

REPUBLICQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE  
UNIVERSITÉ MOULOUD MAMMERI TIZI-OUZOU

*Faculté des Sciences Biologiques et des Sciences Agronomiques*

*Département de Biochimie et Microbiologie*

# *Mémoire de fin d'études*



*En vue de l'obtention du diplôme de Master  
en Sciences de la nature et de la vie  
Filière : Biologie  
Option : Alimentation humaine et qualité des produits*

## *Thème*

**EFFET DU MODE DE FRITURE SANS  
COUVERCLE SUR LA STABILITE DE  
L'HUILE « FLEURIAL »**

*Proposé et dirigé par :*

*M<sup>r</sup> SADOUDI R.*

*Présenté par :*

*M<sup>me</sup> HIMED Samia épouse SAHNOUN*

*M<sup>elle</sup> MEZIANI Kahina*

*Devant le jury :*

*Président : M<sup>r</sup> AMIR Y.*

*Professeur à l'UMMTO*

*Examineurs : M<sup>r</sup> BENGANA M.*

*Maître chargé A de cours à l'UMMTO*

*M<sup>elle</sup> LAMMI S.*

*Maître assistante B à l'UMMTO*

**Année universitaire :2014/2015**

# Remerciements



*Tout d'abord, nous aimerons remercier Allah le tout puissant, de nous avoir donné le courage, patience et volonté afin de réaliser ce travail, Nous vous prions de nous guider sur le droit chemin qui est le vôtre et qui nous mène à votre Paradis. Amen.*

*Nous tenons à exprimer nos remerciements les plus sincères et les plus profonds à :*

*Notre promoteur M'SADOUDI R. Maître de conférence B au département des sciences agronomiques à UMMTO d'avoir accepté de nous encadrer et de nous guider tout au long de ce travail.*

*Nous remercions également au président du jury M' AMIR Y. Maître de conférences à UMMTO qui nous a fait l'honneur de présider le jury. Et aux examinateurs M' BENGANA M. Maitre-assistant A à UMMTO et M<sup>elle</sup> L'AMMI S. Maitre-assistant B à UMMTO, d'avoir bien voulu juger notre travail.*

*Nous remercions également les responsables du laboratoire des analyses physico-chimiques de département biologie à l'UMMTO pour leurs aides, leur soutien et le temps qu'ils ont bien voulu consacrer à nous tenons compagnie au cours de notre travail.*

*Enfin, nous tenons à remercier sincèrement toutes les personnes ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.*

# Dédicaces



*« Merci Dieu tout puissant »*

*Celui qui nous a protégé, aidé et surtout soutenu jusqu'à pouvoir  
«mener la graine au fruit » pour son soutien providentiel.*

*Je dédie ce modeste travail :*

- ❖ A mes précieux parents et ma chère grande mère, pour leurs exprimer tout le respect et l'amour que j'ai pour eux et pour leurs témoigner ma reconnaissance pour tous les efforts et sacrifices qu'ils ont entrepris à de me voir ce que je suis ;*
- ❖ A mes chers frères Mourad, Lounes, Mohamed , Kamel ;*
- ❖ A mes très chères sœurs Nacira, Samia, Djaouida ;auxquels je souhaite la réussite dans leurs vies ;*
- ❖ A Missipsa, Syphax, Liza, M'hana, Lina, Hilal, Yasmine, Nourdine, Yacine ;*
- ❖ A ma binôme Samia et toute sa famille ;*
- ❖ Tous les enseignants qui m'ont encadré durant toute la période passée de mon cursus universitaire.*

*MEZIANI Kahina.*



# Dédicaces

*Je dédie ce modeste travail :*

- ❖ *Je dédie ce modeste travail au bon Dieu ;*
- ❖ *La mémoire de mes grands- parents « Rezeki » et « Halima » que Dieu les accueille dans son vaste paradis ;*
- ❖ *Mes grands-mères que je leurs souhaite une longue vie ;*
- ❖ *A mes très chers parents pour leurs conseils, leurs sacrifices et surtout pour leurs soutiens tout au long de ma vie ;*
- ❖ *A mon très chère marie Mohammed ;*
- ❖ *A mon petit fils « ange Rayane » :*
- ❖ *A mes chers frères Said, Brahim, et mon très chère frère Hamza ;*
- ❖ *A mon beau frère Anis, ma sœur Madiha, et ma tante Zohra ;*
- ❖ *A toute la famille HIMED, KARA, et SAHNOUN ;*
- ❖ *A ma binôme Kahina ;*
- ❖ *A Tous mes amis et ceux qui me connaissent ;*
- ❖ *A tous les enseignants qui m'ont encadré durant toute la période passée de mon cursus universitaire ;*
- ❖ *A tous mes amis du département Agronomie et Biologie ;*

*HIMED Samia.*

## **SOMMAIRE**

**Liste des tableaux**

**Liste des figures**

**Liste des abréviations**

**Introduction générale** 01

### *Synthèse bibliographique*

#### **I. Généralités sur les corps gras**

I.1. Définition .....	02
I.2. Classification.....	02
I.3. Composition.....	04
I.3.1. Les composés majeurs.....	04
I.3.2. Composés mineurs.....	07
I.4. Propriétés physicochimiques.....	08
I.5. Rôle des corps gras .....	10

#### **II. Généralités sur le tournesol**

II.1. La plante.....	12
II.2. La graine.....	12
II.3. Huile de tournesol.....	12
II.4. Utilisation de l'huile de tournesol.....	14
II.4.1. Utilisation alimentaire.....	14
II.4.1.1 Huile pour friture et assaisonnement .....	14
II.4.1.2. Huile pour assaisonnement.....	14
II.4.2. Utilisation non alimentaire.....	14

#### **III. Altérations des huiles végétales**

III.1. Mécanismes de l'oxydation des huiles.....	15
III.1.1. Auto-oxydation .....	15
III.1.2. Photo-oxydation.....	18
III.1.3. Oxydation enzymatique.....	18
III.1.4. Acidification.....	19
III.1.5. Isomérisation.....	19
III.1.6. Altérations biologiques.....	19

III.2. Facteurs influençant l'oxydation des lipides .....	20
III.2.1. Teneur en oxygène.....	20
III.2.2. Température.....	20
III.2.3. Présence d'agents antioxydants.....	20
III.2.4. Présence d'agents pro-oxydants .....	20
III.2.5. Teneur en acides gras libres .....	20
III.2.6. Activité de l'eau (A <sub>w</sub> ) .....	20

#### **IV. Friture**

IV.1. Définition .....	22
IV.2. Intérêt de l'opération de friture.....	22
IV.3. Utilisation des huiles.....	22
IV.3.1. Assaisonnement.....	22
IV.3.2. Friture.....	23
IV.4. Types de fritures.....	23
IV.4.1. Friture plate.....	23
IV.4.2. Friture profonde.....	23
IV.4.3. Friture en restauration collective.....	23
IV.4.4. Friture industrielle.....	23
IV.5. Modification aux cours des fritures.....	24
IV.5.1. Modification au sein de l'aliment.....	24
IV.5.2. Modification au sein de l'huile.....	25
IV.6. Choix de l'huile de friture.....	25
IV.7. Facteurs influençant le processus de friture.....	26
IV.8. Mécanisme de procédé de friture.....	27
IV.9. Conseils pratiques lors des fritures.....	27

## *Partie expérimentale*

### **Matériel et méthodes**

I. Objectif de l'étude.....	28
II. Conduite expérimentale.....	28
II.1. Choix de l'huile.....	28
II.2. Choix de l'aliment à frite.....	29
II.3. Procédure de fritures.....	30
II.4. Echantillonnage.....	31
III. Analyses.....	31
III. 1. Analyses physiques.....	31
III.1.1. Humidité.....	31
III.1.2. Détermination de la densité.....	31
III.1.3. Détermination de la viscosité.....	32
III.2. Analyses chimiques.....	32
III.2.1. Acidité.....	32
III.2.2. Détermination de l'indice de peroxyde.....	33
III.2.3. Indice d'iode.....	34
III.2.4. Indice de saponification.....	34
IV. Analyse statistique.....	35

### ***Résultats et discussion***

I. Evolution des indices physiques .....	36
I.1. Humidité.....	38
I.2. Evolution de la densité.....	40
I.3. Evolution de la viscosité .....	42
II. Evolution des indices chimiques .....	44
II.1. Evolution de l'acidité.....	45
II.2. Evolution de l'indice de peroxyde.....	47
II.3. Evolution de l'indice d'iode.....	50
II.4. Evolution de l'indice de saponification.....	51
<b>Conclusion générale.....</b>	<b>54</b>

### **Références bibliographiques**

### **Annexes**

### **Résumé**











## Liste des tableaux

Tableau	Titre	page
I	Classification des CG selon leurs origines	02
II	Classification des CG selon leurs consistances à température ambiante	03
III	Classification des CG selon leur fonction	03
IV	Classification des CG selon l'analyse élémentaire	04
V	Classification des CG selon leur propriété de saponification	04
VI	Point d'ébullition de certains AG	09
VII	Rôle des corps gras	11
VIII	Composition biochimique de la graine de tournesol	12
IX	Composition en acides gras de l'huile de Tournesol	13
X	Constantes physico-chimiques de l'huile de Tournesol	13
XI	Caractéristique de l'huile analysée	28
XII	Composition chimique de la pomme de terre	29
XIII	Conditions expérimentales des essais de fritures	30
XIV	Observations notées lors des fritures avec l'huile « Fleurial »	36
XV	Résultats des indices physiques	38
XVI	Analyse de la variance de l'humidité	40
XVII	Analyse de la variance de la densité	42
XVIII	Analyse de la variance de la viscosité	44
XIX	Résultats des indices chimiques	45
XX	Analyse de la variance du paramètre « acidité »	47
XXI	Analyse de la variance de l'indice de peroxyde	49
XXII	Analyse de la variance de l'indice d'iode	51
XXIII	Analyse de la variance de l'indice de saponification	53

## *Liste des figures*

Figure	Titre	Page
1	Structure chimique de quelque acide gras	05
2	Structure chimique de l'isomère Cis et Trans de l'acide gras C18 :1	05
3	Structure de triglycérides	06
4	Formule générale d'un phospholipide	07
5	Schématisation de la cinétique d'oxydation des acides gras	17
6	Schéma général des réactions d'auto-oxydation des AGI	17
7	Mécanisme d'initiation de la peroxydation des lipides par l'activité lipoxygénasique	19
8	Vitesse d'oxydation et activité de l'eau	21
9	Friteuse, huile, frites	29
10	Evolution de l'humidité en fonctions du nombre de fritures	39
11	Evolution de la densité en fonction du nombre de fritures	41
12	Evolution de la viscosité en fonction du nombre de fritures	43
13	Evolution de l'acidité en fonctions du nombre de fritures	46
14	Evolution de l'indice de peroxyde en fonctions du nombre de fritures	48
15	Evolution de l'indice d'iode en fonction du nombre de fritures	50
16	Evolution de l'indice de saponification en fonction du nombre de fritures	52

## *Liste des abréviations*

**°C**: degré Celsius.

**A<sub>w</sub>**: Activité de l'eau. Activity of water.

**AFNOR**: Association française de normalisation.

**AG**: Acide gras.

**TG**: Triglycérides.

**AGI**: Acide gras insaturé.

**AGL**: Acide gras libre.

**AGMI**: Acide gras mono insaturé.

**AGPI**: Acide gras polyinsaturé.

**AGS**: Acide gras saturé.

**CG**: Corps gras.

**I<sub>i</sub>**: Indice d'iode.

**I<sub>p</sub>**: Indice de peroxyde.

**I<sub>s</sub>**: Indice de saponification.

**R°**: Radical libre d'acide gras.

**ROO°**: Radical peroxy.

**ROOH**: Hydroperoxydes.

**TG**: Triglycerides.

## Introduction générale

Les graisses sont des composants importants de l'alimentation car elles fournissent de l'énergie, des acides gras essentiels – l'acide linoléique et linoléique – que le foie est incapable de synthétiser, ainsi que des vitamines liposolubles.

En techniques culinaires, comme dans l'industrie agroalimentaire, différents types de corps gras sont utilisés (fluides et solides) dans des préparations d'aliments. Parmi ces dernières, les fritures.

La friture est l'un des procédés, les plus anciens, d'élaboration d'aliments. Elle a été inventée puis développée autour de bassin méditerranéen où l'huile d'olive était largement utilisée (VARELA, 1998).

Des huiles de fritures ont fait l'objet de nombreuses recherches ; celles-ci sont motivées par les risques alimentaires associés à leur consommation. En effet, une surconsommation d'huiles thermo-oxydées est potentiellement cancérigène (CHEVASSUS, 2002 ; VITRAC et al. 2003). Les huiles végétales, insaturées, sont de plus en plus utilisées.

L'huile de tournesol est une huile de saveur douce et d'odeur légère et agréable ; sa couleur varie entre le jaune pâle et le jaune orangé ; c'est une denrée alimentaire de large consommation, car elle est à la base de quelques spécialités diététiques (GRAILLE, 2003). En Algérie, la faible disponibilité de l'huile d'olive et son coût excessif ont contraint les ménages à utiliser les huiles issues de graines oléagineuses raffinées dans la préparation des aliments. Les aliments frits sont de plus en plus consommés au détriment du repas traditionnel ; les frites sont préparées dans des poêles à l'air libre.

L'objectif de notre étude consiste à évaluer les caractéristiques physico-chimiques d'une huile 100% tournesol dénommée « Fleurial » durant son utilisation en friture. Cette dernière est menée dans une friteuse électrique à température réglable où le couvercle est maintenu ouvert afin de reproduire les mêmes conditions de fritures chez les ménages et les fast-foods où l'air ambiant diffuse librement dans le bain de friture.

## I. Généralités sur les corps gras

### I.1. Définition

On distingue sous le nom de lipides, la partie grasse des aliments, dont les différents constituants jouent un rôle énergétique, structural et fonctionnel (*COUET, 1998 ; POISSON et NARCE, 2003*)

Les lipides forment un groupe très hétérogène de composés, dont les structures sont très différentes, on les réunit en raison de leur insolubilité dans l'eau et leur solubilité dans les solvants organiques (éther, acétone, mélanges chloroforme-alcool, etc.) (*GUELLAUMIN, 1982 ; WEIL et al. 2001*).

### I.2. Classification

On classe les corps gras (CG) selon plusieurs critères

#### I.2.1. Classification selon leur origine

**Tableau I** : Classification des CG selon leurs origines (*FREDOT, 2005*).

Origine	CG
<b>Animale</b>	beurre, Crème, Suif, Saindoux, Shortening (graisses raffinées hydrogénées), Huiles des animaux marins.
<b>Végétales</b>	<b>Huiles pour assaisonnement et friture,</b> Margarine végétales, Végétaline (huile de coprah hydrogénée).
<b>Mixte</b>	Margarine standard à base d'huile végétales et graisse de poisson, Margarine et Shortening pour pâtisserie

### I.2.2. Classification selon leur consistance à température ambiante

**Tableau II** : Classification des CG selon leur consistance à température ambiante (*FREDOT, 2005*)

Etat	CG
Fluide	Huile d'arachide, Huile de colza, Huile de soja, Huile de carthame, Huile de tournesol, Huile de germe de maïs.
Concret ou solide	Huile de palme, Huile de coprah, Margarine végétale, Beurre, Saindoux, Suif.

### I.2.3. Classification selon leur rôle physiologique

**Tableau III** : Classification des CG selon leur fonction (*MASSON, 2002*)

Lipides de structure	Lipides de réserve	Lipides ayant une activité Biologique
Phospholipides, Cholestérol.	Triglycérides.	Hormones stéroïdiennes, Vitamine liposolubles.

### I.2.4. Classification selon l'analyse élémentaire

**Tableau IV :** Classification des CG selon l'analyse élémentaire (*FRENOT et VIERLING, 2001*).

<b>Lipides simples</b>	<b>Lipides complexes</b>	
Sont composés de C.H.O	Sont composés de C, H, O, P, N et S	
Acides gras, Acylglycérol, Stérides, Cérides.	Glycérophospholipides, Acides phosphatidylcholine, Phosphatidyléthanolamine, Phosphatidylsérine.	Sphingolipides, Céramides, Sphingophospholipides, Glycosphindolipides.

### I.2.5. Classification selon la propriété de saponification

**Tableau V :** Classification des CG selon la propriété de saponification (*JEANTET et al, 2006*).

<b>Lipides saponifiables</b>	<b>Lipides non saponifiables</b>
Acylglycérols, Phospholipides, Cire, Stérides, Cutine.	Hydrocarbures, Pigments, Stérols, Vitamines liposolubles.

## I.3. Composition

Les CG sont constitués d'éléments majeurs (90 à 99%) et élément mineurs (1 à 5%) (*OLLE, 2002*).

### I.3.1. Les composés majeurs

#### I.3.1.1. Acides gras

Les acides gras connus sont nombreux, notamment dans le règne végétal (*NAUDET, 1992*). Ce sont des acides organiques faibles qui ne possèdent qu'une fonction acide organiques (carbonyle) par molécules et sont formés de carbone à nombre presque toujours pair, généralement compris entre 4 et 30 atomes d'oxygènes et hydrogène. La formule de base des acides gras est :  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_n\text{COOH}$ .

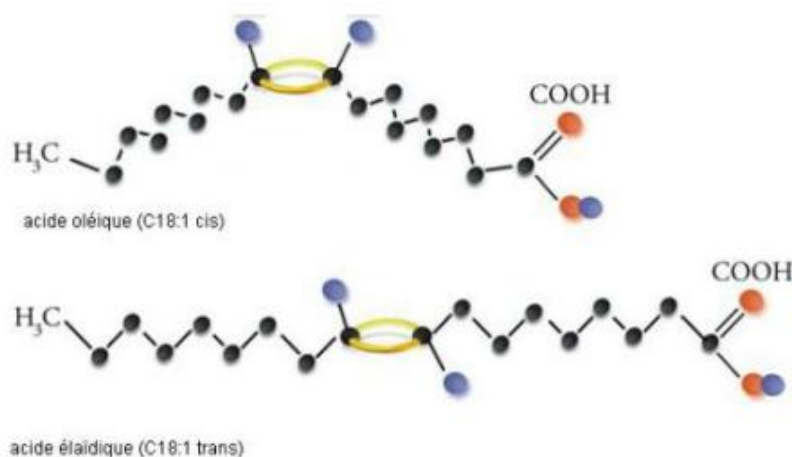
C'est par la longueur des chaînes carbonées et leur degré de saturation que se caractérisent les AG, c'est-à-dire le type de liaison entre les atomes. Ceci permet de différencier deux grandes classes d'AG (CHEFTEL et CHEFTEL, 1986 ; DERACHE, 1986 ; COSSUT et al, 2002). Les acides gras saturés (figure 1) ne possèdent aucune double liaison, tel qu'il est illustré par la figure suivante



**Figure 1 :** Structure chimique de quelques acides gras : En rouge : l'atome d'oxygène; en bleu : l'atome d'hydrogène; en noir : l'atome de carbone; en orange : la double liaison (MAURO, 2003).

Les acides gras insaturés (AGI) (figure 2) : Ils présentent une ou plusieurs doubles liaisons, la chaîne est alors insaturée. Les AGMI en possèdent une, tandis que les AGPI en possèdent deux (acide linoléique) ou trois (acide linoléique) (COSSUT et al, 2002)

Les AG peuvent aussi être classés selon la structure de la double liaison : les AG de la configuration *Cis* et les AG *Trans* ; ils sont schématisés comme suit :



**Figure 2 :** Structure chimiques de l'isomère *cis* et *trans* de l'acide gras C18:1 : En rouge: l'atome d'oxygène; en bleu: atome d'hydrogène; jaune: double liaison; noir atome de carbone (MAURO, 2003).

### I.3.1.2. Glycérides

Les glycérides ou graisses neutre, sont les abondants des lipides simples et constituent la masse essentielle des CG (DERACHE, 1986 ; ANONYME 1, 1992). Ils sont constitués d'esters appelés mono, di, ou tri glycéries selon le nombre de fonction d'alcool d'un trialcool (le glycérol), estérifier par les AG (GUIGNARD, 1979). Si une seule fonction alcool est saturée par une molécule d'acide gras, on parle de monoglycérides. Dans le cas où l'estérification se fait par deux molécules de même AG ou de deux AG différents, on parle de **diglycérides** (POISSON et NARCE, 2003). Lorsque une molécule simple de glycérol interagit avec trois molécules d'acides gras, on parle de triglycérides (figure 3). Lorsqu'une molécule de glycérol est liée à trois molécules d'un même acide gras, le triglycéride (TG) est dit homogène, dans le cas contraire, il est dit mixte (NAUDET, 1992).

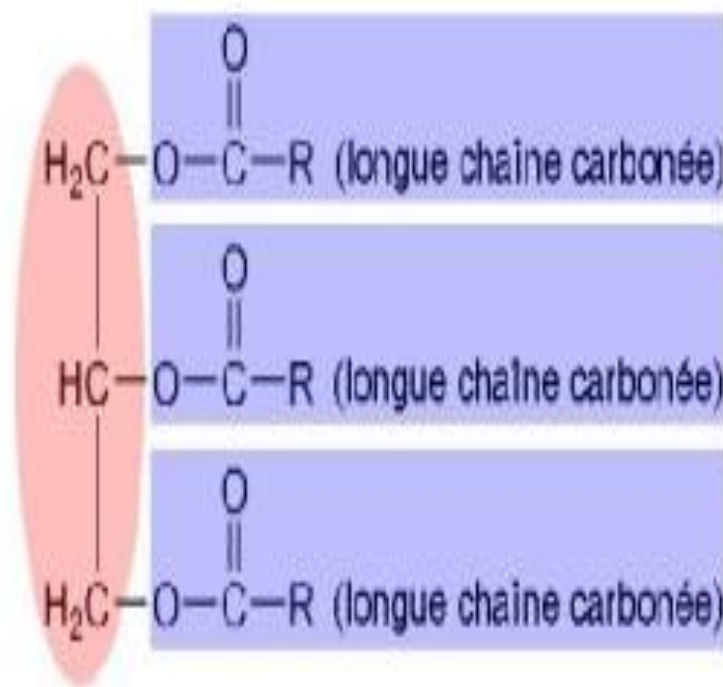


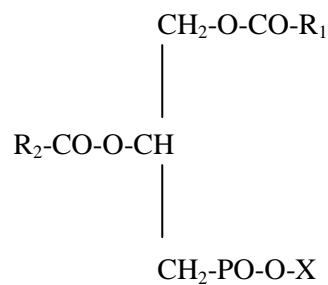
Figure 3 : Structure des triglycérides (ANONYME 1, 2014).

### I.3.2. Composés mineurs

Parmi les produits mineurs, on distingue les grandes familles suivantes :

### I.3.2.1. Phospholipides

Une molécule de phospholipide (*figure4*) est constituée de glycérol sur lequel sont fixés les AG, un phosphate est un sucre ou une amine (*STRYER et al., 2003*). On raison de leurs polarité (hydrophile liée à la fonction amine et lipophile liée aux AG), ils jouent un rôle majeur des constituant des interfaces membranaire et émulsifiants (*COUET, 1998*).



**Figure 4** : Formule générale d'un phospholipide (*FAHY et al. 2005*).

Ils regroupent deux familles de composés :

#### \*Glycérolphospholipides :

Ce sont des 1,2 diacylglycérol dont la position 3 est estérifiée par un acide phosphorique, lui-même lié à un hydroxyamino-acide (sérine), à une amine hydroxylée (choline, éthanolamine) ou à un polyol (inosité) (*BERG et al, 2008*).

#### \*Sphingolipides :

Ce sont des constituants importants des membranes biologiques (*VOET D et VOET J.G, 2005*), la sphingosine représente le squelette carboné de base des sphingolipides. L'estérification de la fonction amine de la sphingosine par un AG donne un sphingolipide tel que la céramide (*HEBERT, 1982*).

### I.3.2.2. Cérides

Les cérides correspondent à des acides gras et de mono-(ou di-) alcools insolubles dans l'eau en raison de leur masse moléculaire élevée (*GRAILLE, 2003*). Les cérides sont en général saturés, rarement insaturés et très rarement hydroxylés. Ils sont presque toujours solides à température ordinaire (*ALAIS et al. 2008*).

### **I.3.2.3. Insaponifiable**

Ces molécules ne présentent pas d'AG dans leurs compositions mais sont apparentées aux lipides par leur comportement hydrophobe. Les constituants chimiques des insaponifiables sont principalement : des hydrocarbures aliphatiques saturés et insaturés, des stérols, des hormones stéroïdes, des carotènes xanthophylles, des alcools gras et des vitamines liposolubles (A, D, E et K) (MASSON, 2002).

## **I.4. Propriétés physicochimiques**

Les propriétés des CG sont liées à la structure du glycérol et la nature des AG qui le constituent.

### **I.4.1. Les propriétés physiques :**

Le choix d'un CG pour une application particulière, est souvent déterminé par ces propriétés physiques :

#### **I.4.1.1. Point de fusion**

Les AG saturés à nombre de carbone supérieur à quatre, sont solides à la température ordinaire. Tous les AG insaturés sont liquides, le point de fusion diminue avec le nombre de double liaison (LINDEN et LORIENT, 1994).

#### **I.4.1.2. Point d'ébullition**

Le point d'ébullition augmente avec la longueur de la chaîne, les doubles liaisons l'influencent peu et pour bien remarquer la différence, on cite dans le tableau VI le point d'ébullition de certains AGS (VERLING et FRENOT, 2001).

**Tableau VI :** Point d'ébullition de certains AGS (VERLING et FRENOT, 2001).

Les acides gras	Point d'ébullition
<b>Acides gras saturés</b>	
Acide myristique C <sub>14:0</sub>	127 ° C
Acide palmitique C <sub>16:0</sub>	148 ° C
Acide stéarique C <sub>18:0</sub>	166 ° C
<b>Acides gras insaturés</b>	
Acide oléique C <sub>18:1</sub>	165 ° C
Acide linoléique C <sub>18:2</sub>	164 ° C
Acide linoléique C <sub>18:3</sub>	163° C

#### I.4.1.3.Solubilité

La solubilité des huiles et des graisses décroît avec le nombre d'atomes de carbone pour les glycérides saturés, et augmente avec le nombre de doubles liaisons dans le cas des glycérides insaturés (*ROGER, 1974*).

#### I.4.1.4.Indice de réfraction

L'indice de réfraction dépend de la composition chimique du CG et de la température qui croit avec l'insaturation ou la présence sur les chaînes grasses de fonctions secondaires.

La détermination de cet indice peut être utilisée pour suivre les opérations d'hydrogénation (*KARLESKING, 1992*).

#### I.4.1.5.La viscosité

La viscosité des CG dépend de leurs structures chimiques et de la température. En effet l'élévation du poids moléculaire ou la présence des fonctions secondaires sur les chaînes grasses entraîne une augmentation de la viscosité (*VERLING et FRENOT, 2001*).

#### I.4.1.6.La couleur

La couleur des huiles peut être déterminée par une comparaison visuelle d'échantillon avec des solutions telles que le chlorure de Cobalt. Il est presque de même de la méthode spectrométrique, qui consiste à déterminer le spectre d'absorbance du CG entre 400 et 700nm (*KARLESKING, 1992*).

## I.4.2. Propriétés chimiques

Elles dépendent des AG qui les constituent : acides gras saturés et insaturés.

### I.4.2.1. Acides gras saturés

Ils sont solides, stables, dépourvus de doubles liaisons. Ils ont pour formule générale  $C_nH_{2n}O_2$ , et pour formule semi développée :  $CH_3-(CH_2)_n-COOH$  le cas de l'acide palmitique ( $C_{16:0}$ ) et de l'acide stéarique ( $C_{18:0}$ ) (WEIL, 2001).

### I.4.2.2. Acides gras insaturés

Ils sont liquides pourvus d'une ou plusieurs doubles liaisons, on distingue les AG insaturés et polyinsaturés ; à partir du moment où un atome d'hydrogène manque sur deux atomes voisins, il se forme une double liaison et l'acide est dit mono-insaturé (Acide oléique  $C_{18:1}$ ), au-delà d'une double liaison il est appelé polyinsaturé (Acide arachidonique  $C_{20:4}$ ) (KARLESKING, 2001).

## I.5. Rôle des corps gras :

Les matières grasses jouent un rôle important dans l'alimentation et dans les industries agroalimentaires. Ces rôles sont résumés dans le tableau VII.

**Tableau VII : Rôles des corps gras**

Rôles des corps gras	
<b>Rôle nutritionnel</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Apport énergétique élevé (37.7 Kj/g soit 9Kcal) ;</li> <li>-Apport d'acides gras essentiels : acide linoléique (<math>\omega 6</math>) et l'acide <math>\alpha</math>-linoléique (<math>\omega 3</math>) qui ont pour rôle de diminuer les risques des maladies cardiovasculaires ;</li> <li>-Apport en vitamines liposolubles A, D, K et essentiellement la vitamine E qui joue un rôle antioxydant ;</li> <li>-Apport de phytostérols qui jouent un rôle hypocholestérolémiant (JEANTET et al., 2006).</li> </ul>
<b>Rôle organoleptique</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Agent de texture dans la préparation des pâtes brisées, feuilletées sablées ou dans la garniture des préparations culinaire ;</li> <li>-Agent de sapidité ;</li> <li>-Support d'arômes ou précurseurs des molécules aromatiques (VIERLING, 2003).</li> </ul>

<b>Rôle Technologique</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>-Comme milieu de conservation contre les bactéries aérobies ;</li><li>-Fluide caloporteur ou vecteur de chaleur dans la cuisson des aliments (friture) ;</li><li>-Agent émulsifiant (<i>DIEFFENBACHER et al., 2000</i>).</li></ul>
<b>Rôle Biologique</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>-Constituants des membranes cellulaires ;</li><li>-Réserves d'énergie ;</li><li>-Précurseurs des stérols, des vitamines liposolubles et des prostaglandines (<i>TOUITOU, 2005</i>).</li></ul>

## II. Généralités sur le tournesol

### II.1. La plante

Plante annuelle de grande taille, à grosse inflorescence jaune qui se tourne vers le soleil. Originaire d'Amérique du nord, cultivée pour ses graines qui fournissent une huile alimentaire et un tourteau utilisé dans du bétail. Le mot « tournesol » est emprunté girasol, « qui tourne avec le soleil ». Son nom scientifique est *Helianthus annuus* (MAZOYER *et al*, 2002)

### II.2. La graine

Les graines de tournesol sont destinées seulement à la production d'huile alimentaire. Elles contiennent environ 50% de lipides, parmi lesquels dominent l'acide linoléique (65 à 70%) et l'acideoléique (16 à 22%). Après extraction de l'huile, elles fournissent un tourteau utilisé dans l'alimentation animale (MAZOYER *et al*, 2002). Le tableau VIII, ci-dessous résume la composition biochimique de la graine de tournesol.

**Tableau VIII** : Compositions biochimique de la graine de tournesol

Compositions	CHEFTEL J.C Et CHEFTEL H.1977	VIERLING 2004
Protéines%	20 à 38	26 ,5
Lipides%	35 à 50	49
Glucides solubles%	4 à 6	-
Fibres%	10	4
Cendres%	3 à 5	3, 3
Eau%	-	-

### II.3. Huile de tournesol

#### II.3.1. Caractéristiques et propriétés

Le tournesol offre une huile de très bonne qualité alimentaire, de couleur jaune citron, limpide, à saveur douce et agréable. C'est le principal produit qui présente 80% de la valeur de la graine (DRONNE, 2001).

Le tournesol est principalement destiné à la production d'huile alimentaire, qu'elle soit d'assaisonnement, de cuisson ou utilisée pour la fabrication de margarine. Il constitue, avec le colza et l'olivier, l'une des trois sources principales d'huile alimentaire au monde.

L'huile de tournesol est classée dans les huiles hautement polyinsaturées. Elle présente d'excellentes vertus pour la santé humaine du fait notamment de sa grande richesse en acide gras insaturés(85 à91%) tels que l'acide oléique(23%) jouant un rôle essentiel dans la prévention des infections cardio-vasculaire ou encore l'acide linoléique(65%) qui est un acide gras essentiel( non synthétisé par le métabolisme impérativement apporté par l'alimentation) connu pour réduire le taux de cholestérol sanguin et pour favoriser le processus de coagulation du sang.

L'huile de tournesol est également riche en divers produits insaponifiables tels que les stérols ou tocophérol (vitamine E) qui possède une activité antioxydant et limitent son rancissement. Ainsi, l'huile de tournesol, qui est dotée de grandes qualités nutritionnelles, est aujourd'hui consommée dans de nombreux pays tant pour ses propriétés culinaires que pour ses caractéristiques et diététiques (BEN, 2005).La composition en acide gras de l'huile de tournesol est donnée par le tableauIX

**TableauIX** : Composition en acide gras de l'huile de tournesol (Codex alimentarius, 1992).

Nature	% acide gras totaux
C < 14	< 0,4
C 14 :0	< 0,5
C 16 :0	3,0 – 10
C 16 :1	< 1,0
C 18 :0	1,0 -10
C 18 :1	14 – 35
C 18 :2	65 – 75
C 18 :3	< 0,3
C 20 :0	< 1,5
C 20 :1	< 0,5

### II.3.2.Les propriétés physico-chimiques

**TableauX** : constantes physico-chimiques de l'huile de tournesol (BOYELDIEU, 1991)

Poids spécifique 25°C	0 ,915-0,919
Indice de réfraction à 25°C	1,472-1,474
Indice de saponification	188-195
Indice d'iode	120-135
Viscosité	55-61 centistoke

## **II.4. Utilisation de l'huile de tournesol**

### **II.4.1. Utilisation alimentaire**

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

#### **II.4.1.1. Huile pour friture et assaisonnement**

La teneur en  $\omega 3$  d'une huile destinée, à la fois, à la friture et à l'assaisonnement ne doit pas dépasser 2% des AG totaux, car la chaleur provoque l'isomérisation de cet AG et produit de nombreux composés indésirables, voire toxiques (isomères *Trans*, monomères cyclique, polymères et les produits oxydés) (ROBERFROID *et al.*, 2008).

#### **II.4.1.2. Huile pour assaisonnement**

Les huiles utilisées pour l'assaisonnement sont des huiles dont la teneur en acide  $\alpha$ -linoléique est supérieure à 2%. Les huiles riches en AGPI (principalement l'acide linoléique, et l'acide alpha-linoléique) sont, en effet, plus sensible à l'oxydation et doivent être renouvelées plus souvent (APFELBAUM *et al.*, 2009).

### **II.4.2. Utilisation non alimentaire**

Bien que la production d'huile de tournesol soit principalement destinée à l'assaisonnement et à la friture, son utilisation pour les applications industrielles s'élargit au secteur non alimentaire. Les huiles de variétés à haute teneur oléique sont utilisées pures ou modifiées pour des applications dans les domaines de la lubrification, de la solvatisation ou encore, pour leur teneur en phytostérols ou d'autres AG dans les domaines pharmaceutique et cosmétique (GOTOR, 2008). Certaines utilisations non-alimentaires du tournesol se développent, en particulier pour la production de carburant diester (ANONYME 3, 2002).

### III. Altérations des huiles végétales

#### III.1. Mécanismes de l'oxydation des huiles

L'oxydation lipidique des aliments est un problème qui se pose de plus en plus en agroalimentaire. Elle tend notamment à réduire la durée de conservation du produit, affecte sa palatabilité, fonctionnalité et sa qualité nutritionnelle (HIDALGO *et al.*, 2006).

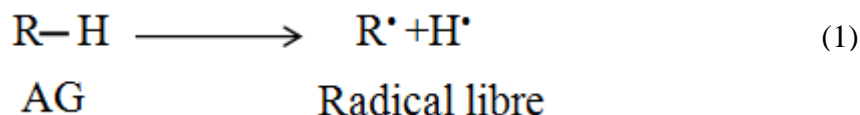
Elle a lieu sous l'action de l'oxygène qui est le principal facteur de détérioration des corps gras. Elle est accélérée par la chaleur et la lumière. L'oxydation atteint facilement les acides gras insaturés (FREDOT, 2012).

##### III.1.1. Auto-oxydation

Les acides gras insaturés réagissent avec l'oxygène pour former des hydro-péroxydes qui génèrent par dégradation de petites molécules : les hydrocarbures, aldéhydes et des cétones. L'auto-oxydation (Figure 6) est une réaction en chaîne de radicaux libres se déroulant en trois étapes (GRAILLE, 2003).

##### \*Initiation

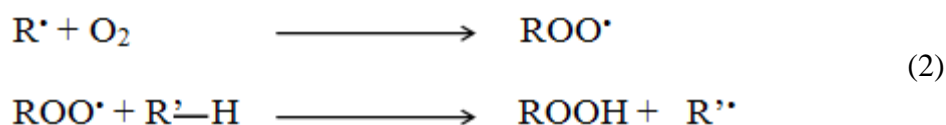
La réaction d'initiation conduit à la formation d'un radical libre par arrachement d'un atome d'hydrogène d'une chaîne d'acides gras insaturés selon la réaction :



La réaction d'initiation augmente avec l'insaturation des lipides, le chauffage, la lumière, des radiations ionisantes, la présence d'ions métalliques polyvalents et des lipoxygénases (JEANTET *et al.*, 2006).

##### \*Propagation

La réaction d'un radical libre d'acide gras ainsi formé avec une molécule d'oxygène est très rapide lorsque la teneur en oxygène n'est pas limitant. La réaction conduit à la formation d'un radical peroxyde (ROO<sup>•</sup>). Ce radical capte un autre atome d'hydrogène sur une autre molécule d'acide gras (R' - H) pour stabiliser sa structure et former un hydroperoxyde (ROOH) et un autre radical R'.

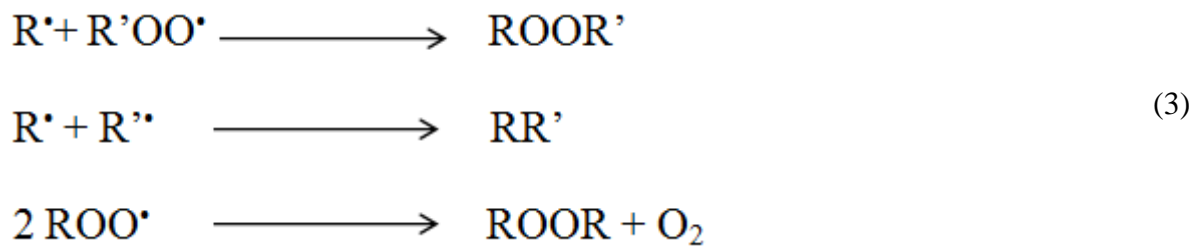


Le radical libre ( $R'$ ) formé peut continuer la réaction suivant le même principe (*JEANTET et al., 2006*).

La vitesse de la réaction de propagation est lente lorsque la vitesse d'initiation est basse et la concentration en lipides polyinsaturés est faible. La réaction en chaîne est inhibée en présence d'antioxydants et à haute température tels que les huiles en friture (*GRAILLE, 2003*).

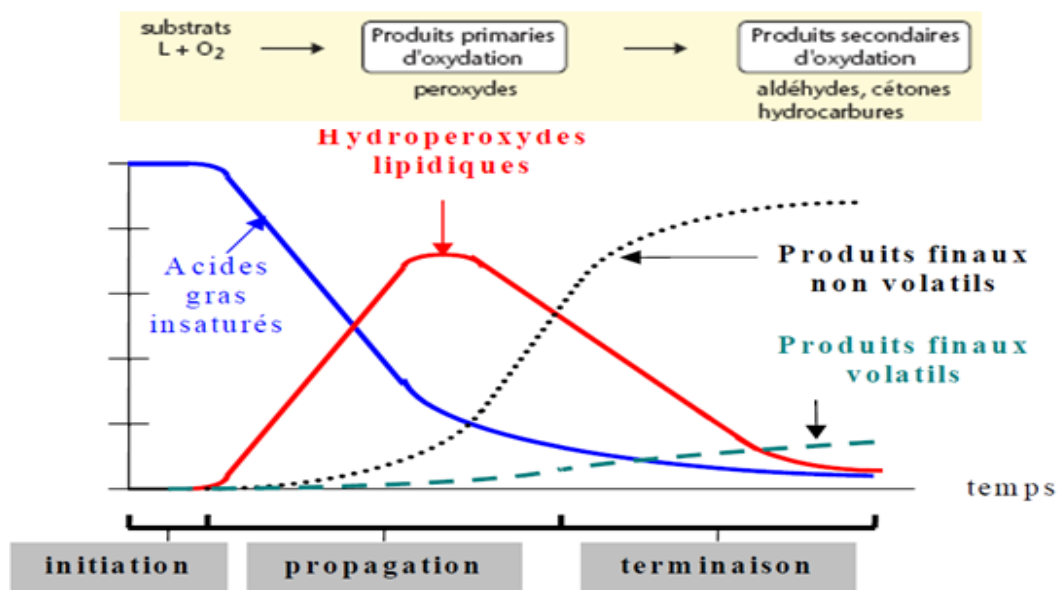
### \*Terminaison

La réaction en chaîne peut s'arrêter lorsque la concentration en radicaux libres devient importante, cette dernière correspond à l'interaction entre deux radicaux libres pour terminer la réaction d'auto-oxydation selon les réactions suivantes :

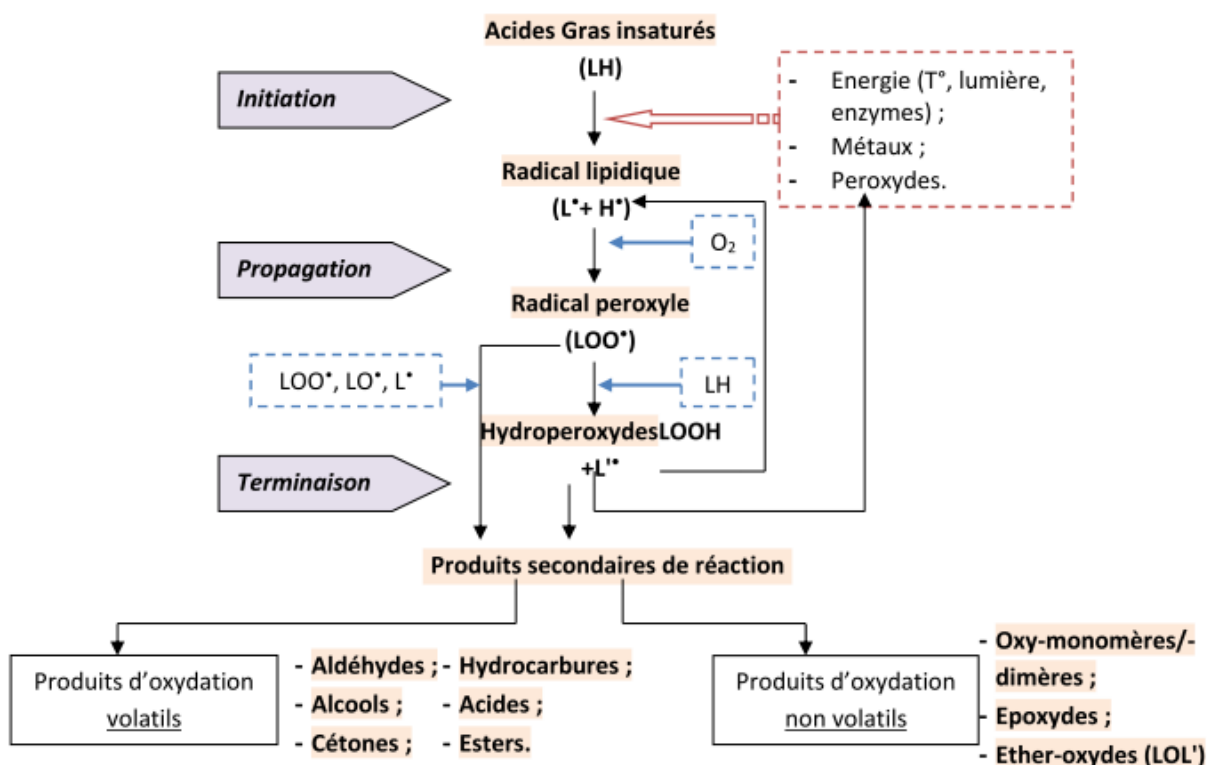


Les réactions de terminaison sont lentes lorsque la concentration en radicaux libres est basse au début de l'oxydation, mais elle devient très rapide à des concentrations élevées quand l'oxydation est avancée (*JEANTET et al., 2006*).

Les réactions d'auto-oxydation ainsi que la cinétique de la formation et de la décomposition des hydro-péroxydes sont représentés par la (*Figure 5 et 6*), ci-dessous :



**Figure 5 :** Schématisation de la cinétique d'oxydation des acides gras insaturés (EYMARD, 2003).



**Figure 6 :** Schéma générale des réactions d'auto-oxydation des AGI (EYMARD, 2003).

### III.1.2. Photo-oxydation

La photo-oxydation des acides gras insaturés est basée sur le fait que l'oxygène peut se retrouver dans un état singulier par suite d'une photo-excitation. La photo-oxydation s'effectue suivant deux mécanismes : type I et type II.

**\*Type I :** l'énergie de la lumière (l'ultraviolet et le spectre visible) est absorbée par un photosensibilisateur, ce qui l'élève à l'état singulet(1) selon la réaction suivante :



Ensuite, un croisement inter-système forme l'état triplet (2) ;



Le sensibilisateur excité réagit directement avec une autre molécule en capturant un atome d'hydrogène (3 et 4). Ce mécanisme donne des radicaux libres qui peuvent initier l'auto-oxydation (*GRAILLE, 2003*).



**\*Type II :** La photo-oxydation type II implique aussi des photosensibilisateurs, après avoir absorbé l'énergie de la lumière (1), ils transfèrent le photon du sensibilisateur excité à l'oxygène dans son état triplet et ce dernier passe à l'état singulet (2).

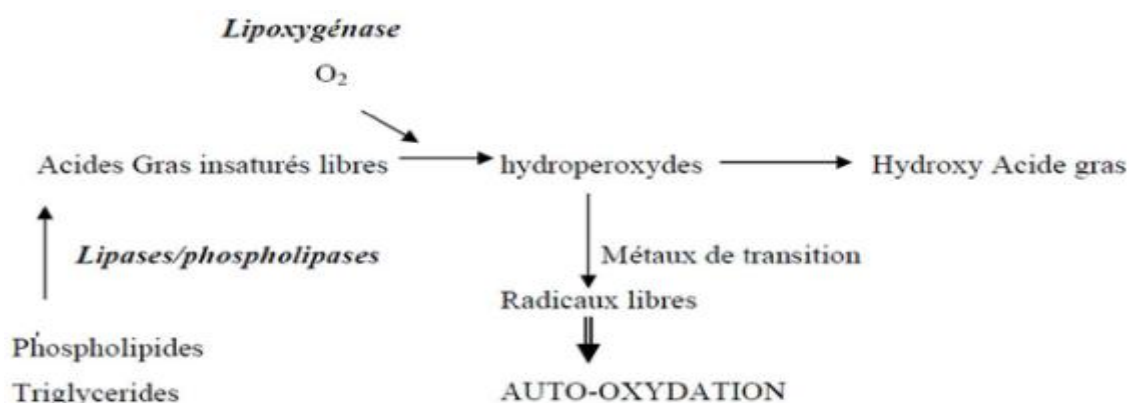


L'oxygène singulet ( ${}^1\text{O}_2$ ) réagit facilement avec les acides gras insaturés, mais suivant un mécanisme différent de l'auto-oxydation. L'addition d'oxygène à un acide gras insaturé mène directement aux hydroperoxydes (*GRAILLE, 2003*).

### III.1.3. Oxydation enzymatique

C'est une réaction radicalaire en chaîne qui se déroule de façon similaire à l'auto-oxydation. Elle est catalysée le plus souvent par les lipoxygénases (lipoxydases), qui sont très répandues dans les tissus animaux et végétaux. Ces enzymes exigent des acides gras libres comme substrat et actives même à des concentrations très basses d'humidité et à des températures basses.

Les lipoxygénases catalysent l'addition directe de l'oxygène (*Figure 7*), et les mono-hydroperoxydes produits se décomposent de la même manière que les produits de l'auto-oxydation ou la photo-oxydation (*GRAILLE, 2003*).



**Figure7** :Mécanisme d'initiation de la peroxydation des lipides par l'activitélipoxygénasique(*GERMAN et KINSELLA, 1985*).

#### III.1.4. Acidification

L'acidification correspond à la libération d'acides gras libres, diacylglycérols et monoacylglycérols à partir des acides gras contenus dans les corps gras suite à des réactionsd'hydrolyse. Elle se produire dans les corps gras renfermant de l'eau, et se réalise sous l'action de micro-organismes lipolytiques. Les acides gras libres formés confèrent aux corps gras un goût et une odeur désagréables caractéristique de rance (*FREDOT, 2012*).

#### III.1.5. Isomérisation

A des températures élevées (au-dessus de 200°C), les doubles liaisons des acides gras sont susceptibles de subir des réactions d'isomérisation en formant le plus souvent des systèmes conjugués. Les doubles liaisons qui ont migré prennent la configuration géométrique *Trans* plus stable que la forme *cis* initiale. Cette réaction intervient généralement au cours de la désodorisation des huiles végétales au cours du raffinage (*GRAILLE, 2003*).

#### III.1.6. Altérations biologiques

Les huiles végétales sont peu altérées par les micro-organismes ; elles subissent surtout des dommages physico-chimiques. Cependant, les germeslipolytiques peuvent parfois participer aux réactions d'hydrolyse et d'oxydation. Le contrôle microbiologique de ces produits est rarement appliqué (*GUIRAUD, 2003*).

## **III.2. Facteurs influençant l'oxydation des lipides**

### **III.2.1. Teneur en oxygène**

La teneur en oxygène est le facteur prépondérant car la molécule initie les réactions (*FRENOT et VIERLING, 2001*).

### **III.2.2. Température**

Une élévation de la température favorise l'oxydation des lipides. Cette dernière est d'autant plus rapide que la température est importante : l'abstraction des hydrogènes allyliques et la décomposition des hydroperoxydes en produits secondaires sont favorisés. L'effet de la température sur l'oxydation des lipides est complexe et dépend toutefois de la concentration en oxygène dans le milieu (*FRENOT et VIERLING, 2001*).

### **III.2.3. Présence d'agents antioxydants**

Les aliments contiennent naturellement ou sous forme d'additif des molécules plus oxydables que les lipides : ce sont les tocophérols, l'acide ascorbique... Ces molécules permettent de stopper la phase de propagation de l'auto-oxydation et augmentent les cinétiques de réaction de terminaison pour protéger les acides gras de l'oxydation (*GRAILLE, 2003*).

### **III.2.4. Présence d'agents pro-oxydants**

La présence des métaux activateurs des oxydations tels que le fer, cuivre et manganèse, peut accélérer la décomposition des lipides (*GRAILLE, 2003*).

### **III.2.5. Teneur en acides gras libres**

Du fait de leur dispersion, les acides gras libres sont plus sensibles à l'oxydation qui est accélérée par les lipases (*FRENOT et VIERLING, 2001*).

### **III.2.6. Activité de l'eau ( $A_w$ )**

On peut suivre la vitesse d'oxydation des acides gras en fonction de l'activité de l'eau (*Figure 8*) :

\* $A_w < 0,1$  : l'oxydation est très élevée parce que l'oxygène insoluble dans l'eau est réactif en phase hydrophobe ;

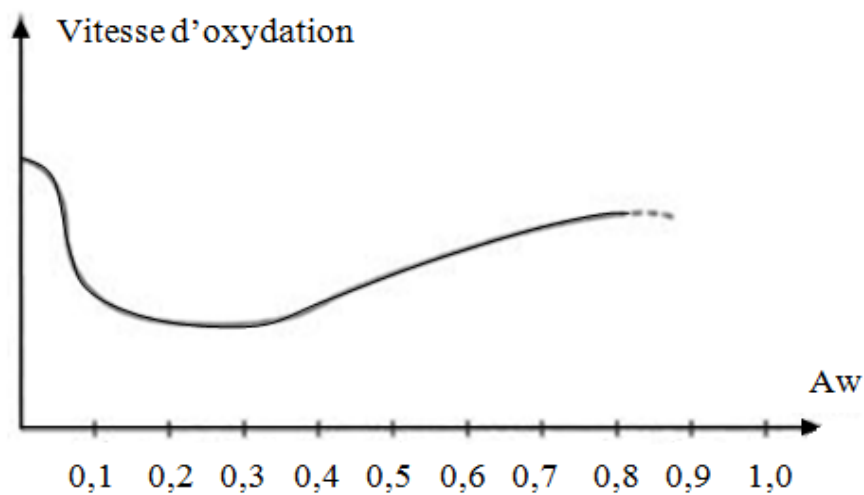
\*Entre 0,2 et 0,3 : l' $A_w$  a une faible influence. La monocouche d'eau s'oppose au passage de

l'oxygène jusqu'aux lipides et bloque l'oxydation ;

\* $0,2 < A_w < 0,5$  : les peroxydes actifs réagissent avec l'eau et peu avec les lipides. Les antioxydants solubles ont une action protectrice efficace ;

\* $A_w > 0,5$  : les catalyseurs métalliques diffusent vers les sites d'oxydation et la catalyse minérale exerce son plein effet ;

\* $A_w > 0,9$  : l'oxydation ralentit par effet de dilution (*FRENOT et VIERLING, 2001*).



**Figure 8** : Vitesse d'oxydation et activité de l'eau (*FRENOT et VIERLING, 2001*).

## I. Objectif de l'étude

Le but de notre étude expérimentale consiste à évaluer l'effet de l'augmentation du nombre de fritures sur la stabilité d'une huile végétale raffinée, 100% tournesol, dénommée « Fleurial » lors des fritures. Ces fritures, au nombre de vingt ont été réalisées en continue, avec un intervalle de temps de 3 minutes entre deux fritures. Les vingt essais de fritures ont été menés sur le même bain de friture, sans incorporation de l'huile fraîche et dans une friteuse électrique sans couvercle.

## II. Conduite expérimentale

### II.1. Choix de l'huile

L'huile « Fleurial » a été utilisée dans ces essais de friture. Cette huile est 100% tournesol. Elle est commercialisée par l'unité « Cévitale ». Cette huile est utilisable en assaisonnement et en friture. Les caractéristiques portées sur l'étiquette de l'emballage de cette huile sont intégrées dans le *tableau XI*. Cette huile a été élaborée après raffinage de l'huile brute importée de l'Ukraine dont les propriétés sont énumérées dans *l'annexe 8*.

La particularité de cette huile, en plus de son prix élevée, est sa richesse exceptionnelle en acide linoléique ; cet AGPI contient deux doubles liaisons ; il appartient à la série des oméga 6 (C18 : 2,  $\omega$ 6). Cependant, cette huile est fortement carencée en AGPI de la série des oméga 3, tel que l'acide  $\alpha$ -linoléique ; cet AGPI contient trois insaturations (C18 :3,  $\omega$ 3).

**Tableau XI:** Caractéristiques de l'huile analysée

<b>Fleurial</b>
100% tournesol
Vitamine A
Vitamine D
Vitamine E
Assaisonnement, cuire et frire, dorer et préparation de gâteaux
Sans cholestérol
Température conseillée : max 180°C
Réutilisation 10 fois
Stockée à l'abri de la lumière et source de chaleur

## II.2. Choix de l'aliment à frite

L'aliment utilisé dans les essais de friture est la pomme de terre. C'est un aliment de large utilisation en friture domestique et collective ; il est facile à découper en différentes formes géométriques et il est de composition simple, riche en glucides et pauvre en lipides. La composition biochimique de la pomme de terre est portée dans le *tableau XII*.

**Tableau XII** : Composition chimique de la pomme de terre (*MIGNOLET, 1968*).

Élément	Teneur (%)
Eau	70
Glucides	20
Cellulose	0,4
Protides	2
Lipides	0,1
Sels minéraux et vitamines	0,5 (beaucoup de potassium, peu de calcium, vitamine C en quantité importante)



Après nettoyage et épluchage, les tubercules de pomme de terre sont découpés à l'aide d'une coupeuse manuelle, ce qui permet l'obtention de frites de dimensions identiques. Ainsi la surface de contact entre l'huile et l'oxygène atmosphérique demeure constante durant tout le processus de friture. La *figure 9* présente la friteuse employée, l'huile emballée utilisée, une passoire et les bâtonnets de pomme de terre préparés.



**Figure 9**: Friteuse, huile et frites fraîches

### II.3.Procédure de fritures

Le choix des conditions de fritures a été fait de façon à se rapprocher le plus possible des conditions utilisées par les ménagères, la restauration collective et les fast-foods. Dans le souci de stabiliser la température de friture, on a choisi un mode de chauffage électrique par l'utilisation d'une friteuse de marque «Sayona » ; cette friteuse de contenance de 3.5 litres, comporte un couvercle amovible laissé ouvert durant les essais de fritures. Les conditions expérimentales fixées durant toute notre expérimentation sont portées dans le *tableau XIII*.

**Tableau XIII:** Conditions expérimentales des essais de fritures.

Type de friture	Sans ajout de l'huile fraîche et à l'air libre (couvercle ouvert)
Nombres de fritures	20 fritures
Température	180°C
Durée de cuisson	4 minutes
Temps entre deux fritures	3 minutes
Volume de l'huile initialement utilisé	3 litres
Rapport pomme de terre / huile	80 g /l
Forme des tranches de pomme de terre	Bâtonnet
Dimensions de la frite	10cm / 1cm
Volume de l'huile prélevé pour l'analyse	200 ml
Nombre d'échantillons analysés	18 échantillons

## II.4. Echantillonnage

Après chaque friture, un volume de 200ml d'huile est prélevé après homogénéisation du bain de friture. L'huile prélevée est filtrée et mise aussitôt dans des flacons en verre recouvert de papier aluminium ; après refroidissement à la température ambiante, l'huile du bain prélevée est conservée au réfrigérateur. Les échantillons d'huiles des vingt fritures sont analysés dans les mêmes conditions.

## III. Analyses

### III. 1. Analyses physiques

#### III.1.1. Humidité

La teneur en eau et en matières volatiles d'une huile correspond à la perte de masse qu'elle subit par dessiccation à l'étuve dans des conditions déterminées.

#### Principe

Cette méthode consiste à provoquer l'évaporation de l'eau par l'introduction de la prise d'essai dans une étuve réglée à  $103 \pm 2^\circ\text{C}$  pendant un temps suffisant pour permettre l'élimination de l'eau (NE, 1987)

#### Expression des résultats

$$H\% = [(m1 - m2) / (m1 - m0)] \times 100$$

m0 : masse en gramme du bécher ;

m1 : masse en gramme du bécher de la prise d'essai ;

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

#### III.1.2. Détermination de la densité

La densité relative à  $20^\circ\text{C}$  ( $D_{20}$ ) d'une huile ou d'une graisse est le quotient de la masse dans l'atmosphère d'un certain volume de cette huile ou de graisse à une température  $T^\circ\text{C}$  par la masse de même volume d'eau distillée à  $20^\circ\text{C}$ .

#### Principe

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

#### Expression des résultats

$$D = \frac{m'' - m}{m' - m}$$

- m : poids de l'éprouvette vide ;  
 m' : poids de l'éprouvette pleine d'eau ;  
 m'' : poids de l'éprouvette pleine de l'huile ;

### III.1.3. Détermination de la viscosité

La viscosité est définie comme étant le coefficient de frottement intramoléculaire.

#### Principe

C'est la mesure du temps que nécessite une balle en métal pour s'écouler dans un capillaire d'un viscosimètre rempli d'huile.

#### Expression des résultats

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

- $\mu$  : la viscosité en Centpoise ;  
 $p_f$  : la densité de la balle de métal qui est égale à 8,02g/ml ;  
 $p$  : densité de l'huile (g/ml) ;  
 t : le temps de descente en minute ;  
 K : constante du viscosimètre qui est égale à 35

## III.2. Analyses chimiques

### III.2.1. Acidité (NF T60-204, 1988).

L'acidité est l'expression conventionnelle en pourcentage d'acides gras libres selon la nature du corps gras. Généralement, l'acidité est estimée selon le taux d'acide oléique pour l'ensemble des CG. La détermination de l'acidité a une grande importance dans la mesure où elle permet de mesurer le degré d'altération (hydrolyse des triglycérides) de la matière grasse.

Le principe consiste à neutraliser les acides gras libres à l'aide d'une solution de KOH en présence de phénophtaléine comme indicateur coloré.



#### Expression des résultats

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

$$A(\%) = \frac{V * N * m}{10 * M}$$

Soit :

**A** : acidité exprimée en pourcentage.

**V**: volume en (ml) de la solution KOH utilisée pour le titrage.

**N**: normalité de la solution KOH qui égale à 0,1N.

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

**M**: masse molaire de l'acide oléique (282,5g/mol).

### III.2.2.Détermination de l'indice de peroxyde (AFNOR NF T60-220, 1988).

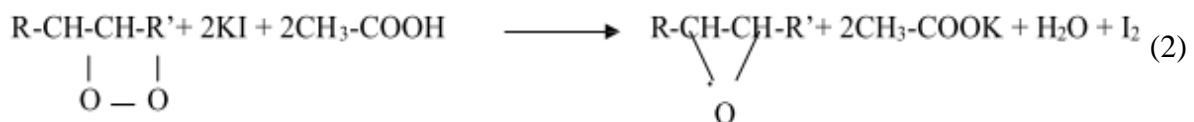
C'est le nombre de milliéquivalents d'oxygène actif de peroxyde contenu dans un kilogramme de produit et oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode. Il est exprimé en meq d'O<sub>2</sub>/kg d'huile.

Il donne une évaluation sur la quantité de peroxydes présents dans un corps gras. Il s'agit d'un traitement d'une prise d'essai en solution dans l'acide acétique et du chloroforme par une solution d'iodure de potassium ; l'iode libéré est titré par une solution de thiosulfate de sodium.

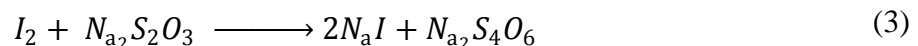
La réaction de formation de peroxyde est :



La réaction d'iodure de potassium au milieu acide se présente comme suit :



L'iode libéré est titré par le thiosulfate de sodium comme suit :



#### Expression des résultats

L'indice de peroxyde est donné par la formule qui suit :

$$I_p (\text{meq d'O}_2/\text{Kgd'huile}) = \frac{(V-V_0)*N}{m} * 10^3 \quad (4)$$

Soit :

**I<sub>p</sub>**: indice de peroxyde en milliéquivalent d'oxygène actif /Kg d'huile.

**V**: volume de la solution Na<sub>2</sub> S<sub>2</sub> O<sub>3</sub> utilisée pour le titrage en ml.

**V<sub>0</sub>**: volume de la solution Na<sub>2</sub> S<sub>2</sub> O utilisée pour l'essai à blanc en ml.

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

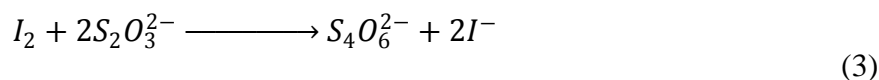
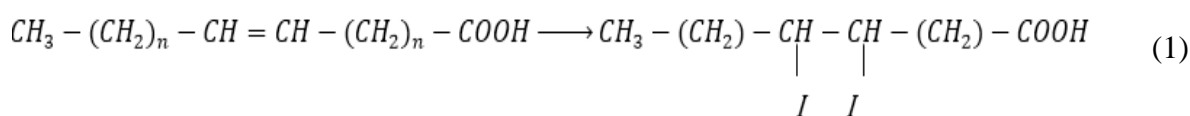
**m**: masse de la prise d'essai en (g).

### III.2.3. Indice d'iode (AFNOR – NFT60 – 203).

L'indice d'iode (I<sub>i</sub>) est la quantité d'iode en gramme fixée par 100g de corps gras. Le principe de cette méthode consiste d'ajouter à une prise d'essai une solution de monochlorure d'iode dans un mélange d'acide acétique et de tétrachlorure de carbone.

Après un temps de réaction donné (30mn), on détermine l'excès d'halogène par addition d'une solution d'iodure de potassium et d'eau distillée, puis par titrage de l'iode libéré par une solution titrée de thiosulfate de sodium.

Les réactions qui se passent sont les suivantes :



L'indice d'iode est exprimé par:

$$I_i (g I_2/g) = \frac{N * (V_0 - V) * 12.69}{P} \quad (4)$$

Soit :

**I<sub>i</sub>**: indice d'iode.

**V<sub>0</sub>**: volume de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc en ml.

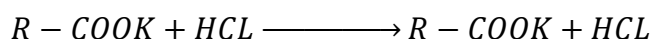
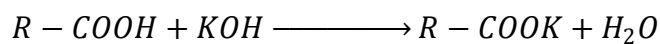
**V**: volume de thiosulfate de sodium utilisé pour titrer l'excès d'iode en ml.

**N** : normalité de thiosulfate de sodium (0,01N)

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

### III.2.4. Indice de saponification (NEI.2-49-1985).

C'est la quantité en mg de KOH nécessaire pour saponifier un gramme de corps gras. La prise d'essai est soumise à une ébullition pendant 1 heure sous réfrigération à reflux avec une solution de KOH alcoolique puis titrée par l'acide chlorhydrique (HCL) en présence d'un indicateur coloré la phénophtaléine (Annexe 4).



### Expression des résultats

L'indice de saponification est exprimé par la relation suivante :

$$I_s(\text{mgKOH/g d'huile}) = \frac{56.1 * N * (V_0 - V)}{M} \quad (2)$$

Soit :

**56,1:** Masse molaire exprimée en g/mole de KOH.

**V<sub>0</sub>:** volume de la solution d'HCL 0,5 N utilisée pour l'essai à blanc (ml).

**V:** volume de la solution d'HCL 0,5 N utilisée pour l'essai avec le corps gras (ml).

**T:** normalité exacte de la solution d'HCL utilisée = 0,5 N.

**M:** masse de la prise d'essai (g).

### IV. Analyse statistique

Le traitement statistique des résultats d'analyses physico-chimiques obtenus (viscosité, acidité, et indice de peroxyde, etc.) est réalisé grâce au logiciel **Stat Box**. C'est une analyse de la variance à un facteur de variabilité étudiée (le nombre de friture).

## **IV. Friture**

### **IV.1. Définition**

La friture est un procédé commun et populaire employé depuis l'antiquité. Elle permet la cuisson d'une gamme de produits. Ce procédé consiste à prolonger les aliments dans la matière grasse portée à des températures élevées. Le processus de friture est complexe et implique beaucoup de facteurs, dont certains dépendent du processus lui-même et d'autres de l'aliment et le type de graisse utilisée (KAUFMANN *et al*, 2000 ; GERTZ *et KOCHAAR*, 2001 ; SAGUY *et DANA*, 2003).

La friture peut être réalisée à la poêle en présence de matière grasse (friture plate) ou dans un volume d'huile ou de matière grasse (friture profonde) portée à une température généralement comprise entre 160° et 200°C (VITRAC *et al*, 2003). En outre, une différence importante avec la friture plate réside dans le fait que l'huile est utilisée plusieurs fois (LINDEN *et LORIENT*, 1994 ; VITRAC *et al*, 2003).

### **IV.2. Intérêt de l'opération de friture**

La friture est utilisée dans le but de réaliser des transformations qui augmentent :

- La digestibilité des aliments en facilitant leur trituration et leur assimilation dans le tractus (coagulation des protéines et de l'amidon)
- La palatabilité des aliments par le développement de texture, couleurs et saveurs.
- La stabilisation des matières premières ou l'aliment par l'abaissement de la teneur en eau et l'inactivation des micro-organismes (VITRAC *et al*, 2003)

### **IV.3. Utilisation des huiles**

#### **IV.3.1. Assaisonnement**

Les huiles sont utilisées pour l'assaisonnement et dans les fritures. Toutes les huiles alimentaires, selon le goût et la disponibilité mais aussi les préoccupations diététiques, conviennent à l'assaisonnement. En assaisonnement, l'huile est ingérée telle quelle ; elle apporte les AGI ainsi que d'autres nutriments (APFELBAUM *et al*, 2009).

### **IV.3.2. Friture**

La friture est une méthode de cuisson qui consiste à plonger les aliments dans un bain de corps gras ou d'huile bouillante qui sert de medium pour le transfert de chaleur. La friture s'apparente à un processus de déshydratation à haute température (160 à 190°C). Son but est de former une délicieuse croûte caramélisée composée de molécules aromatiques se formant autour des aliments (réaction de Maillard), modifiant leur couleur, saveur et texture (KAUFMANN et PYSER, 2000).

### **IV.4. Types de fritures**

On distingue quatre types de friture ;

#### **IV.4.1. Friture plate**

Elle consiste à préparer certains aliments par cuisson à la poêle en présence d'une petite quantité de matière grasse. Elle se caractérise par le fait que la matière grasse n'est utilisée qu'une seule fois (VITRAC et al, 2003).

#### **IV.4.2. Friture profonde**

Elle consiste à faire cuire l'aliment dans un bain d'huile préalablement chauffé à des températures optimales comprise entre 160°C à 180°C pour bien cuire à cœur (VITRAC et al, 2003).

#### **IV.4.3. Friture en restauration collective**

La quantité d'huile placée dans la friteuse peut aller de quelques litres à une centaine de litres (friteuse en cuisine collective). Une particularité est que, bien souvent, ces huiles sont chauffées pendant plusieurs heures par jour (FREDOT, 2005).

#### **IV.4.4. Friture industrielle**

Compte tenu du fait que les repas sont de plus en plus pris hors du foyer familial, une part grandissante des produits alimentaires est cuite, frite ou précuite dans l'industrie. Les friteuses industrielles fonctionnent dans la plupart des cas en continu. Les quantités d'huiles mises en œuvre peuvent aller jusqu'à une dizaine de tonnes.

Le chauffage de l'huile est souvent réalisé de manière indirecte, en utilisant des échangeurs de chaleur avec un fluide thermique. L'installation des filtres dans le système de circulation de l'huile permet l'élimination des débris. Un système d'aspiration des émanations est installé de manière à ce que la vapeur produite pendant l'opération de friture forme une couverture inerte au-dessus de la surface de l'huile et ne soit évacuée qu'aux extrémités de la friteuse. Il importe de souligner qu'une pomme de terre entre dans la friteuse avec une humidité à 85% et la qualité avec une humidité de 1 à 2% (KARLESKIND, 1992).

#### **IV.5. Modification aux cours des fritures**

##### **IV.5.1. Modification au sein de l'aiment**

Les changements qui se produisent dans l'alimentation sont :

\*L'aliment perd de l'eau : l'eau de l'aliment s'évapore et libère des composés colorés dans le bain de friture. Et permet de cuire l'aliment à l'intérieur (FREDOT, 2012), 57% pour les pommes de terre frites et 74% pour les chips (VIERLING, 2003) ;

\*L'aliment retient une grande quantité de matières grasses responsable d'une augmentation de sa valeur énergétique. La teneur en lipides dépend de la nature de corps gras utilisé et la température du bain de friture (FREDOT, 2012), et la forme des frites utilisées : 12 à 19% pour les pommes de terre frites allumettes et 36 à 47% pour les pommes de terre chips (VIERLING, 2003) ;

\*L'aliment cède des lipides dans le bain de friture : le passage est important s'il s'agit de frites précuites surgelées qui contiennent 6% de lipides au départ, on retrouve des acides gras libres qui seront sensibles à l'altération (VIERLING, 2003) ;

\*L'aliment frit développe à sa surface une couleur plus foncée et une texture plus ferme (ou croûte), et développe aussi la saveur et l'arôme frit (GUPTA, 2005).

### V.5.2.Modification au sein de l'huile

Selon *VIERLING (2003)*, plus de 500 produits apparaissent dans le bain de friture ; la plupart d'eux se trouvent à l'état de traces. On enregistre, également, une diminution des composés fragiles de l'huile ; en particulier :

\*Les acides gras essentiels ;

\*La vitamine E (les tocophérols) est réduite à plus de 50% lors d'un chauffage à 177°C pendant 8 heures.

Le corps gras subit de nombreuses modifications au fur et à mesure de leur utilisation, telles que :

- Des modifications organoleptiques : la couleur du bain devient brune et son acidité augmente ;
- Des modifications physico-chimiques : la densité, la viscosité et l'indice de réfraction s'élèvent. Le poids diminue et même le volume.

### IV.6.Choix de l'huile de friture

Les corps gras dont le point de fumée, à l'état frais se situe au-delà de 200°C sont généralement considérée comme trop instable pour une utilisation dans les procédés de friture industrielle à précision atmosphérique. Les corps gras saturés tels que les matières grasses d'origine animale sont bon marché et très stables à la chaleur.

Les huiles ou matières grasse végétales riches en acides gras mono-insaturés (et faible en C<sub>18</sub>:2 et C<sub>18</sub>:3) sont privilégiées. Les huiles d'olive, de palme, de tournesol, de coprah, de colza et d'arachide sont naturellement riches en acides gras mono-insaturés et utilisées telles qu'elles sont en friture. Les huiles de soja et de colza, riche e acides gras polyinsaturés et notamment en C<sub>18</sub>:3, sont utilisés en friture après hydrogénation partielle.

Le choix de type ou de mélange d'huile utilisées dépendra en outre de perception et de l'acceptabilité du produit frit par le consommateur (odeur, texture, sensation en bouche, arrière-goût, stabilité de l'huile lors de stockage avant utilisation ou dans le produit final) (*VITRAC et al, 2003*)

#### IV.7. Facteurs influençant le processus de friture

Plusieurs facteurs influent le processus de friture et contribuent à l'optimisation des conditions de fritures pour chaque type d'altération ; parmi les principaux facteurs à considérés, on cite :

**\*ceux dépendant du processus :** comme la température et le temps, la méthode de friture, à la poêle ou à la friteuse (continue ou discontinue) et le matériel du récipient.

**\*ceux dépendant de l'huile de friture :** on cite la composition en AG de l'huile et les additifs y incorporés.

**\*choix de l'huile de friture :** Pour les fritures, comme pour les autres modes de consommation des huiles végétales il convient de se porter de préférence sur les huiles comportant peu d'AGS, donc riche en AGI, et plus précisément mono-insaturés (acide oléique).

Les huiles d'olive, de palme, coprah, tournesol et arachide sont naturellement riches en AG mono-insaturés et utilisées en friture (*VITRAC et al, 2003*). Les huiles riches en AGI (principalement l'acide linoléique ou  $\omega 6$ , et l'acide  $\alpha$ -linoléique ou  $\omega 3$ ) sont en effet plus sensibles à l'oxydation et doivent donc être renouvelées plus souvent.

La législation française stipule que, seules les huiles végétales dont la teneur en acides gras linoléique ( $\omega 3$ ) ne dépasse pas 2% peuvent être utilisées en friture et ont droit à la dénomination « huile pour friture et assaisonnement » (*MARTINEZ, 2005*).

**\*ceux dépendant de l'aliment :** humidité et composition en gras.

**\*la durée et le rythme de chauffage :** les temps de friture varient essentiellement avec la teneur initiale en eau de l'aliment et la température du bain utilisé. Ainsi, les tranches de pomme de terre, avec une teneur en eau de 80% à 85% sont frites à 180 °C alors que les tranches de plantation ou de manioc, qui recèlent 60 à 65% d'eau, sont plongées dans un bain à 160°C (*ALAIS et LINDIN, 1987 ; VITRAC et al., 2003*).

**\*la présence de métaux catalyseurs de certaines réactions d'oxydation :** les cations métalliques comme le fer ou le cuivre peuvent initier et accélérer les réactions d'oxydation (*GRANDGIRARD, 1992 ; VITRAC et al., 2003*).

**\*le ratio surface / volume de la friteuse :** la masse d'huile constitue alors une réserve potentielle de chaleur qui pourra être utilisée pour la déshydratation et la cuisson rapide (*ALAIS et LINDIN, 1987 ; VITRAC et al. 2003*).

**\*la température atteinte :** plus la température de l'huile est élevée, plus les modifications chimiques sont importantes (*LINDEN et LORIENT, 1994 ; VITRAC et al. 2003*).

#### **IV.8.Mécanisme de procédé de friture**

Lors de la friture, la frite perd une grande partie de son eau (environ 50%) du fait de la température élevée du bain où elle est plongée. En s'évaporant, cette eau provoque des réactions d'hydrolyse. Lors de son évaporation de la pomme de terre, l'eau provoque l'expulsion d'une part importante des lipides de l'aliment. La perte en lipides de la pomme de terre est insuffisante car cet aliment n'en contient que 0,1% environ ; mais, lorsqu'il s'agit des pommes de terres précuites surgelées (environ 6% de lipides de l'aliment qui passent dans le bain représentent une quantité non négligeable. Enfin, des réactions d'oxydation continuent à se produire pendant toute la période de refroidissement. Les composés nouveaux formés tels que les hydro-péroxydes, serviront d'initiation d'altération lors de chauffage suivant (*GRANDGIRARD, 1992*).

#### **IV.9.Conseils pratiques lors des fritures**

- \*Le CG choisi doit être destiné à cet usage ;
  - \*La friteuse doit être conforme aux normes de sécurité ;
  - \*Le bain de friture doit être rempli de manière à respecter les proportions indiquées par le constructeur ;
  - \*Prendre des précautions particulières liées aux type d'aliment ;
  - \*La température ne doit pas dépasser 180°C ;
  - \*Ne pas laisser l'huile plus de deux ou trois semaines dans la friteuse sans l'utiliser ;
  - \*Nettoyer régulièrement la friteuse ;
  - \*Filtrer le bain après chaque usage
- (*OLIVIER et MARTINEZ, 2005*).

## I. Evolution des indices physiques

Les premiers critères de qualité retenus lors des fritures répétées ont trait aux caractéristiques sensorielles des bains de friture et des frites préparées. Les résultats de ces perceptions sont agencés dans le *tableau XIV*.

**Tableau XIV** : Observations notées lors des fritures avec l'huile « Fleurial ».

Observations Nombre de fritures	Couleur de bain	Couleur de la frite	Odeur de la frite	Apparition de la fumée	Formation de la mousse
1	Claire	Dorée claire	Caractéristique	-	-
5	Claire	Dorée	Caractéristique	-	-
10	Claire	Dorée	Caractéristique	-	-
15	Moins claire	Dorée plus	Caractéristique	-	-
20	Brune	Brune	Caractéristique	-	-

(-) : absence ; (+) : présence

L'altération d'une huile au cours de son utilisation en fritures répétées se manifeste par la détérioration de sa qualité organoleptique, telles que la couleur, l'odeur, la consistance, etc. *JUDDE (2004)*.

Les résultats portés dans le *tableau XIV* montrent que la couleur du bain et la couleur de la frite restent la même durant les dix cycles de friture. De plus, l'odeur désagréable, la formation de la fumée et de la mousse persistante n'apparaissent pas durant les 20 fritures.

Nos résultats sont, toutefois, différents de ceux obtenus par *BOURICHA et CHERIEF (2014)* ayant réalisé les essais de fritures avec la même marque d'huile, sans incorporation de l'huile fraîche, mais avec un intervalle de temps de 24h entre deux fritures et dans une friteuse électrique fermée ; ils ont noté l'apparition de la couleur brune du bain de friture à partir de la

7<sup>ème</sup> friture, de plus, ils ont remarqué que l'odeur désagréable et la fumée apparaissent à partir de la 9<sup>ème</sup> friture.

De plus, nos résultats sont différents de ceux obtenus par *HAMRANI et NAIT AMER (2014)* ayant utilisé la même marque d'huile, avec incorporation régulière d'huile fraîche, et avec un intervalle de temps de 24h entre deux fritures ; ils ont noté l'apparition de l'odeur désagréable et la fumée à partir de la 10<sup>ème</sup> fritures. La différence constatée entre nos résultats et ceux des auteurs précités pourrait être liée à l'état des friteuses utilisées. Dans notre étude, les fritures ont été menées dans une friteuse neuve.

Il important de souligner que la durée de fritures et la qualité de la friteuse, semble améliorer les caractéristiques organoleptiques et retarde le vieillissement de l'huile de bains de fritures. Cet écart existante entre ces résultats et les notre peut être dû à la différence des conditions expérimentales (différence de la procédure de friture utilisée, le temps séparant 2 fritures)

Cependant, *AMRANI et AMRIOU (2009)* utilisant les huiles « Fridor » et « élio<sub>2</sub> » ont noté l'apparition de la coloration brune dans le bain à partir de la 8<sup>ème</sup> friture alors que les frites prennent cette couleur à partir de la 7<sup>ème</sup> friture. Aussi, dans leurs études, ils ont remarqué que la fumée et l'odeur désagréable apparaissent à partir de la 9<sup>ème</sup> friture pour « Fridor » et de la 10<sup>ème</sup> friture pour « élio<sub>2</sub> ». La différence existante entre ces résultats et les notre peut être expliqué par la différence de la composition des huiles, sachant que « Fleurial » est pure (100% tournesol), tandis que « Fridor » et « élio<sub>2</sub> » sont des huiles mixtes.

Selon *JUDDE (2004)*, les composés volatils tels que les cétones et les aldéhydes sont responsables des flaveurs de rance des huiles de fritures ; ces composés sont caractérisés par un seuil de détection très faible. Par ailleurs, *FREDOT (2005)* affirme que le point de fumée des huiles diminue selon leurs niveaux d'altération. Ainsi, la qualité organoleptique du produit frit diminue ; elle se traduit par le changement de la couleur des frites au fur et à mesure que le processus de la friture avance. Les résultats des analyses physiques effectuées sont portés dans le *tableau XV*

Tableau XV : Résultats des indices physiques.

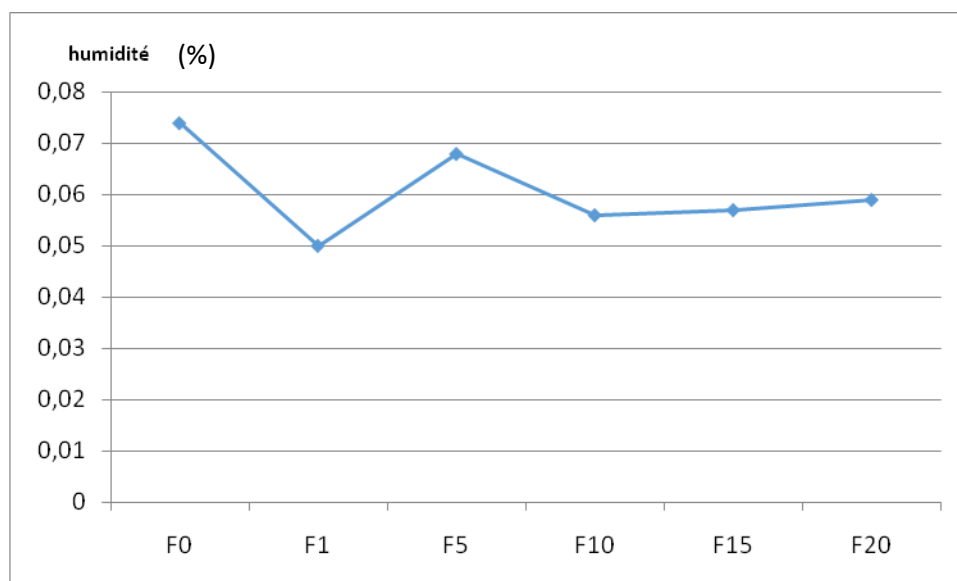
Indice Nombre de fritures	Humidité (%)	Densité	Viscosité (c.P0)
0	0,074 <sup>a</sup> ±0,003	0,892 <sup>bc</sup> ±0,002	46,000 <sup>a</sup> ± 0.021
1	0,050 <sup>d</sup> ±0,002	0,896 <sup>ab</sup> ±0,002	42,179 <sup>b</sup> ± 2.001
5	0,068 <sup>b</sup> ±0,002	0,896 <sup>ab</sup> ±0,001	42,230 <sup>b</sup> ± 2.051
10	0,056 <sup>c</sup> ±0,003	0,886 <sup>c</sup> ±0,001	47,000 <sup>a</sup> ± 1.921
15	0,057 <sup>c</sup> ±0,002	0,891 <sup>bc</sup> ±0,006	45,268 <sup>a</sup> ± 0.000
20	0,059 <sup>c</sup> ±0,005	0,901 <sup>a</sup> ±0,002	48,125 <sup>a</sup> ± 3.019

### I.1. Humidité

Selon les normes fixées par le *Codex alimentarius* (1992), les huiles raffinées fraîches ne doivent pas contenir de traces d'eau. Lors du traitement technologique, notamment à l'étape de désodorisation, l'humidité contenue dans l'huile brute est éliminée.

La présence de l'eau même à l'état de trace pourrait être liée au mode de traitement thermique appliqué lors de l'étape de désodorisation dans la raffinerie où cette huile a été élaborée.

Le traitement thermique appliqué à « notre » huile lors de la préparation des frites au laboratoire, a induit une diminution du taux d'humidité jusqu'à la 10<sup>ème</sup> friture, puis une augmentation a été notée jusqu'à la 20<sup>ème</sup> friture ; cette variation est illustrée par la *figure 10*.



**Figure 10** : Evolution de l'humidité en fonction du nombre de fritures.

L'humidification de l'huile des bains de fritures analysées pourrait être due à la formation d'eau et des matières volatiles au cours des réactions thermo-oxydatives se produisant lors du processus de friture mené à 180°C. En effet, l'eau et le CO<sub>2</sub> constituent les produits terminaux de la décomposition des hydroperoxydes. Par ailleurs, l'eau adsorbée sur les bâtonnets des frites avant leur introduction dans la friteuse pourrait contribuer à l'augmentation de l'humidité de l'huile de bain.

L'huile raffinée fraîche (Fleurial) utilisée dans notre étude expérimentale est caractérisée par une humidité de 0,074%. Nos résultats sont supérieurs à ceux obtenus par *BOURICHA et CHERIEF* (2014) qui ont enregistré une valeur de 0,038%. Mais, nos résultats sont identiques à ceux obtenus par *HAMRANI et NAIT AMER* (2014) qui ont enregistré une valeur de 0,07%

Lors des essais de fritures, les valeurs obtenues dans notre étude sont également comparées à celles notées par les auteurs précités. L'humidité du 10<sup>ème</sup> bain de friture est de 0,056% ; elle est plus faible que celle trouvée par *BOURICHA et CHERIEF* (2014) ont

signalé un taux de 0,099%. Mais, elle est proche de celle obtenue par *HAMRANI* et *NAIT AMER (2014)* qui ont enregistré une valeur de 0,059%.

Les résultats du test de Student de la variable « humidité » ont révélé une différence significative au seuil 5% ( $p=0,00001$ ). Le test de *NEWMAN* et *KEULS* au seuil de signification de 5% (*annexe 9*) fait apparaître quatre groupes homogènes A, B, C et D pour le facteur humidité.

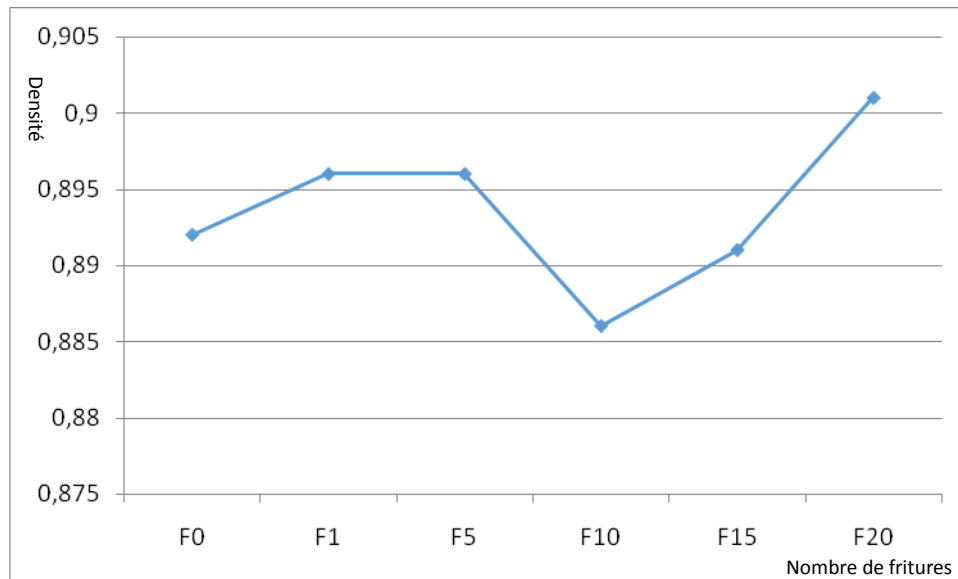
**Tableau XVI** : Analyse de la variance de l’humidité

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,001	17	0				
VAR.FACTEUR 1	0,001	5	0	27,04	0,00001		
VAR.RESIDUELLE 1	0	12	0			0,003	4,81%

## I.2. Evolution de la densité

Selon *KARLESKIND (1992)*, la densité d’une huile renseigne sur le groupe systématique auquel elle appartient. La densité d’une huile est influencée par sa composition intrinsèque, la longueur de la chaîne hydrocarbonée ainsi que l’insaturation de ses AG constitutifs.

La densité de l’huile est fonction non seulement de l’insaturation, mais aussi de son état d’oxydation ou de polymérisation. Elle dépend de sa température et sa composition chimique. La densité des AG et des glycérides diminue au fur et à mesure que leur poids moléculaire diminue et que le degré d’insaturation augmente (*WOLFF, 1968*). L’évolution de la densité durant les essais de fritures est illustrée par la *figure 11*.



**Figure 11** : Evolution de la densité en fonction du nombre de fritures.

L'huile raffinée fraîche (Fleurial) utilisée dans notre étude expérimentale est caractérisée par une densité de 0,892. Cette valeur est inférieure à celle obtenue par *KECILI* et *TRACHE (2014)* qui ont travaillé sur la même huile, et sans ajout de l'huile fraîche, avec un intervalle de temps de 3 minutes entre deux fritures ; ils ont enregistré une valeur de 0,926 ; et supérieure à celle obtenue par *HAMRANI et NAIT AMER (2014)* ; ceux-ci ont enregistré de valeur et 0,868 pour l'huile fraîche.

Il ressort de notre étude une augmentation de la densité lors des essais de fritures ; la densité de l'huile du premier bain de friture est de 0,896 alors que celle du 20<sup>ème</sup> bain de friture est de 0,901.

Nos valeurs sont inférieurs à celles obtenues par *KECILI* et *TRACHE (2014)* ; qui ont enregistré 0,926 pour la 10<sup>ème</sup> friture, aussi les valeurs de la densité obtenues pour le premier bain de friture et la 10<sup>ème</sup> fritures sont plus élevées que celles notées par *BOURICHA* et *CHERIEF (2014)*, qui ont enregistré respectivement 0,858 et 0,872 pour la 1<sup>ère</sup> et la 10<sup>ème</sup> friture. Ces valeurs sont aussi élevées que celles obtenues par *HAMRANI* et *NAIT AMER (2014)* qui ont enregistré 0,849 au premier bain de friture et 0,858 au 10<sup>ème</sup> bain de friture.

Selon *EL-CHAMI et al. (1992)*, l'évolution de cet indice est due principalement à la polymérisation thermique et à la formation de composés de haut poids moléculaire (polymères).

Les résultats du test de Student de la variable « humidité » ont révélé une différence significative au seuil 5% ( $p=0,00001$ ). Le test de *NEWMAN et KEULS* au seuil de signification de 0.1% ( *annexe 10*) fait apparaître quatre groupes homogènes A, AB, BC et C pour le facteur densité.

**Tableau XVII** : Analyse de la variance de la densité

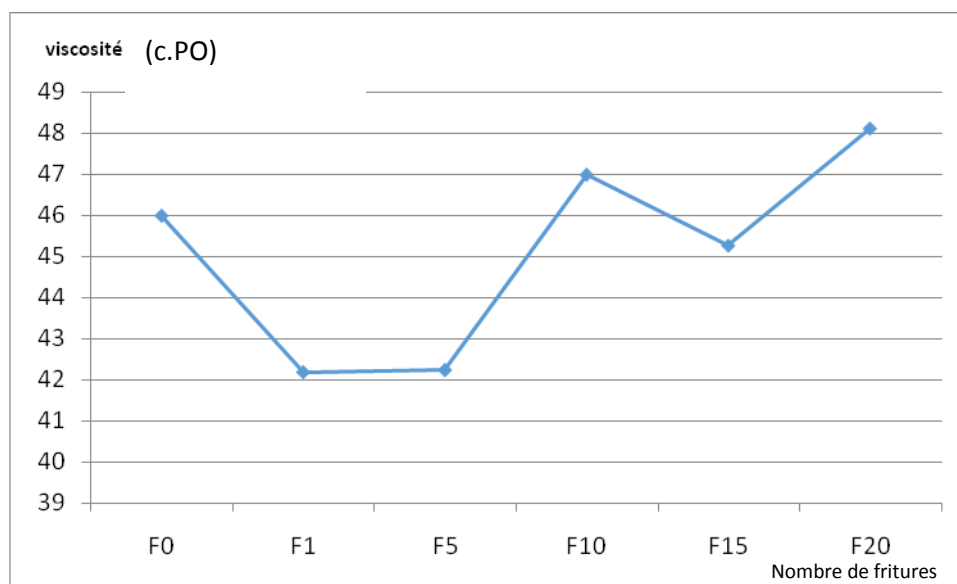
	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0	17	0				
VAR.FACTEUR 1	0	5	0	8,995	0,00105		
VAR.RESIDUELLE 1	0	12	0			0,003	0,33%

### I.3. Evolution de la viscosité

La viscosité est la résistance des huiles à l'écoulement. La mesure de la viscosité pourrait être un bon test pour apprécier l'état d'altération des CG. Au cours des fritures, l'augmentation de la viscosité peut atteindre 20 à 70% de la valeur initiale, selon le type d'huile analysée (*PERRIN, 1992*).

*GERTZ (2008)* affirme que l'augmentation de la viscosité au cours des fritures répétées est due à la polymérisation des triacyglycérols et à la formation de composés de haut poids moléculaire.

Les résultats de la détermination de la viscosité des huiles de bains de friture sont illustrés par la *figure 12*.



**Figure 12** : Evolution de la viscosité en fonction du nombre de fritures.

L'huile raffinée fraîche (Fleurial) utilisée dans notre étude expérimentale est caractérisée par une viscosité de 46 (c.P0). Nos résultats sont supérieurs à ceux obtenus par *BOURICHA* et *CHERIEF* (2014) ; ils ont noté d'une valeur de 42,933, et sont inférieurs à ceux obtenus par *HAMRANI* et *NAIT AMER* (2014) qui ont enregistré une valeur de 48,180 sur cette même marque d'huile à l'état frais.

Il ressort de notre étude une légère variation de la viscosité des huiles des bains de fritures. La plus faible valeur est obtenue au premier bain avec 42,179 (c.P0), tandis que la valeur la plus élevée est obtenue à la 20<sup>ème</sup> friture avec 48,125 (c.P0).

Les valeurs de la viscosité obtenues dans notre expérimentation sont moins élevées que celles obtenus par *BOURICHA* et *CHERIEF* (2014) ; ils ont noté des valeurs de 47,738 et 52,820 respectivement pour la 1<sup>ère</sup> et la 10<sup>ème</sup> friture. Ces valeurs sont, également, moins élevées que celles obtenus par *HAMRANI* et *NAIT AMER* (2014) ; ils ont noté des valeurs de 44,040 et 47,495 respectivement pour la 1<sup>ère</sup> et la 10<sup>ème</sup> friture.

OLLE (1998) a constaté que l'augmentation de la viscosité d'une façon notable confère aux corps gras une consistance sirupeuse. Par ailleurs, cette augmentation pourrait être due à une augmentation de l'intensité des forces d'attractions intermoléculaire.

L'analyse de la variance donnée par le *tableau XVIII* montre que le nombre de friture est un effet très hautement significative sur la viscosité des huiles. Le test de *NEWMAN et KEULS* au seuil de signification de 0.1% (*annexe 11*), fait apparaitre trois groupes homogènes A, AB et B pour le facteur densité.

**Tableau XVIII** : Analyse de la variance de la viscosité

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	128993800	17	7587869				
VAR.FACTEUR 1	99782700	5	19956540	8,198	0,00155		
VAR.RESIDUELLE 1	29211070	12	2434256			1560,21	3,44%

## II. Evolution des indices chimiques

Le *tableau XIX* englobe les résultats d'analyses chimiques effectuées sur les différents échantillons d'huiles de bains prélevés.

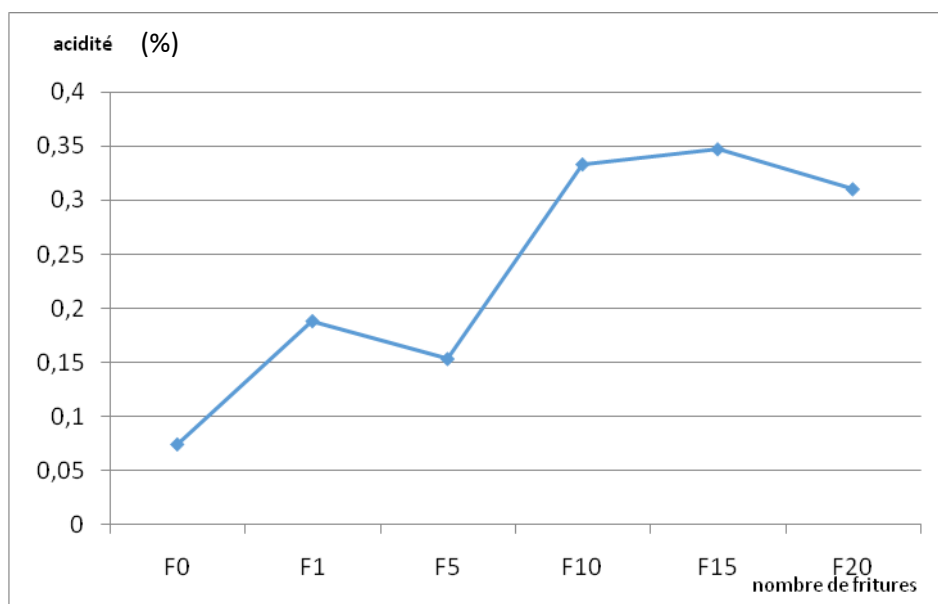
Tableau XIX : Résultats des indices chimiques.

Indices Nombre de fritures	Acidité (%)	Indice de peroxyde (meq O <sub>2</sub> /kg d'huile)	Indice d'iode (mg d'I <sub>2</sub> /100g d'huile)	Indice de saponification (mg de KOH /g d'huile)
<b>0</b>	0,074 <sup>b</sup> ±0,004	5,100 <sup>d</sup> ±1,609	63,115 <sup>a</sup> ±6.389	190,486 <sup>a</sup> ±0.585
<b>1</b>	0,188 <sup>b</sup> ±0,095	12,830 <sup>cd</sup> ±10,202	55,045 <sup>ab</sup> ±1.281	188,986 <sup>a</sup> ±0.415
<b>5</b>	0,153 <sup>b</sup> ±0,095	20,000 <sup>bc</sup> ±3,122	51,117 <sup>ab</sup> ±2.451	184,910 <sup>a</sup> ±1.964
<b>10</b>	0,333 <sup>a</sup> ±0,064	20,000 <sup>b</sup> ±3,905	45,394 <sup>b</sup> ±2.628	163,299 <sup>b</sup> ±1.354
<b>15</b>	0,347 <sup>a</sup> ±0,014	37,830 <sup>a</sup> ±0,764	46,118 <sup>ab</sup> ±2.647	160,854 <sup>b</sup> ±2.766
<b>20</b>	0,310 <sup>a</sup> ±0,027	38,830 <sup>a</sup> ±0,764	42,116 <sup>ab</sup> ±1.475	157,714 <sup>b</sup> ±3.734

## II.1. Evolution de l'acidité

L'acidité renseigne sur le taux d'AGL présents dans une huile ; elle permet d'estimer le degré d'altération hydrolytique favorisé par la présence d'eau dans l'aliment. Une valeur élevée est préjudiciable aux huiles comestibles (*KPOVIESSI et al., 2004*). Dans le processus d'hydrolyse, une molécule de triacylgcérols réagit avec une molécule d'eau pour donner un AGL et un diacylgcérol (*GUPTA, 2005*).

L'hydrolyse est une réaction majeure produite durant les fritures profondes ; elle est due à la grande quantité d'eau libérée par l'aliment frit (pomme de terre), mais également aux hautes températures utilisées (180-220°C) (*WASSEF et NAWAR, 1996*). L'évolution de cet indice durant les essais de fritures est illustrée par la *figure 13*.



**Figure 13** : Evolution de l'acidité en fonctions du nombre de fritures.

L'huile « Fleurial » fraîche utilisée dans notre étude a une acidité de 0,074% ; cette valeur est inférieure à la norme internationale, fixée à 0,4% ; elle est également, inférieure à celle obtenue par *BOURICHA et CHERIEF* (2014), la valeur enregistrée est de 0,093%, l'acidité de notre huile est aussi, inférieure à celle notée par *HAMRANI et NAIT AMER* (2014) ayant analysé la même marque d'huile, la valeur enregistrée est de 0,084%. Cependant, l'huile utilisée dans notre étude est plus acide que celle analysée par *KECILI et TRACHE* (2014) qui ont travaillé sur la même huile, et sans ajout de l'huile fraîche avec un intervalle de temps de 3 minutes entre deux fritures ; ils ont enregistré une valeur de 0,051%.

L'utilisation de notre huile en fritures a montré une augmentation de cet indice chimique au fur et à mesure que le nombre de friture augmente (*figure 13*). L'acidité augmente de 0,188% à la 1<sup>ère</sup> friture et atteint une valeur de 0,310% à la 20<sup>ème</sup> friture ; ce taux reste inférieure au seuil fixé dans la norme internationale (0,4%).

L'acidité du 10<sup>ème</sup> de fritures est supérieure *KECILI et TRACHE* (2014) ils ont noté 0,087% à la 10<sup>ème</sup> friture, et inférieure à ceux obtenus par *BOURICHA et CHERIEF* (2014), la valeur enregistrée par ces auteurs est de 0,36% à la 10<sup>ème</sup> friture. Mais ont proche de celle notée par *HAMRANI et NAIT AMER* (2014), ayant utilisé la même marque d'huile avec incorporation régulière d'huile fraîche, et avec un intervalle de temps de 24h entre deux fritures ; ils ont noté 0,31% à la 10<sup>ème</sup> friture, contre une valeur de 0,333% dans notre cas.

GERTZ et KOCHAAR (2001) affirment qu'une augmentation de l'acidité de l'huile de bains de friture est due à la scission des TG sous l'effet de l'eau apportée par l'aliment à frire (dans notre cas l'eau de la pomme de terre). L'eau dégagée provoque les réactions d'hydrolyse qui augmentent la teneur en AGL, diacylglycérol et en glycérol dans les huiles des bains de friture.

Les résultats de la détermination de l'acidité ont révélé une différence significative au seuil de 5% ( $p\text{-value}=0,00005 < 0,05$ ). Ceci confirme la grande influence de l'incorporation de l'huile fraîche sur ce paramètre. Le test de NEWMAN et KEULS au seuil de signification de 5% (annexe 12), fait apparaître deux groupes homogènes A et B e pour le facteur acidité.

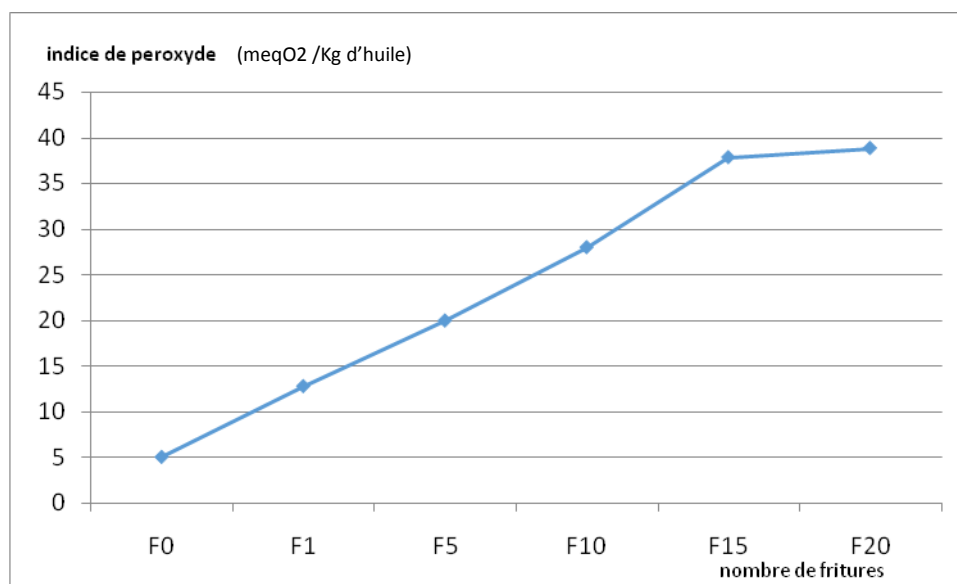
**Tableau XX** : Analyse de la variance du paramètre « acidité »

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,243	17	0,014				
VAR.FACTEUR 1	0,214	5	0,043	17,819	0,00005		
VAR.RESIDUELLE 1	0,029	12	0,002			0,049	21,90%

## II.2. Evolution de l'indice de peroxyde

D'après ROLLAND (2004), la mesure de l'oxydation d'un corps gras en temps réel se fait par la mesure de l'indice de peroxydes. Par définition, l'indice de peroxyde correspond au nombre de milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme de lipide susceptible d'oxyder l'iodure de potassium avec libération d'iode.

Selon BONNEFIS (2005), les peroxydes qui représentent les premiers produits d'oxydation, sont des composés chimiquement instables visant à stabiliser leur énergie par l'arrachement d'un proton d'une molécule d'AG. Les résultats obtenus dans notre étude sur l'huile fraîche et les huiles de bains de fritures sont illustrés par la *figure 14*.



**Figure14** : Evolution de l'indice de peroxyde en fonctions du nombre de fritures.

L'huile raffinée fraîche (Fleurial) utilisée dans notre étude expérimentale est caractérisée par un indice de peroxyde de 5,1 meq O<sub>2</sub>/kg. Cette valeur est inférieure à la norme *ISO 3960*, soit une valeur maximale de 10 meq/Kg d'huile. Notre huile est moins peroxydée que celle utilisée par *BOURICHA* et *CHERIEF* (2014) ; ils ont noté une valeur de 7 meq d'O<sub>2</sub>/kg. Nos résultats sont aussi inférieurs à ceux obtenus par *HAMRANI et NAIT AMER* (2014) qui ont enregistré une valeur de 6.5meqO<sub>2</sub>/kg d'huile fraîche. Mais, l'indice de peroxyde de notre huile est supérieur à celui de l'huile analysée par *KECILI et TRACHE* (2014) ; ils ont noté une valeur de 1,61 meqO<sub>2</sub>/kg.

D'après la *figure 14*, on constate que l'indice de peroxyde augmente continuellement jusqu'à la 20<sup>ème</sup> friture. Cette augmentation s'explique par la formation des produits primaires de la thermo-oxydation, à savoir les peroxydes et les hydroperoxydes après libération des AGPI par hydrolyse des triglycérides.

Durant « nos » essais de fritures, les valeurs de cet indice augmentent de 5,1 meq O<sub>2</sub>/kg d'huile fraîche à 20 meq O<sub>2</sub>/kg d'huile de la 10<sup>ème</sup> friture. Toutefois, nos valeurs sont supérieures à celles trouvées par *KECILI et TRACHE* (2014) qui ont travaillé sur la même marque d'huile, et sans ajout de l'huile fraîche, avec un intervalle de temps de 3 minutes entre deux fritures ; *BOURICHA et CHERIEF* (2014) ayant réalisé les essais de fritures avec la même marque d'huile, et sans incorporation de l'huile fraîche, mais avec un intervalle de

temps de 24h entre deux fritures, pour la 10<sup>ème</sup> friture ; ces auteurs ont enregistré respectivement les valeurs de 3.60 meq O<sub>2</sub>/kg et 15.6 meq O<sub>2</sub>/kg.

Cependant, nos valeurs sont inférieurs à celles trouvées par *HAMRANI et NAIT AMER (2014)*, ayant utilisé la même marque d'huile avec incorporation régulière d'huile fraîche, et avec un intervalle de temps de 24h entre deux fritures ; ils ont trouvé un indice de 27.5 meq O<sub>2</sub>/kg d'huile de la 10<sup>ème</sup> friture.

*ABDULKARIM et al. (2007)* affirment que les peroxydes sont incolores, sans gout particulier, ni odeur ; ce sont les produits primaires d'oxydation qui se forment dans une huile lors des fritures. Mais, d'après *OHSHIMA (2003)*, la formation des peroxydes affecte la valeur nutritionnelle des huiles, car leurs acides gras essentiels, sont partiellement détruits.

*ROLLAND (2004)* a signalé que les valeurs faibles de l'indice de peroxyde ne précisent pas si l'huile est de bonne qualité ou si elle est complètement oxydée. Il n'y a pas de corrélation entre l'indice de peroxyde et la détérioration des matières grasses (*GERTZ, 2008*).

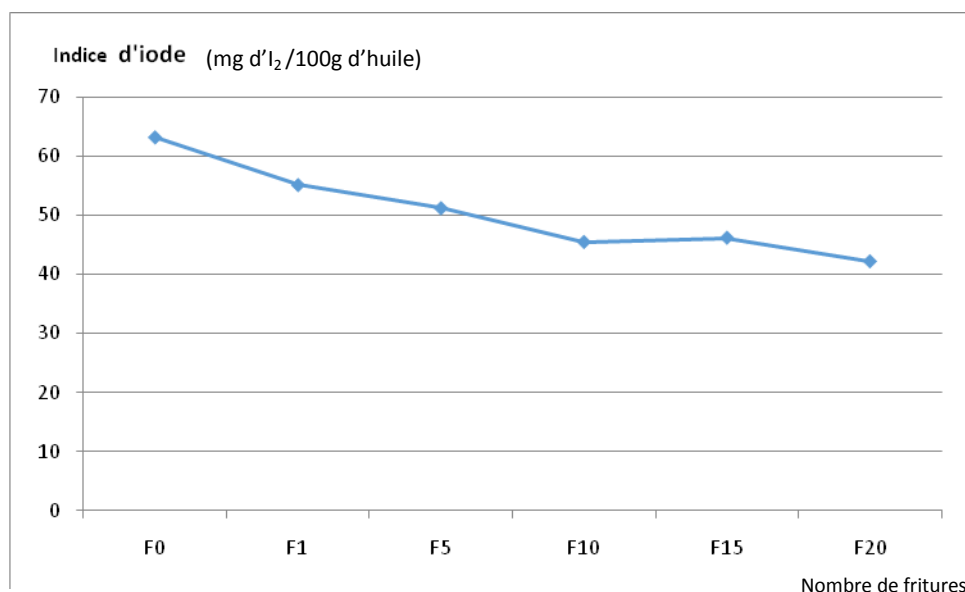
Les résultats de la détermination de l'acidité ont révélé une différence significative au seuil de 5% ( $p\text{-value}=0.0001 < 0.05$ ). Ce qui confirme la grande influence de l'incorporation de l'huile fraîche sur ce paramètre. Le test de NEWMAN et KEULS au seuil de signification de 5% (*annexe 13*) fait apparaitre quatre groupes homogènes A, B, C et D pour le facteur indice de peroxyde.

**Tableau XXI** : Analyse de la variance de l'indice de peroxyde

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	3040,58	17	178,858				
VAR.FACTEUR 1	2774,9	5	554,98	25,067	0,00001		
VAR.RESIDUELLE 1	265,68	12	22,14			4,705	19,80%

### II.3. Evolution de l'indice d'iode

L'indice d'iode mesure globalement le degré d'insaturation global d'un corps gras. Il pourra donc nous renseigner sur le degré d'oxydation de l'huile utilisée (ADRIAN *et al*, 1998). L'indice d'iode est inversement proportionnel au nombre de fritures (SANCHEZ-GIMENO *et al*, 2008). D'après GERTZ (2008), l'indice d'iode diminue au fur et à mesure que le nombre de friture augmente, par la formation des produits d'oxydation lipidique, tout en diminuant le degré d'insaturation de l'huile. Les résultats de notre expérimentation sont illustrés par la *figure 15*.



**Figure 15** : Evolution de l'indice d'iode en fonction du nombre de fritures.

L'indice d'iode de l'huile fraîche «Fleurial» testée dans notre étude est de 63,115 mg d'I<sub>2</sub>/ 100 g d'huile. Cette valeur est inférieure à la norme fixée par le *Codex alimentarius* de 1999, qui est de 143 mg d'I<sub>2</sub> / 100g d'huile ; cela est peut-être dû aux erreurs de manipulation ou au choix de la méthode d'analyse.

Nos résultats sont inférieurs à ceux obtenus par *KECILI et TRACHE (2014)*, qui ont travaillé sur la même huile ; ils ont enregistré une valeur de 129,91 ; de plus, nos résultats sont inférieurs à ceux obtenus par *BOURICHA et CHERIEF (2014)* ayant utilisé la même marque d'huile ; ceux-ci ont enregistré des valeurs de 141,70 mg d'I<sub>2</sub> / 100 g. Nos résultats sont également inférieurs à ceux obtenus par *HAMRANI et NAIT AMER (2014)* ayant utilisé la même marque d'huile avec incorporation régulière d'huile fraîche, et avec un intervalle de temps de 24h entre deux fritures ; ceux-ci ont enregistré des valeurs de 69,160 mg d'I<sub>2</sub>/ 100 g.

L'indice d'iode diminue au fur et à mesure que le nombre de fritures augmente comme le montre la *figure 15*. Il passe d'une valeur de 63,115 g/100 avant la friture à 45,394 g/100g à la 10<sup>ème</sup> friture, soit un écart de 17,721. Nos résultats sont inférieurs à ceux obtenus par *KECILI et TRACHE (2014)*; *BOURICHA et CHERIEF (2014)*; *HAMRANI et NAIT AMER(2014)*; ceux-ci ont enregistré des valeurs respectivement de 117,70 ; 105,327 et 51,394 g/100g pour la 10<sup>ème</sup> friture.

L'indice d'iode diminue au cours des fritures, ceci est dû à la thermo-oxydation des lipides de l'huile qui a pour conséquence la diminution du degré d'insaturation. L'indice d'iode est un bon indicateur du degré d'altération des huiles (*GERTZ, 2008*).

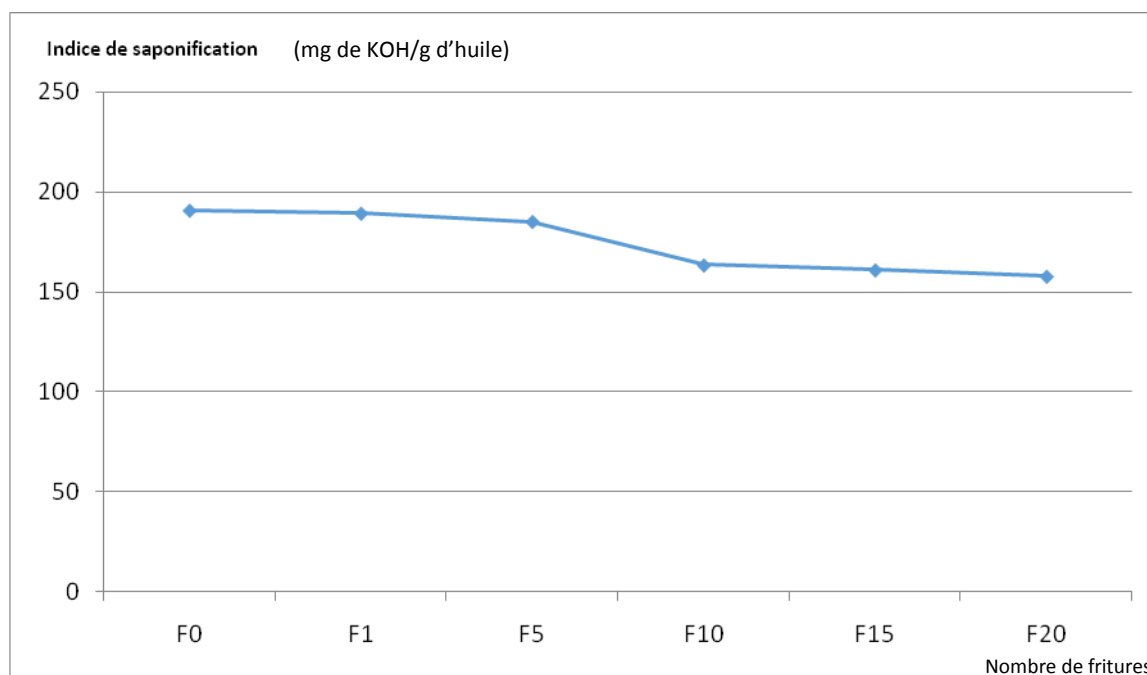
Les résultats de la détermination ont révélé une différence significative au seuil de 5% ( $p\text{-value}=0.04504 < 0,05$  au seuil de 5%. Le test de NEWMAN et KEULS au seuil de signification de 5% (*annexe 14*) fait apparaître trois groupes homogènes A, AB et B pour le facteur indice d'iode.

**Tableau XXII** : Analyse de la variance de l'indice d'iode

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	3407948000	17	200467600				
VAR.FACTEUR 1	1952344000	5	390468800	3,219	0,04504		
VAR.RESIDUELLE 1	1455604000	12	121300400			11013,645	22,99%

#### II.4. Evolution de l'indice de saponification

L'indice de saponification est par définition la quantité en milligramme de potasse nécessaire pour saponifier un gramme de corps gras. Pour un poids donné de triglycérides, la quantité de potasse nécessaire à la saponification augmente avec la diminution de longueur des chaînes d'acide gras ; l'indice de saponification rend compte de longueur moyenne de chaînes d'acides gras constitutifs du corps gras (*MORDRET, 1992*). Les résultats que nous avons obtenus sont illustrés par la *figure 16*.



**Figure 16** : Evolution de l'indice de saponification en fonction du nombre de fritures.

La valeur de l'indice de saponification sur l'huile fraîche étudiée est de 190,486 mg de KOH/g d'huile. Cette valeur concorde avec les normes fixées par le *codex alimentarius*, soit 188-194 mg de KOH/g d'huile. Elle est très proche de la valeur trouvée par *KECILI et TRACHE (2014)*, qu'ont travaillé sur la même huile, et également proche de celle obtenue par *BOURICHA et CHERIEF (2014)* ayant utilisé la même marque d'huile ; ceux-ci ont enregistré respectivement des valeurs de 189,01 et 189,78 mg de KOH/g d'huile.

La présentation graphique des résultats obtenus (*figure 16*) montre une diminution de cet indice ; il passe d'une valeur de 188,986 mg de KOH / g d'huile à la 1<sup>ère</sup> friture à 163,299 mg de KOH / g d'huile à la 10<sup>ème</sup> friture. Nos résultats sont inférieurs à ceux obtenus par *KECILI et TRACHE (2014)*, qui ont travaillé sur la même huile ; ils ont enregistré une valeur de 179,12 KOH / g d'huile à la 10<sup>ème</sup> friture. Mais nos résultats sont proches de ceux trouvés par *BOURICHA et CHERIEF (2014)* qui ont également observé une diminution de cet indice ; la valeur passe de 191,66 mg de KOH / g d'huile à la 1<sup>ère</sup> friture à une valeur de 167,36mg de KOH / g d'huile à la 10<sup>ème</sup> friture. Nos résultats sont, également, proches de ceux trouvés par *HAMRANI et AIT AMER (2014)* qui ont obtenu une diminution de l'indice de saponification ; la valeur passe de 190,038 mg de KOH / g d'huile à la 1<sup>ère</sup> friture à 168,300 mg de KOH / g d'huile à la 10<sup>ème</sup> friture.

Une diminution de cet indice indique la formation de polymères par le pontage inter moléculaire des triglycérides oxydés (*PERRIN, 1992*). Cette diminution traduit une polymérisation des acides gras et TG de l'huile soumise à un traitement thermo-oxydatif en présence de l'aliment.

L'analyse de variance donnée par le *tableau XXIII*, montre l'existence d'une différence significative au seuil de 0.1% ( $p\text{-value}=0<0.001$ ). Le test de NEWMAN et KEULS au seuil de signification de 0.1% (*annexe 15*) fait apparaître quatre groupes homogènes A et B pour le facteur indice de saponification.

**Tableau XXIII** : Analyse de la variance de l'indice de saponification

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	3667532000	17	215737200				
VAR.FACTEUR 1	3527293000	5	705458700	60,365	0		
VAR.RESIDUELLE 1	140238800	12	11686570			3418,563	1,96%

## Conclusion

Ce travail a été mené dans le but de vérifier l'effet de mode de friture sans couvercle sur la stabilité de l'huile « Fleurial » 100% tournesol au cours des fritures répétées. Nos essais de fritures ont été réalisés dans une friteuse électrique, le couvercle de cette dernière a été maintenu ouvert ; ces fritures répétées sont réalisées en continu avec un intervalle de temps de 3 minutes entre deux fritures ; la durée d'une friture est de 4 minutes.

Le nombre de fritures a été porté à vingt après que les travaux antérieurs menés au département ont montré la possibilité de réutiliser le 20<sup>ème</sup> bain de friture. A la fin des cycles de friture 1, 5, 10, 15 et 20 des échantillons de bains de fritures ont été prélevés ; ils ont fait l'objet de nombreuses analyses physico-chimiques afin de déterminer l'évolution de ces critères au fur et à mesure que les fritures avancent. Les résultats obtenus ont été comparés à ceux obtenus par d'autres auteurs dans des conditions différentes.

Les signes d'altération commencent à partir du 15<sup>ème</sup> cycle de friture où la couleur du bain de friture commence à s'accroître ; néanmoins, la couleur de la frite préparée avec ce bain de friture est appréciable et avec un goût caractéristique des aliments frits. Dans d'autres conditions, les signes d'altération organoleptique apparaissent précocement.

L'indice de peroxyde augmente continuellement jusqu'à la dernière friture ; le fait marquant de cette étude est la non conversion des hydroperoxydes en produits secondaires d'oxydation. Ceci justifie la préservation de l'aspect organoleptique des huiles des bains et des frites préparées. Ces composés sont, pour rappel, suspectés d'être toxiques pour le consommateur. La vitamine E contenue dans l'huile à l'état frais pourrait être à l'origine de la cinétique de cet indice. Cet antioxydant aurait « brisé » la chaîne d'oxydation de l'acide linoléique grâce à la stabilisation des radicaux libres.

Néanmoins et afin de veiller à la santé du consommateur, il est plus que nécessaire de respecter vigoureusement les recommandations pratiques de friture citées dans divers manuels des corps gras, comme par exemple le dessèchement de l'aliment avant son introduction dans le bain de friture. De plus, il est utile de respecter le nombre de fritures porté sur l'étiquette de l'emballage des huiles raffinées commercialisées.

## A

- **ABDULKARIM S.M., LONG K., O.M LAI O., S.K.S. MOHAMMAD S.K.S, GHAZALI H.M. (2007).** Frying quality and stability of high-oleic *Moringaoleifera* seed oil in comparaison with other vegetable oils. *Food Chemistry*, 105:1382-1089.
- **ADRIAN J., DAUVILLIER P., POIFFAIT A. et POTUS J. (1998).** Introduction l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaires. Edition : Tec et Doc, Lavoisier, Paris.
- **ALAIS et LINDIN, 1987 ; VITRAC (2003).** Biochimie alimentaire. 5<sup>ème</sup> Edition de l'abrégé. Edition : Dunod, Paris. pp : 56-60.
- **AMRANI N. et AMRIOU F. (2009).** Evolution du degré d'altération de deux huiles « elio<sub>2</sub> » et «Fridor » au cours des fritures répétées. Mémoire d'ingénieur. Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, Algérie.
- **ANONYME1. (1992) :**Dossiersscientifiques de l'institut français pour la nutrition. Ed. : IFN ; Paris ; p 5.
- **ANONYME1.(2014)**Lestriglycérides(<http://www.afblum.be/bioafb/acidgras/acidgras.htm>).
- **ANONYME3. (2002).** Tournesol oléique, [www.prolea.com](http://www.prolea.com).
- **APFELBAUM M., ROMAN M. et DUBUS M. (2009).** Diététique et nutrition. 7<sup>ème</sup> édition : Masson, Paris. pp : 321-334.

## B

- **BEN C. (2005).** Analyse du transcriptome lors de l'embryogénèse précoce chez le tournesol, Thèse doctorat, Université de Toulouse, France.
- **BERG J.M., TYMOCZKON J.L. et STRYER L. (2008).**Biochemistry. 6<sup>ème</sup> edition: W.H. Freeman. pp: 333.
- **BONNEFIS C.S. (2005).** Effets biologiques des peroxydes et approche de la participation des aliments composés à leurs apports chez le chien et le chat. Thèse de doctorat. Université Paul- Sabatier de Toulouse, France.
- **BOURICHA Y. et CHERIEF S. (2013).** Evaluation de la stabilité thermo- oxydative de l'huile « Fleurial » au cours des fritures répétées. Mémoire de MASTER. Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, Algérie.
- **BOYELDIEU J. (1991).** Produire des grains oléagineux et protéagineux, édition : tec et doc, Lavoisier, 1991 ; p 108-113.

## C

- **CHEFTEL J.C. et CHEFTEL H. (1977)** : Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. Vol 1. Tec et Doc. Lavoisier, Paris : P 243-245-246.
- **CHEVASSUS A., (2002)** : Alimentation, nutrition et agriculture. Service de la planification, de l'analyse et de l'évaluation nutritionnelle. ; FAO.
- **CODEX-ALIMENTARUS, (1992)**. Normes codex pour les graisses et les huiles d'origine végétales. In : Graisses, Huiles et Produits dérivés (8), FAO/OMS, Rome.pp : 9-71.
- **CODEX ALIMENTARIUS, (1999)**. Norme pour les huiles végétales portant un nom spécifique. CODEX STAN 210-1999.
- **COSSUT J., DEFRENNE B., ROELSTAETE L., (2002)** : Les corps gras entre tradition et modernité, Institut agro-alimentaire ; Lille.
- **COUET C., (1998)** : Substrats énergétiques- lipides ; pp1-20.

## D

- **DERACHE R., (1986)** :Toxicologie et sécurité des aliments. **Ed.** : Tec. Et Doc., Apria, Lavoisier ; Paris ; p15, 27.ISBN : 2-85206-572-X.
- **DIEFFENBACHER A., BUXTORF U., DERUNGS R., FRIEDLI R., GROB K. et ZURCHER K. (2000)**. Graisses comestibles, huiles comestibles et graisses émulsionnées. In : Manuel suisse des denrées alimentaires. Edition : Martin, Genève.
- **DRONNE Y. (2001)**. Les marchés oléagineux de l'Europe dans le contexte international. OCL. N° 3, Vol 8, pp : 183-190.

## E

- **EL-CHAMI S.M., ZAZI S.I., EL ANWAR I.M. et EL MALLAHH M.H. (1992)**.Dielectric properties for monitoring the quality of heated oils. A.J.O.C.S. Vol 69, N° 9, pp: 872-875

- **EYMARD S. (2003).** Mise en évidence et suivie de l'oxydation des lipides au cours de la conservation et de la transformation du chinchard (*Trachurus trachurus*) : choix des procédés. Thèse de doctorat spécialité biochimie. Ecole polytechnique de l'université de Nantes.

## F

- **Fahy,** classification des lipides, 2005 [en ligne]. (<http://www.chem.qmul.ac.uk/euopac/class/lipid.html>) (page consultée le 17 Avril 2007).
- **FREDOT E. (2005).** Connaissance des aliments : base alimentaire et nutritionnelle de la diététique. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 296-320.
- **FREDOT E. (2012).** Connaissance des aliments: base alimentaire et nutritionnelle de la diététique. Edition: Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 417–488.
- **FRENOT M. et VIERLING E. (2001).** Les lipides. In : Biochimie des aliments : Diététique du sujet bien portant. 2<sup>ème</sup> édition. Doin, pp : 79 – 102.

## G

- **GERMAN J.B. et KINSELLA J.E. (1985).** Lipid oxidation in fish tissue, enzymatic initiation via lipoxygenase. Journal of agricultural and food chemistry, Vol.33, pp: 680 – 683.
- **GERTZ C. (2008).** Optimum deep frying, from the food industries association of Austria. FIAA from June. pp :125-135.
- **GERTEZ C et KOCHAAR P. (2001).** A new method to determine oxidative stability of vegetable fat and oil at simulated frying temperature. OCL. Vol8. N° 1, pp: 82-91.
- **GOTOR A. (2008).** Etude des variations des teneurs et de la variabilité des compositions en tocophérols et en phytostérols dans les Akènes et l'huile de tournesol (*Helianthus annuus L.*). Thèse de doctorat, université de Toulouse, France.
- **GRAILLE J. (2003).** Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 1– 170.
- **GRANDGIRARD A. (1992).** Transformation des lipides au cours des traitements thermiques, effet nutritionnels et toxicologiques. In : aspect nutritionnel des constituants des aliments influence des technologies. Edition. Tec et Doc, Paris. pp : 49 – 63.
- **GUIGNARD L., (1979) :** Abrégé de biochimie végétale. Ed. : MASSON ; Paris ; p321. ISBN 222545009.

- **GUILLAUMIN R., (1982)** : Evolution des lipides, oxydation enzymatique et auto-oxydation non enzymatique. **In**. Conservation et stockage des grains et graines et produits dérivée. **Ed** : Tec.Et Doc. ; Lavoisier ; Paris ;(2) ; p927.ISBN :2-85206-081-7.
- **GUIRAUD J.P. (2003)**. Microbiologie alimentaire. Edition :Dunod, Paris. pp : 143.
- **GUPTA M.K. (2005)**. Frying oils. Bailey's industrial oil and fat products. 6<sup>ème</sup> édition. John Wiley& Sons, Inc. pp : 1 – 23.

## H

- **HAMRANI S et NAIT AMER K. (2014)**.Effet de l'incorporation de l'huile fraiche sue la stabilité de l'huile « FLEURIAL » au cours des fritures répétées. Mémoire de MASTER. Université mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, Algérie.
- **HEBERT E. (1982)** : Biochimie cours et exercices. Edition méral. Deug PCEM pharmacie : P 62-63.
- **HIDALGO F.J., LEON M.M. et ZAMORA R. (2006)**.Antioxidative activity of amino phospholipids and phospholipid/ amino acid mixtures in edible oils as determined by the Rancimat method. Food Chemistry, (54), pp: 541-5467.

## J

- **JEANTET R., BRULE G., CROGUENNEC T. et SCHUCK P. (2006)**. Science des aliments : Biochimie- Microbiologie-Procédés-Produits. Tome 1. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 95-120.
- **JUDDE A. (2004)**. Prévention de l'oxydation des acides gras dans un produit cosmétique : Mécanismes, conséquences, moyens de mesure, quels antioxydants, pour quelles applications, OCL, N° 6, Vol 11, pp : 414-418.

## K

- **KARLESKIND A. (1992)**. T1. Principaux constituants chimiques des corps gras. Ed Lavoisier : 95p, 358p.
- **KAUFFMANN A., RYSER B. and SUTR B. (2000)**.Comparaison of different methods to determine polar compounds frying oils. Food technologie. 377-380.

- **KECILI A. et TRACHE M. (2014).** Etude comparative de la stabilité oxydative de cinq huiles de tables au cours des fritures répétées. Mémoire d'ingénieur. Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, Algérie.
- **KPROVISSI D.S., GEORGE C., ACCROMBESSI., KOCHOOH C., MOHAMED M., SOUMANAU et MOUDACHIROU M. (2004).** Propriétés physico-chimiques et composition des huiles non conventionnelles de pourghère (*jatropha-curca*) de différentes régions Benin .pp :1007-1012.

## *L*

- **LINDEN G ; LORIENT D. (1994).** Biochimie agro-industrielle. Edition : Masson, Paris. pp : 90 – 100.

## *M*

- **MASSON O. (2002).** Biochimie : Les bases biochimiques de la diététique. Edition : Tec& Doc, Lavoisier, Paris. pp : 81–83.
- **MAURO A. (2003).** Chemical-Physical characteristics of olive oils, Technical course for Olive oil testers. Organizzazione Nazionale Assaggiatori Olio di Oliva, pp : 1 – 26.
- **MAZOYER M. (2002).** Larousse agricole. Edition : Larousse, pp : 458 – 626.
- **MIGNOLET G., (1968) :** Technologie des aliments. Ed. Pantyn ; Bruxelles ; pp 78-79.
- **MORDRET F. (1992).** Analyse des corps gras. In : Manuel des corps gras. Edition : Tec & Et Doc, Lavoisier, Paris. pp : 1147 – 1182.

## *N*

- **NAUDET M. (1992).** Principaux constituants chimiques des corps gras. In : Manuel des corps gras. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 69 – 74.

## *O*

- **OHSHIMA T. (2003).** Quel avenir pour les antioxydants naturels. In : Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 379 – 389.
- **OLIVIER D. and MARTINEZ V.M. (2005).** Conseils pratique pour les fritures, spécification technique n° E4-05 relative aux l'huiles végétale. 21-24.
- **OLLE (1998),** huiles de fritures : état de situation et aspect règlementaire .OCL.VOL 5,55-57.

- **OLLE M. (2002).** Analyse des corps gras. Direction générale de la concurrence, de la consommation et la répression des fraudes. Laboratoire interrégionale de Montpellier. Techniques d'ingénieur. Traité analyse et caractérisation. pp 02-15.

## P

- **PERRIN J.L. (1992).** Evolution des corps gras au cours de leur utilisation alimentaire. In : Manuel des corps gras. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris pp : 1015– 1031.
- **POISSON J.P. et NARCE M. (2003).** Corps gras alimentaires : aspects chimiques, biochimiques et nutritionnels. In : Lipides et corps gras alimentaires. Edition Tec & Doc, Lavoisier, Paris.

## R

- **ROBERFROID M.B., COXAM V. et DELZENNE N. (2008).** Aliments fonctionnels. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 186-195.
- **ROGER ; FRANÇOIS. (1974).** Rappel des notions fondamentales. In : Les industries des corps gras. Paris : Lavoisier, 32 p (Institut d'études sur les corps gras et produits dérivés).
- **ROLLAND Y. (2004).** Antioxydants naturels végétaux. O.C.L., 11, pp : 419 – 424.

## S

- **SAGUY I. S. and DANA D. (2003).** Integrated approach to deep fat frying: engineering, nutrition, health and consumer aspects. Food Chemistry, 50:143-152.
- **SANCHEZ-GIMENO A. C., BENIO M., VERCET Y R A., ORIA, (2008).** Aceite de oliva virgen extra del Somontano : évaluation de las modificaciones físico-químicas tras la fritura doméstica de patatas prefritas congeladas, grasas y aceites, 59 (1), enero-marzo. PP : 57-61.
- **STRYER L., BERG J.M. et TYMOCZKO J.L. (2003) :** Lipides et membranes cellulaires. In « Biochimie ».éd 5, Paris : P322.

## T

- **TOUITOU Y. (2005).** Biochimie : Structure des glucides et lipides. PCEM. Université Pierre et Marie Curie, Faculté de médecine, Paris. pp : 31-44.

## V

- **VARELA G., BENDER A.E. et MORTON I.D. (1988).** Frying of Food, Ellis Horwood Ltd., Chichester (England), pp: 202.
- **VARELA G. (1998).** Les graisses chauffées : contribution à l'étude de processus de la friture des aliments. *Nut. Diet.* N°25, pp : 112-124.
- **VERLING ET FRENOT, 2001.** Les lipides. In : Biochimie des aliments, diététique du sujet et bien portant. 2<sup>ème</sup> éd. Doin, 2001. 79p (Collection dirigée par J. Figurella et F. Lonrzhain). ISBN 2-7040-1105-2.
- **VIERLING E. (2003).** Aliments et boissons : Filière et produits : 2<sup>ème</sup> édition : Doin éditeur. pp : 187-208.
- **VITRAC O., RAOULT-WACK A.L et TRYSTRAM G. (2003).** Procédé de friture et produits frits. In : Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 231-269.
- **VOET D. et VOET J.G. (2005) :** Lipides et membranes. In « Biochimie ». éd. 2. Paris : P382.

## W

- **WASSEF W. et NAWAR N. (1996).** Lipids. In: Food chemistry. 3<sup>ème</sup> edition: Owen R. Fennema. pp: 225 – 304.
- **WEIL, Jacques Henry.** Structure des lipides. In : Biochimie générale. 10<sup>ème</sup> éd. Paris. Dunod, 2001. 273p. ISBN 2-10-0492985.
- **WEIL J.H., BOULANGER Y., CHAMBON P., (2001) :** Biochimie Général. Ed. : DUNOD ; Paris ; P18, 263 ; ISBN : 213055739.
- **WOLFF J.P. (1968).** Dosage des produits d'oxydation. In : Méthodes générales d'analyse. Edition: Azoulay, Paris. pp : 259– 266.

## Annexes

---

### Modes opératoires

- **Les indices chimiques**

#### **Annexe 1 : Détermination de l'indice de peroxyde (AFNOR NF T60-220, 1988).**

##### Réactifs :

- Chloroforme ( $\text{CHCl}_3$ ) ;
- Acide acétique ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) ;
- Solution aqueuse saturée d'iodure de potassium (KI) ;
- Solution aqueuse à 0.01N de thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) ;
- Solution d'empois d'amidon à 1%.

##### Mode opératoire :

- Peser 2g d'huile dans une fiole conique ;
- Ajouter 10ml de chloroforme et 15ml d'acide acétique ;
- Puis 1ml de la solution d'iodure de potassium (1ml d'eau distillée  $\rightarrow$  0.5ml de KI) ;
- Boucher aussitôt la fiole ;
- Agiter pendant une minute et laisser à l'abri de lumière ;
- Ajouter 75ml d'eau distillée, et quelques gouttes d'empois d'amidon ;
- Titrer l'iode libéré jusqu'à décoloration complète avec la solution de thiosulfate de sodium à 0.01N. Soit V ce volume ;
- Faire parallèlement un essai à blanc (sans matière grasse). Soit V0 le volume de thiosulfate de sodium à 0.01N.

#### **Annexe 2 : Détermination de l'acidité (NF T60-204, 1988).**

##### Réactifs :

- Oxyde diéthylique / éthanol à 96% (V/V) ;
- Solution d'hydroxyde de potassium dans l'éthanol (0.1N) ;
- Phénol phtaléine : solution 10g/l dans l'éthanol à 96%.
- Mode opératoire :
  - Dissoudre une prise d'essai (10g) dans 50 à 150 ml du mélange oxyde diéthylique/éthanol
  - Ajouter quelques gouttes de la solution de phénol phtaléine ;
  - Titrer en agitant avec la solution d'hydroxyde de potassium jusqu'au virage de l'indicateur ; (coloration rose de la phénophtaléine durant au moins 10 secondes ;
- Déterminer le volume (V) de la solution titrée d'hydroxyde de potassium utilisé

#### **Annexe 3 : Détermination de l'indice d'iode**

##### Réactifs :

- Alcool éthylique à 96°, (éthanol à 96%) ;
- Iode ; solution 0,2 N en alcool éthylique à 96° ;
- Thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ), solution 0,1N ;
- Empois d'amidon (solution 5g dans 60ml).

## Annexes

---

### Mode opératoire :

- Peser au mg près, une prise d'essai de 0,2g d'huile dans un ballon à fond plat ;
- Ajouter à cette dernière 10 ml d'éthanol à 96% ; puis 10ml d'iode alcoolique (0,2N) ; et 30ml d'eau distillée ;
- Agiter énergiquement pendant 5mn ; puis le laisser à l'abri de la lumière 30mn environ ;
- Titrer l'iode libéré par la solution de thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) à 0,1N jusqu'à l'apparition de la coloration jaune ;
- Ajouter 1ml de la solution d'amidon à 1% pour avoir une coloration bleu foncée ;
- Poursuivre la titration avec la solution de thiosulfate de sodium jusqu'à la disparition de la couleur bleu ;
- Noter le volume de titration ;
- Effectuer un essai é blanc, au même temps et dans les même conditions (mais sans la matière grasse).

### **Annexe 4 : Détermination de l'indice de saponification**

#### Réactifs :

- Acide chlorhydrique en solution 0,5N ;
- Potasse en solution 0,5 N dans l'alcool éthylique à 95% ;
- Phénophtaléine en solution à 1% dans l'alcool éthylique.

#### Mode opératoire :

- Dans une fiole de 250 ml, introduire une prise d'essai de 2g d'huile ;
- Ajouter 25 ml de potasse alcoolique 0,5 N ;
- Adapter le réfrigérant ascendant ;
- Agiter pour dissoudre et porter à l'ébullition pendant 1h ;
- Titrer l'excès d'alcali dans la solution savonneuse chaude avec l'acide chlorhydrique 0,5N en présence de phénophtaléine en solution à 1% dans l'alcool éthylique ;
- Faire un essai à blanc dans les mêmes conditions à l'exception du corps gras.

- **Les indices physiques :**

### **Annexe1 : Détermination de l'humidité**

#### Matériel :

- Cristalliseur en verre de 70mm de diamètre.

#### Mode d'opérateur :

## Annexes

---

- Peser 5g de corps gras dans un cristalliseur préalablement séché à l'étuve, refroidir dans un dessiccateur et taré ;
- Introduire le cristalliseur contenant le corps gras dans l'étuve réglée à  $103 \pm 2^\circ\text{C}$ , l'y maintenir pendant 1 heure ;
- Sortir le cristalliseur, le laisser refroidir dans le dessiccateur et peser.

### **Annexe 02 : Détermination de la densité**

#### Matériels et réactifs

- Balance de précision.
- Pipette graduée de 10 ml.
- béchers de 40ml.

#### Mode opératoire

- Prélever à l'aide d'une pipette graduée 10ml d'huile de tournesol ;
- Les verser dans un bécher de 50 ml de poids connu ;
- Mettre le bécher sur balance de précision et noter le poids de l'échantillon d'huile ;
- Refaire de nouveau l'expérience avec de l'huile de tournesol ;
- Refaire de nouveau l'expérience avec de l'eau distillée.

### **Annexe 03 : Détermination de la viscosité**

#### Matériels et réactifs

- Viscosimètre à bille Chronomètre.

#### Mode opératoire

- Rincer le viscosimètre à l'éthanol pur avec précaution ;
- Le laisser sécher quelques minutes sur du papier absorbant déposé sur la pailasse ;
- Utiliser la bille métallique au lieu de la bille plastique ;
- L'introduire dans le tube du viscosimètre, le remplir d'huile de tournesol et éviter la formation de bulles d'air ;
- Refermer le bouchon et mettre le tube en position horizontale ;
- Redresser le viscosimètre en position verticale doucement en faisant attention à la bille ;

## Annexes

- Mettre le chronomètre en position de démarrage. Dès que la bille atteint le trait supérieur dans le viscosimètre, déclencher le chronomètre. Suivre la chute de la bille et dès qu'elle atteint le trait inférieur du viscosimètre, arrêter le chronomètre. Et noter le temps en secondes (t).

### Annexe 08 : Fiche technique de l'huile brute de tournesol

Analyses	Fiche technique Huile brute de tournesol	
	Unité	Concentrations
Acidité	% d »acide oléique	2 max
Indice de peroxyde	Meq O <sub>2</sub> / Kg d'huile	15 max
Matières volatile à 105 C°	%	0.2 max
Impuretés insolubles	%	0.05 max
Indice de réfraction	n 40 / D	1.467-1.469
Indice de saponification	mg KOH / g d'huile	188-194
Indice d'iode(Wijs)	-	118-141
Densité relative	20 C° / eau à 20 C°	0.918-0.923
Phosphore	Ppm	250 max
Insaponifiables	g / Kg	15 max
Fer (Fe)	mg / Kg	5
Cuivre (Cu)	mg / Kg	0.4
Odeur et saveur	-	Caractéristiques au produit

## Annexes

### Annexe 9 : Résultats de test de NEWMAN et KEULS pour l'humidité

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES			
1.0	F0	0,074	A			
3.0	F5	0,068		B		
6.0	F20	0,059			C	
5.0	F15	0,057			C	
4.0	F10	0,056			C	
2.0	F1	0,05				D

### Annexe 10 : Résultats de test de NEWMAN et KEULS pour la densité

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES			
6.0	F20	0,901	A			
2.0	F1	0,896	A	B		
3.0	F5	0,896	A	B		
1.0	F0	0,892		B	C	
5.0	F15	0,892		B	C	
4.0	F10	0,886			C	

### Annexe 11 : Résultats de test de NEWMAN et KEULS pour la viscosité

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES			
6.0	F20	48125	A			
4.0	F10	47172	A			
1.0	F0	46922	A			
5.0	F15	45262	A	B		
3.0	F5	42232,67		B		
2.0	F1	42179,67		B		

## Annexes

---

### Annexe 12: Résultats de test de NEWMAN et KEULS pour l'acidité

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
5.0	F15	0,347	A	
4.0	F10	0,333	A	
6.0	F20	0,31	A	
3.0	F5	0,153		B
2.0	F1	0,127		B
1.0	F0	0,074		B

### Annexe 13 : Résultats de test de NEWMAN et KEULS pour l'indice de peroxyde

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES			
6.0	F20	38,833	A			
5.0	F15	37,833	A			
4.0	F10	28		B		
3.0	F5	20		B	C	
2.0	F1	12,833			C	D
1.0	F0	5,1				D

### Annexe 14 : Résultats de test de NEWMAN et KEULS pour l'indice d'iode

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
1.0	F0	63114,67	A	
2.0	F1	55045	A	B
3.0	F5	51117	A	B
5.0	F15	46118	A	B
6.0	F20	42116	A	B
4.0	F10	29976,1		B

## Annexes

---

### Annexe 15 : Résultats de test de NEWMAN et KEULS pour l'indice de saponification

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
1.0	F0	190486	A	
2.0	F1	188986	A	
3.0	F5	185314	A	
4.0	F10	163299		B
5.0	F15	160854		B
6.0	F20	157714		B