

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

UNIVERSITÉ MOULOU D MAMMERI TIZI-OUZOU

*Faculté des Sciences biologiques et des Sciences Agronomiques*

*Département de Sciences Agronomiques*



# Mémoire de fin d'études



*En vue de l'obtention du diplôme de Master*

*En Sciences Agronomiques*

*Option : Management de la qualité totale et sécurité des aliments*

## Thème

**ÉVOLUTION DE LA FRACTION SAPONIFIABLE  
ET INSAPONIFIABLE D'UNE HUILE VÉGÉTALE  
RAFFINÉE « ELIO » AU COURS DES FRITURES  
RÉPÉTÉES**

**Proposé et dirigé par :**

**M. SADOUDIR.**

**Présenté par :**

**M<sup>elle</sup> LOUNI Ouiza**

**Devant le jury :**

**Président : M. AMIR Y. Professeur à l'UMMTO**

**Examineurs :**

**M<sup>me</sup> ABDOUNE OUALI S. Maître assistante à l'UMMTO**

**M<sup>elle</sup> BENAHMED DJILALI A.**

**Maître de conférences B à l'UMM**

**Promotion : 2015-2016**

# *Remerciements*

*Avant tout, je remercie Dieu qui m'a donné la foi, la santé, le courage et la volonté pour terminer mon modeste travail.*

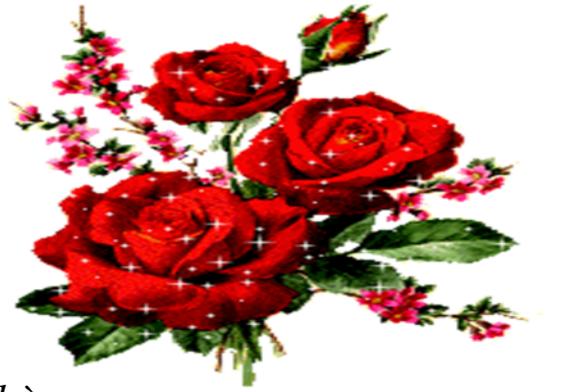
*Je tiens aussi à exprimer mon reconnaissance et profonde gratitude à mon promoteur M<sup>r</sup> Sadoudi. R pour sa présence et sa disponibilité durant cette année, pour son encouragement et sa patience.*

*Un grand Merci aux membres du jury pour l'honneur qu'ils m'ont fait d'évaluer et de juger mon travail.*

*Mes sincères sentiments s'adressent à ma famille et amis (es) pour leurs soutiens et leurs encouragements.*

*Enfin, je remercie à tous ceux qui de près ou de loin m'ont aidés à l'aboutissement de cette quête.*

# *Dédicaces*



*Je dédie ce modeste travail à :*

*La mémoire de mon très cher père qui nous a quitté très tôt, mais qui restera toujours vivant dans mon cœur, que dieu lui ouvre les portes du paradis.*

*Ma très chère mère qui m'a toujours soutenue et aidé. Que dieu te protège.*

*Mes frères Rachid, Farid et Madjid.*

*Mes sœurs Baya, Dahbia, Nacira et Naima.*

*A ma nièce Imane*

*A mes neveux : Mohamed Amine, Houssam et Yacine.*

*Mon cher fiancé Mohamed et toute sa famille.*

*Mes amies sans exception.*

*Tous les êtres qui me sont chers.*

*LOUNI OUIZA*

## Liste des abréviations

**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

**AGS:** Acide gras saturé

**AGT:** Acides gras trans

**A<sub>w</sub>:** Activité de l'eau

**°C:** degré Celsius

**CG:** Corps gras

**HPLC :** chromatographie liquide haut performance

**Ip:** Indice de peroxyde

**Is:** Indice de saponification

**ISO:** International Standards Organization

**MG:** Matière grasse.

**R°:** Radical libre d'acide gras.

**ROO°:** Radical peroxyde

**ROOH:**Hydroperoxyde.

**TAG:** Triacylglycérides

**TCP :** Taux des composés polaires

**TG:** Triglycérides

**UV:** Ultraviolet

## *La Liste des tableaux*

Tableau I : Source végétale des corps gras .....	2
Tableau II : Classification des CG selon leur origine .....	9
Tableau III : Classification des CG selon leur consistance à la température ambiante .....	10
Tableau IV : Classification des CG selon leur Rôle physiologique .....	11
Tableau V: Classification des CG selon l'analyse élémentaire.....	11
Tableau VI : Classification des CG selon la propriété de saponification.....	12
Tableau VII : Points de fusion de quelques AG.....	13
Tableau VIII: Points d'ébullition de certains AG.....	14
Tableau IX : Classification botanique de tournesol .....	18
Tableau X:Principaux constituants de la graine de tournesol .....	19
Tableau XI : Principales constantes physicochimiques de l'huile de tournesol .....	20
Tableau XII :Compositions en acides gras de l'huile de tournsol.....	21
Tableau XIII : Composition en insaponifiables de l'huile de tournesol .....	22
Tableau XIV : Classification botanique de soja.....	24
Tableau XV: Principales constantes physico-chimiques de l'huile de Soja .....	25
Tableau XVI: Composition en acides gras de l'huile de soja .....	26
Tableau XVII : Composition en insaponifiables de l'huile de soja .....	27
Tableau XVIII : Différentes étapes de la préparation des graines et leurs buts.....	28
Tableau XIX : Opérations élémentaires du raffinage chimique et leurs effets sur les constituants mineurs et les contaminants .....	33
Tableaux XX: Types d'altérations, agent causal et types de produits formés lors du chauffage des corps gras .....	38
Tableau XXI : les mécanismes d'action des antioxydants .....	46
Tableau XXII : classification des antioxydants.....	47
Tableau XXIII : sources alimentaires d'antioxydants naturels .....	48
Tableau XXIV : propriétés de certains antioxydants naturels dans les produits alimentaires. .	50
Tableau XXV : propriétés de certains antioxydants synthétiques dans les produits alimentaires .....	52
Tableau XXVI: Conditions expérimentales des essais de fritures. ....	56
Tableau XXVII : Aspect des bains de fritures et des frites au cours des fritures répétées.....	63
Tableau XXVIII : Résultats de la fraction saponifiable et la fraction insaponifiable.....	64
Tableau XXIX: Résultats d'analyse de la variance (ANOVA) pour la variable indice de saponification.....	66

Tableau XXX: Résultats d'analyse de la variance (ANOVA) pour les composées phénoliques.....	69
Tableau XXXI: Résultats d'analyse de la variance (ANOVA) pour les caténoïdes.....	70
Tableau XXXII: Résultats d'analyse de la variance (ANOVA) pour les chlorophylles.....	72

## *Listes des figures*

Figure N°1 : Structure d'un triglycéride .....	3
Figure N°2 : Structure chimique d'un AG .....	3
Figure N°3 : Structure d'un AGS .....	4
Figure N°4 : Structure d'un acide gras polyinsaturé .....	4
Figure N°5: Isomérisation géométrique .....	5
Figure N°6 : Réaction d'estérification.....	5
Figure N°7: Plante de tournesol .....	17
Figure N°8: Graine de tournesol .....	18
Figure N°9: Plante du soja .....	23
Figure N°10: Graine de soja.....	24
Figure N°11: Pression et extraction des huiles de graines .....	30
Figure N°12 : Réaction de saponification.....	31
Figure N°13: Réactions d'altération des huiles dans un bain de friture sous l'effet de la chaleur.....	37
FigureN°14:Schématisation de la cinétique d'oxydation des AGI.....	42
FigureN°15: Mécanisme d'initiation de la peroxydation des lipides par l'activité-lipoxygénasique.....	43
FigureN°16: Vitesse d'oxydation et activité de l'eau.....	45
FigureN° 17 : Le tubercule de pomme de terre.....	54
FigureN° 18: Friteuse électrique .....	55
Figure N°19 : Bâtonnet de pomme de terre (photo originale).....	57
FigureN° 20: Les échantillons de l'huile de friture à analyser.....	57
Figure N°21: Réfrigérant à reflux .....	59
Figure N°22: testo 270.....	60
FigureN° 23: Spectrophotomètre UV visible.....	60
Figure N° 24: La courbe étalon de l'acide gallique.....	62
FigureN°25: Evolution de l'indice de saponification en fonction du nombre de fritures.....	65
Figure N°26: Evolution du taux des composées polaires aucours des fritures répétées.....	67
Figure N°27: Evolution des composées phénoliques en fonction du nombre de fritures. ....	68
Figure N°28 : Evolution des caroténoïdes en fonction de nombre de fritures. ....	70
Figure N°29: Evolution des chlorophylles en fonction du nombre de fritures. ....	71



**Liste des abréviations**

**Liste des tableaux**

**Liste des figures**

**Introduction générale**

*Etude bibliographique*

**Chapitre I : Généralité sur les corps gras**

I.1. Définition .....	1
I.2. Origines des corps gras .....	1
I.2.1. Source végétale .....	1
I.2.2. Source animale .....	2
I.3. Composition des corps gras .....	2
I.3.1. Composés majeurs.....	2
I.3.2. Composés mineurs .....	6
I.4. Classification des cors gras .....	9
I.4.1. Classification selon leur origine .....	9
I.4.2. Classification selon leur consistance à la température ambiante .....	10
I.4.3. Classification selon leur rôle physiologique .....	11
I.4.4. Classification selon l'analyse élémentaire .....	11
I.4.5. Classification selon la propriété de saponification.....	12
I.5. Propriétés physico-chimiques des CG .....	12
I.5.1. Propriété physiques .....	12
I.5.2. Les propriétés chimiques.....	14
I.6. Rôles des CG.....	15
I.6.1. Rôle biologique .....	15
I.6.2. Rôle nutritionnel.....	16
I.6.3. Rôle organoleptique .....	16
I.6.4. Rôle technologique.....	16

**Chapitre II : les huiles végétales**

II.1. Définition.....	17
II.2. Etude des huiles végétales .....	17
II.2.1. Huile de tournesol .....	17
II.2.2. Huile de soja .....	23

II.3. Technologie d'extraction de l'huile de tournesol et de soja.....	27
II.3.1. Préparation des graines .....	27
II.3.2. Extraction de l'huile.....	30
II.3.3. Le raffinage des huiles .....	31

### **Chapitre III : Procédé technologique de la friture**

III.1. Définition .....	34
III.2. Différents types de fritures .....	34
III.2.1. Friture Plate .....	34
III.2.2. Friture profonde .....	34
III.3. Choix des huiles utilisées lors de la friture .....	35
III.4. Mécanisme du procédé de friture .....	35
III.5. Modification aux cours des fritures.....	35
III.5.1. Modifications des aliments frits .....	35
III.5.2. Modifications des huiles .....	36
III.6. Différents produits formés lors des fritures.....	37
III.7. Aspect toxicologique des huiles chauffées.....	38

### **Chapitre IV: Altération des huiles végétales**

IV.1. Altération des huiles végétales.....	40
IV.1.1. Mécanismes d'altération des huiles.....	40
IV.1.2. Facteurs influençant la détérioration oxydative .....	44
IV.2. Les antioxydants .....	46
IV.2.1. Les antioxydants naturels .....	47
IV.2.2. Les antioxydants de synthèse .....	51

### *Partie expérimentale*

#### **Matériel et méthode**

I. Objectif de l'étude.....	53
II. Conduite expérimentale .....	53
II.1.Choix de l'huile.....	53
II.2.Choix de l'aliment à frire .....	54
II.3.Organisation des essais de fritures.....	55
II.3.1. Préparation des bâtonnets de pomme de terre.....	56
II.4. Echantillonnage .....	57

III. Méthodes d'analyses .....	58
III.1 .Indice de saponification.....	58
III.1.1. Analyse statistique .....	59
III.2. Mesure du taux des composés polaires.....	59
III.3. Teneur en chlorophylle .....	60
III.4. Teneur en caroténoïdes .....	61
III.5. Détermination de la teneur en composés phénoliques.....	61

**Résultats et discussions**

I. Analyse organoleptique.....	63
II. Evolution de la fraction saponifiable et la fraction insaponifiable .....	64
II.1. Evolution de l'indice de saponification .....	64
II.2. Dosage des composés polaires totaux (CPT).....	66
II.3. Evolution des composés phénoliques .....	68
II.4. Evolution des caroténoïdes .....	69
II.5. Evolution des chlorophylles.....	71
<b>Conclusion générale.....</b>	<b>73</b>

**Références bibliographiques**

**Annexes**

**Résumé**



# *Introduction*

**Synthèse  
Bibliographique**



# *Chapitre I*

*Généralités sur les Corps*

*Gras*

# *Chapitre II*

## *Huiles végétales*

# *Chapitre III*

## *Procédé technologique de la friture*

# *Chapitre IV*

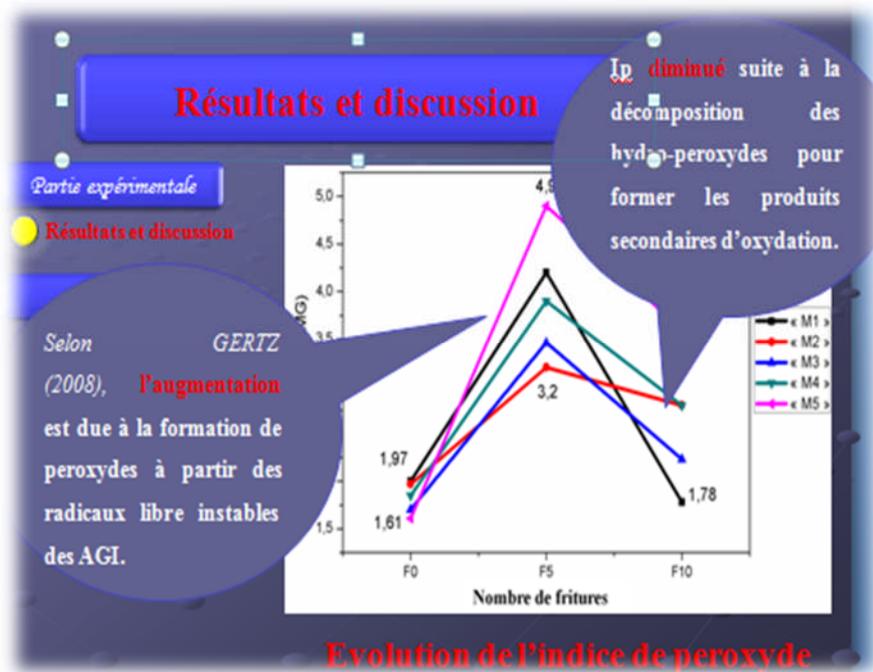
## *Altérations des Corps Gras*



*Étude  
Expérimentale*



# *Matériel et méthodes*



# Résultats et discussion

# *Conclusion*

*Références  
bibliographiques*

# *Annexes*

### Introduction générale

La consommation d'huile végétale est en perpétuelle évolution ; cet intérêt s'est fait au détriment des corps gras (CG) d'origine animale, ce style est surtout lié à la demande des consommateurs qui surveillent de plus en plus leur régime alimentaire (*ERICKSSON* et *WERDERMANN*, 1980).

Les huiles végétales raffinées sont des sources privilégiées d'une part de macronutriments essentiels, notamment en acide linoléique « oméga6 » et en acide alpha-linoléique « oméga3 » et micronutriments tels que la vitamine E et les phytosterols d'autre part. Cependant, la préservation de ces nutriments au cours des opérations culinaires dépend des conditions employées (*PIERRO OLIVIER*, 2010).

Les polyphénols présentent une valeur commerciale très importantes surtout dans le domaine agroalimentaire et pharmaceutique en tant que puissants antioxydants naturels (*MOMPON* et *al.*, 1998). Ces composés phénoliques stabilisent les radicaux libres et par la suite, il bloquent la propagation de la chaîne radicalaire durant l'oxydation lipidique et maintiennent la qualité organoleptique des huiles (*RANALLI* et *al.*, 2003).

En techniques culinaires ; différents types de corps gras sont utilisés (fluides et solides) dans différentes préparations d'aliments. Parmi ces dernières, les fritures. Selon *WARNER* (2002). La friture est une technique de préparation rapide et populaire des aliments.

Les huiles de fritures ont fait l'objet de nombreuses recherches ; celles-ci sont motivées par les risques alimentaires associés à leur consommation ; il a été admis qu'une consommation excessive de l'huile thermo-oxydées est potentiellement cancérigène (*CHEVAUSSUS*, 2002 ; *VITRAC* et *al.*, 2003).

C'est dans ce cadre que s'inscrit notre travail, qui est une contribution à détermination de l'effet de mode de cuisson sans couvercle sur la vitesse d'altération de l'huile de bains de Fritures aux cours des fritures répétées. Dans notre étude, nous avons utilisé l'huile « Elio ». On a d'abord caractérisé cette huile à l'état frais ; ensuite, des essais de fritures, aux nombres de vingt ont été réalisés dans une friteuse électrique. Des échantillons ont été prélevés aux 1<sup>ers</sup>, 5<sup>eme</sup>, 10<sup>eme</sup>, 15<sup>eme</sup> et 20<sup>eme</sup> cycles de fritures ; ensuite, des analyses ont été effectuées ; les

résultats obtenus sont comparés à ceux obtenus sur l'huile fraîche pour détecter d'éventuelles Variations. Aussi, une analyse sensorielle a été envisagée pour déceler une éventuelle altération de goût, d'odeur et la couleur des huiles des bains de fritures et des frites préparées.

### **I.1. Définition**

Les corps gras (CG) sont des biomolécules organiques de structure chimique diverse ; elles sont constituées de Carbone (C), Hydrogène (H) et d'Oxygène (O) (*DUPIN*, 1992). Les CG sont des esters naturels, formés à partir d'acides gras (AG) et alcool ou d'amine. Ces biomolécules sont caractérisées par leurs insolubilités dans l'eau, solubilité dans les solvants organiques (éther, hexane, benzène, chloroforme) et le toucher onctueux (huileux) (*PERCHERON* et *PERLES*, 1981 ; *WEIL*, 2001). Et cette propriété fondamentale qui est la source même des phénomènes particuliers qui accompagnent leur digestion, absorption, transport dans le sang et métabolisme au niveau cellulaires (*DUPIN*, 1992).

Ils ont une importance fondamentale dans l'alimentation humaine, non seulement par leur valeur énergétique (9Kcal/g), mais également par leur rôle d'élément de structure (protection extra et intercellulaire) et de régulation. Les matières grasses et les huiles sont la forme la plus concentrée en vitamines liposolubles (A, D, E, et K) (*HELME*, 1984).

### **I.2. Origines des corps gras**

Les CG proviennent de deux grandes sources, végétales ou animales (*MOHTADJI* et *LAMBOLLAIS*, 1989).

#### **I.2.1. Source végétale**

Les CG sont issus des graines oléagineuses ou de fruits oléagineux, les plus importants sont représentés dans le tableau I:

**Tableau I :** Source végétale des corps gras (*GRAILLE, 2003*).

<b>Fruits oléagineux</b>	<b>Graines oléagineuses</b>
Le palme	Le tournesol
L'olive	Le soja
La noix	Le coton, le maïs
L'amande	L'arachide, le colza

### **I.2.2. Source animale**

Les CG d'origine animale (tissus adipeux des animaux) peuvent provenir du porc (saindoux), du bœuf (suif), du cheval (huile de cheval), des poissons et mammifères marins (huiles de foie de morue) et de la vache (beurre) (*GRAILLE, 2003*).

Pour le beurre, c'est un cas particulier, puisqu'il ne provient pas des tissus adipeux, mais du lait qui ne contient guère plus de 3% de matière grasse (MG).

Les CG sont parfois classés, non pas en fonction de leurs sources, mais selon leurs consistances : état fluide (huiles de soja, tournesol, colza, olive...), état solide (graisses et huiles de coco, de palmiste...)

### **I.3. Composition des corps gras**

#### **I.3.1. Composés majeurs**

Les triglycérides (TG) représentent 90 à 99% de lipides simples apolaires ; ce sont des triples esters d'AG et de glycérol (*CUVELIER, 2004*).

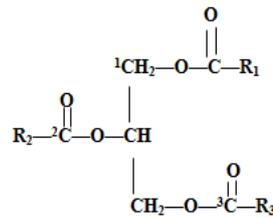


Figure N°1 : Structure d'un triglycéride (ALAIS *et al.*,2008)

### I.3.1.1. Acides gras

Les acides gras sont des acides carboxyliques à chaîne aliphatique hydrophobe. Ils sont peut abondants à l'état libre. Chez les animaux et les végétaux, les acides gras à chaîne longue et à nombre pair d'atomes de carbone sont les plus souvent à 16 et 18 atomes de carbone. Ils sont saturés ou non selon qu'ils contiennent ou non des doubles liaisons. (GEORGE.2006).

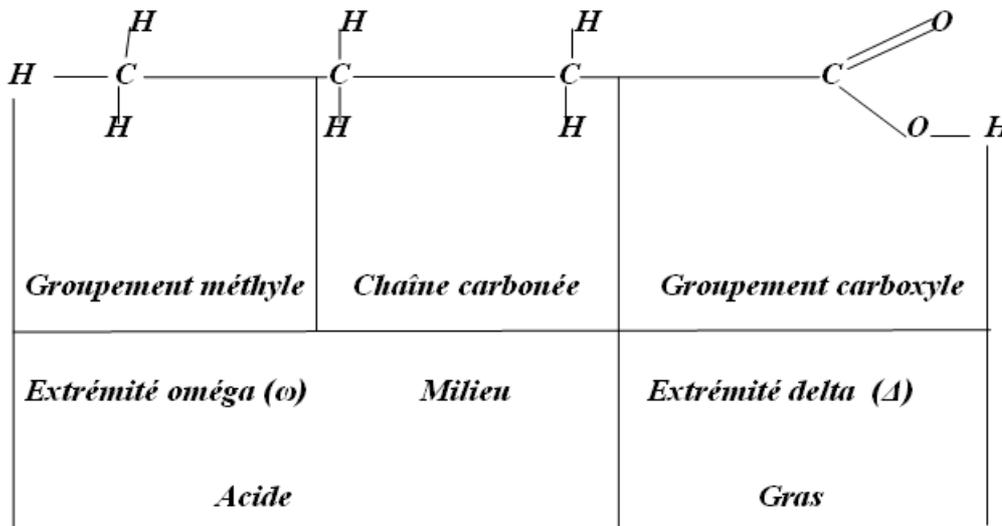


Figure N°2 : Structure chimique d'un AG (POISSON *et al.*,2003)

#### I.3.1.1.1. Degré d'insaturation

C'est le nombre de doubles liaisons présentes sur la chaîne carbonée. On distingue alors des acides gras saturés (AGS) et des acides gras insaturés (AGI).

### I.3.1.1.1. Acides gras saturés

Les AGS sont formés de chaînes linéaires (droite) avec des liaisons simples. Ce sont les plus répandus dans la nature. Leurs réactions se limitent aux réactions de la fonction carboxylique. La formule brute de l'acide gras saturée est :  $C_nH_{2n}O_2$  (JAMMES, 2007).

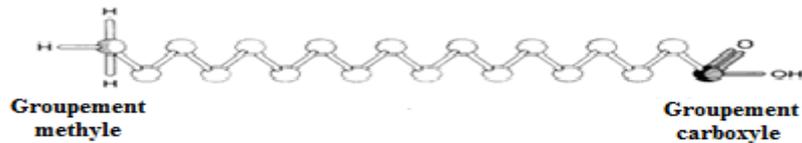


Figure N°3 : Structure d'un AGS (Acide stéarique, C18:0) (DUPIN, 1992).

### I.3.1.1.2. Acides gras insaturés

Ils comportent un peu moins d'atomes d'hydrogène que le double du nombre de leurs carbones. Il y a double liaison et l'acide est dit insaturé. Certains acides comportent une seule double liaison (ce sont les AGMI) ; d'autres en comportent 2, 3, 4, 5 ou même 6 (ce sont les AGPI). Ils répondent aux formules générales  $C_nH_{2n-2x}O_2$  (POISSON, 2003).



Figure N°4 : Structure d'un acide gras polyinsaturé (acide linoléique, C18 :2Δ9,12) (DUPIN, 1992).

Dans certains acides gras insaturés (AGI), la configuration de la double liaison est essentiellement «cis», c'est-à-dire que les atomes hydrogènes se trouvent de même côté par rapport au carbone ; si l'hydrogène se situe de part et d'autre du carbone, on a la forme « Trans ».



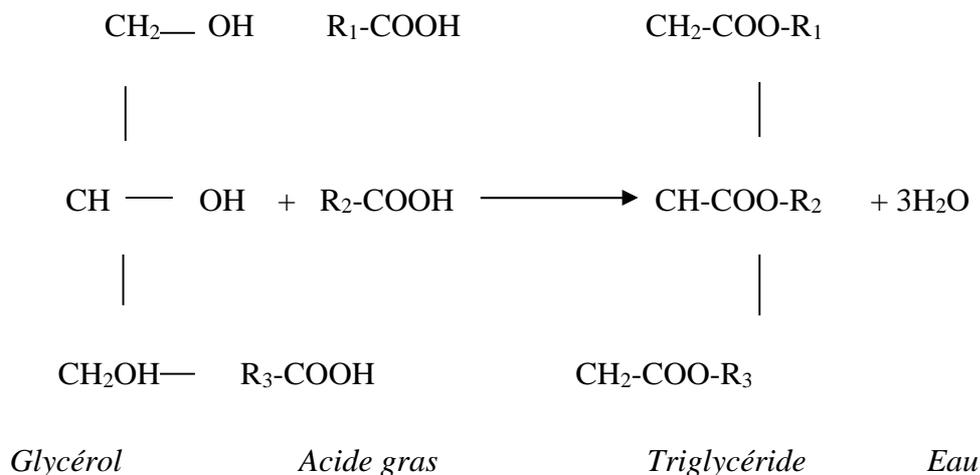
**Figure N°5:** Isomérisation géométrique (*DUPIN*, 1992).

### I.3.1.2. Glycérides

Les glycérides sont constituées d'une molécule de glycérol et de trois molécules d'AG. Le glycérol est formé d'une chaîne de trois atomes de carbone comportant chacune un hydroxyle (–OH). Ces groupements hydroxyles entrent en réaction avec le groupement carboxyle (COOH) des AG pour former des esters (*JAMMES*, 2007).

Les trois fonctions alcool du glycérol peuvent entrer en réaction d'estérification avec des AG : il s'agit donc d'un TG. On parle de diglycéride si seulement deux des trois positions étaient occupées par des AG et d'une mono glycéride dans le cas où une seule position serait occupée par un AG, les deux autres groupements hydroxyles (–OH) demeurant libres (*POISSON et NARCE*, 2003).

On distingue les triglycérides homogènes ou mixtes ; le TG est dit homogène lorsqu'il est formé d'une molécule de glycérol liée à trois molécules d'un même acide gras ( $R_1=R_2=R_3$ ). Dans le cas contraire, le TG est dit mixte (*ALAIS et LINDEN*, 2003).



**Figure N°6 :** Réaction d'estérification (*MASSON*, 2002).

### **I.3.2. Composés mineurs**

#### **I.3.2.1. Cérides**

Ce sont des esters gras et d'un alcool aliphatique. Ils n'ont aucun intérêt biologique. On les rencontre dans les deux règnes :

- cires qui recouvrent les feuilles et fruit (règne végétal)
- les cires d'abeille (règne animal) (NAUDET, 1992).

#### **I.3.2.2. Stérides**

Ce sont des esters d'AG et d'un alcool polycyclique, appelé « stérol ». Il présente une grande importance biologique. On classe les stérols en deux groupes :

- les stérols animaux (cholestérol)
- les stérols végétaux (stigmastérol) (NAUDET, 1992).

#### **I.3.2.3. Phospholipides ou phosphatides**

Les phosphatides présents dans les CG bruts sont essentiellement des phosphoglycérides, c'est-à-dire des dérivés du phosphoryle 3 glycérols (JAMMES, 2007).

Les phospholipides constituent un groupe important de corps lipidiques; ils ont en commun le fait d'être des diester, leur structure se caractérise par la présence sur le glycérol de deux AG et d'un groupe phosphate auquel est lié une autre molécule composé azoté (sérine, choline...), pour ainsi former de nombreux types de phospholipides que l'on connaît (DUPIN, 1992).

#### **I.3.2.4. Insaponifiables**

C'est une fraction de CG, qui représente en générale 0,2 à 2% d'un lipide non raffiné ; comprend l'ensemble des constituants qui ; après hydrolyse basique (saponification) ; sont très peu soluble dans les solvants des matières grasses (éther diéthylique, hexane, heptane...etc.). La proportion des insaponifiables dans un CG dépend de l'origine biologique du CG, des traitements qu'il a subit (raffinage) et de la nature du solvant d'extraction. Les principaux constituants chimiques de l'insaponifiable sont : les hydrocarbures (aliphatiques et

terpéniques), les vitamines liposolubles (A, D et E), les terpènes et leurs dérivés (les alcools et les stérols), les alcools gras, les carotènes et les composés phénoliques (*POISSON et NARCE, 2003*).

#### **I.3.2.3.1. Les composés phénoliques**

Malgré leurs proportions infimes les substances insaponifiables ont une action notable sur la conservation et la qualité organoleptiques des CG et un rôle nutritionnel.

#### **I.3.2.3.2. Les tocophérols**

Le terme « tocophérol » recouvre en fait plusieurs composés ( $\alpha$ -tocophérol,  $\beta$ -tocophérol,  $\gamma$ -tocophérol et  $\delta$  tocophérol). Présents dans les huiles végétales alimentaires, ils assurent la protection vis-à-vis de l'oxydation (antioxygènes). L' $\alpha$ -tocophérol est la vitamine E. Parmi les huiles végétales, les huiles riches en acides gras polyinsaturés (maïs, colza, tournesol, soja) sont celles qui sont susceptibles d'apporter le plus de tocophérols totaux. Les corps gras animaux ne renferment pas de tocophérols. (*WOLFF, 1968*).

En absence d'oxygène, les vitamines E sont stables à la chaleur, à la lumière, aux alcalins. En présence d'oxygène, elles s'oxydent en quinone (*FRENOT et VIÉRLING, 2001*) La forme la plus active est l' $\alpha$ -tocophérol que l'on rencontre le plus fréquemment dans la nature. Les  $\beta$  et  $\gamma$  tocophérols ont une activité vitaminique réduite (respectivement 40 et 15 % environ de l'activité de la forme  $\alpha$ ), alors que la forme  $\delta$  est pratiquement inactive. Les sources alimentaires les plus riches en vitamine E sont les céréales (seigle, blé, avoine, etc.) (*SURAI, 2002*) dans leurs germes, les fruits (bananes, fraise, melon, etc.), la plupart d'oléagineux, dans leurs huiles (tournesol, soja, maïs, olive, arachide, etc.). On trouve de la vitamine E dans les légumes (salade, épinard, chou, poireau), dans la graisse animale ainsi que dans le lait, le beurre et le fromage et également dans le poisson (*CUVELIER et al, 2003*).

#### **I.3.2.3.3. Les caroténoïdes**

Les caroténoïdes ce sont des hydrocarbures fortement insaturés, de couleur jaune à l'orange (*ALAIS, 2003*). Ils comprennent les carotènes et les xanthophylles. Les principaux carotènes rencontrés dans les huiles végétales sont les  $\beta$  carotènes, mais on les trouve également chez les animaux, car la demi-molécule oxydée de  $\alpha$ ,  $\beta$ , et  $\gamma$  carotène est la vitamine A. (*ALAIS C. et LINDEN G., 1997*).

Ils sont en général facilement assimilables par les organismes. Ils sont synthétisés par toutes les algues, toutes les plantes vertes et par de nombreux champignons et bactéries (dont les cyanobactéries). Les caroténoïdes jouent un rôle important dans la nutrition et la santé, car plusieurs sont des provitamines A, et certains présentent aussi des activités anti-cancer et antioxydants. Ils stimulent en outre la synthèse d'anticorps.

### **I.3.2.3.4. Les stérols**

Les stérols sont des stéroïdes comprenant au moins un groupement hydroxyle "OH" dans la plupart des cas sur la carbone 3 (*NESMCY* et *COLL*, 1980; *REGINALD* et *al*, 2000). Les stérols sont des molécules lipidiques possédant une structure tétracyclique.

Selon l'origine biologique (*GAIGNAUT* et *al*, 1989) on peut classer les stérols en quatre répartitions, les stérols animaux (*Zoo stérols*), stérols végétales (*Phytostérols*), stérols des champignons inférieurs (*Mycostérols*) et les stérols des algues.

Ces composés sont naturellement présents dans les huiles (de 0,1 à 0,5%) et les aliments d'origine végétale. Ces stérols végétaux sont recherchés pour leurs propriétés hypocholestérolémiantes.

### **I.4. Classification des cors gras**

On peut classer les CG selon plusieurs critères :

**I.4.1. Classification selon leur origine**

**Tableau II** : Classification des CG selon leur origine (*FREDOT, 2005*).

Origine	Corps Gras
Animale	- beurre,  - Crème,  - Suif,  -Saindoux,  - Shortening (graisses raffinées hydrogénées),  - Huiles des animaux marins.
Végétale	- Huiles pour assaisonnement,  - Huiles pour assaisonnement et friture,  - Margarine végétales,  - Végétaline (huile de coprah hydrogénée).
Mixte	- Margarine standard à base d'huile végétale etgraisse de poisson,

**I.4.2. Classification selon leur consistance à la température ambiante**

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

<b>Etat</b>	<b>CG</b>
Fluide	<ul style="list-style-type: none"><li>- Huile d'arachide,</li><li>- Huile de colza,</li><li>- Huile de soja,</li><li>- Huile de carthame,</li><li>- Huile de tournesol,</li><li>- Huile de germe de maïs.</li></ul>
Concret ou solide	<ul style="list-style-type: none"><li>- Huile de palme,</li><li>- Huile de coprah,</li><li>- Margarine végétale,</li><li>- Beurre,</li><li>- Saindoux,</li><li>- Suif.</li></ul>

#### I.4.3. Classification selon leur rôle physiologique

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

<b>Lipides de structure</b>	<b>Lipides de réserve</b>	<b>Lipides ayant une activité biologique</b>
- Phospholipides,  - Cholestérol.	- Triglycérides.	- Hormones stéroïdiennes,  - Vitamine liposolubles.

#### I.4.4. Classification selon l'analyse élémentaire

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

<b>Lipides simples</b>  (Composés de C, H, O)	<b>Lipides complexes</b>  (Composés de C, H, O, P, N et S)	
- acides gras,  - Acylglycérol,  - Stérides,  - Cérides.	- Glycérophospholipides :  - Acide phosphatidique,  -Phosphatidylcholine,  -Phosphatidyléthanolamine,  -Phosphatidylsérine.	-Sphingolipides :  -Céramides,  -Sphingophospholipides,  - Glycosphingolipides.

#### **I.4.5. Classification selon la propriété de saponification**

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

<b>Lipides saponifiables</b>	<b>Lipides non saponifiables</b>
- Acylglycérols	- Hydrocarbures
- Phospholipides	- Pigments
- Cires	- Stérois
- Stérides	- Vitamines liposolubles.
- Cutine.	

#### **I.5. Propriétés physico-chimiques des CG**

##### **I.5.1. Propriété physiques**

###### **I.5.1.1. Etat physique**

Les CG sont liquides ou solides à température ambiante selon leur composition chimique. Les glycérides sont d'autant plus solides lorsqu'ils sont plus saturés et que leur poids moléculaire (PM) est plus élevé (*FRANCOIS, 1974*).

###### **I.5.1.2. Densité**

Les AG et les lipides en général, possèdent un grand nombre d'atomes légers : hydrogène et carbone. Les molécules sont volumineuse mais peu denses, de sorte que la masse volumique des AG est inférieure à celle de l'eau, c'est a ont une densité inférieure à celle de l'eau c'est ainsi que les lipides flottent sur l'eau (*FRENOT et VIERLING, 2001*).

###### **I.5.1.3. Solubilité**

Les lipides sont insolubles dans l'eau, mais solubles dans les solvants organiques (éther éthylique, essence, tétrachlorure de carbone, trichloréthylène, chloroforme, hexane,

etc.). Cette propriété est employée pour l'extraction totale des lipides dans la fabrication des huiles (GRAILLE J. 2003)

#### **I.5.1.4. La viscosité**

La viscosité d'un CG augmente avec le poids moléculaire et diminue avec l'augmentation du nombre d'insaturation (doubles liaisons) et de la température (DJADOUNI, 2011).

#### **I.5.1.5. Point de fusion**

Le point de fusion des AGS est d'autant plus élevé que la chaîne aliphatique est longue (GEORGE, H.2006). Le point de fusion des CG dépend du mélange des TAG (triacylglycérols) qu'ils contiennent, ce qui conduit habituellement à la classification suivante : huiles fondant à 10°C, beurre à 20°C et MG à 40°C (GRAILLE, J.2003).

Le tableau VII donne la température de fusion de quelques AG.

**Tableau VII :** Points de fusion de quelques AG (ALAIS et al.,2003).

<b>AG</b>	<b>Point de fusion</b>
Acide palmitique	63,1°C
Acide stéarique	69,6°C
Acide oléique	13,4°C
Acide linoléique	-5,0°C
Acide $\alpha$ - linoléique	-11,0°C

#### **I.5.1.6. Point d'ébullition**

Le point d'ébullition des AG augmente avec la longueur de la chaîne ; les doubles liaisons l'influencent peu (FRENOT et VIERLING, 2001). Le tableau VIII indique le point d'ébullition de quelques AG.

**Tableau VIII:** Points d'ébullition de certains AG (*FRENOT* et *VIERLING*, 2001).

<b>AG</b>	<b>Point d'ébullition</b>
<u>AGS :</u>	
Acide myristique C <sub>14</sub>	127 °C
Acide palmitique C <sub>16</sub>	148 °C
Acide stéarique C <sub>18</sub>	166 °C
<u>AGI :</u>	
Acide oléique C <sub>18:1</sub>	165 °C
Acide linoléique C <sub>18:2</sub>	164 °C
Acide linoléique C <sub>18:3</sub>	163 °C

### **I.5.1.7. Emulsion**

Un exemple type d'émulsion est constitué par la dispersion en très fines gouttelettes, habituellement micrométriques, d'une phase dispersée, représentée par un corps gras hydrophobe, dans une phase dispersante avec laquelle elle n'est pas miscible, composée d'une solution aqueuse(*GRAILLE*, 2003).

## **I.5.2. Les propriétés chimiques**

### **I.5.2.1. Propriétés liées au groupe carboxylique**

#### **1.5.2.1.1. Formation d'esters**

L'estérification est la condensation d'une fonction carboxylique avec une fonction alcool.

#### **1.5.2.1.2. Formation de sels (savons)**

La saponification est une réaction de neutralisation des AG par des bases (KOH et NaOH). L'indice de saponification est inversement proportionnel à la longueur des AG (*MASSON*, 2002).

### **I.5.2.1.3. Formation des acides gras libres**

Les AGL sont issus de l'hydrolyse des triacylglycérols (*ALAIS et al., 2003*).

### **I.5.2.2. Propriétés liées à la chaîne hydrocarbonée**

La présence de doubles liaisons dans la chaîne carbonée confère aux AG une certaine réactivité. En effet, les liaisons éthyléniques peuvent faire l'objet des réactions d'additions (*MASSON, 2002*).

#### **I.5.2.2.1. Fixation d'hydrogène**

L'hydrogénation permet la diminution de l'insaturation des CG par fixation d'hydrogène sur les doubles liaisons de la chaîne hydrocarbonée, sous l'action de la chaleur, de la pression et en présence d'un catalyseur tel que le nickel (*VIERLING, 2003*).

#### **I.5.2.2.2. Fixation d'halogène**

La réaction d'addition peut avoir lieu avec les halogènes, comme l'iode. Cette réaction est utilisée pour définir l'indice d'iode ; celui-ci augmente avec le nombre d'insaturation. La réactivité des doubles liaisons des chaînes carbonées peut aussi être à l'origine de réaction d'oxydation, d'isomérisation, de polymérisation et de cyclisation (*MASSON, 2002*).

## **I.6. Rôles des CG**

Les CG alimentaires constituent un élément nutritif indispensable chez l'homme et ce, en raison des diverses propriétés biologiques qu'ils possèdent. Ces propriétés sont essentiellement des sources d'énergie, de vitamines, d'acides gras essentiels et d'éléments de structure cellulaire (*KARLESKIND, 1992*).

### **I.6.1. Rôle biologique**

Selon *TOUITOU* (2005), les MG font partie des constituants membranaires, des réserves d'énergie pour la cellule et sont des précurseurs des stéroïdes, des vitamines liposolubles et des prostaglandines.

### **I.6.2. Rôle nutritionnel**

La fraction lipidique constitue une part importante de la ration alimentaire tant par son apport énergétique que par sa fourniture en AGE et une vitamine liposolubles A, D, K, essentiellement la vitamine E qui joue un rôle antioxydant. Elle participe également aux caractéristiques organoleptiques des produits qui les contiennent tant au niveau de la texture que de l'arôme (*JEANTET et al., 2006*).

### **I.6.3. Rôle organoleptique**

La fraction lipidique est un agent de texture dans la préparation des pâtes brisées, feuilletées sablées ou dans la garniture des préparations culinaires. Ils augmentent l'appétence des aliments (CG tartinables et huiles fluides pour assaisonnement) et se présentent comme un support d'arômes ou précurseurs des molécules aromatiques (*VIERLING, 2003*).

### **I.6.4. Rôle technologique**

Ils constituent un milieu de conservation contre les bactéries aérobies, un fluide caloporteur ou vecteur de chaleur dans la cuisson des aliments notamment la friture et un agent émulsifiant (*DIEFFENBACHER et al., 2000*).

### II.1. Définition

Les huiles sont des composantes des AG avec des structures chimiques différentes l'une de l'autre ; elles sont composées principalement de TG (3AG), soit les AGS, soit les AGI (AGMI et AGPI) (ANONYME 1, 1992). Les huiles sont liquides à 15°C, tandis que les MG sont plus ou moins solides à cette température (LECERF, 2011). Les huiles proviennent soit des fruits (olive et palme), soit des graines oléagineuses (arachide, soja, tournesol, etc.) (APFELBAUM *et al.*, 2009).

### II.2. Etude des huiles végétales

#### II.2.1. Huile de tournesol

##### II.2.1.1. La plante de tournesol



**Figure N°7 :** Plante de tournesol (GUIGAZ, 2006)

Le tournesol est une plante « *Helianthus annuus* » appartient à la famille des Astéracées (KARLESKIND, 1992). Il est originaire d'Amérique du Nord, c'est une plante connue depuis l'antiquité. Les amérindiens, fascinés par sa beauté et son aptitude à suivre le soleil, lui reconnaissaient des vertus médicinales et nutritionnelles. En 1880, des variétés sélectionnées en Europe ont été introduit en Amérique de Nord et au XX<sup>e</sup> siècle l'aire de la culture s'est étendue vers l'Asie, l'Australie et l'Afrique. La sélection a permis des progrès important pour les critères de teneur en huile et de résistance à la pyrale (GUIGAZ, 2006).

La classification botanique de tournesol est représentée dans le tableau IX.

**Tableau IX** : Classification botanique de tournesol(*anonyme 1*)

<b>Classification classique</b>	
Règne	<i>Plantae</i>
Division	<i>Magnoliophyta</i>
Classe	<i>Magnoliopsida</i>
Ordre	<i>Asterales</i>
Famille	<i>Asteraceae</i>
Genre	<i>Helianthus</i>
<b>Nom binominal</b>	
<i>Helianthus annuus</i> <i>(L.) Merr., 1917</i>	
<b>Classification phylogénétique</b>	
Ordre	<i>Asterales</i>
Famille	<i>Asteraceae</i>

### II.2.1.2. La graine de tournesol



**Figure N°8** : Graine de tournesol (*GUIGAZ, 2006*)

Le tableau X résume la composition biochimique de la graine de tournesol.

**Tableau X:** Principaux constituants de la graine de tournesol (*GUERMOUCHE, 2007*).

Constituants	Teneur %
-Eau	9
-Protéines	18
-Lipides	44
-Cellulose	15
-Autres matières	14

### II.2.1.3. Huile de tournesol

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 en acide linoléique (C18 :2) (*MOHTADJ-LAMBALLAIS, 1989*) et pratiquement dépourvue en acide linoléique (C18 :3). Comme toutes les huiles végétales très insaturées, l'huile de tournesol est sensible à la chaleur ; elle ne peut être chauffée à plus de 180°C ni pour un temps prolongé (*WIBOUT, 1986*).

C'est une huile utilisée comme huile de table, grâce à sa richesse en AGE que l'organisme humain 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 (*CHEUNG et TAI, 2007*).

#### II.2.1.3.1. Propriétés physicochimiques

L'huile de tournesol possède certaines propriétés physico-chimiques qui sont représentées dans le tableau XI.

**Tableau XI** : Principales constantes physicochimiques de l'huile de tournesol(*CODEX ALIMENTARIUS, 1992*).

<b>Caractéristique</b>	<b>Normes</b>
Densité relative (20°C /eau à 20°C).	0,918 - 0,923
Indice de réfraction à 20°C.	1,418 - 1,469
Indice d'iode (g d'iode/100g huile).	110 - 143
Indice de saponification (mg d'iode/100g huile)	188 - 194
Insaponifiable.	Au maximum 15 g/Kg

### **II.2.1.3.2. Composition**

#### **II.2.1.3.2.1. Triglycérides**

Comme toutes les huiles végétales, l'huile de tournesol se compose essentiellement de TG (98% à 99%) (*KARLESKIND, 1992*).

#### **II.2.1.3.2.2. Acides gras**

Les acides gras les plus importants de l'huile de tournesol sont résumés dans le tableau XII

**Tableau XII** : Compositions en acides gras de l'huile de tournesol (% acides gras totaux)  
(MORIN et al., 2012).

<b>Acide gras</b>	<b>Nombre de carbone</b>	<b>% AGT</b>
Ac.myristique	C14:0	< 0,2
Ac. palmitique	C16:0	5-8
Ac. margarique	C17:0	< 0,1
Ac. stéarique	C18:0	4-6
Ac.arachidique	C20:0	< 0,5
Ac. béhénique	C22:0	0,5-1
Ac.Lignocérique	C24:0	< 0,3
Ac .palmitoléique	C16:1	< 0,5
Ac.héptadinoique	C17 :1	-
Ac. oléique	C18:1	15-25
Ac. gadoléique/gondoiiique	C20:1 (n-11)/C20:1 (n-9)	< 0,5
Ac.Erucique	C22:1 n-9	< 0,2
Ac. linoléique	C18:2 n-6	62-70
Ac. Alphalinoléique	C18:3 n-3	< 0,2
Ac.gras saturés	AGS	10-16
Ac.gras mono-insaturés	AGMI	15-26
Ac.gras polyinsaturés	AGPI	62-70

On constate l'importance des acides gras insaturés (87%) par rapport aux acides gras saturés (13%) ; on signalera l'importance de l'acide linoléique (C<sub>18:2</sub>) et la faible teneur en acide linoléique (C<sub>18:3</sub>) (KARLESKIND, 1992).

### II.2.1.3.2.3. Insaponifiables

La teneur en insaponifiables est variable selon la nature de l'huile ; celle du tournesol est comprise entre 0,5 et 1,5 % ; le tableau XIII résume tous les constituants principaux d'insaponifiables.

**Tableau XIII** : Composition en insaponifiables de l'huile de tournesol (MERRIEN, 1992).

Composition en insaponifiables	Teneur en insaponifiables (en mg/100g de corps gras)
Stérols	325-515
Hydrocarbures	15-57
Tocophérols	44-120
Alcool	100

Les stérols représentent chez le tournesol entre 325 et 515mg/100g de corps gras. Les antioxydants (tocophérols) s'opposent au rancissement de l'huile et la fraction la plus importante est représentée par  $\alpha$ -tocophérol.

### II.2.1.3.3. Utilisation

#### II.2.1.3.3.1. 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. En alimentation humaine, l'huile de tournesol réduit le taux de cholestérol sanguin et l'apparition des maladies cardiovasculaires (ROGIS, 2002).

### II.2.1.3.3.2. Utilisation non alimentaire

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

### II.2.2. Huile de soja

#### II.2.2.1. La plante de soja



**Figure N°9 :** Plante du soja (JULIEN, 2005)

Le soja ou « soya » est une plante grimpante de la famille des fabacées ; elle est genre Glycine, proche du haricot ; elle est largement cultivée pour ses graines oléagineuses qui fournissent la principale huile alimentaire consommée dans le monde ; ces graines constituent des aliments naturels les plus riches (JULIEN, 2005).

Le soja est originaire des régions chaudes du sud-est de l'Asie, mais 45% des surfaces cultivées se trouvent aux États-Unis et 55% de la production mondiale provient de Brésil, Argentine, Chine et l'Inde (JULIEN, 2005).

Ce n'est qu'au cours de ce dernier siècle que le soja s'est développé comme culture en Europe et en Amérique du Sud (POUZET, 1992). La classification botanique du tournesol est représentée dans le tableau XIV.

**Tableau XIV** : Classification botanique de soja(*Anonyme 2*)

<b>Classification classique</b>	
Règne	<i>Plantae</i>
Sous-règne	<i>Tracheobionta</i>
Division	<i>Magnoliophyta</i>
Classe	<i>Magnoliopsida</i>
Sous-classe	<i>Rosidae</i>
Ordre	<i>Fabales</i>
Famille	<i>Fabaceae</i>
Genre	<i>Glycine</i>
<b>Nom binominal</b>	
<i>Glycinemax</i> ( <i>L.</i> ) <i>Merr.</i> , 1917	
<b>Classification phylogénétique</b>	
Ordre	<i>Fabales</i>
Famille	<i>Fabaceae</i>

**II.2.2.2. La graine de soja**



**Figure N°10** : Graine de soja (CAMO,1999)

La graine de soja est une source très riche en nutriments essentiels et constitue l'un des aliments les plus versatiles. C'est une excellente source de protéines de bonne qualité et équivalente à d'autres aliments protidiques ; elle contient environ 38 % de protéines, 18% d'huile, 15% de glucides soluble, 15% de glucides insolubles et 14% d'autre composant (entre autre de l'eau et de la matière minérales) ; elle est riche en acides gras poly insaturés et ne contient pas de cholestérol (CAMO, 1999).

### II.2.2.3. Huile de soja

L'huile de soja est quantitativement une des ressources les plus importantes en huile fluide alimentaire dans le monde (APFLBAUM et al, 2009). Elle se distingue par son léger goût caractéristique et sa couleur jaune plus au moins foncée (ANONYME, 2007).

L'huile de soja est riche en acide oléique, en acide linoléique et en vitamine E (115 mg/100g de l'huile) ; elle contient aussi de l'acide  $\alpha$ -linoléique (5 à 8 %), ce qui limite son utilisation comme huile de cuisson ou de friture (MAZOYER, 2002).

#### II.2.2.3.1. Propriétés physicochimiques

L'huile du soja possède certaines propriétés physico-chimiques qui sont représentées dans le tableau XV.

**Tableau XV:** Principales constantes physico-chimiques de l'huile de Soja(CODEX ALIMENTARIUS, 1992).

Caractéristique	Normes
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'iode/100g huile).	120- 143
Indice de saponification (mg d'iode/100g huile).	189- 195
Insaponifiable.	Au maximum 15 g/Kg

### II.2.2.3.2. Composition

#### II.2.2.3.2.1. Acides gras

La compositions détaillées en acide gras de l'huile de soja contient des AG qui sont indiqués dans le tableau XVI (MORIN et al., 2012).

**Tableau XVI:** Composition en acides gras de l'huile de soja (% des acides gras totaux).

Acide gras	Nombre de Carbone	% AGT
Ac.myristique	C14:0	< 0,2
Ac. palmitique	C16:0	8-11
Ac. margarique	C17:0	-
Ac. stéarique	C18:0	3-6
Ac. arachidique	C20:0	< 1
Ac. béhénique	C22:0	<0,7
Ac. lignocérique	C24:0	< 0,4
Ac .palmitoléique	C16:1	< 0,2
Ac. héptadinoïque	C17 :1	-
Ac. oléique	C18:1	17-26
Ac.gadoléique/gondoïque	C20:1 (n-11)/C20:1 (n-9)	< 0,4
Ac. érucique	C22:1 (n-9)	0,2
Ac. linoléique	C18:2 n-6	50-62
Ac. Alphalinoléique	C18:3 n-3	4-10
Ac. gras saturés	AGS	11-21
Ac. gras mono-insaturés	AGMI	17-27
Ac. gras polyinsaturés	AGPI	54-72

### II.2.2.3.2.2. Insaponifiables

La teneur en insaponifiables de l'huile de soja est comprise entre 0,5 et 1,6 % ; le tableau XVII, résume tous les constituants principaux d'insaponifiables.

**Tableau XVII :** Composition en insaponifiables de l'huile de soja (KARLESKIND, 1992)

<b>Insaponifiable : 0,5-1,6 %</b>			
Stérols (en mg /100g)	250-418	Hydrocarbures (en mg /100g)	
Composition des stérols (en % des stérols totaux)		Tocophérols (en mg / 100g)	80-167
Cholestérol	< 1	Composition des tocophérols : (en % des tocophérols totaux)	
Brassicastérol -		alpha tocophérol	5-10
Campestérol 19-23		beta tocophérol	2-3
Stigmastérol	17-19	gamma tocophérol	44-60
$\beta$ sitostérol	47-59	delta tocophérol	30-43
$\Delta$ 5 Avénastérol	2-4	tocotriénols	-
$\Delta$ 7 Stigmastérol	1-3	Alcools triterpéniques	
$\Delta$ 7 Avénastérol	1-2	(en mg / 100 g)	
Ergostérol	< 3		

## II.3. Technologie d'extraction de l'huile de tournesol et de soja

### II.3.1. Préparation des graines

La préparation des graines ou des fruits joue un rôle très important dans la qualité de l'huile. Elles sont tout d'abord triées, puis subissent un dépoussiérage par un courant d'air (15-90 minutes à 90-100°C) suivi d'un tamisage et d'un brossage, puis elles sont broyées dans le but de réduire les graines entières en fractions de granulométrie optimale (MOHTADJI et LAMBALLAIS, 1989).

**Tableau XVIII** : Différentes étapes de la préparation des graines et leurs buts (LAISNEY, 1992 ; LINDEN et LORIENT, 1994 ; AGOUGOU et BENAMARA, 2003).

<b>Opérations</b>	<b>Buts</b>
<b>Dépoussiérage</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Eliminer les poussières à l'aide d'un courant d'air</li></ul>
<b>Lavage</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Eliminer les additions mécaniques adhérentes à la matière première (terre, sable)</li><li>• Débarbouiller les micro-organismes</li></ul>
<b>Séchage</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Faciliter le décortilage</li><li>• Régler l'humidité des graines</li></ul>
<b>Tamisage</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Séparer ainsi les impuretés de grosse dimension, des poussières</li><li>• Obtention des lots homogènes</li></ul>
<b>Décortilage</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Eliminer les matières sans valeurs pour l'alimentation animale</li><li>• Faciliter les traitements ultérieurs</li></ul>
<b>Broyage</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Prévenir les processus d'oxydation</li><li>• Accélérer le processus de traitement</li><li>• Eviter les pauses durant le travail</li></ul>
<b>Cuisson</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Régler l'humidité des graines</li><li>• Accroître la plasticité des graines</li><li>• Augmenter la fluidité de l'huile</li><li>• Coaguler les fractions protéiques</li><li>• Désactiver les enzymes</li><li>• Détruire les micro-organismes</li></ul>

### **II.3.2. Extraction de l'huile**

L'huile des graines ou des fruits oléagineux est extraite selon deux méthodes, une extraction mécanique par pression et une extraction chimique par solvant.

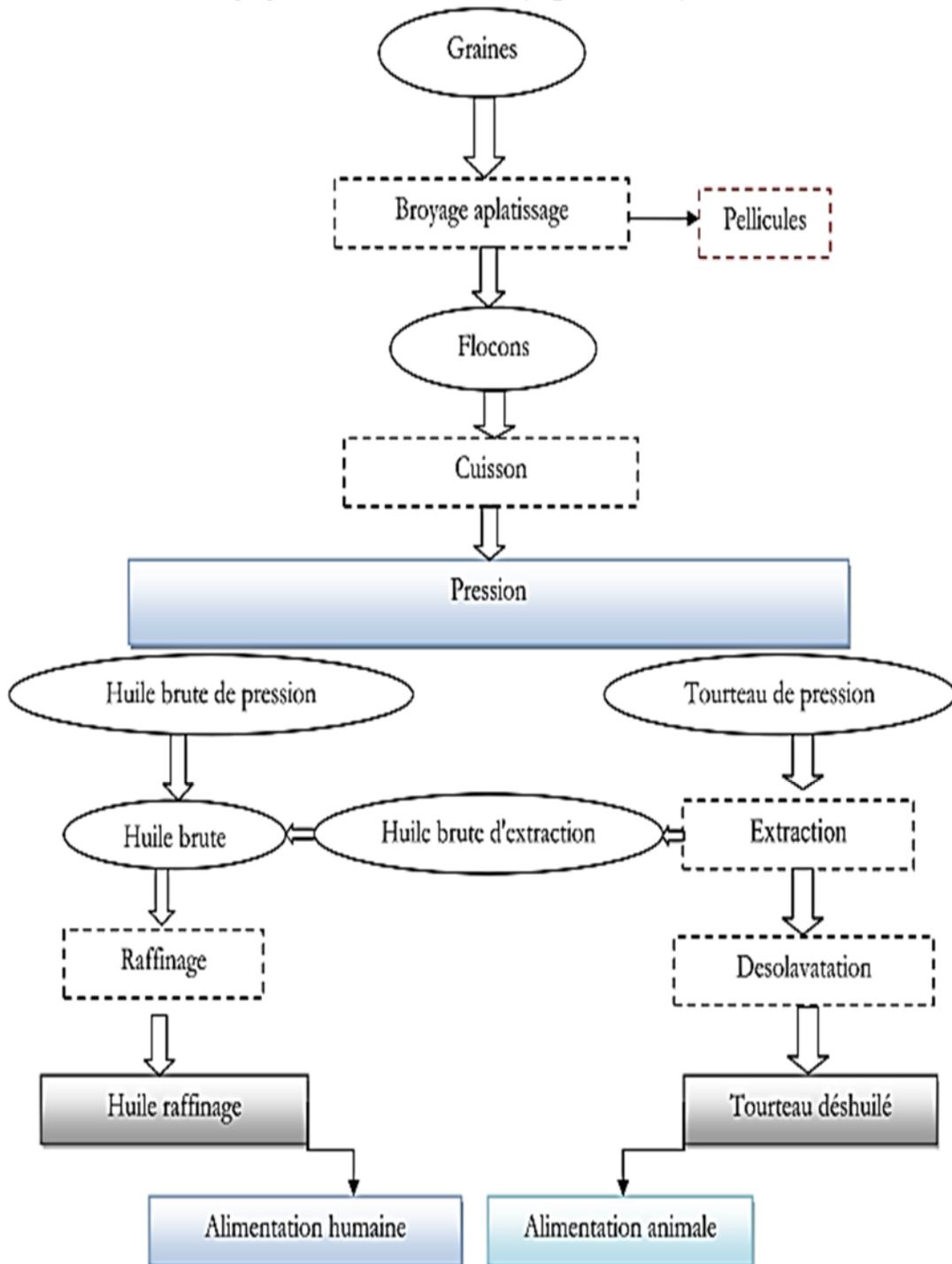
#### **II.3.2.1. Extraction mécanique par pression**

Cette opération consiste à presser la matière première dans des presses à vis en continu. A la fin, on obtient d'une part "l'huile brute" et d'autre part, un résidu solide ou "tourteau" qui contient 10 à 20% d'huile (*ROGER, 1974*).

#### **II.3.2.2. Extraction chimique par solvant**

Le solvant le plus utilisé est l'hexane. Le principe de cette opération consiste à faire circuler à contre-courant dans l'extracteur le tourteau et l'hexane. Le mélange ainsi obtenu (huile – hexane) est débarrassé du solvant au moyen d'une distillation. On répète cette opération sur le tourteau afin de lui enlever le maximum de l'huile. A la fin, le solvant est récupéré pour de nouvelles utilisations ; alors que le tourteau est destiné pour l'alimentation animale (*MOHTADJI et LAMBALLAIS, 1989*).

Les deux types d'extraction d'huile : mécanique (par pression) et chimique (par solvant), sont représentés dans la figure 11.



**Figure 11** : Pression et extraction des huiles de graines (EVRARD *et al.*, 2007).

### II.3.3. Le raffinage des huiles

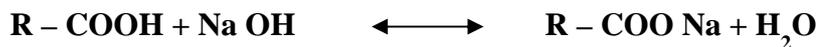
Les opérations du raffinage des huiles et graisses sont les suivantes :

#### II.3.3.1. Démucilagination

C'est un traitement à l'eau chaude qui insolubilise les phospholipides ainsi que diverses matières colloïdales (polysaccharides, gommés, résines) ; les deux phases sont ensuite séparées par centrifugation (*CHEFTEL et CHEFTEL, 1977*)

#### II.3.3.2. Neutralisation

La neutralisation vise à éliminer les AGL présents dans la MG et qui risquent de lui donner un goût désagréable. La neutralisation s'effectue le plus souvent par addition de soude qui transforme les AGL en savon que l'on sépare ensuite par centrifugation en même temps que d'autres impuretés. Les savons ainsi formés sont récupérés sous forme de pâte de neutralisation (*FRANÇOIS, 1978*).



**Figure N°12 :** Réaction de saponification (*FRANÇOIS, 1978*).

#### II.3.3.3. Lavage – séchage

L'huile neutralisée est ensuite lavée à l'eau à plusieurs reprises en vue d'éliminer toutes traces de savon. Ces lavages sont suivis d'une déshydratation (*FRANÇOIS, 1978*).

#### II.3.3.4. Décoloration

On cherche à éliminer les pigments et autres matières colorantes dissoutes dans l'huile et préjudiciable à sa couleur et sa bonne conservation ; cette opération se fait à l'aide de terre décolorante ou de carbone actif (*FRANÇOIS, 1978*).

#### II.3.3.5. Winterisation

Les diverses étapes du raffinage des huiles sont parfois complétées par un traitement destiné à obtenir des produits ne se troublants pas au froid. Ce traitement appelé «winterisation» ou encore «frigellisation» et parfois «demargarination» (*FRANÇOIS, 1978*).

Elle consiste à faire cristalliser à basse température et à éliminer ensuite par filtration ou centrifugation des cires et triglycérides à point de fusion relativement élevé (cas de l'huile de tournesol et coton (*CHEFTEL et CHEFTEL, 1977*)).

### **II.3.3.6. Désodorisation**

Elle est pratiquée pour assurer l'élimination de toutes les substances de goût ou d'odeur désagréables (acides à chaîne courte, aldéhydes, cétones, alcools, etc.) ; ces

substances étant volatiles, il suffit pour les éliminer de chauffer l'huile à haute température et sous très grand vide (*SERVILLE et al., 1980*).

### **II.3.3.7. Conditionnement**

C'est la mise sous emballage des huiles pour assurer leur conservation et leur transfert depuis l'usine de fabrication jusqu'aux consommateurs. Le conditionnement doit permettre une excellente conservation jusqu'au moment de l'emploi. De plus, il doit être d'une inertie totale vis-à-vis de l'aliment.

### **II.3.3.8. Stockage**

Après désodorisation, l'huile doit être refroidie et placée à l'abri de l'air, sous azote par exemple. (*CHEFTEL et CHEFTEL, 1977*).

Les différentes opérations élémentaires de procédés de raffinage sont résumées dans le tableau XIX

**Tableau XIX :** Opérations élémentaires du raffinage chimique et leurs effets sur les constituants mineurs et les contaminants (*DENISE, 1982*).

<b>Opérations</b>	<b>Composants à éliminés</b>	<b>Composants parasites introduits</b>
Stockage	-	AGL
Dégommage (éventuel)	-Mucilages, phosphatides, -Glycolipides et composés protidiques	Eau
Neutralisation chimique	AGL Phosphatides résiduels Composés de dégradation d'origine oxydative Composés métalliques Aflatoxine (arachide) Insecticides organophosphorés	Savon Eau
Lavage	Savon, traces de soude Phosphatides résiduels	Eau
Séchage	Eau	-
Décoloration	Pigments (caroténoïdes et chlorophyllien essentiellement) Hydrocarbures polycycliques (si traitement au charbon actif)	Destruction des peroxydes et formation d'isomères à doubles liaisons conjuguées AGL (par acidification des savons)
Décirage/ frigéllisation	Cires et substances insolubles à basses températures	-
Désodorisation	AGL, substance volatils, peroxydes,	-

### **III. Friture**

#### **III.1. Définition**

La friture est l'opération qui permet, en une seule et même étape, de déshydrater, cuire, texturer et formuler les aliments; elle permet l'imprégnation en matière grasse, une perte de solutés propres, un développement d'arôme, etc. L'application la plus répandue de cette opération à toutes les échelles de transformation (domestique ou industrielle) est la déshydratation-cuisson des produits riches en eau (*VITRAC et al., 2003*).

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
- La stabilisation de matières ou aliments par l'abaissement de la teneur en eau et l'inactivation des micro-organismes (*VITRAC et al, 2003*).

#### **III.2. Différents types de fritures**

##### **III.2.1. 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 pour éviter la formation de composés toxiques, exemple: la cuisson d'un steak (*FREDOT, 2005*).

##### **III.2.2. Friture profonde**

La friture profonde (cuisson des frites) se différencie de la friture plate par un plus faible contact du CG avec l'air. Elle consiste à immerger totalement un aliment dans un grand volume du CG, le bain d'huile peut être réutilisé pour plusieurs opérations de friture (*FREDOT, 2012*).

Selon *FREDOT (2005)*, le bain de friture subit plusieurs cycles thermiques: une montée en température en absence de l'aliment jusqu'à 180°C maximum, ajout de l'aliment ce qui abaisse la température, maintien de la température pendant la friture de l'aliment et enfin, retour à la température ambiante.

### **III.3. Choix des huiles utilisées lors de la friture**

La nature du CG qui est liée au degré d'insaturation de l'AG. Les huiles contenant plus de 2% d'acide linoléique ne peuvent être employées pour la friture, car cet AGPI de la série de  $\omega 3$  s'oxyde facilement en donnant des produits suspects (irritant et cancérigène) (*ALAIS et LNDEN, 1978 ; VITRAC et al, 2003*). Les CG dont le point de fumée, à l'état frais se situe au-delà de 200°C sont généralement considérés comme trop instables pour une utilisation dans les procédés de friture industrielle à pression atmosphérique. Les CG très saturés tels que les MG d'origine animale sont bon marché et très stables à la chaleur. Les huiles ou MG végétales riches en acides gras mono- insaturés (et faible en  $C_{18}:2$  et  $C_{18}:3$ ) sont privilégiées. Les huiles de soja et de colza, riches en AGPI et notamment en  $C_{18}:3$  sont utilisées dépendra en outre de la perception et de l'acceptabilité du produit frit par le consommateur (odeur, texture, sensation en bouche, arrière- goût, stabilité de l'huile lors du stockage avant utilisation ou dans le produit final) (*VITRAC et al., 2003*).

### **III.4. Mécanisme du procédé de friture**

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

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

#### **III.5.1. Modifications des aliments frits**

Les modifications observées au cours de processus de friture sont la couleur et la flaveur, suite au gonflement de l'amidon (par évaporation de l'eau qu'il contient), le brunissement des aliments par la réaction de Maillard, la dénaturation des protéines,

L'absorption des matières grasses et la déshydratation de la surface par la formation d'une croûte caramélisée.

Cependant, un brunissement trop intense, des températures trop élevées, une durée de friture prolongée ou l'utilisation des huiles de fritures trop usagées peuvent par ailleurs réduire la digestibilité des aliments et entraîne la formation de substances indésirables telles que les acrylamides (*BUEHER, 2008*). Les acrylamides se forment lorsque des aliments, contenant de l'amidon, sont cuits en présence de certains acides aminés. Sont notamment connus pour leurs effet cancérigènes (*ANONYME, 2009*).

### **III.5.2. Modifications des huiles**

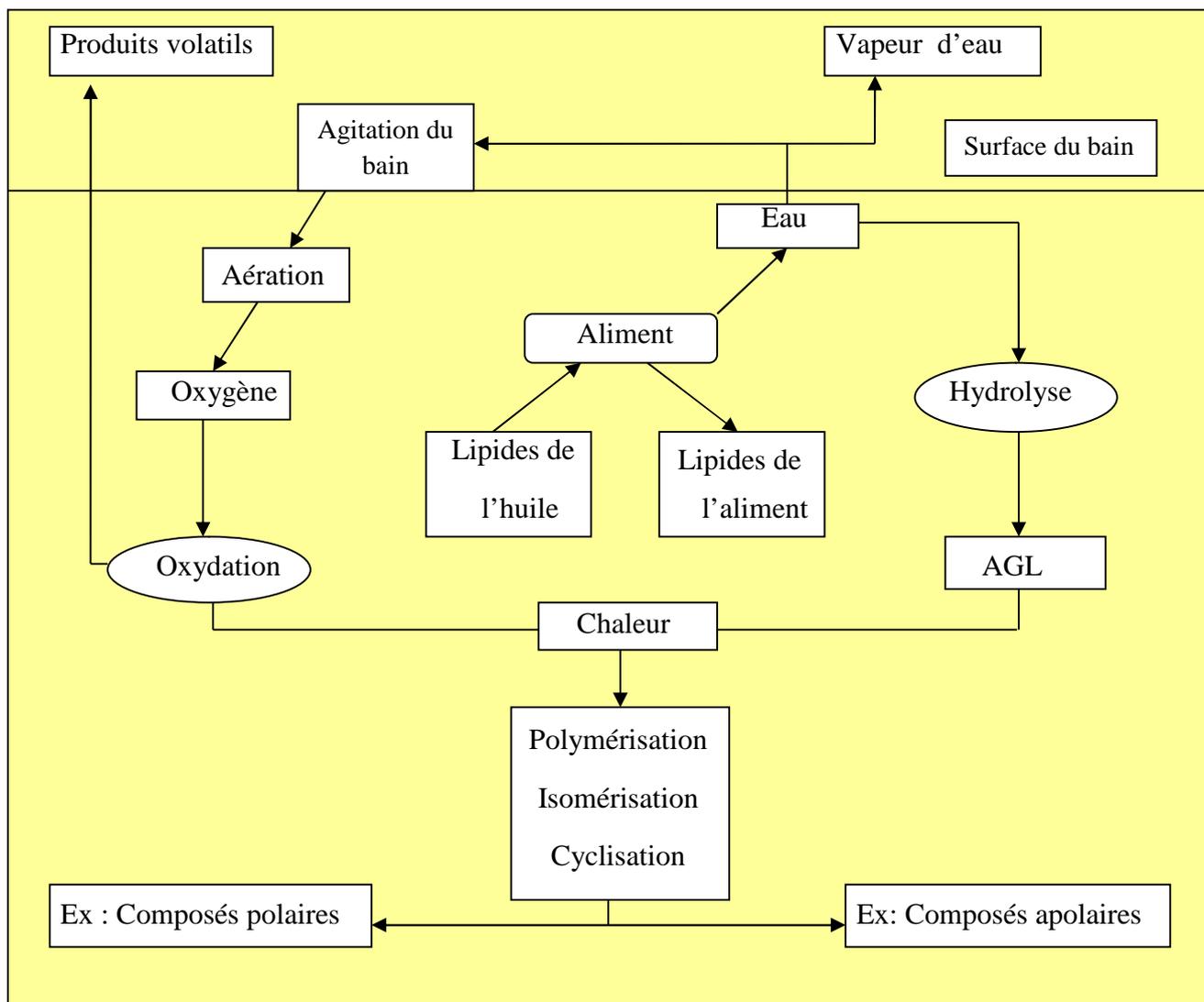
Selon *VIERLING (2003)*, à des températures élevées, en présence d'eau et d'oxygène, les huiles de fritures subissent un grand nombre de réaction complexe (*figure6*) telles que l'oxydation, polymérisation et hydrolyse ce qui entraîne l'apparition des Espèces chimiques nouvelles (ECN).

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

- Les acides gras essentiels;
- La vitamine E (les tocophérols) est réduite à plus de 50% lors d'un chauffage à 177°C pendant 8 heures.

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

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



**Figure 13:** Réactions d'altération des huiles dans un bain de friture sous l'effet de la chaleur  
(VIERLING, 2003)

### III.6. Différents produits formés lors des fritures

Les produits formés lors du chauffage des CG et d'une façon générale au cours d'une opération de friture sont d'une grande diversité (plus de 400 espèces). On distingue ainsi des composés à courte chaîne, tels que l'hexanal et le propanal (responsables des mauvaises odeurs). Des AGL, AGT, glycérides partiels, monomères cycliques et polymères cycliques représentent les composés de haut poids moléculaires.

**Tableaux XX:** Types d'altérations, agent causal et types de produits formés lors du chauffage des corps gras (*DOBARGANES, 1998*).

Type d'altération	Agent causal	Composés résultats
<b>Oxydative</b>	Air (Oxygène)	Produits non volatils <ul style="list-style-type: none"> <li>• Monomères oxydés</li> <li>• Dimère et oligomères</li> <li>• Polymères oxydés</li> </ul>
		<ul style="list-style-type: none"> <li>• Produits volatils</li> <li>• Hydrocarbures</li> <li>• Cétones, aldéhydes, alcools, acides,...</li> </ul>
<b>Thermique</b>	Température	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Monomères cycliques</li> <li>• Dimères apolaires et oligomères</li> <li>• Polymères</li> <li>• Acides gras trans (AGT)</li> </ul>
<b>Hydrolytique</b>	Humidité	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Acides gras libres (AGL)</li> <li>• Diglycérides</li> <li>• Monoglycérides</li> <li>• Glycérol</li> </ul>

### III.7. Aspect toxicologique des huiles chauffées

Les AG modifiés sont nocifs sous forme de triglycérides (TG). Dès que des dimères et polymères se forment, l'action de la lipase pancréatique devient difficile, de sorte que ces molécules ne peuvent pas être absorbées. Les oxymonomères et les monomères cycliques sont hydrolysés et absorbés en partie; ils sont métabolisés par l'organisme et partiellement éliminés par les urines. Il ne semble pas que les bains de fritures utilisés normalement soient à l'origine de réactions toxiques pour l'organisme. Les métaux, présents naturellement dans les corps gras mais éliminés en grande partie lors du raffinage, activent les oxydations, car ce sont des catalyseurs de la fixation d'oxygène. Les glucides des aliments sont de bons capteurs de radicaux libres et ont l'effet inverse des métaux ; ils protègent les lipides contre l'oxydation (*FRENOT et VIERLING, 2001*).

*GARIBAGAOGLU et al. (2007)* ont montré aussi, lors de l'administration d'huile de tournesol chauffé à des rats, une toxicité hépatique par la dégénération des lipides cellulaires, l'occlusion des veines et une nécrose tissulaire. Cette toxicité se traduit généralement par l'hypertrophie du foie. Cependant, aucun effet carcinogène ou mutagène n'est introduit par des CG chauffés dans des conditions de friture réelles. Seules, des conditions extrêmement sévères de chauffage (220-240°C) ont permis de mettre en évidence une faible activité mutagène (*LECERF, 2008*).

Les lipides présents dans les aliments sont instables à la chaleur, ils s'altèrent facilement lors de leur stockage à la température ambiante, voire même à des températures plus basses à cause de leur sensibilité à l'oxydation (*JUDDE, 2004*)

### **IV.1. 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.

#### **IV.1.1. Mécanismes d'altération des huiles**

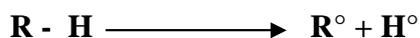
Ces mécanismes sont l'auto-oxydation, photo-oxydation, l'oxydation enzymatique et l'hydrolyse. Dans les aliments, l'auto-oxydation est le phénomène le plus prédominant suivi par la photo-oxydation. L'oxydation enzymatique et l'hydrolyse se produisent dans des circonstances particulières (*PRIOR, 2003*).

##### **IV.1.1.1. Auto-oxydation**

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

###### **IV.1.1.1.1. 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:



**AG**                      **Radical libre**

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 lipoxygénases (*PRIOR, 2003*).

#### **IV.1.1.1.2. 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*).

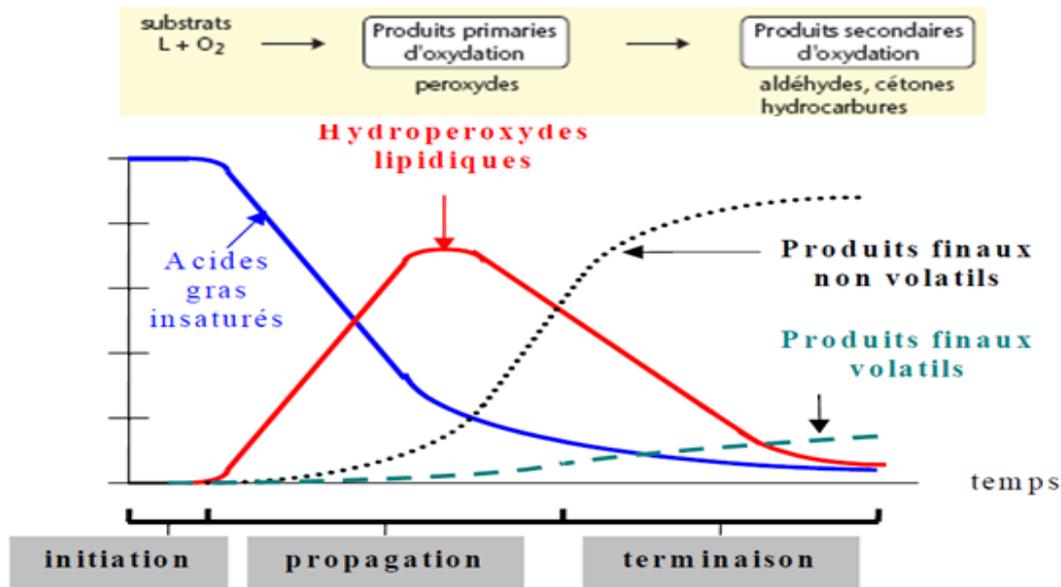
#### **IV.1.1.1.3. Terminaison**

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 14*.



**Figure14:**Schématisme de la cinétique d'oxydation des AGI(EYMARD, 2003)

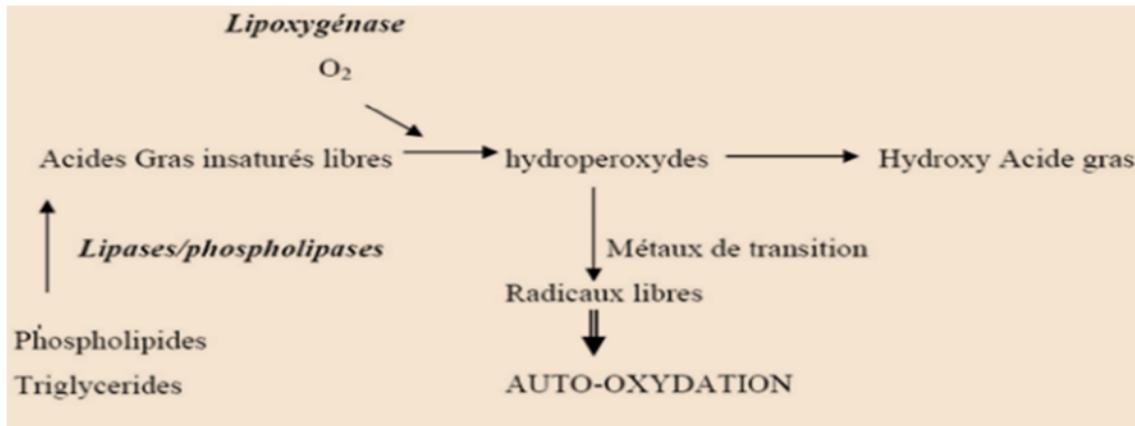
#### IV.1.1.2. Photo-oxydation

La photo-oxydation est une voie importante de production d'hydroperoxydes en présence d'oxygène, d'énergie lumineuse et de photo-sensibilisateurs, tels que les hémoprotéines ou la riboflavine (RIAHI et MARZOUKI, 2000). Deux situations peuvent se présenter: une photo-oxydation directe où la lumière joue le rôle d'accélérateur des cinétiques des réactions d'oxydation et où les mécanismes chimiques restent les mêmes; une oxydation photo-sensibilisée se déroulant grâce à la présence nécessaire d'un agent photo-sensibilisateur (chlorophylle, certains colorants et certaines vitamines) qui active l'oxygène de l'air en le faisant passer de son état fondamental dit «triplet» à un état excité dit « singulet »; cette énergie acquise permet à l'oxygène actif de se fixer directement sur l'AG sans passer par l'étape radicalaire. Les mécanismes réactionnels sont, donc, différents; les produits formés sont, aussi, différents (JUDDE, 2004).

#### IV.1.1.3. Oxydation enzymatique

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

Les lipoxygénases catalysent l'addition directe de l'oxygène (*Figure15*), et les mono-hydroperoxydes produits se décomposent de la même manière que les produits de l'auto-oxydation ou la photo-oxydation (*GRAILLE, 2003*).



**Figure15:** Mécanisme d'initiation de la peroxydation des lipides par l'activité-lipoxygénasique(*GERMAN et KINSELLA, 1985*)

#### IV.1.1.4. Dégradation hydrolytique

Les lipides ont tant qu'esters d'AG peuvent être hydrolysés en AGL, diacylglycérol et monoacylglycérol par fixation d'une, deux ou trois molécules d'eau(*PRIOR, 2003*).

On distingue:

- l'hydrolyse enzymatique par des lipases se produisant uniquement dans les huiles brutes puisque, le raffinage élimine toutes les enzymes.
- l'hydrolyse spontanée se déroulant lors du stockage et des traitements thermiques de CG d'autre part (*PERRIN, 1992*).

#### IV.1.1.5. Isomérisation

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

#### IV.1.1.6. Polymérisation et cyclisation

La polymérisation des huiles riches en AGPI peut se traduire lors de chauffage au-dessus de 200 - 230°C. Certains des polymères formés sont des corps cycliques nocifs pour la santé (*TREMOLIERE et al., 1984*). Dans les huiles de fritures, deux types de polymères se

forment : des polymères oxydatifs résultant de la combinaison des radicaux libres formés par l'auto-oxydation et des polymères thermiques qui sont des longues molécules issues des interactions entre les composés formés au cours de décomposition de l'huile à une température élevée.

La polymérisation est un critère pertinent pour suivre la détérioration des huiles de friture ; elle peut être inhibé par les antioxydants (*PRIOR, 2003*).

### **IV.1.1.7. 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*).

### **IV.1.2. Facteurs influençant la détérioration oxydative**

#### **IV.1.2.1. Teneur en oxygène**

La teneur en oxygène est le facteur prépondérant, car la molécule initie ces réactions d'oxydation. Pour assurer une bonne conservation des aliments riches en lipides, il faut les placer sous emballage non poreux et en atmosphère pauvre en oxygène (*FRENOT et VIERLING, 2001*).

#### **IV.1.2.2. Température**

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

#### **IV.1.2.3. Présence d'agents 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*).

### IV.1.2.4. Présence d'agents pro-oxydants

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

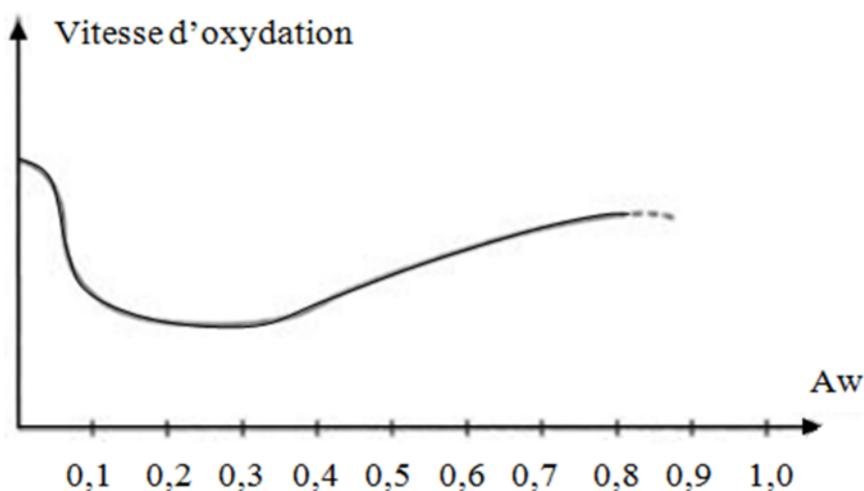
### IV.1.2.5. Teneur en acides gras libres

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).

### IV.1.2.6. Activité de l'eau

On peut suivre la vitesse d'oxydation des acides gras en fonction de l' $A_w$ , comme illustré par la figure 15.

- Pour  $A_w < 0.1$ , l'oxydation est très élevée parce que l'oxygène insoluble dans l'eau est réactif en phase hydrophobe.
- Entre 0.2 et 0.3, l' $A_w$  a une faible influence. La monocouche d'eau s'oppose au passage de l'oxygène jusqu'aux lipides et bloque l'oxydation.
- Lorsque  $0.2 < A_w < 0.5$ , les peroxydes actifs réagissent avec l'eau et peu avec les lipides. Les antioxydants solubles ont une action protectrice efficace.
- Pour  $A_w > 0.5$ , les catalyseurs métalliques diffusent vers les sites d'oxydation et la catalyse minérale exerce son plein effet.
- Lorsque  $A_w > 0.9$ , l'oxydation ralentit par effet de dilution.



**Figure 16:** Vitesse d'oxydation et activité de l'eau  
(FRENOT et VIERLING, 2001)

#### IV.2. Les antioxydants

Les antioxydants sont des composés capables de retarder ou d'empêcher les processus oxydatifs. Ils agissent suivants différents mécanismes. Le tableau suivant montre les mécanismes d'action des antioxydants.

**Tableau XXI** : les mécanismes d'action des antioxydants

Type d'inhibition	Inhibition	Produits
Piégeage de radicaux libres	Antioxydants	Hydro peroxydes, alcools
Stabilisation des hydro peroxydes	Substances phénoliques	Hydro peroxydes
Synergisme	Acides polyvalents	Antioxydants régénérés
Piégeage oxygène singulet	Caroténoïdes, phénoliques	
Inhibition du rôle des métaux	Agent chélateurs, phénoliques	Hydroperoxydes
Non radical décomposition	Sulfure, dérivés aminés	Groupe hydroxyliques, imines, thiosulfates, sulfoxydes.

Ils peuvent être décrit soit comme des substances capables d'interrompre la chaîne radicalaire (antioxydants primaires), soit comme des antioxydants préventifs (*HALASOVAM et al in GRAILLE, 2003*). Cette classification figure sur le tableau XXII.

**Tableau XXII** : classification des antioxydants

<b>Classe</b>	<b>Exemples</b>
Primaires ou pièges à radicaux	BHA BHT Gallates Tocophérols Flavonoïdes Vanilline Carnosol
Secondaire ou préventif  Agents enlevant l'oxygène  <b>Agents complexant</b>  <b>Suppresseurs d'O<sub>2</sub> singulet</b>  <b>Décomposeurs d'hydroperoxydes</b>	Acide ascorbique Ascorbyl palmitate Sulfites Glucose oxydase et catalase Acide citrique Phosphates EDTA Caroténoïdes Tocophérols Glutathion

Sur le marché mondiale, les antioxydants sont commercialisés en produits simples et peuvent être classés en deux catégories : les antioxydants naturels et les antioxydants synthétiques.

#### **IV.2.1. Les antioxydants naturels**

La quasi-totalité des huiles végétales, graisses et produits alimentaires contiennent un certain taux d'antioxydants naturels. Ces derniers incluent les tocophérols (vitamine E), les flavonoïdes, les polyphénols et les produits du brunissement de Maillard.

Le tableau XXIII donne un exemple des produits alimentaires dans les quelles on trouve des composés antioxydants.

**Tableau XXIII** : sources alimentaires d'antioxydants naturels

<b>1. Plantes</b>	
Graines	Sésame, colza, tournesol, olive
Céréales	Germes de riz, germe de blé
Noix, haricots	Soja, arachides, haricots verts
Boissons	Thé vert, thé noir, thé colong, café, cacao
Légumes, agrumes, fruits	Citron, abricot, brune, raisin, brocoli, baies,
Feuilles	laitue, épinards, tomates, radis.
Ecorces, racines	Eucalyptus
Herbes et épices	Romarin, sauge, turmeric, thym, ail, vanille,
Algues et fruits de mer	etc. Polysiphoniaurceolate, cytoceriasp, palourde
<b>2. Aliments fermentés</b>	
Dérivés de soja	Pâtes (fromage), sauce, natta
Alcools	Vins rouges, vins blancs
<b>3. Hydrolysats de protéines</b>	
<b>4. Produits de Maillard, mélanoidé</b>	

#### IV.2.1.1. Tocophérols

Les tocophérols sont largement distribués dans les plantes et comprennent quatre congénères (*TOSHIAKI et al 2003*).

L' $\alpha$ , le  $\beta$ , le  $\gamma$  et le  $\delta$ -tocophérol se distinguent en fonction du nombre et du site de substitution du noyau aromatique par des groupements méthoxy (*GUNSTONE et al 1994*).

La plupart des huiles végétales contiennent un certain pourcentage de tocophérols naturels malgré le fait que la grande majorité de ceux-ci aient enlevés par les procédés de purification de l'huile. Les graisses animales contiennent que très peu voir pas de tout. (*BOERS, 2000*).

Du fait que l' $\alpha$ -tocophérol est instable dans un environnement oxydant, le potentiel antioxydant des congénères  $\gamma$  et  $\delta$  est supérieur à celui de l' $\alpha$ -tocophérol dans les huiles végétales conservées dans des conditions normales.

### **IV.2.1.2. Acide phénols**

L'acide gallique, un triphénol, existe dans les plantes alimentaires sous forme hydrosoluble, de même que les asters de l'acide quinique (*NISHIMURA et al*, 1984), ou sous forme de tannins hydrolysables (*OKUDA et al*, 1992).

L'acide gallique est thermosensible à haute température, son ester propylique est autorisé comme additif antioxydant synthétique. D'autre part on trouve les acides chlorogéniques, caféique et férulique qui sont des dérivés hydroxylés de l'acide cinnamique. Ils sont présents dans de nombreux fruits et légumes (café : 4 % en poids, prunes : 0,9 %, myrtilles : 0,2 %, pomme : 0,1 %) sous forme libre (*PAGANGA et al*, 1999).

Il existe aussi une classe d'ester d'alcools triterpéniques et de l'acide férulique « les oryzanols » qui protègent efficacement contre la thermo-oxydation des lipides. Nous les trouvons dans l'huile de son de riz (*FUJIMOTO*, 1994).

### **IV.2.1.3. Les flavonoïdes**

Les flavonoïdes se présentent sous la forme aglycone de glycosides et de dérivés méthyles ; on les trouve dans de nombreux fruits, légumes, feuilles et fleurs (*KUEHNAU*, 1976).

Ce sont les plus actifs parmi les antioxydants végétaux alimentaires. Les flavonols sous forme aglycone sont les antioxydants des chloroplastes, comme le sont les tocophérols pour les membranes thylacoïdes, en piégeant les radicaux libres (*TAKAHAMA*, 1987). La fonction antioxydante des flavonoïdes comprend aussi le piégeage des anions superoxydes et la réception de l'oxygène à l'état singulet. La quercétine, le camphérol et les analogues de flavonols s'avèrent posséder de forts potentiels comme antioxydants par capture des radicaux libres lipidiques et suppression de la voie d'oxydation photosensible.

#### IV.2.1.4. Extraits d'épices

Près de 70 épices sont utilisés non seulement pour leurs arômes, mais aussi pour leurs propriétés antiseptiques. Les extraits de romarin constituent la principale source d'antioxydants naturels utilisés commercialement dans les aliments.

Le pouvoir antioxydant des extraits de romarin est du principalement à deux composées terpéniques phénoliques, l'acide carnosique et le carnosol.

Le tableau XXIV : représente les propriétés de certains antioxydants naturels dans les produits alimentaires.

**Tableau XXIV** : propriétés de certains antioxydants naturels dans les produits alimentaires. (GRAILLE *et al*, 2003).

	$\alpha$ tocophérol	Ascorbyl palmitate	Acide citrique	Acide ascorbique
Pénétration cuisson	Bon	-	-	-
Friture	Bon	Bon	-	-
Synergistes	BHA, TBHQ et agents complexant (acide citrique)	Tocophérols	BHA, BHT, TBHQ, gallates et tocophérols	BHA, gallates et tocophérols.
Application Alimentaire	Graisses animales et produits contenant des graisses animales : viandes, noix, préparation d'arômes.	Graisses animales et huiles végétales, graisses de friture et produits frits, lait en poudre.	Huiles et graisse largement utilisés pendant le raffinage, fruits et légumes, viande de poisson, mélange de vitamines.	Huiles et graisse (avec autre antioxydants) Fruits et légumes, viande et poissons surtout viande fumée et boissons.
Décoloration	-	-	-	-
Mauvais goût ou odeur	À concentrations élevées	Odeur ressemblant aux agrumes, goût savonneux.	-	Acide
Stabilité à la chaleur	Bonne stabilité, faible distillabilité à la vapeur.			

### **IV.2.2. Les antioxydants de synthèse**

Les antioxydants de synthèse sont disponibles depuis de nombreuses années mais leur utilisation est réglementée.

#### **IV.2.2.1. Le palmitate d'ascorbyl**

Portant la désignation E304, il est souvent considéré à tort comme un antioxydant naturel. Sa solubilité dans l'huile comparée à d'autres est très faible. Il est hautement efficace pour la protection des huiles et des graisses de friture et des produits frits grâce à sa stabilité à la chaleur. Sa décomposition commence à partir de 113°C.

Il est considéré comme potentiellement actif à des conditions de haute température et de lumière.

#### **IV.2.2.2. BHA (E320)**

Le Butyl Hydroxy Anisole a une grande stabilité dans les graisses animales et les huiles végétales. Il est produit et consommé en grande quantité dans de nombreuses applications à travers le monde. En effet, il est l'un des principaux additifs utilisés en formulation en raison de sa solubilité et de son pouvoir antioxydant.

#### **IV.2.2.3. BHT (E321)**

Le Butyl HydroxyToluène est très semblable au BHA, il est très soluble dans les graisses et huiles bien qu'il ne soit pas aussi soluble que le BHA. Sa stabilité à la chaleur est très faible. Il faut noter qu'il y a un effet synergique entre le BHA et le BHT.

#### **IV.2.2.4. Le gallate de propyl (E 310)**

C'est un antioxydant destiné à la fois aux huiles et graisses végétales et animales. Il est moins soluble dans les graisses comparé au BHT et le BHA et à la fois plus sensible à la chaleur.

Il est largement utilisé dans les mélanges d'antioxydants.

#### **IV.2.2.5. TBHQ**

Le Ter Hydroxy Quinone n'a pas de statut légal en tant qu'antioxydant dans la législation européenne. La seule raison de son utilisation est sa possession des propriétés antioxydantes supérieures aux autres antioxydants synthétiques (BOERS.2000).

Le tableau XXV représente les propriétés de certains antioxydants synthétiques dans les produits alimentaires.

**Tableau XXV** : propriétés de certains antioxydants synthétiques dans les produits alimentaire

	<b>BHA</b>	<b>BHT</b>	<b>PG</b>	<b>DG</b>	<b>TBHQ</b>
<b>Cuisson</b>	Très bonne	Moyen	Mauvais	Moyen	Sans effet
<b>Friture</b>	Très bon	Moyen	Mauvais	Moyen	Bon
<b>Synergistes</b>	BHT, gallates et antioxydants préventifs	BHA, TBHQ et agents complexant, acide citrique	BHA, TBHQ, tocophérols et antioxydants préventifs : palmitate d'ascorbyl et acide citrique		BHA, BHT, gallates et antioxydants préventifs (acide citrique)
<b>Application Alimentaire</b>	Graisses et huiles végétales, produits cuits et frites, produits céréaliers, viandes, épices, noix et confiseries, matériaux d'emballage.	Graisses et huiles, graisses animales, viande, noix, confiseries et gomme à mâcher.	Graisses et huiles, huile de friture, viande fraîche, confiserie, poudre de lait		Graisses et huiles, huiles animales, végétales et marines, produits frits, viande et poisson, matériaux d'emballage.
<b>Décoloration</b>	Couleur rose avec métaux alcalins.	Couleur jaune avec le fer	Complexe violet avec le fer	Aucun	Aucun
<b>Mauvais goût ou odeur</b>	Odeur phénolique	Odeur phénolique à > 0,02%	-	-	Aucun
<b>Stabilité à la chaleur</b>	Volatile aux températures de fritures	Plus volatile aux températures de friture que le BHA.	Dégradé aux températures de friture.	Plus stable à la chaleur.	Moins volatile que le BHA, stable à la chaleur.

### **I. Objectif de l'étude**

L'objectif de notre étude expérimentale consiste à estimer la perte de la fraction insaponifiable et saponifiable de l'huile raffinée au cours des fritures répétées.

Ces fritures, au nombre de vingt, ont été réalisées en continue avec un intervalle de temps de 3 min entre deux fritures, la durée de chaque friture est 4 min ; la température de la friture est de 180°C.

L'huile utilisée dans notre étude est dénommée « elio »; c'est une huile « mixte » obtenue par un coupage de deux huiles (huile de tournesol à 20% et huile de soja à 80%).

Les essais de fritures ont été réalisés dans le laboratoire de notre faculté.

### **II. Conduite expérimentale**

#### **II.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 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 29 /03/2016;
- date de péremptions: le 29 /03/2018.

### **I1.2.Choix de l'aliment à frire**

La pomme de terre a été choisie dans cette étude pour différentes raisons: c'est un aliment de large utilisation en friture domestique et collective; il est facile à découper en différentes formes géométriques et enfin, il est de composition simple, riche en glucides (environ 20%, majoritairement en amidon) et faible teneur en protéines (2%) et pauvre en lipides (0.1%). (MIGNOLET, 1968)



**Figure 17** : Le tubercule de pomme de terre

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

L'huile testée dans notre étude est achetée dans un magasin à Tizi-Ouzou. Cette huile dénommée « elio » est élaborée à l'unité Cévital.

La figure18 présente la friteuse employée, une passoire et les bâtonnets de pomme de terre préparés.



**Figure 18:** Friteuse électrique

### **II.3.Organisation des essais de fritures**

Dans le but de stabiliser la température de friture, on a choisi un mode de chauffage électrique par l'utilisation d'une friteuse de marque « CONVIVIUM », la puissance 2000W, alimentation 220-240V, 50/60Hz. Cette friteuse est de contenance de 3 litres, elle comporte un couvercle amovible, un thermostat, elle est dotée d'une minuterie. Les essais de friture ont été réalisés au niveau du laboratoire commun de notre faculté. Les conditions expérimentales fixées durant toute notre expérimentation sont portées dans le tableau XXVI

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

<b>Friture en continue</b>	<b>Conditions expérimentales</b>
Nombre de friture	20
Température fixée	180°C
Durée de friture	4 minutes
Temps entre deux fritures	3 minutes
Volume d'huile initialement utilisé	3 litres
Rapport pomme de terre/ huile	80g/l
Forme des tranches de pomme de terre	Bâtonnet
Dimension de la frite	6cm de longueur/1cm de largeur
Volume d'huile prélevé pour l'analyse	200 ml
Nombre d'échantillons analysés	6 échantillons

### **II.3.1. Préparation des bâtonnets de pomme de terre**

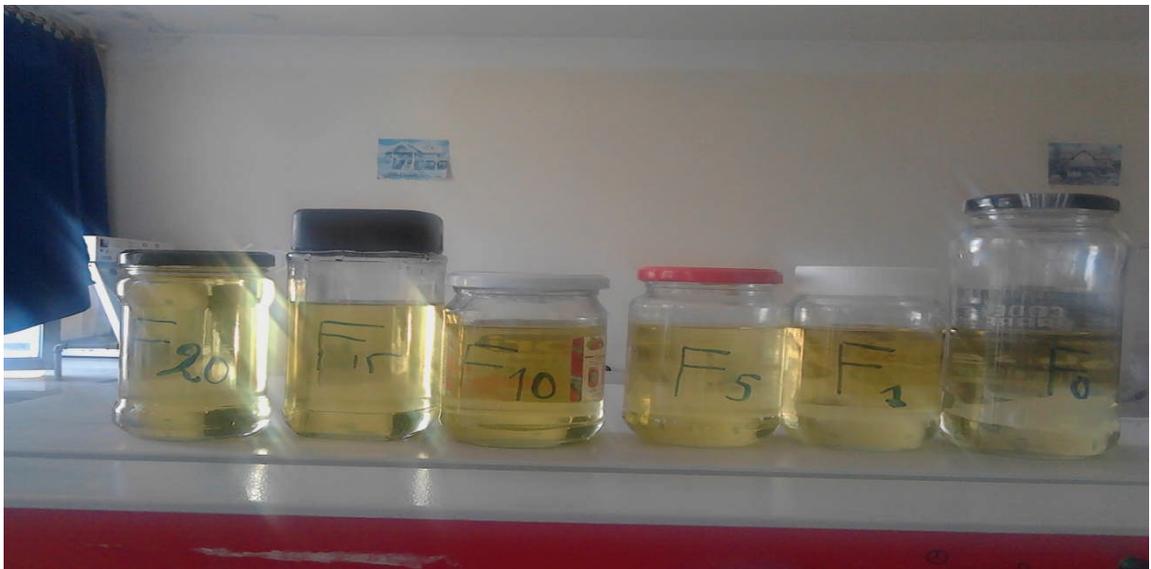
Après nettoyage et épluchage, les tubercules de pomme de terre sont découpés à l'aide d'une coupeuse manuelle, ce qui permet l'obtention de frites de dimensions identiques. Les bâtonnets obtenus sont rincés avec de l'eau et essuyés à l'aide du papier absorbant (*figure 19*).



**Figure 19** : Bâtonnet de pomme de terre

#### **II.4. Echantillonnage**

La durée de friture est de 4 minutes; 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.



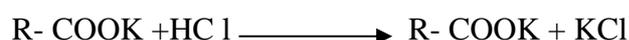
**Figure 20**: Les échantillons de l'huile de friture à analyser.

### III. 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 ont été effectuées sur les huiles des bains de fritures ; les mêmes critères ont, également, été analysés sur l'huile fraîche.

#### III.1 .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 :

$$Is(\text{mgKOH/g}) = N \times E_g \times (V_0 - V_1) / p$$

**Is** : indice de saponification exprimé en milligramme par gramme;

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

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

**P** : prise d'essai en gramme;

**N** : normalité d'HCL (0.5N);

**E<sub>g</sub>** : Equivalent gramme de KOH (56.1 g/mol).



**Figure 21:** Réfrigérant à reflux

### **III.1.1. Analyse statistique**

Le traitement statistique des résultats obtenus sur des d'analyses (indice de saponification) est réalisé par l'utilisation du logiciel STATBOX. Il consiste en une analyse de la variance à un facteur 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).

### **III.2. Mesure du taux des composés polaires**

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

La mesure des composés polaires de l'huile se fait par un «testo 270», cet appareil c'est un moyen pratique et rapide pour effectuer le prélèvement de l'huile de la friteuse sans même attendre son refroidissement.



**Figure 22 :** testo 270

**III.3. Teneur en chlorophylle :** (MINGUEZ-MOSQUERE *et al.*, 1991)

La méthode consiste à mesurer l'absorbance de la chlorophylle à 670nm, d'un échantillon d'huile en solution dans le cyclohexane.

Avec :

$$\text{Chlorophylle(ppm)} = \frac{A_{670} \times 10^6}{613 \times 100 \times d}$$

$A_{670}$  : absorbance à la longueur d'onde 670 nm.

$d$  : épaisseur de la cuve en cm (1cm).



**Figure 23:** Spectrophotomètre UV visible

**III.4. Teneur en caroténoïdes :** (MINGUEZ et al., 1991)

La teneur en caroténoïdes dans un échantillon d'huile est exprimée en mg de lutéine par Kg d'huile.

Le principe est basé sur la mesure de l'absorbance de ce pigment à 470 nm d'un échantillon d'huile en solution dans le cyclohexane.

La teneur en caroténoïdes est donnée par la formule suivante :

$$\text{Caroténoïdes (ppm)} = \frac{A_{470} \times 10^6}{2000 \times 100 \times d}$$

Avec :

$A_{470}$  : absorbance à la longueur d'onde à 470 nm.

$d$  : épaisseur de la cuve en cm (1 cm).

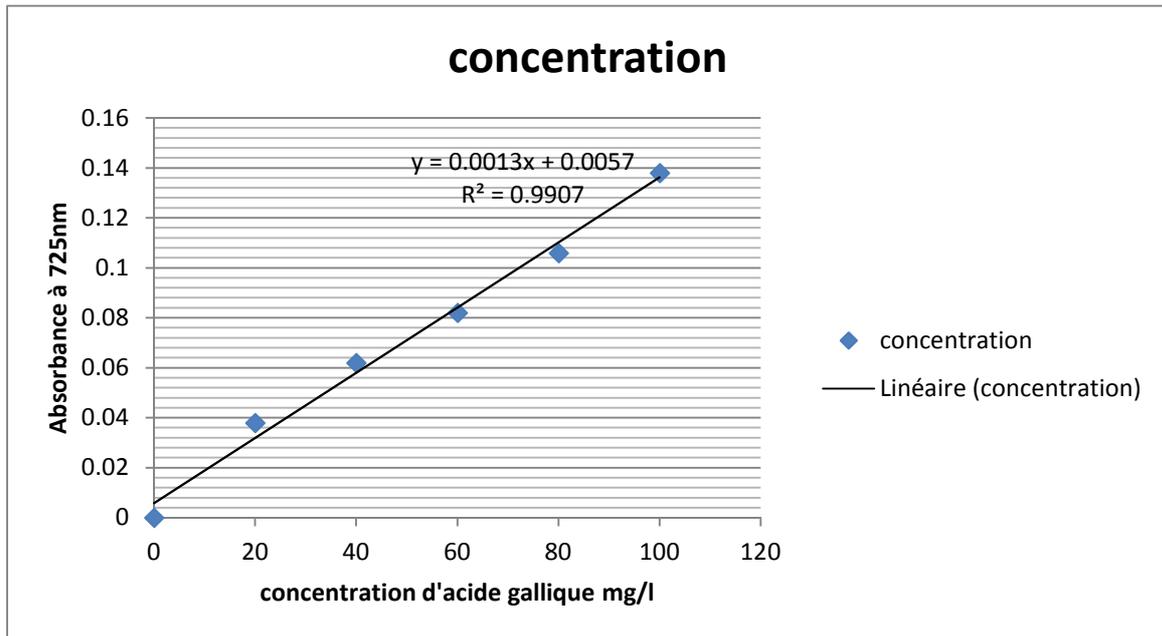
**III.5. Détermination de la teneur en composés phénoliques :** (GUTFINGER, 1981)

La réaction est basée sur la réduction de l'acide phosphomolybdique du réactif de folin-ciocalteu par les polyphénols en milieu alcalin. Elle se traduit par le développement d'une coloration bleu. La lecture de la densité optique (DO) vers 725 nm permet de déterminer la concentration des polyphénols en se référant à un courbe étalon obtenu à partir de concentrations connues d'un polyphénol de référence (Acide gallique).

Expression des résultats :

Les résultats sont calculés à partir de courbe étalon de l'acide gallique.

La teneur en composés phénoliques est exprimée en mg d'acide gallique par Kg d'huile.



**Figure N°24** : La courbe étalon de l'acide gallique

**I. Analyse organoleptique.**

L'effet de l'incorporation régulière de l'huile fraîche « elio » aux bains durant vingt essais de friture a été évalué dans cette étude. Le premier critère envisagé pour tester la qualité des bains de friture ainsi que la qualité des frites préparées concerne les caractéristiques sensorielles. Les résultats obtenus sont portés dans le *tableau XXVII*.

Selon *GRANDGIRARD (1992)*, l'altération des huiles au cours des fritures répétées se manifeste par la détérioration de leur qualité organoleptique, telles que la couleur, l'odeur, la mousse, etc.

**Tableau XXVII** : Aspect des bains de fritures et des frites au cours des fritures répétées.

Observation N° de fritures	Couleur de bain	Couleur de la frite	Odeur de la frite	Apparition de la fumée	Formation de la mousse
F <sub>1</sub>	Claire	Dorée	Caractéristique	-	-
F <sub>5</sub>	Claire	Dorée	Caractéristique	-	-
F <sub>10</sub>	Légèrement brune	Légèrement Brune	Légèrement piquante	-	-
F <sub>15</sub>	Brune	Brune	Piquante	-	-
F <sub>20</sub>	Brune	Brune	Piquante	+	-

(-) : absence, (+) : présence

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

La couleur des bains de friture commence à changer à partir du dixième cycle et elle devient de plus en plus brune avec l'avancée de la friture. Cependant, l'odeur de la frite reste caractéristique et acceptable même vers la dixième friture en dépit de la sensation de goût piquant. On note aussi l'apparition de la fumée à la vingtième friture.

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

## II. Evolution de la fraction saponifiable et la fraction insaponifiable

Les résultats des analyses effectuées sur l'huile fraîche et les différents échantillons d'huiles prélevées des bains après friture sont portés dans le tableau ci-dessous :

**Tableau XXVIII** : Résultats de la fraction saponifiable et la fraction insaponifiable

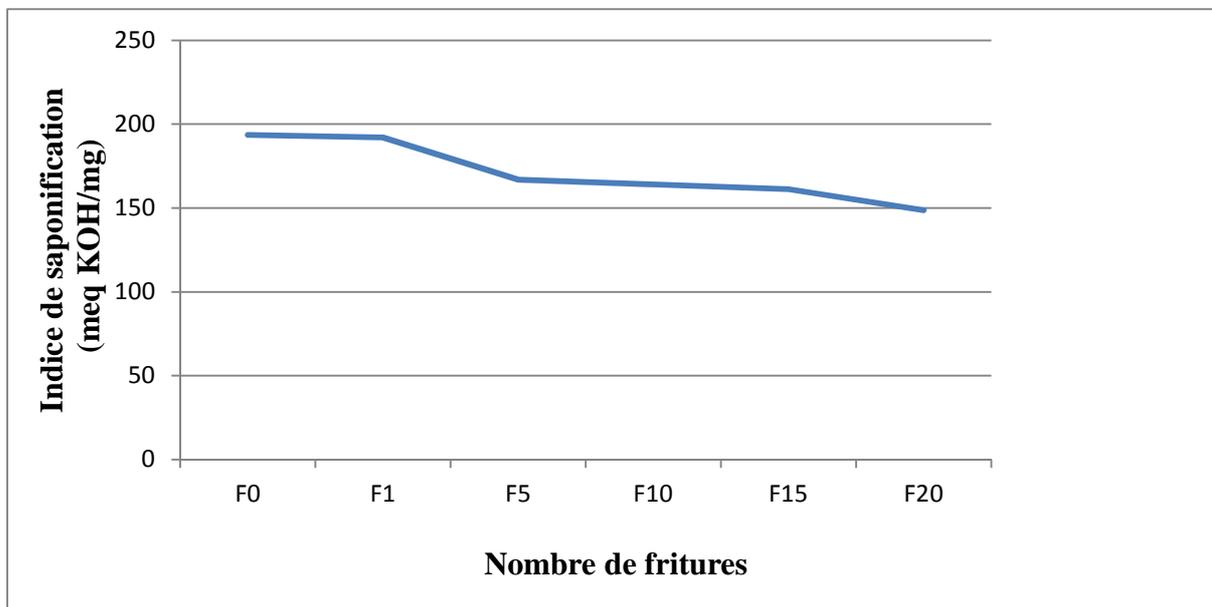
Observations Nombre de fritures	La fraction saponifiable	La fraction insaponifiable		
	Indice de saponification	Les composés phénoliques	Les caroténoïdes	Les chlorophylles
0	193.54 <sup>a</sup> ± 3.166	0.062 <sup>a</sup> ± 0.002	0.245 <sup>a</sup> ± 0.002	0.57 <sup>a</sup> ± 0.01
1	192.14 <sup>a</sup> ± 2.056	0.044 <sup>b</sup> ± 0.003	0.22 <sup>b</sup> ± 0.004	0.474 <sup>b</sup> ± 0.002
5	166.89 <sup>b</sup> ± 1.62	0.017 <sup>c</sup> ± 0.002	0.17 <sup>c</sup> ± 0.001	0.375 <sup>c</sup> ± 0.001
10	164.09 <sup>bc</sup> ± 0.728	0.01 <sup>d</sup> ± 0.003	0.096 <sup>d</sup> ± 0.002	0.293 <sup>d</sup> ± 0.001
15	161.28 <sup>c</sup> ± 1.247	0.008 <sup>d</sup> ± 0.002	0.09 <sup>e</sup> ± 0.004	0.244 <sup>e</sup> ± 0.001
20	148.66 <sup>d</sup> ± 0.95	0.006 <sup>d</sup> ± 0.003	0.045 <sup>f</sup> ± 0.002	0.065 <sup>f</sup> ± 0.002

### II.1. Evolution de l'indice de saponification

L'indice de saponification est par définition la quantité en milligramme de potasse nécessaire pour saponifier un gramme de CG. Pour un poids donné de TAG, la quantité de potasse nécessaire à la saponification augmente avec la diminution de la longueur des chaînes d'AG. L'indice de saponification renseigne sur la longueur des chaînes d'acides gras constitutifs du CG (*MORDRET, 1992*).

D'après les résultats obtenus, la valeur de l'indice de saponification de l'huile fraîche est conforme à la norme nationale, qui établit une valeur comprise entre 189 – 195 meq KOH / g d'huile. Cette valeur de 193.54 meq KOH / g d'huile « elio » est supérieure à celle obtenue par *TRACHE et KECILI (2014)*, pour la même marque d'huile (elio), soit une valeur de 192.21 meq KOH / g d'huile. Cependant, cette valeur est inférieure à celle trouvée par *IGHIL et MANI (2016)* sur l'huile « Afia », pour laquelle une valeur de 194,94 meq KOH / g d'huile est notée.

La figure 25 illustre l'évolution de l'indice de saponification en fonction du nombre de fritures.



**Figure N°25** : Evolution de l'indice de saponification en fonction du nombre de fritures.

La valeur de l'indice de saponification de l'huile fraîche étudiée est de 192.14 meq KOH/g d'huile. Cette valeur concorde avec les normes fixées par le *Codex Alimentarius*, soit 188-194 meq KOH/g d'huile. Elle est inférieure à celle trouvée par *IGHIL et MANI (2016)* ayant travaillé sur l'huile « Afia », dont la valeur enregistrée est de 194.94 meq KOH/g d'huile.

La figure 25 montre que l'indice de saponification diminue au fur et à mesure que le processus de friture avance ; la valeur de ce paramètre chute de 192.14 meq KOH / g d'huile fraîche jusqu'à 148.66 meq KOH / g d'huile de la vingtième friture. Selon *PERRIN (1992)*, cette diminution est due à la formation des polymères par le pontage intermoléculaire de TG oxydés.

Mes résultats concordent avec ceux obtenus par *TRACHE et KECILI (2014)*, qui ont, également, signalé une diminution de cet indice. Les valeurs enregistrées à la dixième friture sont inférieures à celles qui ont été trouvées par *TRACHE et KECILI* ; les valeurs enregistrées sont respectivement de 164.09 meq KOH / g d'huile et de 180.44 meq KOH / g d'huile. Elle est aussi inférieure

Le tableau XXIX représente les résultats de l'analyse de la variance (ANOVA) pour la variable indice de saponification.

**Tableau XXIX:** Tableau d'analyse de la variance (ANOVA) pour la variable indice de saponification

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	4878,96 6	17	286,998				
VAR.FACTEUR 1	4839,24 8	5	967,85	292,415	0		
VAR.RESIDUELL E 1	39,718	12	3,31			1,819	1,06%

L'étude statistique réalisée pour la variable indice de saponification, nous donne une probabilité inférieure à 0.001 (P-value =  $0 < 0.001$ ), donc nous avons des différences très hautement significatives, cela signifie que le facteur nombre de friture influe sur l'indice de saponification.

Le test de NEWMAN-KEULS, pour la variable indice de saponification montre qu'on a 6 groupes homogènes A, B, C, D, E et F ; chacun de ces groupes représente un niveau de facteur. Ces différences qui sont très hautement significative existent entre tous les niveaux de facteur.

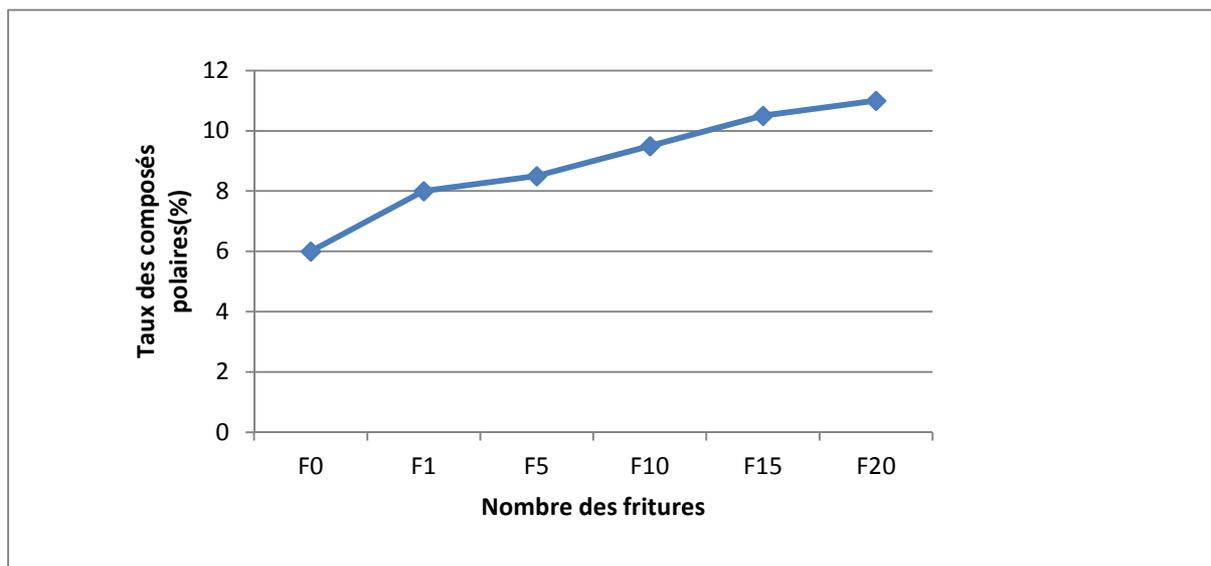
## II.2. Dosage des composés polaires totaux (CPT)

Ils sont représentés principalement par les monomères de triacylglycérols oxydés et des polymères de triacylglycérols. Ces produits, souvent toxiques, affectent l'état nutritionnel du produit (*GUILENE 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 (*JUAREZ, 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 *GUILENE 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.

La figure 26 illustre l'évolution de taux des composés polaires au cours des fritures.



**Figure 26:** Evolution du taux des composés polaires au cours des fritures répétées.

Cette évolution des taux des composés polaires au cours des fritures est très significative notamment dans le cas de l'huile « elio » et « Fleurial » ; ces composés passent de 8.5% à la 5<sup>ème</sup> friture et à 11% à la 20<sup>ème</sup> friture, même constat a été fait pour l'huile «Afia» ; ces taux passent de 7% à la 5<sup>ème</sup> friture et à 10% à la 20<sup>ème</sup> friture.

Les huiles commercialisés dans notre pays ne s'altèrent pas facilement et peuvent, donc, être utilisées en toute sécurité dans la préparation des aliments frits, à condition de reproduire les mêmes conditions de fritures adoptées dans notre étude.

Selon *MASSON et al (1999)*, dans la législation européenne, le pourcentage maximal autorisé en composés polaires varie de 25% à 27% et c'est au-delà de cette limite maximale que l'huile est considérée impropre à la consommation, voire toxique. De ce fait, on peut considérer l'huile étudiée conforme à la norme internationale.

*CUVELIER et al., (2004)* ont rapporté que la composition chimique des huiles de fritures est fortement affectée par la thermo-oxydation, ce qui se manifeste par l'apparition de composés néoformés responsables de la dégradation de leurs caractéristiques organoleptiques.

En effet, les mêmes auteurs ont indiqué que la surface huile-air offerte par la friteuse ainsi que la volatilité des aldéhydes sont autant de facteurs qui influent sur la rétention des aldéhydes formés dans la matrice de l'huile.

Par ailleurs, la concentration des aldéhydes lorsque l'huile atteint 25% en poids de taux des composés polaires est proche de sa valeur maximale. Cette dernière est la cause des

préoccupations inquiétantes car ces aldéhydes incluent un génotoxique et un citotoxique, le 4-hydroxy-(E)-2-alcènes (GUILLENE et URIARTE, 2012).

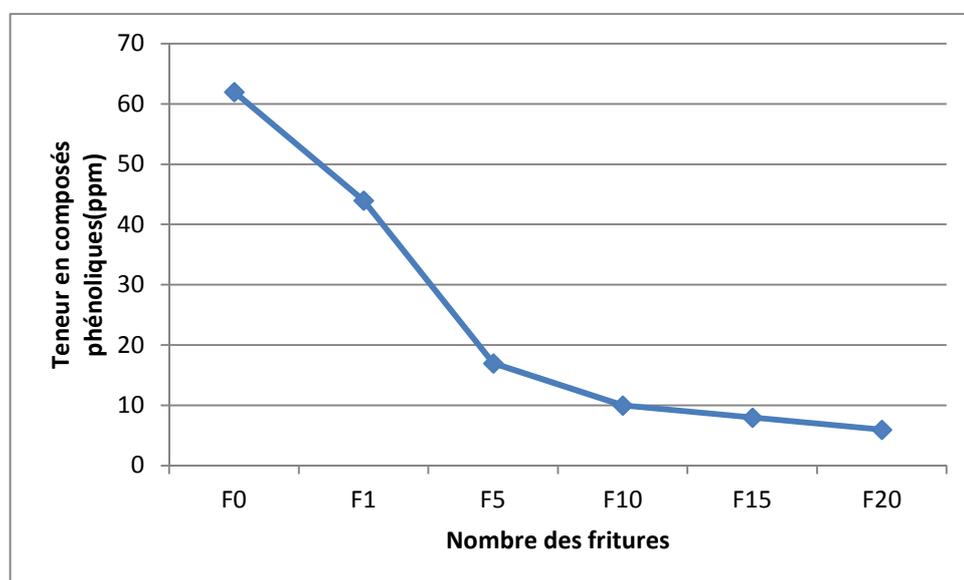
### II.3. Evolution des composés phénoliques

Les composés phénoliques sont aujourd'hui au centre de nombreuses études, c'est surtout pour leur potentiel en matière de prévention de la santé humaine (GARCIA, 2010; VIERHUIS, 2001).

En fait, leur activité anti-oxydante a deux effets principaux : tout d'abord, ils protègent l'huile de l'oxydation (donc augmente sa durée de vie), mais ils augmentent, également, le « pool » antioxydant de l'organisme et ainsi prévenir le développement de certaines maladies GUILLENE et URIARTE (2011).

Le taux des composés phénoliques enregistré dans l'huile fraîche « elio » est supérieur à celui de l'huile « Afia » analysée par IGHIL et MANI (2016) ; les valeurs trouvées sont respectivement de 62ppm et de 17ppm. Les composés phénoliques de toutes les huiles tendent à diminuer durant les essais de fritures.

La figure 27 illustre l'évolution des composés phénoliques en fonction du nombre de fritures.



**Figure 27** : Evolution des composés phénoliques en fonction du nombre de friture

La figure 27 montre que les composés phénoliques diminuent au fur et à mesure que le processus de la friture avance ; le niveau de ce paramètre chute de 62ppm, valeur de l'huile fraîche, jusqu'à une valeur de 6ppm d'huile de la vingtième friture. Cette diminution est due à

la dégradation thermique. Des recherches ont montré que les composés phénoliques sont facilement dégradés en présence de la lumière et des températures élevées (*MARTY et BERSET, 1988 ; MINGEZ-MOSQUERA et JEREN- GALAN, 1995*).

En comparant les résultats à ceux obtenus par *IGHIL et MANI (2016)*, on remarque que le 10<sup>ème</sup> bain de friture menée avec l’huile «elio» à une valeur de 10ppm ; cette valeur est supérieure à celle trouvée par *IGHIL et MANI (2016)* en préparant les frites avec l’huile «Afia», qui a enregistré un taux de 5ppm.

Le *tableau XXX* représente les résultats de l’analyse de la variance (ANOVA) pour les composés phénoliques.

**Tableau XXX:** Résultats de l’analyse de la variance (ANOVA) pour les composées phénoliques.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,008	17	0				
VAR.FACTEUR 1	0,008	5	0,002	298,984	0		
VAR.RESIDUELLE 1	0	12	0			0,002	9,44%

L’analyse de la variance pour les composées phénoliques a révélé une probabilité (P-value =  $0 < 0.001$ ), ce qui indique des différences très hautement significatives entre les niveaux de facteur. Donc le facteur nombre de friture influe sur les composés phénoliques.

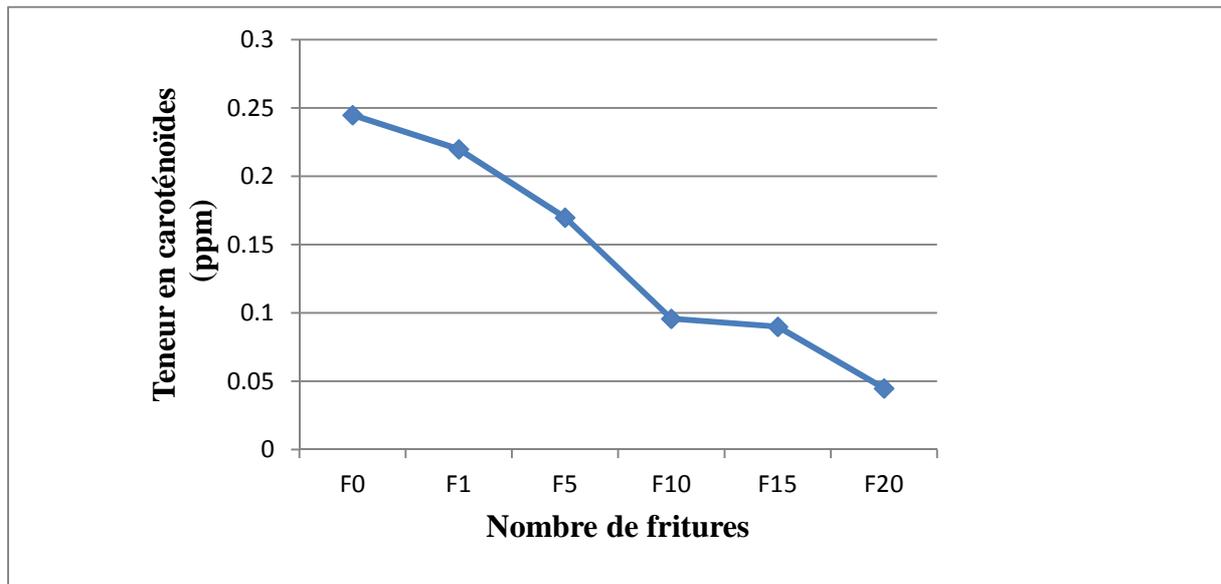
Le test de NEWMAN-KEULS donne quatre groupes homogènes : le groupe A inclut l’huile fraîche, le groupe B concerne l’huile de la première friture, le groupe C celui de l’huile de la cinquième friture ; le groupe D englobe les dixièmes, quinzièmes et vingtièmes bains de friture, cela signifie qu’il y a pas de différence significative entre ces huiles.

#### **II.4. Evolution des caroténoïdes**

Les caroténoïdes sont des pigments qui confèrent à l’huile sa couleur jaunâtre. Elles possèdent des propriétés antioxydants et confèrent à l’huile sa stabilité. Selon *TANOUTI et al., (1994)*, les caroténoïdes sont considérés comme étant désirables dans les huiles végétales en raison de leurs effets positifs sur la stabilité des huiles.

D’après les résultats obtenus dans notre étude, la valeur des caroténoïdes de l’huile fraîche « elio » est de 0.245ppm ; cette valeur supérieure à celle trouvé par *IGHIL et MANI (2016)* ayant analysé l’huile «Afia», la valeur notée est de 0.135ppm.

La *figure 28* illustre l’évolution des caroténoïdes en fonction du nombre de fritures.



**Figure N°28** : Evolution des caroténoïdes en fonction de nombre de fritures.

La *figure 28* montre que le taux de caroténoïdes diminue au fur et à mesure que le processus de la friture avance ; le niveau de ce paramètre chute de 0.245ppm d’huile fraîche jusqu’à une valeur de 0.045ppm d’huile de la vingtième friture. Cette diminution est due à la dégradation thermique. Des recherches ont montré que les pigments caroténoïdes sont aisément dégradés en présence de la lumière et des températures élevées (*MARTY et BERSET, 1988 ; MINGEZ-MOSQUERA et JEREN- GALAN, 1995*)

En comparant mes résultats à ceux obtenus par *IGHIL et MANI (2016)*, on remarque qu’à la dixième friture, l’huile «elio» à une valeur de 0.096ppm ; cette valeur est supérieure à celle trouvée par *IGHIL et MANI (2016)* sur l’huile «Afia» qui a enregistré 0.065ppm.

Le *tableau XXXI* représente les résultats de l’analyse de la variance (ANOVA) pour les caroténoïdes.

**Tableau XXXI**: Résultats d’analyse de la variance(ANOVA) pour les caroténoïdes.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,095	17	0,006				
VAR.FACTEUR 1	0,095	5	0,019	2506,385	0		
VAR.RESIDUELLE 1	0	12	0			0,003	1,91%

L’étude statistique réalisée pour la variable caroténoïdes, donne une probabilité inférieure à 0.001 (P-value = 0 < 0.001). Des différences très hautement significatives existent, cela signifie que le facteur nombre de friture influe sur les caroténoïdes.

Le test de NEWMAN-KEULS pour la variable « caroténoïdes » montre qu'on a 6 groupes homogènes : A, B, C, D, E et F ; chacun de ces groupes représente un niveau de facteur. Ainsi, des différences très hautement significative existent entre tous les niveaux de facteur.

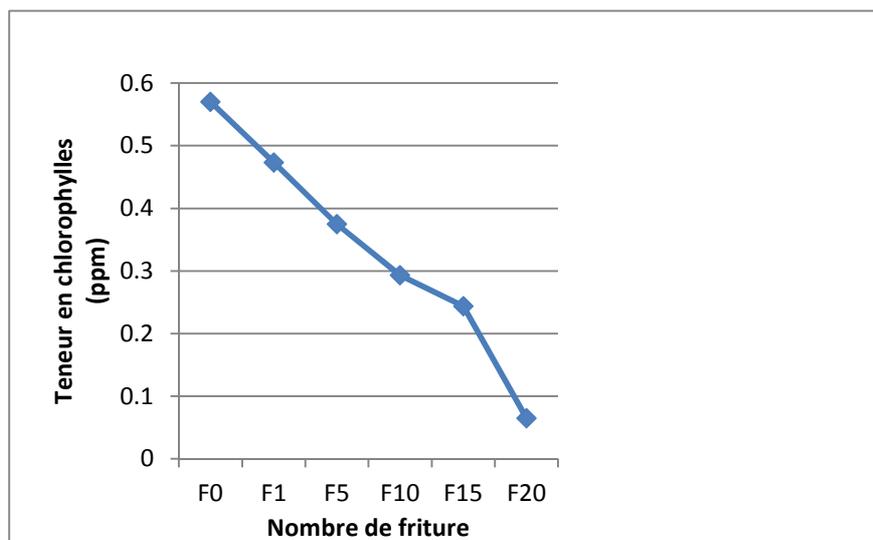
### II.5. Evolution des chlorophylles

Les chlorophylles sont des substances colorantes de l'huile ; elles jouent un rôle important dans l'activité oxydante du produit due à leurs nature antioxydant dans l'obscurité et pro-oxydante dans la lumière.

La teneur en chlorophylle est un paramètre très important à considérer surtout pour la qualité organoleptique et la stabilité de l'huile.

D'après les résultats obtenus, la valeur des chlorophylles de l'huile fraîche est de 0.57ppm ; cette valeur est supérieure à celle trouvée par *IGHIL et MANI* (2016) sur l'huile «Afia» ayant enregistré une valeur de 0.39ppm.

La *figure 29* illustre l'évolution des chlorophylles en fonction du nombre de fritures



**Figure 29** : Evolution des chlorophylles en fonction du nombre de fritures.

La *figure 29* montre que les chlorophylles diminuent au fur et à mesure que le processus de la friture avance ; le niveau de ce paramètre chute de 0.57ppm de l'huile fraîche jusqu'à une valeur de 0.065ppm d'huile de la vingtième friture. Cette diminution est due à la dégradation thermique. Des recherches ont montré que les pigments de chlorophylles sont facilement dégradés en présence de la lumière et des températures élevées (*MARTY et BERSET, 1988 ; MINGEZ-MOSQUERA et JEREN- GALAN, 1995*).

En comparant mes résultats à ceux obtenus par *IGHIL et MANI (2016)*, on remarque qu'à la dixième friture, l'huile «elio» a une valeur de 0.29 ppm ; cette valeur est très proche de celle trouvée par *IGHIL et MANI (2016)* sur l'huile «Afia» pour laquelle une valeur de 0.21ppm est notée.

Le *tableau XXXII* représente les résultats de l'analyse de la variance (ANOVA) pour les chlorophylles.

**Tableau XXXII** : Résultats d'analyse de la variance (ANOVA) pour les chlorophylles.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,477	17	0,028				
VAR.FACTEUR 1	0,477	5	0,095	5234,346	0		
VAR.RESIDUELLE 1	0	12	0			0,004	1,27%

L'étude statistique réalisée pour la variable chlorophylles donne une probabilité inférieure à 0.001 (P-value =  $0 < 0.001$ ), donc nous avons des différences très hautement significatives, cela signifie que le facteur nombre de friture influe sur les chlorophylles.

Le test de NEWMAN-KEULS pour la variable chlorophylle montre qu'on a 6 groupes homogènes : A, B, C, D, E et F ; chacun de ces groupes représente un niveau de facteur. Ces différences qui sont très hautement significative existent entre tous les niveaux de facteur.

### **Conclusion générale**

L'objectif central de cette étude consiste à estimer la perte de la fraction insaponifiable et saponifiable de l'huile raffinée au cours des fritures répétées; ces fritures ont été réalisées avec l'huile « elio » dans une friteuse électrique et à température réglable; le nombre de fritures a été porté à vingt.

Les échantillons d'huiles des bains de fritures ont été prélevés après chaque cycle et ont fait l'objet de diverses analyses afin de déterminer l'évolution de la partie saponifiable et la partie insaponifiable indicatrice du déroulement des réactions de détérioration.

Les tests organoleptiques montrent que la couleur de bain de friture commence à s'assombrir à partir du 10<sup>ème</sup> cycle de friture où on note aussi une intensification de la couleur de la frite caractérisée par un goût légèrement piquant.

L'altération de cet aspect organoleptique indique une détérioration du profil des critères physicochimiques, consécutif du déroulement des réactions thermo-oxydatives. Le contenu en composés phénoliques, en pigments chlorophylliens et en caroténoïdes diminuent avec le déroulement de la friture ; ces composés mineurs sont extrêmement sensibles à la lumière et surtout à la chaleur (température élevées).

Les résultats obtenus ont révélé une augmentation, logique du taux de composés polaires. Néanmoins, le maximum atteint est nettement inférieur à la limite fixée par les organismes internationaux, ( $\leq 25\%$ ).

Le niveau d'altération jugé bas pourrait être expliqué par les conditions expérimentales fixées dans cette étude.

Ces conditions idéales ne reflètent nullement celles en vigueur dans les fast-foods où la température dépasse 180°C et que le temps de friture est plus long, ce qui catalysent les réactions de détérioration.

Afin de réduire et /ou de retarder l'altération d'une huile de friture, il est préférable de limiter le nombre de friture pour écarter le risque d'intoxiquer le consommateur enclin à privilégier les aliments frits.

### A

- ❖ **ALAIS C ; LENDEN G ; MICLO L. (2008).** Les lipides. In : Biochimie alimentaire. 6<sup>ème</sup> édition de l'abrégé : Dunod, Paris. pp : 52–240.
- ❖ **ALAIS C ; LINDEN G ; MICLO L. (2003).** Biochimie alimentaire. 5<sup>ème</sup> édition de l'abrégé : Dunod, paris. pp : 51 – 71.
- ❖ **ALAIS C ; LINDEN G. (2003).** Abrégé de biochimie alimentaire. 5<sup>ème</sup> édition : MASSON, Paris. pp : 57 - 248.
- ❖ **APFELBUM M ; ROMAIN M. et DUBUS M. (2009).** Diététique et nutrition. 7<sup>ème</sup> édition. Masson, Paris. pp : 321 – 334.
- ❖ **ANONYME 1. (2008).** Wikipédia (classification botanique de tournesol).
- ❖ **ANONYME2. (2012).** Wikipédia Tournesol oléique, [www.Lagouttedorduplateau.com](http://www.Lagouttedorduplateau.com). (classification botanique de soja).
- ❖ **ANONYME 4. (2009).** Règles d'or de la friture. Unilever Suisse, nutrition. in [www.unilever.com](http://www.unilever.com) (août 2009).

### B

- ❖ **BOERS J. (2000):** in PROCESS. N° 1156.
- ❖ **BOURGEOIS C.F. (1994):** in IAA.
- ❖ **BUEHER C. (2008).** Les règles d'or de la friture. In [www.consumer.service-ch-unilever.com](http://www.consumer.service-ch-unilever.com) édition : Office des publications Universitaires : 31p.

### C

- ❖ **CAMO J.P. (1999) :** Les protéines végétales. Biocontact, (31).
- ❖ **CHEFTEL H. et CHEFTEL J-C. (1977).** Les principaux systèmes biochimiques alimentaires comportement au cours des traitements in introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 252 – 254.

- ❖ **CHEUNG S. et TAI J. (2007).** Anti-proliferative and antioxidant properties of rosmarin *Rosmarinus officinalis*. *Oncology reports*, 17(6), pp: 1525 – 1531.
- ❖ **CHEVAUSSUS A. (2002).** Alimentation, nutrition et agriculture. Service de la planification, de l'analyse et de l'évaluation nutritionnelle. ; FAO.
- ❖ **CODEX ALIMENTARIUS, (1999).** Norme pour les huiles végétales portant un nom spécifique. CODEX STAN 210-1999.
- ❖ **CODEX-ALIMENTARIUS, (1992).** Normes codex pour les graisses et les huiles d'origine végétales. In :Graisses, Huiles et Produits dérivés volume (8), FAO/OMS, Rome. pp : 9 – 71.
- ❖ **CUVELIER et CABARAUX J.F. (2004).** Acide gras : nomenclature et sources alimentaires. Formats PDF, ([http://www.facmv.ulg.ac.be /amv/articles/2004-148-3-03.pdf](http://www.facmv.ulg.ac.be/amv/articles/2004-148-3-03.pdf)).

### D

- ❖ **DENISE J. (1982).** Composition des huiles végétales alimentaires brutes in raffinage des corps gras. Paris :Mesthock. Ed Beffois, p : 80-100.
- ❖ **DENISE J. (1992).** Raffinage des corps gras. In : manuel des corps gras. Tome III. Edition Tec & Doc. ISBN : 2-85206-662-9. P-P : 789-881.
- ❖ **DIEFFENBACHER A ; BUXTORF U; DERUNGS R; FRIEDLI R; GROB K; ZURCHER K. (2000).** Graisses comestibles, huiles comestibles et graisses émulsionnées. In : Manuel suisse des denrées alimentaires. Edition : martin, Genève.
- ❖ **DJADOUNI S. (2011).** Influence de l'hexane acidifié sur l'extraction de l'huile de grignon d'olive assistée par micro-ondes. Mémoire Magister. Université Mouloud Mammeri Tizi Ouzou. Faculté des sciences, Département de chimie.
- ❖ **DOBARGANES. (1998).** Formation and analysis of high molecular weight compounds in frying fats and oils.O.C.L.Vol.S: n° 1.pp 41-52
- ❖ **DRONNE Y. (2001).** Les marchés oléagineux de l'Europe dans le contexte international. OCL. N°3, Vol 8, pp : 183 – 190.
- ❖ **DUPIN H. (1992) :** Alimentation et nutrition humaines, Publié par Esf Editeur.

### E

- ❖ **ERICKSSON D.R. et WIEDERMANN H. (1980).** Handbook of soy oil processing and utilization. pp: 14 – 17.
- ❖ **EVARARD J ; PAGES X.P.X ; ARGENSON C. et MORIN O. (2007).** Procédés d'obtention et compositions nutritionnelles des huiles de tournesol, olive et colza. Cah. Nutr. Diet. (42)1, pp : 13 – 23.

### F

- ❖ **FARHOOSH R. et TAVASSOLI-KAFRANI M.H. (2010).** Polar compounds distribution of sunflower oil as affected by unsaponifiable matters of Ben bull oil (BHO) and tertiary-butylhydroquinone (TBHQ) during deep-frying. Food Chemistry, vol. 122, pp: 381-385.
- ❖ **FRANÇOIS R. (1978).** industrie, production -environnement. 318. ed technique et documentation. Paris.
- ❖ **FREDOT E. (2012).** Connaissance des aliments: base alimentaire et nutritionnelle de la diététique. Edition: Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 417–488.
- ❖ **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<sup>ème</sup> édition : Doin éditeur. pp : 79-94.
- ❖ **FUJIMOTO K. (1994).** in GRAILLE et al. 2003.

### G

- ❖ **GAIGNAUT et al (1989).** Perronet. J., 1989. Stérols et stéroïdes, Paris, Paris, 11-35.
- ❖ **GARCIA J-M ; SELLER S ; PEREZ-CAMINO MC ; 1996.** Influence of ripening on olive oil quality. Agric. Food chem. 44:3516-22.
- ❖ **GEORGE. (2006).** Les matériaux biologiques de base in biochimie, 4<sup>ème</sup> édition dunod, 9p
- ❖ **GERTZ C. (2008).** Optimum deep frying, from the Food Industries Association of Austria, F.I.A.A. from June. pp: 125 – 135.

- ❖ **GOTOR A. 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 et Doc, Lavoisier, Paris. pp : 1– 170.
- ❖ **GRANDGIRARD A. (1992).** Transformation des lipides au cours des traitements thermiques, effet nutritionnels et toxicologiques. In : aspect nutritionnel des constituants des aliments influence des technologies. Edition. Tec et Doc, Paris. pp : 49 – 63.
- ❖ **GRANDGIRARD A. et JULLIARD F. (1987).** Corps gras. Rev. Fse, (34). pp : 213 – 219.
- ❖ **GUERMOUCHE G. et YACEF F. (2007).** Le contrôle de deux huiles végétales (soja et tournesol) au complexe « CEVITAL ».Thèse d'ingénieur, université de Bejaia.
- ❖ **GUIGAZ M. (2006).** Tournesol. In : Memento de l'agronome. Edition : Cirad. pp : 625 – 626.
- ❖ **GUILLÈNE M.D. et URIARTE P.S. (2011).** A very simple, fast, and non-destructive approach to predict the time at which edible oils submitted to high temperature reach the established limits of safety. Food Chemistry, vol.127, pp: 802 – 806.
- ❖ **GUNSTONE F.D. et al. (1994).** in GRAILLE et al. 2003
- ❖ **GUTFINGER T. (1981).** Polyphénols in olive oils. J. Am. OIL chem.Soc, 58:966-968.

### H

- ❖ **HALASOVAM et al** in GRAILLE et al. 2003
- ❖ **HELME J.P. (1984).** Influence des techniques sur la qualité des produits alimentaires dans les industries des corps gras. pp : 33 –125.

### I

- ❖ **IGHIL F et MANI D. (2016).** Evolution de la fraction saponifiable et insaponifiable d'une huile végétale raffinée « Afia » au cours des fritures répétées. Mémoire d'obtention le Master II. Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, Algérie.

### J

- ❖ **JAMMES C. (2007).** Co-valorisation d'effluents gras et de résidus ligno cellulosiques : déshydratation mécanique et compostage. Thèse doctorat, Université de Limoges, France.
- ❖ **JEANTET R ; BRULE G ; CROGUNENEC T.et SCHUCK P. (2006).** Science des aliments : Biochimie-Microbiologie-Procédés-Produits.Tom1. Edition : Tec& Doc, Lavoisier, Paris.pp :95–120.
- ❖ **JUDDE A. (2004).** Prévention de l'oxydation des acides gras dans un produit cosmétique : Mécanismes, conséquences, moyens de mesure, quels antioxydants, pour quelles applications. OCL, n° 6, vol.11, pp : 414 – 418.
- ❖ **JULIEN TAP. et al .,(2005).**Article de Wikipédia encyclopédie libre.

### K

- ❖ **KARLESKIND A. (1992).** Principaux constituants chimiques des corps gras, propriétés chimiques des corps gras. In : Manuel des corps gras Tome 1. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 95 – 358.
- ❖ **KUEHNAU in GRAILLE J. et al :** Lipides et corps gras alimentaires. Edition Tec et Doc, 2003.

### L

- ❖ **LAISNEY J. (1992).** Obtention des corps gras. In Manuel des corps gras. Volume1. Ed. Tec et doc. Lavoisier. pp : 695-768.
- ❖ **LECERF J-M. (2011).** Les huiles végétales particularités et utilités. Médecine des maladies Métaboliques (5) 3, pp : 257 – 262.
- ❖ **LINDEN G ; LORIENT D. (1994).** Biochimie agro-industrielle. Edition : Masson, Paris. pp : 90 – 100.

### M

- ❖ **MASSON O. (2002).** Biochimie : Les bases biochimiques de la diététique. Edition : Tec& Doc, Lavoisier, Paris. pp : 81–83.

- ❖ **MAZOYER M. (2002)**. Larousse agricole. Edition : Larousse, pp : 458 – 626.
- ❖ **MERRIEN A. (1992)**. Tournesol. in : Manuel des corps gras. Edition : Tec et Doc, Lavoisier, Paris, pp : 116-122. Chem.soc. 68 : 669-674.
- ❖ **MIGNOLET G., (1968)** : Technologie des aliments. Ed. Pantyn ; Bruxelles ; pp 78-79.
- ❖ **MINGUEZ M et al (1991)**. Couleur pigment
- ❖ **MOHTADJI LAMBOLLAIS.et CORINE (1989)**. Les corps gras. In : Les aliments. Paris : Moline. pp : 93.
- ❖ **MOMPON B et al (1998)**. Extraction des polyphénols : du laboratoire à la production industrielle. Les colloques, n° 87, Bordeaux (France), Edition. INRA, Paris.
- ❖ **MORDRET F. (1992)**. Analyse des corps gras. In : Manuel des corps gras. Edition : Tec & Et Doc, Lavoisier, Paris. pp : 1147 – 1182.
- ❖ **MORIN O. et PAGES-XATART-PARES X. (2012)**. Huiles et corps gras vegetaux. ressources fonctionnelles et interet nutritionnel. OCL,19(2), pp : 63 – 75.

### N

- ❖ **NAUDET M. (1992)**. Principaux constituants chimiques des corps gras. In : Manuel des corps gras. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 65 – 90.

### O

- ❖ **OKUDA T. et al** in GRAILLE et al. 2003.
- ❖ **OUYED K. et BAZI. S (2016)**. Evolution de la fraction insaponifiable de l'huile raffinées « Fleurial » au cours des fritures répétées

### P

- ❖ **PAGANGA G. et al** in GRAILLE et al. 2003.
- ❖ **PERRIN J.L. (1992)**. Evolution des corps gras au cours de leur utilisation alimentaire. In : Manuel des corps gras. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris pp : 1015– 1031.

- ❖ **POISSON J-P ; et NARCE N. (2003).** Corps gras alimentaires : aspects chimiques, biochimiques et nutritionnels. In : Lipides et corps gras alimentaires. Edition Tec & Doc, Lavoisier. pp : 1–47.
- ❖ **POUZET A. (1992).** Manuel des corps gras. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris.

### R

- ❖ **RANALLI A. et al (2003).** Antioxidizing potency of phénols compounds in olive oil mill waste water. Journal of Agricultural and Food Chemistry. 51. pp.7636-7641.
- ❖ **ROGER; FRANÇOIS. (1974).** Rappel des notions fondamentales. In: Les industries des corps gras. Paris: Lavoisier, 32 p (Institut d'études sur les corps gras et produits dérivés).
- ❖ **ROGIS FAURNIER.** Huile de tournesol, 2002 [en ligne]. (<http://www.prolea.com/tournesol.htm>). (page consultée en février 2007).

### S

- ❖ **SERVILLE Y. (1980).** Corps gras. In : manuel d'alimentation humaine. 2. Ed: E.S.F-Paris. ISBN: 2-225-85688-5. P: 208-225.
- ❖ **SURAI P.F. VITAMIN E. (2002).** In: Surai P.F., Natural antioxidants in avian nutrition and reproduction. Nottingham University Press: Nottingham, 27-128.

### T

- ❖ **TANOUTI K ; ELAMRANI A ; SERGHINI-CAID H ; KHALID A ; BAHETTA Y, BENALI A ; et KHIAR M.( 2010).** Caractérisation d'huile d'olive produites dans des coopératives pilotes (Iakrarma et Kenine) au niveau du Maroc oriental. Les technologies de laboratoire-2010, volume 5, n°18.
- ❖ **TOUITOU Y. (2005).** Biochimie : Structure des glucides et lipides. PCEM. Université Pierre et Marie Curie, Faculté de médecine, Paris. pp : 31-44.
- ❖ **TOSHIAKI et al** in GRAILLE et al. 2003.
- ❖ **TRACHE M etKECILI A. (2014).** Etude comparative de la stabilité oxydative de cinq huiles de tables au cours des fritures répétées. Mémoire d'ingénieur. Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, Algérie.

### V

- ❖ **VIERLING E. (2003).** Aliments et boissons : Filières et produits. 2<sup>ème</sup> édition : Doin, Cedex. pp : 187 – 208.
- ❖ **VITRAC O ; TRYSTRAN G. et RAOULT-WACK A.L. (2003).** Procédé de friture et produits frits. In: Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 231 – 269.

### W

- ❖ **WARNER K. (2002).** Produits d'huile de soja Composition, Qualité et Stabilité. Bulletin BP(Ed)
- ❖ **WIBOUT A. (1986).** Le livre des produits alimentaires. Edition : MAX BREZOL.
- ❖ **WOLFF J.P. (1968).** Dosage des produits d'oxydation. In : Méthodes générales d'analyse. Edition: Azoulay, Paris. pp : 259– 266.
- ❖ **WOLFF J.P. (1968).** Manuel des corps gras. Edition : Tec &Doc, Lavoisier, Paris. pp : 551.

### Annexe 1 : Détermination de l'indice de saponification

#### ❖ Matériels

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

#### ❖ 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.

### Annexe 2 : Mesure des composés polaires totaux

#### ❖ Mode opératoire

- Chauffer les échantillons d'huiles à une température comprise entre 40 et 210°C (dans notre cas, les huiles ont été chauffées à 40°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 testeur 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 5secondes).

### Annexe 3 : Détermination de la teneur en chlorophylle et en caroténoïdes

#### ❖ Matériels :

- La balance
- Spectrophotomètre

#### ❖ Réactifs :

- Cyclohexane

#### ❖ Mode opératoire :

- Peser 7,5g d'huile et la dissoudre dans 25 ml de cyclohexane ;
- Verser une quantité du mélange dans la cuve de spectrophotomètre ;
- Mesurer les absorbances à 670 nm pour les chlorophylles puis à 470 nm pour les caroténoïdes.

### Annexe 4 : Détermination de la teneur en composés phénoliques

#### ❖ Réactifs :

- Hexane
- solution méthanol/eau (5/95)
- Eau distillée
- Folin ciocalteu
- Solution de bicarbonate de sodium à 35%
- Acide gallique

#### Préparation de la gamme étalon de l'acide gallique

- Préparer la solution mère à une concentration de 100ppm (1mg d'acide gallique/100 ml de MeOH/H<sub>2</sub>O pour un volume de (5/95) ;
- Préparer à partir de la solution mère des solutions diluées de 5ml aux concentrations suivantes : 8mg/l ; 6mg/l ; 4mg/l ; 2mg/l
- Ajouter à chaque solution 0,5 ml de Folin ciocalteu ;
- Laisser 3 mn ;
- Ajouter 1 ml de bicarbonate de sodium (35%) ;
- Agiter. Compléter avec MeOH/eau (5/95) jusqu'à 25ml ;
- Laisser 1h à l'obscurité ;
- Mesurer de l'absorbances à 725nm ;
- Réaliser en parallèle un essai à blanc.

## *Annexes*

---

### **Dosage des composés phénoliques dans l'huile :**

- Dans un tube à essai, peser 2,5 g d'huile ;
- Ajouter 5ml d'hexane pour la dissoudre ;
- Ajouter également 5ml du mélange méthanol-eau (5/95, V/V) ;
- Agiter vigoureusement pendant 2mn et laisser reposer pendant 5mn ; deux phases non miscibles se séparent distinctement ;
- Au moyen d'une pipette, la phase aqueuse (0,5ml) est récupérée et mise dans un autre tube à essai ;
- La diluer dans 4,5 ml de MeOH/eau (5/95) ;
- Ajouter 0,5ml du réactif du folin ciocalteu ;
- Ajouter 1ml de la solution de bicarbonate de sodium ;
- Compléter avec MeOH/ eau (5/95) jusqu'à 25 ml ;
- Laisser 1h à l'obscurité ;
- Mesurer de l'absorbance à 725nm.

## ***Résumé***

Les huiles végétales riches en acides gras polyinsaturés de la série « oméga 6 » et « oméga 3 » ont, certes, des avantages nutritionnels, mais, elles peuvent s'avérer toxiques pour l'homme lors de leur utilisation dans la préparation des aliments frits. Néanmoins, un choix adéquat du mode de friture pourrait limiter les réactions de détérioration

L'objectif de cette étude expérimentale était d'évaluer le degré de résistance aux réactions thermiques et oxydatives de l'huile végétale au cours des fritures répétées. Cette huile est disponible sur le marché ; elle porte le nom commercial suivant: « elio ».

A la lumière des résultats obtenus, il s'avère que l'huile fraîche incorporée a diminué l'intensité des réactions d'altération et par voie de conséquence l'ampleur de la détérioration des bains de friture et de la qualité des frites préparées grâce à l'effet de dilution induit et surtout l'apport en vitamine E qui aurait brisé les processus oxydatif et thermique.

**Mots clés :** huile végétale, friture, acides gras polyinsaturés, altération.

---

## ***Abstract***

The vegetable oils rich in polyunsaturated fatty acids of the series "omega-6" and "omega-3" have certainly nutritional benefits, but they can be toxic for humans when used in the preparation of fried foods. However, an adequate choice of the frying method could limit the deterioration reactions.

The aim of this experimental work was to assess the degree of resistance to thermal stimuli and oxidative reactions of vegetable oil during repeated frying.

In light of the results obtained, it appears that the incorporated fresh oil has decreased the intensity of weathering reactions and consequently the extent of the deterioration baths frying and quality fries prepared using the dilution effect induced and especially vitamin E that would have broken the oxidative and thermal processes.

**Key words:** vegetable oil, frying, polyunsaturated fatty acids, reaction of de