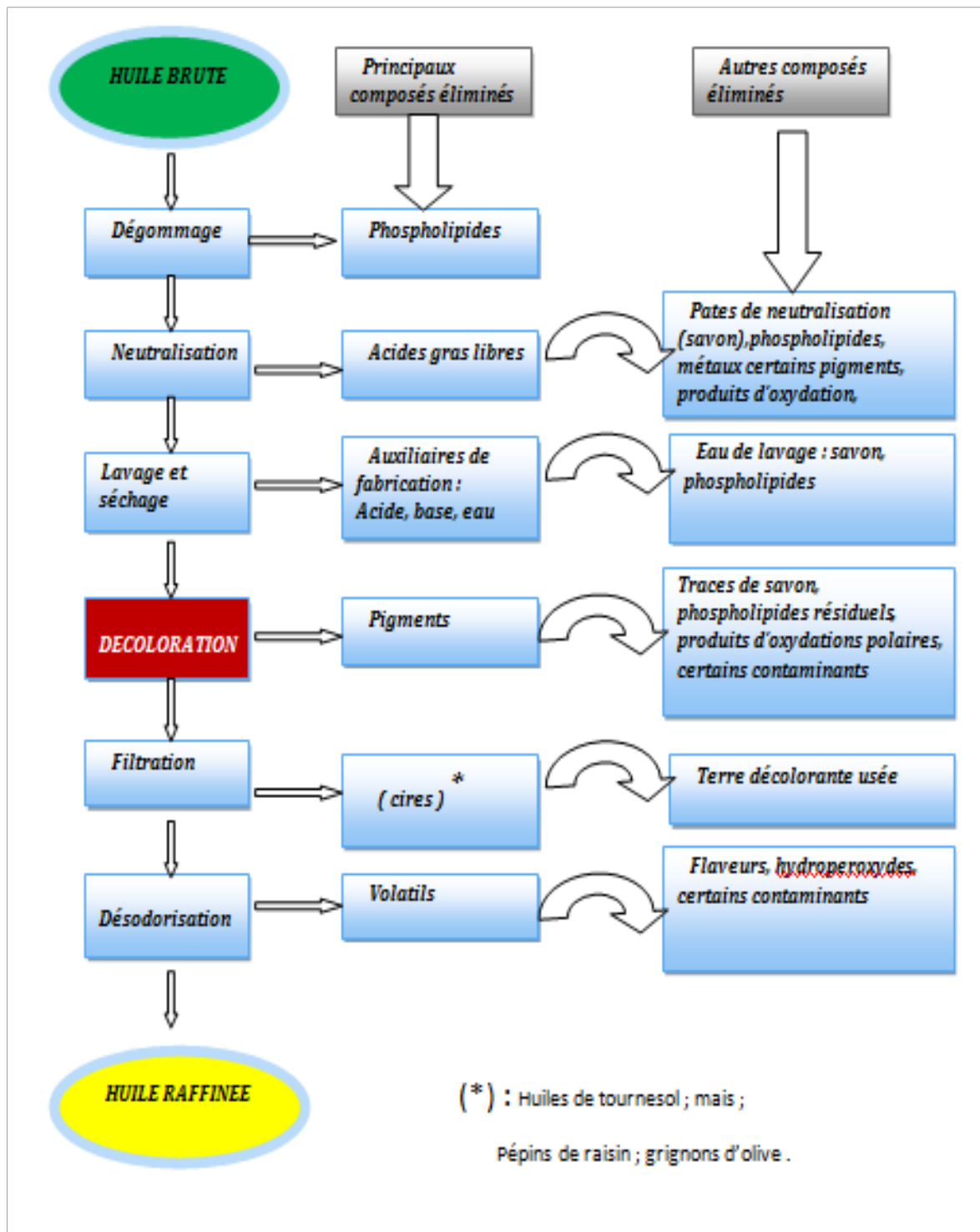


Figure (I.15): Diagramme des étapes de raffinage des huiles.



Chapitre II

Partie expérimentale

I. Introduction

Au cours de ce travail, nous avons déterminé les caractéristiques physico-chimiques (Indice d'acide, l'acidité, indice d'ester, indice de saponification, indice de peroxyde, indice d'iode, indice de réfraction, densité relative, le taux d'impureté) des huiles suivantes : Elio, Fleurial, Afia, Safia et huile d'olive.

Les huiles ont été achetées chez des détaillants comme l'aurait fait n'importe quel consommateur.

II. Échantillonnages

Le tableau (II.1) : montre l'échantillonnage des cinq huiles étudiées

Échantillons	Nature de l'huile	Entreprise	Conditionnement	Délai de conservation
Elio (Huile raffinée)	80% Tournesol. 20% Soja.	CEVITAL SPA BEJAIA	Bouteille en plastique transparente de 2L	F : 03/04/2017. E : 02/04/2019.
Fleurial (Huile raffinée)	100% Tournesol.	CEVITAL SPA BEJAIA	Bouteille en plastique transparente de 2L	F : 09/01/2017. E : 09/01/2019.
Afia (Huile raffinée)	95% Soja. 05% maïs.	AFIA SPA Oran	Bouteille en plastique transparente de 2L	F : 22/05/2017. E : 22/05/2019.
Safia (Huile raffinée)	100% Soja.	COGRAI SPA Alger	Bouteille en plastique transparente de 2L	F : 04/04/2017. E : 04/04/2019.
NUMIDIA (Extra vierge)	Olive	Huilerie OUZELLAGUENE	Bouteille en verre fumée en vert 0,75 L	F : 24/09/2016. E : 24/09/2018.

III. Les produits utilisés

Le tableau (II.2) : les produits utilisés.

Produit	Formule brute	Masse molaire (g/mol)	Densité	Pureté (%)	Firme
Ethanol	C_2H_5O	46,07	0,789	99,8	BIOCHEM chemopharma
Hydroxyde de potassium	KOH	56,1	/	95	PRS Panreac
Acide chlorédrique	HCl	36,46	1,18	36	ORGANICS
Phénolphtaléine	$C_{20}H_{14}O_4$	318,32	/		
Chloroforme	$CHCl_3$	119,38	119,4	99	BIOCHEM
Acide acétique	CH_3COOH	60,04	1,0480	99,5	BIOCHEM
Iodure de potassium	KI	166,01	/	99	LABOSI
Empois d'amidon	$C_6H_{10}O_5$	162,141	/		PRO LABO
Thiosulfate de sodium	$Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$	248,18	/	99	LABOSI
Tétra chlorure de carbone	CCl_4	153,82	153,82	99,9	PA Panreac
Réactif wijs	ICI	162,357	1,06	98,3	PV panreac

IV. Détermination des caractéristiques physico-chimiques des huiles étudiées

IV.1. Caractères physiques

IV.1.1. La densité relative

✓ Définition

C'est le rapport de la masse d'un certain volume d'huile à 20°C, et la masse d'un volume égal d'eau distillée à la même température [29].

✓ Principe

À l'aide d'une balance analytique, effectuer de pesées successives de volume égal d'huile et d'eau à la température de 20°C.

✓ Mode opératoire

- Nettoyer soigneusement le pycnomètre et le sécher.
- Déterminer la masse m_0 du pycnomètre vide.
- Remplir le pycnomètre avec de l'eau distillée jusqu'à le trait de jauge et laisser 30 mn dans un bain marie à 20°C.
- Déterminer la masse m_1 de pycnomètre rempli d'eau distillée.
- Nettoyer et sécher le pycnomètre.
- Remplir le pycnomètre avec de l'huile jusqu'à le trait de jauge.
- Déterminer la masse m_2 de pycnomètre contenant l'huile.

✓ Méthode de calcul

La densité relative est donnée par la formule ci-dessous [26].

$$d_{20}^{20} = (m_2 - m_0) / (m_1 - m_0)$$

Ou :

m_0 : Masse (g) du pycnomètre vide.

m_1 : Masse (g) du pycnomètre rempli d'eau.

m_2 : Masse (g) du pycnomètre rempli d'huile d'olive.

IV.1.2. Indice de réfraction

✓ Définition

L'indice de réfraction d'une huile est le rapport entre le sinus de l'angle d'incidence et le sinus de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée faisant circuler de l'air dans l'huile maintenue à température constante [26].

Il est utilisé pour l'identification et comme critère de pureté des huiles.

✓ Principe

Suivant le réfractomètre utilisé, soit mesurer directement l'angle de réfraction, soit observer la limite de réflexion totale ; l'huile étant maintenue dans les conditions d'isotropisme et de transparence.

✓ Mode opératoire

- Nettoyer la lame du réfractomètre en utilisant du papier absorbant.
- Étalonner l'appareil par l'eau distillée dont l'indice de réfraction est égale à 1,33.
- Nettoyer la lame du réfractomètre en utilisant du papier absorbant.
- Déposer quelques gouttes d'huile à analyser dans la lame de réfractomètre et régler le cercle de chambre sombre et claire dans la moitié, et effectuer la lecture des résultats en prenant compte de la température.
- Appareillage utilisé : Réfractomètre.

✓ Expression de calcul

$$n_d^{20} = n_d^T + 0,00035 (T-20)$$

Ou :

n_d^{20} : L'indice de réfraction à 20°C.

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

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

T: 20°C

0,00035 : La variation de l'indice de réfraction des triglycérides par degré au voisinage de 20°C

III.3. Caractères chimiques

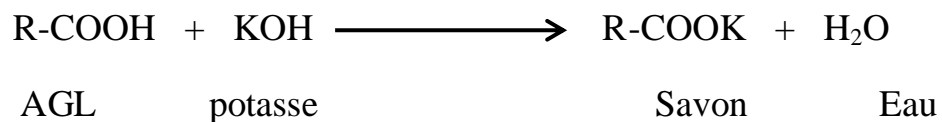
III.3.1. Indice d'acide (ISO 660 Deuxième édition 15-05-1996)

✓ Définition

L'acidité est le pourcentage d'acide gras libre dans la matière grasse (huile), elle est exprimée en pourcentage d'acide oléique. Il nous renseigne sur le degré d'hydrolyse [30].

✓ Principe

Consiste à la neutralisation uniquement des acides gras libres par une solution de KOH à chaud en présence de phénolphtaléine ces derniers se caractérisent par le virage de la couleur rose vers transparente.



✓ Mode opératoire

Dans un Erlenmeyer, on pèse 10g de l'huile à analyser puis on rajoute 75 ml de solution d'alcool neutralisée (éthanol) en ajoute quelques gouttes d'un indicateur coloré phénolphtaléine qui est. On titre la solution avec le KOH à 0.1N jusqu'à l'apparition d'une coloration rose persistante (10 secondes) et noter le volume de KOH pour neutralisation.

✓ **Expression de calcul**

$$\text{Indice d'acide} = M_1 \times V \times N / P.$$

$$\text{Acidité \%} = (M \times N \times V) / (p \times 10).$$

$$\text{Acidité \%} = I_A / 2$$

Ou :

M₁ : masse molaire de KOH = 56,1 g/mol.

M : masse molaire d'acide oléique = 282g/mol.

N : normalité de KOH à 0.1N.

V : volume de KOH nécessaire au titrage

P : poids de la prise d'essai.

I_A : indice d'acide

III.3.2. Indice de saponification✓ **Définition**

L'indice de saponification correspond au nombre de milligrammes de potasse nécessaires pour saponifier les acides gras contenus dans un gramme de matière grasse. Cette valeur est d'autant plus élevée que les acides gras sont de faible poids moléculaire.

✓ **Principe**

Si l'on traite un ester par de la potasse suffisamment concentrée et chaude, on régénère suivant une réaction totale d'alcool et le sel de potassium de l'acide puis on forme un ester.



✓ Mode opératoire

On Pese 2g d'huile à analyser que l'on introduit dans un ballon à fond rond puis on ajoute 25 ml de solution KOH dans l'éthanol à 0.5 N avec trois pierres ponce, on porte le mélange à l'ébullition dans un chauffe ballon surmonté d'un réfrigérant à reflux pendant une heure.

Après refroidissement on récupère le mélange sans les pierres ponce dans un bécher, avec ajout de quelques gouttes de l'indicateur coloré (phénolphthaléine) on titre la solution avec l'acide chlorhydrique HCl à 0.5 N jusqu'à la disparition de la couleur rose et réapparition de la couleur initiale du mélange (transparente), on note la chute de volume de HCl.

✓ Expression de calcul

L'indice de saponification est donné par la formule établie ci-dessous :

$$I_s = ((V_0 - V) \times N \times M) / P$$

Où :

V₀ : volume en ml de HCl utilisé pour l'essai à blanc.

V : volume en ml de HCl utilisé pour l'échantillon à analyser.

P : prise d'essai en grammes.

N : la normalité de l'acide chlorhydrique HCl 0.5N.

III.3.3. Indice de peroxyde (ISO 3960 Quatrième édition 2007)**✓ Définition**

C'est la quantité de produit présente dans l'échantillon exprimée en milliéquivalent gramme d'oxygène actif par kilogramme de corps gras oxydant l'iodure de potassium. Cet indice nous renseigne sur le degré d'oxydation et d'altération des matières grasses [31].

✓ **Principe**

Il 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 en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré selon la réaction suivante :

✓ **Mode opératoire**

Peser 5g d'huile à 0.01g près dans un erlenmeyer, ajouter 12ml de chloroforme et 18ml d'acide acétique puis incorporer à cette solution 1ml d'iodure de potassium KI (0,5 dans 1ml d'eau distillée). Agiter la solution pendant 1 minute et mettre à l'abri de la lumière pendant 5 minutes puis ajouter 75ml d'eau distillée et agiter vigoureusement en présence d'empois d'amidon. Titrer avec le thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) à 0,01N jusqu'à l'apparition de la couleur transparente et parallèlement effectuer un essai à blanc (sans huile).

✓ **Expression de calcul**

L'indice de peroxyde est donné par la relation suivante :

$$I_p \text{ (m}_{\text{éq}} \text{ g O}_2 \text{ / kg MG)} = (\text{N} \times (\text{V}_1 - \text{V}_0) \times 1000) / \text{P}$$

Ou :

V_0 : volume de la solution de thiosulfate de sodium pour l'essai à blanc en ml.

V_1 : volume de thiosulfate de sodium utilisé en ml.

N : normalité de la solution de thiosulfate de sodium 0,01N.

P : prise d'essai en gramme.

I_p : indice de peroxyde exprimé en milliéquivalent gramme d'oxygène actif par kilogramme de matière grasse.

III.3.3. Indice d'iode (ISO 3961 Troisième édition 01-06-1996)✓ **Définition**

L'indice d'iode est le nombre en gramme d'iode fixé par 100g de corps gras. Il nous renseigne sur le degré d'insaturation des chaînes carbonées des acides gras constitutifs des matières grasses [32].

✓ **Principe**

Cette réaction d'addition est utilisée pour déterminer qualitativement l'insaturation des corps gras.

✓ **Mode opératoire**

Introduire la prise d'essai exactement pesée dans un flacon de 300 à 500ml, faire dissoudre dans 15ml de tétrachlorure de carbone, puis ajouter 25ml de réactif de Wijs, agiter légèrement et placer le flacon à l'obscurité pendant une heure. Au bout de ce temps ajouter 20ml d'iodure de potassium à 10% avec 150 ml d'eau, enfin agiter et titrer l'iode libéré avec le thiosulfate de sodium à 0,1N en présence de quelques gouttes d'empois d'amidon. Faire en parallèle un essai à blanc dans les mêmes conditions.

✓ **Expression de calcul**

$$\mathbf{Ii} = \mathbf{N} (\mathbf{V} - \mathbf{V}_0) \times \mathbf{12,69} / \mathbf{P}$$

Ou :

V : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc en ml.

V₀ : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour titrer l'excès d'iode en ml.

N : normalité de thiosulfate de sodium.

12,69 : masse d'iode correspondant à 1ml de thiosulfate de sodium pour 100g de corps gras.

III.3.4. Indice d'ester

Indice d'ester d'un corps gras est la masse d'hydroxyde de potassium (KOH), exprimée en milligramme, nécessaire pour saponifier les acides gras estérifiés présents dans un gramme de corps gras [34].

Il permet aussi de déterminer la masse molaire (donc la structure) des glycérides, cet indice n'est pas mesuré.

L'indice d'ester est donné par la relation suivante :

$$\mathbf{I_E = I_S - I_A}$$

Ou :

$\mathbf{I_E}$: Indice d'ester.

$\mathbf{I_S}$: Indice de saponification.

$\mathbf{I_A}$: Indice d'acide.

III.3.5. Taux d'impuretés

L'altération des corps gras peut être estimée par le calcul du pourcentage d'impuretés [34].

Le taux d'impuretés est donné par la relation suivante :

$$\mathbf{\% \text{ d'impuretés} = (I_A / I_S) \times 100}$$

Ou :

$\mathbf{I_A}$: Indice d'acide.

$\mathbf{I_S}$: Indice de saponification.



Chapitre III

Résultats et discussion

I. Caractère organoleptique des différentes huiles

Tableaux III.1 : aspect des différentes huiles

Huiles Aspect	Elio	Flurial	Afia	Safia	Olive
Consistance	Liquide Peu visqueux	Liquide	Liquide	Liquide	Liquide
Couleur	Jaune	Jaune claire	Jaune claire	Jaune claire	Jaune claire
Odeur	peu prononcée	prononcée	Peu prononcée	prononcée	Franche de la graine

Les critères organoleptiques varient d'une huile à une autre. En effet chaque huile présente des caractères qui lui sont propres.

Le tableau (III.1) montre que toutes les huiles végétales étudiées sont liquides à la température ordinaire, avec une légère viscosité pour huile d'Elio par rapport aux autres huiles étudiées.

La couleur des différentes huiles est nuancée entre le jaune-claire et le jaune, 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...).

Les huiles mélangées Elio (80 % tournesol + 20 % soja) et Afia (95 % soja + 5 % maïs) présentent une odeur peu prononcée contrairement à l'huile de Flurial (100 % tournesol) et l'huile de Safia (100 % Soja), En outre, l'huile d'olive vierge extra présente une odeur franche caractéristique de type oléagineux car elle n'a pas subi un raffinage.

II. Analyses chimiques

II.1. Acidité %

Les deux figures suivantes montrent la variation des moyennes de l'indice d'acide (I_A) et le pourcentage d'acidité (A %) :

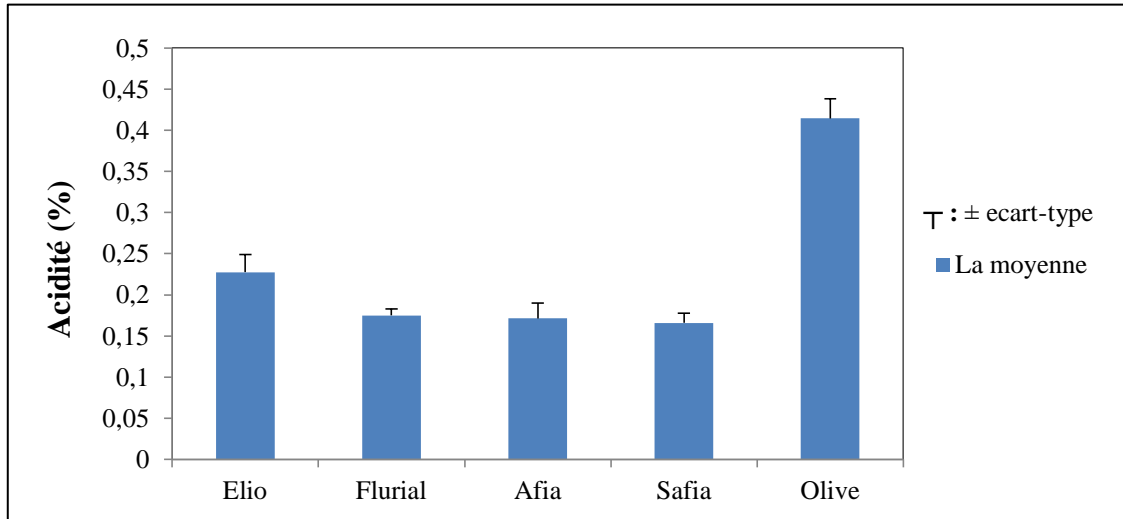


Figure (III.1) : variation des moyennes de l'acidité pour les cinq huiles étudiées.

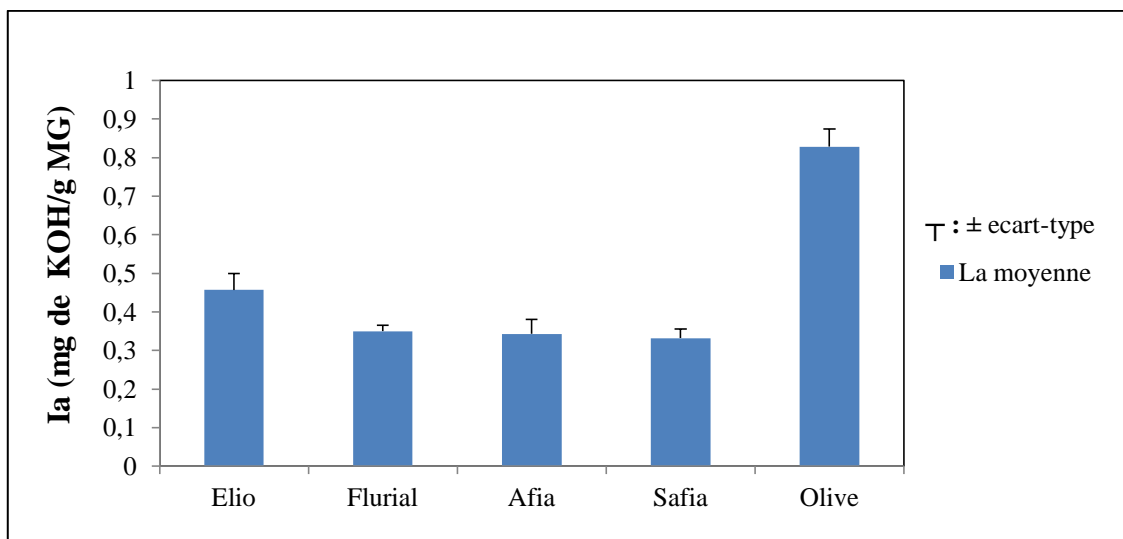


Figure (III.2) : variation des moyennes de l'indice d'acide pour les Cinq échantillons étudiés.

D'après les résultats consignés dans les figures (III.1) (III.2), nous remarquons que toutes les valeurs moyenne d'acidité exprimées en (% d'acide oléique) oscillent entre (0,16 et 0,22 %) pour les huiles raffinées et (0,41 %) pour l'huile d'olive. Ces valeurs sont dans l'intervalle des caractéristiques de la qualité des huiles végétales fixées par le CODEX

STAN 210-1999 ” qui est au maximum de 0,3 % pour les huiles raffinées, et par le “Centre algérien de contrôle de la qualité et emballage” qui est au maximum 1 % pour l’huile d’olive , on remarque aussi que les valeurs moyenne de l’acidité de l’huile Elio et Olive sont légèrement élevées par rapport au trois autres huiles Flurial, Afia et Safia qui ont presque le même pourcentage d’acide.

Les valeurs d’indice d’acide trouvées des huiles sont proches de même que leur acidité libre. Elles sont en conformité avec les normes du ” CODEX STAN 210-1999 ”.

L’indice d’acide qui mesure la quantité d’acides gras libres résultant des réactions hydrolytiques des triglycérides est un critère de qualité permettant de rendre compte de l’état de conservation d’une huile; une huile de bonne qualité doit présenter une acidité faible ou nulle. Dans notre cas, aucun échantillon analysé ne présente une acidité nulle, mais nos résultats obtenus montrent une acidité faible pour les 4 huiles entre (0,16–0,22 mg KOH/g MG) et une légère acidité (0,41 mg KOH/g MG) pour l’huile d’olive, ceci s’explique par une mauvaise conservation de celle-ci, mais aussi par le fait que la pulpe du fruit renferme une lipase très active qui provoque une acidification rapide de l’huile au cours du pilonnage.

II.2. Indice de peroxyde

L’indice de peroxyde permet d’apprécier le degré d’oxydation d’une huile, les résultats de la variation des moyennes de l’indice de peroxyde pour les cinq échantillons étudiés sont illustrés dans la figure suivante :

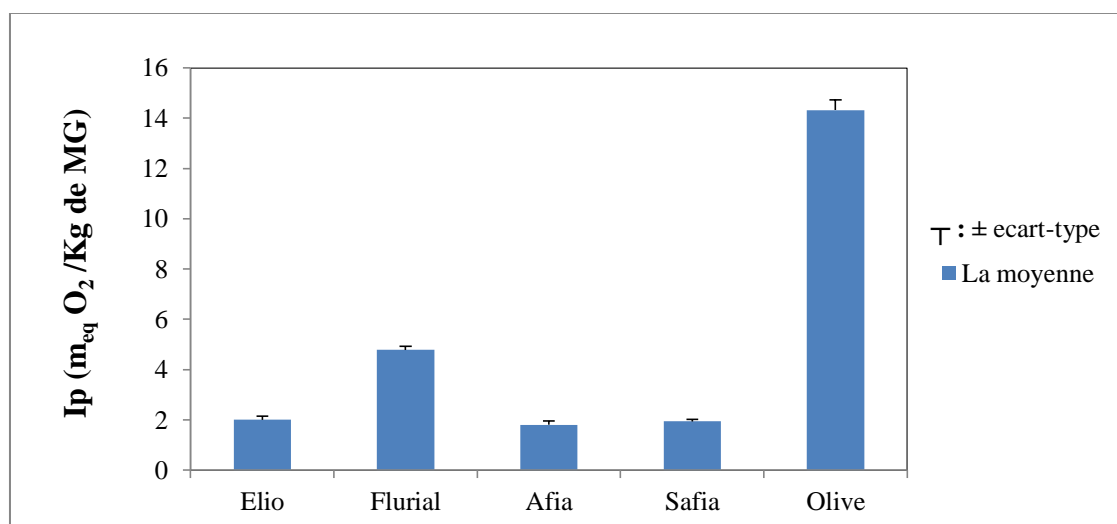


Figure (III.3) : variation des moyennes de l’indice de peroxyde pour les cinq huiles étudiées.

L'indice de peroxyde obtenu pour les cinq huiles Figure (III.3) reprend aux normes du "Codex STAN 210-1999" qui fixe la valeur inférieure à $10 \text{ m}_{\text{eq}} \text{ O}_2/\text{kg MG}$ pour les huiles raffinées et du "Centre algérien de contrôle de la qualité et emballage" pour l'huile d'olive qui est inférieure à $20 \text{ m}_{\text{eq}} \text{ O}_2/\text{kg MG}$. on remarque que la moyenne de I_p de l'huile d'olive extra vierge ($14,32 \text{ m}_{\text{eq}} \text{ O}_2 / \text{Kg de MG}$) est élevée par rapport aux huiles raffinées. Par ailleurs I_p de l'huile de Flurial ($4,78 \text{ m}_{\text{eq}} \text{ O}_2 / \text{Kg de MG}$) est légèrement élevé par rapport aux huiles Elio, Afia et Safia ($1,8 - 2 \text{ m}_{\text{eq}} \text{ O}_2 / \text{Kg de MG}$). Par conséquent on peut déduire que l'huile d'olive est oxydée par rapport aux autres huiles, ceci est due aux conditions de fabrication, la durée de conservation et la nature des acides gras constitutifs.

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.

II.3. Indice d'iode

L'indice d'iode nous renseigne sur le degré d'insaturation des acides gras contenus dans une huile donnée. Il est en rapport direct avec le degré d'oxydation d'une huile ; plus une huile est insaturée plus son indice d'iode est plus élevé.

Les résultats des variations des moyennes de l'indice d'iode pour les cinq huiles étudiées sont montrés dans la figure (III.4) suivante :

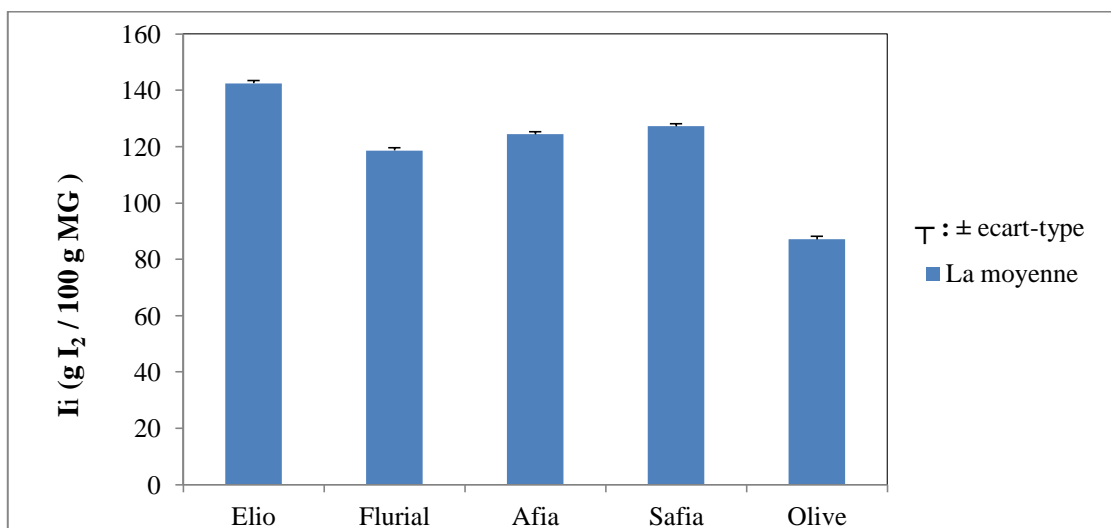


Figure (III.4) : variation des moyennes de l'indice d'iode pour les cinq huiles étudiées.

L'indice d'iode des huiles est compris dans l'intervalle établi par la norme du "codex STAN 210-1999" Pour les huiles raffinées (118 – 141 g I₂ / 100 g MG) et "Centre algérienne de contrôle de la qualité et emballage" pour l'huile d'olive (75 – 94 I₂ / 100 g MG).

On constate que l'huile d'olive présente une moyenne d'I_i de 87,12 g I₂/100 g MG qui est inférieur aux autres moyennes des huiles raffinées (118-142 g I₂/100 g MG), ceci peut s'expliquer par la nature des acides gras constitutif par rapport aux autres huiles étudiées.

II.4. Indice de saponification

L'indice de saponification d'un corps gras est d'autant plus élevé que la chaîne carbonée des acides gras est courte.

Les résultats de variation des moyennes des indices de saponification des échantillons étudiés sont illustrés dans la figure (III.5) :

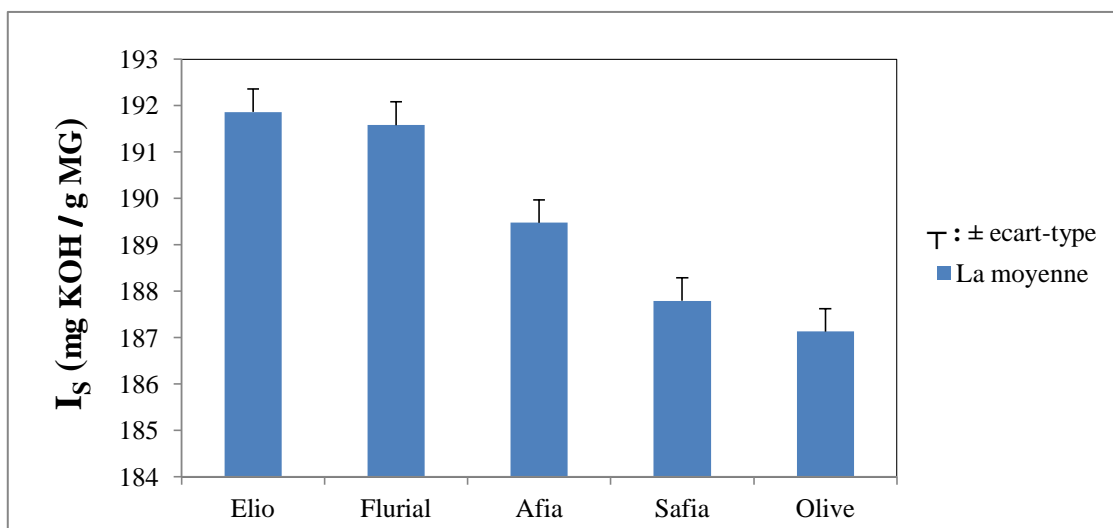


Figure III.5 : variation des moyennes de l'indice de saponification pour les cinq huiles étudiées.

Les indices de saponification des échantillons analysés sont compris dans les limites fixées par le "codex STAN 210-1999" Pour les huiles raffinées (187– 195 mg KOH / g MG) et le "Centre algérienne de contrôle de la qualité et emballage" pour l'huile d'olive (184 – 196 mg KOH / g MG).

En outre, les valeurs obtenues dans cette étude indiquent que nos huiles sont conformes aux normes.

On note que les moyennes d' I_S présentent une légère différence d'une huile à une autre, Néanmoins la moyenne d' I_S de l'huile d'olive est plus inférieure par rapport aux autres huiles ; cette différence est due à la chaîne hydrocarbonée de celle-ci qui est plus longue que celle des autres huiles raffinées.

II.5. Indice d'ester et le taux d'impureté

À partir des deux indices de saponification et d'acide, on peut déduire l'indice d'ester et le taux d'impuretés des huiles étudiées.

Sous le contrôle de qualité dans l'industrie alimentaire, une huile n'est consommable que si le pourcentage d'impuretés ne dépasse pas 1 %.

Les résultats de la variation des moyennes pour les deux indices d'ester et du taux d'impureté sont présentés dans les deux figures (III.6) (III.7) ci-dessous :

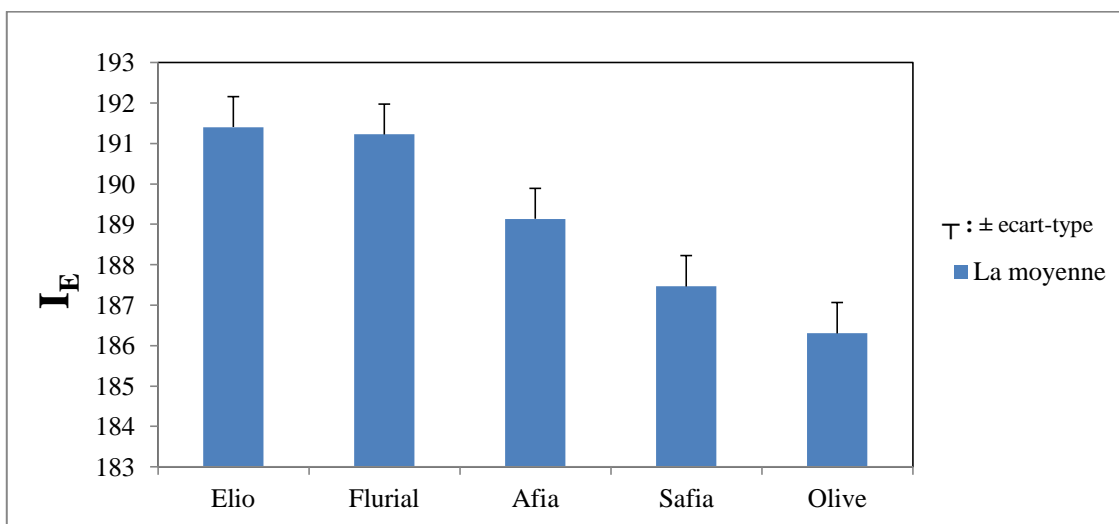


Figure (III.6) : variation des moyennes de l'indice d'ester pour les cinq huiles étudiées.

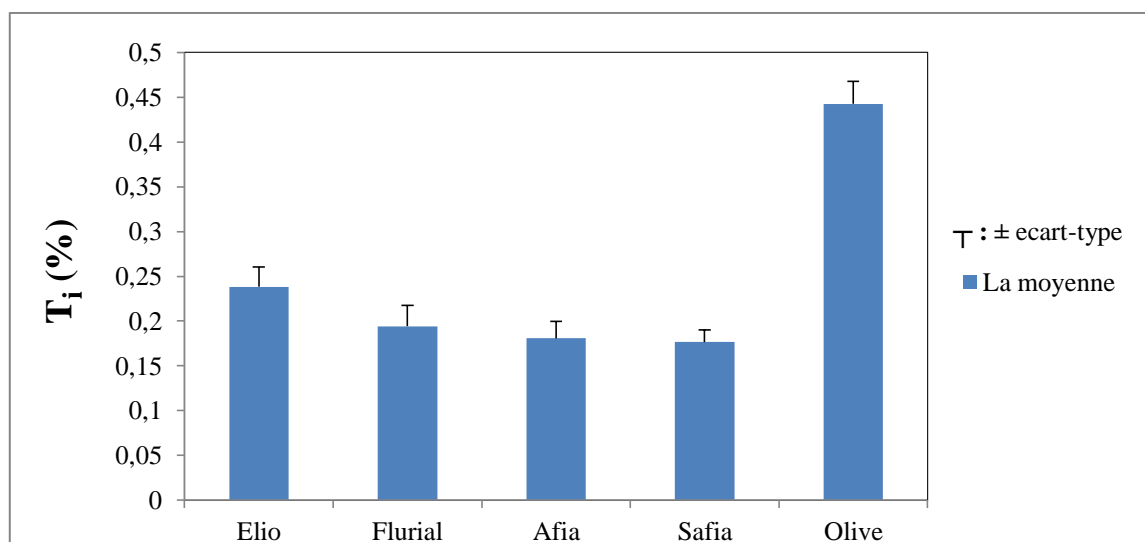


Figure (III.7) : variation des moyennes de taux d'impureté pour les cinq huiles étudiées.

D'après les résultats expérimentaux obtenus, on constate que l'indice d'ester et le taux d'impuretés sont conformes à la norme.

III. Analyses physique

III.1. La densité relative

La détermination de la densité est un des critères de pureté d'une huile. Elle est en fonction de la composition chimique des huiles et de la température. Dans notre étude, nous avons déterminé ce critère de pureté à une température de 20°C. Les valeurs moyennes de densité des huiles étudiées sont présentées dans le tableau (III.2) :

Tableau (III.2) : les moyennes de l'indice de la densité pour les cinq huiles étudiées.

Huile	Elio	Flurial	Afia	Safia	Olive
d_{20}^{20}					
La moyenne	0,926	0,912	0,918	0,916	0,919
Écart-type	2,26929E-05	0,000236756	3,09496E-05	1,9521E-05	8,25182E-05
La norme	ND	0,918–0,923	ND	0,919-0,925	0,910 - 0,916

En remarque que les résultats des moyennes des densités relatives (d_{20}^{20}) obtenus sont légèrement inférieur de l'ordre 10^{-3} par rapport à la norme établie par le "codex STAN 210-1999" Pour les huiles raffinées, et des moyennes légèrement supérieures de l'ordre 10^{-3} par rapport à la norme établie par le "Centre algérienne de contrôle de la qualité et emballage" pour l'huile d'olive.

Cette légère différence est due principalement à l'inexactitude de la méthode utilisée pour la détermination de la densité relative des différentes huiles, l'utilisation d'un densimètre serait plus précis.

III.2. Indice de réfraction :

L'indice de réfraction nous renseigne sur la pureté et le groupe de l'huile. Il dépend de la composition chimique des huiles et de la température.

D'après les résultats montrés dans le tableau (III.3) on remarque que les moyennes des indices de réfraction pour les huiles raffinée sont égal (1.475) ou elles sont légèrement supérieures à la norme de l'ordre 10^{-3} , par contre en distingue une différence significative pour l'huile d'olive qui a une valeur moyenne de 1,469 ; cette valeur est dans l'intervalle exigée par la norme

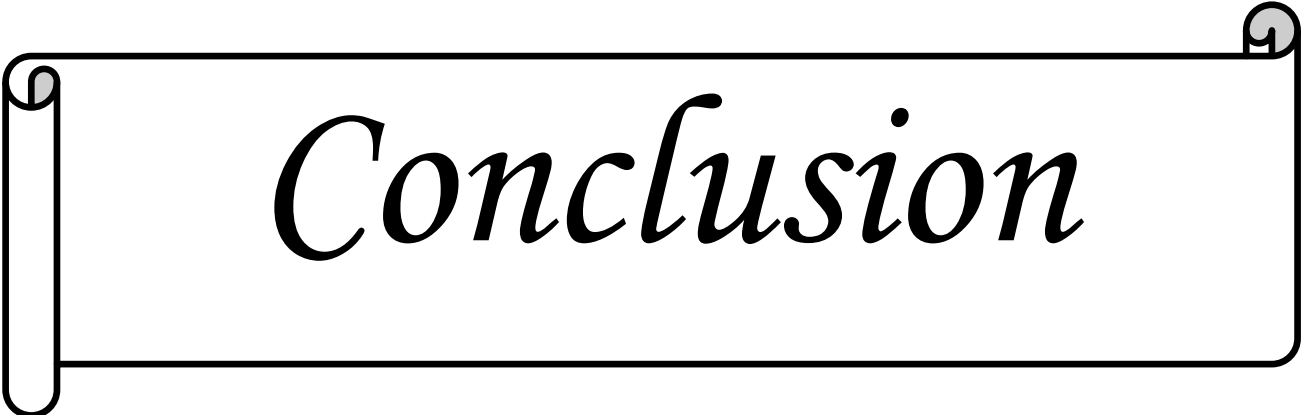
Tableau (III.3) : les moyennes de l'indice de réfraction pour les cinq huiles étudiées.

Huile	Elio	Flurial	Afia	Safia	Olive
I_R					
La moyenne	1,475	1,475	1,475	1,475	1,469
Écart-type	0,00015166	0,00012247	0,00021679	0,00015811	0,00025495
La norme	ND	1,461-1,468	ND	1,466-1,470	1,467 – 1,470

Tableaux (III.4) : tableaux récapitulatives pour tous les résultats obtenus.

Indice \ Huile		Elio	Flurial	Afia	Safia	Olive
Indice Acide (mg de KOH/g MG)	N° d'essai	5	5	5	5	5
	La moyenne	0,45	0,34	0,34	0,33	0,82
	La norme	0,6 max	0,6 max	0,6 max	0,6 max	2 max
Acidité (%)	N° d'essai	5	5	5	5	5
	La moyenne	0,22	0,17	0,17	0,16	0,41
	La norme	0,3 max	0,3 max	0,3 max	0,3 max	0,3 – 1 %
Saponification (mg KOH/g d'huile)	N° d'essai	5	5	5	5	5
	La moyenne	191,85	191,58	189,47	187,79	187,13
	La norme	ND	188-194	ND	189-195	184 - 196
Peroxyde ($m_{eq} O_2 / Kg$ de MG)	N° d'essai	5	5	5	5	5
	La moyenne	2	4,78	1,8	1,94	14,32
	La norme	10 max	10 max	10 max	10 max	≤ 20
Iode (g $I_2 / 100 g$ MG)	N° d'essai	5	5	5	5	5
	La moyenne	142,50	118,58	124,36	127,22	87,11
	La norme	ND	118-141	ND	124-139	75 - 94
Ester	N° d'essai	5	5	5	5	5
	La moyenne	191,40	191,22	189,13	187,46	186,30
	La norme	ND	ND	ND	ND	ND

Impureté (%)	N° d'essaye	5	5	5	5	5
	La moyenne	0,238	0,194	0,180	0,176	0,442
	La norme	1 %	1 %	1 %	1 %	1 %
Densité relative (20°C/eau à 20°C)	N° d'essai	5	5	5	5	5
	La moyenne	0,926	0,912	0,918	0,916	0,919
	La norme	ND	0,918–0,923	ND	0,919-0,925	0,910 - 0,916
Indice de réfraction (I_R)	N° d'essai	5	5	5	5	5
	La moyenne	1,475	1,475	1,475	1,475	1,469
	La norme	ND	1,461-1,468	ND	1,466-1,470	1,467 – 1,470



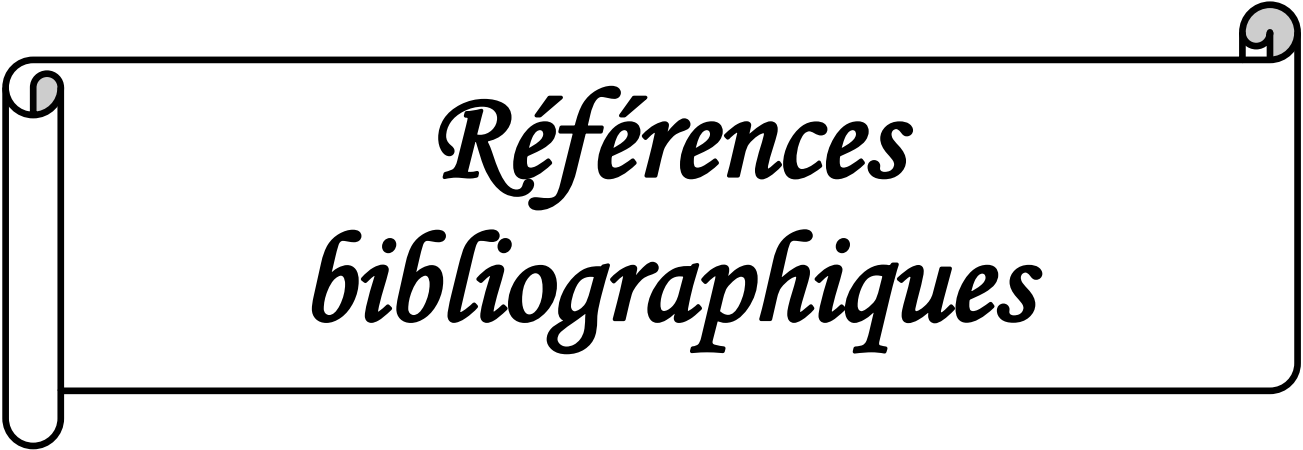
Conclusion

Au cours de cette étude, le contrôle de qualité de différents échantillons d'huiles végétales alimentaires raffinées et extra vierge, en usage en Algérie, a été effectué. Il repose sur la détermination du caractère organoleptique (consistance, couleur et odeur) et de la caractérisation physico-chimique (indice d'acide et acidité, indice peroxyde, indice d'iode, indice de saponification, indice d'ester, indice de réfraction, densité relative, taux d'impureté) des huiles industrielles étudiées (Elio, Flurial, Afia, Safia et Olive). Il ressort des différentes investigations faites que :

- L'évaluation du caractère organoleptique pour les cinq huiles étudiées présente une consistance liquide, une couleur allant de jaune à jaune clair et une odeur conformément prononcé à leur composition.
- Les analyses des indices de qualités (indice d'acide, indice de peroxyde, indice de saponification, indice d'ester et indice de réfraction) présentent des résultats qui répondent aux normes exigées par le "CODEX STAN 210-1999" pour les huiles raffinées et le "Centre Algérien de Contrôle de Qualité et Emballage" pour l'huile d'olive.
- La densité relative ainsi que le taux d'impureté nous renseignent sur la pureté des huiles étudiées. En effet, les résultats obtenus montrent que les moyennes des valeurs trouvées pour ces deux paramètres de qualité sont conformes à la norme exigée. On peut confirmer que ces huiles de tables peuvent être employées dans le domaine culinaire, soit dans l'assaisonnement, la cuisson et même la friture mais à des températures qui ne doivent pas atteindre leurs points de fumée.
- Par ailleurs, la comparaison des indices de qualité des huiles alimentaires raffinées (Elio, Flurial, Afia et Safia) par rapport à l'huile d'olive extra vierge, sont légèrement différents, ceci peut s'expliquer par le fait que l'huile d'olive n'a pas subi de raffinage.

PERSPECTIVES :

Pour mieux enrichir notre travail, il aurait fallu aboutir à la détermination de la composition en acides gras de chaque huile, ainsi que l'étude de l'oxydation et la stabilité de ces huiles.



*Références
bibliographiques*

- [1] : N. CHEKROUN. Détermination de la capacité antioxydante des huiles végétales: Huile Afia. mémoire Master université de Tlemcen 2013.
- [2] : J. GORNAY. 'transformation par voie thermique de triglycérides et d'acides gras. Application à la valorisation chimique des déchets lipidiques'. Thèse 2006
- [3] : J. Graille. Corps gras alimentaires : aspects chimiques, biochimiques et nutritionnels. In : lipides et corps gras alimentaires. Ed : techniques et documentation. Paris Londres New York. 2003.
- [4] : R. FRANÇOIS. Les industries des corps gras : biochimie-extraction-raffinage-nuisances et réglementation. Ed : technique et documentation-Lavoisier. Paris. 1974.
- [5] : Linden et Lorient. Huiles et graisses végétales. In biochimie agro-industriel. Ed: Masson. Paris. Milan. Barcelone.1994.
- [6] : M. FRENOT et E. VIERLING. Les lipides. In : Biochimie des aliments : diététique du sujet bien portant. 2^{ème} Ed. France : CRDP d'aquitaine. 2001
- [7] : Information général sur les corps gras : description et nomenclature. Composition et principale altération des corps gras. Ed: ITERG. Rue Monge. PESSAC.2002.
- [8] : DOSSIER FONCTIONNALITES DES HUILES Article OCL VOL. 19 N8 2 'Huiles et corps gras végétaux' : ressources fonctionnelles et intérêt nutritionnel mars-avril 2012.
- [9] : M. FRENOT et E. VIERLING. Biochimie des aliments. Ed : Doin éditeurs, centre régional de documentation pédagogique d'Aquitaine. Bordeaux 2001.
- [10] : K. BENSEGHIER et O. KHAMED. 'Huiles Alimentaire de graines Pinus pinea Extraction et Caractérisation physique-chimique' mémoire fin d'étude université de Ouargla 2014.

- [11] : F. CHAIB et A. KHENFER. ‘‘Synthèse de biodiesel par la transestérification des huiles commercialisées’’ thèse université de Ouargla 2013.
- [12] : A. KARLESKIND "Manuel des corps gras, tome II, édition Lavoisier.
- [13] : J.L. PERRIN, Rev. Fr. Corps Gras, 1992.
- [14] : CODEX STAN 210-1999.
- [15] : OCL VOL. 19 N8 2 mars-avril 2012.
- [16] : M. NJUSSA. Étude des propriétés physico-chimiques des huiles végétales camerounaises. Mémoire de fin d'étude 1999.
- [17] : [Agroligne N°97 - Novembre / Décembre 2015]
- [18] : Debruyne. Transformation et aspect industriels : technique de l'ingénieur, traité agroalimentaire 2001.
- [19] : A. POUZET. Raffinage des corps gras In : manuel des corps gras. Tome:1.Ed: techniques et documentation. Paris. 1992.
- [20] : G. RODRIGUEZ et R. JUAN. raffinage physique .Institut de la grasas y aceites csic. 1999.
- [21] : E. CAMPBELL. Sunflower oil. Journal of American Oil Chemist's Society. 1983.
- [22] : J. EVRARD, J. BAUDET et P. BURGHART. Conditionnement transformation. Produits : Cahier Technique Tournesol Ed.CETIOM. 1986.)

- [23] : ROEHLLY, Yannik. La fabrication de l'huile d'olive Une étude bibliographique 2002.
- [24] : DI GIOVACCHINO. L'extraction de l'huile des olives par les systèmes de la pression, de la centrifugation et de la percolation : incidence des techniques d'extraction sur le rendement en huile. Olive, Avril 1999.
- [25] : N. BENYAHIA et K. ZEIN. Analyse des problèmes de l'industrie de l'huile d'olive et solutions récemment développées. Contribution Spéciale de Sustainable Business Associates (Suisse) à AESEC II, 2003.
- [26] : Laisney, Obtention des corps gras. In Manuel des corps gras. Volume 1. Ed. Tec et doc. Lavoisier 1992.
- [27] : <http://www.azaquar.com/doc/raffinage-de-huile-brute>
- [28] : Wolff, Manuel d'analyse des corps gras. Ed. Azoulay, Paris 1968.
- [29] : Lion, Travaux pratiques de chimie organique. Ed. Dunod, Paris 1955.
- [30] : Mode opératoire utilisé par CEVITAL avec la norme (ISO 660 Deuxième édition 15-05-1996)
- [31] : Mode opératoire utilisé par CEVITAL avec la norme (ISO 3960 Quatrième édition 2007)
- [32]. Mode opératoire utilisé par CEVITAL avec la norme (ISO 3961 Troisième édition 01-06-1996)
- [33] : T. DIATTA. "contribution à l'étude de La qualité des corps gras alimentaires commercialisés au Sénégal: les huiles végétales." Thèse Université de Sénégal 1999.

- [34] : A. BARKA. Évaluation des indices de nature physico-chimiques de quelques huiles alimentaires de friture et impact sur la santé du consommateur. Mémoire fin d'étude université de Tlemcen 2016.



ANNEXES

Annexe A : CODEX STAN 210-1999 (page 8 - 13)

	Oléine de palme ¹	Stéarine de palme ²	Superoléine de palme ²	Huile de colza	Huile de colza (à faible teneur en acide érucique)	Huile de son de riz	Huile de carthame	Huile de carthame (à forte teneur en acide oléique)	Huile de sésame	Huile de soja	Huile de tournesol
Densité relative (x °C/eau à 20 °C)	0.899-0.920 x=40°C	0.881-0.891 x=60°C	0.900-0.925 x=40°C	0.910-0.920 x=20°C	0.914-0.920 x=20°C	0.910-0.929	0.922-0.927 x=20°C	0.913-0.919 x=20°C; 0.910-0.916 x=25°C	0.915-0.924 x=20°C	0.919-0.925 x=20°C	0.918-0.923 x=20°C
Densité apparente (g/ml)	0.896-0.898 à 40°C	0.881-0.885 à 60°C	0.897-0.920					0.912-0.914 à 20°C			
Indice de réfraction (ND 40 °C)	1.458-1.460	1.447-1.452 à 60°C	1.463-1.465	1.465-1.469	1.465-1.467	1.460 - 1.473	1.467-1.470	1.460-1.464 à 40°C; 1.466-1.470 à 25°C	1.465-1.469	1.466-1.470	1.461-1.468
Indice de saponification (mg KOH/g d'huile)	194-202	193-205	180-205	168-181	182-193	180-199	186-198	186-194	186-195	189-195	188-194
(i) Indice d'iode	≥ 56	≤ 48	≥ 60	94-120	105-126	90-115	136-148	80-100	104-120	124-139	118-141
Insaponifiable (g/kg)	≤ 13	≤ 9	≤ 13	≤ 20	≤ 20	≤ 65	≤ 15	≤ 10	≤ 20	≤ 15	≤ 15

AUTRES FACTEURS DE COMPOSITION ET DE QUALITÉ

Ce texte est destiné à être appliqué par les partenaires commerciaux à titre facultatif et ne concerne pas les gouvernements.


1. FACTEURS DE QUALITÉ

1.1 La couleur, l'odeur et la saveur de chaque produit doivent être caractéristiques du produit désigné. Celui-ci doit être exempt de saveur et d'odeur étrangères et de toute rancidité.

	<u>Concentration maximale</u>
1.2 Matières volatiles à 105 °C	0,2 % m/m
1.3 Impuretés insolubles	0,05 % m/m
1.4 Teneur en savon	0,005 % m/m
1.5 Fer (Fe) :	
Huiles raffinées	1,5 mg/kg
Huiles vierges	5,0 mg/kg
Oléine de palme brute	5,0 mg/kg
Stéarine de palme brute	7,0 mg/kg
1.6 Cuivre (Cu) :	
Huiles raffinées	0,1 mg/kg
Huiles vierges	0,4 mg/kg
1.7 Indice d'acide :	
Huiles raffinées	0,6 mg KOH/g d'huile
Huiles obtenues par pression à froid et huiles vierges	4,0 mg KOH/g d'huile
Huiles de palme vierges	10,0 mg KOH/g d'huile
1.8 Indice de peroxyde :	
Huiles raffinées	jusqu'à 10 milliéquivalents d'oxygène actif/kg d'huile
Huiles vierges et huiles pressées à froid	jusqu'à 15 milliéquivalents d'oxygène actif/kg d'huile

	Huile d'arachide	Huile de babassu	Huile de coco	Huile de coton	Huile de pépins de raisin	Huile de maïs	Huile de moutarde	Huile de palme	Huile de palmiste	Oléine de palmiste ²	Stéarine de palmiste ²
Densité relative (x°C/eau à 20 °C)	0.912-0.920 x=20°C	0.914-0.917 x=25°C	0.908-0.921 x=40°C	0.918-0.926 x=20°C	0.920-0.926 x=20°C	0.917-0.925 x=20°C	0.910-0.921 x=20°C	0.891-0.899 x=50°C	0.899-0.914 x=40°C	0.906-0.909 x=40°C	0.902-0.908 x=40°C
Densité apparente (g/ml)								0.889-0.895 (50°C)		0.904-0.907	0.904-0.906
Indice de réfraction (ND 40 °C)	1.460-1.465	1.448-1.451	1.448-1.450	1.458-1.466	1.467-1.477	1.465-1.468	1.461-1.469	1.454-1.456 à 50°C	1.448-1.452	1.451-1.453	1.449-1.451
Indice de saponification (mg KOH/g d'huile)	187-196	245-256	248-265	189-198	188-194	187-195	168-184	190-209	230-254	231-244	244-255
Indice d'iode	86-107	10-18	6.3-10.6	100-123	128-150	103-135	92-125	50.0-55.0	14.1-21.0	20-28	4-8.5
Insaponifiable (g/kg)	≤ 10	≤ 12	≤ 15	≤ 15	≤ 20	≤ 28	≤ 15	≤ 12	≤ 10	<15	<15
Ratios d'isotopes de carbone stables ⁺											-13.71 à -16.36

Annexe B : Centre algérienne de contrôle de qualité et emballage (CAQCE). Page 2 - 3

 Caractéristiques physicochimiques de l'huile d'olive	
Densité relative	0,910 – 0,916 (20°C/eau à 20°C)
Indice de réfraction	1,467 - 1,4705 (n ⁴²⁰)
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).

Produits Alimentaires

Annexe C :

Groupe permanent d'étude des marchés de denrées alimentaires (GPEM/DA).

Spécification technique n° E4-05 du 31 mars 2005 relative aux huiles végétales alimentaires.

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 ^e	Huile oléique / alpha-linoléique - 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 ^e	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 ^f	Huile linoléique / alpha-linoléique - 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 $\omega 6$ / $\omega 3$ optimal
Mais (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

^e hors friture



Université A. MIRA – BEJAIA
Faculté de Technologie
Département de Génie des Procédés



Projet de fin d'études

Master II

Spécialité :Génie chimique

Thème

Caractérisation Physico-chimique des huiles végétales alimentaires

Résumé

L'objectif de cette étude est d'évaluer la qualité de cinq huiles alimentaire commercialisées en Algérie, Elio, Fleurial ; Safia, Afia et Numidia par le suivi des paramètres physiques (densité et indice de réfraction) et chimiques (indice d'acide, indice de saponification, indice de peroxyde, indice d'iode, indice d'ester et taux d'impuretés).

Les résultats obtenus ont permis de déduire que les cinq huiles répondent à la norme du Codex STAN 210-1999 pour les huiles raffinées et le Centre Algérien de Contrôle de Qualité et Emballage pour huile d'olive.

En outre les huiles étudiées, que ça soit une huile pure ou mélangée, peuvent être employées dans le domaine culinaire, soit dans l'assaisonnement, cuisson et même la friture mais a des températures qui ne doivent pas atteindre son point de fumé.

Mots clés : huile, caractérisation, indice, qualité.

Étudiants

BOURACHOUCHE Karim

BOUDEI Amir

Encadreur

BOUARICHE Zakia

Promotion 2016/ 2017