

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou



Faculté des Sciences Biologiques et des Sciences Agronomiques
Département Agronomie
En vue de l'obtention du diplôme de Master II.
Filière : science alimentaire
Option : Agro-alimentaire et contrôle de qualité

Mémoire de fin d'étude

Thème

**Impact des conditions de stockage sur les indices
physico-chimiques de l'huile végétale « elio »**

Réalisé par :

-M^{elle} BOURIAH Souhila
-M^{elle} BOUSLENE Thiziri

Proposé et dirigé par :

- M^r SADOUDI . R.

Soutenu le 18 /07/2019 devant le jury composé de :

Président : M^r AMROUCHE. T Maitre de conférences A à UMMTO

Examineur: Mr BENGANA. M Maitre de conférences B à UMMTO

Année universitaire : 2018/2019

Remerciement

Nous tenons à remercier le bon Dieu tout puissant de nous avoir donné courage et volonté pour accomplir ce travail.

Aussi nous adressons nos vifs remerciements à notre promoteur *Mr SADOUDI R* Maître de conférences au département des Sciences Agronomiques à *UMMTO* d'avoir accepté de nous encadré et de nous guidé tout au long de ce travail.

Nos remerciements s'adressent également au président du jury, *Mr AMROUCHE T*. Maître de conférences A à *UMMTO* qui nous a fait l'honneur de présider le jury. Et à l'examineur *Mr BENGANA M*. Maître de conférence B à *UMMTO*, d'avoir bien voulu juger notre travail. C'est aussi un grand honneur de vous Avoir comme enseignants, le savoir que vous nous avez transmis est d'une valeur inestimable.

Enfin, Nos remerciements s'adressent à nos familles et amis (es) pour leurs soutiens et encouragements.

Un grand merci à toutes les personnes ayant contribué de près ou de loin à l'accomplissement de ce travail, *notamment à Mouhand ouali*

Dédicace

Je dédie ce travail à :

Mes chers parents pour leur amour, soutien et encouragements durant toutes mes années d'études, que Dieu les protège.

Mes très adorables sœurs

Mes très chers frères

Et toute ma famille

Mon très cher mari et Ma belle-famille.

A tous (tes) mes très chers ami(e)s, à tous les enseignants du département d'Agronomie ainsi que tous les responsables de l'UMMTO.

Et à toutes les personnes qui, de près ou de loin, m'ont aidée à achever ce travail.

A mon binôme « Souhila »

Thiziri

Dédicaces

Je Dédie Ce travail à:

Mes chers parents pour leur amour, soutien et encouragements durant toutes mes années d'études, que Dieu les protège.

Ma famille:

Ma grand mère, que dieu la garde.

Mon très cher frère ;

Mes chers oncles ;

Mes chères tantes ;

Mon Cher fiancé ;

Mes adorables petits cousins Rabah et Ilyace.

A tous (tes) mes très chers ami(e)s, à tous les enseignants du département d'Agronomie ainsi que tous les responsables de l'UMMTO.

A ceux qui me sont très chers et qui m'ont aidé de près ou de loin à finaliser ce travail.

A mon binôme «Thiziri »

Souhila

N° du tableau	Titre	page
I	Composition de l'huile de soja en acides gras	4
II	Principaux paramètres physico-chimiques de l'huile de soja	5
III	Composition des acides gras de l'huile de tournesol	6
IV	Les caractéristiques de l'huile de tournesol	7
V	Facteurs favorisant l'oxydation	13
VI	la répartition des échantillons et leur date de fabrication et de péremption.	21
VII	Différents résultats d'analyse physico-chimique d'huile avant stockage.	29
VIII	Variation de l'humidité des échantillons d'huile en fonction du type et de la durée de stockage	31
IX	Variation de la densité des échantillons d'huile en fonction du type et de la durée de stockage.	33
X	Variation de la viscosité des échantillons d'huile en fonction du type et de la durée de stockage.	34
XI	Variation du taux des composés polaires des échantillons d'huiles en fonction du type de stockage.	36
XII	Évolution de l'acidité des échantillons en fonction de la durée et les Conditions de stockage	38
XIII	variation des moyennes de l'indice de peroxyde pour les échantillons étudiés	39
XIV	Variation de l'indice d'iode des échantillons d'huile en fonction du type de stockage	41
XV	analyse de la variance de l'indice d'iode.	42

XVI	variation des résultats de l'indice de saponification on fonction du type et la durée du stockage.	43
XVII	Analyse de la variance de l'indice de saponification	44

Liste des figures

N°	Titre	page
1	Image correspondante à une huile végétale	3
2	image correspondante à la plante et graines de soja	3
3	Aspect général de la plante et des graines de tournesol	6
4	schéma des réactions d'oxydation des lipides	16
5	schéma des produits formés au cours de l'oxydation.	16
6	Diagramme expérimental	22
7	fritest pour évaluer la dégradation des huiles alimentaires.	24
8	Partie principale de l'instrument (TESTO 270)	25
9	Différentes étapes de l'analyse de l'indice de saponification	27
10	variation de la couleur des échantillons d'huile « élio » en fonction des conditions de stockage.	31
11	Evolution de l'humidité des huiles en fonction de la durée et le type de stockage.	32
12	Evolution de la densité des huiles en fonction de la durée et le type de stockage.	34
13	Evolution de la viscosité des huiles en fonction de la durée et le type de stockage	35
14	Evolution des composées polaire des huiles en fonction de la durée et le type de stockage.	37
15	Evolution de l'acidité des huiles en fonction de la durée et le type de stockage.	39
16	Evolution de l'indice de peroxyde des huiles en fonction de la durée et le type de stockage.	40
17	Evolution de l'indice d'iode des huiles en fonction de la durée et le type de stockage.	42
18	Evolution de l'indice de saponification des huiles en fonction de la durée et le type de stockage.	44

Liste des abréviations

A : Acidité

AG : Acides gras

AGE : Acide gras essentiel

AGI : Acide gras insaturé

AGL : Acide gras libre

AGMI : Acide gras mono insaturé

AGPI : Acide gras polyinsaturé

AGS : Acide gras saturé

AGT : Acides gras trans

DAG : Diacylglycérols

DPTG : Dimer et polymères de triglycérides

I.I : Indice d'Iode

IP : Indice de peroxyde

ISO : International Standards Organisation

Meq O₂/Kg : Milli équivalent d'oxygène actif/Kg de matière grasse

MG : Matière Grasse

PET : Poly téréphtalate d'éthylène

R° : Radical libre

R° : Radical libre

RH : Acide gras

ROO° : Radical peroxyde

ROO° : Radical peroxyde

ROOH : Radical hydro peroxydes

ROOH : Hydroperoxydes

TAG : Triacylglycérides

TCP : Taux des composés polaires

TCP : Taux de composée polaire

TG : Triglycérides

Table des matières

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction générale01

Partie bibliographique

I. Généralités sur les huiles végétales

I.1.Huile de soja.....03

I.1.1.Définition03

I.1.2.Composition04

I.1.2.1. en Acides gras.....04

I.1.2.2. En Insaponifiables04

I.1.2.3. En Phosphatides.....04

I.1.3.Caractéristiques physico-chimiques05

I.1.4. propriétés05

I.2. huile de tournesol05

I.2.1. Définition05

I.2.2. composition06

I.2.2.1. en Acides gras06

I.2.2.2. En phospholipides07

I.2.2.3. En Insaponifiables07

I.2.3.Caractéristiques physico-chimiques07

I.2.4. Propriétés08

I.2.5.Utilisation de l'huile de tournesol08

I.2.5.1. utilisation alimentaire	08
I.2.5.2. Assaisonnement	08
I.2.5.3. Utilisation non alimentaire.....	08
I.2.5.4. Biocarburant	09
II. Propriétés des huiles végétales	09
II.1. propriétés physiques	09
II.1.1. Etats naturel et aspect	09
II.1.2. densité	09
II.1.3. point de fusion et de solidification	09
II.1.4. solubilité	09
II.1.5. viscosité	10
II.2. propriétés chimiques	10
II.2.1. hydrolyse et saponification	10
II.2.2. hydrogénation	10
II.2.3. Transestérification	10
III. Rôles biologiques et nutritionnels des lipides	11
IV. Les oléagineux en Algérie	11
V. Altération des huiles végétales	11
V.1. Mécanisme d'altération	12
V.1.1. L'hydrolyse	12
V.1.2. Thermo-oxydation	12
V.1.3. les facteurs favorisant l'oxydation	13
V.1.4. Oxydation (rancissement)	13
V.1.4.1. Auto-oxydation	14
V.1.4.2. Photos-oxydation	15
V.1.4.3. Oxydation enzymatique	15

V.2. Produits formés au cours de l'oxydation des lipides	16
V.2. 1. Produits primaires	16
V.2.2. Produits secondaires	16
V.3. Impact de l'oxydation des huiles	17
V.4. les Antioxydants.....	17
V.4.1. Définition	17
V.4.2. Mécanisme d'action	17
V.4.3.Types d'antioxydants.....	18
V.4.3.1. les antioxydants de type I	18
V.4.3.2. les antioxydants de type II	18
V.4.3.3. les antioxydants enzymatique	18
V.4.3.4. les antioxydants non enzymatiques	18
V.5. Propriétés biologiques des antioxydants (santé et maladies)	19

Partie expérimentale

I. Objectif de travail	21
II. Conduite expérimentale	21
II.1.Choix de l'huile	21
III. Analyses physico-chimiques	22
III. 1. Analyses physiques.....	22
III.1.1. viscosité	22
III.1.2. Densité.....	22
III.1.3. la teneur en eau (H%)	24
III.1.4. taux de Composés polaires.....	24
III.2. Analyse chimique	25
III.2.1. Indice de peroxyde.....	25
III.2.2. Indice d'iode	26

III .2.3. Indice de saponification.....	26
III.2.4. l'acidité	27
IV. Analyse statistique	28
Résultats et discussions	
I. Objectifs de l'étude	29
II. Caractéristiques physicochimiques de l'huile fraîche.....	29
III. Evaluation du degré d'altération de l'huile pendant le stockage	30
III.1.Evaluation des paramètres physiques	30
III.1.1.Evaluation de la couleur	30
III.1.2.Evaluation de l'humidité	31
III.1.3.Evaluation de la densité	32
III.1.4.Evolution de la viscosité	34
III.1.5. Evolution du taux des composés polaires	36
III.2.Evolution des paramètres chimiques	37
III.2.1.Acidité	37
III.2.2. Détermination de l'indice de peroxyde (IP).....	39
III.2.3.Evolution de l'indice d'iode (Ii)	41
III.2.4.Evolution de l'indice de saponification (Is)	42
Conclusion générale	46
Références bibliographiques	
Annexes	
Résumé	

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 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 des caractéristiques physico-chimiques d'une huile végétale alimentaire Elio, dans le but de définir l'impacte des conditions de stockage (lumière du jour, soleil, obscurité, réfrigération) sur les indices de nature physicochimiques.

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 l'huile végétale Elio, ainsi que sur les altérations des huiles végétales.

- Dans la deuxième partie : nous décrivons les modes opératoires réalisés pour la détermination des caractéristiques physicochimiques des huiles (Indice d'acidité, indice de saponification, indice de peroxyde, indice d'iode, la densité, la viscosité, l'humidité et le taux de composées polaire).

- Dans la troisième partie, nous discuterons les différents résultats obtenus.

Et enfin, nous terminerons cette étude par une conclusion et quelques perspectives.

I. Généralités sur les huiles végétales :

« Elio » est une huile végétale composée de 02 types : huile de soja (80%) et huile de tournesol (20%) produite par CEVITAL SPA Bejaïa.



Figure 1: Image de l' huile végétale.

I.1.Huile de soja

I.1.1.Définition

Le soja, *Glycine max(L)*, est une plante qui est annuelle, herbacée, dressée appartient à la famille des légumineuses, sous famille « papilionoideae ».Le soja est originaire de chine, 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.



Figure 2 : image correspondante à la plante et graines de soja (*WIRTH ,2007*).

I.1.2.Composition

Les triglycérides constituent plus de 95% des composés lipidiques de la graine de Soja. Les autres composés étant les phospholipides et les diacylglycérols.

I.1.2.1. en Acides gras

La teneur en acides gras insaturés de l'huile de soja est très élevée, les molécules de triglycérides contiennent au moins deux acides gras insaturés.

Le tableau I présente la composition totale en acides gras.

Tableau I:Composition de l'huile de soja en acides gras

Huile	Saturés	Mono- insaturés	Poly- insaturés	Vitamine E
Soja	14.5	23.2	56.5	16.29

I.1.2.2. En Insaponifiables

La partie insaponifiable de l'huile de soja représente (1,6%) dans l'huile brute et de (0,6 à 0,7%) dans l'huile raffinée. Elle se compose essentiellement de stérols (250-418mg/100g de corps gras) et de Tocophérols (80-167 mg/100g de corps gras) (POUZET, 1992).

I.1.2.3. En Phosphatides

Ils se présentent dans l'huile sous deux formes :

-**Hydratables:** en particulier la phosphatidylcholine (30%) et la phosphatidyléthanolamines (30%).

-**Non hydratables:** Des sels de calcium et de magnésium des acides phosphatidiques et des Phosphatidylinositols (40%) (*PLATON, 1988 ; JUAN et RODRIGUEZ, 1999*).

I.1.3.Caractéristiques physico-chimiques

Les caractéristiques physico-chimiques de l'huile de soja sont présentées dans le tableau II.

Tableau II : Principaux paramètres physico-chimiques de l'huile de soja (*POUZET, 1992*)

Paramètre	Valeur
Densité à 20°C	0,921-0,924
Viscosité à 20°C	53-58
Indice de saponification (mg de KOH /g d'huile)	188-195
Indice de réfraction	1,473-1,477
Indice d'iode (g I₂/ 100 g d'huile)	125-128
Indice d'acide %	0,3-1,8

I.1.4.propriétés

L'huile de soja est une huile riche en acides gras polyinsaturés. Elle contient aussi de la lécithine. Sa richesse en lécithine la rend précieuse, sa bonne digestibilité en fait une bonne remplaçante de l'huile d'olive pour ceux qui ne peuvent la tolérer. L'huile de soja supporte une chaleur jusqu'à 177-200°C (*COSSUT et AL, 2002*).

I.2.huile de tournesol

I.2.1.Définition

Le tournesol «*Hélianthus annuus*» est une plante qui appartient à la famille des Astéracées (*KARLESKIN, 1992*). La plante est annuelle, photo- tropique et peut atteindre une hauteur de 1 à 3 m (*KARTIKA, 2005*). Le cœur de la fleur contient, à maturité, des milliers de petites graines riches en huile et qui sont destinées essentiellement à l'alimentation humaine (*BATTAIS et AL, 2006*).



Figure 3 : Aspect général de la plante et des graines de tournesol (ROCHE, 2005 ; WYSS et COLLOMB, 2006).

I.2.2.composition

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».

I.2.2.1. En Acides gras

L'huile de tournesol est caractérisée par sa teneur importante en acides gras insaturés Comme l'acide linoléique (C18 : 2) et l'acide linoléique (C18 : 3). contre 13% d'acides gras saturés La Composition en acides gras de l'huile de tournesol exprimée en % des acides gras total est Présentée dans le tableau III.

Tableau III: Composition des acides gras de l'huile de tournesol (MERRIEN, 1992)

Acide gras saturé	% d'acides gras totaux	Acide gras insaturé	% d'acides gras totaux
C 16 :0	5-7	C 16 :1	≤0,4
C 18 :0	4-6	C 18 :1	15-25
C 20 :0	<1	C 18 :2	62-70
C 22 :0	<1	C 18 :3	≤ 0,2
		C 20 :1	<0,5

I-2-2-2.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%), phosphatidylinositols (26%) et d'acides phosphatiques (2,2%).

I-2-2-3-Insaponifiables

Les composés mineurs (insaponifiables) de l'huile de tournesol, ont des qualités particulières qui peuvent avoir un impact positif sur le plan nutritionnel. On distingue :

- **Les tocophérols** : sont essentiellement présentés par l' α -tocophérol.
- **Les phytostérols** : sont essentiellement présentés par le β -sitostérol et par le stigmastérol.
- **Les hydrocarbures** : Présents en très faible quantité dans les huiles de tournesol, ces substances sont de nature très diverses : cires, glucides, stérols et antioxydants.

I.2.3.Caractéristiques physico-chimiques

Les caractéristiques de l'huile de tournesol sont présentées dans le tableau IV

Tableau IV : Les caractéristiques de l'huile de tournesol (KARLESKIND, 1992).

Paramètre	Valeur
Densité à 20°C	0,920-0,925
Viscosité à 20°C	51-57
Indice de saponification	188-193
Indice de réfraction à 20°C	1,474-1,476
Indice d'iode	120-134

I.2.4.Propriétés

L'huile de tournesol est utilisée dans l'industrie alimentaire pour la fabrication des Sauces et des assaisonnements, ainsi que pour la friture et de nombreuses autres préparations (ROGIS, 2002). Sa richesse en acide linoléique est particulièrement recherchée pour la friture. Elle confère en effet une bonne stabilité de l'huile à la cuisson et de bonne aptitude Technologique pour la friture industrielle.

I.2.5.Utilisation de l'huile de tournesol :

I.2.5.1.Utilisation alimentaire

L'huile de tournesol est consommée dans de nombreux pays, tant pour ses propriétés culinaires (friture et assaisonnement) que pour ses caractéristiques et diététiques (BEN, 2005).

En alimentation humaine, Leurs profils en acides gras, oléique et polyinsaturés essentiels, sont le garant d'un bon équilibre nutritionnel de notre alimentation. Elles sont conditionnées seules ou en mélange avec d'autres types d'huiles. Elles servent aussi à la fabrication de margarines et d'autres produits alimentaires plus élaborés (ROGIS, 2002).

I.2.5.2.Assaisonnement

Les huiles utilisées pour l'assaisonnement sont des huiles dont la teneur en acide α -linoléique est supérieure à 2%. Les huiles riches en AGPI (principalement l'acide linoléique et l'acide α -linoléique) sont, en effet, plus sensibles à l'oxydation et doivent être renouvelées plus souvent (APFELBAUM ET AL. 2009).

I.2.5.3.Utilisation non alimentaire

Les huiles utilisées pour l'assaisonnement sont des huiles dont la teneur en acide α -linoléique est supérieure à 2%. Les huiles riches en AGPI (principalement l'acide linoléique et l'acide α -linoléique) sont, en effet, plus sensibles à l'oxydation et doivent être renouvelées plus souvent (APFELBAUM ET AL. 2009).

I.2.5.4. Biocarburant :

Les huiles végétales de tournesol sont transformées en biocarburant Diester (ou ester D'huile végétale) par la réaction de trans-estérification, ce produit, qui représente 80% des Biocarburants produits sur notre territoire, est ensuite incorporé dans les gazoles. D'origine Renouvelable, son utilisation permet d'éviter plus de 50% d'émissions de gaz à effet de serre Par rapport au gazole.

II. Propriétés des corps gras

II.1. propriétés physiques :

II.1.1. Etats naturel et aspect

On sait que les corps gras sont liquides ou solides à la température ambiante suivant leur composition chimique (*K. BENSEGHIER et O. KHAMED, 2014*).

II.1.2. densité

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 (*LION, 1955*).

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 (*M. FRENOT et E. VIERLING, 2001*).

II.1.3. point de fusion et de solidification

Le point de fusion d'un acide gras dépend de la longueur de la chaîne carbonée, du nombre de doubles liaisons et de la configuration géométrique de ces dernières (cis ou trans).

Exemple 1 : acides palmitique (C16 :0), arachidique (C 20 :0) leurs points de fusion sont respectivement de 61,8°C, 75,4°C.

Exemple 2 : l'acide oléique (C18 :1, cis-9) un point de fusion de 16°C, acide élaidique (C18 :1, trans-9) 42°C.

II.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 (*M. FRENOT et E. VIERLING, 2001*).

II.1.5.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 (*F.CHAIB et A. KHENFER, 2013*).

II.2. propriétés chimiques

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

II.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 (*F.CHAIB et A. KHENFER, 2013*).

II.2.2.hydrogénation

Les corps gras contenant des lipides formes d'acides gras insaturés peuvent être hydrogénés, ce qui augmente leur degré de saturation et élève le point de fusion. Conduite en présence de métaux, cette opération baptisée « hydrogénation catalytique » permet de durcir et transformer les huiles en graisses solides.

II.2.3.Transestérification

La Transestérification vise à modifier la structure glycéridique des matières grasses par réarrangement intra-et intermoléculaire des AG sur le glycérol (*F.CHAIB et A. KHENFER, 2013*).

III. Rôles biologiques et nutritionnels des lipides

Dans l'organisme, les lipides ont quatre fonctions principales :

- **Réserve d'énergie:** stockés sous forme de triglycérides dans les tissus adipeux, les lipides constituent ainsi une réserve énergétique mobilisable (1g de lipides donne environ 9,3 Kcal par contre les hydrates de carbone (les sucres fournissent 4Kcal).

- **Un rôle structural:** les acides gras servent à la synthèse d'autres lipides, notamment les Phospholipides qui forment les membranes autour des cellules et des organelles, la composition en acides gras de ces phospholipides donne aux membranes des propriétés physiques particulières (élasticité, viscosité)
- **Un rôle de messenger:** les acides gras sont les précurseurs de plusieurs messagers intra et Extracellulaires. Par exemple, l'acide arachidonique est le précurseur des eicosanoïdes, hormones intervenant dans l'inflammation et la coagulation sanguine.
- **Un rôle de transport de vitamines:** les corps gras alimentaires véhiculent quatre vitamines Liposolubles : A, D, E et K (*SEGHIER et BENAHMED, 2014*).

IV.les oléagineux en Algérie

L'huile consommée en Algérie provient non pas de graines de colza ou de tournesol triturées localement. Une étude du marché locale montre que nous consommons essentiellement de l'huile de soja. Cette huile est importée principalement d'Ukraine à l'état brut. Puis elle est raffinée localement.

Les importations de graines oléagineuses, huiles végétales brutes et tourteaux sont de l'ordre de 1,4 milliards de dollars en 2011. Les huiles brutes occupent 61% de cette valeur et les tourteaux 36%. Après les céréales et le lait en poudre, il s'agit là du troisième poste d'importation de produits alimentaires.

Pour répondre à une consommation de 12 kg/tête, l'Algérie dispose d'une industrie du raffinage conséquente. Il ya 5 opérateurs : Cevital (50 à 60% du marché), Afia International Algérie (20%), Groupe La belle (15%), Prolipos (6%) et Safia.

Le gros problème de la culture de tournesol vient de ce qu'il est semé au printemps. Son cycle se déroule donc en été.

V. Altération des huiles végétales

Les produits agroalimentaires, riches en fraction lipidique, sont susceptibles de subir des transformations chimiques et des dégradations (oxydation et rancissement des graisses et des vitamines, hydrolyse et polymérisation non contrôlée, modification de texture et perte des propriétés organoleptiques ou nutritionnelles) sous l'influence de différents paramètres : l'oxygène, température, humidité. Ces phénomènes sont réduits ou empêchés par l'ajout d'antioxydants synthétiques (*SEKOUR, 2012*).

V.1.Mécanisme d'altération

L'hydrolyse et l'oxydation sont les principales voies d'altération des lipides au cours de la production, du stockage et de la transformation des fruits ou graines oléagineuses (*JUDDE, 2004*).

V.1.1.L'hydrolyse

L'hydrolyse des corps gras qu'elle soit d'origines enzymatique ou chimique conduit à l'apparition d'acides gras libres et de glycérides partiels (mono et di-glycérides) dont les propriétés sont plus ou moins désagréables sur le plan organoleptique (*DENISE, 1992*). cette réaction peut se produire par deux voies :

➤ Hydrolyse chimique

Les esters (triglycérides) peuvent être hydrolysés en milieu basique, acide et même neutre. En milieu basique la réaction est totale, elle est appelée saponification, en milieu acide ou neutre la réaction est réversible. L'hydrolyse est la réaction inverse de l'estérification (*YADAV, 1997*).

➤ Hydrolyse enzymatique

Les lipases hydrolysent les liaisons esters des glycérides et libèrent à partir des triglycérides des acides gras, des di glycérides et des mono glycérides. A noter également que les lipases n'agissent en général que dans un domaine restreint de température (20-50°C) et de pH (5,5-7,5) (*ALLEN et HAMILTON, 1999*).

V.1.2.Thermo-oxydation

L'emploi des corps gras pour frire, cuire ou rôtir certains aliments s'accompagne inéluctablement d'attaque thermo-oxydatives. Ces réactions augmentent la teneur de l'huile chauffée en produits d'altération et modifient leurs caractéristiques physico-chimiques et nutritionnelles (*GUPTA, 2005*).

V.1.3.les facteurs favorisant l'oxydation

Le rancissement oxydatif est un phénomène purement chimique et spontané dès lors que les acides gras insaturés (comportant au moins une double liaison) sont en présence d'oxygène atmosphérique ; notons à ce stade que la lumière ou la température sont des facteurs accélérateurs mais ne sont pas des éléments nécessaires et suffisants pour déclencher des phénomènes d'oxydation (*JUDDE, 2004*), le tableau V résume les facteurs qui favorisent l'oxydation.

Tableau V : Facteurs favorisant l'oxydation (*Multon, 2002*).

Facteurs internes	Facteurs externes
Nature de la matière grasse (acides gras libres)	Oxygène
Instauration (nombre et position)	Température
Dispersion (augmentant la surface d'échange avec O ₂)	
Activité de l'eau > 0.3 (favorisant l'oxydation enzymatique et l'activité des métaux)	Lumière (radiation UV ou ionisation)
Enzymes (lipases lipoxygénases)	
Pigments (catalysant la photo-oxydation)	
Métaux de transition (fer, cuivre, cobalt)	

V.1.4 Oxydation (rancissement)

Selon les mécanismes réactionnels mis en œuvre, l'oxydation est subdivisée en auto oxydation, photo oxydation et oxydation enzymatique (*RAHMANI, 2007*).

L'oxydation des lipides peut résulter de plusieurs voies réactionnelles en fonction du milieu et des agents initiateurs:

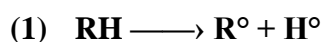
- L'auto-oxydation catalysée par la température, les ions métalliques, les photons.
- La photo-oxydation, initiée par la lumière en présence de photo-sensibilisateurs.
- L'oxydation enzymatique initiée par la lipo-oxygénase (*EYMARD, 2003*).

V.14.1.Auto-oxydation

L'auto-oxydation des lipides est une réaction radicalaire en chaîne auto catalytique (LAGUERRE, 2007) ; elle se déroule généralement par un processus triphasé (initiation, propagation, terminaison) (LAGUERRE, 2007). Elle produit principalement les hydro peroxydes et les composés volatils.

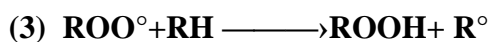
➤ Initiation :

Lente, elle correspond à la formation des radicaux libres (R°), en présence d'un initiateur (I), les lipides insaturés (RH) perdent un atome d'hydrogène pour former un radical libre de lipide (R°), ce mode d'initiation, favorisé par une élévation de température, peut être produit par des radiations ionisantes, des générateurs chimiques, des systèmes enzymatiques ou chimiques produisant des espèces activées de l'oxygène, ou de traces métalliques (ANGELIQUE et CLAUDE, 2006).



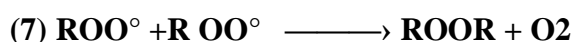
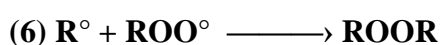
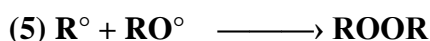
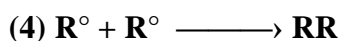
➤ Propagation :

C'est une réaction radicalaire en chaîne rapide, c'est la phase de la destruction des hydro peroxydes ($ROOH$) et l'apparition des composés responsables du goût et d'odeur de rance, la phase de propagation où l'oxygène fixé donne un radical peroxyde (ROO°) instable qui réagit avec une nouvelle molécule d'acide gras polyinsaturé et, conduit à un néo radical libre et un hydro-peroxyde (MARC et AL. 2004).



➤ Terminaison

Les radicaux formés réagissent entre eux pour conduire à un produit qui n'est pas un radical libre.



Les réactions d'initiation et de propagation, des réactions d'arrêts peuvent se produire entrainer la disparition de certains proportions des radicaux libres (*CHEFTEL et CHEFTEL, 1986*).

V.1.4.2.Photos-oxydation

La photo-oxydation est une voie importante de production d'hydro-peroxyde en présence d'oxygène, d'énergie lumineuse (UV) et des photos-sensibilisateurs telles que les hémoprotéines ou la riboflavine (*RIAHI et MARAZOUKI, 2000*), deux situations peuvent se présenter :

➤ **Photo-oxydation directe**

La lumière joue le rôle d'accélérateur des cinétiques des réactions d'oxydation, les mécanismes chimiques restent les mêmes.

➤ **Oxydation photo-sensibilisée**

Grâce à la présence nécessaire d'un agent photo-sensibilisateur (pigments type Chlorophylle, certains colorants, certaines vitamines), l'oxygène normal de l'air est activé, Passant de son état fondamental dit « triplet » à un état excité dit « singulet », état dans lequel L'oxygène à suffisamment d'énergie pour se fixer directement sur l'acide gras sans passer par L'étape radicalaire, les mécanismes réactionnels sont donc différents (*JUDDE, 2004*).

V.1.4.3.Oxydation enzymatique

Le phénomène d'oxydation des acides gras insaturés des fruits oléagineux peut être D'origine enzymatique, l'enzyme principalement impliquée est la lipoxygénase (*AISSI et AL, 2011*), la lipoxygénase catalyse l'insertion d'une molécule d'oxygène sur un acide gras insaturé selon une réaction stéréospécifique, et aboutit à la formation d'hydro-peroxyde, elle agit spécifiquement sur les acides gras non estérifiés.

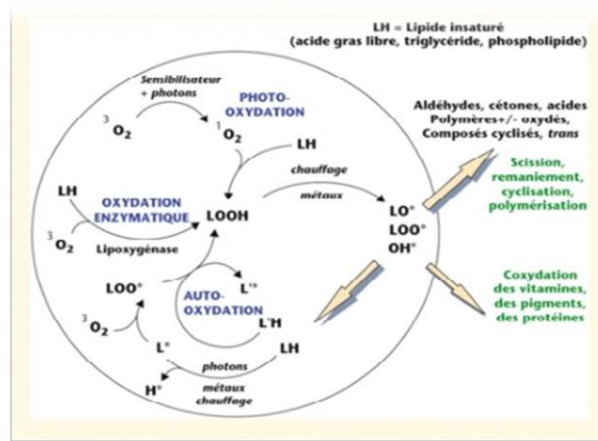


Figure 4: schéma des réactions d'oxydation des lipides (BERSET et CUVELIER, 1996).

V.2. Produits formés au cours de l'oxydation des lipides

V.2.1. Produits primaires

Les produits primaires de l'oxydation des huiles se composent essentiellement d'hydroperoxydes variés. Même lorsque la plus grande partie de l'oxygène a été consommée dans les réactions secondaires, la raison repose sur l'instabilité des hydro peroxydés qui sont rapidement décomposés en deux radicaux libres (JOAQUIN et CARMEN, 2002; VILLERE et GENOT, 2006).

V.2.2. Produits secondaires

Les hydro peroxydent, produits primaires de la réaction, sont des molécules instables, ils se décomposent sous l'effet de la chaleur ou des métaux en donnant naissance à des Produits secondaires : radicaux libre, peroxydes et les composés volatils qui sont à l'origine de la modification de l'odeur des produits oxydés (JOAQUIN et CAMREN, 2002; VILLERE et GENOT, 2006).

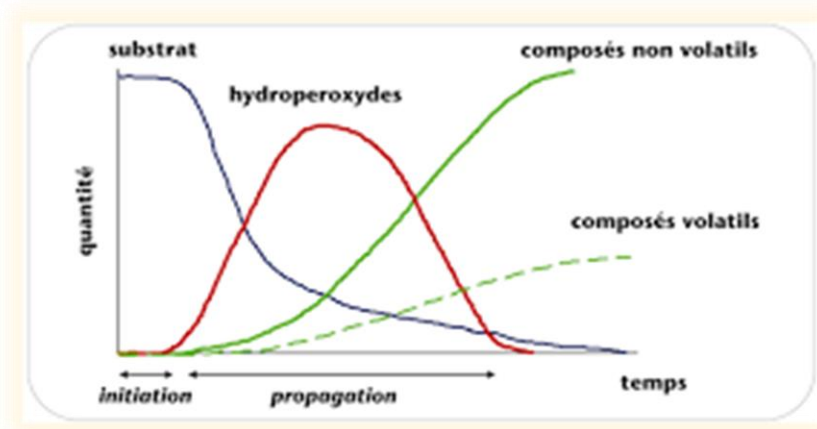


Figure 5: schéma des produits formés au cours de l'oxydation.

IV.3. Impact de l'oxydation des huiles :

Selon *JOAQUIN et CAEMEN (2002)*; *LAGUERRE et AL. (2007)* et *RAHMANI (2007)* ce processus peut se résumer en trois points :

- **Impact nutritionnel et organoleptique:** dégradation des vitamines liposolubles (A, D, E et K) et des acides gras essentiels; développement de saveurs anormales, changement de couleur, enfin la formation des composés toxiques (peroxydes, époxydes, aldéhydes).
- **Impact sanitaire:** Les composés secondaires d'oxydation montrent des effets cytotoxiques et mutagènes (cas du malondialdéhyde, par exemple, qui réagit avec l'ADN) ou encore des effets cancérigènes, mutagènes et athérogènes (cas des monomères cycliques et Oxystérols).
- **Impact économique:** Perte de la valeur marchande suite à l'oxydation qui déprécie la qualité du produit.

IV.4. Les antioxydants

À l'origine, le terme antioxydant était utilisé pour désigner les substances chimiques qui empêchent les réactions avec l'oxygène, en biologie, les premières recherches sur les antioxydants ont porté sur la réduction de l'oxydation des acides gras insaturés (*A. KARLESKIND*).

IV.4.1. Définition

Du point de vue biologique, les antioxydants sont toute substance présente à concentration faible par rapport à celle du substrat oxydable et qui peut retarder ou empêcher l'oxydation des substrats biologiques.

Un antioxydant alimentaire idéal doit être soluble dans les graisses, efficace à faible dose et non toxique, n'entraînant ni coloration ni odeur, ni saveur indésirable, résistant aux processus technologiques et stable dans le produit fini (*J.L. PERRIN, 1992*).

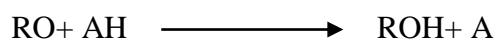
IV.4.2. Mécanisme d'action

Les antioxydants peuvent jouer leur rôle à différents niveaux du processus oxydatif en neutralisant les radicaux initiateurs et les radicaux peroxydes, en liant les ions métalliques et en éliminant les biomolécules endommagées par oxydation, ainsi que d'autres types de réactions.

V.4.3. Types d'antioxydants

V.4.3.1. les antioxydants de type I

L'action des antioxydants de type I repose sur leur capacité à inactiver les radicaux libres. Ils inhibent la propagation des réactions radicalaires en fournissant des hydrogènes aux radicaux libres présents.



(AH antioxydant et A radical de l'antioxydant)

Les radicaux A sont stables et ne possèdent pas l'énergie suffisante pour arracher un hydrogène aux lipides, la propagation s'arrête alors, les composés phénoliques naturels: tocophérols ou de synthèse: butyle hydrox toluène (BHT), BHA, gallate de propyl Appartiennent à cette classe d'antioxydants.

V.4.3.2. les antioxydants de type II

Ce type d'antioxydant prévient la formation des radicaux libres et peut intervenir par Différents mécanismes. Certains chélatent les ions métalliques réduisant ainsi l'effet pro-oxydant des ions, c'est le cas des acides phosphoriques et citriques.

V.4.3.3. les antioxydants enzymatique

Parmi les antioxydants de nature enzymatique les plus courants, on peut citer: La thiorédoxine (**TRX**), la glutathion, le glucose oxydase, la glutathion peroxydase. Ainsi, les super oxydes dismutase (SOD), catalase (CAT), ont inhibé l'oxydation de tissus musculaires détruits au cours de stockage (*CODEX STAN 210-1999*).

V.4.3.4. les antioxydants non enzymatiques

Le deuxième type d'antioxydants comprend des :

➤ Antioxydants moléculaires liposolubles comme les caroténoïdes, la vitamine E qui Agissant au niveau des membranes et des lipoprotéines circulantes;

- Antioxydants hydrosolubles comme les protéines, l'acide urique et les poly phénols qui assurent une protection des milieux intra et extracellulaire (*CODEX STAN 210-1999*).

V.5. Propriétés biologiques des antioxydants (*JEAN GRAILLE, 2003*).

- Une alimentation pauvre en vitamine C fait décroître la concentration en vitamine E.
- La consommation de beta carotène est efficace pour protéger la peau contre les dégâts induit par la lumière solaire en bloquant l'oxygène à l'état singulet chez les patients atteint de porphyries.
- Les composés phénoliques sont considérés comme des inhibiteurs de l'oxydation in vitro du plasma et du complexe LDL/Cholestérol.
- L'application topique de vitamine E sous différentes formes présentant des activités anti-oxydantes supérieures a la tocophérol est préférable car la surface de la peau est facilement oxydable.

Des études biologiques récentes sur la peroxydation in vivo des lipides ont montré que les espèces actives de l'oxygène et les radicaux libres sont en corrélation avec certaines maladies telles que l'athérosclérose, l'hypertension, les diabètes, les ischémies, les maladies inflammatoires chroniques, le cancer induit par le stress oxydant, les maladies de parkinson et d'autres maladies neurodégénératives, Ainsi, l'usage des antioxydants comme médicaments s'avère aujourd'hui très répondeu.

- Les facteurs affectant les stress oxydatifs qui menaçant l'homme sont classés en trois catégories :

- **Facteurs génétiques :**

- Vitesse de production intrinsèque d'enzyme réparatrice.
- Vitesse d'absorption des antioxydants alimentaires. (*JEAN GRAILLE, 2003*).

- **Facteurs alimentaires**

- Agents d'induction de radicaux oxygène : pro- oxydant.
 - Agent d'induction du cytochrome P450.
 - Produits chimiques. (*JEAN GRAILLE, 2003*)
-
- **Facteurs environnementaux :**
 - Exposition aux radiations.
 - Lumière ultraviolet.
 - Composées atmosphériques. (*JEAN GRAILLE, 2003*)

I. Objectif de travail

La présente étude a pour but d'étudier et suivre l'évolution des indices de qualité et la Stabilité de l'huile raffinée « elio » fabriquée par le complexe « **CEVITAL** » **SPABEJAIA**. L'huile utilisée dans notre étude a été achetée chez des détaillants.

II. Conduite expérimentale

II.1. Choix de l'huile

Tableau VI : la répartition des échantillons dont la date de fabrication est différente.

Échantillons	Marque de l'huile « Elio »	Entreprise	Conditionnement	Délai de conservation
échantillon I	80% Soja. 20% Tournesol.	CEVITAL SPA BEJAIA.	Bouteille en plastique transparente de 1L.	F : 14/02/2019 E : 13/02/2021
échantillon II				F : 18/01/2019 E : 27/01/2021
échantillon III				F : 28/02/2019 E : 27/02/2021
échantillon IV				F : 07/01/2019 E : 06/01/2021
échantillon V				F : 19/02/2019 E : 18/02/2021
échantillon VI				F : 22/02/2019 E : 23/02/2021

Avant d'entreposer les échantillons d'huiles selon les conditions retenues dans cette étude, les échantillons d'huiles collectés à des dates différentes et des endroits différents, on les a mélangées pour en constituer un échantillon.

A partir de cet échantillon, des bouteilles en plastique (PET) ont été remplies de cette huile (un volume de 330ml). Le nombre d'échantillons est de 8, à raison de 2 échantillons par condition de stockage ; un (01) échantillon est conservé pendant deux (02) mois et un échantillon est conservé pendant trois (03) mois (*figure 6*).

Les conditions de conservation de ces échantillons d'huile « Elio » sont : l'obscurité, lumière du jour, au soleil et à la température de réfrigération. Les analyses physico-chimiques effectuées sur ces échantillons sont : les indices d'acide (acidité), de peroxydes, d'iode, de saponification, l'humidité, la viscosité, la densité et les taux de composés polaires.

Le nombre d'échantillons par condition de stockage est de deux ; le premier flacon de chaque test a été analysé après un stockage de 60 jours, la deuxième série d'échantillons a été analysée après un temps de stockage de 90 jours. La figure 8 récapitule le protocole expérimental de cette étude.

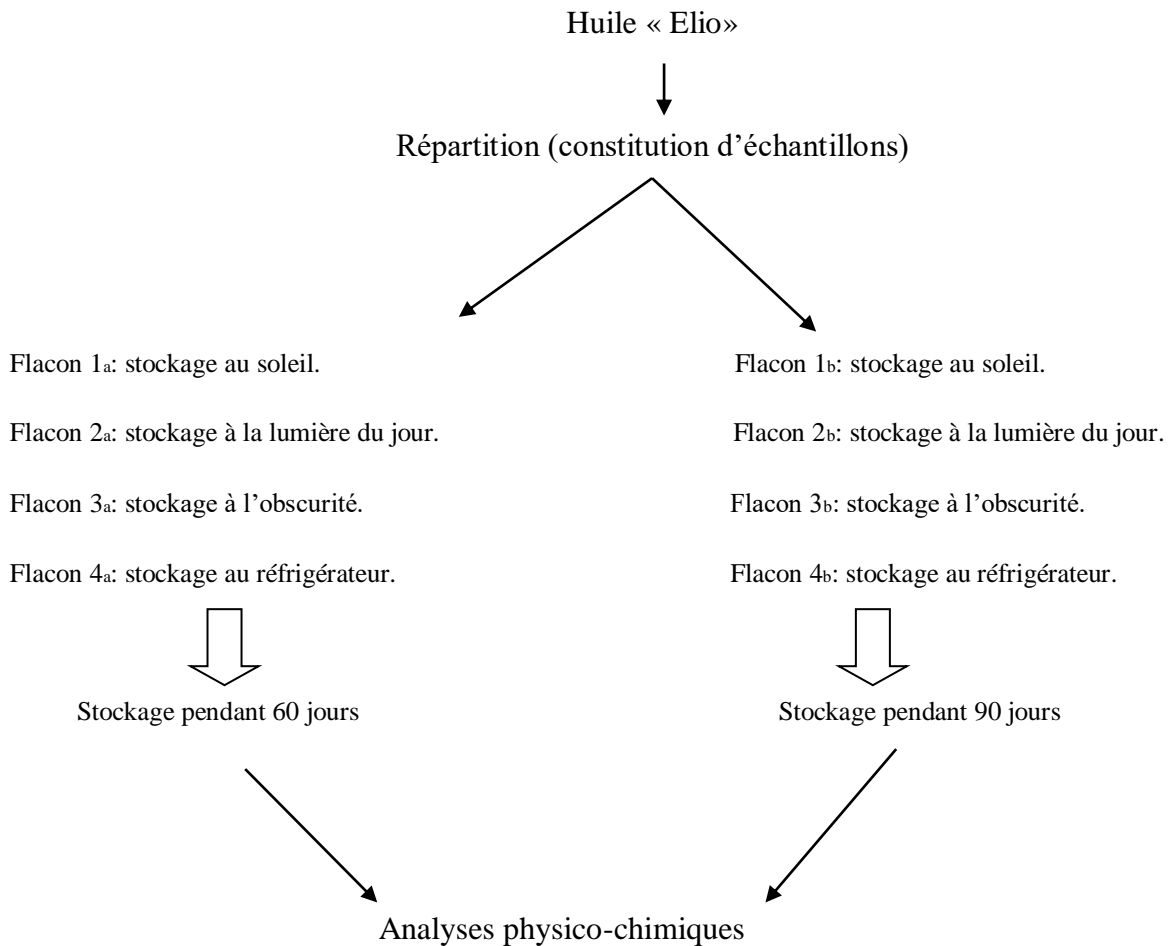


Figure 6: Diagramme expérimental

III. Analyses physico- chimique

III.1. Analyses physiques

III.1.1. viscosité

Elle est définie comme étant le coefficient de frottement intramoléculaire. C'est la mesure du temps que nécessite une balle en métal pour s'écouler dans un capillaire d'un viscosimètre rempli d'huile. La viscosité est exprimée par la formule suivante :

$$\mu(C.p_0)=K (p_f- p) t$$

Tell que :

μ : La viscosité en centpoise.

P_f : La densité de la balle de métal qui est égale à 8,02 g /ml.

p : Densité de l'huile.

t : Le temps de descente en minute

K : Constante du viscosimètre qui est égale à 35.

III.1.2. Densité

La densité relative à une température de 20°C d'une huile ou d'une graisse est le quotient de la masse dans l'atmosphère d'un certain volume de cette huile ou à une température donnée t par le même volume d'eau à 20°C (*JOURNAL OFFICIEL DE LA REPUBLIQUE ALGERIENNE N° 66*).

Principe

La densité est déterminée en pesant dans une éprouvette de 5ml le même volume d'eau et d'huile prises à la même température. Elle est donnée par la formule suivante :

$$D = m_1 - m / m_0 - m$$

Tell que :

m : poids de l'éprouvette vide.

m_0 : masse en grammes de l'huile ou de la graisse utilisée pour l'examen.

m_1 : masse en grammes de l'eau utilisée dans le test d'étalonnage.

III.1.3. la teneur en eau (H%)

Teneur en eau et en matières volatiles : perte de masse subie par le produit après chauffage $\pm 103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, dans les conditions de la présente méthode et exprimée en pourcentage en masse (*JOURNAL OFFICIEL DE LA REPUBLIQUE ALGERIENNE N° 65*).

Principe

Chauffage d'une prise d'essai à $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ jusqu'à l'élimination complète de l'eau et des matières volatiles et détermination de la perte de masse (Benosman et Mamchaoui, 2005).

$$\text{H\%} = (m_1 - m_2 / m_1 - m_0) \times 100$$

Telle que :

m₀: masse en gramme du bécher.

m₁: masse du bécher de la prise d'essai avant chauffage.

m₂ : masse en gramme du bécher et du résidu de la prise d'essai après chauffage.

III.1.4. taux de Composés polaires

Le pourcentage de taux de composés polaires (TPC) est défini comme étant le pourcentage en poids de composés d'altération néoformés au cours du chauffage des huiles de friture (Guillen et Uriarte, 2011).

Les résultats de mesure des composés polaires de l'huile étudiée (Elio) a été obtenue à l'aide d'un appareil dénommé, le « fritest » « Testo 270 ». Cet appareil permet une mesure précise des composés polaires présents dans l'huile et qui sont responsables de la dégradation.



Figure 7 : fritest utilisé pour évaluer la dégradation des huiles alimentaires.

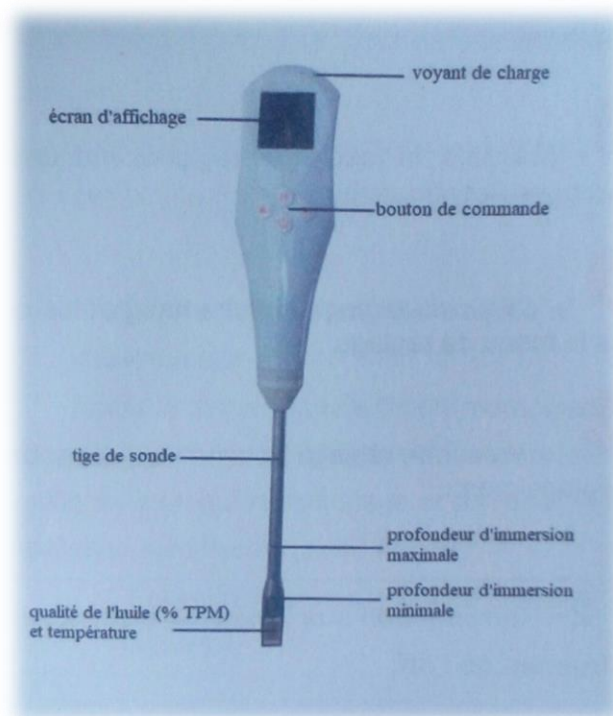


Figure 8 : partie principale de l'instrument (Testo 270).

III.2. Analyses chimiques

III.2.1. Indice de peroxyde

C'est la quantité de substances de l'échantillon, exprimée en termes d'oxygène actif, qui oxyde l'iodure de potassium (KI) dans les conditions spécifiées, cet indice nous renseigne sur le degré d'oxydation et d'altération des matières grasses.

Principe

Découdre l'échantillon d'essai dans de l'isooctane et de l'acide acétique glacial, puis ajouter l'iodure de potassium, Déterminer visuellement l'iode libéré par les peroxydes, à l'aide d'un indicateur l'amidon et d'une solution étalon de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$). Déterminer visuellement la fin du titrage.

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

$$I_p \text{ (még g O}_2\text{/ kg MG)} = N \times (V_1 - V_0) \times 1000/P$$

Ou :

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

V₁: 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.2.2. Indice d'iode

C'est la quantité de monochlorure d'iode, exprimée en grammes, qui se fixant sur les doubles liaisons présentent dans 100g de lipide.

Il nous renseigne sur le degré d'insaturation des chaînes carbonées des acides gras constitutifs des matières grasses (*ISO 3961 TROISIEME EDITION 01-06-1996*)

Dans les huiles végétales l'indice d'iode atteint la valeur 150 (*LION, 1955*).

Principe

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

L'indice d'iode est donné par la formule suivante :

$$I_i = N (V - V_0) \times 12,69 / P$$

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, (0,1 N).

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

P: prise d'essai en gramme.

III.2.3. Indice de saponification

L'indice de saponification correspond au Nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire pour saponifier 1 g de matière grasse.

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.



L'indice de saponification est donné par la formule suivante :

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

Où :

V_0 : 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.

M : 56, 1 g.



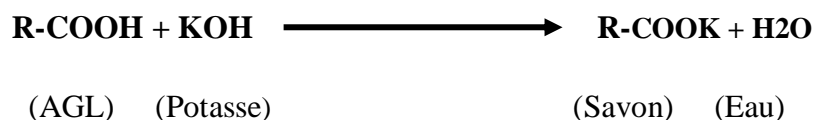
Figure 9 : Différentes étapes de l'analyse de l'indice de saponification.

III.2.4. l'acidité

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 (*ISO 660 DEUXIEME EDITION 15 -05 -1996*).

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.



L'acidité est donnée par la formule suivante :

$$\text{Acidité (\%)} = N.V.M/10.m$$

Sachant :

A: Acidité de l'huile (%).

N: Normalité de KOH (0,1N).

V: Volume de la chute de Burette KOH (ml).

M: Masse molaire de l'acide adapté pour l'expression =282,5 g/mol pour l'acide oléique.

m: la masse en gramme (g) de la prise d'essai.

IV. Analyse statistique

Le traitement statistique des résultats d'analyses physico-chimiques obtenus dans cette étude (densité, acidité, indice de peroxyde, indice d'iode, etc.) a été réalisé grâce au logiciel **Stat box 6.4**. C'est une analyse de la variance à deux facteurs (**Durée** de stockage et **type** de stockage : soleil, lumière, obscurité et réfrigérateur).

L'intégration des résultats de nos analyses s'est fait selon les seuils de probabilité suivants :

- ✓ Probabilité $\geq 0,05$ \longrightarrow différence non significative (NS)
- ✓ Probabilité $\leq 0,01$ \longrightarrow *différence significative (S)
- ✓ Probabilité $\leq 0,05$ \longrightarrow **différence hautement significative (HS)
- ✓ Probabilité ≤ 0.001 \longrightarrow *** différence très hautement significative (THS)

I. Objectifs de l'étude

L'objectif de ce travail consiste à déterminer l'effet des conditions de stockage sur la qualité de l'huile raffinée de marque «élio», commercialisée par le groupe « Cevital».

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

C'est dans cette optique que s'inscrit cette présente étude dont l'objectif est de suivre l'évolution de certains paramètres physico-chimiques renseignant sur la qualité de cette huile ainsi que sa stabilité au cours de la conservation. A cet effet, des échantillons de cette huile ont été stockés à différentes conditions : à la température de réfrigération, à l'obscurité, à la lumière du jour et sous le soleil), pendant une durée d'entreposage de 2 et 3 mois.

II. Caractéristiques physicochimiques de l'huile fraîche

Les résultats d'analyse physico-chimique de cette huile avant le stockage sont portés dans le tableau VIII.

Tableau VIII : Différents résultats d'analyse physico-chimique d'huile avant le stockage.

Indices physico-chimiques	Teneur	Norme d'entreprise / <i>Codex alimentarius, (1983)</i>
Densité (20°C)	0.924	0.912-0.925
Viscosité (centpoise)	51.03	51- 57
Humidité (%)	0.010	0.20 Max
Composés polaires totaux (%)	5.5	6 %
Acidité	0.25	0.3 Max
Indice de peroxyde	1.25	Max 10 meq O ₂ /kg huile
Indice d'iode	95.87	92- 102g I ₂ / 100 g
Indice de saponification mg de KOH /g d'huile	193	195.2- 198

D'après les résultats, on remarque que l'acidité de l'huile « élio » estimée à 0,25% est conforme à la norme, cette conformité est expliquée par le bon déroulement des étapes du raffinage appliqué sur cette huile.

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

L'indice d'iode atteint une valeur de 48.54 g I₂/ 100 g d'huile ; cette teneur est largement inférieure à la norme. Ce résultat est probablement dû au traitement thermique appliqué lors du raffinage (rupture des doubles liaisons). Les valeurs des autres paramètres testés sont, également, conformes aux normes.

III. Evaluation du degré d'altération de l'huile pendant le stockage

III.1. Evaluation des paramètres physiques

III.1.1. Evaluation de la couleur

La couleur est le premier critère utilisé dans l'évaluation de la qualité d'un aliment. En comparant la couleur des huiles stockées à celle de l'huile fraîche, la différence est bien visible (*figure 9*). L'huile fraîche a une couleur jaune.

D'après nos résultats, on constate que la couleur jaune est préservée pour les échantillons stockée à l'obscurité et à basse température (4°C) alors que pour les échantillons stockés à la lumière et au soleil ont changé de couleur ; ce changement est plus apparent après 3 mois de stockage, cela est due au déroulement des réactions de la photo-oxydation.

Ces résultats sont confirmés par les travaux de *BARRERA-ARELLANO et al. (1997)*, qui ont confirmé que tout changement de couleur de l'huile signifie un changement de sa composition, par la formation des polymères issus des réactions de polymérisation des produits d'oxydation, la Co-oxydation des pigments et les vitamines et que ces réactions sont liées étroitement à la variation de température. La *figure 9* montre la variation de la couleur

des échantillons d'huile au cours de stockage (soleil, lumière, obscurité, réfrigérateur)



Figure10 : variation de la couleur des échantillons d'huile « élio » en fonction des conditions de stockage.

III.1.2.Evolution de l'humidité

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

Selon les normes du *Codex alimentarius de 1992*, les huiles raffinées fraîches ne doivent pas contenir de l'eau, même sous forme de traces.

Les résultats de la variation de l'humidité de l'huile raffinée «élio » utilisée dans cette étude en fonction du type de stockage sont portés dans le tableau XI.

Tableau VIII: Variation de l'humidité des échantillons d'huile en fonction du type et de la durée de stockage.

Type \ Durée	0 jour (frais)	60 jours	90 jours
Soleil	0.010	0.0029	0.0011
Lumière		0.0085	0.0007
Obscurité		0.0097	0.0007
Réfrigérateur		0.0033	0.0013
Norme du Codex	0.20 % Max		

Ces valeurs sont d'une seule répétition

D'après les résultats montrés dans le tableau IX, on constate une diminution de la teneur en eau de tous les échantillons pendant le stockage. La valeur la plus élevée a été enregistrée pour l'échantillon stocké à l'obscurité (0.0097) et la valeur la plus faible a été enregistrée pour l'échantillon stocké au soleil (0.0011). Donc, l'humidité est inversement proportionnelle à la température.

On ne constate que l'évolution de l'humidité est proportionnelle à la durée de stockage. Une humidification excessive d'une huile pendant le stockage pourrait être due à la formation de mono et di glycérides, acide gras libres, conséquents au déroulement des réactions d'oxydation et d'hydrolyse.

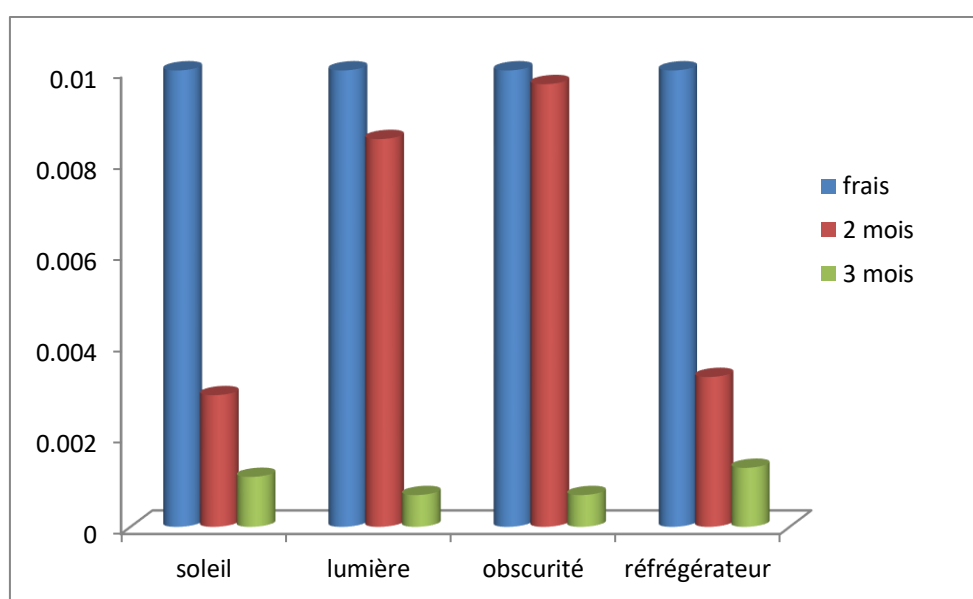


Figure 11. Evolution de l'humidité des huiles en fonction de la durée et le type de stockage.

III.1.3. Evolution de la densité

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, ainsi que la longueur de la chaîne hydrocarbonée et l'insaturation de ses AG constitutifs.

La densité des AG et des glycérides diminue au fur et à mesure que leur poids moléculaire diminue et que le degré d'insaturation augmente.

Le résultat obtenu pour notre huile raffiné « elio » est 0.924, cette valeur est conforme à la norme de l'entreprise qui est de 0.912-0.925, Les valeurs moyennes de la densité de notre huile étudiée après stockage sont présentées dans le tableau IX.

Tableau IX : Variation de la densité des échantillons d'huile en fonction du type et de la durée de stockage.

Durée \ Type	0 jour (frais)	60 jours	90 jours
Soleil	0.924	0.927	0.358
Lumière		0.928	0.349
Obscurité		0.926	0.357
Réfrigérateur		0.925	0.353
Norme du codex	0.912- 0.925		

Ces valeurs sont d'une moyenne de 3 répétitions

On remarque que certains résultats des moyennes des densités relatives obtenus sont légèrement inférieurs et d'autres sont légèrement supérieurs de la norme.

Cette augmentation est remarquable pour les échantillons stockés à la lumière et au soleil, avec un pourcentage de 0.32 % et 0.43 % (respectivement) cela est dû au processus de la photo-oxydation et l'auto-oxydation ; formation de composés à hauts poids moléculaires suite au déroulement des réactions de polymérisation (formation des ponts de types éther C-O-C et peroxydes C-O-O-C en présence d'oxygène).

Selon *EL CHAMI et al. (1992)*, la diminution de la densité d'une huile serait due à la formation d'AGL de faible poids moléculaire au cours des réactions d'hydrolyse, comme elle peut aussi s'expliquer par la formation des composés primaires d'oxydation de courte chaîne.

L'évaluation de cet indice (*figure 11*) montre que la densité est inversement proportionnelle à la période de stockage.

Les valeurs obtenues au cours de stockage au soleil (0.927) et à la lumière (0.928) sont supérieure à celle obtenue par HAFFAF et LARDJENE (0.922 et 0.923).

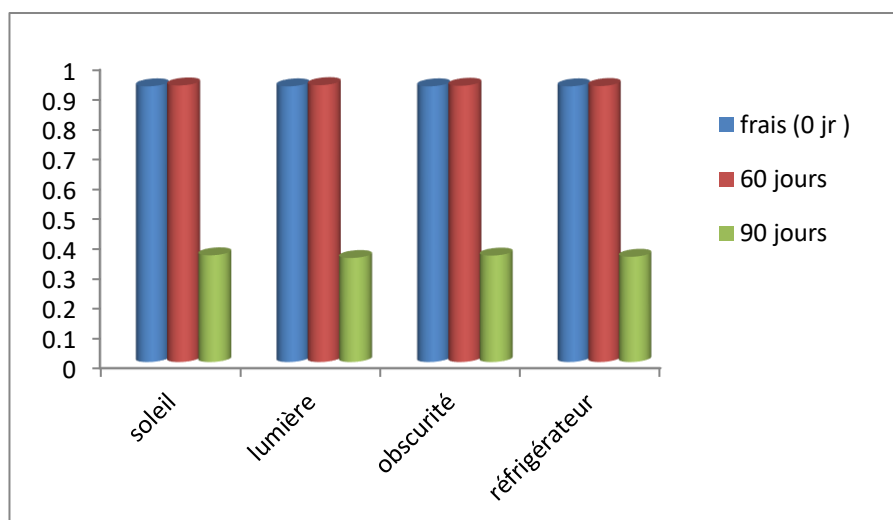


Figure 12 : Evolution de la densité des huiles en fonction de la durée et le type de stockage.

II.1.4. Evolution de la viscosité

La viscosité est la résultante de l'action des forces de frottement entre les différentes couches d'un fluide qui glissent les unes sur les autres ; ces forces de cohésion prennent naissance au niveau moléculaire (KALUME, 2008).

La viscosité de notre huile fraîche est estimée à 51.03 centpoise, cette valeur s'accorde à la norme du *Codex alimentarius* 1983 (51-57), cette conformité est due au bon déroulement des étapes du raffinage et au traitement thermique appliqué au niveau industriel.

Les résultats d'analyse de cet indice après conservation sont mentionnés dans le tableau X.

Tableau X : Variation de la viscosité des échantillons d'huile en fonction du type et de la durée de stockage

Durée \ Type	0 jour (frais)	60 jours	90 jours
Soleil	51.03	56.133	40.824
Lumière		53.581	39.635
Obscurité		45.927	38.272
Réfrigérateur		40.824	38.272
Norme du codex	51- 57		

Ces valeurs sont d'une moyenne de 03 répétitions.

L'augmentation de ce paramètre (*figure 12*) est observée pour les échantillons exposés à la lumière de jour et au soleil respectivement, cette évolution s'expliquerait par l'accroissement de l'intensité des forces d'attractions intermoléculaires des lipides et l'effet de la température. Par contre, on remarque une diminution pour celle stockée à l'obscurité, et au réfrigérateur suite à l'hydrolyse des liaisons d'AG, conséquent à l'augmentation de la teneur en eau.

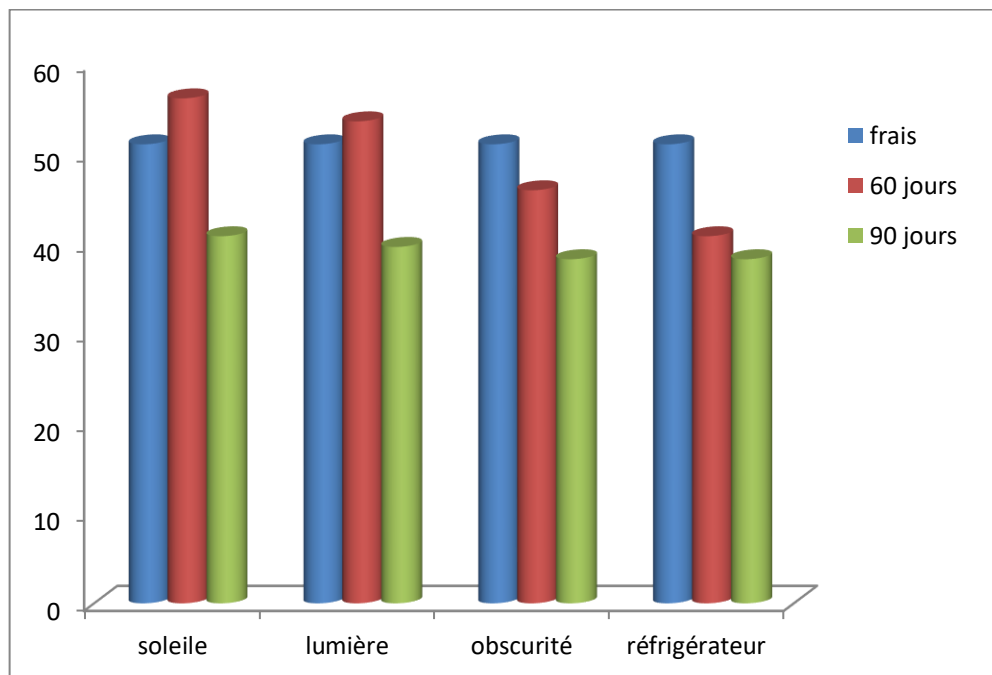


Figure 13 : Evolution de la viscosité des huiles en fonction de la durée et le type de stockage.

Les résultats obtenus dans notre étude ont été soumis à une analyse de la variance à deux facteurs à savoir le type et la durée de stockage. Il ressort de ce traitement que le facteur « type de stockage » a un effet très hautement significatif ($p=0$) sur la viscosité, aussi que la « durée de stockage » agit sur cet indice manière très hautement significative ($p=0$). L'interaction entre ces deux facteurs a révélé aussi un effet très hautement significatif ($p=0,00007$) sur la viscosité de l'huile (tableau XII). Le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 1 %, a réparti les échantillons dans quatre groupes homogènes (A, B, BC et C). (Annexe 10)

Tableau XII : Analyse de la variance de la viscosité.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	1331,317	23	57,883				
VAR.FACTEUR 1	202,897	3	67,632	9,235	0,00094		
VAR.FACTEUR 2	678,138	1	678,138	92,595	0		
VAR.INTER F1*2	333,101	3	111,034	15,161	0,00007		
VAR.RESIDUELLE 1	117,18	16	7,324			2,706	6,15%

NB : facteur1 : durée de stockage ; facteur 2 : type de stockage.

III.1.5. Evaluation de taux de composé polaire

Le pourcentage de CPT est considéré comme étant indicateur de la dégradation des triglycérides ; il est utilisé dans plusieurs pays pour évaluer et contrôler la qualité des huiles de friture ; le maximum tolérée est d'environ 25% (ANONYME, 1995).

Les taux de composés polaires enregistrés à l'état frais est de 5.5% cette valeur est conforme à la norme de *codex alimentarius 1983* qui est de 6%.

Selon SANTOS (2017), les fractions principales des CPT sont les triglycérides oxydés (TGOx) ; ces derniers sont les principaux produits de dégradation, suivis par les dimer et polymères de triglycérides (DPTG).

Le taux de composés polaires enregistrés par les échantillons d'huile durant le stockage est intégré dans le tableau XI.

Tableau XI : Variation du taux des composés polaires des échantillons d'huiles en fonction du type de stockage.

Durée \ Type	0 jour (frais)	60 jours	90 jours
Soleil	5.5	7	6.5
Lumière		7.5	7
Obscurité		7.5	7.5
Réfrigérateur		9	7
Norme du codex	6 %		

Ces valeurs sont une moyenne de 02 répétitions.

Les taux de composés polaires enregistrés à l'état frais est de 5.5% cette valeur est conforme à la norme du *codex alimentarius 1983*, on constate que le TPM de tous les échantillons d'huiles stockés a augmenté, la valeur la plus élevée a été obtenue dans le cas du stockage au réfrigérateur et à l'obscurité.

Cette augmentation peut s'expliquer par le déroulement des réactions de dégradation, qui induit à la formation des triglycérides oxydés (TG_{Ox}) ; ces derniers sont les principaux produits d'altération suivie par les dimères et polymères de triglycérides (DPTG).

TCP de l'huile fraîche (avant stockage) analysée dans notre étude a été estimée à 5.5 % ; cette valeur est inférieure à celle enregistrée par *HAFFAF.S et LARDJENE .T* (2018), qui est de 6 %.

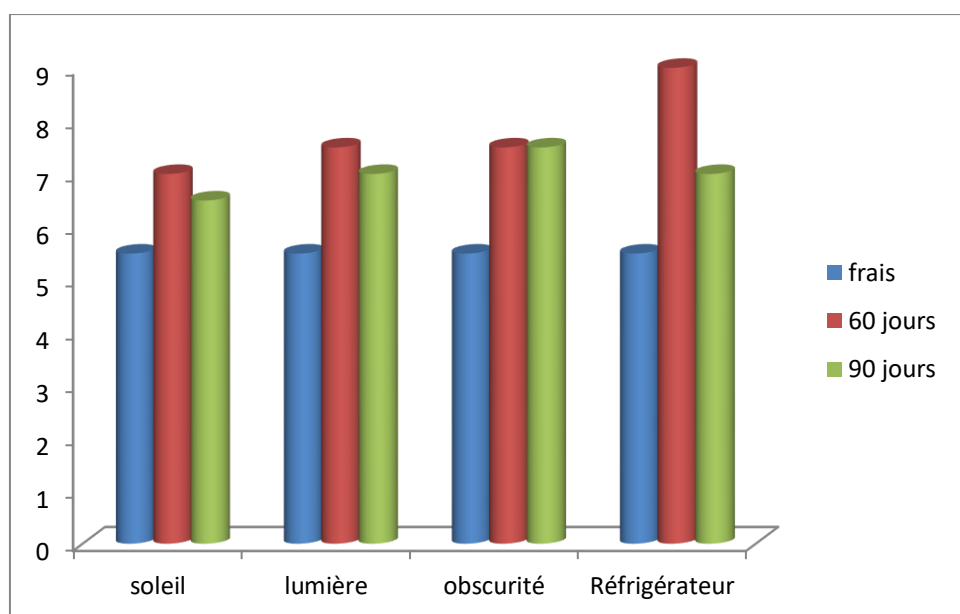


Figure 14 : Evolution des composés polaires des huiles en fonction de la durée et le type de stockage.

III.2.Evolution des paramètres chimiques

III.2.1.Acidité

Les résultats d'acidité restent conformes à la norme adoptée par l'entreprise (0,3%) pour l'huile fraîche et au cours du stockage, aux différentes conditions.

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 tous les échantillons.

Durant le stockage, l'acidité de cette huile augmente. Les valeurs des échantillons dans notre étude expérimentale sont portées par le tableau XII.

Tableau XII : Évolution de l'acidité des échantillons en fonction de la durée et les Conditions de stockage.

Durée \ Type	0 jour (frais)	60 jours	90 jours
Soleil	0.25	0.282	0.226
Lumière		0.395	0.254.
Obscurité		0.492	0.282
Réfrigérateur		0.339	0.226
Norme du codex	0.3% Max		

Ces valeurs sont une moyenne de 02 répétitions

On constate que la plus grande valeur a été enregistrée pour l'échantillon stocké à l'obscurité(0.492) et à la lumière de jour(0.395), Cette augmentation est due à l'hydrolyse des TG ; l'accumulation des AGL est responsable de l'acidification de cette huile ; cette réaction est catalysée par divers facteurs, on en cite les traces d'eau, la chaleur et les rayons solaires (GUILLAUMIN, 1969).

En contre partie, une diminution a été marquée en fonction de la durée de stockage pour tous les échantillons ; cette diminution peut être expliquée par la dégradation de ces acides gras par voie oxydative et que la vitesse de la réaction de dégradation est plus importante que celle de l'hydrolyse (ALLEN et HAMILTON, 1999).

L'acidité de l'huile fraîche analysée dans notre étude a été estimée à 0,25 % ; cette valeur est supérieure à celle enregistrée par HAFFAF et LARDJENE (2018), qui est de 0,083%.

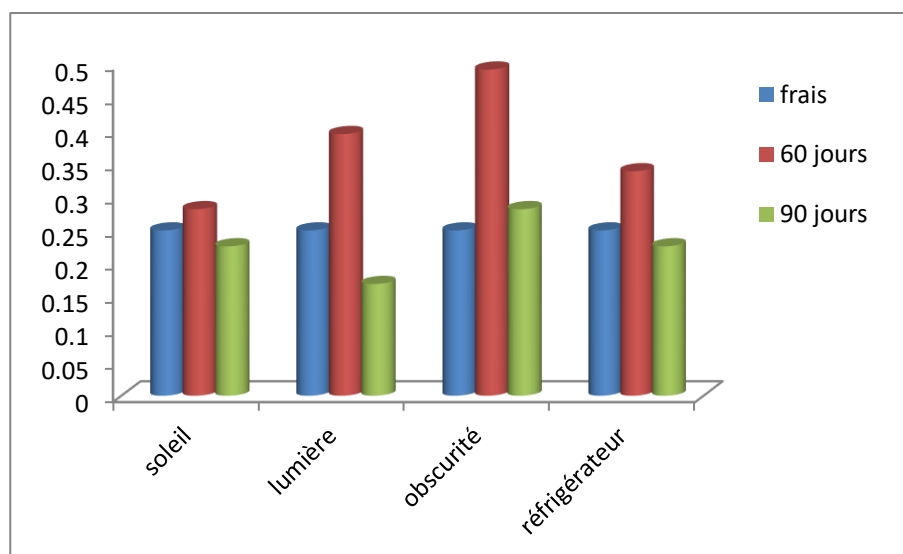


Figure 15 : Evolution de l'acidité des huiles en fonction de la durée et le type de stockage.

III.2.2. Evolution de l'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 échantillons étudiés sont illustrés dans le tableau XIII.

Tableau XIII : Variation des moyennes de l'indice de peroxyde pour des échantillons d'huile étudiée.

Durée \ Type	0 jour (frais)	60 jours	90 jours
Soleil	1.25	6.45	8.5
Lumière		5.1	5.88
Obscurité		3.25	4.09
Réfrigérateur		3.1	3.9
Norme du codex	10 Max		

Ces valeurs sont une moyenne de 02 répétitions

L'indice de peroxyde obtenu pour l'huile fraîche correspond aux normes du Codex alimentarius, 1983, qui fixe la valeur inférieure à 10 meq O₂/kg d'huile pour les huiles raffinées. La valeur enregistrée est de 1.25 meq O₂/kg.

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. (JEANTET *et al.*, 2006).

Dans notre étude la valeur la plus élevée a été observée pour l'échantillon conservé au soleil (8.5) et à la lumière avec une valeur de (5.88) En effet, l'augmentation de ce paramètre dans cette l'huile explique la faible stabilité de cette dernière.

En effet, toutes les conditions de stockage ont induit une peroxydation de l'huile. Mais, l'exposition de l'huile au soleil et à la lumière du jour ont induit une forte accumulation Des peroxydes, ce qui montre clairement l'influence de la température élevée (thermo-oxydation) ; et l'apparition des composés peroxydés (ROO°) à partir des radicaux libres instables (R°) des AGI.

En revanche, les échantillons de cette huile stockés à l'obscurité et au réfrigérateur sont moins peroxydés.

Selon UZZAN *et LOURY* (1958), le chauffage et le refroidissement répétés alternativement (raffinage) favorisent, l'altération des graisses car les peroxydes se forment au cours du refroidissement pour disparaître en partie au chauffage.

La faible valeur (5meq O_2/kg MG) a été enregistrée par l'échantillon stocké au Réfrigérateur avec un pourcentage de 67.95 %, celui-ci est donc moins peroxydé. La présence du tocophérol aurait évité toute altération de cet échantillon.

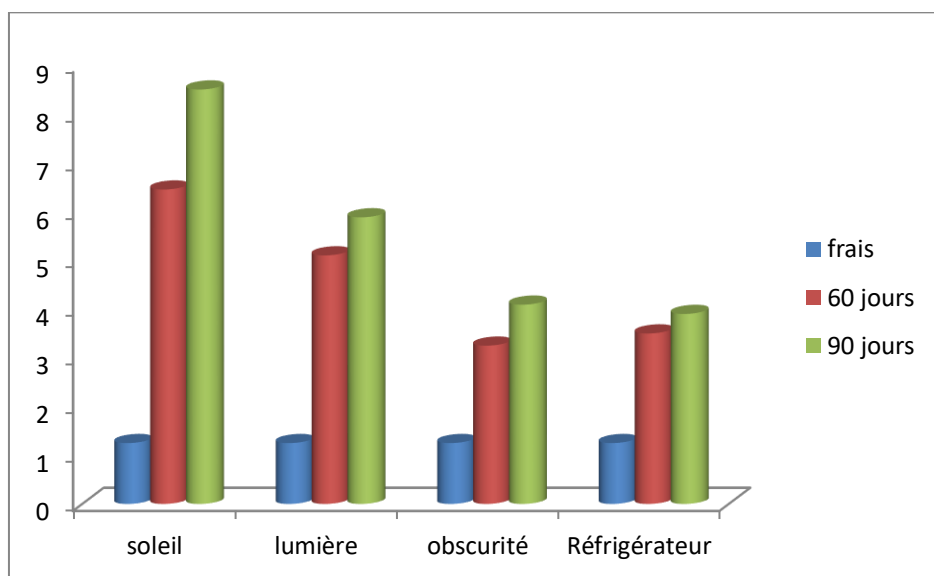


Figure16: Evolution de l'indice de peroxyde des huiles en fonction de la durée et le type de stockage.

III.2.3. Evolution de l'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.

Tableau XIV : Variation de l'indice d'iode des échantillons d'huile en fonction du type de stockage

Durée \ Type	0 jour (frais)	60 jours	90 jours
Soleil	95.87	54.567	25.38
Lumière		55.201	35.532
Obscurité		51.394	49.491
Réfrigérateur		58.567	45.684
Norme du codex	92 -102g I ₂ / 100 g		

Ces valeurs sont une moyenne de 02 répétitions

D'après les résultats obtenus (tableau XVI), on constate une haute diminution du nombre d'insaturations dans les chaînes hydrocarbonées des acides gras constitutifs de cette d'huile quelque soit le type de stockage, cette diminution est plus remarquable pour les échantillons exposés au soleil et à la lumière du jour, qui se traduit par l'action de la chaleur sur les acides gras insaturés de l'huile il s'agit d'une perte du degré d'insaturation, les produits chimiques qui résultent de la polymérisation et de la cyclisation des acides gras restent dans l'huile et deviennent toxiques aux consommateurs (FLOCH *et al.* 1968).

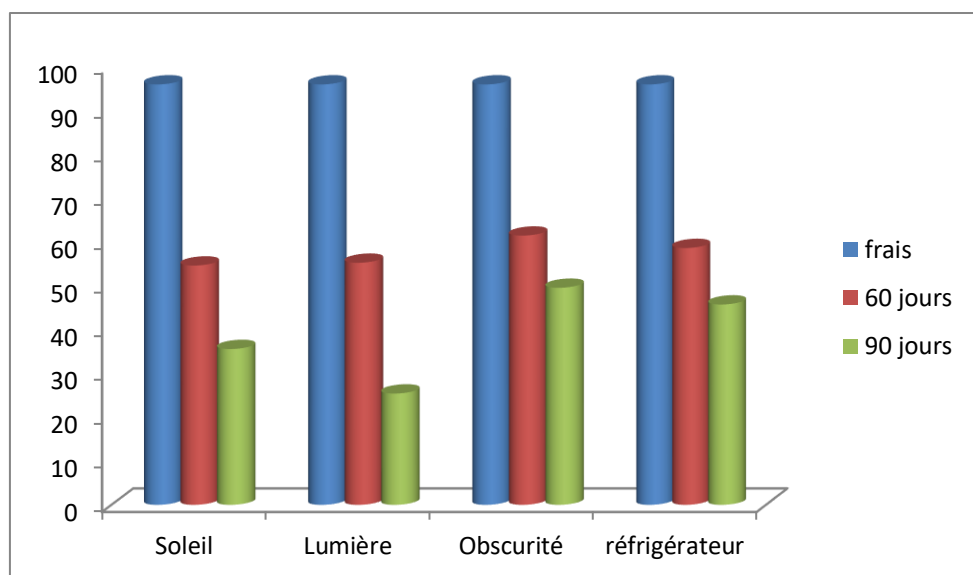


Figure 17 : Evolution de l'indice d'iode des huiles en fonction de la durée et le type de stockage.

Nos résultats ont été soumis à une analyse de la variance à deux facteurs, à savoir le type et la durée de stockage. Il ressort de ce traitement que le facteur « type de stockage » a un effet hautement significatif ($p = 0,01936$) sur l'indice d'iode de l'huile étudiée, quant à la «durée de stockage » montre un aussi un effet hautement significatif ($p=0,48829$).

L'interaction entre le type et la durée de stockage ressort un effet hautement significatif ($p=0,30702$) sur l'indice d'iode de l'huile (tableau XVII). Le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% a regroupé les échantillons dans deux groupes homogènes (A et B) (Annexe 11).

Tableau XV : analyse de la variance de l'indice d'iode.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	2465,364	15	164,358				
VAR.FACTEUR 1	281,913	3	93,971	0,89	0,48829		
VAR.FACTEUR 2	889,323	1	889,323	8,423	0,01936		
VAR.INTER F1*2	449,492	3	149,831	1,419	0,30702		
VAR.RESIDUELLE 1	844,636	8	105,58			10,275	22,15%

NB : facteur1 : durée de stockage ; facteur 2 : type de stockage.

III.2.4.Evolution de l'indice de saponification

La connaissance de l'indice de saponification d'un corps gras nous renseigne sur la longueur de la chaîne carbonée des acides gras constituant le corps gras, ainsi la quantité de potasse nécessaire pour la saponification augmente avec la diminution de la longueur des

chaines d'AG. MILLER et WHITTE (1988) Les résultats d'analyse de cet indice chimique obtenus dans notre étude sont portés dans le tableau XVI.

Tableau XVI : variation des résultats de l'indice de saponification on fonction du type et la durée du stockage.

Durée \ Type	0 jour (frais)	60 jours	90 jours
Soleil	193	159.885	134.64
Lumière		155.677	155.67
Obscurité		144.457	142.26
Réfrigérateur		148.665	155.67
Norme du codex	195.2 - 198		

Ces valeurs sont une moyenne de 02 répétitions

La valeur de cet indice obtenue sur l'huile « élio » à l'état frais n'est pas conforme à la norme du *Codex alimentarius de 1983* ; cette non-conformité pourrait être due à la composition de cette huile analysée dans notre étude. Cette huile peut être un mélange des huiles de soja -tournesol soja ou un mélange soja – palme. La composition en acides gras de l'huile de palme est différente de la composition en acides gras de l'huile de tournesol.

Comme pour l'indice d'iode, l'indice de saponification des échantillons d'huile raffinée de marque «élio» a diminué pour toutes les conditions de stockage (soleil, lumière, réfrigérateur ,obscurité),avec un pourcentage de diminution de 17.15 % , 19.34 % , 25.15 % , 22.97 % respectivement.

Ces valeurs enregistrées sont supérieures à celle obtenue par HAFFAF et LARDJENE qui sont de 2.10%, 1.30%.

Le graphe suivant montre les variations de l'indice de saponification durant le stockage des huiles.

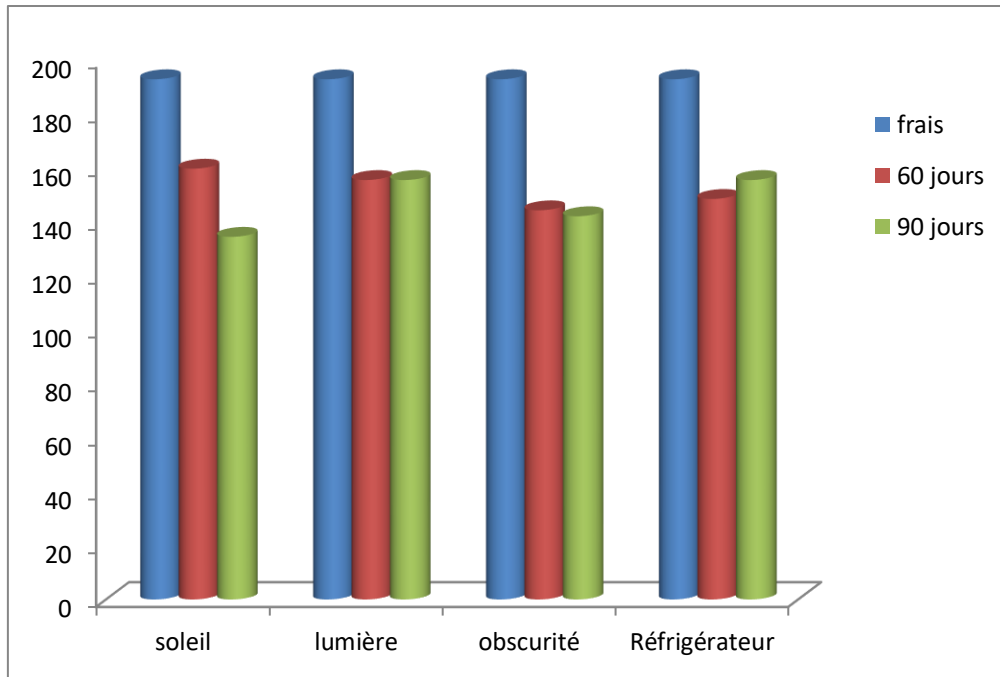


Figure 18 : Evolution de l'indice de saponification des huiles en fonction de la durée et le type de stockage.

Nos résultats ont été soumis à une analyse de la variance à deux facteurs, à savoir le type et la durée de stockage. Il ressort de ce traitement que le facteur « type de stockage » a un effet non significatif ($p = 0,63307$) sur l'indice de saponification de l'huile étudiée, quant à la « durée de stockage » montre aussi un effet non significatif ($p=0,77261$) sur cet indice. (Annexe 12).

Tableau XVII : Analyse de la variance de l'indice de saponification.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	469,873	7	67,125				
VAR.FACTEUR 1	122,693	3	40,898	0,387	0,77261		
VAR.FACTEUR 2	29,751	1	29,751	0,281	0,63307		
VAR.RESIDUELLE 1	317,428	3	105,81			10,286	6,85%

NB : facteur1 : durée de stockage ; facteur 2 : type de stockage.

Conclusion

Les huiles raffinées sont caractérisées par leur richesse en acides gras polyinsaturés et leur carence en molécules anti-oxydantes due au raffinage industriel effectué pendant leur fabrication. Cette sensibilité est accrue lors de la non maîtrise des conditions de leur entreposage.

Dans cette étude, l'huile « élio », mélange de deux huiles, le soja et le tournesol, est réparties en quatre échantillons ; ces derniers sont conservés dans des conditions différentes : au soleil, à la lumière du jour, à l'obscurité et au réfrigérateur ; la durée de stockage est de 2 et 3 mois.

De légères altérations (hydrolyse, peroxydation et un changement de couleur) ont été constatées pour les échantillons stockés au réfrigérateur, à l'obscurité et à la lumière du jour. En revanche, les échantillons stockés sous le soleil sont fortement altérés. Ainsi, la photo-oxydation semble avoir un effet délétère sur les constituants de cette huile. En s'appuyant sur ces résultats, il est conseillé de sensibiliser les commerçants à ne plus exposer ce corps gras, si fragile, aux rayons de soleil durant la saison estivale, notamment.

En perspectives, il est judicieux de compléter cette étude, par le suivi de la teneur en molécules anti-oxydantes, par le dosage de la vitamine E. Sur les huiles à l'état frais, le dosage de la teneur en métaux lourds, tels que le fer et le cuivre, deux métaux de transition jouant un rôle important dans le processus d'oxydation de ces huiles.

A

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.**

D

DOSSIER FONCTIONNALITES DES HUILES Article OCL VOL. 19 N8 2 "Huiles et corps gras végétaux" : ressources fonctionnelles et intérêt nutritionnel mars-avril **2012.**

F

F. CHAIB et A. KHENFER. "Synthèse de biodiesel par la Transestérification des huiles commercialisées "Thèse université d'Ouargla **2013.**

G

GUILLENE, M.D., et GOICOECHE E. (2008). «Toxic Oxygenated α , β Unsaturated Aldehydes and their Study in Foods: A Review».Critical Reviews in Food Science and Nutrition48 (2): 119-36.

H

<https://www.od-journal.org/rf/article/od/full-html/2012/02/od2012192p125/.html>.
<https://www.google.com/search?q=diagramme+de+raffinage+des+huiles+et+bm=ische>

Source.

Information général sur les corps gras: description et nomenclature. Composition et principale altération des corps gras. Ed: ITERG. Rue Monge. PESSAC.**2002**

J

J. GORNAY. 'Transformation par voie thermique de triglycérides et d'acides gras. Application à la valorisation chimique des déchets lipidiques'.Thèse **2006.**

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.**

Jean Graille. (2003) lipides et corps Gras alimentaires. Edition : Tec & Doc, vladimir Tolstoguzov, paris. P p 160-197.

K

K. BENSEGHIER et O. KHAMED. 'Huiles Alimentaire de graines Pinus pinea Extraction et Caractérisation physique-Chimique 'mémoire fin d'étude université de Ouargla **2014.**

K. BOURACHOUCHE et A. BOUDEL. Caractérisation physico-chimique des huiles végétales alimentaire. Mémoire fin d'étude université de Bejaia **2017.**

L

L. FERGUENE. Etude de l'évolution des indices de qualité d'une huile raffinée « Elio » CEVITAL au cours de stockage. Mémoire de fin d'étude de l'université A. Mira **2015.**

Linden et Lorient. Huiles et graisses végétales. In biochimie agro-industriel. Ed: Masson. Paris. Milan. Barcelone. **1994.**

M

M. FRENOT et E. VIERLING. Les lipides. In: Biochimie des aliments: diététique du sujet bien portant. 2ème Ed. France: CRDP d'aquitaine. **2001.**

M. FRENOT et E.VIERLING. Biochimie des aliments. Ed : Dion éditeurs, centre régional de documentation pédagogique d'Aquitaine. Bordeaux **2001.**

N

N. OUIS. Etude chimique et biologique des huiles essentielles de coriandre, fenouil et de persil. Thèse doctorat université Oran **2015.**

R

R. FRANÇOIS. Les industries des corps gras: biochimie-extraction raffinage-nuisances et réglementation. Ed: technique et documentation-Lavoisier. Paris. **1974.**

S

S. HAFRAF et T.LARDJANE. Effet des conditions de stockage sur les caractéristiques physico- chimiques de l'huile « fleurial ».Mémoire de fin d'étude université Mouloud Mammeri TIZI OUZOU. **2018.**

S.HAFFRAF et T.LARDJANE Caractéristiques physico-chimiques de l'huile « Fleurial » .Mémoire de fin d'étude université Mouloud Mammeri Tizi Ouzou **2018.**

SCHAICH, K. M. 2005. «Lipid Oxidation: Theoretical Aspects». In Bailey's Industrial Oil and Fat Products, edited by Shahidi. John Wiley & Sons, Inc, New Jersey: 269-354.

Annexe 01 : Norme codex pour l'huile comestible de tournesol et de soja. Codex alimentarius, (1983)

Définition

L'huile étudiée (Elio) est préparée à partir des grains de tournesol (*Hélianthus annus L*) et des grains de soja, *Glycine max (L)*.

Facteurs essentiels de composition et de qualité

• Critères distinctifs (grain de tournesol)

Densité à 20°C	0,920-0,925
Viscosité à 20°C	51-57
Indice de saponification (mg KOH/g d'huile)	188-193
Indice de réfraction à 20°C	1,474-1,476
Indice d'iode (g I ₂ / 100 g d'huile)	120-134

• Critères distinctifs (grain de soja)

Densité à 20°C	0,921-0,924
Viscosité à 20°C	53-58
Indice de saponification (mg de KOH /g d'huile)	188-195
Indice de réfraction	1,473-1,477
Indice d'iode (g I ₂ / 100 g d'huile)	125-128
Indice d'acide %	0,3-1,8

Annexe 02 :

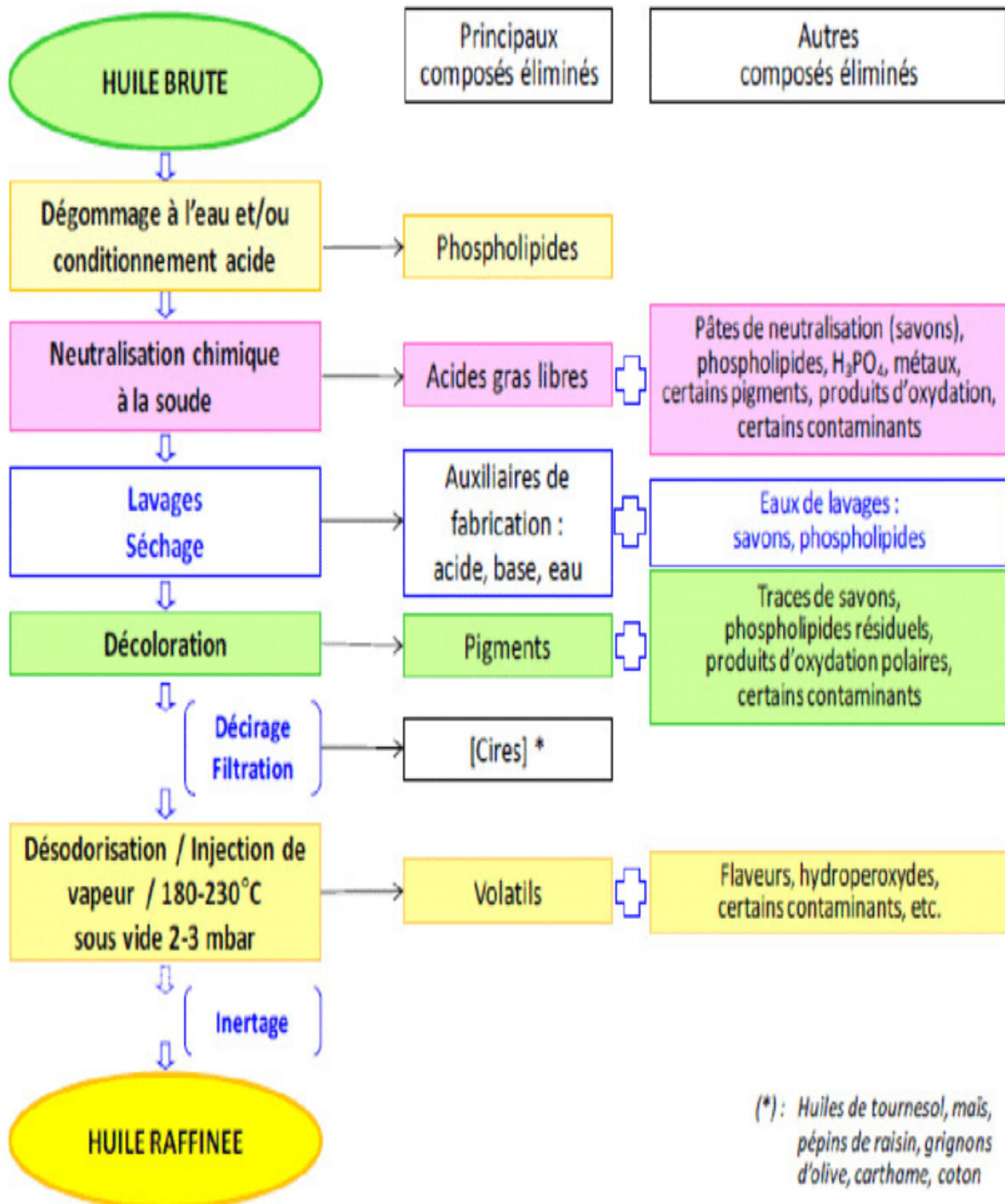


Figure1 : Diagramme du raffinage.

Indices physiques

Annexe 03: Détermination de l'humidité (AFNOR NF T606-201 d'octobre 1984).

➤ Matériel

- Balance analytique avec précision de 0,0001g.
- Bêchers.
- Etuve isotherme réglée à 103 ± 2 °C.
- Dessiccateur contenant un déshydratant (le gel de silice).

➤ Mode opératoire

- Régler l'étuve à 103 ± 2 °C ;
- Sécher un bécher en verre, le refroidir dans un dessiccateur puis le peser (Soit m_0 ce poids) ;
- Peser 5g d'huile dans le bécher (soit m_1 ce poids) ;
- Placer le bécher contenant l'échantillon dans l'étuve pendant 1 heure ;
- Sortir le bécher, le refroidir dans le dessiccateur et peser une autre fois le bécher avec le résidu (soit m_2 son poids).

Annexe 04: Détermination de la densité

➤ Appareillage

- Balance de précision
- fiole de 100ml
- Pipette de 10ml

➤ Mode opératoire

- Prélever à l'aide d'une pipette graduée 20ml d'huile.
- Les verser dans une fiole de 100ml de poids connu.

- Mettre la fiole sur la balance de précision et noter le poids de l'échantillon d'huile.
- Refaire de nouveau l'expérience avec les autres échantillons.
- Refaire de nouveau l'expérience avec de l'eau distillée.

Annexe 05: Détermination de la viscosité

➤ Appareillage

- Viscosimètre à bille
- Chronomètre

➤ Mode opératoire

- Remplir le viscosimètre à bille de l'huile à analysée
- Vérifier l'absence des bulles d'air à l'intérieur de viscosimètre
- Chronométrer le temps nécessaire pour que la bille travers les deux traits indiqués sur le viscosimètre.

Indices chimiques

Annexe 06: Détermination de l'acidité

➤ Appareillages

- Erlenmeyer
- Burette
- Pipette graduée
- Balance analytique
- Agitateur magnétique

➤ Réactifs

- Ethanol 96%.
- Solution d'hydroxyde de potassium dans l'éthanol (0.1N).
- Phénolphaléine : solution 10g/l dans l'éthanol à 96%.

➤ Mode opératoire

- Dissoudre une prise d'essai (10g) dans 50 ml d'éthanol ;

- Ajouter quelques gouttes de la solution de phénolphthaléine ;
- Titrer en agitant avec la solution d'hydroxyde de potassium jusqu'à l'apparition de la couleur rose persistante pendant 10 secondes.
- Déterminer le volume (V) de la solution titrée d'hydroxyde de potassium utilisée.

Annexe 07: Détermination de l'indice de peroxyde (AFNOR NFT60-203)

➤ Appareillages

- Erlenmeyer
- pipette graduée
- Béchers
- Balance analytique
- Burette

➤ Réactifs

- Chloroforme.
- Acide acétique.
- Iodure de potassium : solution (1ml d'eau distillée+ 0.5g d'iodure de potassium) aqueuse saturée juste avant son utilisation.
- Thiosulfate de sodium : solution aqueuse 0.01N.
- Empois d'amidon : solution aqueuse à 1%, récemment préparée à partir d'amidon natif.

➤ Mode opératoire

- Peser 2g d'huile de tournesol dans un ballon ;
- Ajouter 10ml de chloroforme ; puis 15ml d'acide acétique ;
- Additionner 1ml d'iodure de potassium (KI) ;
- Boucher aussitôt le ballon ;

- Agiter le mélange pendant 1 mn, le laisser à l'abri de la lumière pendant 5 mn ;
- Ajouter 75 ml d'eau distillée et quelques gouttes d'empois d'amidon à 1%. La
- coloration bleu noirâtre apparaît ;
- Titrer l'iode libéré jusqu'à décoloration complète avec la solution de thiosulfate de sodium 0.01N en agitant vigoureusement en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré.
- Effectuer de la même façon un essai à blanc.

Annexe 08: Détermination de l'indice d'iode (AFNOR NFT60-203)

➤ Appareillages

- Erlenmeyer
- Bêchers
- Balance analytique
- Pipette
- Agitateur magnétique
- Burette

➤ Réactifs

- Thiosulfate de sodium (0.1N).
- Empois d'amidon (1%).
- Iode alcoolique (0.2N)
- Ethanol à 96%

➤ Mode opératoire

- Peser 0.2g du corps gras dans un ballon
- Ajouter à cette dernière 10ml d'éthanol ; puis 10ml d'iode alcoolique (0.2N) ; et 30ml d'eau distillée.

- Agiter énergiquement pendant 5mn et placer le ballon à l'abri de la lumière pendant 30mn environ ;
- Titrer la solution par le thiosulfate de sodium jusqu'à l'apparition de la coloration jaune ;
- Ajouter à la solution 1ml d'amidon à 1% pour avoir une coloration bleue foncée.
- Continuer à titrer la solution par le thiosulfate de sodium jusqu'à la disparition de la coloration bleue.
- Effectuer de la même façon un essai à blanc.

Annexe 09: Détermination de l'indice de saponification

➤ Appareillages

- Ballon
- Chauffe ballon sous réfrigérant à reflux
- Pipette
- Burette
- Balance analytique

➤ Réactifs

- Acide chlorhydrique en solution 0.5N.
- Potasse en solution 0.5N
- Phénolphthaléine en solution à 1% dans l'alcool éthylique.

➤ Mode opératoire

- Peser 2g d'huile et les introduire dans un ballon à col rodé
- Ajouter 25ml de potasse alcoolique (KOH) à 0.5N ;
- Porter à ébullition sous réfrigérant à reflux (avec un régulateur d'ébullition), pendant une heure, en agitant de temps en temps ;
- Titrer l'excès d'alcalis de KOH avec l'acide chlorhydrique 0.5N en présence de phénolphthaléine jusqu'à la décoloration complète;

•Faire un essai à blanc dans les mêmes conditions.

Annexe 10 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil de 1 % de la viscosité.

facteur1 : durée de stockage ; facteur 2 : type de stockage.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	1331,317	23	57,883				
VAR.FACTEUR 1	202,897	3	67,632	9,235	0,00094		
VAR.FACTEUR 2	678,138	1	678,138	92,595	0		
VAR.INTER F1*2	333,101	3	111,034	15,161	0,00007		
VAR.RESIDUELLE 1	117,18	16	7,324			2,706	6,15%

Annexe 11 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% de l'indice d'iode.

facteur1 : durée de stockage ; facteur 2 : type de stockage.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	2465,364	15	164,358				
VAR.FACTEUR 1	281,913	3	93,971	0,89	0,48829		
VAR.FACTEUR 2	889,323	1	889,323	8,423	0,01936		
VAR.INTER F1*2	449,492	3	149,831	1,419	0,30702		
VAR.RESIDUELLE 1	844,636	8	105,58			10,275	22,15%

Annexe 12 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% de l'indice de saponification.

facteur1 : durée de stockage ; facteur 2 : type de stockage.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	469,873	7	67,125				
VAR.FACTEUR 1	122,693	3	40,898	0,387	0,77261		
VAR.FACTEUR 2	29,751	1	29,751	0,281	0,63307		
VAR.RESIDUELLE 1	317,428	3	105,81			10,286	6,85%

Résumé

Compte tenu de leur composition en acides gras, les huiles à graines raffinées sont susceptibles de s'altérer davantage lors de leur stockage. Les mécanismes oxydatifs sont basés sur des réactions complexes et radicalaires entraînant une perte significative de ce corps gras, tant sur le plan sensoriel (rancidité) que sur le plan nutritionnel (perte d'acides gras polyinsaturés et de vitamine E).

Le contrôle de l'état d'altération de l'huile « Elio » stockée dans différentes conditions est effectué suite à l'analyse de différents marqueurs (indice de peroxyde, indice d'iode ; acidité). Chaque paramètre apporte une information partielle sur l'ampleur de l'altération, mais incapable de prédire par lui-même la stabilité future de l'huile.

Il ressort de notre étude une augmentation qui caractérise quelques paramètres qui nous renseignent sur le degré d'altération de cette huile, on a constaté un effet particulièrement délétère de l'exposition de l'huile au soleil et à la lumière du jour. En effet, les échantillons d'huiles stockés dans ces conditions ont pratiquement perdu la couleur caractérisant l'huile à l'état frais. De plus, ces huiles ont enregistré une forte peroxydation comparativement aux échantillons conservés à l'obscurité.

Mots clés: huile Elio, dégradation oxydative, acides gras polyinsaturés, tocophérols, antioxydants.

Summary

Given their fatty acid composition, refined seed oils are likely to deteriorate further during storage. Oxidative mechanisms are based on complex and radical reactions leading to a significant loss of this fat, both sensory (rancidity) and nutrition (loss of polyunsaturated fatty acids and vitamin E).

The control of the alteration state of the "Elio" oil stored in different conditions is carried out following the analysis of different markers (peroxide number, iodine number, acidity). Each parameter provides partial information on the extent of weathering but is unable to predict the future stability of the oil by itself.

Our study shows an increase that characterizes some parameters that tell us about the degree of alteration of this oil, we found a particularly deleterious effect of the exposure of

the oil to the sun and daylight. Indeed, the oil samples stored under these conditions have virtually lost the color characterizing the oil in the fresh state. In addition, these oils recorded high per oxidation compared to samples stored in the dark.

Key words: Elio oil, oxidative degradation, polyunsaturated fatty acids, tocopherol, antioxidants.

ملخص

ونظراً لتكوين الأحماض الدهنية الخاصة بهم ، فمن المرجح أن تتدهور زيوت البذور المكررة أثناء التخزين. تعتمد الآليات المؤكسدة فقدان الأحماض الدهنية (على تفاعلات معقدة وجذرية تؤدي إلى خسارة كبيرة في هذه الدهون ، سواء الحسية (النتانة) والتغذية E). المتعددة غير المشبعة وفيتامين

المخزن في ظروف مختلفة بعد تحليل العلامات المختلفة (رقم البيروكسيد ، رقم البود ، "Elio" يتم التحكم في حالة تغيير الزيت الحموضة). توفر كل معلمة معلومات جزئية عن مدى التجوية ولكنها غير قادرة على التنبؤ باستقرار النفط في المستقبل بنفسه. توضح دراستنا زيادة تميز بعض البارامترات التي تخبرنا عن درجة تغير هذا الزيت ، وجدنا تأثيراً ضاراً بشكل خاص لتعرض الزيت للشمس وضوء النهار. في الواقع ، فقدت عينات الزيت المخزنة في ظل هذه الظروف اللون الذي يميز الزيت في حالة جديدة. بالإضافة إلى ذلك ، سجلت هذه الزيوت بيروكسيد عالي مقارنة بالعينات المخزنة في الظلام

.الكلمات المفتاحية: زيت إيليو ، التحلل التأكسدي ، الأحماض الدهنية المتعددة غير المشبعة ، توكوفيرول ، مضادات الأكسدة