
UNIVERSITE DU MALI

Faculté de Médecine de Pharmacie
Et d'Odonto-Stomatologie (F.M.P.O.S.)

Année académique 2001-2002

Thèse n° 17

Sujet :

**ETUDE DE LA CONFORMITE DES PARAMETRES PHYSICO-CHIMIQUES
DES HUILES VEGETALES ANALYSEES AU LABORATOIRE NATIONAL
DE LA SANTE**
Année 2000-2001

THESE

Présentée et soutenue publique le.....

Devant la Faculté de Médecine de Pharmacie

Et d'Odonto-Stomatologie

Par AKPELE Alain CYR

Pour Obtenir le grade de Docteur en Pharmacie

(Diplôme d'Etat)

Jury

Président : Pr. Gaoussou KANOUTE
Membre : Mr. TRAORE Mamadou
Membre : Pr. Moussa HARAMA
Directeur : Pr. Ousmane DOUMBIA

FACULTE DE MEDECINE, DE PHARMACIE ET D'ODONTO-STOMATOLOGIE
ANNEE UNIVERSITAIRE 2001 - 2002

ADMINISTRATION

DOYEN : MOUSSA TRAORE - PROFESSEUR

1^{ER} ASSESSEUR : AROUNA KEITA † MAITRE DE CONFERENCES AGREGE

2^{EME} ASSESSEUR : ALHOUSSEYNI AG MOHAMED - MAITRE DE CONFERENCES AGREGE

SECRETAIRE PRINCIPAL YENIMEGUE ALBERT DEMBELE - MAITRE DE CONFERENCES AGREGE

AGENT COMPTABLE : YEHIHA HIMINE MAIGA - CONTROLEUR DE TRESOR

LES PROFESSEURS HONORAIRES

Mr Aliou BA	Ophthalmologie
Mr Bocar SALL	Orthopédie Traumatologie - Secourisme
Mr Souleymane SANGARE	Pneumo-phtisiologie
Mr Yaya FOFANA	Hématologie
Mr Mamadou L. TRAORE	Chirurgie Générale
Mr Balla COULIBALY	Pédiatrie
Mr Mamadou DEMBELE	Chirurgie Générale
Mr Mamadou KOUMARE	Pharmacognosie
Mr Mohamed TOURE	Pédiatrie
Mr Ali Nouhoum DIALLO	Médecine interne
Mr Aly GUINDO	Gastro-Entérologie

LISTE DU PERSONNEL ENSEIGNANT PAR D.E.R. & PAR GRADE

D.E.R. CHIRURGIE ET SPECIALITES CHIRURGICALES

1. PROFESSEURS

Mr Abdel Karim KOUMARE	Chirurgie Générale
Mr Sambou SOUMARE	Chirurgie Générale
Mr Abdou Alassane TOURE	Orthopédie - Traumatologie, Chef de D.E.R.
Mr Kalitou OUATTARA	Urologie

2. MAITRES DE CONFERENCES AGREGES

Mr Amadou DOLO	Gynéco-Obstétrique
Mr Djibril SANGARE	Chirurgie Générale
Mr Abdel Kader TRAORE Dit DIOP	Chirurgie Générale
Mr Alhousseini Ag MOHAMED	O.R.L.
Mr Abdoulaye DIALLO	Anesthésie - Réanimation
Mr Gangaly DIALLO	Chirurgie Viscérale

3. MAITRES DE CONFERENCES

Mme SY Aïssata SOW	Gynéco-Obstétrique
Mr Salif DIAKITE	Gynéco-Obstétrique

4. MAITRES ASSISTANTS

Mme DIALLO Fatimata S. DIABATE	Gynéco-Obstétrique
Mr. Mamadou TRAORE	Gynéco-Obstétrique
Mr Sadio YENA	Chirurgie Générale

5. ASSISTANTS CHEF DE CLINIQUE

Mr Abdoulaye DIALLO	Ophthalmologie
Mr Mamadou L. DIOMBANA	Stomatologie
Mr Sékou SIDIBE	Orthopédie - Traumatologie
Mr Abdoulaye DIALLO	Anesthésie - Réanimation
Mr Filifing SISSOKO	Chirurgie Générale
Mr Tiéman COULIBALY	Orthopédie - Traumatologie
Mme TRAORE J. THOMAS	Ophthalmologie
Mr Nouhoum ONGOIBA	Anatomie & Chirurgie Générale
Mr Zanafon OUATTARA	Urologie
Mr Zimogo Zié SANOGO	Chirurgie Générale
Mr Adama SANGARE	Orthopédie - Traumatologie
Mr Youssouf COULIBALY	Anesthésie - Réanimation
Mr Samba Karim TIMBO	ORL
Mme TOGOLA Fanta KONIPO	ORL
Mr Sanoussi BAMANI	Ophthalmologie
Mr Doulaye SACKO	Ophthalmologie
Mr Issa DIARRA	Gynéco-obstétrique
Mr Ibrahim ALWATA	Orthopédie - Traumatologie

D.E.R. DE SCIENCES FONDAMENTALES

1. PROFESSEURS

Mr Daouda DIALLO	Chimie Générale & Minérale
Mr Bréhima KOUMARE	Bactériologie-Virologie
Mr Siné BAYO	Anatomie-Pathologie-Histoembryologie
Mr Gaoussou KANOUTE	Chimie analytique
Mr Yéya T. TOURE	Biologie
Mr Amadou DIALLO	Biologie Chef de D.E.R.
Mr Moussa HARAMA	Chimie Organique
Mr Ogobara DOUMBO	Parasitologie - Mycologie

2. MAITRES DE CONFERENCES AGREGES

Mr Yénimégué Albert DEMBELE	Chimie Organique
Mr Anatole TOUNKARA	Immunologie
Mr Amadou TOURE	Histoembryologie

3. MAITRES DE CONFERENCES

Mr Bakary M. CISSE	Biochimie
Mr Abdrahamane S. MAIGA	Parasitologie
Mr Adama DIARRA	Physiologie
Mr Mamadou KONE	Physiologie

4. MAITRES ASSISTANTS

Mr Mahamadou CISSE	Biologie
Mr Sékou F.M. TRAORE	Entomologie médicale
Mr Abdoulaye DABO	Malacologie, Biologie Animale
Mr Abdrahamane TOUNKARA	Biochimie
Mr Ibrahim I. MAIGA	Bactériologie - Virologie
Mr Benoît KOUMARE	Chimie Analytique
Mr Moussa Issa DIARRA	Biophysique
Mr Amagana DOLO	Parasitologie
Mr Kaourou DOUCOURE	Biologie

5. ASSISTANTS

Mr Mounirou BABY	Hématologie
Mr Mahamadou A. THERA	Parasitologie

D.E.R. DE MEDECINE ET SPECIALITES MEDICALES

1. PROFESSEURS

Mr Abdoulaye Ag RHALY	Médecine Interne
Mr Mamadou K. TOURE	Cardiologie
Mr Mahamane MAIGA	Néphrologie
Mr Baba KOUMARE	Psychiatrie, Chef de DER
Mr Moussa TRAORE	Neurologie
Mr Issa TRAORE	Radiologie
Mr Mamadou M. KEITA	Pédiatrie
Mr Hamar A. TRAORE	Médecine Interne

2. MAITRES DE CONFERENCES AGREGES

Mr Toumani SIDIBE	Pédiatrie
Mr Bah KEITA	Pneumo-Phtisiologie
Mr Boubacar DIALLO	Cardiologie
Mr Dapa Aly DIALLO	Hématologie
Mr Somita KEITA	Dermato-Leprologie
Mr Moussa Y. MAIGA	Gastro-entérologie
Mr Abdel Kader TRAORE	Médecine Interne

3. MAITRES ASSISTANTS

Mr Mamadou DEMBELE	Médecine Interne
Mr Mamady KANE	Radiologie
Mme Tatiana KEITA	Pédiatrie
Mr Diankiné KAYENTAO	Pneumo-Phtisiologie
Mme TRAORE Mariam SYLLA	Pédiatrie
Mr Siaka SIDIBE	Radiologie
Mr Adama D. KEITA	Radiologie

4. ASSISTANTS CHEFS DE CLINIQUE

Mr Bou DIAKITE	Psychiatrie
Mr Bougouzié SANOGO	Gastro-entérologie
Mr Saharé FONGORO	Néphrologie
Mr Bakoroba COULIBALY	Psychiatrie
Mr Kassoum SANOGO	Cardiologie
Mr Seydou DIAKITE	Cardiologie
Mme Habibatou DIAWARA	Dermatologie
Mr Mamadou B. CISSE	Pédiatrie
Mr Arouna TOGORA	Psychiatrie
Mme SIDIBE Assa TRAORE	Endocrinologie

5. ASSISTANT

Mr Cheick Oumar GUINTO	Neurologie
------------------------	------------

D.E.R. DES SCIENCES PHARMACEUTIQUES

1. PROFESSEUR

Mr Boubacar Sidiki CISSE Toxicologie

2. MAITRES DE CONFERENCES AGREGES

Mr Arouna KEITA † Matière Médicale
Mr Ousmane DOUMBIA Pharmacie Chimique
Mr Flabou BOUGOUDOGO Bactériologie - Virologie

3. MAITRES DE CONFERENCES

Mr Boukassoum HAIDARA Législation
Mr Elimane MARIKO Pharmacologie, Chef de D.E.R.
Mr Massa SANOGO Chimie Analytique

4. MAITRES ASSISTANTS

Mr Drissa DIALLO Matières Médicales
Mr Alou KEITA Galénique
Mr Ababacar I. MAIGA Toxicologie
Mr Yaya KANE Galénique

D.E.R. DE SANTE PUBLIQUE

1. PROFESSEUR

Mr Sidi Yaya SIMAGA Santé Publique, Chef de D.E.R.

2. MAITRE DE CONFERENCES AGREGE

Mr Moussa A. MAIGA Santé Publique

3. MAITRES DE CONFERENCES

Mr Yanick JAFFRE Anthropologie
Mr Sanoussi KONATE Santé Publique

4. MAITRES ASSISTANTS

Mr Bocar G. TOURE Santé Publique
Mr Adama DIAWARA Santé Publique
Mr Hamadoun SANGHO Santé Publique
Mr Massambou SACKO Santé Publique

- A mes sœurs et frères

Brigitte, Ange, Serge, Hervé, Jean Yves, Nicaise, Rosine ; ce travail est l'aboutissement de plusieurs années d'éducation. Je vous l'offre sur un plateau garni.

Considérer le comme le vôtre.

- A ma petite sœur Sandrine

Toi à qui la maladie a soustrait des biens faits de la bonne santé, saches que nous t'aimons tous et que Dieu veille sur toi.

- A mes cousins et cousines

Le lien de sang est sacré

- A mes neveux et nièces

Je vous aime tous

- A mes amis (es)

Yassi Dui Eric, Karamoko TOURE, Makan SIDIBE, Nathalie GRAH, Patricia N'DFLI, Mariétou TRAORE , Carmelle SCHOLLA, Marianne AMEHOUM, Alioun BEYE, Moussa KOUYATE, Fatoumata KOMOU, Zabaou MODIELI, Balkissa, Nfali DIARASSOUBA, Fatou SANGARE, Fatou DIARASSOUBA, Esther BITIE, Nafissatou BENGELIOM.

Pour la complicité partagée, les moments difficiles et agréables passés ensemble.

- A toute la communauté Ivoirienne du Mali et singulièrement celle de la faculté de Médecine, Pharmacie et d'Odontomatologie.

Ce travail est aussi le vôtre, veuillez l'accepter.

NOTRE PROFONDE GRATITUDE

- Aux Autorités maliennes

- Au corps professoral

- A la direction de la Faculté de Médecine, Pharmacie et d'Odonto-stomatologie du Mali,

Pour avoir accepté de nous recevoir et d'assurer notre formation.

- A toute la famille SIDIBE

Vous ne me connaissiez pas, pourtant vous m'aviez accueilli chez vous les bras ouverts et m'aviez beaucoup aidé pour mon intégration. En acceptant d'être mes tuteurs, vous ne m'aviez pas seulement offert gîte et couvert, mais surtout une nouvelle famille.

- A toute la famille du Dr DIALLO Abdoulaye

Vous aviez voulu que je poursuive mes études au Mali ; vos conseils, votre aide efficace et bienveillante m'ont été d'un précieux secours pour mener à bien mes études de pharmacie avec succès.

Trouvez ici l'expression de mon attachement et de ma profonde gratitude.

- A Monsieur KONE Moussa

A chacune de nos sollicitations, vous avez su répondre avec efficacité et beaucoup d'attention.

Soyez assuré de notre profond attachement.

- A Monsieur KONE Moussa

A chacune de nos sollicitations, vous avez su répondre avec efficacité et beaucoup d'attention.

Soyez assuré de notre profond attachement.

- Au Dr DIALL Moussa

En m'acceptant dans votre Officine, vous m'aviez permis d'avoir une certaine stabilité pour la réalisation de ce travail.

Soyez en remercier.

- Au Dr DIARRA Moussa Issa

La réussite de ce travail est aussi la vôtre.

Malgré vos nombreuses occupations, vous n'avez ménagé aucun effort pour votre apport à ce travail.

Je vous en suis très reconnaissant.

- A Monsieur SOUMAHORO

Vous m'avez considéré comme votre jeune frère en m'apportant votre soutien moral, matériel et vos encouragements. Soyez assuré de ma réelle reconnaissance.

- A Madame SOW Annie DEMBULE

Sans vous que serait ce travail.

Tout au long de ce travail, vous avez montré votre grande disponibilité et avez fait preuve de professionnalisme.

Soyez assurés de mon infini remerciement.

REMERCIEMENTS

- A tout le personnel du Laboratoire National de la Santé, pour sa collaboration et sa sympathie
- A tout le personnel de la bibliothèque de la FMPOS
- A tout le personnel du Centre de documentation de la Direction Nationale des Industries.
- A tout le personnel du Centre de documentation de la F.A.O.
- A tout le personnel du Centre de documentation de l'Institut d'Economie Rural
- A tous les enseignants de la Faculté de Médecine, de Pharmacie et d'Odontostomatologie pour toutes ces connaissances que nous avons acquises.
- A toute la famille GUIDO à Baco-Djicoronie
- A toute la famille KONATE à Baco-Djicoronie
- A la famille DIA à Djélibougou
- A tout le peuple Malien pour votre hospitalité
- A mes collègues et camarades de promotion
- A tous ceux auxquels je pense et que je ne cite nommément
- A toutes les communautés étrangères de la Faculté de Médecine, de Pharmacie et d'Odonto-Stomatologie pour la franche collaboration.

ABREVIATIONS

LNS = Laboratoire National de la Santé

DGRC = Direction Générale de la réglementation et du contrôle

ABREVIATIONS

LNS	= Laboratoire National de la Santé
DGRC	= Direction Générale de la réglementation et du contrôle
%	= pour cent
°C	= degré celsius
T.G.	= Triglycéride
CYP	= Cyclopropénique
mg	= milligramme
g	= gramme
AG	= Acide gras
C.P.G	= chromatographie en phase gazeuse
HPLC	= Chromatographie Liquide Haute performance
C	= Carbone
O₂	= Oxygène
PE	= prise d'essai
Max	= maximum
Kg	= kilogramme
Méq	= milliequivalent
m/m	= masse par masse
KOH	= hydroxyde de potassium
±	= plus ou moins
<	= inférieur
>	= supérieur
≤	= inférieur ou égal
≥	= supérieur ou égal
ml	= millilitre
v/v	= volume par volume
N	= Normalité
s	= seconde
v	= volume
c	= concentration
m	= masse

l	= litre
mol	= mole
mol/l	= mole par litre
min	= minute
KI	= iodure de potassium
CI	= Côte d'Ivoire
DNCC	= Direction Nationale du Commerce et de la Concurrence
AS.CO.MA.	= Association des Consommateurs Maliens
ADAC-Mali	= Association pour la défense et l'assistance des consommateurs du Mali
ADSCOMA	= Association pour la défense de la santé des consommateurs du Mali
N°	= numéro
Ech	= échantillon

SOMMAIRE

1-INTRODUCTION

1

1^{ère} Partie Généralité

1- Historique du contrôle des aliments	6
2 - Rappel Historique des corps gras	10
3 - Les huiles alimentaires	12
4 - Méthode analytique des huiles	40
5 - <i>Détermination des différents paramètres</i>	45

2^{ème} Partie Travaux Personnels

METHODOLOGIE

1-Echantillonnage	57
2-Période d'étude	57
4-Documents exploités	58
5-Lieu de l'étude et échantillon	58
6-Méthode analytique	58
7-Matériels	59
8-Réactifs	59
9-Validation de détermination des différents paramètres	59

RESULTATS

1-Résultats des analyses effectuées au LNS au cours de l'année 2000	60
2- Résultats des analyses effectuées au LNS au cours de l'année 2001	62

COMMENTAIRES ET DISCUSSIONS

1-Insuffisance de l'étude et contrainte	70
1.1.Echantillonnage	70
1.2. Choix des paramètres	71
1.3. Les normes	72
2- Interprétation des résultats	72
2.1.pour l'année 2000	72
2.2. pour l'année 2001	77
3-Synthèse	80

CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS

1-Conclusion	85
2-Recommandations	86
BIBLIOGRAPHIE	89

ANNEXES

INTRODUCTION

Les problèmes rapidement croissants, notamment les pertes dues aux rejets par certains pays importateurs de denrées alimentaires et l'augmentation de maladies causées par la consommation d'aliment malsain qui se posent à toutes les nations depuis l'ère de la révolution industrielle et en particulier aux pays en développement, forcent les gouvernements à reconnaître que les lois alimentaires, les programmes de contrôle des aliments ainsi que les infrastructures de contrôle sont plus que jamais nécessaires. En fait, ils sont essentiels aux succès de certains programmes économiques et sociaux (10).

Les pays qui ne sont pas dotés d'un système efficace de contrôle des aliments ne sont ni à même d'assurer un approvisionnement de produits alimentaires sains et sans danger, ni en mesure de se procurer des devises par l'augmentation de leurs exportations de denrées alimentaires ou encore de se protéger contre les pertes provoquées par l'écoulement de denrées de qualité inférieures ou impropres à la consommation (6).

Bien qu'initialement la qualité des aliments en vente ne fasse l'objet d'aucun doute, on peut cependant au cours des mauvaises conditions de conservation et de stockage, observer une variation de la stabilité du produit alimentaire avec pour conséquence finale une denrée de qualité inférieure ou impropre à la consommation.(5)

La plupart des pays, surtout ceux en développement, cherchent à élargir leurs marchés tant intérieurs qu'extérieur et à s'approvisionner en denrées de bonne qualité. C'est dans ce souci que le Mali s'est doté d'un système de normalisation et des structures de contrôle de la qualité des aliments.

Contexte National

Le Mali, comme certains pays en développement, dans une dynamique de sauvegarde de la santé des consommateurs et d'assurer la loyauté des pratiques dans le commerce des produits alimentaires, s'est doté d'un système national de contrôle de qualité dont les trois départements à charge de cette politique sont le Ministère de la santé (MS), le Ministère du Développement rural (MDR) et le Ministère de l'Industrie du Commerce et du Transport (MICT) puis d'un système National de Normalisation.

*** Système National de contrôle de qualité**

comprend :

- Le MS, le MDR, le MICA qui sont des services chargés de mettre en place les politiques en question
- Les structures de contrôle qui comprennent,
 - les laboratoires de références d'analyse : LNS (Laboratoire National de la Santé), LCV (Laboratoire Central Vétérinaire), le Laboratoire de Technologie/Bromatologie de l'INRSP, le Laboratoire de Technologie alimentaire de SOTUBA.
 - Les services d'inspection : Direction Générale de la Réglementation et du Contrôle (DGRC), la Direction de l'Hygiène Publique et Salubrité (DHPS), la Direction Nationale du Commerce et de la Concurrence (DNCC).

* Système National de Normalisation

Le monde alimentaire a vécu et vit encore les problèmes de la vache folle , des organismes génétiquement modifiés (OGM), des poulets à la dioxine, des boissons contaminées par un vieux stock de dioxyde de carbone.

Au Mali, une bataille économique-sanitaire s'articule autour du Bromate de potassium ($KBrO_3$) depuis quelques mois ; il faut aussi noter le problème lié aux dates de péremption d'un stock de jus de fruits de la société Mali-Lait sa, le problème des additifs alimentaires dont on ne dispose pas encore de statistique concernant leurs entrées au Mali.

A titre conservatoire, le Mali a pris une décision interdisant l'importation de viande bovine et produits dérivés, des farines animales, de sang et d'os, de bovins vivants, d'ovules et d'embryons de bovin (Arrêté interministériel n°003445/MDR-MEF du 21 décembre 2000).

L'accord sanitaire et phyto-sanitaire (SPS) de l'organisation Mondiale du Commerce (OMC) encourage les gouvernements à adopter des mesures SPS nationales compatibles avec les normes, directives et recommandation internationales. L'élaboration de normes nationales garantirait alors la qualité des produits alimentaires et permettraient aux structures de contrôle de bien mener leurs activités de suivi et de contrôle. Pour ces raisons, un système National de normalisation fût crée avec pour objectif principal, l'élaboration de normes nationales dont celles des denrées alimentaires, par les Comités Techniques notamment ceux des denrées alimentaires de la DNI, DGRC et DNCC en collaboration avec les Laboratoires de référence LNS et LCV. En amont de cette politique, une consultation a été demandé à l'OMS

(Organisation Mondiale de la Santé) par le Ministère de la Santé (MS) en Août 2001 et s'est effectuée en deux mois (décembre et janvier), pour répondre à un besoin d'élaboration d'avant projet de normes de qualité de produits alimentaires, dans un souci de sécurité alimentaire, afin de disposer au Mali d'un outil contraignant sous forme de normes homologuées à caractère obligatoire.

Toutefois, notons que quelques études ont été réalisées dans ce domaine afin d'apprécier la qualité des aliments ; mais celles-ci demeurent largement insuffisante compte tenu du nombre sans cesse croissant de denrées produites localement ou entrant sur le Territoire national.

On peut citer :

- ◊ en 1973, la thèse de FOFANA A. (14)
- ◊ en 1992 la thèse de DOUMBIA A. (11)
- ◊ en 1995, la thèse de MAIGA A.H (16)
- ◊ en 2000 la thèse de SINDY B. (23)

Cependant les matières grasses qui constituent l'une des principales denrées les plus consommées n'ont pas fait l'objet d'études particulières au L.N.S. De ce fait nous avons jugé utile de mener une étude retro-prospective des résultats d'analyse des principales huiles les plus consommées dans le district de Bamako de 2000 à 2001. Pour ce faire, les objectifs fixés sont les suivants :

-
-
-
-
-

Objectif général:

Evaluer la conformité des paramètres physico-chimiques des huiles végétales importées et produites au Mali par rapport à la norme.

Objectifs spécifiques:

- ◇ Exploiter les résultats d'analyse des huiles en l'an 2000
- ◇ Contrôler les paramètres physico-chimiques prévus par les normes du Codex alimentarius
- ◇ Faire une appréciation de la qualité Sanitaire des huiles alimentaires.
- ◇ Faire des recommandations en vue d'une meilleure protection des consommateurs maliens.

1^{ère} Partie

GENERALITES

1- HISTORIQUE DU CONTROLE DES ALIMENTS

1-1- LES ORIGINES

L'origine du droit alimentaire remonte aux sociétés les plus primitives avec les lois de Moïse, qui contiennent des ordonnances interdisant la consommation de « bêtes mortes ou déchirées » et qui réglementent les poids et mesures pour les aliments et divers produits de commerce (10).

Au VII^e siècle à Athènes, on procédait au contrôle de la bière et l'inspection des vins en vue d'assurer la pureté et la salubrité de ces produits.

Les premières lois alimentaires furent établies non pas pour protéger la santé publique, mais pour protéger les acheteurs contre la fraude (10).

1-2- LE MOYEN AGE

Cette époque fût marquée par la constitution des corporations dans un certain nombre de communautés, qui exercèrent une forte influence sur la réglementation du commerce. Ces associations de marchands spécialisés avaient pour but de contrôler et de surveiller l'honnêteté et l'intégrité de leurs membres ainsi que la qualité de leurs produits (10). Des règlements furent donc élaborés aux XIII^e et XIV^e siècle pour prévenir l'adulteration des denrées alimentaires.

A titre d'exemple on peut citer :

⇒ « Assize of bread » : réglementation anglo-saxonne sous le Roi Jean en Angleterre (1202) qui punit les boulangers fabriquant du mauvais pain.

⇒ Le « Livre des métiers » : document Français (1268) qui définit un code des pratiques des divers corporations de Paris. Il énumère toute une série de dispositions protégeant les intérêts matériels et la santé du consommateur, tout en assurant la bonne réputation des corps de métiers.

1-3- DE LA REVOLUTION INDUSTRIELLE AU XIX SIECLE

La révolution industrielle fut une période d'expansion dans plusieurs domaines, ce qui n'alla pas sans exercer de profondes répercussions sur les services de contrôle des aliments. En effet le passage de la société rurale à la société urbaine et la transformation de l'artisanat familial en système industriel, mirent à rude épreuve les systèmes de production et de distributions alimentaires (10).

Cette époque soulèvera de nombreux problèmes de santé publique et de pauvreté, engendrant des conditions de vie épouvantables. Des demandes donc de réformes et d'amélioration du contrôle en matière de santé publique étaient fréquentes ainsi que d'autres revendications réclamant des contrôles identiques sur le ravitaillement insuffisant en produits alimentaires de base dans les centres industriels surpeuplés et malsains. Ainsi,

⇒ Le « Traité de l'adultération des aliments et des poisons culinaires » de Friederich Accum (Angleterre 1820) mit en lumière les pratiques frauduleuses qui menaçaient la santé publique,

⇒En 1860. En Angleterre, promulgation de la première loi générale moderne sur l'alimentation intitulée « La prévention de l'adulteration des aliments et des boissons »,

⇒En 1810 la France englobe certains délits dans son code pénal,

⇒Des lois similaires firent leur apparition au Canada, en Belgique, en Allemagne, en Italie, en Autriche et en Scandinave. L'élément majeur à l'actif de cette période fut la reconnaissance du besoin et de l'importance de l'analyste alimentaire. Ainsi, avec la loi alimentaire et l'analyste officiel, deux des exigences principales des services de contrôle étaient remplies. Il manquait une troisième; indispensable pour assurer un service total: des méthodes fiables d'inspection et d'échantillonnage.

1-4- Le XX^e siècle

Le XX^e siècle a réalisé des progrès remarquables dans tous les domaines de la technologie alimentaire et cette évolution a exigée une plus grande souplesse des contrôles officiels en vue de protéger efficacement le consommateur contre des risques nouveaux et de favoriser le développement du commerce des vivres. En effet, une loi trop rigide peut étouffer l'entreprise (5). C'est ainsi que plusieurs pays avancés et quelques nations nouvellement constituées ont entièrement révisé et mis à jour leur législation. Cas de la Suède, la République Fédérale d'Allemagne....(10).

Les lois alimentaires modernes sont donc plus précises dans leur application, plus spécifiques et plus complètes quant à leur teneur et prenant en compte le contexte international.

1-5- PAYS EN DEVELOPPEMENT

Par contraste avec l'essor ininterrompu du contrôle des aliments et de la prospérité du commerce dans les pays industrialisés depuis la révolution industrielle, la situation est restée relativement stationnaire dans de nombreux pays en développement, notamment en Afrique (10). Le contrôle alimentaire était inconnu dans la plupart des régions. Les lois alimentaires demeurèrent insignifiantes en Afrique jusqu'à la seconde moitié du XX^e siècle. Les Etats qui commencèrent à accéder à l'indépendance vers la fin des années 1950 furent influencés dans plusieurs domaines, notamment celui du contrôle des aliments par les pays Européens auxquels ils avaient été étroitement associés. Ainsi les territoires français avaient adopté une réglementation française sur l'alimentation ; les territoires britanniques suivirent les procédures anglaises et ainsi de suite. Mais la législation dont avaient adopté la plupart des états au moment de leur accession à l'indépendance se trouva rapidement dépassé du fait des progrès spectaculaires réalisés par l'industrie alimentaire. Il faut aussi noter que les pays en développement affrontent des problèmes graves tels, la forte pénurie de personnel qualifié ou compétent, l'inexistence de cadres locaux capables d'élaborer des lois alimentaires adaptées au contexte national, l'inexistence de personnel scientifique ou technique pour l'analyse des aliments, leur échantillonnage et leur inspection efficace. Notons aussi un manque de matériel et d'équipement (10,14).

1-6- LA SITUATION INTERNATIONALE

La nécessité d'améliorer la santé publique et le contrôle alimentaire se fit plus urgente lorsque de grandes concentrations humaines quittèrent les zones rurales pour s'installer dans des centres à expansion rapide. Ainsi plusieurs congrès internationaux furent organisés sous l'égide de la FAO et de l'OMS et aboutirent à la création en 1962 d'un programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires et d'un organe subsidiaire mixte : « La Commission du codex alimentarius » chargée d'élaborer les normes alimentaires internationales à travers le monde (10).

2- RAPPEL HISTORIQUE DES CORPS GRAS

2-1- AVANT CHEVREUL

Depuis que l'homme a une histoire, nous savons qu'il a montré de l'intérêt pour les lipides. L'homme préhistorique s'avait isoler les huiles et les graisses à des fins divers. Par exemple, il s'éclairait en brûlant des graisses extraites des graines et des animaux. Les anciens savaient clairement différencier les propriétés des différents corps gras. Ainsi l'huile extraite des pieds de bœuf qui a la propriété de rester liquide aux basses températures est utilisée comme lubrifiant alors que le suif extrait des autres parties de l'animal se présente sous forme solide et ne peut répondre à cet usage. Il faut attendre la fin du XVIII^e siècle pour voir les débuts de la connaissance chimique des corps gras avec les travaux de OTTO TACHEN, le Pharmacien Suédois SCHEELE et VOGEL de l'école de pharmacie de Paris (1805) (18).

2-2- DE CHEVREUL A NOS JOURS

CHEVREUL fut celui qui fit progresser la connaissance des corps gras d'une façon décisive avec ces travaux sur un savon préparé à partir de graisse de porc et de potasse en 1813 (18). De la solution savonneuse suffisamment diluée, il isole une matière sucrée qu'il nomme glycérine (principe doux mis en évidence auparavant par le pharmacien Suédois SCHEELE) et une substance qui est une sorte d'acide. Il conclut donc que les corps gras (huiles et les graisses) sont des mélanges de combinaisons de la glycérine avec les acides. De là, plusieurs travaux sont menés par d'autres chercheurs notamment:

- ◊ PELOUZE démontre que la glycérine est un alcool (1836),
- ◊ Marcelin BERTHELOT montre dans son mémoire que la glycérine peut se combiner avec un, deux, trois « équivalents » acides (1854),
- ◊ WURTZ (1855) dont les études conduisaient à reconnaître trois fonctions alcool dans la glycérine,
- ◊ HUBL (1884) mis au point la méthode pour déterminer le degré d'insaturation des acides gras par mesure des quantités d'iode fixées.

Ainsi, à la fin du XIX^e siècle l'essentiel sur la constitution, la structure des corps gras est connu.

3- LES HUILES ALIMENTAIRES

3-1- DEFINITION D'UNE HUILE

Selon le petit LAROUSSE, une huile est un produit d'origine animale ou végétale, fluide à la température ordinaire et constitué par un mélange de glycérides (9).

Tenant compte du mode d'obtention et du traitement, on peut distinguer deux types d'huiles (17):

- ◊ Huile vierge de : définit comme le produit d'une seule variété de graine ou de fruit obtenu par des procédés mécaniques, n'ayant subi aucun traitement chimique, ni raffinage.
- ◊ Huile de : définit comme le produit d'une seule variété de graine ou de fruit et ayant subi un traitement de raffinage.

3-2- MATIERES PREMIERES UTILISEES POUR L'OBTENTION D'UNE HUILE

3-2-1- Huile de coton

Obtenue à partir de la graine du cotonnier (Gossypium hirsutum) entourée d'une coque à l'intérieur de laquelle se trouve l'amande constituée par l'embryon et l'albumen qui disparaît à maturité. C'est dans cette amande que se sont accumulées les réserves lipidiques et protéiques importantes qui font du cotonnier une plante alimentaire(18;21).

3-2-2- Huile de palme

L'huile de palme est extraite à partir de la pulpe des fruits produits par le palmier à huile (Elaeis guineensis). Cette pulpe renferme (sur poids frais) 40 à 60% d'huile de palme (18).

3-2-3- Huile d'arachide

Elle est extraite de la graine de l'arachide (Arachis hypogaea). Cette graine est contenue dans une gousse (fruit) composée d'une coque cellulosique et dont le nombre peut aller jusqu'à quatre. C'est l'élément important par sa richesse en huile ($\approx 50\%$) et en protéine ($\approx 25\%$) (18;21).

3-3- PROCEDES D'OBTENTION D'UNE HUILE ALIMENTAIRE

3-3-1- Production d'huile végétale en milieu rural

En milieu rural, l'extraction de l'huile se fait généralement à proximité des zones de production de la matière première. Pour conserver la qualité de cette matière première, on procède avec grand soin pendant et après la récolte des matières oléagineuses qui sont périssables et vulnérables à la décomposition des lipides (24).

◊ Traitement thermique : cuisson à la vapeur ou ébullition

◊ Séchage au soleil pour réduire la teneur en eau

Entreposage

En zone rurale, le séchage au soleil ramène à moins de 10% la teneur en eau des graines oléagineuses (24). Lors de l'entreposage, on procède à une

ventilation ou aération adéquate pour garantir le maintien d'un bon niveau d'humidité et éviter tout développement microbien.

Prétraitement

La première opération après récolte comporte la stérilisation et le traitement thermique qui inactivent les enzymes lipolytiques et facilitent la transformation en pulpe du mésocarpe pour l'extraction de l'huile, au moyen d'un mortier et d'un pilon ou d'un digesteur mécanique.

Le décortiquage

Il se fait souvent à la main ou au moyen de petites décortiqueuses mécaniques pour séparer la fraction oléifère de la partie qui n'a aucune valeur. On procède ensuite par grillage pour liquéfier l'huile dans la cellule végétale et en faciliter la libération pendant l'extraction. Pour maximiser le rendement d'huile, on réduit la dimension de la partie oléifère au moyen de moulins mécaniques à disque (15).

Extraction

Les graines broyées sont mélangées à l'eau chaude pour former une pâte qui est pétrie à la main ou à la machine jusqu'à ce que l'huile se détache sous forme d'émulsion.

On peut également faire bouillir le mélange (eau chaude + graines broyées) pour permettre à l'huile de flotter et d'être prélevée par écrémage.

Pour l'extraction d'huile d'arachide, on ajoute habituellement du sel pour coaguler les protéines et faciliter la séparation de l'huile (15).

Déshydratation

On procède à une ébullition dans des coupelles peu profondes ; les traces d'eau dans l'huile sont éliminées après précipitation(15).

3-3-2- Production industrielle de l'huile végétale

Après séchage, les graines oléagineuses peuvent être emmagasinées pendant de longues périodes dans des conditions d'aération satisfaisantes si des précautions sont prises contre l'infestation (15,24).

Traitement

Les graines oléifères sont nettoyées pour éliminer les matières étrangères avant le décorticage et les fruits oléifères sont stérilisés et réduits en pulpe au digesteur (15,18,19).

Extraction

Après décorticage des graines oléagineuses au moyen de décortiqueuses mécaniques (15), celles-ci sont broyées pour réduire la taille et cuites à la vapeur d'eau. L'huile est ensuite extraite dans un pressoir à vis ou dans une presse hydraulique. Les fruits oléifères après réduction en pulpe sont pressés mécaniquement au moyen de pressoir à vis (12).

Raffinage de l'huile

Le raffinage produit une huile comestible dotée de caractéristiques conformes aux désirs du consommateur (8).

Les deux principales méthodes de raffinage sont le raffinage alcalin et le raffinage physique (distillation à la vapeur, neutralisation) qui éliminent les acides gras libres (15).

- Le raffinage alcalin

Il comporte cinq étapes classiques (15) :

Etape 1 : Démucilagination à l'eau pour éliminer les phospholipides et métaux hydratés,

Etape 2 : Addition de faible quantité d'acide critique ou phosphorique pour transformer les résidus de phospholipides non hydratés (sels de calcium et de magnésium) en phospholipides,

Etape 3 : Neutralisation des acides gras libres par la soude caustique suivi de lavage des produits de saponification et des phospholipides hydratés,

Etape 4 : Absorption des constituants colorants et décomposition des hydroperoxydes par du minéraux argileux naturels ou activés à l'acide ;

Etape 5 : Désodorisation pour éliminer les composants volatils (aldéhydes et cétones) par un procédé de distillation à la vapeur à 180 - 220°C.

- Le raffinage physique

Dans la méthode de raffinage physique, les acides gras sont éliminés par un procédé de distillation à la vapeur analogue à celui de la désodorisation mais à une température de 240-250°C (15). Les étapes de démucilagination spéciales, de neutralisation, d'absorption des constituants colorants et de désodorisation sont également effectuées.

3-4- COMPOSITION THEORIQUE D'UNE HUILE ALIMENTAIRE

3-4-1 L'huile de coton

L'huile de coton brute à une couleur rouge foncée due à la présence de gossypol et de ces dérivés (15,18). Après raffinage l'huile prend une teinte jaune d'or qui varie en fonction des conditions de stockage des graines ou de l'huile brute avant raffinage (18).

- Composition chimique de l'huile de coton

La composition chimique de l'huile de coton est donnée par les tableaux 1, 2 et 3.

**Tableau 1 : Composition de l'huile de coton en Triglycérides par HPLC
(18) D'après OUEDRAOGO et BEZARD 1982**

Nature	Pourcentage de T.G. totaux
PLL (palmito-dilinoleine)	24,5
POL (palmito-oleino linoleine)	17,1
LLL (Trilinoleine)	13,5
OLL (Oleino-dilinoleine)	13,1
PPL (dipalmito-linoleine)	9,0
OOL (dioléino-linoléine)	5,7
PPO (dipalmito-oleine)	3,4
POO (palmito-dioléine)	2,5
SLL (dilinoleinostéarine)	2,1
PSL (palmitostéarino-inoleine)	1,7
SOL (stérino-oléino-linoléine)	1,5
OOO (trioléine)	0,8

La Palmito dilinoléine (PLL) représente à elle seule environ $\frac{1}{4}$ de TG de l'huile de coton.

Tableau 2 : Composition des acides gras de l'huile de coton (18)

D'après JONES et KING 1990

Nature	Pourcentage de T.G. totaux
C14 : 0	0,5 - 1,3
C16 : 0	17 - 31
C16 : 1	< 1
C17 : tot	-
C18 : :0	1 - 3
C18 : 1	13 - 21
C18 : 2	34 - 60
C18 : 3	< 1
C18 : cyp. } C19 : cyp. }	0 - 2

Cyp : Cyclopropénique

L'huile de coton brute a la particularité de contenir deux acides gras caractéristiques(1,17,18): l'acide malvalique(C18) et l'acide sterculique (C19) qui font parti de la catégorie des acides cyclopropénique.

Ce sont ces composés qui sont responsables de la classique réaction d'Halphen (17).

A doses élevées, les acides cyclopropéniques (surtout sterculiques) pourraient entraîner des problèmes de toxicité (13,18).

Les acides gras libres sont à la teneur de 0,5 à 5% dans l'huile brute (18).

Dans l'huile raffinée ce taux doit être inférieur à 0,05% (18).

Les phospholipides sont également présents aux taux de 0,7 à 0,9% dans l'huile brute qui disparaissent presque complètement dans l'huile raffinée (15).

Tableau 3: Composition de l'insaponifiable de l'huile de coton (18)

D'après JONES et KING (1990).

Insaponifiable : 0,6 - 1,5%

* Stérols (mg/100g)	375-580
<i>Exemples :</i>	
Cholestérol	-
Brassi castérol	-
Campestérol	4 - 8
Stigmastérole	< 1
* Hydrocarbures (mg/100g)	80 - 120
* Tocophérols (mg/100g)	80 - 140
* Alcools Triterpéniques (mg/100g)	50 - 80

3-4-2 L'huile de palme

L'huile de palme extraite de la pulpe du fruit a une couleur variant du jaune orangé clair au rouge orangé foncé due à la présence de carotène dans la fraction insaponifiable (15).

La composition chimique de l'huile de palme est donnée par les tableaux 4, 5, et 6.

Tableau 4:

Composition en acide gras de l'huile de palme (18)

D'après JONES et KING 19990

Nature	Pourcentage des AG totaux		
	Palme	Oléine	Stéarine
C12 : 0	<0,2	<0,2	< 0,2
C14 : 0	1 - 2	1	1 - 2
C16 : 0	43 - 46	39 - 41	46 - 69
C16 : 1	<0,3	< 0,2	<0,2
C17 : 0	-	-	-
C18 : 0	4 - 6	4 - 5	4 - 6
C18 : 1	37 - 41	43 - 44	20 - 38
C18 : 2	9- 12	10 -12	4 -10
C18 : 3	< 0,4	<0,4	<0,2
C20 : 0	<0,4	<0,3	<0,3
C20 : 1			
C22 : 0			

L'acide palmidique (C16 : 0) et l'acide oléique (C18 : 1) sont les plus abondants.

L'oléine est la fraction liquide de l'huile de palme (18).

La stéarine est la fraction solide de l'huile de palme (18).

Tableau 5 : Composition de l'huile de palme en triglycérides par C.P.G

(18)

D'après OUEDRAOGO et BEZARD 1982

Nature	Pourcentage des T.G. totaux		
	Palme	Oléine	Stéarine
C46	<1	-	1 - 4
C48	4 - 11	1 - 4	12 - 55
C55	40-45	37-45	33-49
C52	38-43	43 - 51	5 - 37
C54	6 - 11	7 - 12	0 -9

C = carbone

Le chiffre en face du carbone désigne la longueur de la chaîne carbonée.

Tableau 6: Composition de l'insaponifiable de l'huile de palme (18)

D'après JONES et KING (1990):
 Insaponifiable
 Huile brute : 0,5 - 1,2 %
 Huile raffinée : 0,2 - 0,5%

* Stérols (mg/100g)	40 - 90
<i>Exemple :</i>	
<i>Cholestérol</i>	< 3
<i>Brassicastérol</i>	-
<i>Campestérol</i>	19 - 21
<i>Stigmastérol</i>	11 - 13
* Hydrocarbures (mg/100g)	100 - 110
* Tocophérols (mg/100g)	32 - 100
* Alcools triterpénique (mg/100g)	
<i>Exemple :</i>	
<i>Carotènes</i>	50 - 70

Les carotènes sont les précurseurs de la vitamine A , le β carotène ayant la plus grande activité provitamine A (1).

3-4-3- L'huile d'arachide

L'huile d'arachide est extraite de la graine par pression ou pression extraction. Sa particularité est d'avoir une composition très variable selon la variété à l'intérieur d'un même type et selon l'environnement pour une même variété(15) ; sa composition chimique est donnée dans les tableaux 7, 8 et 9.

Tableau 7: Composition des triglycérides de l'huile d'arachide par HPLC

(18)

D'après OUEDRAGO et BEZAED (1982)

Nature	Pourcentage des TG totaux
LLL	2,0
OLL	18,3
PLL	5,1
LLG (dilinoléino gadoléine)	0,4
OOL	19,4
SLL	1,4
POL	12,9
PPL	2,9
OOO	11,8
SOL	3,8
POO	6,7
PPO	2,3
SOO (Stéarino-dioléine)	1,5
PSO (palmito stéarino-oléine)	2,2
Glycérides comprenant des acides en C20,C22,C24	10

Tableau 8: composition des acides gras de l'huile d'arachide (Afrique) (18)

D'après JONES et KING(1990)

Nature	Pourcentage des TG totaux
C16 : 0	8 - 13
C16 : 1	< 0,3
C17 : 0	< 0,1
C18 : 0	3 - 4
C18 : 1	48 - 66
C18 : 2	14 - 28
C18 : 3	< 0,3
C20 : 0	1 - 2
C20 : 1	1 - 2
C22 : 0	2 - 4
C24 : 0	1 - 2

L'acide Oléique (C18 : 1) et l'acide linoléique (C18 : 2) sont les plus abondants.

**Tableau 9: Composition de l'insaponifiable de l'huile
d'arachide (Afrique) (18)**

D'après JONES et KING(1990)

Insaponifiable : 0,6 - 1,0 %

* Stérols (mg/100g)	190 330
<i>Exemple :</i>	
<i>Cholestérol</i>	< 0,7
<i>Campestérol</i>	12 - 15
<i>Stigmastérol</i>	8 - 11
* Hydrocarbures (mg/100g)	70 - 110
* Tocophérols (mg/100g)	28 - 73

3-5- CONSERVATION DES HUILES ALIMENTAIRES ET EVOLUTION AU COURS DE LEUR UTILISATION

Lorsqu'elles sont extraites de leur contexte de protection naturelle (cellules oléifères et adipocytes), toutes les huiles subissent au cours de leur conservation et de leur utilisation des altérations de type auto-oxydatif (15,19,24). C'est pourquoi certaines précautions doivent être respectées au niveau de l'emballage et du stockage des huiles (19).

3-5-1- Emballages

La qualité d'une huile peut s'altérer si le choix de l'emballage a été mal fait (13); un bon emballage doit assurer une bonne conservation pendant toute la durée de vie du produit.

Les problèmes liés à l'emballage et qui ont une incidence sur la conservation de l'huile sont sa transparence ou son opacité au rayonnement, sa perméabilité aux gaz et à l'oxygène, à l'humidité et son degré de protection vis-à-vis des microorganismes (10,12, 13, 19).

Le verre brun et la boîte métallique sont les matériaux qui permettent la meilleure protection du produit (19), mais en raison du coût et du poids élevés de ces derniers, les matières plastiques sont les plus utilisées, en raison aussi de leur aptitude à prendre toute les formes.

Les plastiques les plus utilisés sont (19) :

- le chlorure de polyvinyle (PVC),
- le polyéthylène phtalate (PET),
- le polyéthylène basse densité (PEBD),
- le polypropylène (PP),
- le polystyrène (PS),

La perméabilité comparée au PVC des différents matériaux plastiques est indiquée dans le tableau 10.

Tableau 10 : perméabilités comparées au PVC des différents matériaux plastiques (19)

D'après G.OHLEYER, 1986

Perméabilités comparées

Matière plastique	Vapeur d'eau	Oxygène	Gaz carbonique	Azote
PVC normal	1	1	1	1
PVC biorienté	0,7	0,6	0,6	1
PET normal	1,2	0,7	0,8	0,5
PET biorianté	0,6	0,4	0,5	0,4
PE haute densité	0,1	14	23	30
PE basse densité	0,3	47	90	130
PP normal	0,2	16	23	30
PP biorienté	0,1	10	15	20
PS	3,6	30	70	60

Malgré les propriétés barrières inférieures à celles du verre, les matières plastiques permettent une bonne conservation des huiles (15).

3-5-2- Conditions de stockage

Le stockage doit permettre de conserver au mieux les caractéristiques organoleptiques d'une huile raffinée supposée être produite aussi parfaite que possible.

Qu'il s'agisse du stockage en usine, du stockage pendant le circuit commercial ou chez le consommateur, les facteurs les plus influents sur la stabilité de l'huile sont la lumière, l'air, la température et les traces métalliques (13,15,17,19).

La lumière (Radiation courte uv) active le phénomène d'oxydation (17).

L'oxygène crée la réaction d'oxydation (19).

Les traces métalliques sont des catalyseurs d'oxydation (cas des traces de fer et surtout de cuivre) (6,19).

3-5-3- Evolution à l'emploi

L'utilisation à froid des huiles raffinées pour l'alimentation pose peu de problème, comparativement à son utilisation comme fluide pour frire, cuire ou rôtir certains aliments où il se produit des attaques thermo-oxydatives qui élèvent fortement la teneur en produit d'altération et par conséquent modifient leurs caractéristiques physico-chimiques et nutritionnelles (13).

En effet, lors du chauffage ou d'une opération de friture, l'huile est exposée à l'humidité ; elle est portée dans la plupart des cas à une température supérieure à 100°C et elle est en contact avec l'air. L'ensemble des altérations qui en résultent est résumé dans le tableau 11.

Tableau 11 : Principales altérations subies par les huiles au cours de leur chauffage (19)

Altération	Cause	Produits résultants
Hydrolytique	Humidité	<ul style="list-style-type: none"> - acides gras libres - diglycérides - Monoglycérides - Glycérol
Oxydative	Air (oxygène)	<p>Produits volatils</p> <ul style="list-style-type: none"> - hydrocarbure - cétones - aldéhydes - alcools - acide <p>Produits non volatils</p> <ul style="list-style-type: none"> - oxymonomères - oxypolymères
Thermique	Température	<ul style="list-style-type: none"> - polymères - Monomères cycliques

3-6- LES OPERATIONS ILLICITES

- ◊ L'estérification qui permet de préparer les glycérides à partir d'acide gras est interdite (18).
- ◊ Les huiles dont la teneur en composés polaires (glycérides polaires) est supérieur à 25% sont impropres à la consommation (17,18)
- ◊ La régénération des huiles de friture altérées par un chauffage prolongé, par des procédés autres que ceux autorisés est interdite (12).
- ◊ La teneur en acide érucique des huiles et de leur mélange ne doit pas dépasser 5% (18).
- ◊ La vente d'huiles contaminées par des mycotoxines est interdite (12).
- ◊ La vente des huiles dont la teneur en résidus de pesticide présente un danger pour la santé humaine est interdite, si ce danger n'apparaît qu'après une longue période de consommation (10,18).
- ◊ Les matériaux et objets en contact des huiles (emballages) doivent être inertes ; ils ne doivent céder aucune quantité d'élément leur conférant un caractère nocif ou altérant les qualités organoleptiques (19).

3-7 LES CONTAMINANTS ET CONSTITUANTS MINEURS

3-7-1- Définition

On entend par contaminant, toute substance qui n'est pas intentionnellement ajoutée à la denrée alimentaire, mais qui est cependant présente dans celle-ci comme un résidu de la production, de la fabrication, de la transformation, de la préparation, du traitement, du conditionnement,

de l'emballage, du transport ou du stockage de ladite denrée, ou à la suite de la contamination par l'environnement (4).

L'expression ne s'applique pas aux débris d'insectes, poils de rongeurs et aux substances étrangères (4).

3-7-2- Les acides gras libres

Ils sont naturellement présents dans la graine où ils participent aux réactions biochimiques de la liposynthèse (13,15,17)..

Ils proviennent aussi des réactions d'hydrolyse enzymatiques au cours de l'obtention ou du stockage de l'huile (19).

Ces acides gras sont plus sensibles à l'oxydation que les triglycérides (19).

3-7-3- L'eau

Présente naturellement dans la graine (24), il faut l'éliminer de l'huile brute aussi rapidement que possible pour retarder les réactions d'hydrolyse enzymatiques (19).

3-7-4- Les composés métalliques

Présents à l'état de traces. Les plus gênants sont le fer et surtout le cuivre qui sont de puissants catalyseurs d'oxydation (13).

3-7-5- Substances toxiques présentes dans les huiles

Les plus connues sont :

- le gossypol : composé phénolique rouge brun présent dans l'huile de coton (1,15).
- L'aflatoxine : substance cancérigène sécrétée par Aspergillus flavus et présente dans les huiles brutes d'arachide (8,13,19).

3-7-6- Substances d'origine externe

Il s'agit la plupart du temps de pesticides qui se trouvent à la surface des graines au moment des récoltes ou qui sont introduites au cours du stockage pour lutter contre l'infestation par les insectes. Liposolubles on les retrouve donc dans les huiles végétales (3,24).

3-8- STRUCTURE CHIMIQUE DES CORPS GRAS

Les corps gras (huiles et graisses) sont des esters d'acides gras et de glycérol(1).

3-8-1- les acides gras

Ils peuvent être saturés (18) :

- acide butyrique (C4 : 0)
- acide laurique (C12 : 0)
- acide myristique (C14 : 0)
- acide palmitique (C16 : 0)
- acide stéarique (C18 : 0)
- acide arachidique (C20 : 0)

Ils peuvent être insaturés (18):

- Acides monoéniques (une seule insaturation)

- acide oléique (C18 :1)
- acide myristoléique (C14 :1)
- acide palmitoléique (C16 :1)

- Acides polyéniques (polyinsaturés) (17,18)

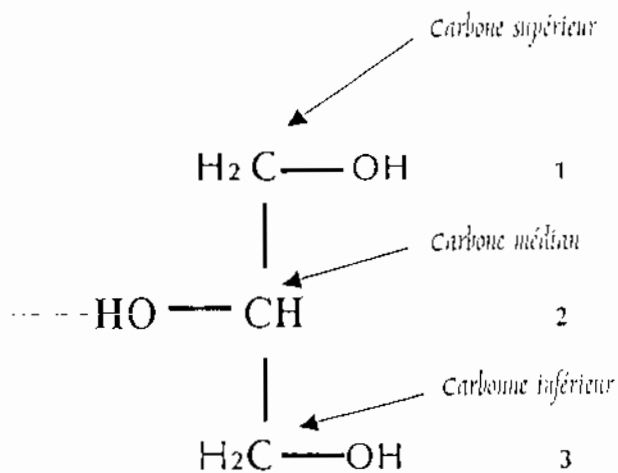
- acide linoléique (C18 :2)
- acide linoléique (C18 :3)

Ils peuvent être cycliques

- acides cyclopropéniques (acide malvalique, acide sterculique, présents à l'état de trace dans l'huile de coton (13).

3-8-2- Le glycérol

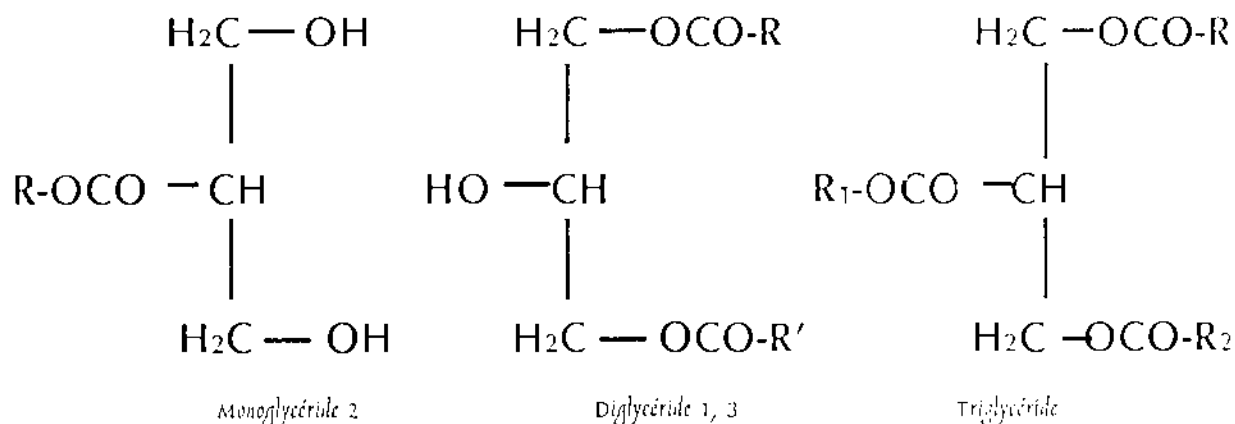
Ou propane, triol 1,2,3 à deux fonctions alcool primaire et une fonction alcool secondaire (1).



Représentation plane du glycérol selon FISCHER.

3-8-3- Les glycérides

Ce sont des mélanges de triesters d'acides gras et le glycérol (1).
L'estérification d'une molécule de glycérol par une, deux ou trois molécules d'acide gras entraîne la formation de mono, di ou triglycéride selon les cas.



3-9- METHODES D'ETUDE DE LA STRUCTURE GLYCERIDIQUE

Les méthodes les plus usuelles sont :

3-9-1- La chromatographie de partage en phase gazeuse (CPG) (18)

Les triglycérides sont séparés en fonction de leur masse moléculaire et leur classement s'effectue selon leur << nombre de carbone >> - C (N), la somme des longueurs de chaînes (n) des trois acides gras.

$$N = n_1 + n_2 + n_3$$

3-9-2- La chromatographie de complexation plane (18)

Les triglycérides sont séparés en fonction de leur insaturation totale - Δ - qui est la somme des insaturations (S) de chacune des chaînes.

$$\Delta = S_1 + S_2 + S_3$$

3-9-3- La chromatographie liquide à haute performance (17,18)

Les triglycérides sont séparés selon leur « nombre de carbones équivalents » - CE (N), c'est la somme du nombre d'atomes de carbone de chacune des trois chaînes ($n_1 + n_2 + n_3$) diminuée de deux fois le nombre total de liaison éthyléniques ($S_1 + S_2 + S_3$).

$$CE (N) = N - 2 \Delta$$

3-9-4- L'hydrolyse enzymatique des triglycérides (1)

Elle s'effectue au moyen des lipases pancréatique et linguale (triacylglycérol acylhydrolase) et permettent l'étude de la répartition dans les triglycérides des acides gras entre la position interne (N°2) et l'ensemble des positions (N°1 et N°3).

3-10- NORMES DE QUALITES

3-10-1- Huile comestible d'arachide

La norme vise l'huile comestible d'arachide préparée à partir de la graine d'Arachis hypogaea. Elle ne s'applique pas à l'huile d'arachide qui doit subir un traitement ultérieur pour devenir propre à la consommation humaine(3).

L'huile doit présenter les caractéristiques de composition et de qualité suivante :

◇ Densité	0,914 - 0,917
◇ Indice de réfraction	1,460 - 1,465
◇ Indice de saponification	187 - 196
◇ Indice d'iode	80 - 106
◇ Insaponifiable	max. 10g/kg
◇ teneur en acide arachidique	
◇ et en acide gras supérieur	min. 48g/kg
◇ Indice d'acide	
. Huile vierge	max. 4mg de KOH/g d'huile
. Huile non vierge	max. 0,6 mg de KOH/g d'huile
◇ Indice peroxyde	max. 10 mEq d'O ₂ peroxidique/kg d'huile
◇ Matières volatiles à 105°	0,2% m/m
◇ Impuretés insolubles	0,05% m/m
◇ Fer	≤ 5 mg/kg
◇ Cuivre	≤ 0,4 mg/kg

3-10-2- Huile comestible de coton

La norme vise l'huile comestible de coton préparée à partir de graines de diverses espèces cultivées de Gossypium, elle ne s'applique pas à l'huile de coton qui doit subir un traitement ultérieur pour devenir propre à la consommation humaine (3).

Caractéristiques de composition et de qualité :

◇ Densité	0,918-0,926
◇ Indice de réfraction	1,458-1,466
◇ Indice d'iode	99 - 119
◇ Indice de saponification	189-198
◇ Insaponifiables	max. 15g/kg d'huile
◇ Réaction d'Halphèn	positive
◇ Indice d'acide	max. 0,6 mg de KOH/g d'huile
◇ Indice de peroxyde	max. 10mEq d'oxygène peroxydique/kg d'huile
◇ Matières volatiles à 105°C	0,2% m/m
◇ Impureté insoluble	0,05% m/m
◇ Fer	0,5 mg/kg d'huile
◇ Cuivre	0,1 mg/kg d'huile

3-10-3- Huile de palme

La norme vise l'huile comestible préparée à partir du mésocarpe charnu du fruit du palmier à huile (Elaeis guineensis), ainsi que l'huile comestible de palme décolorée. Elle ne s'applique pas à l'huile de palme rouge qui doit subir un traitement ultérieur pour devenir propre à la consommation humaine (13).

Les caractéristiques de composition et de qualité sont :

◇ Densité	0,891-0,899
◇ Indice de réfraction	1,449-1,455
◇ Indice d'iode	50-55
◇ Indice de saponification	190-209
◇ Insaponifiables	max. 12g/kg d'huile
◇ Indice d'acide	huile vierge max.10mg de KOH/g d'huile
	huile non vierge max. 0,6 mg de KOH/g d'huile
◇ Indice de peroxyde	max.10 mEq d'oxygène peroxydique/kg d'huile
◇ Matières volatiles à 105°C	0,2% m/m
◇ Impureté insoluble	0,05% m/m
◇ Fer	≤5 mg/kg d'huile
◇ Cuivre	≤ 0,4 mg/kg d'huile

NB:

Outre ces caractéristiques de composition et de qualité, l'étiquetage obligatoire doit comporter les dispositions spécifiques suivantes (3):

- le nom du produit

. pour l'arachide

. pour le coton

. pour la palme

- la « date de durabilité minimale » précédée des mots « à consommer de préférence avant ».

4 - METHODES ANALYTIQUES DES HUILES

4-1- ECHANTILLONNAGES DES HUILES VEGETALES

41-1- Définitions

⇒ L'échantillonnage peut être défini comme l'ensemble des opérations qui appliquées à un lot important de matières conduit à la confection d'un échantillon réduit de taille manipulable et représentatif du stock sur lequel il a été prélevé (18).

⇒ Lot : Quantité déterminée d'une livraison présumée être de caractéristiques uniformes et permettant d'estimer la qualité de celle-ci (18).

⇒ Prélèvement élémentaire : petite quantité de matière grasse prélevée en une seule fois et en un point du lot (18).

⇒ Echantillon global : quantité de matière obtenue en réunissant et en mélangeant les différents prélèvements élémentaires effectués dans un lot déterminé (18).

⇒ Echantillon réduit : quantité de matière obtenue par réduction successive de l'échantillon global de manière à permettre la constitution d'échantillons pour laboratoire, identiques et représentatifs du lot (18).

⇒ Echantillon pour laboratoire ou pour essai

Echantillon représentant la qualité du lot examiné, obtenu à partir de l'échantillon réduit et destiné à l'analyse (18).

4-1-2 Echantillonnage des huiles végétales

L'échantillonnage des huiles végétales a fait l'objet d'une normalisation française (NFT 60-280) et au niveau international (iso - 5555) (4,7). Le protocole d'échantillonnage va dépendre du type de contenants.

a - Huiles conditionnées en petites unités

(Fûts, caisses, boîtes, bouteilles...)

La prise d'échantillons élémentaires devra être réalisée sur un nombre convenable d'emballages choisis au hasard dans l'ensemble du lot. Il conviendra préalablement à la prise d'échantillons, de bien homogénéiser le contenu du récipient à échantillonner(7,18).

Le prélèvement s'effectue (21):

- ◊ soit à l'aide d'une sonde cylindrique constituée de deux tubes concentriques comportant des ouvertures longitudinales sur toute leur longueur. Ces deux tubes peuvent tourner librement l'un dans l'autre.
- ◊ Soit à l'aide d'une sonde rudimentaire constituée d'un simple tube en verre ou en plastique de longueur appropriée muni d'ouverture sur les deux extrémité.

b - Huiles conditionnées en vrac

(Tanks de navire, wagons citernes, camions citernes)

- il faut préalablement à l'échantillonnage assurer l'homogénéité et la liquéfaction de l'huile.
- Les prélèvements sont réalisés à l'aide d'appareils d'échantillonnage de dimensions variées et appropriées à chaque type de contenant à échantillonner (7,19).

On peut citer :

⇒ La bouteille d'échantillonnage simple lesté, attachée à un manche assez long pour atteindre la partie la plus basse à échantillonner (7).

⇒ L'échantillonneur plongeur basculant, constitué d'un cylindre métallique et équipé d'un mécanisme lui permettant de basculer (7).

⇒ L'échantillonneur plongeant à soupape, composée d'un cylindre ouvert à sa partie supérieure et dont le fond dispose d'une soupape qui reste ouverte sous la pression de l'huile pendant la descente de l'appareil. Lorsque la descente cesse la soupape se referme et un échantillon est ainsi prélevé à la profondeur atteinte par l'appareil (7,19).

c - Conditionnement des échantillons pour laboratoire

- ⇒ On utilise des récipients propres et secs en matériaux inertes vis-à-vis de l'huile (4,7): verre, plastique, métal vernis intérieurement.
-
-

⇒ Remplir les récipients en laissant un volume d'air minimum pour permettre la seule dilatation l'huile due aux variations de température.

⇒ Protéger les échantillons durant leur stockage de la lumière et la chaleur (19).

4-2- ANALYSE SENSORIELLE DES HUILES

Elle est basée sur des tests de dégustations par un jury d'experts motivés, entraînés à reconnaître les différentes saveurs caractéristiques et à mesurer leur intensité (19).

Deux catégories de tests sont utilisés (19):

- le test de différence ou épreuves discriminatives.
- les profils sensoriels ou épreuves descriptives.

4-3- ANALYSE PHYSIQUE DES HUILES

Elle est basée sur la détermination des paramètres physiques de l'huile (20).

Ce sont essentiellement :

- la densité
- l'indice de réfraction
- le point de solidification et de fusion
- le pouvoir rotatoire

4-4- ANALYSE CHIMIQUES DES HUILES

Les principales déterminations sont (3,7):

- l'indice d'acide
- l'indice de peroxyde
- l'indice d'iode
- l'indice de saponification
- l'indice d'ester
- l'indice d'hydroxyl
- La détermination de la teneur en eau et en matières volatiles.

4-5- DETERMINATION DE L'ALTERATION DES HUILES ALIMENTAIRES

La détermination de l'altération des huiles alimentaires s'effectue par la mesure de l'indice de peroxyde, l'indice d'acide et de la teneur en eau et matières volatils (7,19).

En effet l'altération chimique des corps gras par l'oxygène de l'air débute par la formation d'un peroxyde qui est une réaction auto catalytique (auto oxydation), aboutissant à l'apparition de « composés secondaires » d'oxydation classés en trois catégories (17,19):

⇒ « les produits de scission » issus de la coupure de la chaîne grasse au niveau de la double liaison : aldéhydes et cétone qui sont responsables de l'odeur des corps gras rancis (17).

⇒ « les acides oxydés » issus de la décomposition des peroxydes insaturés sous l'influence des ions H^+ (17).

⇒ Les produits d'oxydation de poids moléculaire supérieurs à ceux des acides de départ, résultant de la polymérisation de deux ou plusieurs chaînes oxydées (19).

Les corps gras, en hydrolisant naturellement donnent naissance à des acides gras libres et à du glycérol (1).

En mesurant donc l'acidité libre d'un corps gras, on peut déterminer son altération par hydrolyse (7).

Tous les corps gras renferment de l'eau ayant à la température ordinaire une solubilité de 0,05 à 0,10% (19). Il faut l'éliminer de l'huile aussi rapidement que possible pour retarder les réactions d'hydrolyse enzymatiques (18).

5 – DETERMINATION DES DIFFERENTS PARAMETRES

5.1. La Densité

La densité d'une substance est le rapport entre la masse d'un certain volume de cette substance à une température t et la masse d'un volume égal d'eau à la même température (20).

a- Matériel

- Fiole jaugée de 10 ml
- Balance électrique
- Chiffon propre
- Etuve réglée à $103 \pm 2^\circ C$

b- Réactifs

- oxyde diéthylique (ou chloroforme)
- alcool
- eau distillée

c- Mode opératoire

- ◇ Peser la fiole vide parfaitement propre préalablement séchée à l'étude et refroidi. Tarer,
- ◇ Remplir la fiole d'eau distillée jusqu'au trait de jauge, l'essuyer soigneusement à l'aide du chiffon propre et peser,
- ◇ Noter la masse (m_0) de l'eau distillée,
- ◇ Vider la fiole, la sécher soigneusement à l'étude et laisser refroidir. La remplir d'huile jusqu'au trait de jauge.
- ◇ Essuyer et laver très soigneusement la paroi externe de la fiole à l'oxyde diéthylique. Après séchage, peser la fiole pleine d'huile. Noter la masse (m_1) de l'huile.

d- Calcul

$$d = \frac{m_1}{m_0} \quad \text{avec} \quad \begin{array}{l} m_0 = \text{masse de l'eau distillée} \\ m_1 = \text{masse de l'huile} \end{array}$$

NB :

Toutes les mesures ont été effectuées à la température du laboratoire à environ 20°C.

5-2- L'indice de réfraction

C'est le rapport de la vitesse de la lumière à une longueur d'onde définie dans le vide, à sa vitesse dans la substance (7).

NB :

La vitesse de la lumière dans l'air est utilisée à la place de celle dans le vide et la longueur d'onde choisie est celle de la moyenne des raies D du sodium (589,6 nm) (20).

L'nr dépend de la composition chimique de l'huile et de la température (17).

Il croît avec l'insaturation ou la présence de fonction secondaire sur la chaîne grasse (19).

Il est une fonction linéaire décroissante de la température (7).

a- Principe

◇ Mesurage à l'aide d'un réfractomètre convenable de l'nr de l'échantillon liquide à une température constante (7).

b- Matériel

◇ Réfractomètre d'Abbé à usage spécifique pour usage à haute température modèle 2T

* indice de réfraction 1,3000 à 1,7000 ; précision 0,001%

◇ Pipette de 2 ml

◇ Chiffon propre.

c- Réactifs

◇ Ether de pétrole (ou hexane)

◇ Eau distillée

d- Mode opératoire

c- Réactifs

- ◇ Ether de pétrole (ou hexane)
- ◇ Eau distillée

d- Mode opératoire

- ◇ Ouvrir le cache du prisme, laver les prismes du réfractomètre à l'éther de pétrole, les essuyer avec un chiffon propre et doux.
- ◇ Calibrer l'appareil à l'aide d'une goutte d'eau distillée ($n = 1,3330$).
- ◇ Après nettoyage de l'eau, placer une à deux gouttes d'huile filtrée entre les prismes du réfractomètre et refermer le cache.
- ◇ Déplacer alors la lunette de visée pour que la ligne horizontale de séparation de la plage claire et de la plage sombre se situe à la croisée des fils du réticule.

e- Lecture

- ◇ Lire l'indice de réfraction de l'huile à $\approx 20^\circ\text{C}$.
- ◇ La variation de l' n des triglycérides est en moyenne de 0,00035 par degré au voisinage de 20°C (17).

5-3 Indice d'acide

C'est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser les acides gras libres présents dans 1g de corps gras (7).

Deux méthodes sont utilisées conformément à la NFT60-204 (7).

* Méthode Titrimétrique au mélange oxyde diéthylique -Ethanol

* Méthode potentiométrique.

La méthode au mélange oxyde diéthylique-Ethanol est applicable à tous les corps gras et aux cires solubles dans les conditions de l'essai.

La méthode potentiométrique est uniquement applicable aux corps gras foncés dont la couleur ne permet pas d'apprécier le virage de la phénolphtaléine.

- Méthode au mélange oxyde diéthylique - Ethanol

a- Principe

Mise en solution d'une prise d'essai (PE) dans un mélange de solvant puis titrage des AG libres présents à l'aide d'une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium (7).

b- Réactifs

- Oxyde diéthylique /Ethanol à 95% (V/V)

Préparation : pour 50 ml

A l'aide d'un cylindre de 25 ml, mesurer 25 ml d'oxyde diéthylique R, le transvaser dans un ballon de 100 ml et mesurer 25 ml d'éthanol à 95%, verser à nouveau dans le ballon et mélanger soigneusement. Neutraliser soigneusement à l'aide d'une solution de KOH alcoolique 0,1N en présence de quelques goutte de phénolphtaléine.

- Solution alcoolique de KOH 0,1 N

Préparation

KOH alcoolique à 0,5 N :

Dissoudre 3,5 g de potasse (KOH pastille) dans 2 ml d'eau distillée et compléter à 100 ml à l'aide d'éthanol R

KOH alcoolique à 0,1 N

Prélever 1/5 de la solution précédente (KOH alcoolique 0,5 N) soit 20 ml et compléter à 100 ml à l'aide d'éthanol R.

Remarque :

laisser reposer 3 jours à l'abri de la lumière puis filtrer. On dosera au moment de l'emploi pour connaître sa concentration exacte (2).

- Phénolphtaléine R

c- Appareillage

- balance analytique
- fiole conique de 250 ml
- burette de 10 ml graduée en 0,05 ml

d- Mode opératoire

Peser la prise d'essai dans la fiole conique selon l'indice d'acide présumé d'après les indications du tableau suivant :

la présumé	Masse de la PE (g)
< 1	20
1 à 4	10
4 à 15	2,5
15 à 75	0,5
> 75	0,1

Dissoudre la PE dans 50 à 150 ml du mélange éther /éthanol; titrer en agitant avec la solution alcoolique de KOH 0,1N jusqu'au virage de l'indicateur coloré (coloration rose de la phénolphtaléine persistante au moins 15s).

e- Expression des résultats

$$la = \frac{56,1 \times V \times C}{m}$$

V = volume en ml de la solution titrée
de KOH alcoolique

C = concentration en mol/l de la
solution titrée de KOH alcoolique

m = masse en g de la PE.

5-4- Indice de saponification

C'est le nombre qui exprime en milligramme, la quantité d'hydroxyde de potassium nécessaire à la neutralisation des acides gras libres et à la saponification de 1g de matière grasse (7).

a- Principe

Ebullition à reflux d'un échantillon avec une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium et titrage de l'excès d'hydroxyde de potassium par une solution titrée d'acide chlorhydrique (7).

b- Réactifs

- Hydroxyde de potassium, solution à 0,5mol/l dans l'éthanol à 95% (V/V).

Préparation

- ◊ Peser 35 g de potasse en pastille et introduire dans un erlenmeyer avec 500 ml d'alcool éthylique à 95%,
- ◊ Boucher avec un bouchon muni d'un tube à dégagement,
- ◊ Chauffer jusqu'à dissolution. Laisser refroidir et verser dans une fiole jaugée de 1l et compléter avec l'éthanol,
- ◊ Laisser reposer 3 jours à l'abri de la lumière puis filtrer,
- ◊ Conserver le filtrat dans un flacon bien bouché à l'abri de la lumière

Quand la solution devient jaune il faut la jeter. On la dosera au moment de l'emploi pour connaître sa concentration exacte.

- Acide chlorhydrique, solution titrée à 0,5 mol/l.

Préparation

A l'aide d'une pipette de 10 ml, prélever exactement 5,95 ml d'acide chlorhydrique R et introduire dans une fiole jaugée de 100 ml. A l'aide d'eau distillée rincer plusieurs fois la pipette dans la fiole et compléter celle-ci à 100 ml toujours avec l'eau distillée.

- Phénolphtaléine R

c- Appareillage

- fiole conique de 250 ml
- réfrigérant à reflux
- Bain-marie
- burette de 50 ml graduée à 0,1ml
- pipette de 25 ml
- agitateur électromagnétique
- régulateurs d'ébullition
- balance analytique

d- Mode opératoire

Peser 1 g d'échantillon pour essai (PE) dans la fiole conique ajouter à la PE à l'aide de la pipette 25,0 ml de KOH alcoolique et quelques régulateurs d'ébullition. Relier le réfrigérant à reflux à la fiole et la placer sur le bain-marie réglé à 100°C.

Faire bouillir doucement en agitant de temps en temps pendant 30 min. Retirer la fiole du bain-marie et du réfrigérant. Ajouter à la solution chauffée 0,5 à 1 ml de phénolphtaléine et titrer avec la solution d'acide chlorhydrique 0,5N jusqu'à décoloration.

Effectuer un essai à blanc suivant le même mode opératoire.

e- Expression des résultats

$$I_s = \frac{(V_0 - V_1) \times C \times 56,1}{m} = \frac{28,05 (V_0 - V_1)}{m}$$

V_0 = volume en (ml) de la solution titrée d'HCl utilisée pour l'essai à blanc

V_1 = volume en (ml) de la solution titrée d'HCl utilisée pour la détermination

C = concentration exacte en mol/l de la solution titrée de HCl

m = masse en gramme de la PE.

5-6 Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde I_p est le nombre qui exprime en milli équivalent d'oxygène actif, la quantité de peroxyde contenue dans 1000 g de substance (7).

a- Principe

Oxydation des iodures en iode par l'oxygène actif du peroxyde (7).

b- Réactifs

- Mélange de 3 volumes d'acide acétique R et de 2 volumes de chloroforme R.
- Solution saturée d'iodure de potassium
- Eau distillée
- Solution de thiosulfate de sodium 0,01N
- Solution d'empois d'amidon

c- Appareillage

- Balance analytique
- Fiole conique de 250 ml à bouchon rodé
- Cylindre de 50 ml
- Erlenmyer de 50 ml
- Pipette
- Burette graduée de 10 ml de capacité graduée à 0,1 ml
- Agitateur électromagnétique.

d- Mode opératoire

Dans la fiole conique, introduire 10,00g de la substance à examiner. Ajouter 30 ml du mélange acide acétique et de chloroforme. Agiter jusqu'à dissolution de l'échantillon et ajouter 0,5 ml de solution saturée de KI. Agiter pendant exactement une minute, puis ajouter 30 ml d'eau.

Titrer par le thiosulfate de sodium 0,01N ajoutée lentement, sans cesser d'agiter énergiquement jusqu'à ce que la coloration jaune ait presque disparu. Ajouter 5ml de solution d'amidon R et continuer le titrage en agitant énergiquement jusqu'à disparition de la coloration violette.

Effectuer un essai témoin dans les mêmes conditions. Le titrage de l'essai témoin ne doit pas consommer plus de 0,1 ml de thiosulfate de sodium 0,01N.

e- Expression des résultats

$$I_p = \frac{10 (n_1 - n_2)}{m}$$

I_p = indice de peroxyde exprimé en mEq/kg

n_1 = descente de la burette en ml de thiosulfate de Na pour l'échantillon analysé

n_2 = descente de la burette en ml de thiosulfate de Na pour l'essai témoin

m = masse de la prise d'essai en gramme.

2^{ème} Partie

TRAVAUX PERSONNELS



METHODOLOGIE

METHODOLOGIE

1 - ECHANTILLONNAGE

- Les résultats d'analyse des échantillons prélevés en 2000 ont été exploités.
- Durant la période 2001, l'échantillonnage a porté sur les huiles végétales les plus consommées par la quasi-totalité des ménages à Bamako, ce sont, les huiles de coton (SOLEOR), les huiles d'arachides (TIGAOR) et les huiles de palmes (DINOR, ECLADOR).

Les échantillons provenaient de :

- HUICOMA, Koulikoro
- Grand dépôt HUICOMA de N'Golonina
- Six communes du district de Bamako : marchés et boutiques
- DNCC
- DGRC
- SOADEF sarl.

2 - Type d'étude

L'étude revêt deux aspects,

- Rétrospectifs pour l'année 2000 et qui a porté sur 22 échantillons
- Prospectif pour l'année 2001 et qui a porté sur 38 échantillons.

3 - Période d'étude

Elle s'est déroulée de Janvier à septembre 2001.

4 - Documents exploités

Nous avons consulté:

- les certificats d'analyse de l'année 2000
- les registres de l'année 2000
- les protocoles d'analyses

5 - Lieu de l'étude

L'étude a été réalisée au laboratoire National de la Santé (LNS) à Bamako, dans la commune III.

6 - Matériels et Méthodes Analytiques

Ce sont du Laboratoire :

Il s'agit de l'analyse physico-chimique des échantillons.

Toutes les huiles alimentaires n'ont pas fait l'objet de l'étude et tous les paramètres physico-chimiques n'ont pas été pris en compte.

Les huiles retenues sont les huiles végétales de coton, de palme, et d'arachide

Quand aux paramètres, sont retenus l'indice de réfraction (Ir) la densité (d), l'indice d'acide (Ia), l'indice de peroxyde (Ip) et l'indice de saponification (Is).

Sur chaque type d'huile sont effectuées les mêmes déterminations.

7 - Matériel

- Fioles jaugées
- Balance analytique
- Chiffons propres
- Etuve
- Réfractomètre
- Pipettes
- Burette de 10 ml
- Réfrigérant à reflux
- Bain marie
- Agitateur électromagnétique
- Régulateur d'ébullition
- Cylindre de 50 ml
- Erlenmeyer de 50 ml

8 – Réactifs

- Oxyde diéthylique (ou chloroforme)
- Alcool R
- Eau distillée
- Ether de pétrole (ou hexane)
- Solution d'hydroxyde de potassium alcoolique 0,1 N
- Solution alcoolique d'hydroxyde de potassium 0,5N
- Solution d'acide chloridrique 0,5 N
- Acide acétique R
- Solution saturée d'iodure de potassium
- Solution de thiosulfate de sodium 0,01N
- Solution d'empois d'amidon

9 - Validation des techniques de détermination des différents paramètres

Toutes les techniques et les méthodes décrites pour la détermination des différents paramètres physiques et chimiques ont fait l'objet d'une normalisation et d'une validation par la commission mixte FAO/OMS (17), l'Agence Française de normalisation (AFNOR) (7), l'organisation Internationale de normalisation (ISO) (22).

RESULTATS

RESULTATS DES ANALYSES

1 Résultats des analyses effectuées au LNS au cours de l'année 2000

Les résultats des analyses physico-chimiques des huiles sont classés en fonction de la nature de l'huile dans les tableaux 12, 13 et 14.

Tableau n°12 : paramètres physico-chimiques des échantillons d'huile de coton

N° Ech.	Date analyse	Provenance	Origine	Paramètres physico-chimiques				
				d	I _r	I _a	I _p	I _s
E1	06/09/00	Sabalibougou	HUICOM A	0,925	1,469	0,420	3,2	-
E2	06/09/00	"	"	0,921	1,469	0,420	4	-
E3	06/09/00	Médine	"	0,924	1,469	0,364	3,2	-
E4	06/09/00	"	"	0,921	1,469	0,448	4,2	-
E5	06/09/00	"	"	0,916	1,466	2,945	8,5	-
E6	06/09/00	N'Golonina	HUICOM A	0,925	1,466	0,392	3,5	-
E7	18/10/00	Koulikoro	HUICOM A	0,916	1,468	0,252	14,976	237,02
E8	18/10/00	Koulikoro	HUICOM A	0,924	1,469	0,224	100	263,67
E9	18/10/00	"	HUICOM A	0,918	1,469	0,448	2	269,28
E10	18/10/00	N'Golonina	"	0,920	1,468	0,336	145	263,67
E11	14/11/00	Lafiabougou	"	0,917	1,466	0,336	12,4	214,58
E12	14/11/00	"	"	0,919	1,469	0,448	9,0	222,99
E13	14/11/00	Badalabougou	"	0,921	1,469	0,476	5,3	215
E14	14/11/00	"	"	0,915	1,465	0,701	4,0	213,18
E15	14/11/00	Sogoniko	"	0,916	1,470	0,3085	15	214,5
E16	14/11/00	"	"	0,922	1,470	0,4207	7,1	208,9
E17	14/11/00	Dibida	"	0,916	1,470	0,308	6,8	208,97
E18	14/11/00	"	"	0,916	1,469	0,308	4,3	215,98

**Tableau n°13 : paramètres physico-chimiques
des échantillons d'huile d'arachide**

N° Ech.	Date analyse	Provenance	Origine	Paramètres physico-chimiques				
				d	I _r	I _a	I _p	I _s
E19	18/10/00	Koulikoro	HUICOM A	0,911	1,466	0,756	115	232,8
E20	18/10/00	Koulikoro	"	0,918	1,467	0,532	150	285,8
E21	18/10/00	N'Golonina	"	0,915	1,466	0,560	196	272,0

**Tableau n°14 : paramètres physico-chimiques des échantillons d'huile de
palme**

N° Ech.	Date analyse	Provenance	Origine	Paramètres physico-chimiques				
				d	I _r	I _a	I _p	I _s
E22	06/09/00	Médine	BLOHORN CÔTE D'IVOIRE	0,922	1,411	0,140	8,5	-

*** Bilan des analyses effectuées au LNS en 2000**

Le bilan des analyses effectuées en fonction de la nature des huiles est donnée par le tableau N° 15

Tableau n°15 : Bilan des analyses effectuées au LNS en 2000

Nature de l'huile	Nombre d'échantillons analysés	Pourcentage d'échantillons analysés
Coton	18	82%
Arachide	3	13,5%
Palme	1	4,5%
Total	22	100%

A l'an 2000, 22 échantillons ont été analysés.

- L'huile de coton apparaît nettement la plus représentée avec 82% des analyses à cette période.

Sur les 18 échantillons d'huile de coton, il est à noter que, six (6) échantillons n'ont pas d'indice de saponification (Is) déterminé soit environ 33%. Ces échantillons ont tous été analysés à la même date. Il en est de même pour l'unique échantillon d'huile de palme.

- L'huile d'arachide et l'huile de palme n'ont pas fait l'objet d'attention particulière au cours de cette année puisqu'elles sont faiblement représentées avec respectivement 13,5% et 4,5%.

2- Résultats des analyses effectuées au LNS au cours de l'année 2001

Les résultats des analyses physico-chimiques se trouvent dans les tableaux 16, 17 et 18.

Tableau n° 16 : paramètres physico-chimiques des échantillons d'huile de palme.

N° Ech.	Date analyse	Provenance	Origine	Paramètres physico-chimiques				
				d	I _r	I _a	I _p	I _s
E'1	09/01/01	DNCC	BLOHORN CÔTE IVOIRE	0,862	1,464	1,157	4,3	184,45
E'2	09/01/01	"	"	0,865	1,464	0,534	7,0	186,37
E'3	09/01/01	"	"	0,870	1,470	0,667	9,6	194,06
E'4	09/01/01	"	"	0,871	1,464	0,801	1,70	165,242
E'5	09/01/01	"	COSMIVOIR CÔTE D'IVOIRE	0,882	1,464	1,023	3,60	174,84
E'6	21/05/01	LNS	BLOHORN CÔTE D'IVOIRE	0,903	1,461	0,350	4,0	193,9
E'7	12/06/01	Magnambougou	"	0,906	1,463	0,280	11,80	187,06

Tableau n°17 : paramètres physico-chimiques des échantillons d'huile
d'arachide

N° Ech.	Date analyse	Provenance	Origine	Paramètres physico-chimiques				
				d	I _r	I _a	I _p	I _s
E'8	10/04/01	N'Golonina Dépôt	HUICOMA	0,906	1,466	0,631	11,6	202,85
E'9	10/04/01	"	"	0,907	1,466	0,701	14,30	197,47
F'10	10/04/01	"	"	0,907	1,467	0,192	11,90	188,49
E'11	10/04/01	"	"	0,908	1,467	0,525	12,7	166,95
E'12	21/05/01	LNS	"	0,910	1,466	1,849	15,20	167,04

Tableau n°18 : paramètres physico-chimiques des échantillons d'huile
de coton

N° Ech.	Date analyse	Prove-nance	Origine	Paramètres physico-chimiques				
				d	I _r	I _a	I _p	I _s
E'13	02/01/01	N'Golo nina	SNCYTEC BURKINA	0,904	1,468	0,252	3,4	201,85
E'14	02/01/01	"	HUICOMA	0,893	1,469	0,335	1,7	197,60
E'15	09/01/01	DNCC	"	0,885	1,469	0,578	5,6	186,37
E'16	09/01/01	DNCC	"	0,898	1,472	0,178	7,60	190,22
E'17	"	"	"	0,890	1,469	0,578	2,2	180,613
E'18	09/01/01	"	SNCYTECBU RKINA	0,873	1,470	0,311	7,6	186,37
E'19	09/01/01	"	HUICOMA	0,871	1,469	0,845	2,2	159,47
E'20	09/01/01	"	"	0,875	1,470	0,489	2,5	180,61
E'21	12/01/01	DGRC	"	0,912	1,464	1,023	2,4	208,57
E'22	12/01/01	"	"	0,909	1,464	1,023	3,10	194,54
E'23	12/01/01	"	"	0,907	1,464	1,023	2,80	204,56
E'24	12/01/01	"	"	0,906	1,464	1,023	3,00	189,12
E'25	29/01/01	Koulikoro	HUICOMA	0,916	1,469	0,125	19,0 0	207,46

Tableau n°18 : (suite) valeur des paramètres physico-chimiques des échantillons d'huile de coton

N° Ech.	Date analyse	Provenance	Origine	Paramètres physico-chimiques				
				d	I _r	I _a	I _p	I _s
E'26	29/01/01	Koulikoro	HUICOMA	0,910	1,468	0,125	9,40	203,52
E'27	10/04/01	N'Golonina	"	0,910	1,468	0,315	5,7	184,90
E'28	10/04/01	"	"	0,913	1,468	0,315	5,7	166,95
E'29	10/04/01	"	"	0,911	1,468	0,350	4,5	168,74
E'30	10/04/01	"	"	0,910	1,468	0,315	5,7	170,54
E'31	30/04/01	N'Golonina	SNCYTEC BURKINA	0,918	1,467	0,149	5,6	322,70
E'32	30/04/01	"	HUICOMA	0,918	1,467	0,410	2,5	229,43
E'33	12/06/01	Magnambougou	"	0,917	1,470	0,573	7,1	180,50
E'34	12/06/01	"	"	0,914	1,468	1,596	6,30	178,67
E'35	28/06/01	SAODEF sarl.	"	0,922	1,469	1,00	2,20	219,14
E'36	28/06/01	"	"	0,928	1,469	0,90	2,00	201,60
E'37	12/01/01	DNCC	"	0,917	1,472	0,089	6,80	192,53

*** Bilan des analyses effectuées au LNS au cours de l'année 2001**

Le bilan des analyses est donné par le tableau n°19

Tableau n°19 : Bilan des analyses effectuées en 2001

Nature de l'huile	Nombre d'échantillons analysés	Pourcentage d'échantillons analysés
Coton	25	68%
Arachide	5	13%
Palme	7	19,0%
Total	37	100%

A l'an 2001, 38 échantillons ont été analysés parmi lesquelles un n'a pu être identifié faute d'informations sur les certificats d'analyse. Aussi, parmi les échantillons de coton, un n'avait pas d'indication sur sa provenance.

Remarque

Dans les analyses des huiles alimentaires, la détermination de l'indice d'hydroxyle (I_{OH}) n'est pas nécessaire, ainsi que l'indice d'estérification (I_E).

En effet ces deux indices sont déduits de I_s et de I_a (17,19):

$$I_E = I_s - I_a$$

$$I_{OH} = I_s + I_a$$

NB :

L' I_a est exprimé en mg de KOH/g d'huile

L' I_s est exprimé en mg de KOH/g d'huile

L' I_p est exprimé en mEq d'oxygène péroxidique/kg d'huile.

Normes selon le codex alimentarius

Il n'existe encore pas de normes nationales pour les corps gras et tous nos résultats sont soumis à la réglementation internationale qui est celle de la commission mixte FAO/OMS. Cependant il existe un système national de normalisation au niveau de la Direction Nationale des Industries (DNI) et la Direction Générale de la Réglementation et du Contrôle (DGRC) chargée d'élaborer les normes des denrées alimentaires en collaboration avec le L.NS.

Les normes des paramètres physico-chimiques des huiles de coton, de palme et d'arachide sont réunis dans le tableau 20.

Tableau n°20 : Norme des paramètres physico-chimiques des huiles de coton, de palme et d'arachide selon le codex alimentarius vol. 1 A 2^e édition.

Paramètres Nature de l'huile	d	Ir	Ia	Ip	Is
Coton	0,918-0,926	1,458-1,466	≤ 0,6	≤ 10 mEq	189-198
Palme	0,891-0,899	1,449-1,455	≤ 0,6	≤ 10 mEq	190-209
Arachide	0,914-0,917	1,460-1,465	≤ 0,6	≤ 10 mEq	187-196

NB :

l'indice d'acide est exprimé en mg de KOH/g d'huile

l'indice de peroxyde est exprimé en mEq d'oxygène peroxydique par kg d'huile

l'indice de saponification est exprimé en mg de KOH/g d'huile

COMMENTAIRES

ET

DISCUSSIONS

COMMENTAIRES ET DISCUSSIONS

1- Insuffisances de l'étude et contraintes

1-1- Echantillonnage

Nous avons observé une disproportion du nombre d'échantillons analysés à l'an 2000 et à l'an 2001; mais avec une proportion toujours croissante en huile de coton.

En 2000	22 échantillons	
coton	18 échantillons	82%
arachide	3 échantillons	14%
palme	1 échantillon	4%
En 2001	37 échantillons	
coton	25 échantillons	68%
arachide	5 échantillons	13%
palme	7 échantillons	19%

La régularité en approvisionnement en échantillon a été toujours la grande difficulté dans la réalisation de ce travail. En effet l'échantillonnage était constitué par des prélèvements du LNS qui n'étaient pas constants et par l'arrivée spontanée au Laboratoire de certains échantillons apportés par des particuliers.

L'huile de palme est restée durant ces deux années, la moins échantillonnée tandis que l'huile de coton constituait la fraction la plus importante des échantillonnages.

Les analyses effectuées sur ces échantillons nécessitent des ressources financières importantes, un personnel qualifié, l'achat de matériel technique et le renouvellement des réactifs. Ces conditions n'étaient pas toujours réunies, ce qui explique la restriction des paramètres à déterminer.

1-2- Choix des paramètres

Les conditions précédemment évoquées nous ont contraints à choisir certains paramètres physiques et chimiques pour apprécier l'huile.

De ce fait :

- La détermination de la densité et de l'indice de réfraction permettent de vérifier la pureté de l'huile.

En effet des valeurs trop distinctes des limites fixées par la norme, pourraient attester d'une falsification par addition d'autre huile autre que celle mentionnée sur l'étiquette.

- Une augmentation de l'acidité au-delà de la normale (0,6 mg de KOH/g d'huile) atteste d'une altération par hydrolyse enzymatique des triglycérides libérant ainsi les acides gras. Cette réaction étant favorisée par l'humidité.

- La détermination de l'indice de peroxyde (I_p) est indispensable en ce sens qu'elle indique l'état de conservation et les conditions de stockage des huiles.

- ◆ Deux échantillons (E5 et E14) présentaient un indice d'acide la supérieur à ,6, valeur limite recommandée par la norme du codex alimentarius. Ce qui représente environ 11% de non-conformité.
- ◆ 28% de ces mêmes échantillons d'huile de coton avaient un indice de peroxyde supérieur à la valeur limite fixée à 10 mEq d'oxygène peroxydique/kg d'huile.
En effet, ce sont les échantillons E7, E8, E10 , E11, E15 soit au total 5 Echantillons sur 18.
- ◆ Sur un ensemble de 12 échantillons dont l'indice de saponification avait été déterminé, aucun ne présentait une adéquation à la norme. Ils avaient tous un $I_s > 198$ mg de KOH/g d'huile de coton.

Sachant que chaque paramètre représente 1/5 (20%) de l'ensemble des paramètres déterminés, le pourcentage de non-adéquation aux normes du codex alimentarius est indiqué dans le tableau N° 21.

Le pourcentage de non adéquation des paramètres physico-chimiques de l'huile de coton aux normes du CODEX est donné par le tableau N° 21

Tableau n°21 : pourcentage de non conformité des paramètres physico-chimiques de l'huile de coton aux normes du codex.

Paramètres \ Conformité	d	lr	la	lp	ls
Pourcentage Par rapport aux échantillons	39%	78%	11%	28%	100%
Pourcentage par rapport aux paramètres	8%	16%	2%	5%	20%

Ainsi au cours de l'année 2000 les paramètres physico-chimiques des échantillons d'huile de coton ne présentant pas une adéquation aux normes de qualité selon le codex représentaient environ 51%.

2-1-2- Huile de palme

Concernant l'huile de palme, le tableau n°3 montre que le seul échantillon analysé cette année là avait la densité et l'indice de réfraction qui discordaient avec les valeurs fixées par la norme. Les autres paramètres étant conformes à l'exception de l'indice de saponification ls qui n'avait pas été déterminé.

2-1-3- Huile d'arachide

Les résultats des huiles d'arachide inscrits dans le tableau n°2 montrent que 2/3 des échantillons (soit 67%) avaient une densité non conforme à la norme et aucune valeur des indices de réfraction (n_D) n'était incluse dans l'intervalle de la norme (1,460-1,465). Toute fois ces valeurs étaient très proches de la limite supérieure de cette norme. Elles ont donc été considérées comme valable en tenant compte de la précision du réfractomètre.

1/3 (soit 33%) des échantillons d'arachide avait un indice d'acide (I_a) supérieur à la norme et 100% de ces mêmes échantillons analysées à l'an 2000 présentaient de fortes valeurs de l'indice de saponification et de l'indice de peroxyde.

Le tableau n°22, indique le pourcentage de non adéquation des paramètres physico-chimiques des huiles d'arachide et de palme aux normes CODEX.

Tableau n°22 : pourcentage de non-adéquation des paramètres physiques et chimiques de l'huile de palme et d'arachide aux normes du codex

Paramètres Conformité	d	lr	la	lp	ls
Pourcentage des échantillons non conformes	75%	25%	25%	75%	100%
Pourcentage des paramètres non conformes	15%	5%	5%	15%	20%

Donc au cours de l'année 2000 les paramètres physico-chimiques des échantillons d'huile de palme et d'arachide ne présentant pas une adéquation aux normes de qualité fixées par le codex représentaient 60%.

2-1-4- Récapitulatif des paramètres conformes ou non conforme à la norme

Le tableau n°23 récapitule les pourcentages des paramètres physico-chimiques des vingt deux (22) échantillons d'huile analysés à l'an 2000, conformes ou non à la norme du codex alimentarius.

Tableau n°23 : Récapitulatif des pourcentages des paramètres physiques et chimiques des huiles conformes ou non à la norme en 2000.

Paramètres	d	l _r	l _a	l _p	l _s
Conformité					
pourcentage non conforme	9%	14%	3%	7%	20%
Pourcentage conforme	91%	86%	97%	93%	0%

D'après les résultats de ce tableau, aucun échantillon analysé à l'an 2000 n'avait un indice de saponification conforme à la norme du codex alimentarius.

2-2- Pour l'année 2001

2-1-1 Huile de palme

- Les résultats des analyses des échantillons d'huile de palme regroupés dans le tableau n°16 montrent qu'aucune valeur de la densité n'était incluse dans l'intervalle fixé par la norme (0,891-0,899).
- Les indices de réfraction étaient tous supérieurs à la limite recommandée par le CODEX.

- Environ 43% (3 échantillons) avaient un indice d'acide $I_a > 0.6$ mg de KOH/g d'huile et seulement un échantillon sur 7 (soit 14%) présentait un indice de peroxyde $I_p > 10$ mEq d'oxygène peroxydique /kg d'huile.

- 28% (2 échantillons) avaient un indice de saponification I_s conforme.

2-2-2- Huile d'arachide

- Concernant l'huile d'arachide, les paramètres indiqués dans le tableau n°17 montrent que les paramètres physiques (densité et indice de réfraction) étaient tous situés à l'extérieur des intervalles fixés par la norme.

- Sur les cinq (5) échantillons analysés cette année, deux (2) présentaient un indice d'acide en adéquation avec la norme ce qui représente 40% des échantillons.

Aussi, 40% de ces mêmes échantillons avaient un indice de saponification dans les normes, toutefois aucun indice de peroxyde n'était conforme.

Remarques

Les valeurs de l' I_r indiqué dans le tableau n°17 sont très voisines de la limite supérieure de la norme (1,465) ; nous les avons donc considérés comme étant de bonnes valeurs en tenant compte de la précision du réfractomètre et des conditions opératoires.

2-2-3 Huile de coton

Pour les échantillons d'huile de coton dont les résultats sont mentionnés dans le tableau n°18, conformément à la norme, environ 28% des échantillons avaient une densité conforme.

- 52% (13 échantillons) avaient un indice de réfraction très voisin de la norme et 7 échantillons (soit 28%) indiquaient des indices d'acide (Ia) > 0,6 (limite de la norme).
- Un seul échantillon (E'25) qui représente 4% avait un indice de peroxyde supérieur à 10 et seulement 8 échantillons (soit 32%) avaient un indice de saponification Is en adéquation avec la norme du codex.

2-2-4- Pourcentage des paramètres physico-chimiques conformes ou non des huiles de l'an 2001.

Le tableau N°24 regroupe les pourcentages des paramètres physiques et chimiques des 37 échantillons d'huile analysés à l'an 2001, conformes ou non conformes à la norme du codex.

Tableau n°24 : pourcentage des paramètres physiques et chimiques des huiles conformes ou non à la norme à l'an 2001.

Paramètres	d	lr	la	lp	ls
Conformité					
pourcentage non conforme	83%	51%	35%	19%	67%
Pourcentage conforme	17%	49%	65%	81%	33%

3- Synthèse

L'ensemble des résultats des analyses des huiles effectuées à l'an 2000 et l'an 2001 sont récapitulés dans les tableaux N°25 et N°26.

Tableau n°25 : récapitulatif des résultats d'huiles analysées à l'an 2000.

Nature de l'huile	Nombre d'échantillon	Pourcentage d'échantillon analysé	Pourcentage des paramètres non conformes				
			d	lr	la	lp	ls
Coton	18	82%	8%	16%	2%	5%	20%
Palme	1	4%	20%	20%	0	0	-
arachide	3	14%	13%	0	7%	20%	20%
Total	22	100%	9%	14%	3%	7%	20%

- Il apparaît clairement sur ce tableau que sur les 22 échantillons d'huile analysée à l'an 2000, 3% seulement avaient un indice d'acide supérieur à la norme ($\leq 0,6$ mg de KOH / g d'huile) et 7% présentaient une valeur de l'indice de peroxyde qui n'étaient pas en adéquation avec la norme (≤ 10 mEq d'oxygène peroxydique/kg d'huile). En conséquence les huiles qui avaient ces deux paramètres anormaux étaient impropres à la consommation. Elles étaient altérées par oxydation ou par hydrolyse enzymatique), en raison de leur mauvaise conservation.

- On remarque aussi que le seul échantillon d'huile de palme (E22), bien qu'ayant ces paramètres physiques hors normes, ne présentait aucun signe d'altération, donc consommable.
- L'huile de coton a été la plus analysée à l'an 2000 (82% des échantillons analysés). Sur l'ensemble des paramètres déterminés, environ 51% (somme des pourcentages des paramètres non conformes de l'huile de coton) des paramètres étaient non conformes à la norme du codex.
- L'huile de palme ; représentant 4% des échantillons analysés était minoritaire dans l'échantillonnage de 2000.

Les paramètres physico-chimiques non conformes aux normes ont constitué environ 40% et concernaient uniquement les paramètres physiques (densité et indice de réfraction).

- L'huile d'arachide a représenté 14% des échantillons dont 50% de ces paramètres physiques et chimiques étaient en inadéquation avec les normes du codex alimentarius.

Ainsi à l'an 2000, la moyenne des paramètres physiques et chimiques non conformes des 22 échantillons d'huile analysés au LNS est d'environ 53%.

Tableau n°26 : récapitulation des résultats des huiles analysées à l'an 2001.

Nature de l'huile	Nombre d'échantillon	Pourcentage d'échantillon analysé	Pourcentage des paramètres non conformes				
			d	lr	la	lp	ls
Coton	25	68%	14%	10%	6%	1%	14%
Palme	7	19%	20%	20%	9%	3%	14%
Arachide	5	13%	20%	20%	12%	20%	12%
Total	37	100%	10%	13%	7%	4%	13%

Au terme de l'étude réalisée en 2001, trente sept (37) échantillons d'huile ont été soumis à une analyse physique et chimique.

Sur l'ensemble des paramètres déterminés, 4% avaient un indice de peroxyde non conformes et 7% des indices d'acide supérieurs à la norme. Ces faibles pourcentages attestent que très peu d'échantillons étaient altérés.

- L'huile de coton a été plus échantillonnée avec 25 échantillons (soit 68%) sur un total de 37. Ces analyses effectuées sur cet échantillon ont donné environ 45% de paramètres non conformes avec seulement 1% des indices de peroxydes supérieur à 10 mEq d'oxygène peroxydique par kg d'huile et 6% d'indice d'acide non conformes.
- Avec 19% des échantillons, l'huile de palme vient après l'huile de coton dans les échantillons les plus analysés. Toutefois ce pourcentage est faible et la détermination des paramètres physiques et chimiques nous a donné environ 66% des paramètres non conformes.

Notons que tous les paramètres physiques n'étaient pas conformes.

- L'huile d'arachide, faiblement représentée (13%) avait 84% de ces paramètres physiques et chimiques non conformes aux normes du codex alimentarius. En plus la totalité des indices de peroxydes était supérieure à la norme attestant que ces huiles étaient toutes altérées par oxydation.
- La moyenne des paramètres non conformes des 37 échantillons analysés à l'an 2001 au LNS est de 47%.

Ainsi au terme de l'étude retro prospective que nous avons réalisé de 2000 à 2001 au LNS, on a obtenu en moyenne 50% des paramètres déterminés qui n'étaient pas conformes aux normes fixées par la commission mixte FAO/OMS.

CONCLUSION
ET
RECOMMANDATIONS

CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS

1- Conclusion

L'étude réalisée au Laboratoire national de la Santé durant l'année 2001 et prenant en compte les résultats de l'année 2000 a montré que 53% des paramètres physiques et chimiques des huiles n'étaient pas conformes aux normes du codex pour l'an 2000 contre 47% à l'an 2001.

L'huile de coton

Elle a représenté la majorité dans l'échantillonnage (73 %) au cours des deux années (2000 et 2001). Cela peut s'expliquer par les raisons suivantes :

- ◇ principale production de Huicoma
- ◇ production continue au niveau de l'usine Hui coma
- ◇ sa présence sur toutes les surfaces de vente
- ◇ Sa grande consommation.

Le problème majeur de ces huiles était les paramètres physiques (densité et indice réfraction) qui étaient pour la plupart supérieurs aux valeurs de la norme $[0,918-0,926]$ pour la densité et $(1,458-1,466)$ pour l'indice de réfraction. Cependant la qualité sur le plan sanitaire de ces huiles était bonne puisque les indices d'altération (indice d'acide et indice de peroxyde) étaient faibles ($< 6\%$ pour l'IA et $< 5\%$ pour l'Ip) au cours de la période de l'étude (2000-2001). Il faut toutefois noter que sur le plan de l'échange, cette insuffisance des paramètres physiques pourrait poser un préjudice économique.

L'huile d'arachide

Elle représente la deuxième production de l'usine Huicoma mais cette production est irrégulière expliquant son faible pourcentage dans l'échantillonnage de 2000 et 2001.

Comme l'huile de coton, les paramètres physiques avaient dans leur quasi-totalité des valeurs non conformes aux normes. Quant aux indices d'altération, on note que tous les indices de peroxyde étaient > 10 (norme) et environ la moitié des indices d'acide n'étaient pas en adéquation. Ces huiles étaient donc non conformes à la consommation dans leur totalité.

L'huile de palme

Pour l'huile de palme, plus de la moitié de l'échantillonnage était constituée par saisie de la Direction Nationale du Commerce et de la concurrence (DNCC) et apportée au LNS pour analyse de la qualité. Des analyses effectuées, on note que tous les paramètres physiques étaient discordants avec les valeurs de la norme, toute fois ces huiles sont de bonne qualité sur le plan sanitaire si on s'en tenait aux indices d'altération faibles (tableaux N°25 et N°26).

2- Recommandations

Nous recommandons à :

L'ETAT

- ✦ La mise en route des activités des comités techniques de normalisation chargés d'élaborer les normes des denrées alimentaires en général et en particulier des matières grasses.
- ✦ La dotation des laboratoires en locaux modernes et adaptés au contrôle de la qualité des denrées alimentaires afin d'élargir les domaines d'investigation et de la création d'un cadre sécuritaire pour le personnel.
- ✦ De doter les services d'inspection des denrées alimentaires de moyens humains et logistiques, aux fins d'effectuer régulièrement des prélèvements d'échantillons des matières grasses et d'inspecter les locaux où les huiles sont préparées conditionnées, emmagasinées et détenues pour la vente. Le bon conditionnement et le bon entreposage sont garants de la stabilité de la qualité des huiles.
- ✦ La formation d'analystes et de maintenanciers pour les opérations d'analyse et de maintenance du matériel du Laboratoire.

LNS

- ✦ La mise à jour et l'élaboration de nouveaux protocoles d'analyses des matières grasses en tenant compte de l'évolution technologique dans le domaine alimentaire.

- ✦ De multiplier le nombre de sorties et de prélèvement sur les lieux de production, de stockage et de vente des matières grasses.
- ✦ Accroître le nombre de paramètres à déterminer des matières grasses afin de mieux apprécier la qualité sanitaire de cette denrée au bénéfice du consommateur.
- ✦ De publier les résultats d'étude menée sous forme de conférences débats, de séminaires ateliers afin d'informer le publique sur la noble mission qui lui est dévolue.

Les Associations des Consommateurs (AS.CO.MA, ADAC-Mali, ADSCOMA)

- ✦ L'efficacité du contrôle des denrées alimentaires et plus spécifiquement des matières grasses dépend de l'appui de la collectivité représentée par l'AS.CO.MA, ADAC-Mali, ADSCOMA qui doivent exercer des pressions pour que les comités techniques chargés d'élaborer les normes promulguent les lois alimentaires élaborées.
- ✦ De procéder à des prélèvements spontanés de matières grasses alimentaires et de la soumettre à des analyses et à des tests puis de publier les résultats pour orienter les consommateurs.

BIBLIOGRAPHIE

- 1 - *J.H. WEIL*
BIOCHIMIE GENERALE
7^e édition Masson
Paris 1996

- 2 - **CHIMIE CH 19**
Fiches Techniques
Agence de Coopération Culturelle et Technique (A.C.C.T.)
Organisation Intergouvernementale de la Francophonie, C.N.E.D

- 3 - **CODEX ALIMENTARUS**
Volume 1 A
Deuxième édition 1999
Dispositions générales
Commissions mixte FAO/OMS

- 4 - **CODEX ALIMENTARUS**
Version Abrégée
Commission mixte FAO/OMS, Rome, 1992

- 5 - **CONTROLE DE LA QUALITE DES EXPORTATIONS**
Contrôle total de la qualité au niveau de l'entreprise
Centre du Commerce international (C.C.I) Genève, 1990

- 6 - **CONTROLE DE LA QUALITE DANS L'INDUSTRIE ALIMENTAIRE**
centre du commerce international (C.C.I)
Manuel de présentation
CCI/GATT, Genève, 1991

7- CORPS GRAS, GRAINES OLEAGINEUSES, PRODUITS DERIVES

5^e édition 1993

AFNOR RECUEIL DE normes française

8 – DEVELOPPEMENT DES PRODUITS ET MARCHES

Arachides HPS

Etude de marchés européens choisis

Centre de Commerce international (C.C.I.)

Genève 1994

9 - DICTIONNAIRE ENCYCLOPEDIQUE

Le petit Larousse illustré 1992

Langue Française , Culture Générale

10 - DIRECTIVES GENERALES POUR LA MISE AU POINT D'UN SYSTEME NATIONAL EFFICACE DE CONTROLE DES ALIMENTS

Programme des nations unies pour l'environnement Rome 1976.

11 - DOUMBIA A.

*Contrôle de qualité des industries agro-alimentaires du district de Bamako et
environ*

Thèse de Pharmacie 1992 - FNMP - Bamako-Mali

12 - *Jean Ledéret*

ENCYCLOPEDIE MODERNE DE L'HYGIENE ALIMENTAIRE

Tome III

Technologie et hygiène alimentaire

Paris, Malovire : 1985

13 - ENCYCLOPEDIE MODERNE DE L'HYGIENE ALIMENTAIRE

Tome IV : Intoxication alimentaire

Jean Lédérer ,

Paris ; Malovire, 1986

14 - FOFANA A.

*Quelques aspects de la technologie de l'analyse des denrées
alimentaires glucidiques*

Thèse de Pharmacie 1978 - ENMP Bamako-Mali

15 - LES GRAISSES ET HUILES DANS L'ALIMENTATION HUMAINE

FAO/OMS. Rapport d'une consultation mixte d'experts Rome 1996

Etude FAO alimentaire et nutrition n°57

.....

16 - MAIGA H.A.

*Etude des problèmes posés par le contrôle physico-chimique d'échantillons de
farine de blé, de lait en poudre et de vin rouge prélevé dans certains magasins du
district de Bamako*

Thèse de Pharmacie 1994 - ENMP Bamako Mali

17 - N. RAKIPOV

Manuel d'analyse des corps gras

Traduction Française

Edition Mir Moscou 1987

18 - A. KARLESKIND Coordinateur

MANUEL DES CORPS GRAS

Tome 1

AFECC. Lavoisier 1992

- 19 - **A.KARLESKIND** *Coordinateur*
MANUEL DES CORPS GRAS
Tome 2
AFECG. Lavoisier 1992
- 20 - **PHARMACOPEE INTERNATIONALE**
3^e édition Volume 1
Méthodes générales d'analyse
Genève 1980
- 21- **PROJET D'ASSISTANCE A LA REFORME DU SECTEUR
PARAPUBLIC**
Etude de la SEPAMA 1986
- 22 - **RAOUL LECOQ**
Manuel d'analyses alimentaires et d'expertises usuelles
Tome II F à Z :
Edition DOIN
Paris 1965
- 23 – **SINDY BERTHE**
*Etude retro-prospective des résultats d'analyse des denrées alimentaires au
laboratoire national de la santé de 1996 à 1999.*
Thèse de pharmacie 2000 - FMPOS Bamako-Mali
- 24 – **UTILISATION DES ALIMENTS TROPICAUX**
Graines oléagineuses tropicales
Etude FAO alimentation et nutrition
Rome 1990

ANNEXES

LABORATOIRE NATIONAL DE LA SANTE

1- Présentation

Le L.N.S. a été créé en 1990 par ordonnance inter-ministérielle N° 90-34/P-RM le 05 juin 1990.

Depuis le 20 septembre 2000, un nouveau statut lui est attribué dans l'ordonnance n°00-040/P-RM du 20 septembre 2000 portant abrogation des dispositions antérieures notamment l'ordonnance n°90-34/P-RM du 05 juin 1990 et la création d'un établissement public à caractère scientifique et technologique (EPST) dénommé Laboratoire National de la Santé.

Chaque année il reçoit des stagiaires de divers domaines.

Il emploie 27 personnes :

Au niveau de la Direction

- Un Directeur général (pharmacien agrégé en Chimie thérapeutique)
- Un vétérinaire et ingénieur d'élevage
- Un secrétaire d'administration
- Une secrétaire
- Un agent comptable
- Un électromécanicien
- Deux chauffeurs

Au niveau du contrôle de la qualité des médicaments

- Un pharmacien spécialiste (toxicologie)
 - Deux pharmaciens
 - Quatre techniciens chimistes
-

Au niveau du contrôle de la qualité des aliments , boisson et eau

- Un Ingénieur chimiste
- Deux technologues alimentaires
- Cinq microbiologistes
- Quatre techniciens de laboratoire

2- Attributions

Le LNS a pour mission de :

⇒ Contrôler la qualité des médicaments, aliments, boissons ou toutes autres substances importées ou produites en République du Mali et destinées à des fins thérapeutiques diététiques ou alimentaires en vue de la sauvegarde de la santé des populations humaines et animales.

A ce titre il est chargé de :

- ◇ Donner son avis technique pour l'autorisation ou l'interdiction de l'usage de tout produit, médicament ou boisson à usage thérapeutique, diététique ou alimentaire
 - ◇ Prélever et analyser des échantillons dans toute unité de production, d'importation, de distribution ou de conservation de médicament, eaux, boissons diverses, aliments et toutes autres substances introduites dans l'organisme humain et animal.
 - ◇ Participer à la formation de recherche scientifique et post-universitaire
 - ◇ Entreprendre des activités de recherches scientifiques et techniques
 - ◇ Contribuer à l'élaboration des normes et veiller à leur application.
-

RESUME

Le problème de la qualité des aliments est un problème majeur qui se pose à tous les états et singulièrement aux pays en développement, qui ne disposent pas suffisamment de moyens financiers, matériels et humains pour produire ou s'acquérir des denrées alimentaires de qualité irréprochable. Cependant, des dispositions réglementaires internes sont prises au niveau de chaque Etat, dont le Mali en collaboration avec les instances internationales (OMS, FAO, Commission du codex-alimentarius) afin de créer un cadre sécuritaire pour les denrées alimentaires au bénéfice du consommateur. Il est à noter aussi qu'une action quotidienne est menée par les services de contrôle, de réglementation et de la répression du Ministère de la santé, du Ministère du Développement rural, du Ministère de l'Industrie du Commerce et du Transport pour sécuriser le consommateur.

L'étude réalisée au Laboratoire National de la Santé (LNS) portant sur la conformité des paramètres physique et chimique des huiles alimentaires aux normes internationales durant les périodes 2000 et 2001, révèle que 53% des paramètres des huiles analysées en 2000 n'était pas conformes contre 47% à l'an 2001. Les huiles concernées étaient les huiles végétales de coton, de palme et d'arachide importées ou produite au Mali.

Toutefois, cette non conformité n'est toujours pas synonyme de mauvaise qualité sur le plan sanitaire puisque l'huile peut avoir ces paramètres d'altération (Indice rancide et Indicé de peroxyde) conformes, donc ne posant pas de problèmes sur le plan sanitaire; en revanche, le préjudice peut être un manque à gagner sur le plan de l'échange si les paramètres physiques (indice de réfraction et densité) sont non conformes. C'est la remarque faite avec les huiles de coton et d'arachide qui dans leur grande majorité avaient leurs paramètres physiques non conformes aux normes du codex alimentarius.

SERMENT DE GALIEN

Je jure en presence des maitres de cette faculté, des conseillers de l'ordre des pharmaciens et des condisciples:

D'honorer ceux qui m'ont instruit dans les precepts de mon art et leur témoigner ma reconnaissance en restant fidèle à leur enseignement;

D'exercer dans l'intérêt de la santé publique, ma profession avec conscience et respecter non seulement la législation en vigueur, mais aussi les règles de l'honneur, de la probité et du désintéressement.

De ne jamais oublier ma responsabilité et mes devoirs envers le malade et sa dignité humaine.

En aucun cas, je ne consentirai à utiliser mes connaissances et mon état pour corrompre les mœurs, et favoriser des actes criminels.

Que les hommes m'accordent leur estime si je suis fidèle à mes promesses.

Que je sois couvert d'opprobre et méprisé de mes confreres si j'y manqué.

Je le jure.
