

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

Faculté des Sciences biologiques et des Sciences Agronomiques

Département d'Agronomie

Mémoire de fin d'études

*En vue de l'obtention du diplôme de MASTER
En Sciences de la nature et de la vie
Filière : science alimentaire
Option : Agro-alimentaire et contrôle de qualité*

Thème

*Effet du rapport frites / huile sur la qualité de
l'huile « Elio » au cours des fritures répétées*

Proposé et dirigé par :

M^r SADOUDI R.

Présenté par :

M^{elle} AUCHARKI Ouzna

M^{elle} DOUDJEDID Nacira

Devant le jury :

Président : M^r BENGANA M

M.C.B à l'UMMTO

Examineurs : M^{me} REMANE Y

Maître assistante à l'UMMTO

Promotion : 2017 – 2018

REMERCIEMENTS

Nous tenons à remercier le bon dieu de nous avoir donnés le courage pour mener à terme ce modeste travail. .

Nous voudrions exprimer nos vives gratitudees et nos sincères remerciements à :

Mr BENGANA, d'avoir accepté de présider notre jury.

Mme REMANE, examinatrice d'avoir acceptés d'examiner notre travail.

Mr SADOUDI R, notre promoteur d'avoir accepter de nous encadré.

Tous les membres du laboratoire des analyses physico-chimiques de département biologie à l'UMMTO.

Dédicaces

J'ai l'honneur de dédier ce modeste travail

A mon père

Et a ceux qui m'ont tout donné sans rien en retour

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

Et ceux à qui je dois tant

A mes parents : DOUDJEDID AHMED et TALANANA DAHBLA

Pour leur amour et leur support affectif.

A

*Mon mari MOUHAMED à qui je dois offrir ma réussite ; ainsi toute la famille
TISSOULA;*

Ma sœur HAYAT

Mes cousins et cousines;

Celle avec qui j'ai partagé mon travail «OUZNA» et sa famille;

*Tous mes ami(e)s et à tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin à réaliser ce
travail;*

A toute la promotion Agro-alimentaire et contrôle de qualité.

DOUDJEDID NACIRA

Dédicaces

Je dédie ce travail à tous ceux qui me sont chères:

À mes très chers parents qui m'ont encouragé pendant mes études, et à qui je dois offrir ma réussite, merci pour vos sacrifices et vos soutiens.

A

Ma très chère grand-mère, que dieu te donne une longue vie.

Mes sœurs Fazia, Hakima, Zina et Rebiha

Mes chers frères Kaci et Rabah

Mes oncles et tantes sans exception;

Mes cousins et cousines;

Ma binôme Nacira et sa famille;

Tous mes ami(e)s et à tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin à réaliser ce travail.

A toute la promotion Agro-alimentaire et Contrôle de qualité.

AUCHARKI OUZNA

SOMMAIRE

Remerciements

Dédicaces

Liste des abréviations.

Liste des figures.

Liste des tableaux.

Introduction 1

Synthèses bibliographiques

Pages

Chapitre I : Les huiles végétales

I.1-Huile de tournesol.....	2
I.1.1-Origine.....	2
I.1.2- Caractéristiques et propriétés.....	3
I.1.3- Production et consommation.....	3
I.1.4- Utilisation de l'huile de tournesol.....	4
I.2- Huile de soja.....	5
I.2.1- Composition.....	5
I.2.2- Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de soja.....	6
I.2.3- Production.....	6
I.2.4- Consommation.....	6
I.2.5- Intérêt nutritionnel de l'huile de soja.....	6

Chapitre II : Oxydation des huiles

II.1- Anti-oxydation.....	7
---------------------------	---

II.1.1- Définition	7
II.1.2 Mécanisme.....	7
II.1.3- Utilisation des antioxydants	9
II.1.4-Classification des antioxydants	9
II.1.5- Propriétés des principaux antioxydants.....	11
II.2- Altération des huiles végétales	12
II.2.1- Mécanisme d'altération des huiles	12
II.2.2- Auto-oxydation.....	13
II.2.3- Photo-oxydation	14
II.2.4- Oxydation des enzymes.....	15
II.2.5- Dégradation hydrolytique.....	16
II.2.6- Isomérisation	16
II.2.7- Polymérisation.....	17
II.2.8- Altération thermo-oxydative	17
II.2.9- Facteurs influençant la détérioration oxydative	18

Chapitre III : La friture.

III. Procédés de friture	20
III.1-Objectif	20
III.2- Définition de la friture	21
III.3- Types de friture	21
III.4- Principes de base et application du procédé de friture.....	22
III.5- Principes de transformation physique et chimique des huiles	22

III.6- Modification de l'aliment au cours des fritures	23
III.7- Choix d'huile de friture.....	24
III.8- Gestion d'huile de friture	24
III.9- Facteurs influant le processus de friture	24
III.10- Différents produits formés lors des fritures	25
III.11- Réduction du niveau de dégradation des huiles de friture	26

Partie expérimentale

Matériels et méthodes

I.1- Objectif de l'étude	27
I.1.1- Choix de l'huile	27
I.1.2- Choix de l'aliment	27
I.1.3- Procédure de friture	28
I.1.4- Echantillonnage	30
I.2- Méthodes d'analyses.....	30
I.2.1- Analyses physiques.....	31
I.2.1.1- Mesure du taux de composés polaires	31
I.2.1.2- Détermination de la viscosité	31
I.2.1.3- Détermination de la densité	32
I.2.1.4- Détermination de l'extinction spécifique dans l'ultraviolet	33
I.2.2- Analyses chimiques	34
I.2.2.1- Acidité	34
I.2.2.2- Indice de peroxyde	35
I.2.2.3- Indice d'iode	35

I.2.2.3- Indice de saponification.....	36
I.3- Analyses statistiques.....	37

Résultats et discussion

I. Evolution des caractères organoleptiques.....	38
II. Evolution des indices physiques.....	41
II.1- La densité.....	41
II.2- La viscosité.....	44
II.3- Extinction spécifique à 232nm et 270nm.....	45
II.3.1- Extinction spécifique à 232nm.....	46
II.3.2- Extinction spécifique à 270nm.....	48
II.4- Détermination des taux de composés polaires.....	50
III- Evolution des indices chimiques.....	53
III.1- L'acidité.....	53
III.2- L'indice de peroxyde.....	56
III.3- L'indice d'iode.....	58
III.4- L'indice de saponification.....	60
Conclusion.....	63

Références bibliographiques

Annexes

Résumé

Liste des abréviations

°C: degré Celsius.

AFNOR: Association française de normalisation.

AG : Acide gras.

AGE : Acide gras essentiel.

AGI : Acide gras insaturé.

AGL : Acide gras libre.

AGMI: Acide gras mono insaturé.

AGPI : Acide gras polyinsaturé.

CG : Corps gras.

FAO : Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture.

I_i : Indice d'iode.

I_p : Indice de peroxyde.

I_s : Indice de saponification.

ISO : International Standards Organisation.

MG : Matière grasse.

R° : Radical libre d'acide gras.

ROO°: Radical peroxy.

ROOH: Hydroperoxydes.

Sen : Sensibilisateur.

TG : Triglycérides.

TPC : Taux des composés polaires.

BHA : Butyl-hydroxyanisole.

BHT : Butyl-hydroxytoluène.

UV: Ultraviolet

ECN : Espèce Chimique Nouvelle.

ANOVA : Analyse of variance.

RH : Acide gras.

T : Température.

Listes des figures

N°	Figures	Pages
1	Schématisation de la cinétique d'oxydation des AGI	14
2	Mécanisme d'initiation de la peroxydation des lipides par l'activité-lipoxygénasique	16
3	Présentation simplifiée du procédé de friture	20
4	Friteuse, frites	28
5	Les échantillons de l'huile de friture à analyser	30
6	Testo 270 (photo originale)	31
7	Viscosimètre	32
8	Spectrophotomètre UV visible	34
9	Réfrigérant à reflux	37
10	Les bains de fritures pour les deux rapports (1/4 et 1/7)	40
11	La différence de la couleur des frites du rapport 1/4	40
12	La différence de la couleur des frites du rapport 1/7	40
13	Evolution de la densité en fonction de nombre de fritures	42
14	Evolution de la viscosité en fonction de nombre de fritures	44
15	Evolution de l'extinction à 232nm en fonction de nombre de fritures	47
16	Evolution de l'extinction à 270nm en fonction de nombre de fritures	49
17	Evolution de la formation des composés polaires durant les fritures	51
18	Evolution de l'acidité en fonction de nombre de fritures	54
19	Evolution de l'indice de peroxyde en fonction de nombre de fritures	56
20	Evolution de l'indice d'iode en fonction de nombre de fritures	58
21	Evolution de l'indice de saponification en fonction de nombre de fritures	61

Liste des tableaux

N°	Liste des tableaux	pages
I	La production mondiale des huiles végétales	2
II	Principales constantes physiques et chimiques de l'huile de tournesol	3
III	Composition en acides gras de l'huile de tournesol	3
IV	Principales constantes physico-chimiques de l'huile de soja	5
V	Composition en acides gras de l'huile de soja(% en poids)	6
VI	Quelques exemples d'utilisation réglementaire des antioxydants de synthèse	9
VII	Sources alimentaires d'antioxydants naturels	10
VIII	Les propriétés des principaux antioxydants	11
IX	Mécanisme d'antioxydant des lipides	12
X	Effet de l'hydrolyse sur la détérioration des lipides alimentaires	16
XI	Types d'altération, agent causal et types de produits formés lors de chauffage de CG	25
XII	Composition biochimique de la pomme de terre	28
XIII	Les conditions expérimentales des essais de fritures	29
XIV	Rapport (1/4) de quantité de frites sur le volume d'huile	29
XV	Rapport (1/7) de quantité de frites sur le volume d'huile	29
XVI	Caractéristique sensorielles des frites et des bains de fritures pour le rapport ¼ et 1/7	38
XVII	Résultats des indices physiques	41
XVIII	Analyse de la variance de la densité	43
XIX	Analyse de la variance de la viscosité	45
XX	Résultats de l'extinction spécifique à 232nm et à 270nm	46
XXI	Résultats de l'ANOVA de la variable d'extinction spécifique à 232nm	48
XXII	Résultats de l'ANOVA de la variable d'extinction spécifique à 270nm	50
XXIII	Taux de composés polaires formés durant les fritures	51
XXIV	Résultats de l'ANOVA de la variable de composés polaires	52
XXV	Résultats des indices chimiques	53
XXVI	Résultats de l'ANOVA de la variable d'acidité	55
XXVII	Résultats de l'ANOVA de la variable d'indice de peroxyde	57
XXVIII	Résultats de l'ANOVA de la variable d'indice d'iode	59
XXIX	Résultats de l'ANOVA de la variable d'indice de saponification	62

Introduction

Les corps gras correspondent à la partie « graisse neutre » de la fraction lipidique totale ; elle se présente sous forme de microgouttelettes dans certains tissus animaux et végétaux ; elles ont surtout un rôle énergétique et métabolique, mais beaucoup d'entre eux sont intéressants par leurs apports en acides gras essentiels et certaines vitamines liposolubles (*JEAN 2003*).

La friture constitue l'un des procédés thermiques utilisé pour transformer et conserver les aliments tout en leur conférant des caractéristiques sensorielles et organoleptiques de couleur, saveur, texture et le goût très appréciées par les consommateurs (*KANSCI, 2010*).

Lors de leur utilisation en fritures répétées et à haute température, les triglycérides de l'huile subissent une transformation en produits volatils à chaînes courtes ; ces changements de composition modifient les propriétés physicochimiques de cette huile affectant non seulement ses caractéristiques technologiques, mais aussi ses qualités nutritionnelles et organoleptiques (*JAEN, 2003*).

L'étude de la valeur nutritionnelle et de la toxicité des huiles chauffées est un sujet qui préoccupe jusqu'à présent beaucoup de chercheurs, les altérations subies par les huiles au cours de la friture se traduisent par une modification des caractéristiques organoleptiques et une diminution de la valeur nutritionnelle, mais accroît aussi les risques pour la santé.

L'objectif de notre étude consiste à étudier l'effet du rapport quantité de pomme de terre fraîche / volume d'huile sur les caractéristiques physicochimique de l'huile de marque « Elio » au cours des fritures répétées. Cette huile est formulée à partir de l'huile de tournesol (20%) et du soja (80%). Cette huile a été d'abord analysée sur le plan physicochimique ; ensuite, des essais de fritures, aux nombre de huit ont été menés dans une friteuse électrique dotée d'un couvercle et réglée à 180°C.

Des échantillons de bains de fritures ont été prélevés régulièrement pour subir les mêmes analyses physico-chimiques que l'huile à l'état frais afin de suivre leur évolution durant ces cycles de fritures. Les résultats obtenus dans cette étude ont été comparés à ceux obtenus sur d'autres rapports frites / huile.

I- Les huiles végétales

Certaines huiles proviennent des plantes oléagineuses cultivées (palmiste, cocotier et le colza), d'autres huiles dérivent de l'industrie textile (huile de coton) ou celle de l'alimentation animale (huile de soja) (CLAUDE, 2013).

Les huiles raffinées sont destinées à l'assaisonnement ou à la friture. Ces huiles sont d'origine végétales; elles sont extraites, soit de fruits (olive, cornouille et noix), de graines oléagineuses (arachide, soja, tournesol, colza, sésame et coton) et de racines (souchet: rhizomes de plantes aquatiques comestibles) (APFELBAUM, 2004).

La production mondiale annuelle déclarée d'huiles a été d'environ 153 millions de tonnes en 2006/2007. La production d'huiles végétales constitue environ 84% de ce total (soit 128 millions de tonnes).

Tableau I: la production mondiale des huiles végétales (CLAUDE, 2013).

Pays	Production mondiale
Etats-Unis	14%
Union européenne	14%
Chine	12%
Malaisie	11%
Indonésie	7%
Inde	6%
Argentine et Brésil	4%

I.1-Huile de tournesol

I.1.1-Origine

Cette huile est extraite d'une Composite, *Helianthus annuus*, originaire d'Amérique centrale et du sud d'où elle a été ramenée en Europe au XVI^e siècle. La graine contient de 36% à 44% d'huile et fournit en plus environ 25% de protéines valorisées dans l'élevage du bétail (CLAUDE, 2013).

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'acide oléique (16 à 22%). Après extraction de l'huile, elles fournissent un tourteau utilisé dans l'alimentation animale (MAZOYER, 2002).

I.1.2- Caractéristiques et propriétés

Le tournesol offre une huile de bonne qualité alimentaire, de couleur jaune citron, limpide, de saveur douce et agréable (DRONNE, 2001). L'huile de tournesol se caractérise par sa teneur élevée en acide linoléique (C18:2) (MOHTADJ-LAMBALLAS, 1989) et pratiquement dépourvue en acide α -linoléique (C18:3, ω 3). Comme toutes les huiles végétales très insaturées, l'huile de tournesol est sensible aux températures élevées ; elle ne peut être chauffée trop fort (ne pas dépasser 180°C) ni pour trop longtemps (WIBOUT, 1986).

C'est une huile utilisée comme huile de table, grâce à sa richesse en AGE que l'organisme de l'Homme ne peut synthétiser. L'huile de tournesol a une très bonne action sur la peau, les muqueuses, le système nerveux et endocrinien ; elle est importante en cas d'hypercholestérolémie, d'athérosclérose et d'une manière générale dans toutes les MCV (CHUNG, 2001).

Les caractéristiques de cette huile sont portées dans *le tableau II*.

Tableau II: Principales constantes physiques et chimiques de l'huile de tournesol (MERRIEN, 1992).

Constant	Valeur
Densité à 20 C°	0.920 à 0.925
Viscosité à 20C°	51 à 57
Indice d'iode (g I2/100g)	120 à 140
Indice de saponification	188 à 193

Tableau III: Composition en acides gras de l'huile de tournesol (CLAUDDE, 2013).

Acides gras	16 :0	16 :1(n-7)	18 :0	18 :1(n-9)	18 :2(n-6)	20 :0	20 :1	22 :0
%	5-7	<0.5	4-6	15-25	62-70	<1	<0.5	<1

I.1.3-Production

La Russie est le plus gros producteur, avec plus de 30% du total ; le reste de la production étant effectué en Amérique latine et en Europe. La France produit environ 22% du tournesol récolté en Europe, ce qui correspond à 568000 t d'huile en 2009 (CLAUDE, 2013).

I.1.4-Consommation

Le France consomme en moyenne 6.3 kg d'huile de tournesol par an et par habitant. L'huile de tournesol est de consommation courante pour la confection de sauces salade, mais est aussi largement utilisée pour la fabrication de margarines (*CLAUDE, 2013*).

I.1.5-Utilisation de l'huile de tournesol

I.1.5.1-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.

I.1.5.2-Huile pour friture

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

I.1.5.3-Huile pour assaisonnement

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

I.1.5.4- 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, 2002*).

I.2-L'huile de soja

Elle est extraite des graines d'une Légumineuse, le soja (*Glycine Soja*) ; originaire de Chine, elle est introduite d'abord en France en 1740. Le soja est considéré comme une des plantes les plus anciennement cultivées (*citée dès 2800 ans an. J-C. en Chine*). Les graines de soja contiennent entre 17 et 20% d'huile.

Le grain de soja se compose de trois éléments : graine entière, enveloppe et le germe. La qualité des protéines est idéale en termes de profil d'acides aminés et de digestibilité (*HUBERT, 2006*). Elles sont constituées principalement de globuline (90% des protéines et 36% du poids de la graine). La graine de soja contient aussi des glucides non structurels, pour environ 10% du poids de la graine, avec principalement des sucres solubles (sucrose,...) et peu d'amidon (moins de 3 % du poids des graines) (*POUZET, 1992*).

I.2.1-Composition

Cette huile est très riche en acides gras insaturés, particulièrement en acide linoléique (L, 50-62%) et α -linoléique (Ln, 4-10%) et donc pauvre en acides gras saturés. Cette huile est caractérisée par une grande diversité d'espèces moléculaires de triacylglycérols, cinq d'entre elles dépassant les 7%.

L'huile brute contient également des phospholipides (22g/kg), qui doivent être isolés avant commercialisation et utilisation comme complément alimentaire dans l'industrie pharmaceutique, lubrifiant ou émulsifiant dans les industries agroalimentaire ou pharmaceutiques. La teneur en tocophérols est de l'ordre de 1.4 g/kg, 60% étant du Ω -tocophérol, la teneur en stérols peut atteindre 3g/kg, la moitié étant du β -sitostérol (*CLAUDE, 2013*).

Tableau IV: Principales constantes physico-chimiques de l'huile de Soja (*Codex-Alimentarius, 1992*)

Caractéristique	Valeur
Densité relative (20°C /eau à 20°C)	0,919-0,925
Indice de réfraction à 20°C	1,466- 1,470
Indice d'iode (g d'I ₂ /100g huile)	120- 143
Indice de saponification (mg KOH/g huile)	189- 195
Insaponifiable (g/Kg d'huile)	Max 15

I.2.2-Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de soja

Les caractéristiques physico-chimiques de l'huile de soja sont illustrées dans le *tableau V*

Tableau V: composition en acides gras de huile de soja (% en poids) (*CLAUDE, 2013*).

Acide gras	16:0	18 :0	18 :1, ω9	18 :2, ω6	18 :3, ω3	20 :0	20 :1	22 :0
% <u>en</u> <u>poids</u>	8-13	2-5	17-26	50-62	4-10	<1	<0,4	<0,5

I.2.3-Production

L'Amérique latine, les Etats-Unis et la Chine sont les principaux producteurs d'huiles de soja. La France ne produit que 2% (environ 61000 t en 2008) de l'huile de soja d'origine européenne (*CLAUDE, 2013*).

I.2.4-Consommation

Cette huile est principalement utilisée en alimentation humaine (huile, mayonnaise), mais également dans l'industrie pour la fabrication de vernis, de laques et d'encre.

La richesse de l'huile de soja en acide linoléique la fait réserver à des emplois culinaires à froid ou à chauffage modéré. En 2008, il a été consommé en France environ 8kg d'huile de soja par an et par habitant (environ 19kg/an/habitant aux États-Unis) (*CLAUDE, 2013*).

I.2.5-Intérêt nutritionnel de l'huile de soja

Comme toutes les huiles végétales, l'huile de soja est sans cholestérol, pauvre en graisses saturées et riche en AGI dont l'organisme a besoin. Elle est adoucissante, anti-eczémateuse et protège l'épiderme. Elle a un intérêt nutritif par l'apport en vitamine E qui est excellente pour la peau et ses irritations (*LABOURET, 2005*). L'huile de soja offre une combinaison unique de deux AG, en l'occurrence les ω3 et ω6 qui ont un effet bénéfique sur la santé cardiovasculaire (*JOTTERAND et al., 2007*).

II.1. Les antioxydants

L'oxydation fait partie d'une réaction d'oxydoréductions qui transfère des électrons d'une substance vers un agent oxydant. Cette réaction peut produire des radicaux libres. La protection contre les effets délétères induits par ces radicaux oxygénés s'effectue à l'aide de trois types d'agents différents : les protéines non enzymatiques, les enzymes et enfin les antioxydants, tels que les caroténoïdes, les tocophérols (vitamine E), l'acide ascorbique (vitamine C) et les polyphénols qui sont des antioxydants essentiels pour l'homme.

Les antioxydants sont capables de stopper ou retarder ces réactions en chaîne, en se réduisant avec les radicaux libres et annihilant ainsi leurs action. Ces propriétés se trouvent beaucoup dans les familles des phénols (*BOURAS et HOUCHI, 2013*).

II.1.1. Définition

Un antioxydant est défini comme étant toute substance qui peut retarder ou empêcher l'oxydation des substances biologiques (*BOYD et al., 2003*). Un antioxydant est un composé qui réagit avec les radicaux libres et les rend ainsi inoffensifs (*VANSANT, 2004*).

Il est défini par *HALLIWELL* comme « toute substance qui, en faible concentration par rapport au substrat susceptible d'être oxydé, prévient ou ralentit l'oxydation de ce substrat ».

Les antioxydants sont aussi largement utilisés comme additifs dans les matières grasses et les huiles de l'industrie alimentaire, pour empêcher ou retarder l'altération des aliments. Le fait d'ajouter des ingrédients alimentaires contenant beaucoup d'antioxydants naturels peut améliorer à la fois la qualité et la valeur nutritionnelle des aliments (*BOURAS et HOUCHI, 2013*).

II.1.2. Mécanisme d'action

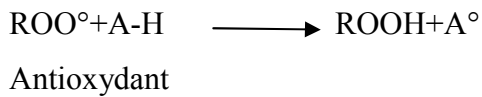
Les antioxydants sont des agents de prévention, ils bloquent l'étape d'initiation en complexant les catalyseurs, en réagissant avec l'oxygène ou des agents de l'étape de terminaison en déviant piégeant les radicaux libres, ils agissent en formant des produits finis non radicalaires. D'autres antioxydants interrompent la réaction en chaîne de peroxydation, en réagissant rapidement avec un radical d'acide gras avant que celui-ci ne puissent réagir avec un nouvel acide gras (*HELLAL, 2011*).

L'activité des antioxydants dépend des aliments dans lesquels ils sont ajoutés, de la concentration utilisée, de la quantité d'oxygène présent et de la présence de catalyseur d'oxydation (ions métalliques), ainsi que de la présence de molécules synergiques (*MECLEMENTS et DECKER, 2007*).

Leur activité dans les huiles dépend également de leur stabilité thermique et de leur volatilité. Il existe deux sortes d'antioxydants, soit les primaires et les secondaires. Chaque type possède un mode d'action différent.

II.1.2.1. Antioxydants primaires (de type I)

Les antioxydants primaires sont considérés comme des briseurs de chaîne ou des intercepteurs de radicaux libres et comprennent principalement des composés phénoliques. Ce groupe peut inhiber la propagation des réactions radicalaires en fournissant des hydrogènes aux radicaux libres (*KORTENSHKA et al., 2002*).



En effet, l'antioxydant réagit avec le R° en convertissant ce dernier en ROOH ou en dérivé hydroxylique de types R-OH. Les radicaux A° sont plus stables et ne possèdent pas l'énergie suffisante pour arracher un hydrogène aux lipides. En règle générale, les formes radicalaires de l'antioxydant peuvent soit réagir entre elles pour donner des dimères, soit réagir avec un second radical lipidiques (*DENISOV et DENISOVA, 2000* cités par *POKORNY, 2003*).

Les antioxydants primaires sont ceux qui sont le plus souvent retrouvés dans le domaine alimentaire. Bien souvent, il s'agit d'antioxydants synthétiques, tels que le BHT et BHA, mais ils peuvent également être d'origine naturelle. C'est le cas par exemple pour le α -tocophérol et des dérivés de l'acide cinnamique (*ANTOLOVICH et al., 2002*).

II.1.2.2. Antioxydants secondaires (de type II)

Les antioxydants secondaires sont considérés comme des antioxydants préventifs pouvant agir en éliminant, ou du moins en diminuant la concentration d'oxygène présent dans l'huile. La classification de ces antioxydants se présente comme suit :

- * les antioxydants secondaires synergistes : ce sont des substances qui prolongent la durée de vie des antioxydants primaires, comme par exemple, l'acide ascorbique.
- * les antioxydants secondaires chélateurs de métaux ; ils piègent les métaux pro-oxydants (fer et cuivre) ; c'est le cas de l'acide citrique et des lécithines qui présentent une efficacité pour des doses d'incorporation faibles, à partir de 50ppm.
- * les antioxydants secondaires ayant un rôle spécifique et agissant sur l'oxygène : le carotène est capable de piéger l'oxygène sous sa forme singulet et peut donc intervenir dans le cas d'une oxydation photo-sensibilisée (*ROLLAND, 2004*).

II.1.3. Utilisation des antioxydants

Les antioxydants sont des composés puissants qui peuvent neutraliser les radicaux libres impliqués dans la dégradation cellulaire. Certains antioxydants sont synthétisés dans l'organisme de l'Homme, d'autres telles que les vitamines et polyphénols, doivent être apportés par l'alimentation.

La plupart des études d'observation montrent un effet protecteur d'une alimentation riche en antioxydants sur le risque de maladies cardiovasculaires ou de cancers. Une autre vertu des antioxydants concerne la peau. En réduisant les effets nocifs des radicaux libres, les antioxydants limitent le vieillissement cutané.

II.1.4. Classification des antioxydants

Les antioxydants sont classés selon leur origine en antioxydants naturels ou synthétiques.

II.2.4.1. Les antioxydants synthétiques

Dans l'industrie alimentaire, les antioxydants synthétiques, tel que le Butylhydroxyanisole (BHA), Butylhydroxytoluène (BHT) etc. sont largement utilisés parce qu'ils sont efficaces, et moins chers que les antioxydants naturels (*LISU et al., 2003*). Leur concentration d'utilisation est généralement 10 fois plus faible que celle des conservateurs et se situe entre 0,02 et 0,05% (*PERRIN, 1992*). Le *tableau VI* montre quelques limites d'utilisation des antioxydants de synthèse.

Tableau VI : Quelques exemples d'utilisation réglementée des antioxydants de synthèse (*PERRIN, 1992*).

Nature de l'aliment	Antioxydant	Concentration maximale (ppm)
Saindoux, graisse de bœuf, de volaille et de mouton, huile de poisson.	BHA	200
	BHT	100
Compléments alimentaires	BHT et BHA	400
Soupes et viandes déshydratées, lait en poudre	BHT	200

II.1.4.2. Antioxydants synergistes

Par définition, ce sont des substances qui ne sont guère actives en tant qu'antioxydants, leurs propriétés apparaissent surtout en présence des autres antioxydants. Il en est ainsi des

lécithines, des acides citrique et tartrique, des acides aminés, de certains flavonoïdes. Leurs propriétés peuvent s'expliquer par un effet chélatant de métaux comme le fer ou le cuivre, pro-oxydant à faible dose.

II.1.4.3. Antioxydant naturels

Les antioxydants sont naturellement présents dans presque toutes les plantes, tous les micro-organismes, les champignons et même dans les tissus animaux. Le groupe le plus important d'antioxydants naturels comprend la vitamine E (tocophérol), les vitamines C, le zinc, le sélénium, les caroténoïdes et des polyphénols.

Tableau VII: sources alimentaires d'antioxydants naturels (*GRAILLE, 2003*).

Plante	Aliments
Graines	Sésame, colza, tournesol, olives
Céréales	Germes de riz, germes de blé
Noix, haricots	Soja, arachide, abricots verts
Boissons	Thé vert, thé noir, café, cacao
Fruits et légumes	Citron, abricot, prune, raisin, brocoli, baies, laitue
Feuilles	Épinards, tomates, cerisier
Ecorces, racines	Eucalyptus
Herbes et épices	Romarin, sauge, thym, ail, vanille, etc.
Aliments fermentés	
Dérivés du soja	Pâtes (fromage), sauce
Alcools	Vins rouge, vins blancs

II.1.4.3.1. La vitamine E

La vitamine E (α -tocophérol) est de loin la plus répandue dans les huiles végétales. Dans l'industrie alimentaire, l'utilisation d'extraits d'origines naturels riches en tocophérols seuls ou en mélange avec l' α -tocophérol de synthèse est permise pour la protection des matières grasses et des margarines, à une concentration de 0,05%. L' α -tocophérol réagit avec les radicaux libres en formant un radical tocophérol qui stoppe la chaîne de la réaction radicalaire grâce à sa stabilité (*CHAZAN, 1987*).

II.1.4.3.2. Les caroténoïdes

Les caroténoïdes et la chlorophylle sont les pigments les plus répandus dans la nature. Plus de 600 caroténoïdes ont été identifiés, mais seule une quarantaine est retrouvée régulièrement dans l'alimentation humaine. En effet, six caroténoïdes sont connus :

L' α -carotène, le β -carotène, le lycopène, la lutéine, la β -cryptoxanthine et la zéaxanthine (BEN TEKAYA et HASSOUNA, 2007).

II.1.4.3.3. La vitamine C

La vitamine C est un antioxydant, car elle peut réagir avec un oxydant pour le neutraliser. Elle aide à protéger la vitamine E et les acides gras de l'oxydation. La vitamine C agit principalement sur la vitamine E, qui joue un rôle clé dans la protection des membranes lipidiques et doit être régénérée en permanence. La vitamine C est apportée essentiellement par les fruits et les légumes.

II.1.4.3.4. Le zinc

Le rôle antioxydant de ce minéral passe par différents mécanismes. Il entre dans la composition de l'enzyme, la *superoxydedismutase* qui aide l'organisme à lutter contre les radicaux libres. La disponibilité du zinc varie en fonction des aliments. Elle est en général plus élevée pour les produits d'origine animale que pour ceux d'origine végétale.

II.1.4.3.5. Le sélénium

Le sélénium entre dans la constitution d'enzymes antioxydants (notamment, la glutathion peroxydase). Les enzymes constituent une des principales lignes de défense contre les agressions des radicaux libres. L'activité de ces enzymes est proportionnelle à l'apport de sélénium. L'association de vitamine E et de sélénium est favorisée car la vitamine E a une action complémentaire à celle du sélénium. Le sélénium est apporté principalement par les viandes, les poissons et les œufs.

II.1.5. Propriétés des principaux antioxydants

Le tableau VIII montre quelques propriétés des principaux antioxydants.

Tableau VIII : les propriétés des principaux antioxydants (MULTON, 2002).

Nature	Solubilité	Stabilité à la chaleur	Remarque
Tocophérol	Liposoluble	Stable	Présent naturellement dans les huiles végétales, vitamines E synergie avec l'acide ascorbique
Acides ascorbique	Hydrosoluble	Peu stable	
Acide érythorbique	Hydrosoluble	Peu stable	
Palmitate	Peu liposolubles	Peu stable	

d'ascorbyle			
BHA	Très liposolubles	Très stable	Action de transfert, synergie avec BHT et gallate
BHT	Liposoluble	Stable	Synergie avec BHA formation de colorations jaunes en présence de fer
Gallate	Moyennement liposolubles	thermosensible	Formation de colorations bleues avec le fer en présence d'eau
TBHO	Très liposolubles	Très stable	Peu volatile, sensible au PH

II.2. Altération des huiles végétales

Après leur extraction, toutes les huiles végétales subissent au cours de leur conservation ou de leur utilisation différentes altérations. Celles-ci se traduisent par une perte de la valeur nutritionnelle et par la détérioration de leur qualité sensorielle. (POKORNY. 2003).

II.2.1. Mécanismes d'altération des huiles

L'oxydation des lipides peut s'effectuer suivant différents mécanismes (tableau IX). Cependant les compositions des produits de la réaction sont quasiment les mêmes et indépendantes du mécanisme (POKORNY. 2003).

Tableau IX : Mécanisme d'oxydation des lipides.

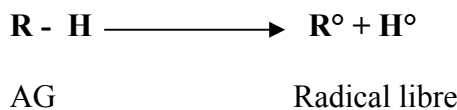
Type d'oxydation	Lipides oxydés	Catalyseur	Agent oxydant	Prévention
Auto-oxydation	Tous les lipides insaturés	Métaux lourds, radicaux libres	Oxygène triplet	Antioxydants
Oxydation enzymatique	Lipides polyinsaturés	Lipoxygénases	Oxygène triplet	Inactivation des enzymes
Oxydation due à l'oxygène singulet	Tous les lipides insaturés	Molécules photosensibles	Oxygène singulet	Piégeurs d'oxygène singulet

II.2.2. Auto-oxydation

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

1. Initiation

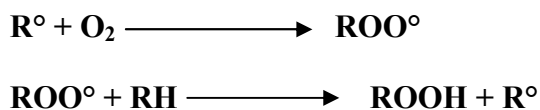
Les réactions d'initiation conduisent à la formation des radicaux libres par la perte d'un proton dans un AG généralement non saturé selon la réaction suivante:



Cette réaction peut être déclenchée par chauffage ou irradiation, mais très souvent par réaction avec un radical libre issu de la décomposition des hydroperoxydes lipidiques, presque toujours présents en quantité très faible. Des traces d'hydroperoxydes peuvent être formées par réaction avec l'oxygène à l'état singulet ou par des lipoxigénases (*PRIOR, 2003*).

2. Propagation

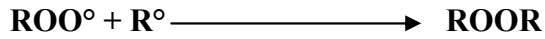
La propagation est une réaction radicalaire en chaîne. Les R° formés fixent l'oxygène moléculaire et forment des radicaux peroxyde (ROO°). Ces derniers peuvent réagir avec une nouvelle molécule d'AG pour former des hydroperoxydes (ROOH) et un autre R° .



La vitesse de la réaction de propagation est lente lorsque la vitesse d'initiation est basse; elle est accélérée avec l'augmentation de la température d'une part et du degré d'insaturation des huiles d'autre part. La réaction en chaîne est inhibée en présence d'antioxydants (*POKORNY, 2003*).

3. Terminaison

Elle correspond à l'interaction entre deux radicaux libres ce qui donne des composés non radicalaires très divers (aldéhydes, cétones, hydrocarbures...) selon la réaction suivante (*ALAIS et al. 2003*).



Les réactions de terminaison sont lentes lorsque la concentration en R° est basse (POKORNY, 2003).

La formation et la décomposition des hydroperoxydes sont représentés par la *figure 1*.

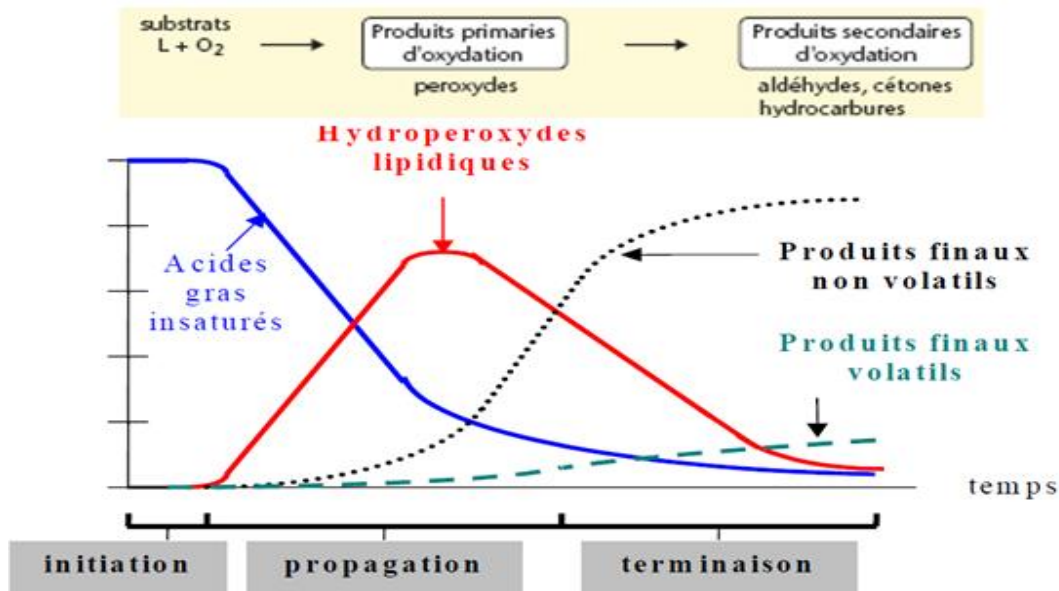


Figure1: Schématisation de la cinétique d'oxydation des AGI (EYMARD, 2003)

II. 2.3 La photo-oxydation

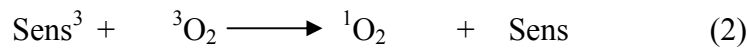
La photo-oxydation est une voie importante de production d'hydro peroxydes en présence d'oxygène, d'énergie lumineuse et de photo sensibilisateurs tels que les hémoprotéines, la chlorophylle et les riboflavines (HULTIN, 1992).

Les photo sensibilisateurs (Sens) absorbent l'énergie lumineuse et passent à l'état triplet excité (Sens^3). Ils interviennent dans l'oxydation des lipides selon deux types de mécanismes :

* Les photos sensibilisateurs de type I, telle que la riboflavine, agissent comme des radicaux libres initiateurs. Dans leur état triplet, elles arrachent un atome d'hydrogène ou un électron aux molécules lipidiques pour former un radical capable de réagir avec l'oxygène (1).



* Selon le second mécanisme, les molécules photosensibles de type II, telles que la chlorophylle et l'érythrosine, réagissent dans leur état excité (Sens^3) avec l'oxygène triplet auquel elles transfèrent leur énergie pour donner de l'oxygène singulet ($^1\text{O}_2$) (2).



L'oxygène singulet ainsi formée est très électrophile et peut réagir directement sur un acide gras insaturé (RH) en formant ainsi un hydro peroxyde ROOH (*JUDDE, 2004*) (3).



Les hydro peroxydes formés sont différents de ceux formés par l'auto-oxydation (*FRANKEL, 1998*).

II.2.4. Oxydation enzymatiques

L'oxydation des lipides est grandement influencée par les antioxydants. Ces derniers sont à proprement parler des inhibiteurs de l'oxydation et agissent suivant différents mécanismes. (*POKORNY, 2003*).

II.2.4.1. Action anti-radicalaire des antioxydants

Le groupe d'antioxydants le plus important correspond aux substances présentant une activité anti-radicalaire. Ils permettent de stopper la phase de propagation de l'auto-oxydation et augmentent les cinétiques de réaction de terminaison. Ils ne jouent pas un rôle majeur durant l'étape d'initiation. Par conséquent, ils ne permettent pas d'éliminer totalement l'oxydation mais favorisent l'extension de la période d'induction. (*POKORNY, 2003*).

II.2.4.2. Stabilisation des hydroperoxydes

Un autre type d'inhibiteurs fonctionne suivant un autre mécanisme. Ceux-ci jouent le rôle de stabilisateurs des hydroperoxydes et, de ce fait, limitent leur décomposition. (*POKORNY, 2003*).

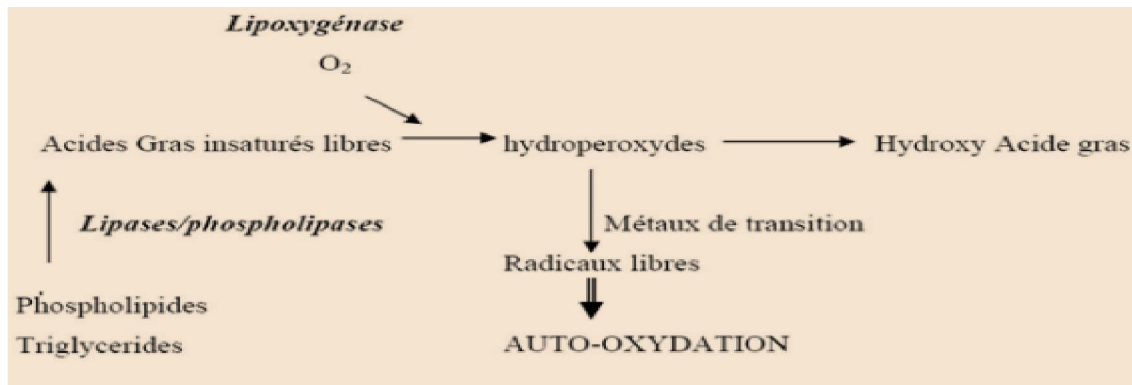


Figure2: Mécanisme d'initiation de la peroxydation des lipides par l'activité-lipoxygénasique (GERMAN et KINSELLA, 1985)

II.2.5. Dégradation hydrolytique

Les lipides en tant qu'esters d'acides gras peuvent être hydrolysés en acides gras libres, diacylglycérols et monoacylglycérols. Les glycérides partiels sont incolores, sans saveur et très bien digérés, mais ce n'est pas aussi simple en ce qui concerne les acides gras libres. (POKORNY. 2003).

Tableau X : effet de l'hydrolyse sur la détérioration des lipides alimentaires.

Agent hydrolytique	Produits	Effet
Lipases	Mono-et diglycérols	Activité de surface augmentée
	Acides gras longs (>14C)	Effet non prononcé
	Acides gras moyens (6-12c)	Gout de savon
	Acides gras courts (<6)	Gout de beurre rance
Phospholipases	Lysophospholipides	Activité de surface augmentée
Stérol estérases	Stérols	Effet non prononcé

L'hydrolyse spontanée se déroulant lors du stockage et des traitements thermiques de CG d'autre part (PERRIN, 1992).

II.2.6. Isomérisation :

D'autres produits de dégradation peuvent apparaître lorsque le corps gras est soumis à des conditions extrêmes, en particulier des températures élevées. Au-dessus de 200°C, les

doubles liaisons des acides gras peuvent s'isomériser en forment le plus souvent des systèmes conjugués.

Les doubles liaisons qui ont migré prennent alors la configuration *trans*, thermodynamiquement plus stable que la forme *cis* initiale. De telles réactions sont très communes lors des étapes de désodorisation des huiles au cours du raffinage. Les acides gras mono-insaturés sont relativement stables, en revanche les systèmes diéniques tels que le linoléique le sont moins, et 20 à 40% des triéniques comme l'acide linoléique peuvent être isomérisés lors de cette étape du raffinage.

Aujourd'hui, les grands raffineurs ont résolu cette question en modifiant les paramètres de température et de pression de la désodorisation, du fait que l'innocuité ou la toxicité de ces isomères *trans* n'est pas encore clairement établie, la désodorisation est en générale effectuée à des températures plus basses, de manière à ce que le taux d'acides gras *trans* soit inférieur à 1%.(POKORNY. 2003).

II.2.7. Polymérisation

Toujours aux températures élevées, la perte de protons par les acides polyinsaturés conduit à des radicaux libres pouvant se dimériser. Des dimères ou même des oligomères peuvent apparaître à de plus faibles températures durant le processus d'oxydation. Les dimères cycliques sont dangereux pour la santé humaine. Les huiles très insaturées telles que le lin ou les huiles d'anchois se polymérisent très facilement. La polymérisation est rapide et peut commencer dès 160°C sous azote, lorsque les huiles sont sous forme de films fins. Ceci peut expliquer la formation d'un dépôt solide sur les parois des différents équipements de processing. La polymérisation est un critère pertinent pour suivre la détérioration des huiles de friture et peut être inhibée par des antioxydants, notamment les tocophérols. (POKORNY. 2003).

II.2.8. Altération thermo-oxydative

Les CG alimentaires peuvent être soumis à différents types de traitements thermiques, aussi bien au stade de raffinage, qu'au stade de l'utilisation ménagère ou industrielle (friture), en présence d'air, cela se traduit par nombreuses transformations et modifications chimiques. Celles-ci résultent de la destruction des liaisons insaturées, de l'addition d'oxygène aux molécules, de la scission des TG en AGL et en AG à courte chaîne (GRANDGIRARD, 1992).

II.2.9. Facteurs influençant la détérioration oxydative

II.2.9.1. Teneur en oxygène

La prévention de la pénétration de l'oxygène est très importante dans les produits extrudés où les lipides peuvent être protégés par encapsulation dans une « cage » de polysaccharides ou de protéines. L'amidon peut aussi protéger les lipides polyinsaturés et les caroténoïdes en rendant difficile la pénétration de l'oxygène. L'acide linoléique a été stabilisé par encapsulation dans des cyclodextrines (*POKORNY, 2003*).

II.2.9.2. 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*).

II.2.9.3. Antioxydants

Les aliments contiennent soit naturellement, soit sous forme d'additif, des molécules plus oxydables que les lipides. Les tocophérols, l'acide ascorbique, les acides aminés soufrés et les protéines complexent les métaux pro-oxydants (*FRENOT et VIERLING, 2001*).

Ainsi, 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*).

II.2.9.4. Présence d'agent pro-oxydant

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

II.2.9.5. Teneur en acides gras libres

Les acides gras libres, du fait de leur dispersion plus grande, sont plus sensibles à l'oxydation que les estérifiés. Les lipases accélèrent l'oxydation des acides gras des triglycérides (*FRENOT et VIERLING, 2001*).

II.2.9.6. Activité de l'eau

L'eau influence l'activité des antioxydants du fait que les antioxydants polaires très actifs dans les huiles seules sont extraits par la phase aqueuse ou concentrés aux interfaces dans le cas des moins polaires, alors que les antioxydants non polaires restent dans la phase grasse.

Ces derniers gardent ainsi leur activité dans le produit final contenant de l'eau. (POKORNY. 2003).

III. Procédé de friture

Le procédé de friture consiste à mettre en contact un aliment généralement humide avec une couche (friture plate ou à la poêle) ou un bain (friture profonde) de matière grasse portée à une température supérieure à celle de l'ébullition de l'eau. L'huile est utilisée pour transférer de la chaleur à l'aliment à frire jusqu'à la vaporisation totale de son eau (JEAN, 2003).

Les frites sont l'un des aliments frits les plus appréciés et les plus couramment consommés. L'utilisation de l'huile comme fluide caloporteur s'accompagne inéluctablement d'attaques thermo-oxydative ; celles-ci élèvent très fortement la teneur des frites en produits d'altération et par conséquent, modifier leurs caractéristiques physico-chimiques et nutritionnelles (PERRIN, 1992).

Ainsi, le chauffage de l'huile en présence d'air et d'aliments à des températures élevées et pendant de longues durées, entraîne de nombreuses transformations chimiques, résultantes surtout de la destruction des liaisons insaturées (figure 3) ; il se forme des produits à courtes chaînes volatiles responsables de la mauvaise odeur et des produits de hauts poids moléculaires, constitués de composés cycliques et de polymères d'acides gras et de triglycérides (DOBARGANES, 1998)

III.1-Objectif

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 textures, couleurs et saveurs et enfin la stabilisation des aliments par l'abaissement de la teneur en eau et l'inactivation des micro-organismes (VITRAC et al, 2003).

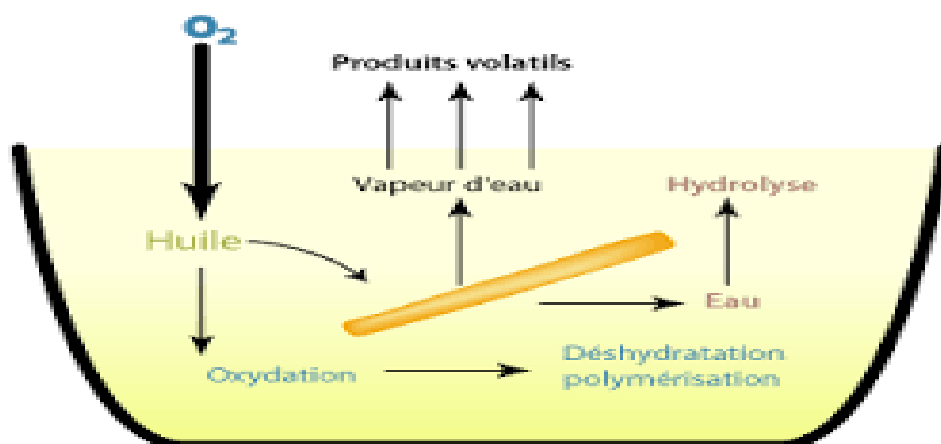


Figure3 : Présentation simplifiée du procédé de friture (ANONYME, 2010)

III.2-Définition de la friture

La friture est un procédé original pour déshydrater, cuire, texturer/structurer et formuler en une seule étape de transformation un grand nombre de matières premières de composition, géométrie et teneur en eau initiales diverses à de fins alimentaires ou non alimentaires. Cette grande polyvalence permet de proposer ce procédé facile à mettre en œuvre comme :

- *moyen de cuisson ou de stabilisation rapide des denrées alimentaires,
- *traitement préalable à l'extraction des matières grasses d'oléagineux ou de produits animaux ;
- *technique pour imprégner des matériaux non alimentaires en substances de conservation pour déshydrater ou valoriser des déchets animaux ou végétaux (*JEAN, 2003*).

III.3-Types de fritures

III.3-1-Friture plate

La friture plate correspond à la cuisson d'un aliment avec un petit volume d'huile dans une grande surface en présence d'air. L'oxydation thermique est maximale, mais l'huile n'est utilisée qu'une seule fois, comme dans le cas de la cuisson d'un steak (*FREDOT, 2005*).

Dans le cas de la friture plate, l'huile atteint une température intermédiaire entre celle de l'aliment et de la surface chauffante. Elle limite l'adhésion de l'aliment, augmente la surface de contact qui participe aux transports de chaleur et sert de milieu d'extraction de la vapeur (*GRAILLE J., 2003*).

III.3-2-Friture profonde

La friture par immersion profonde est réalisée par immersion forcée ou par flottaison de l'aliment dans un grand volume d'huile. La masse d'huile constitue alors une réserve potentielle de chaleur qui pourra être utilisée pour la déshydratation et la cuisson rapide de l'aliment (*GRAILLE, 2003*).

Elle se différencie de la friture plate par un plus faible contact du CG avec l'air, un grand volume du CG et une réutilisation du bain d'huile pour plusieurs opérations de friture. (*LINDEN et LORIENT, 1994*).

III.3-4-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*).

III.3-5-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 (*KARLESKIND, 1992*).

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*).

III.4-Principes de base et application du procédé de friture

La friture est principalement utilisée pour 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 textures, couleurs et saveurs ;
- *la stabilisation de matières ou aliment par l'abaissement de la teneur en eau du matériau et l'inactivation des micro-organismes.

Suivant l'application envisagée, le procédé de la friture pourra être intégré dans les :

- *opérations de transformation des aliments par la chaleur ;
- *opérations de stabilisation des aliments (pasteurisation, déshydratation, formulation) ;
- *opérations de séchage non conventionnel (*JEAN, 2003*).

III.5-Principe de transformation physique et chimique des huiles au cours de la friture

A des températures élevées (160°C et 180°C), en présence d'eau et d'oxygène, les triglycérides subissent un grand nombre de réactions complexes qui peuvent être classées en trois grandes familles : oxydation, polymérisation et hydrolyse (*JEAN, 2003*).

III.5-1-Réactions d'oxydation

Au contact de l'oxygène de l'air, elles provoquent l'apparition de l'arôme et de changement de couleur, souvent indésirables. Ces composés d'oxydation indésirables dérivent les hydroperoxydes, composés primaires de l'oxydation. Les réactions en chaînes

responsables de leur formation sont autocatalyses, car initiées par l'apparition de composés radicalaires, issus eux-mêmes de l'oxydation des triglycérides du bain. Les cations métalliques comme le fer et le cuivre peuvent aussi initier et accélérer les réactions d'oxydation (*JEAN, 2003*).

III.5-2-Réactions de polymérisation

Elles produisent des réarrangements inter et intramoléculaires augmentant la sensibilité de l'huile de friture à l'oxydation, ce qui augmente sa viscosité apparente. Des composés semblables à des résines peuvent alors mousser à la surface du bain et sur les parois (*JEAN, 2003*).

III.5-3-Réactions d'hydrolyse

Elles prédominent durant les conditions normales de friture. Elles conduisent à la formation, au contact de la vapeur d'eau, d'acides gras libres, mono glycérides, diglycéride et glycérol. Ces composés sont alors très sensibles aux réactions d'oxydation et de polymérisation ; leurs produits sont responsables des principaux défauts de goût ou d'odeur.

Au fur et à mesure de leur dégradation, les huiles du bain sont de plus en plus volatiles et le bain d'huile commence à fumer. Le point de fumée est la température à partir de laquelle le bain « fume » régulièrement ; cet indice renseigne sur une dégradation continue et importante de l'huile du bain, ce qui abaisse significativement son point de fumée jusqu'à 170°C et en deçà et accroît sa teneur en savons, à l'origine de la formation de la mousse à la surface du bain. De plus, il se produit un abaissement de la tension superficielle entre les aliments essentiellement aqueux et les huiles, ce qui augmente la viscosité de l'huile (*JEAN, 2003*).

III.6-Modification de l'aliment au cours des fritures

Au cours de la friture, les pigments et les vitamines contenus dans l'aliment sont dégradés. Il s'en suit des changements de la couleur et un développement d'arômes conséquents au déroulement de la réaction de Maillard. Ces modifications apparaissent à la surface des aliments riches en sucres réducteurs dus à la température élevée et à la déshydratation poussée de l'aliment.

La gélatinisation de l'amidon apparaît avant la déshydratation de l'aliment en cours de friture (encore riche en eau) et à une température inférieure ou égale à 100°C (à pression atmosphérique). L'amidon non gélatinisé, dit résistant, participe à la formation d'une croûte

rigide (*PINTHUS et al., 1998*) ; cette croûte freine la déshydratation totale de la frite, surtout l'eau contenue dans le cœur de la frite (*GONI et al., 1997*).

III.7-Choix d'huile de friture

Les corps gras dont le point de fumée à l'état frais est inférieur à 200°C sont jugés instables durant la friture industrielle à pression atmosphérique. Les matières grasses animales riches en acides gras saturés sont très stables à la chaleur.

Le choix des matières grasses de friture résulte alors d'un compromis entre leur sensibilité à la thermo-oxydation et leur avantage nutritionnel. Les huiles végétales riches en acides gras mono-insaturés et faibles en acides gras polyinsaturés (acides linoléique et linoléique) sont privilégiées. Les huiles d'olive (point de fumée 191°C), de palme, tournesol, coprah, colza et arachide sont naturellement riches en acide gras mono-insaturés sont utilisées en friture.

Le choix du type d'huile à utiliser dépend en outre de la perception et de l'acceptabilité du produit frit par le consommateur à travers son odeur, sa texture, la sensation en bouche, arrière-goût, stabilité de l'huile fraîche pendant le stockage et la stabilité de l'aliment frit (*JEAN, 2003*).

III.8-Gestion d'huile de friture

Les huiles de fritures dont les teneurs en produits de thermo-dégradation supérieures à 25% (taux de composés polaires) ou des taux de polymères dépassant 10 à 16% ou encore ayant des points de fumée inférieurs à 170°C génèrent des produits conférant un goût de rance lors de leur conservation.

En effet, les acides gras libres formés et accumulés dans le bain imprègnent l'aliment frit, ce qui catalyse leur oxydation. Pour des concentrations supérieures à 60 ppm dans le bain de friture, les AGL dégradent fortement la qualité des produits frits (*JEAN, 2003*).

III.9-Facteurs influant 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 considérer, on cite :

*ceux dépendant du processus : comme la T° 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 : la composition en AG et les additifs y incorporés.

*choix de l'huile de friture : la nature du CG qui est liée au degré d'insaturation de ses AG constitutifs. Les huiles contenant plus de 2% d'acide linoléique ne peuvent être employées pour la friture, car cet AGPI de la série des omégas 3 s'oxyde facilement en donnant des produits suspects (irritant et cancérigène) (*ALIAS et LINDIN, 1987 ; VITRAC et al., 2003*).

*le choix du type ou du mélange d'huiles dépendra en outre de la perception et l'acceptabilité du produit frit par le consommateur (odeur, texture, sensation en bouche, arrière-goût, stabilité de l'huile) (*VITRAC et al., 2003*).

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

*la durée et le rythme du chauffage : les temps de friture varient essentiellement avec la teneur initiale en eau de l'aliment et la température du bain utilisé (*ALIAS et LINDIN, 1987 ; VITRAC et al., 2003*)

III.10-Différents produits formés lors des fritures

Les produits formés au cours des fritures sont plus de 400 espèces diverses. Les AGL, AG transe, glycérides partiels et monomères cycliques représentent les composés de haut poids moléculaires (*DOBARGANES, 1998*).

Les taux de produits d'altération, tels que les espèces chimiques nouvelles (E.C.N.), des glycérides polaires ou polymères augmentent avec la durée du chauffage et donc, avec le nombre de friture effectuées (*PERRIN, 1992*).

Tableau XI: Types d'altération, agent causal et types de produits formés lors du chauffage des CG (*DOBARGANES, 1998*)

Type d'altération	Agent causal	Composés résultants
Oxydative	Air (oxygène)	Produit non volatils Monomères oxydés Dimères et oligomères Polymères oxydés
		Produits volatils Hydrocarbures, Cétones, aldéhydes, alcools, acides.
Thermique	Température	Monomères cycliques Dimères apolaires et oligomères. Polymères Acides gras trans (AGT)
Hydrolytique	Humidité	Acides gras libres (AGL)

		Diglycérides Monoglycérides/ Glycérol
--	--	--

III.11-Réduction du niveau de dégradation des huiles de friture

Pour prévenir la dégradation prématurée des huiles de friture, *McGILL (1980)* recommande ce qui suit -ne pas chauffer les huiles au-delà de 191°C (et en aucun cas au-delà de 204°C) ;

- déshydrater aux préalables les aliments riches en eau ;
- nettoyer et rincer régulièrement la friteuse ;
- mesurer et limiter le taux de contaminant métalliques (fer, cuivre, laiton, etc.) ;
- utiliser des rapports volumes de produit frits et huile de l'ordre de 1/6(*JEAN*).

I. Matériels et Méthodes

I.1. Objectif de l'étude

Le but de notre étude expérimentale consiste à estimer le degré de résistance ou de sensibilité de l'huile végétale dénommée « Elio » durant des fritures répétées. À cet effet, on a procédé au suivi de l'évolution de la teneur en certains composés mineurs de la fraction insaponifiable de cette huile durant ce traitement thermo-oxydatif (friture). Le nombre de fritures est de 16 pour deux rapports (1/4 et 1/7); elles sont réalisées en continue sur le même bain de friture sans incorporation de l'huile fraîche.

I.1.1.Choix de l'huile

Notre choix a porté sur l'huile « Elio »; c'est une huile largement utilisée en raison de sa disponibilité et de son coût raisonnable par rapport aux autres huiles en usage dans notre pays. Cette huile est produite dans la raffinerie « Cévital »; elle est destinée à l'assaisonnement et à la friture et existe en formats 1 litre, 2 litres et 5 litres. Les caractéristiques portées sur l'étiquette de l'emballage sont :

- 100% végétale ;
- assaisonnement, cuire et friture;
- sans cholestérol;
- température maximum conseillée: 180°C;
- réutilisable 10 fois;
- stockée à l'abri de la lumière et source de chaleur;
- produit certifié ISO 22000.2005 par le Bureau VERITAS Certifications;
- fabriquée par :*spa* Cévital Bejaïa, Algérie;
- composée de deux huiles: huile de tournesol à 20% et huile de soja à 80%;
- date de fabrication: le 12/03/2018.
- date de péremptions:12/03/2020.

I.1.2. Choix de l'aliment à frire

L'aliment choisi pour ces essais de friture est la pomme de terre. Cet aliment est de composition relativement simple ; c'est un aliment glucidique, carencé en matière grasse. Le choix de cet aliment est lié au fait que c'est un aliment de grande consommation et de large

utilisation en friture ; il est facile à découper en formes géométriques similaires, etc. La composition biochimique de la pomme de terre est portée dans le *tableau XII*;

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

Élément	Teneur (%)
Eau	77
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)



I.1.3 Procédure de friture



Figure4 : Friteuse, frites (photo originale)

Afin de garder la même température au cours des 8 fritures pour chaque rapport, on a choisi un mode de chauffage électrique par l'utilisation d'une friteuse de marque «TRISTAR», d'une contenance de 3 litres ; cette friteuse comporte un couvercle amovible, un disjoncteur thermique, un thermostat réglable et un panier de capacité de 1 Kg de frite fraîche (*figure 4*). Les essais de friture sont réalisés en continue sans ajout d'huile fraîche au bain ; la quantité de frites introduite dans le bain est réduite graduellement le long des cycles de fritures pour maintenir constant le rapport poids de frites / d'huile. Les conditions expérimentales fixées durant toute notre expérimentation et le rapport quantité de frites/l'huile du bain sont portées dans les tableaux XIII

Tableau XIII : les conditions expérimentales des essais de fritures

Types de friture	Friture profonde
Nombre de rapports	2 (1/4,1/7)
Nombre de fritures	16
Température fixée	180C°
Temps entre 2 fritures	3min
Volume initiale d'huile	3L
Rapport pomme de terre/ huile	690g/3L (1/4) ; 394,28g/3L (1/7)
Forme des tranches de pomme de terre	Bâtonnet
Dimension de frite	7,8 cm x1cm
Volume d'huile prélevé pour l'analysé	200ml
Nombre d'échantillons analysés	6 échantillons de fritures+ 1échantillons d'huile fraiche « Elio »

Tableau XIV: Rapport « 1 / 4 » de quantité de frite sur le volume d'huile

Nombre de fritures	Quantité d'huile	Quantité de frite
1	2760g	690g
2	2576g	644g
3	2392g	598g
4	2208g	552g
5	2024g	506g
6	1840g	460g
7	1656g	414g
8	1472g	368g

Tableau XV : Rapport « 1/7 » de quantité de frite sur le volume d'huile

Nombre de fritures	Quantité d'huile	Quantité de frite
1	2760g	394,28g
2	2576g	368g
3	2392g	341,71g
4	2208g	315,42g
5	2024g	289,14g

6	1840g	262,85g
7	1656g	236,57g
8	1472g	210,28g

Il importe de signaler que les essais de friture, les analyses physiques et chimiques et la teneur en composés polaires sont réalisés au laboratoire commun de la faculté ; et une analyse a été effectuée au laboratoire de la direction de commerce de wilaya de Tizi-Ouzou.

I.1.4.Echantillonnage

Après chaque friture, un volume de 200 ml 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 et à l'obscurité, l'huile de bain prélevée est conservée au réfrigérateur. Les échantillons prélevés apparaissent sur la photographie suivante.



Figure 5: Les échantillons de l'huile de friture à analyser.

I.2. Méthodes d'analyses

Pour déterminer l'effet de l'incorporation régulière de l'huile fraîche sur l'évolution de l'altération de l'huile « Elio » au cours de leur utilisation en friture, des analyses physico-chimiques ont été effectuées sur les huiles des bains de fritures ; les mêmes critères ont, également, été analysés sur l'huile fraîche.

I.2.1. Analyses physiques

I.2.1.1. Mesure de taux de composés polaires

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

Dans notre étude, la mesure des composés polaires de l'huile à l'état frais et les huiles des bains de fritures a été réalisée à l'aide d'un appareil dénommé, le « Testo 270 ». Cet appareil permet une mesure précise des composés polaires présents dans l'huile et la valeur donnée révèle une approche des polymères responsables de la dégradation des huiles de friture.



Figure 6 : testo 270 (photos originale).

I.2.1.2. 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. La viscosité est exprimée par la formule suivante:

$$\mu(C. po) = K(\rho_f - \rho)t$$

Sachant :

μ : La viscosité en Centipoise ;

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

ρ : La masse volumique de l'huile (g/ml) ;

t : Le temps de chute en minutes;

K : Constante du viscosimètre qui est égale à 35



Figure 7: viscosimètre

I.2.1.3. Détermination de la densité

La densité relative à 20°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°C par la masse de même volume d'eau distillée à 20°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.

I.2.1.4. Détermination de l'extinction spécifique dans l'ultraviolet (AFNOR T60-223, 1968).

La spectrométrie ultraviolette (*Figure 8*) est basée sur le pouvoir que possèdent certaines substances d'absorber l'énergie lumineuse. Les produits d'oxydation des huiles ont des spectres caractéristiques dans l'UV.

Les produits primaires d'oxydation des lipides contenant des doubles liaisons conjuguées peuvent être quantifiés par spectrométrie UV (*KLEIN, 1970 ; CORONGIU et al., 1994*). L'oxydation des AGPI s'accompagne d'un déplacement des doubles liaisons qui passent de la position malonique à la position conjuguée.

Les diènes conjugués absorbent à 232-234 nm et les triènes conjugués à 268-270 nm et peuvent donc être suivis par mesure de l'absorbance à ces longueurs d'onde. Par conséquent, plus l'absorbance à 232-234 nm est forte, plus le corps gras est peroxydé ; plus l'absorbance à 268-270 nm est forte, plus le corps gras est riche en produits secondaires d'oxydation (*ANONYME 1, 2006*).

Cette méthode est rapide sur des lipides purs (cas des huiles), solubilisés dans un solvant organique. En revanche, elle peut être peu spécifique et conduit parfois à des interférences avec les antioxydants (*GRAY, 1978*).

❖ Expression des résultats

Les extinctions spécifiques à 232 nm et 270 nm sont exprimées comme suit :

$E^{1\%}_{1\text{cm}}(\lambda)$: extinction spécifique à la longueur d'onde λ .

$A(\lambda)$: densité optique à la longueur d'onde λ .

c: concentration de la solution à analyser.

d: épaisseur de la cuve.

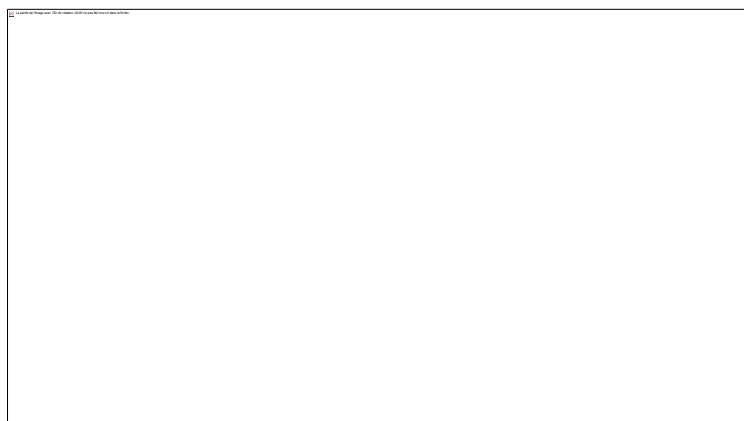


Figure 8: Spectrophotomètre UV visible

I.3. Analyses chimiques

I.3.2.1. Acidité (AFNOR-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, selon la réaction suivante:



acide gras base savon eau

➤ Expression des résultats

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

$$A(\%) = \frac{V * N * m}{10 * M} \quad (2)$$

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.

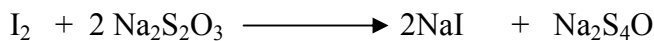
m: masse en (g) de la prise d'essai.

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

I.3.2.2. Indice de peroxyde (AFNOR-NFT60-22)

L'indice de peroxyde est le nombre de milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme de corps gras oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode.

Le principe de cette méthode consiste à un traitement d'une quantité d'huile en solution dans l'acide acétique et le chloroforme, par une solution d'iodure de potassium (KI). Le titrage d'iode libéré se fait par une solution de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) à 0.01 N en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré selon la réaction suivante :



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

$$I_{p(\text{meqO}_2/\text{Kg})} = \frac{N(V_1 - V_0) \times 1000}{P}$$

I_p : indice de peroxyde exprimé en milliéquivalent gramme par kilogramme ;

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

V₁ : volume de thiosulfate de sodium utilisé en ml ;

N : normalité de la solution de thiosulfate de sodium 0.01 N ;

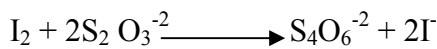
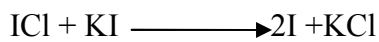
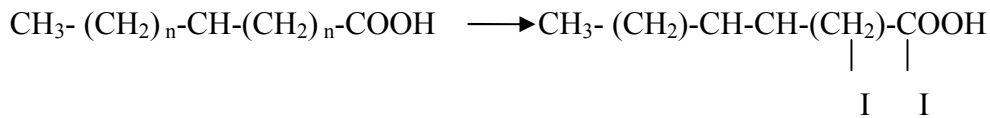
P : prise d'essai en gramme.

I.3.2.3. Indice d'iode (AFNOR-NFT60-203,1990)

L'indice d'iode (I_i) est la quantité de l'iode en gramme fixée par 100g de corps gras. Le principe consiste d'ajouter une solution de monochlorure d'iode dans un mélange d'acide acétique et de tétrachlorure de carbone.

Après un temps de réaction donné (30min), 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 titré de thiosulfate de sodium.

Les réactions se passent sont les suivantes :



L'indice d'iode est exprimé par:

$$Ii(\text{gI}_2|\text{100g}) = N(V_0 - V) \times 12.69/P$$

Soit:

Ii : indice d'iode ;

V₀ : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc en ml ;

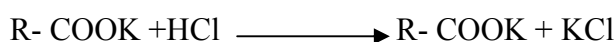
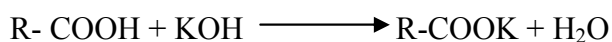
V : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour titrer l'excès d'iode en ml ;

N : normalité de thiosulfate de sodium ;

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

I.3.2.4.Indice de saponification (AFNOR-NFT60-206)

C'est la quantité d'hydroxyde de potassium (potasse caustique KOH) en mg nécessaire pour saponifier un gramme de corps gras. Le principe consiste à saponifier une prise d'essai par KOH alcoolique sous réfrigérant à reflux pendant une heure. Le titrage de l'excès de KOH par une solution de HCl à 0.5N en présence de phénolphtaléine.



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

$$I_s(\text{mg KOH/g}) = \frac{N \times E_q \times (V_0 - V_1)}{P}$$

Où :

I_s : indice de saponification exprimé en milligramme par gramme;

V₀: 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).

P : prise d'essai en gramme;

N : normalité d'HCL (0.5N);

E_g : Equivalent gramme de KOH (56.1 g/mol).



Figure 9: Réfrigérant à reflux

I.4. Analyse statistique

Le traitement statistique des résultats obtenus sur des d'analyses physico-chimiques (viscosité, densité, indice de peroxyde, acidité, indice d'iode et indice de saponification) est réalisé par l'utilisation du logiciel STATBOX. Il consiste en une analyse de la variance à deux facteurs de variabilité étudiée (le nombre de friture).

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

- Probabilité $\geq 0,05$ \longrightarrow différence non significative (NS)
- Probabilité $\leq 0,05$ \longrightarrow différence significative (S).

I. Evolution des caractères organoleptiques

Le premier critère de la stabilité de la qualité d'une huile lors de son utilisation en fritures répétées concerne ses caractéristiques sensorielles après un certain nombre de cycles de fritures, ainsi que la qualité des frites préparées. Les résultats obtenus en fonction des rapports quantité de frites fraîches / volume d'huile de bain sont portés dans le tableau XVI.

Tableau XVI : Caractéristiques sensorielles des frites et des bains de fritures pour le rapport 1 / 4 et 1/7.

Nombre de Fritures	Observations							
	Couleur du bain 1/4	Couleur du bain 1/7	Couleur de la frite 1/4	Couleur de la frite 1/7	Gout de La frite 1/4	Gout de La frite 1/7	Odeur perçue 1/4	Odeur perçue 1/7
0	Claire	Claire	-	-	-	-	-	-
1	Claire	Claire	Dorée	Dorée	Agréable	Agréable	Caractéristique	Caractéristique
2	Claire	Claire	Dorée	Dorée	Agréable	Agréable	Caractéristique	Caractéristique
3	Claire	Claire	Dorée	Brune	Agréable	Agréable	Caractéristique	Caractéristique
4	Claire	Claire	Dorée	Brune	Agréable	Piquant	Caractéristique	Désagréable
5	Claire	Claire	Dorée	Brune	Agréable	Piquant	Caractéristique	Désagréable
6	claire	Claire	Brune	Brune	Piquant	Piquant	Désagréable	Désagréable
7	Brune	Claire	Brune	Brune +	piquant	Piquant+	Désagréable	Désagréable
8	Brune	Brune	Brune	Brune +	piquant	Piquant+ +	Désagréable	Désagréable

(-): absence

(+): présence et caractère foncé

L'altération de l'huile au cours des fritures répétées se manifeste par la détérioration de sa qualité organoleptique, telles que la couleur, l'odeur, le goût, etc. Les résultats obtenus dans notre étude ont montré une différence du temps de cuisson en fonction du rapport frites / huile ; les temps enregistré ont été de 8 min et 30 sec et 7 minutes respectivement pour les rapports 1/4 et 1/7. Ainsi, le temps de cuisson augmente avec l'augmentation de la quantité de frites fraîches introduites dans la friteuse pour un même volume d'huile de bain. Les temps de friture enregistrés dans notre étude sont largement lents par rapport à ceux enregistrés dans le cas de friture avec un très grand volume d'huile. En effet, *HIMED* et *MEZIANI (2015)* ont

noté un temps de cuisson de 4 min pour un rapport frites / huile « Fleurial » de 1/12. *HAMOUCHE (2015)* ayant réalisé des fritures avec l'huile de marque « Elio » n'ont noté que 4 min pour un rapport 1/23. *BOUHEDAD et IMRAHEN (2018)* utilisant l'huile « Labelle » ont noté un temps de 8 min et 4 min respectivement pour les rapports 1/4 et 1/7.

Une différence d'une minute et 30 secondes a été remarquée entre les deux rapports. Il est important de pouvoir réduire le temps de friture. En effet, un temps de séjour plus prolongé d'une huile portée à 180°C pourrait induire plus d'altération sur ce corps gras et sur celle des frites préparées.

La différence des temps de cuisson pourrait être expliquée par la différence de la composition des huiles utilisées. L'huile « Labelle » est une huile 100% soja, par contre huile « Fleurial » est une huile 100% tournesol tandis que notre huile « Elio » est une huile mixte 20% tournesol 80% soja, donc l'huile tournesol s'altère rapidement.

La couleur de l'huile fraîche « Elio » est jaune clair. Durant les essais de fritures, cette couleur est restée la même pendant les six et sept premiers cycles respectivement pour les rapports 1/4 et 1/7. La couleur s'assombrit plus tôt dans cas rapport 1/4 que dans le rapport 1/7.

Cependant, dans le cas où une petite quantité de frites fraîches est cuite dans un grand volume d'huile, l'huile garde sa couleur initiale plus longtemps. En effet, *HIMED et MEZIANI (2015)* ont noté un changement de la couleur de bain à partir de dixième cycle de friture lorsque le rapport frite / huile est de 1/12. *HAMOUCHE (2015)* a noté un changement de la couleur de bain à la dixième friture pour un rapport 1/23. *BOUHEDAD et IMRAHEN (2018)* ont noté un changement de la couleur de bain à partir de cinquième cycle de friture pour rapport 1/4 et à partir de sixième cycle pour le rapport 1/7



Figure 10 : Couleur des huiles de bains de friture pour les deux rapports 1/4 et 1/7 (photo originale).

Par ailleurs, la couleur de la frite devient brune à partir de la sixième et troisième friture respectivement pour les rapports 1/4 et 1/7.



Figure 11 : la différence de la couleur des frites du rapport 1/4 (photos originale).



Figure 12: la différence de la couleur des frites du rapport 1/7 (photos originale).

Pour le goût, la frite devient piquante à partir de la sixième et quatrième friture, respectivement pour les rapports 1/4 et 1/7.

Cependant, l'odeur désagréable des bains apparaît à partir du sixième et quatrième bain de friture respectivement pour les rapports 1/4 et 1/7. Enfin, aucune fumée, ni mousse ne se sont formées dans les bains durant les cycles de friture.

Selon les résultats présentés dans le tableau XVI, on a remarqué que la détérioration de la qualité organoleptique est plus intensive dans le cas des fritures menées avec le rapport 1/4. Dans cette condition, la quantité de frites fraîche introduite dans la friteuse est significativement plus grande, ce qui a induit une augmentation du temps de cuisson. Ainsi, un contact prolongé des frites avec l'huile portée à une température élevée est à l'origine de la détérioration de la qualité des frites préparées.

II. Evolution des indices physiques

L'objectif principal de cette étude a été d'évaluer l'effet du rapport frites fraîches / huile sur les caractéristiques physico-chimiques de l'huile de marque « Elio » pendant des essais de friture. Dans cette étude, des rapports 1 / 4 et 1 / 7 ont été retenus.

Les résultats des analyses physiques effectuées sur l'huile fraîche et les différents échantillons d'huiles prélevés des bains après friture sont portés dans le *tableau XVII*.

Tableau XVII : Résultats des indices physiques

	Nombre de fritures	Composés polaires (%)	Viscosité (c.P0)	Densité
1/4	0	11,5	39,788	0,87
	1	12	39,788	0,92
	5	12,5	37,301	0,86
	8	13,5	33,156	0,87
1/7	0	11,5	39,788	0,87
	1	11,5	39,788	0,87
	5	12	39,788	0,83
	8	12,5	39,788	0,87

Ces valeurs représentent une seule répétition.

II.1. La densité

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 (KARLESKIND, 1992). Elle est fonction non seulement de l'insaturation, mais aussi de son état d'oxydation ou de polymérisation. Elle dépend de sa température et de sa composition chimique. La densité des

AG et des glycérides diminue au fur et à mesure que leur poids moléculaire diminue et le degré de leur insaturation augmente (WOLFF, 1968).

Selon le *Codex alimentarius de 1999*, la densité des huiles raffinées se situe entre 0.909 et 0.916. La densité de l'huile « Elio » qu'on a utilisé pour la réalisation des essais de friture à l'état frais est inférieure à cette. Ceci pourrait être dû à la qualité des deux huiles entrant dans sa formulation. L'huile utilisée dans notre étude est formée de soja et tournesol. La *figure 13* illustre l'évolution de la densité en fonction du nombre de fritures.

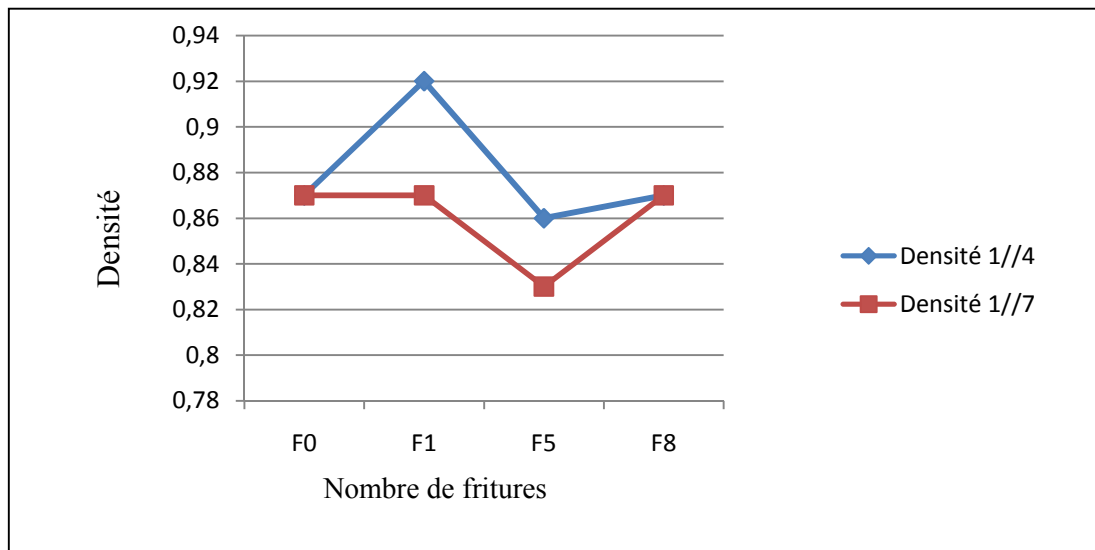


Figure 13 : Evolution de la densité en fonction du nombre de fritures.

D'après la *figure 13*, la cinétique de la densité obtenue dans notre cas est divisée en trois phases pour les deux rapports. On constate d'abord une stabilisation pour le rapport « 1/7 » à la 1^{ère} friture, contre une élévation dans le cas du rapport « 1/4 ». Après le 1^{er} cycle, on remarque une diminution de la densité au 5^{ème} bain de friture, et ce pour les deux rapports ; les valeurs repartent à la hausse vers le 8^{ème} bain de friture pour les deux rapports.

L'élévation de la densité des huiles pendant la friture peut être expliquée par le déroulement des réactions d'oxydation, d'isomérisation, d'hydrolyse et surtout aux réactions de polymérisation des AG sous l'action combinée de la chaleur (température et durée de chauffage) et de l'oxygène conduisant à la formation des composés de haut poids moléculaire (polymères fritures). Contrairement au rapport 1 / 4, l'élévation de la densité des huiles lorsque le rapport est de 1 / 7 n'a été obtenue qu'à partir de la 8^{ème} friture, ce qui montre l'utilité de frire dans un plus grand volume d'huile.

La diminution de la densité des huiles pendant des essais de fritures peut être due à l'accumulation des produits de faibles poids moléculaire. En effet, selon *EL SHAMI et al*

(1992), la diminution de la densité serait due à la formation d'AGL de faible poids moléculaire par hydrolyse suite à l'augmentation de la teneur en eau ; elle serait aussi due à la formation des composés primaires d'oxydation aux chaînes plus au moins courtes.

Ainsi, en s'appuyant sur cette suggestion, on conclut que le degré d'altération de l'huile « Elio » est plus important lorsque les fritures sont menées avec un rapport 1 / 4 qu'avec le rapport 1 / 7.

Nos résultats sont nettement inférieurs à ceux trouvés par HAMOUCHE *et* SANAT (2015) qui ont travaillé sur la même marque d'huile, mais avec un rapport frites / huile de 1 / 23. Elles ont noté une diminution de la densité de 3,41%. Nos résultats sont également inférieurs à ceux de HIMED *et* MEZIANI (2015) qui ont travaillé sur l'huile « Fleurial » 100% tournesol elles ont notés une augmentation de la densité 0,892 pour l'huile « Fleurial » fraîche et 0,901 pour le 10^{ème} bain de friture avec un rapport de 1/12.

Aussi BOUHEDAD *et* IMRAHEN (2018) ont noté une augmentation de la densité de 7,29% pour 1/4 et 2,28% pour 1/7 ; les fritures ont été menées avec une huile 100% soja, de marque « Labelle ».

Tableau XVIII : analyse de variance de la densité.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0.02	23	0.001				
VAR.FACTEUR 1	0.007	3	0.002	4.598	0.01665		
VAR.FACTEUR 2	0.002	1	0.002	4.965	0.03878		
VAR.INTER F1*2	0.003	3	0.001	2.023	0.15028		
VAR.RESIDUELLE 1	0.008	16	0			0.022	2.52%

L'analyse de la variance (*Annexe 11*) à deux facteurs (nombre de friture et rapport) a révélé une différence hautement significative au seuil de 5% ($p\text{-value}=0,01665/0,0387 < 0,05$) soit pour le nombre de fritures et aussi pour le facteur rapport regroupant les échantillons dans 2 groupes homogènes (A et B) (*Annexe 12*). L'interaction entre ces deux facteurs est non significative.

II.2. La Viscosité

La viscosité d'une huile est son degré de résistance à son écoulement. La mesure de la viscosité pourrait être un bon test pour apprécier l'état d'altération des corps gras. Au cours des fritures, l'augmentation de la viscosité peut atteindre 20 à 70% de la valeur initiale selon le type d'huile utilisée (PERRIN, 1992). Selon OLLE (1998), l'accroissement de la viscosité de l'huile au cours des fritures répétées serait dû à la formation des composés secondaires non volatiles de haut poids moléculaire (les polymères) ; l'augmentation de la viscosité confère à l'huile une consistance sirupeuse.

Au cours de notre étude expérimentale on a utilisées une friteuse électrique dont la viscosité de l'huile fraiche est de 39,788 Cpo.

Lors du chauffage électrique d'une huile, la formation de ces polymères est due à la polymérisation thermique, plutôt que la polymérisation oxydative puisque l'apport d'oxygène est limité à celui apporté par l'aliment (GERTZ et KOCHAAR, 2001).

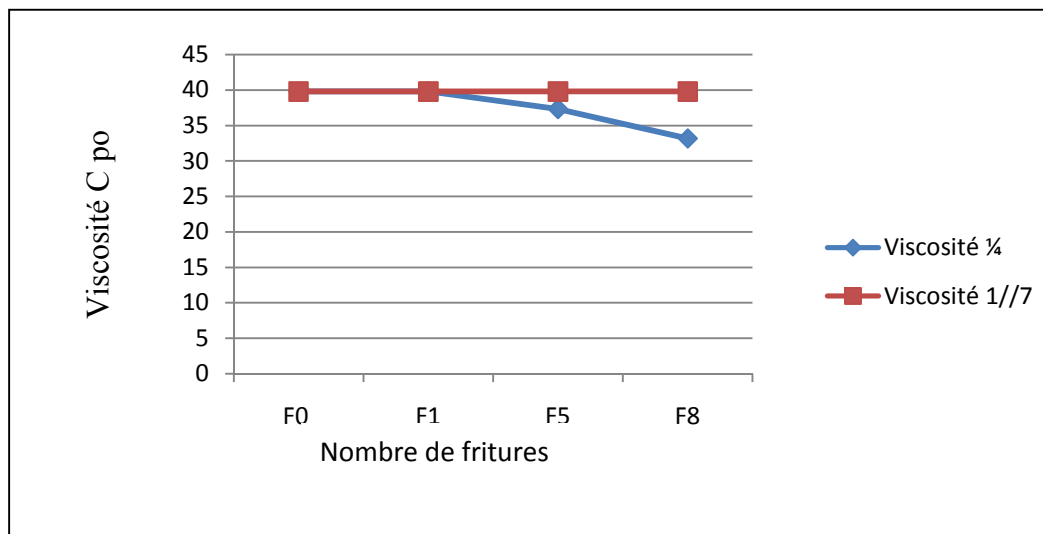


Figure 14 : Evolution de la viscosité en fonction de nombre de fritures.

Contrairement aux résultats obtenus par d'autres auteurs qui ont remarqué une augmentation de la viscosité des huiles au cours des fritures, une diminution de ce paramètre a été notée. La viscosité des huiles des bains, pour le rapport 1 / 4, a diminué au fur et à mesure que le processus de fritures avance, tandis que la viscosité est restée stable pour le rapport 1/7.

Dans les mêmes conditions expérimentales, BOUHEDDAD et IMRAHENE ont obtenu une viscosité de 32,31 Cpo pour l'huile fraiche « Labelle »100% soja, et par la suite

ont marqué 44,73 et 44,25 Cpo pour le 8^{ème} bain de friture pour les deux rapports respectivement ¼ et 1/7.

Les rapports frites / huile fixées dans notre étude ont engendré de hautes valeurs de la viscosité que celles notées par *HAMOCHÉ et SANAT (2015)* qui ont travaillées sur la même marque « Elio », lesquelles ont fixé le rapport frites / huile à 1 / 23. A la 10^{ème} friture, elles ont noté une viscosité de 42,09 Cpo ; l'huile fraîche utilisée avait une viscosité de 38,04 Cpo.

Par contre elles sont inférieures à celle trouvée par *HIMED et MEZIANI (2015)* 46C po pour l'huile fraîche « Fleurial » 100% tournesol et 47C po pour 10^{ème} bain de friture.

Tableau XIX : analyse de variance de la viscosité

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	719068.2	23	31263.83				
VAR.FACTEUR 1	255272.9	3	85090.98	1980299	0		
VAR.FACTEUR 2	208521	1	208521	4852852	0		
VAR.INTER F1*2	255273.6	3	85091.2	1980304	0		8.66E-05
VAR.RESIDUELLE 1	0.688	16	0.043			0.207	8.66E-05

L'analyse de la variance (*Annexe 9*) à deux facteurs a révélé une différence très hautement significative au seuil de 5% ($p\text{-value}=0<0,05$) pour les deux facteurs ; l'interaction entre eux a aussi révélé une différence hautement significative, ce qui confirme l'influence de nombre de fritures et aussi le facteur rapport sur la viscosité. Cela est vérifié par le test de *NEWMAN-KEULS (Annexe 10)* au seuil de 5% regroupant les échantillons dans 3 groupes homogènes (A, B et C) pour la facture nombres de friture et 2 groupes pour la facture rapport (A et B) et 3 groupe pour l'interaction (A, B et C).

II.3. Extinction spécifique à 232nm et 270 nm

L'extinction spécifique à l'UV est une méthode de dosage des produits d'oxydation des huiles soumises à des températures élevées ; la conjugaison des doubles liaisons peut ainsi se produire (*OLLE, 2002*).

L'auto-oxydation des corps gras contenant des chaînes polyinsaturées s'accompagne d'une conjugaison des doubles liaisons : les hydroperoxydes de l'acide linoléique et les

systèmes diéniques conjugués résultant de leur décomposition absorbent au voisinage de 232 nm. Les produits secondaires d'oxydation et en particulier les α -dicétones ou les cétones α -insaturées présentent un maximum d'absorption vers 270 nm. Par conséquent, plus l'absorbance à 232 nm est forte, plus le corps est peroxydé ; plus l'absorbance à 270 nm est forte, plus le corps gras est riche en produits secondaires d'oxydation (WOLFF, 1991).

L'absorbance en UV à 232 et à 270nm, permet de mettre en évidence respectivement la présence des formes diènes conjuguées, qui apparaissent sur les AG comportant au moins deux double liaisons, consécutivement au phénomène de métamérie lors de la formation des peroxydes et les produits secondaires d'oxydation (aldéhydes et cétones) (JUDDE, 2004).

Les résultats obtenus dans notre étude sont portés dans le tableau XX.

Tableau XX : Résultats de l'extinction spécifique à 232nm et 270 nm

Rapports frites / huile	Nombre de fritures	E _{232nm}	E _{270nm}
1 / 4	0	2,787	1,872
	1	2,771	2,271
	5	2,785	2,325
	8	2,785	2,433
1 / 7	0	2,787	1,872
	1	2,903	2,512
	5	2,885	2,302
	8	2,896	2,342

L'analyse par spectrométrie UV de l'huile fraîche « Elio » utilisée dans cette étude a montré une forte absorbance à 232 nm (2,903) par rapport à la 270nm qui est de (2,512). Nos valeurs sont nettement supérieures à ceux trouvés par BOUHADAD et IMRAHENE (2018) ayant travaillées sur l'huile « Labelle » qui est de E₂₃₂=2,766 et à E₂₇₀=2,001.

II.3.1.. Extinction à 232 nm

La peroxydation des AGI provoque la conjugaison des doubles liaisons : formation de diènes conjugués relativement stables qui peuvent être mesurés en spectrophotométrie à 232 nm (DEBY-DUPONT, 2005).

L'observation des données obtenues a montré que l'huile fraîche a enregistré une valeur d'extinction spécifique de 2,787. En effet, dans les huiles raffinées, le taux des AG à doubles liaisons conjuguées est très faible, mais le raffinage industriel est susceptible de générer des hydroperoxydes qui s'accumulent dans l'huile fraîche élaborée.

Les résultats obtenus dans notre étude sur l'extinction à 232nm durant le processus de friture sont présentés par la *figure 15*.

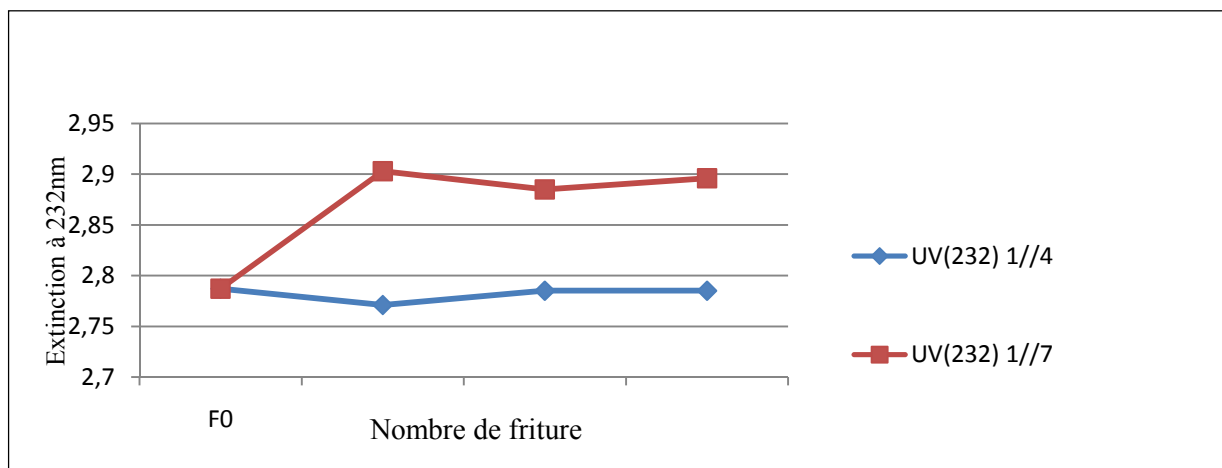


Figure 15 : Evolution de l'extinction à 232 nm en fonction de nombre des fritures

Lors de la friture réalisée avec un rapport de 1/4, les valeurs de cette extinction moléculaire diminuent jusqu'à 2,771 à la 1^{ère} friture ; cette diminution pourrait s'expliquer par le fait que les hydroperoxydes formés se sont convertis en composés secondaires, plus dangereux.

En revanche, pour la friture menée avec le rapport 1/7, la représentation graphique montre une augmentation de l'extinction pour le 1^{er} et le 8^{ème} bain de friture en enregistrant une valeur maximale de 2,903 ; cette augmentation indique une formation accrue des peroxydes durant la phase de propagation (2^{ème} étape de l'auto-oxydation). Selon *DELACHARLERIE et al., (2008)*, plus l'absorbance à 232 nm est élevée plus la MG est riche en produits primaires d'oxydation.

Le tableau XXI représente les résultats de l'analyse de la variable de l'extinction spécifique à 232

Tableau XXI: Résultats de l'ANOVA de la variable d'extinction spécifique à 232

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,048	15	0,003				
VAR.FACTEUR 1	0,033	3	0,011	87,142	0,00001		
VAR.FACTEUR 2	0,003	1	0,003	23,951	0,00131		
VAR.INTER F1*2	0,011	3	0,004	27,9	0,00021		
VAR.RESIDUELLE 1	0,001	8	0			0,011	0,40%

L'analyse de la variance (*Annexe 13*) à deux facteurs (nombre de fritures et rapport) montre une probabilité inférieure à 5% ($p\text{-value}=0,00001 < 0,001$) pour le facteur friture, ce qui signifie des différences très hautement significatives, et une autre de ($p\text{-value}=0,00131 < 0,001$) pour le facteur rapport, ce qui signifie des différences hautement significatives. Ce qui implique l'existence d'une influence de ce paramètre sur ces deux facteurs durant la friture. Cela est vérifié au seuil de 5% avec le test de *NEWMAN-KEULS* (*Annexe 14*) qui fait apparaître 2 groupes homogènes pour le facteur rapport (A et B), 3 groupes homogènes pour le facteur nombre de fritures (A, B et C) et l'interaction avec 2 groupes homogènes (A et B).

II.3.2. Extinction à 270 nm

L'absorbance spécifique à 270 nm est un critère permettant de juger la présence de composés secondaires d'oxydation ; ceux-ci correspondent aux produits de la dégradation des hydroperoxydes ; les cétones, α -dicétones et les triènes conjugués peuvent résulter de la décomposition terminale des peroxydes de l'acide linoléique. Plus l'extinction à 270nm est forte, plus l'huile est riche en produits d'oxydation secondaires et traduit sa faible aptitude à la conservation (*WOLFF, 1968*).

D'après nos résultats, l'huile fraîche utilisée a une valeur de 1,782 nm. Cette valeur peut expliquer par le raffinage industriel susceptible de générer les produits primaires et secondaires d'oxydation.

Les résultats obtenus dans notre étude de l'extinction à 270nm durant le processus de friture pour les deux rapports sont présentés par la *figure 16*.

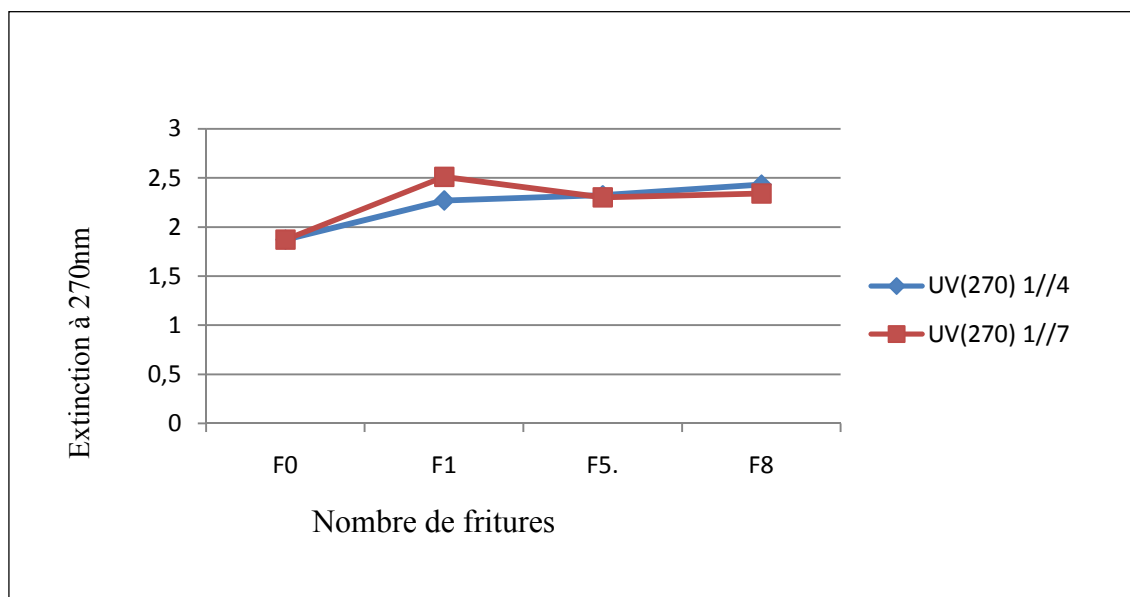


Figure 16 : Evolution de l'extinction à 270 nm en fonction de nombre de fritures.

Lors de la friture réalisée avec les rapports 1/4 et 1/7, cette valeur augmente pour atteindre à la 1^{ère} friture respectivement des concentrations de 2,271 et 2,512 ; cette augmentation peut-être due à la transformation des hydroperoxydes instables, en composés cétoniques. Le pourcentage d'augmentation pour les rapports 1/4 et 1/7 est respectivement de 21,314 et 34,188.

L'oxydation des lipides s'accroît avec l'augmentation de la concentration en composés résultant de la dégradation des hydroperoxydes, cela est confirmé par une augmentation des valeurs de l'absorbance à 270nm (MENDEZ et FALQUE, 2007).

D'après DELACHARLERIE et al., (2008), plus l'extinction à 270 nm est importante plus la matière grasse est riche en produits secondaires d'altération oxydative et l'huile est plus altérée.

Cependant, l'intensité de cette extinction a diminué au 5^{ème} bain de friture pour les deux rapports (1/4 et 1/7). Cette diminution pourrait être due à la perte des composés volatils, comme les aldéhydes et les cétones.

Nos résultats sont supérieurs à ceux obtenus par BOUHADAD et IMRAHENE (2018) ayant travaillé dans les mêmes conditions expérimentales, mais avec une autre marque d'huile. En comparant nos résultats, on suggère l'huile « Elio », composée de 80% soja et 20% tournesol est plus sensible que l'huile « Labelle », une huile 100% soja.

Le tableau XXII représente les résultats de l'analyse de la variable de l'extinction spécifique à 270

Tableau XXII: Résultats de l'ANOVA de la variable d'extinction spécifique à 270

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,879	15	0,059				
VAR.FACTEUR 1	0,227	3	0,076	8,741	0,00699		
VAR.FACTEUR 2	0,353	1	0,353	40,736	0,00027		
VAR.INTER F1*2	0,23	3	0,077	8,856	0,00673		
VAR.RESIDUELLE 1	0,069	8	0,009			0,093	4,15%

L'analyse de la variance (*Annexe 15*) à deux facteurs (friture et rapport) montre une probabilité inférieure à 5% ($p\text{-value}=0,00699 < 0,001$) pour facteur friture se qui signifie des différences hautement significatives, et une autre de ($p\text{-value}=0,00027 < 0,001$) pour le facteur rapport se qui signifier des différences très hautement significatives. Ce qui implique l'existence d'une influence sur l'huile de bain de friture par la facture fritures. Cela est vérifié au seuil de 5% avec le test de *NEWMAN-KEULS*(*Annexe 16*) qui fait apparaître deux groupes homogènes pour le facteur rapport (A et B), trois groupes homogènes pour le facteur nombre de fritures (A, AB et B) et l'interaction avec deux groupes homogènes (A, B).

II.4. Détermination des taux de composés polaires

Ils sont représentés principalement par les monomères de triacylglycérols oxydés (TGMOX) et des polymères de triacylglycerols (TGPOX). Ces produits, souvent toxiques, affectent l'état nutritionnel du consommateur (*GUILLÈNE et URIARTE, 2011*).

La détérioration d'une huile de friture se traduit généralement par une augmentation de sa polarité ; la teneur en composés polaires est un indicateur de la qualité des huiles de friture (*JUÁREZ, 2011*). Parmi les composés polaires, on peut distinguer deux groupes : les composés initialement présents dans la MG avant usage et les produits d'altération thermo-oxydative.

D'après *GUILLÈNE et URIARTE (2011)*, les huiles de friture sont considérées comme dangereuses une fois que le pourcentage de composés polaires atteint 25% en poids. Pour certaines réglementations européennes, une huile de friture dépassant 25% de CPT doit être

renouvelée. Les valeurs des composés polaires obtenues dans notre étude sont intégrées dans le *tableau XXIII*.

Tableau XXIII : Taux de composés polaires formés durant les fritures.

Nombre de fritures	0	1	5	8
Taux de composés polaires (%) rapport ¼	11,5	12	12,5	13,5
Taux de composés polaires (%) rapport 1/7	11,5	11,5	12	12,5

Ces valeurs représentent une seule répétition

FARHOOSH et TAVASSOLI-KAFRANI, (2010) ont rapporté qu'une huile de bonne qualité à un taux en CP compris entre 0,4% et 6,4%. D'après le *tableau XXIII*, on remarque que le taux des CP de l'huile à l'état frais est 11,5% ; cette valeur est supérieure à celle trouvée par *LOUNI (2016)* sur l'huile « Elio » qui a enregistré un taux de 7,5%.

L'évolution de la formation des composés polaires dans les bains durant le processus de friture est illustrée par la *figure 17*.

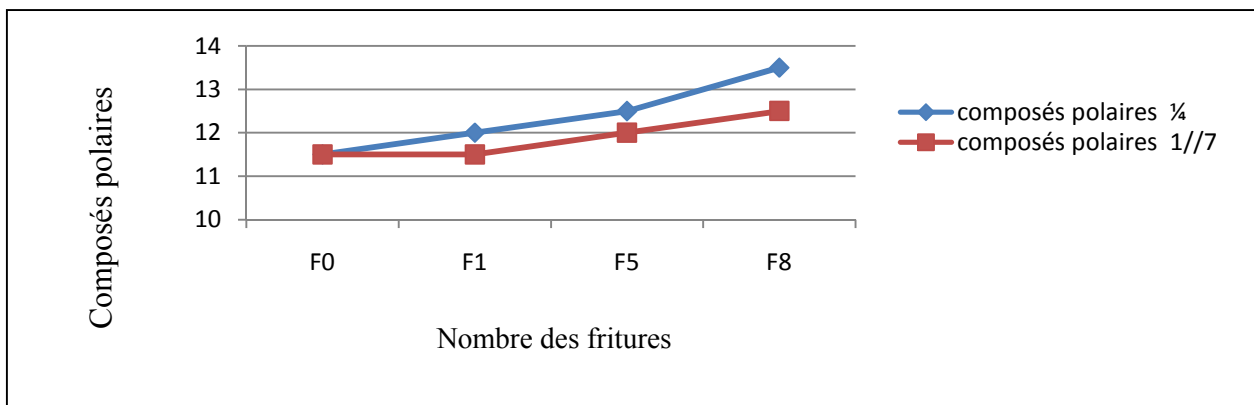


Figure 17: Évolution de la formation des composés polaires durant les fritures

D'après les résultats obtenus, nous constatons que le taux des CPT varie en fonction du nombre de cycles de friture ; on remarque une augmentation continue dans le taux, en allant de 12% à la 1^{ère} friture jusqu'à la valeur de 13,5% à la 8^{ème} friture pour le rapport ¼ et aussi pour le rapport 1/7 avec des valeurs 11,5% et 12,5% à la 1^{er} et 8^{ème} friture respectivement. Les pourcentages d'augmentation sont de 17,39% et 8,69% respectivement pour les rapports 1 / 4 et 1 / 7.

Cette augmentation est similaire à celle trouvée par *BOUHADAD et IMRAHENE (2018)* en utilisant l'huile « Labelle » ; les valeurs augmentent de 11,5% à la 1^{ère} friture jusqu'à 12,5% pour la 8^{ème} friture. Ces valeurs sont nettement inférieures à la norme (moins de 25%), ce qui permettrait d'utiliser cette huile dans d'autres cycles de fritures ; l'utilisation d'une friteuse électrique neuve pourraient expliquer la stabilité des deux huiles durant les processus de fritures.

La détérioration d'une huile de friture se traduit généralement par une augmentation de sa polarité (*JUÁREZ, 2011*). *CUVELIER et al., (2012)* ont rapporté que la composition chimique des huiles de friture est fortement affectée par la thermo-oxydation, ce qui se manifeste par l'apparition de composés néoformés responsables de la dégradation des caractéristiques organoleptiques.

Selon *MASSON et al. (1999)*, dans la législation européenne, le pourcentage maximal autorisé en composés polaires varie de 25% à 27% ; au-delà de ce seuil, l'huile est considérée impropre à la consommation, voire toxique. De ce fait, on pourrait considérer que l'huile «Elio» convient à la friture, dans la mesure où après huit cycles de fritures, son taux de composés polaires est conforme à la norme internationale.

Tableau XXIV : Résultats de l'ANOVA de la variable de composés polaires

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	6,609	15	0,441				
VAR.FACTEUR 1	5,172	3	1,724	110,333	0		
VAR.FACTEUR 2	0,766	1	0,766	49	0,00016		
VAR.INTER F1*2	0,547	3	0,182	11,667	0,00302		
VAR.RESIDUELLE 1	0,125	8	0,016			0,125	1,03%

L'analyse de la variance (*Annexe 17*), à deux facteurs (friture et rapport) montre une probabilité inférieure à 5% ($p\text{-value}=0<0,001$) pour facteur friture se qui signifie des différences hautement significatives, et une autre de ($p\text{-value}=0,00016<0,001$) pour facteur rapport se qui signifie des différences très hautement significatives, ce qui implique l'existence d'une influence sur l'huile de bain de friture par le facteur fritures. Le test de

NEWMANKEULS au seuil de signification de 5% fait apparaître de cinq groupes homogènes A, B, BC, C et D (*Annexe 18*).

III. Evolution des indices chimiques

Le tableau XXV englobe les résultats d'analyse chimique effectuée sur l'huile fraîche et les différents échantillons d'huiles prélevés des bains après chaque friture.

Tableau XXV : Résultats des indices chimiques :

	Nombre de fritures	Acidité	Indice de peroxyde	Indice d'iode	Indice de saponification
1/4	0	0,22	0,83	119,38	239,12±10,519
	1	0,22	1,33	100,45	225,10±3,520
	5	0,45	3,667	87,55	221,59±14,025
	8	0,67	4,5	80,57	213,88±2,1
1/7	0	0,22	0,83	119,38	239,12±10,519
	F1	0,22	1,33	83,36	235,61±2,805
	F5	0,37	1,67	79,1	230±3,505
	F8	0,37	2	71,48	219,48±8,415

Ces valeurs sont une moyenne de trois répétitions

III.1. L'acidité

L'acidité est un moyen de mesurer le degré d'altération hydrolytique d'une huile ; elle permet de mettre en évidence une hydrolyse. Néanmoins, cette hydrolyse ne prévoit pas le degré d'oxydation ou de polymérisation des AG. Elle renseigne juste sur le taux d'AGL présents dans une huile (*KPOVISSI et al., 2004*). Dans le processus d'hydrolyse, la molécule de TG réagit avec une molécule d'eau pour donner un AGL et un diacylglycérol (*GUPTA, 2005*).

Elle est souvent exprimée en quantité d'acide oléique. Elle renseigne principalement sur l'altération des TG suite à une hydrolyse chimique ou enzymatique dans les conditions propices (*ADRIAN et al., 1998*).

Selon *WASSEF* et *NAWAR* (1996), l'hydrolyse est la majeure réaction produite durant les fritures profondes due à la grande quantité d'eau libérée par l'aliment frit (pomme de terre) mais également aux hautes températures appliquées (180°C).

L'huile « Elio » fraîche utilisée dans notre étude a une acidité de 0,22% ; cette valeur est légèrement supérieure à la norme NA 1169 de 1990, établie à un maximum de 0,20%. Cette valeur est, aussi, supérieure à celle obtenue par *HAMOUCHE* et *SANAT*(2015) sur la même marque

Les résultats obtenus sur l'évolution de l'acidité des huiles de bains de fritures sont illustrés par la *figure 18*.

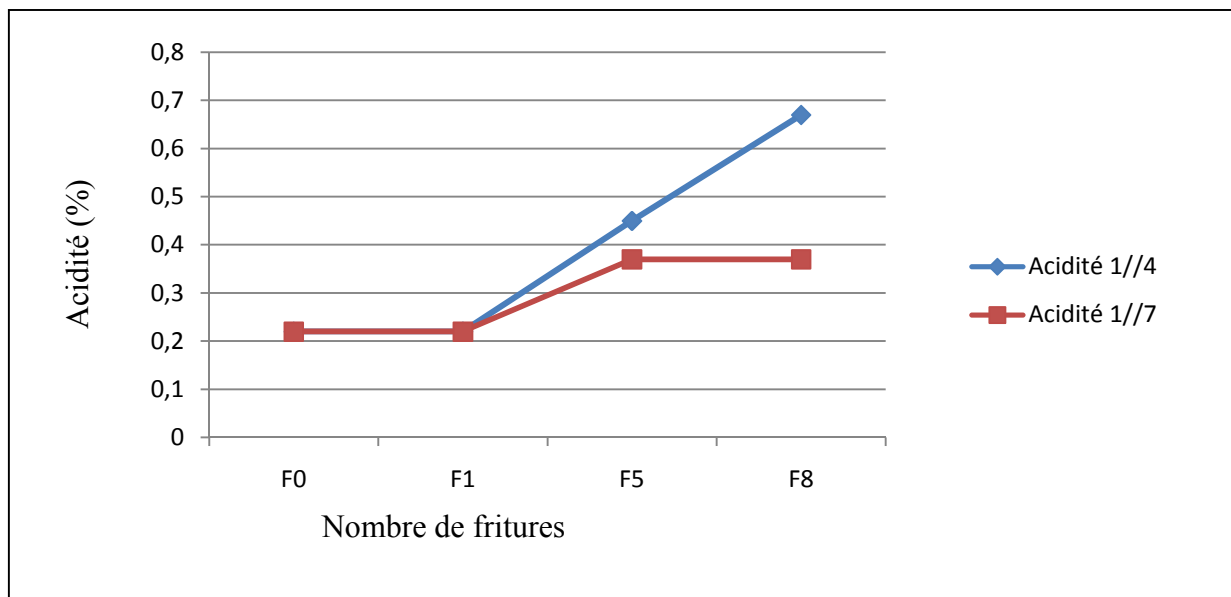


Figure 18 : Evolution de l'acidité de l'huile en fonction du nombre de fritures.

D'après la *figure 18*, durant les fritures l'intensité de l'acidification diffère entre les deux rapports ; les huiles des bains de fritures menées avec le rapport 1/4 s'hydrolysent plus rapidement que celles des bains de fritures menée avec le rapport 1/7. Les valeurs maximales enregistrées sont de 0,67 et 0,37 respectivement pour les rapports 1 / 4 et 1 / 7 avec un pourcentage d'augmentation est de 204,54% et 68,18% respectivement pour les deux rapports.

L'huile « Elio » fraîche utilisée dans notre étude a une acidité de 0,22% ; cette valeur est légèrement supérieure à celle établie par la norme (NA 1169 – 1990) requise avec un maximum de 0,20%. Toutefois, elle est aussi supérieure à celle obtenue par *HAMOUCHE* et

SANAT (2015) qui ont travaillé sur « *Elio* » avec un rapport de 1/23 et elles ont trouvées $F_0 : 0, 11, F_{20} : 0,30$ avec un pourcentage d'augmentation est de 172,72% qui est supérieur au pourcentage 1/7 et inférieur au 1/4.

Elles sont aussi proche a celle trouver par *BOUHADAD* et *IMRAHEN (2018)* qui ont travaillées sur « *Labelle* » et elles ont marquées pour les deux rapports, 1/7 : $F_0 : 0,18$ et $\frac{1}{4} : 0,16$.

L'augmentation de l'acidité des huiles des bains de friture observée dans notre étude peut être expliquée par le déroulement du processus hydrolytique durant les essais de fritures respectives ; elle est due à la libération continue d'AGL.

Cette élévation pourrait, également, être due aux conditions expérimentales ; le temps séparant la prise d'échantillons (3 min entre deux fritures), le temps d'une friture (8min et 30sec et 7min) la forte acidification 1 / 4 est justifier par l'augmentation du temps de cuisson qui est favorisé l'hydrolyse des TAG, ce qui a induit une accumulation des AGL et enfin le moment où l'analyse de ce paramètre est effectuée; il importe de signaler que la quantité des frites utiliser dans premier rapport 1/4 et plus importante à celle utiliser dans le rapport (1/7).

Tableau XXVI : Résultats de l'ANOVA de la variable d'acide

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	719068.2	23	31263.83				
VAR.FACTEUR 1	255272.9	3	85090.98	1980299	0		
VAR.FACTEUR 2	208521	1	208521	4852852	0		
VAR.INTER F1*2	255273.6	3	85091.2	1980304	0		8.66E-05
VAR.RESIDUELLE 1	0.688	16	0.043			0.207	8.66E-05

L'analyse de la variance (*Annexe 19*) a deux facteurs a révélé une différence très hautement significative au seuil de 5% ($p\text{-value}=0<0,05$) soit pour le nombre de fritures et aussi pour le facteur rapport et l'interaction pour ces deux rapports ce qui confirme l'influence de nombre de fritures et aussi le facteur rapport sur l'acidité. Cela est vérifié par le test de *NEWMAN-KEULS (Annexe 20)* au seuil de 5% regroupant les échantillons dans 3 groupes homogènes pour le nombre de fritures (A, B et C), 2groupes homogènes pour le factures rapport(A et B) et 3groupes homogènes pour l'interaction (A, B et C).

III.2. Indice de peroxyde

D'après *ROLLAND (2004)*, la mesure de l'oxydation d'un CG en temps réel se fait par la mesure de l'indice de peroxyde. Cet indice correspond au nombre de milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme de lipide susceptible d'oxyder l'iodure de potassium avec libération d'iode. Les AGL ont tendance à s'oxyder beaucoup plus rapidement surtout lorsqu'ils sont insaturés.

C'est pour quoi, l'acidification est accompagnée de l'oxydation. Par conséquent, la majorité des AG libérés par l'hydrolyse sont oxydés partiellement au cours de la friture en peroxyde, produits primaires d'oxydation instables visant à stabiliser leur énergie par l'arrachement d'un proton d'une molécule d'AG (*BONNEFIS, 2005*).

L'huile de marque « Elio » utilisée dans notre étude expérimentale a un indice de peroxyde de 0,83meq O₂/Kg ; cette valeur est inférieure à la norme fixée par le ISO 3960, soit une valeur maximale de 10 meq d'O₂ / kg d'huile. Cette huile est moins peroxydée que celle utilisée par *HAMOUCHE et SANAT (2015)*, ayant une valeur de 1,833meq O₂/Kg.

Durant les essais de friture, l'évolution de cet indice est illustrée par la *figure 19*.

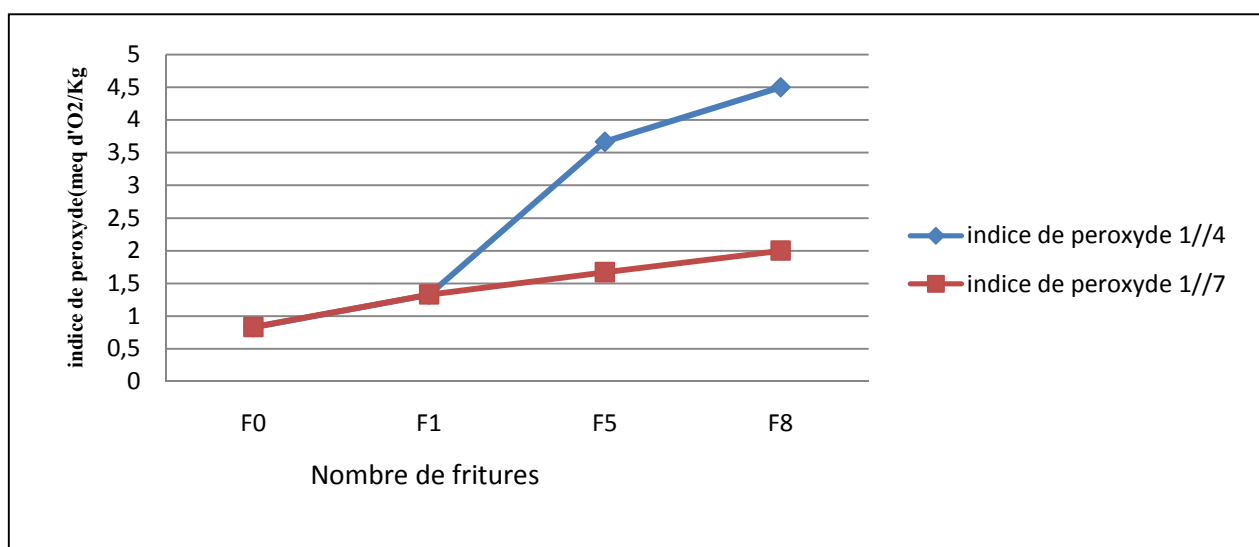


Figure 19 : Evolution d'indice de peroxyde en fonction de nombre de fritures.

D'après la *figure 19*, on constate que l'IP augmente de façon continue avec le déroulement du processus de fritures ; les valeurs maximales enregistrées à la 8^{ème} friture sont respectivement de 4,5 et 2 meq O₂/Kg avec un pourcentage d'augmentation est de 442,10% et 140,96% respectivement pour les rapports 1 / 4 et 1 / 7. On constate que les valeurs de l'IP obtenues sont nettement plus élevées dans le cas du rapport frites / huile fixé à 1/4 que

dans le cas du rapport 1/7 ; cette différence serait liée à la quantité de frites fraîches introduite dans la friteuse, ce qui a induit une plus forte oxydation par l'oxygène apporté et inclus dans la frite fraîche, ceci a généré un taux de radicaux de peroxyde plus élevé.

Nous résultats sont inférieurs à ceux trouvés par HAMOUCHE et SANAT (2015), soit 1,83 et 10,66meq O₂/Kg huile pour l'huile fraîche et la 20^{ème} friture pour la même marque « Elio » avec un pourcentage d'augmentation est de 482,51%, et elles sont nettement inférieure à celles trouvées par HIMED et MEZIANI (2015) soit 13 et 28meq O₂/Kg huile 1^{er} et 10^{ème} friture pour la marque « Fleurial » 100% tournesol. BOUHEDAD et IMRAHEN ont notée une valeur supérieur à la nôtre soit 4,5 meq O₂/Kg huile pour la 1^{er} friture et 8,167 meq O₂/Kg huile pour la 8^{ème} friture, pour une marque d'huile « Labelle » 100% soja. Cette augmentation s'explique par la formation des produits primaires : peroxydes et des AGPI par hydrolyse des triglycérides.

Tableau XXVII : Résultats de l'ANOVA de la variable d'indice de peroxyde.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	57.58	23	2.503				
VAR.FACTEUR 1	15.593	3	5.198	6.692	0.00397		
VAR.FACTEUR 2	16.667	1	16.667	21.459	0.00031		
VAR.INTER F1*2	12.893	3	4.298	5.534	0.0085		
VAR.RESIDUELLE 1	12.427	16	0.777			0.881	50.36%

L'analyse de la variance (*Annexe 21*) à deux facteurs (nombre de friture et rapport) a révélé une différence très hautement significative au seuil de 5% (p-value=0,00397/0,00031 <0,05) soit pour le nombre de fritures et aussi pour le facteur rapport et l'interaction pour ces deux rapports, ce qui confirme l'influence de nombre de fritures et aussi le facteur rapport sur l'indice de peroxyde. Cela est vérifié par le test de *NEWMAN-KEULS* (*Annexe 22*) au seuil de 5% regroupant les échantillons dans 2 groupes homogènes (A, B) pour le nombre de fritures, rapport et aussi pour l'interaction.

III.3. L'indice d'iode

L'indice d'iode indique le nombre de double liaisons ou le degré d'insaturation globale des lipides. Cet indice renseigne sur le degré d'oxydation des huiles et, donc, sur leur stabilité oxydative. Selon *KPOVISSI et al., (2004)*, les valeurs élevées de l'indice d'iode indiquent que ces huiles sont riches en AGI.

La valeur de l'indice d'iode enregistrée sur notre huile fraîche « Elio » est de 119,38gI₂/100g d'huile. Cette valeur est inférieure à la norme *Codex alimentarius de 1999*, qui exige une valeur comprise entre 124-139g d'I₂/100g d'huile, mais elle est inférieure à celle trouvées par HAMOUCHE et SANAT(2015) ayant trouvé 134,937gI₂/100g d'huile. Cette différence pourrait être due à la quantité de frites /l'huile et aussi aux conditions de stockage de ces huiles.

Durant les cycles de fritures menés avec cette huile, la figure 20 illustre l'évolution de ce paramètre.

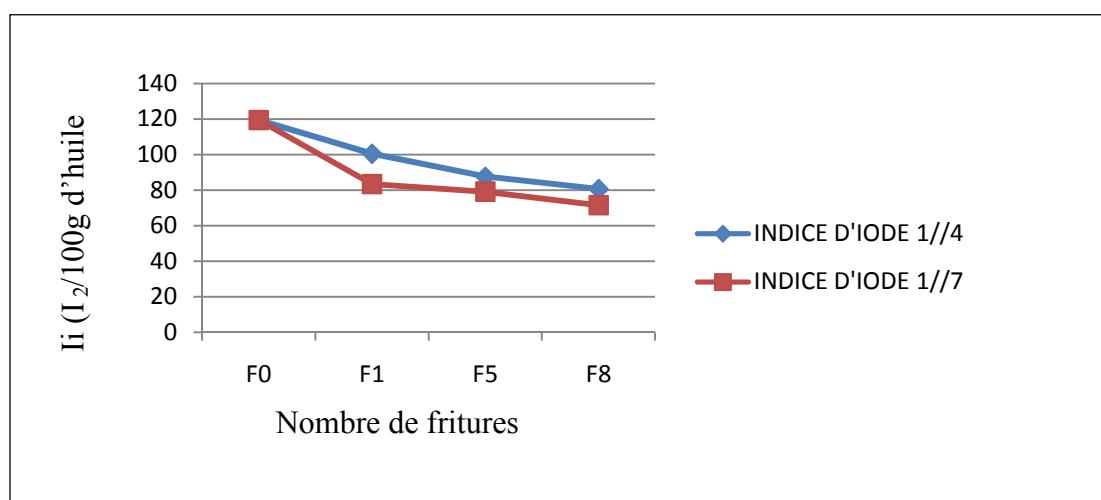


Figure 20: Evolution de l'indice d'iode en fonction du nombre de fritures.

Cet indice comme le montre la *figure 20*, diminue plus rapidement dans le rapport ¼ que dans le rapport 1/7 avec des valeurs qui chutent de 100,45gI₂/100 g et 80,57g I₂/100g respectivement à la 1^{ère} et 8^{ème} friture pour le rapport 1/4 ; de 83,36g I₂/ 100g et à 71,48g I₂/ 100g pour le rapport 1/7.

Le pourcentage de chute de cet indice est de -40,12% pour le rapport 1/7, tandis que celui du rapport ¼ est de -32,50%. Ceci montre que le rapport frite / huile affecte fortement le

niveau d'altération de l'huile qui sont inférieure à celle trouvées par HAMOUCHE et SANAT avec un pourcentage de chute -26,16%.

La diminution de l'indice d'iode est liée à la perte des liaisons éthyléniques des AGI suite à l'oxydation. Selon MILLER et WHITE (1988), cette diminution est attribuée à des réactions de polymérisation se produisant au cours du chauffage de l'huile. D'après GERTEZ, (2008), l'indice d'iode est inversement proportionnel au nombre de friture, par la formation des produits oxydés tout en diminuant le nombre de double liaison des chaînes grasses et degré d'insaturation d'huile.

Cette diminution a coïncidé avec l'augmentation des valeurs de l'indice de peroxyde ; l'oxygène moléculaire se fixe sur les doubles liaisons induisant la formation des peroxydes et par voie conséquence une diminution de nombre de double liaisons mis en évidence la chute de l'Ii. La diminution du degré d'insaturation des huiles de bains de friture semble être principalement due à la polymérisation thermique des chaînes grasses insaturées (GRANDGIRARD et JULLIARD, 1987).

La diminution d'indice d'iode dans le rapport 1/7, est plus élevée que le rapport 1/4, car dans le cas de 1/7 l'huile du bain est plus exposée à l'oxygène de l'air que dans le cas du rapport 1 / 4 où les frites fraîche ont presque « caché » l'huile du bain. Cette différence s'explique par la grande perte des doubles liaisons des AGI des bains de rapport 1/4, sous l'effet d'oxydation. La quantité de l'air apportée par les frites fraîche détermine le degré d'oxydation et polymérisation des AGPI, dans le rapport 1 / 4, le nombre de moles d'oxygène apportées est plus important, ce qui justifie le résultat obtenu.

Nos résultats sont nettement inférieurs à ceux obtenus par BOUHADAD et IMRAHENE (2018) qui sont travaillées sur (Labelle) ; ceux-ci ont enregistré des valeurs de 129.19gI₂/100g huile pour la 1^{ère} friture et de 112gI₂/100g huile pour la 8^{ème} friture pour le rapport ¼ et 117.38 à la 1^{er} friture, 111.11 à la 8^{ème} friture pour le rapport 1/7. Mais aussi nos résultats sont supérieurs à ceux obtenus par HIMED et MEZIANI (2015) qui sont travaillés sur « Fleurial » leurs valeurs notés sont de 55,045g I₂/100g à la 1^{er} friture et 45,394g I₂/100g à la 10^{ème} friture.

Tableau XXVIII : Analyse de la variance d'indice d'iode

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	8072,164	23	350,964				
VAR.FACTEUR 1	4193,678	3	1397,893	21,346	0,00001		
VAR.FACTEUR 2	1974,721	1	1974,721	30,154	0,00006		
VAR.INTER F1*2	855,957	3	285,319	4,357	0,02		
VAR.RESIDUELLE 1	1047,809	16	65,488			8,092	8,77%

L'analyse de la variance (*Annexe 23*), à deux facteurs (friture et rapport) montre une probabilité inférieure à 0.05 (p-value = 0,00001/0,00006 < 0,001) pour les deux facteurs (friture et rapport) ce qui implique l'existence d'une différence très hautement significative. Donc, l'indice d'iode est influencé par le nombre de friture.

Cela est vérifié au seuil de 5% avec le test de *NEWMAN-KEULS* (*Annexe 24*) qui fait apparaître 2 groupes homogènes pour le facteur rapport (A et B), 2 groupes homogènes pour le facteur nombre de fritures (A, B) et l'interaction avec 4 groupes homogènes (A, B, BC, C).

III.4. Indice de saponification

Dans notre étude, l'effet de la variation du rapport poids frites fraîches / volume d'huile de bain de friture sur la vitesse de détérioration de l'huile de marque « Elio » a été évalué. Ainsi, les rapports ¼ et 1/7 ont été retenus pendant huit cycles de friture.

L'indice de saponification est par définition la quantité en milligrammes de potasse nécessaire pour saponifier un gramme de CG. Cet indice renseigne sur la masse moléculaire moyenne des AG entrant dans la composition des huiles. Il est inversement proportionnel à la longueur des chaînes des AG estérifiant le glycérol (*ADRIAN et al.*, 1998).

La valeur de l'indice de saponification de l'huile « Elio » fraîche étudiée est de 239,12 mg de KOH/g. Cette valeur est largement supérieure à la norme fixée par le Codex Alimentarius 1999, soit 188-194 mg de KOH/g d'huile. Elle est également supérieure à celle trouvée par HAMAUCHE et SANAT (2015) ayant travaillé sur la même marque d'huile, dont la valeur enregistrée est de 192.583 mg de KOH/g d'huile.

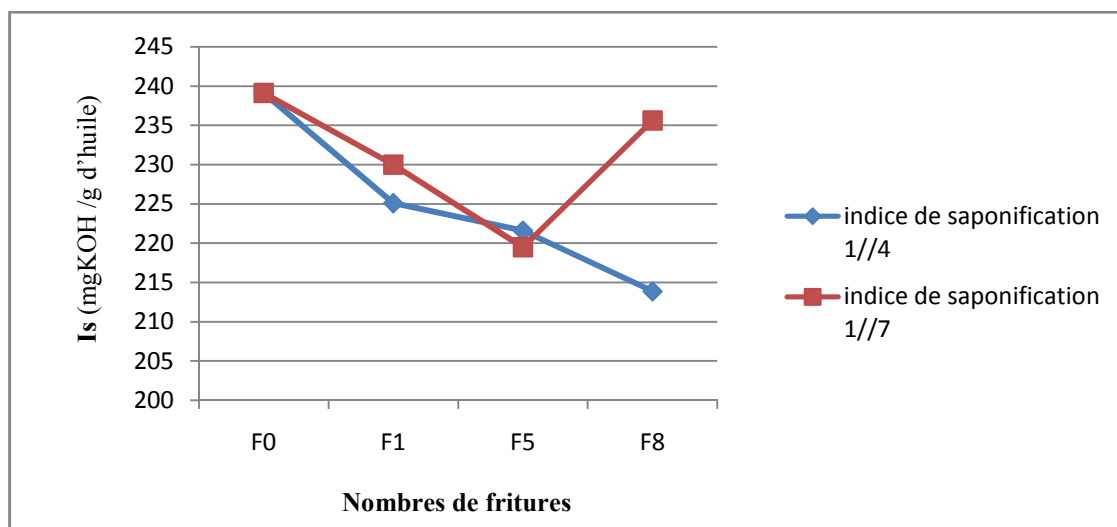


Figure 21: Effet du rapport poids frites fraîche / volume huile « Elio » pendant la friture,

Durant les essais de fritures, les valeurs de cet indice diminuent jusqu'à la 8^{ème} friture, pour le rapport $\frac{1}{4}$ avec des valeurs 225,1 et 213,88 respectivement 1^{er} et 8^{ème} fritures et de 230 et 219,48 pour le rapport $\frac{1}{7}$ respectivement 1^{er} et 5^{ème} friture.

Selon *PERRIN (1992)*, cette diminution est due à la formation des polymères par le pontage intermoléculaire de TG oxydés. Il ressort de notre étude que le pourcentage de chute est de -10,55% et -1,44% respectivement $\frac{1}{4}$ et $\frac{1}{7}$. En effet, le pourcentage de diminution le plus élevé est obtenu avec le rapport $\frac{1}{4}$.

HAMOUCHE et SANAT (2015) ont noté des valeurs d'IS de 192,817meqKOH/g huile à la 1^{er} friture jusqu'à 175,82meqKOH/g huile à la 20^{ème} friture sur la même huile (20% tournesol et 80% soja) pour un rapport de $\frac{1}{23}$ avec un pourcentage de chute de -9,74%.

Nos résultats sont supérieurs à ceux trouvés par BOUHADAD et IMREHANE (2018) ayant travaillé sur l'huile « Labelle » ; les valeurs notées sont de 190,96meqKOH/g huile à la 1^{er} friture jusqu'à 185,427meqKOH/g huile pour un rapport $\frac{1}{4}$.

Selon *RAFIK, (1986)*, cette diminution est due à l'augmentation des chaînes hydrocarbonées des AG. En effet, il a été montré qu'une diminution de cet indice indique la formation de polymères par le pontage inter moléculaire des triglycérides oxydés (*PERRIN, 1992*).

Tableau XXIX : analyse de variance d'indice de saponification.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	2313,107	15	154,207				
VAR.FACTEUR 1	661,589	3	220,53	1,678	0,24786		
VAR.FACTEUR 2	54,317	1	54,317	0,413	0,54381		
VAR.INTER F1*2	545,585	3	181,862	1,383	0,31643		
VAR.RESIDUELLE 1	1051,615	8	131,452			11,465	5,03%

L'analyse de la variance (*Annexe 25*), à deux facteurs (friture et rapport) montre une probabilité supérieur à 0.05; (p-value = 0,368); ce qui implique l'existence d'une différence non significative. Entre huile fraîche et huiles des bains ou entre deux rapports.

Conclusion

L'objectif de cette thématique consiste à évaluer l'effet du niveau d'altération d'une huile végétale raffinée 80% soja et 20% tournesol (Elio) en fonction de la quantité de frites fraîches introduites dans une friteuse électrique. A cet effet, pour un même volume d'huile, deux quantités différentes de pommes de terre ont été fixées, donnant des rapports frites fraîches / huile différents. Le premier ratio est de 1 / 4 et le second est de 1 / 7.

Le nombre de fritures retenu est de huit ; des échantillons du 1^{er}, 5^{ème} et 8^{ème} bain de friture ont été prélevés et ont fait l'objet de diverses analyses afin d'évaluer leurs degrés d'altération physico-chimique et organoleptique.

Il ressort de la lecture des résultats obtenus, une altération plus poussée de ces échantillons dans le cas du rapport frites / huile de 1 / 4. La couleur des bains de fritures commence à s'assombrir plus tôt, soit au 7^{ème} cycle, alors que pour le rapport 1 / 7, le changement de la couleur n'a été observée qu'à partir de 8^{ème} cycle.

Sous l'effet de la chaleur et de l'eau apportée par les tranches de la pomme de terre fraîche, les réactions d'hydrolyse sont intenses dans le cas du rapport 1/4, ce qui a fait augmenter grandement l'acidité des bains de fritures ; les acidités maximales sont respectivement de 0.67% et 0.37% pour les rapports 1 / 4 et 1/7.). De même pour le degré de peroxydation, les valeurs maximales atteintes sont respectivement de 4.5 et 2.

La diminution de l'indice de saponification lors des fritures a été de 239.12 à 213.88 pour le rapport 1/4 et de 239.12 à 230 pour le 1/7 avec un pourcentage de diminution -10.55% et -1.44% respectivement pour les deux rapports 1/4 et 1/7 ce qui indique une polymérisation des AG et TG oxydés par pontage intermoléculaire et par conséquence allongement des chaînes hydrocarbonées des AG. Aussi la diminution d'indice d'iode 119.38 à 80.5 pour le rapport 1/4, et de 119.38 à 71.48 pour le rapport 1/7 avec un pourcentage de diminution -32.50% et -40.12% respectivement pour les deux rapports 1/4 et 1/7. Enfin, les taux de composés polaire sont augmentés de 11.5 à 13.5 pour le 1/4 et de 11.5 à 12.5 pour le rapport 1/7.

D'après l'ensemble des résultats obtenus sur les divers huiles de bains de fritures, nous suggérons de n'introduire qu'une faible quantité de frites fraîche dans un grand volume d'huile afin de limiter au maximum l'ampleur de l'altération de cette huile raffinée et par conséquent préserver au mieux la santé du consommateur.

Références bibliographiques :

A

- ✓ **APFELBAUM M. et ROMON M. (2004).** Diététique et nutrition. 6ème Edition. Masson, Paris.
- ✓ **APFELBUM M., ROMAIN M. et DUBUS M. (2009).** Diététique et nutrition. 7ème édition. Masson, Paris. pp : 321 – 334.
- ✓ **ANONYME3. (2002).** Tournesol oléique, www.prolea.com
- ✓ **ALIAS C., LINDEN G. et MICLO L. (2003).** Biochimie alimentaire. 5^{ème} Edition de l'abrégé. Edition : Dunod, Paris.
- ✓ **ANONYME 2. (2009).** règles d'or de la friture. Unilever Suisse, nutrition. In : www.unilever.com. AAAa
- ✓ **ANONYME 2, (2010).** Sciences et Techniques des Aliments, Soumis par M. EL ATYQY la mer, 15/12/2010, Accès internet : [http:// www.azaquar.com](http://www.azaquar.com).
- ✓ **ADRIAN J., DAN VILLIER P. et POTUS J. (1998).** Introduction à l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaire. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 47 –171.
- ✓ **ANTOLOVICH M., PRENZLER P. D., PATSALIDES E., MCDONALD S. et ROBARDS K.(2002).** Methods for testing antioxidant activity. *Analyst*. **PP:** 127, (1), 183-198.
 - ✓ **ANONYME 1, (2006).** Norme commerciale applicable à l'huile d'olive et à l'huile de grignons d'olive, COI/T.15/NC n° 2/Rév. 10, 2001.

B

- ✓ **BONNEFIS C.S. (2005).** Effets biologiques des peroxydes et approche de la participation des aliments composés à leur apport chez le chien et le chat. Thèse de doctorat. Université Paul-Sabatier de Toulouse, France.
- ✓ **BOURAS F.Z et HOUCHI A. (2013).** Etude de l'activité antioxydant de la plante *rumex vesicarius*. Mémoire master académique. Université KASDI MARBAH OURGLA Faculté des sciences et technologie et science de la matière.
- ✓ **BOYD B. , FORD C., KOEPKE MICHAEL C, GARY K , HORN E , MCANALLEY S, et MCANALLEY B.(2003)** . Étude pilote ouverte de l'effet antioxydant

d'Ambrotose AOTM sur des personnes en bonne santé. *Glycoscience and nutrition* .4(6). PP:7.

✓ **BEN TEKAYA.I et HASSOUNA M. (2007)**. Effets des chlorophylles, de la beta carotène, de l'alpha tocophérol, du tyrosol et de leurs interactions sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive tunisienne ; OCL Vol 14 N° 1.

C

✓ **CHAZAN J.B. et SZULC M. (1987)**.Free radicals and vitamin E, *Cah. Nutr. Diet.* V.2266-70.

✓ **CODEX ALIMENTARIUS, (1999)**. Norme pour les huiles végétales portant un nom spécifique. CODEX STAN 210-1999.

✓ **CHEUNG S. et TAI J. (2007)**. Anti-proliferative and antioxidant properties of rosmarinyl *Rosmarinus officinalis*. *Oncology reports*, 17(6), pp: 1525 – 1531.

✓ **CODEX-ALIMENTARIUS, (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.

✓ **CLAUDE LERAY, (2013)**. Les lipides nutrition et santé.(huile de soja page 25, huile de tournesol page 27/28).

✓ **CORONGIU F. P., BANNI S. et LESTER P. (1994)**.Detection of conjugated dienes by second derivative ultraviolet spectrophotometry. In: *Methods in Enzymology*. Academic Press, pp: 303– 310.

D

✓ **DOBARGANES M.C. et MARQUEZ-RUIZ G. (1998)**. Dimeric and higher oligomeric triglycerides. In: Perkins, E.G., Erickson, M.D. (Eds.), *deep frying. Chemistry, Nutrition and Practical Applications*. AOCS Press, Illinois, pp: 89–111.

✓ **DRONNE Y. (2001)**. Les marchés oléagineux de l'Europe dans le contexte international. OCL. N° 3, Vol 8, pp : 183-190.

✓ **DEBY-DUPONT G. (2005)**. L'oxygène et la vie : Tome1-Initiation au métabolisme de l'oxygène. Université de Liège, Belgique.

✓ **DELACHARLERIE M., BIOURGE S., SINDIC S., CHENE M. et DEROANNE C. (2008)**. HACCP organoleptique. In : *guide pratique*. Presses agronomiques. Gembloux, p.59-62.

E

- ✓ **EYMARD S. (2003).** Mise en évidence et suivie de l'oxydation des lipides au cours de la conservation et de la transformation de chichard (*Trachurus trachurus*) : Choix des procédés. Thèse de doctorat, université de Nantes, France.

F

- ✓ **FRANKEL E.N., 1998.** Antioxidants in lipids and their impact on the food quality. 1996. Food chemistry 57. P: 51-55.
- ✓ **FARHOOSH R. et TAVASSOLI-KAFRANI M.H. (2010).** Polar compounds distribution of sunflower oil as affected by unsaponifiable matters of Bene hull oil (BHO) and tertiary-butylhydroquinone (TBHQ) during deep-frying. Food Chemistry, vol.122, pp: 381 – 385.
- ✓ **FREDOT E. (2005).** Connaissance des aliments : base alimentaire et nutritionnelle de la diététique. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 296-320.
- ✓ **FRENOT M ; et VIERLING E. (2001).** Biochimie des aliments : Diététique du sujet bien portant. 2^{eme} édition : Doin éditeur. PP: 79-94.

G

- ✓ **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.
- ✓ **GERMAN J.B. et KINDELLA 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, F.I.A.A. from June. pp: 125 – 135.
- ✓ **GRANDGIRARD A. et JULLIARD F. (1987).** Corps gras. Rev. Fse, (34). pp: 213 – 219.
- ✓ **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.
- ✓ **GUPTA M. K. (2005).** Frying oils. Bailey's industrial oil and fat products. 6^{ème} édition. John Wiley & Sons, Inc. pp : 1 – 23.
- ✓ **GUILLEN M.D. et URIARTE P.S. (2011).** A very simple, fast, and non-destructive approach to predict the time at which edible submitted to high temperature reach the established limits of safety. Food Chemistry, vol. 127, pp: 802-806.
- ✓ **GRAY J. (1978).** Measurement of lipid oxidation. Journal of the American oil chemist's Society. Vol. 55 (6), pp: 539 – 546.

H

- ✓ **HALLAL Z. (2011).** Contribution à l'étude des propriétés antibactériennes et antioxydants de certaines huiles essentielles extraites des Citrus. Application sur la sardine (*Sardina pilchardus*). Mémoire de Magister, Université Mouloud Mammeri De Tizi-Ouzou.

J

- ✓ **JUDDE A, VILLENEUVE P, et al (2004).** Antioxidant effect of soy lecithins on vegetable oil stability and their synergism with tocopherols. JAOCS, 2003 ; vol. 80, n° 11
- ✓ **JOTTERAND C. et KIZIRIAN N.** Les acides gras oméga 3 et oméga 6: pourquoi sont-ils essentiels ? Haute école de santé Genève, 2007, 1-7.
- ✓ **Jean-Pierre Poisson, Michel Nacer. (2003).** Chapitre I, VII . In : Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 1.pp 252.
- ✓ **JUÁREZ M.D.(2011).** Degradation in soybean oil, sunflower oil and partially hydrogenated fats after food frying, monitored by conventional and unconventional methods. Food Control, vol.22, pp: 1920 – 1927.

K

- ✓ **KANSCI G. (2010).** Effet du chauffage continu sur la qualité nutritionnelle et les composés néoformés des chips de banane / plantain préparés par les petits producteurs au Cameroun. In : 2ème journées Scientifiques du Réseau de Chercheurs GP3A de l'Agence Universitaire de la Francophonie, Université Laval). Génie des Procédés Appliqué à l'Agro-alimentaire Québec, Canada, p : 45.
- ✓ **KPROVIESSI D.S., GEORGE C., ACCROMBESSI., KOCHOOH C., MOHAMED M., SOUMANAU et MOUDACHIROU M. (2004).** Propriétés physicochimiques et compositions de l'huile non conventionnelle de pourghère (*Jatropha-curca*) de différentes régions du Benin, (7).pp : 1007 – 1012.
- ✓ **KARLESKIND A. (1992).** T1. Principaux constituants chimiques des corps gras. Ed Lavoisier : 95p, 358p.

L

- ✓ **LISU W., JUI-HUNG Y., HSIAO-LING L. et WUL M.J. (2003).** Antioxidant effect of methanol extracts from Lotus Plumule and Blossom (*Nelumbonucifera* Gertn). Journal of food and Drug Analysis. 11(1): 60-66.
- ✓ **LABOURET P. (2005).** Les huiles alimentaires. Vegetal oils: The different advantages of different oils in health, pp : 1– 6.
- ✓ **LINDEN G ; LORIENT D. (1994).** Biochimie agro-industrielle. Edition : Masson, Paris. pp : 90 – 100.

M

- ✓ **MAZOYER M. (2002).** Larousse agricole. Edition : Larousse, pp : 458 – 626.
- ✓ **MOHTADJI LAMBOLLAIS.et CORINE (1989).** Les corps gras. In : Les aliments. Paris : Moline. pp : 93.
- ✓ **MERRIEN A. (1992).** *Tournesol.* In : *Manuel des corps gras. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 116-122.*
- ✓ **MILLER L.A. et WHITE P.J.(1988).** High temperature stabilities of lowlinolenate, highstearate and commonsoybean oils.J.A.O.C.S.VOL 8, pp: 1324-1326.
- ✓ **MECLEMENTS D. J., DECKER E., DAMODARAN S., PARKIN K. et FENNEMA O. R. (2007).** Lipids. In *Fennema's Food Chemistry*, Fourth ed., Eds. CRC Press: New York,

- ✓ **MASSON L., ROBERT P., LGOURIETA M., ROMERO N. et ORTIZ J. (1999).** Fat deterioration in deep fat frying of “French fries” potatoes at restaurant and food shop sector,50, pp:460 – 468.
- ✓ **MIGNOLET G., (1968) :** Technologie des aliments. Ed. Pantyn ; Bruxelles ; pp 78-79.

O

- ✓ **OLLE M. (2002).**Analyse des corps gras. Direction générale de la concurrence, de la consommation et de la répression des fraudes. Laboratoire interrégional de Montpellier. Techniques d’ingénieur. Traité analyse et caractérisation. pp : 2-15.
- ✓ **Olivier Vitrac et Grilles Trystram (2003).** Chapitre XII, procédure de friture et produits frits. In : lipide et corps gras alimentaires, TCE&DOC .pp :231-267.

P

- ✓ **PRIOR E. (2003).** Usage des corps gras alimentaires dans différents secteurs de la technologie alimentaire. In : Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 147-179.
- ✓ **PERRIN J.L. (1992).** Évolution des corps gras au cours de leur utilisation alimentaire. In : Manuel des corps gras. Edition : Tec et Doc. Lavoisier. Paris. PP: 1015-1031.
- ✓ **PERRIN J.L. (1992).** Analyse des corps gras. Détermination de l’altération. In : Manuel des corps gras. Tome 2. Edition : Tec et Doc, Lavoisier, Paris. PP: 1198-1216.
- ✓ **POKORNY J. (2003).** Problème de stabilité des produits alimentaires liés à la présence des lipides. In : Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. PP : 51-74.
- ✓ **POUZET A. (1992).** *Manuel des corps gras. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris.*

R

- ✓ **ROLLAND H. (2004).** Antioxydants naturels végétaux, OCL VOL. 11 N° 6.
- ✓ **ROBERFROID M.B., COXAM V. et DELZENNE N. (2008).** Aliments fonctionnels. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 186-195

S

- ✓ **SANCHEZ-GIMENO A.C., NEGUERUELA A.I., BENITO M. et VECET R.O. (2008).** Some physical changes in Aragon extra virgin olive oil during frying process. Food chemistry, (110), pp: 654 – 658.

V

- ✓ **VANSANT G. (2004)** radicaux libres et antioxydants: principe de base .symposium «Antioxydants et, alimentation » Institut Danone.
- ✓ **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.

W

- ✓ **WASSEF W. et NAWAR N. (1996).** Lipids. In: Food chemistry. 3^{ème} édition: Owen R. Fennema. pp: 225 – 304
- ✓ **WOLFF J.P. (1991).** Analyses et dosage des lipides. In : techniques d'analyses et de contrôle dans les industries agro-alimentaires. MULTON.A. Edition : Tec et Doc, Lavoisier, Paris, 450p.
- ✓ **WIBOUT A. (1986).** Le livre des produits alimentaires. Edition : MAX BREZOL.

I. Indices chimiques

Annexe 1 : Détermination de l'acidité

Réactifs

- Ethanol 96%
- Solution d'hydroxyde de potassium dans l'éthanol (0,1N).
- Phénolphtaléine : solution 10 g/l dans l'éthanol à 96%.

Mode opératoire

- Dissoudre une prise d'essai (1,25g) dans 12,5 ml du l'éthanol.
- Ajouter quelques gouttes de la solution de phénolphtaléine.
- Titrer en agitant avec la solution d'hydroxyde de potassium jusqu'au virage de l'indicateur (coloration rose persistante) durant au moins 10 secondes.

Annexe 2 : Détermination de l'indice de peroxyde

Réactifs

- Chloroforme (CHCl_3).
- Acide acétique (CH_3COOH).
- 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 un Erlen Meyer.
- Ajouter 10ml de chloroforme et 15 ml d'acide acétique.
- Puis 1 ml de la solution d'iodure de potassium (1 ml d'eau distillée \longrightarrow 0,5 ml de KI).
- Boucher aussitôt l'Erlen Meyer

- Agiter pendant une minute et laisser à l'abri de lumière
- Ajouter 75 ml 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 V_0 le volume de thiosulfate de sodium à 0,01N.

Annexe 3 : Détermination de l'indice d'iode

Réactif

- Thiosulfate de sodium à 0,1N.
- Empois d'amidon.
- Iode alcoolique à 0,2N.
- Ethanol à 96%.

Mode opératoire

- Peser 0,2g d'huile dans un ballon
- Ajouter à cette dernière 10ml d'éthanol ; puis 10ml d'iode alcoolique (0,2N) ; et 30ml d'eau distillée.
- Agiter énergétiquement pendant 5 mn et placer le ballon à l'abri de la lumière pendant 30 mn environ.
- Titrer la solution par le thiosulfate de sodium jusqu'à l'apparition de la coloration jaune.
- Ajouter à la solution 1ml d'amidon à 1% pour avoir une coloration bleue foncée.
- Continuer à titrer la solution par le thiosulfate de sodium jusqu'à la disparition de la coloration bleue.
- Effectuer de la même façon un essai à blanc.

Annexe 4 : Détermination de l'indice de saponification

Réactifs

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

Mode opératoire

- Peser 2g d'huile et les introduire dans un ballon à col rodé.
- Ajouter 25ml de potasse alcoolique (KOH) à 0,5N.
- Porter à ébullition sous réfrigérant à reflux (avec un régulateur d'ébullition), pendant une heure, en agitant de temps en temps.
- Titrer l'excès d'alcalis de KOH avec l'acide chlorhydrique 0,5N en présence de phénolphtaléine jusqu'à la décoloration complète.
- Faire un essai à blanc dans les mêmes conditions.

II. Indices physiques

Annexe 5 : Détermination de l'extinction spécifique dans l'ultraviolet

Appareillage

- Spectrophotomètre UV/VIS-9200 avec possibilité de lecture pour chaque unité nanométrique.
- Cuve en quartz de 1cm d'épaisseur.
- Béchers.

Réactifs

- Hexane pure.

Mode opératoire

- Dissoudre 0,1g d'huile dans 10ml d'hexane pur

-Réglage de spectrophotomètre à 232nm et à 270nm

-Introduire les cuves à spectrophotomètre remplis, le blanc (hexane pur) puis les échantillons préparer un par un.

Annexe 6 : Détermination de la densité

Appareillage

-Balance de précision

-Bécher de 50ml

-Pipette de 10ml

Mode opératoire

-Prélever à l'aide d'une pipette graduée 10ml d'huile.

-Les verser dans un bécher de 50ml 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 les autres échantillons.

-Refaire de nouveau l'expérience avec de l'eau distillée.

Annexe 7 : Détermination de la viscosité

Mode opératoire

-Remplir le viscosimètre à bille de l'huile à analysée

-Vérifier l'absence des bulles d'air à l'intérieur de viscosimètre

-Chronométrer le temps nécessaire pour que la bille travers les deux traits indiqués sur le viscosimètre

Annexe 8 : Mesure des composés polaires totaux

❖ Matériel

- Plaque chauffante
- Bain marine
- Testo 270

❖ Mode opératoire

- Chauffer les échantillons d'huiles à une température comprise entre 40 et 210°C ;
- Allumer l'appareil, et plonger le capteur de celui-ci dans l'huile chaude de telle façon que les trous d'aération soient complètement couverts ;
- Tenir le Testo 270 dans l'huile à un angle d'environ 45°C afin l'air puisse s'échapper ;
- La lecture de pourcentage en PCT est notée à la stabilisation de la température qui s'affiche en parallèle (environ 5 secondes).

Annexe09 : Analyse de variance de la viscosité :

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	719068,2	23	31263,83				
VAR.FACTEUR 1	255272,9	3	85090,98	1980299	0		
VAR.FACTEUR 2	208521	1	208521	4852852	0		
VAR.INTER F1*2	255273,6	3	85091,2	1980304	0		
VAR.RESIDUELLE 1	0,688	16	0,043			0,207	8,66E-05

Annexe 10 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5% de la viscosité

Facteur1 : F1*2 rapport-nombre de friture

F1 F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES		
1.0 1.0	f0 RP1	2487,083	A		
3.0 2.0	f5 RP2	2486,75	A		
2.0 2.0	f1 RP2	2486,75	A		
4.0 2.0	f8 RP2	2486,75	A		
2.0 1.0	f1 RP1	2486,75	A		
1.0 2.0	f0 RP2	2486,75	A		
3.0 1.0	f5 RP1	2238,075		B	
4.0 1.0	f8 RP1	1989,4			C

Facteur2 : rapport

F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
2.0	RP2	2486,75	A	
1.0	RP1	2300,327		B

Facteur3 : Nombre de friture

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES		
1.0	f0	2486,917	A		
2.0	f1	2486,75	A		
3.0	f5	2362,412		B	
4.0	f8	2238,075			C

Annexe 11 : analyse de la variance de la densité

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,02	23	0,001				
VAR.FACTEUR 1	0,007	3	0,002	4,598	0,01665		
VAR.FACTEUR 2	0,002	1	0,002	4,965	0,03878		
VAR.INTER F1*2	0,003	3	0,001	2,023	0,15028		
VAR.RESIDUELLE 1	0,008	16	0			0,022	2,52%

Annexe 12 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5% de la densité**Facteur1 : nombre de friture**

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
2.0	F1	0,897	A	
1.0	F0	0,877	A	B
4.0	F8	0,87	A	B
3.0	F2	0,85		B

Facteur2 : rapport

F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
1.0	RP1	0,883	A	
2.0	RP2	0,863		B

Annexe 13 : Analyse de la variance de l'UV(E232nm)

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,048	15	0,003				
VAR.FACTEUR 1	0,033	3	0,011	87,142	0,00001		
VAR.FACTEUR 2	0,003	1	0,003	23,951	0,00131		
VAR.INTER F1*2	0,011	3	0,004	27,9	0,00021		
VAR.RESIDUELLE 1	0,001	8	0			0,011	0,40%

Annexe 14 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5% de l'UV(232)

Facteur1 : rapport-nombre de friture

F1 F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
3.0 2.0	f5 RPR2	2,903	A	
4.0 2.0	f8 RPR2	2,896	A	
4.0 1.0	f8 RPR1	2,885	A	
1.0 1.0	f0 RPR1	2,788		B
3.0 1.0	f5 RPR1	2,788		B
2.0 2.0	f1 RPR2	2,786		B
2.0 1.0	f1 RPR1	2,786		B
1.0 2.0	f0 RPR2	2,771		B

Facteur2 : rapport

F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
2.0	RPR2	2,839	A	
1.0	RPR1	2,811		B

Facteur3 : nombre de friture

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES		
4.0	f8	2,89	A		
3.0	f5	2,845		B	
2.0	f1	2,786			C
1.0	f0	2,779			C

Annexe 15 : Analyse la variance de l'UV (270nm)

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,879	15	0,059				
VAR.FACTEUR 1	0,227	3	0,076	8,741	0,00699		
VAR.FACTEUR 2	0,353	1	0,353	40,736	0,00027		
VAR.INTER F1*2	0,23	3	0,077	8,856	0,00673		
VAR.RESIDUELLE 1	0,069	8	0,009			0,093	4,15%

Annexe 16 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5% de l'UV(270)

Facteur1 : rapport-nombre de friture

F1 F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
3.0 2.0	f5 RPR2	2,512	A	
2.0 2.0	f1 RPR2	2,433	A	
4.0 2.0	f8 RPR2	2,343	A	
2.0 1.0	f1 RPR1	2,325	A	
4.0 1.0	f8 RPR1	2,303	A	
1.0 2.0	f0 RPR2	2,272	A	
1.0 1.0	f0 RPR1	1,872		B
3.0 1.0	f5 RPR1	1,872		B

Facteur2 : rapport

F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
2.0	RPR2	2,39	A	
1.0	RPR1	2,093		B

Facteur3 : nombre de friture

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
2.0	f1	2,379	A	
4.0	f8	2,323	A	
3.0	f5	2,192	A	B
1.0	f0	2,072		B

Annexe 17 : Analyse de la variance des composés polaires

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	6,609	15	0,441				
VAR.FACTEUR 1	5,172	3	1,724	110,333	0		
VAR.FACTEUR 2	0,766	1	0,766	49	0,00016		
VAR.INTER F1*2	0,547	3	0,182	11,667	0,00302		
VAR.RESIDUELLE 1	0,125	8	0,016			0,125	1,03%

Annexe 18 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5% de composés polaires

Facteur 1 : rapport- nombre de fritures

F1 F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES			
4.0 1.0	F8 RPA1	13,5	A			
4.0 2.0	F8 RPA2	12,5		B		
3.0 1.0	F5 RPA1	12,25		B	C	
3.0 2.0	F5 RPA2	12			C	
2.0 1.0	F1 RPA1	12			C	
2.0 2.0	F1 RPA2	11,5				D
1.0 2.0	F0 RPA2	11,5				D
1.0 1.0	F0 RPA1	11,5				D

Facteur2 : rapport

F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
1.0	RPA1	12,313	A	
2.0	RPA2	11,875		B

Facteur3 : nombre de fritures

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES			
4.0	F8	13	A			
3.0	F5	12,125		B		
2.0	F1	11,75			C	
1.0	F0	11,5				D

Annexe 19 : Analyse de la variance de l'acidité

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,613	23	0,027				
VAR.FACTEUR 1	0,401	3	0,134	30,349	0		
VAR.FACTEUR 2	0,052	1	0,052	11,856	0,00336		
VAR.INTER F1*2	0,089	3	0,03	6,697	0,00396		
VAR.RESIDUELLE 1	0,071	16	0,004			0,066	19,34%

Annexe 20 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5% de l'acidité

Facteur1 : rapport-nombre de fritures

F1 F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES		
4.0 1.0	f8 RP1	0,67	A		
3.0 1.0	f5 RP1	0,45		B	
3.0 2.0	f5 RP2	0,373		B	C
4.0 2.0	f8 RP2	0,373		B	C
2.0 2.0	f1 RP2	0,22			C
1.0 2.0	f0 RP2	0,22			C
2.0 1.0	f1 RP1	0,22			C
1.0 1.0	f0 RP1	0,22			C

Facteur 2 : rapport

F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
1.0	RP1	0,39	A	
2.0	RP2	0,297		B

Facteur3 : nombre de fritures

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES		
4.0	f8	0,522	A		
3.0	f5	0,412		B	
1.0	f0	0,22			C
2.0	f1	0,22			C

Annexe 21 : Analyse de la variance de l'indice de peroxyde

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	57,58	23	2,503				
VAR.FACTEUR 1	15,593	3	5,198	6,692	0,00397		
VAR.FACTEUR 2	16,667	1	16,667	21,459	0,00031		
VAR.INTER F1*2	12,893	3	4,298	5,534	0,0085		
VAR.RESIDUELLE 1	12,427	16	0,777			0,881	50,36%

Annexe 22 : Test de NEWMAN-KEUILS au seuil=5%de l'indice de peroxyde

Facteur1 : rapport-nombre de fritures

F1 F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
4.0 1.0	F8 RP1	4,5	A	
3.0 1.0	F2 RP1	3,667	A	
2.0 1.0	F1 RP1	1,333		B
4.0 2.0	F8 RP2	1,033		B
3.0 2.0	F2 RP2	0,933		B
2.0 2.0	F1 RP2	0,867		B
1.0 1.0	F0 RP1	0,833		B
1.0 2.0	F0 RP2	0,833		B

Facteur2 : rapport

F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
1.0	RP1	2,583	A	
2.0	RP2	0,917		B

Facteur3 : nombre de friture

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
4.0	F8	2,767	A	
3.0	F2	2,3	A	
2.0	F1	1,1		B
1.0	F0	0,833		B

Annexe 23 : Analyse de la variance de l'indice d'iode

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	8072,164	23	350,964				
VAR.FACTEUR 1	4193,678	3	1397,893	21,346	0,00001		
VAR.FACTEUR 2	1974,721	1	1974,721	30,154	0,00006		
VAR.INTER F1*2	855,957	3	285,319	4,357	0,02		
VAR.RESIDUELLE 1	1047,809	16	65,488			8,092	8,77%

Annexe 24: Test de NEWMAN-KEUILS au seuil=5% de l'indice d'iode

Facteur1 : rapport-nombre de fritures

F1 F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES		
1.0 1.0	f0 RP1	119,38	A		
3.0 1.0	f5 RP1	119,38	A		
1.0 2.0	f0 RP2	97,457		B	
2.0 1.0	f1 RP1	87,553		B	C
3.0 2.0	f5 RP2	83,327		B	C
2.0 2.0	f1 RP2	80,58		B	C
4.0 1.0	f8 RP1	79,097		B	C
4.0 2.0	f8 RP2	71,48			C

Facteur2 : rapport

F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
1.0	RP1	101,353	A	
2.0	RP2	83,211		B

Facteur3 : nombre de fritures

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
1.0	f0	108,418	A	
3.0	f5	101,353	A	
2.0	f1	84,067		B
4.0	f8	75,288		B

Annexe 25 : Analyse de la variance de l'indice de saponification

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	2313,107	15	154,207				
VAR.FACTEUR 1	661,589	3	220,53	1,678	0,24786		
VAR.FACTEUR 2	54,317	1	54,317	0,413	0,54381		
VAR.INTER F1*2	545,585	3	181,862	1,383	0,31643		
VAR.RESIDUELLE 1	1051,615	8	131,452			11,465	5,03%

Annexes 26: Fiche technique de l'huile de tournesol raffinée

FICHE TECHNIQUE DE L'HUILE DE TOURNESOL RAFFINEE			
Analyse	Unité	Normes	Normes d'essai
Indice d'acide	mg KOH/g MG	0.6 max	ISO 660 Deuxième édition 1996-05-15
Indice de peroxyde	meq O ₂ /kg MG	10 max	ISO 3960 Quatrième édition 2007-03-15
Impuretés insolubles	%	0.05 max	ISO 663 Quatrième édition 2007-03-01
Indice de réfraction à 40°C	mg de KOH/g MG	1.467-1.469	ISO 6320 Quatrième édition 2000-03-01
Densité à 20°C	-	0.918-0.923	Méthode traditionnelle
Oléate de sodium	%	0.005 max	A.O.C.S Recommended practice Cc 17-95
Couleur LOVIROND	Jaune 5P1/4 Rouge	12 1.2	ISO 15305 Première édition 1998-09-15
Odeur et saveur	Caractéristiques au produit		

Annexe 27: fiche technique de l'huile de soja raffinée

FICHE TECHNIQUE DE L'HUILE DE SOJA RAFFINEE		
Analyse	Unité	Normes algériennes
Acidité	% d'acide oléique	0.5 max
Indice de peroxyde	meq O ₂ /kg MG	10 max
Impuretés insolubles	%	0.05 max
Indice de saponification	mg de KOH/g MG	189-195
Indice réfraction à 40°C	-	1.466-1.470
Indice d'iode	g d'iode/ 100g d'huile	120-143
Couleur	Jaune	< 4Max
	Rouge	< 1Max
Densité relative à 20°C	-	0.919-1.470
Odeur et saveur	Caractéristique au produit	

Résumé

Les huiles végétales contenant des AGPI sont susceptibles de subir des réactions d'oxydation lorsqu'elles sont soumises à un traitement thermo-oxydatif comme dans le cas des fritures. Cette détérioration peut être accentuée en modifiant le rapport quantité de pomme de terre et le volume d'huile utilisé en cuisson.

L'objectif visé par ce mémoire est l'étude de l'effet de deux rapports quantité d'aliment/volume d'huile sur les caractéristiques physico-chimiques de l'huile des bains de friture et la qualité organoleptique des frites préparées en utilisant l'huile « Elio », 80% soja et 20% tournesol.

Les résultats obtenus ont montré clairement l'effet significatif de ce facteur (rapport frites / volume d'huile). Le rapport $\frac{1}{4}$ a induit une plus forte altération des critères physico-chimiques et organoleptique que le rapport $\frac{1}{7}$.

Mots clés : huile soja, huile tournesol, rapport quantité frites / volume d'huile, altération.

Summary

Vegetable oils containing PUFAs are susceptible to oxidation reactions when subjected to a heat-oxidative treatment as in the case of fried foods. This deterioration can be accentuated by modifying the ratio of potato quantity and the volume of oil used in cooking.

The objective of this thesis is the study of the effect of two ratios of feed quantity / volume of oil on the physicochemical characteristics of frying bath oil and the organoleptic quality of fries prepared using "Elio" oil, 80%soya and sunflower 20%.

The results obtained clearly showed the significant effect of this factor (fries ratio / oil volume). The ratio $\frac{1}{4}$ induced a stronger alteration of the physicochemical and organoleptic criteria than the ratio $\frac{1}{7}$.

Key words: soya oil, sunflower oil, ratio of French fries / volume of oil, alteration