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

Université Mouloud MammeriTizi-Ouzou
Faculté des Sciences biologiques et des Sciences Agronomiques
Département de Biochimie et Microbiologie

Mémoire de fin d'étude

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

Thème

EVALUATION DE LA STABILITE DE L'HUILE « ELIO » AU COURS DES FRITURES REPETEES AVEC INCORPORATIOND DE L'HUILE FRAICHE

Proposé et dirigé par :
Mr SADOUDI R

Présenté par :
Melle HAMOUCHE Tassadit
Melle SANAT Taous

Devant le jury :
Président :Mr AMIR Y. *Professeur à l'UMMTO*

Examinateurs :
Melle BENAHMED-DJILALI A. *Maître de conférences B à l'UMMTO*
MelleLAMMI S. *Maître assistante B à l'UMMTO*

Promotion : 2014 - 2015

Remerciements

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

Au terme de ce travail, nous tenons à exprimer nos remerciements les plus sincères et Les plus profonds à :

Notre promoteur Mr SADOUDI Rabah. Maitre-assistant chargé de cours au département des sciences agronomiques à UMMTO d'avoir accepté de nous encadrer et de nous guider tout au long de ce travail.

Nous remerciements s'adressent également au président du jury Mr AMIR Youcef.Professeurà UMMTO qui nous a fait l'honneur de présider le jury. Et aux examinateurs Melle BENAHMED-DJILALIAdiba. Maitre de conférences B àUMMTOet Melle LAMMI Sara.Maitre assistante B à UMMTOd'avoir accepté d'examiner notre travail.

Nous remercions aussi Melle ALI AHMED S. pour nous avoir aidées dans la réalisation de l'étude statistique.

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

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

Dédicaces

J'ai l'honneur de dédier ce modeste travail

Aceux qui m'ont tout donné sans rien en retour
A ceux qui m'ont encouragé et soutenu dans mes moments les plus durs
Et ceux à qui je dois tant
A mes parents,
Pour leur amour et leur support affectif.

A

Mon mari Samir à qui je dois offrir ma réussite ; ainsi toute la famille Lounes;

Ma sœur Maya et mon frère Said auxquels je souhaite la réussite dans leurs études;
Mon frère Ali et sa fiancée Razika;

Mes très chère grands parents, et toute la famille M'foukh;
Mes oncles et tantes sans exception;
Mes cousins et cousines;

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

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

A toute la promotion Alimentation humaine et qualité des produits.

HAMOUCHE Tassadit

Dédicaces

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

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

A

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

Mes sœurs Djamila et Faiza

Mon frère Farid et sa femme Karima et surtout à notre adorable Sonia ;

Mes chers frères Moh, Madjid, Yacine et Aomar;

Mes oncles et tantes sans exception;

Mes cousins et cousines;

Ma binôme Tassa et sa famille;

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

SANAT Taous

Liste des abréviations

A%: Acidité

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

Aω: Activité de l'eau

°C: degré Celsius

CG: Corps gras

$E^{1\%}_{1cm}$: Extinction spécifique

ECN : Espèce chimique nouvelle

HPLC : chromatographie liquide haut performance

Ii: Indice d'iode

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.

Spa : société par action

TAG: Triacylglycérides

TG: Triglycérides

UV: Ultraviolet

Liste des tableaux

Numéro	Titre	Page
I	Principaux AG	03
II	Classification des CG	05
III	Point de fusion de quelques AG	07
IV	Point d'ébullition de certains AG	07
V	Rôles des corps gras	10
VI	Principales constantes physiques et chimiques de l'huile de tournesol	11
VII	Composition en acides gras de l'huile de tournesol	12
VIII	Composition en insaponifiables de l'huile de tournesol	12
IX	Principales constantes physico-chimiques de l'huile de soja	14
X	Composition en AG de l'huile de soja	14
XI	Types d'altérations, agent causal et types de produits formés lors du chauffage des corps gras	26
XII	Composition biochimique de la pomme de terre	28
XIII	Conditions expérimentales des essais de fritures	29
XIV	Observations notées lors des fritures avec l'huile « elio »	37
XV	Résultats des indices physiques	39
XVI	Résultats de l'extinction spécifique à 232nm et 270 nm	44
XVII	Résultats des indices chimiques	46

Liste des figures

Numéro	Titre	Page
1	Formule générale d'un phospholipide	03
2	Réaction d'estérification	08
3	Schématisation de la cinétique d'oxydation des acides gras insaturés	17
4	Mécanisme d'initiation de la peroxydation des lipides par l'activité Lipoxygénasique	18
5	Vitesse d'oxydation et activité de l'eau.	21
6	Réactions d'altération des huiles dans un bain de friture sous l'effet de la chaleur	25
7	Friteuse, une passoire et les bâtonnets de pomme de terre préparés (photo originale)	29
8	Les échantillons de l'huile de friture à analyser	30
9	viscosimètre (photo originale)	31
10	Spectrophotomètre UV visible (photo originale)	33
11	Réfrigérant à reflux (photo originale)	36
12	Effet de l'incorporation de l'huile fraiche sur l'humidité des huiles de bains de fritures	40
13	Effet de l'incorporation de l'huile fraiche sur la viscosité des huiles de bains de fritures	41
14	Effet de l'incorporation de l'huile fraiche sur la densité des huiles de bains de friture.	43
15	Effet de l'incorporation de l'huile fraiche sur l'UV des huiles de bains de friture	44
16	Effet de l'incorporation de l'huile fraiche sur l'acidité des huiles de bains de friture	47
17	Effet de l'incorporation de l'huile fraiche sur l'indice de peroxyde des huiles de bains de friture	49
18	Effet de l'incorporation de l'huile fraiche sur l'indice d'iode des huiles de bains de friture	51
19	Effet de l'incorporation de l'huile fraiche sur l'indice de saponification des huiles de bains de friture	53

Résumé

La friture est un mode de préparation des aliments. Dans notre pays, ce mode de cuisson est mené avec des huiles végétales polyinsaturées, plus sensibles aux réactions de détérioration. Néanmoins, un choix adéquat d'un mode de friture pourrait limiterdavantage les réactions d'altération du bain de friture.L'objectif de cette étude a consistéàévaluer l'effet de l'incorporation régulière de l'huile fraîche de marque « elio » sur les propriétés physico-chimiques des bains de vingt fritures répétées.

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, friture,incorporation,altération.

Abstract

Fryingis a way of preparingfood. In our country, this cooking methodisconductedwithpolyunsaturatedvegetableoils, more sensitive to deteriorationreactions. However, an adequatechoice of a fryingmethodmayfurtherlimit the reactions of alteration of fryingoil. The objective of thisstudywas to evaluate the effect of the steady incorporation of new oil brand " elio " on the physicochemical properties of the baths twentyrepeatedfrying.

In light of the resultsobtained, itappearsthat the incorporatedfreshoil has decreased the intensity of weatheringreactions and consequently the extent of the deterioration baths frying and qualityfriespreparedusing the dilution effectinduced and especiallyvitamin E thatwould have broken the oxidative and thermal processes.

Key words:vegetable oils,frying, incorporation, reaction of deterioration.

SOMMAIRE

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Résumé

Introduction

Synthèse bibliographique

ChapitreIGénéralités sur les corps gras **Pages**

I.1. Définition 02

I.2.Composition 02

I.2.1. Composés majeurs 02

I.2.2. Composés mineurs 03

I.3.Classification 04

I.4. Propriétés physico-chimiques 06

I.4.1. Propriétés physiques 06

I.4.2. Propriétés chimiques 07

I.5. Besoins et apports lipidiques recommandés 09

I.6. Rôles des corps gras 09

Chapitre II: Huiles végétales

II.1. Huile de tournesol 11

II.1.1. Définition 11

II.1.2. Caractéristiques physico-chimiques de l'huile 11

II.1.3. Composition de l'huile de tournesol 11

II.1.3.1. Composition en acides gras 11

II.1.3.2. Composition en insaponifiables 12

II.1.4. Utilisation de l'huile de tournesol 12

II.1.4.1.Utilisation alimentation 12

II.1.4.2. Utilisation non alimentaire 13

II.2.Huile de Soja 13

II.2.1. Définition 13

II.2.2.Caractéristiques physico-chimiques de l'huile 14

II.2.3. Composition de l'huile 14

II.2.3.1. Composition chimique en AG 14

II.2.3.2. Teneur en insaponifiable 15

II.2.3.3. Composition en phospholipide 15
II.2.4. Intérêt nutritionnel de l'huile de soja 15

Chapitre III:Altération des huiles végétales

III.1. Mécanismes d'altération des huiles 16
III.1.1.Auto-oxydation 16
III.1.2.Photo-oxydation 18
III.1.3. Oxydation enzymatique 18
III.1.4. Dégradation hydrolytique 19
III.1.5. Isomérisation 19
III.1.6. Polymérisation et cyclisation 19
III.1.7.Altération thermo-oxydative 19
III.2. Facteurs influençant la détérioration oxydative 20
III.2.1. Teneur en oxygène 20
III.2.2. Température 20
III.2.3. Présence d'agents antioxydants 20
III.2.4. Présence d'agents pro-oxydants 20
III.2.5. Teneur en acides gras libres 20
III.2.6. Activité de l'eau 20

Chapitre IV:Friture

IV.1. Définition 22
IV.2. Différents types de fritures 22
IV.2.1. Friture Plate 22
IV.2.2. Friture profonde 22
IV.3. Choix des huiles utilisées lors de la friture 22
IV.4. Mécanisme du procédé de friture 23
IV.5. Modification aux cours des fritures 23
IV.5.1. Modifications des aliments frits 23
IV.5.2. Modifications des huiles 24
IV.6. Différents produits formés lors des fritures 25
IV.7. Aspect toxicologique des huiles chauffées 26

Partie expérimentale

Matériel et méthodes

I. Objectif de l'étude 27

II. Conduite expérimentale 27
II.1. Choix de l'huile 27
II.2. Choix de l'aliment à frire 28
II.3. Organisation des essais de fritures 29
II.4.Echantillonnage 30
III. Méthodes d'analyses 30
III.1. Analyses physiques 30
III.1.1. Teneur en eau et matières volatils 30
III.1.2.Détermination de la viscosité 31
III.1.3.Détermination de la densité 32
III.1.4. Détermination de l'extinction spécifique dans l'ultraviolet 32
III.2. Analyses chimiques 33
III.2.1. Acidité 33
III.2.2. Indice de peroxyde 34
III.2.3. Indice d'iode 34
III.2.4. Indice de saponification 35
IV. Analyse statistique 36

Résultats et discussion

I. Analyse organoleptique 37
II.Résultatsévolution des indices physiques 39
II.1. Humidité 39
II.2.Viscosité 41
II.3. La densité 42
II.4. Extinction spécifique à 232nm et 270 nm 44
III. Evolution des indices chimiques 44
III.1.Evolutionde l'acidité 45
III.2. Evolution de l'indice de peroxyde 48
III.3. Evolutionde l'indice d'iode 51
III.4.Evolutionde l'indice de saponification 52
Conclusion générale
Références bibliographiques
Annexes

Introduction

Introduction

Les corps gras(CG) jouent un rôle important dans l'alimentation humaine; les huiles végétales sont les plus largement consommées à l'égard de leurs compositions variées. Leurs intérêts nutritionnels sont surtout liés à leurs richesses et apports en acides gras essentiels (AGE), en vitamines et en sels minéraux(*GRAILLE, 2003).*

L'utilisation des huiles comme fluide caloporteur pour la friture des aliments est extrêmement répandue dans les préparations culinaires, et ce au niveau ménager, restauration ainsi qu'à l'échelle industrielle *(JUAREZ, 2011).*La friture constitue donc l'un des procédés thermiques utilisé pour transformer et conserver les aliments tout en leur conférant des caractéristiques sensorielles et organoleptiques de couleur, saveur, texture et le goût très appréciées par les consommateurs *(KANSCI, 2010).*

Mais, l'utilisation répétée des huiles dans des fritures produit un ensemble complexe de réactions chimiques ; ces réactions ont des effets sur les caractéristiques fonctionnelles, nutritionnelles et organoleptiques de l'huile, et peuvent être à l'origine de plusieurs modifications non souhaitables de ses caractéristiques et aboutir à la formation de composés qui ont des effets nocifs sur la santé *(JUDDE, 2004).*

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

L'objectif de notre étude consiste à évaluer la stabilité d'une huile de table « élio » au cours des fritures répétées avec incorporation graduelle de l'huile à l'état frais. Cette huile est formulée à partir de l'huile de tournesol(20%)et du soja (80%) ;elle est d'abord analysée sur le plan physicochimique ; ensuite, des essais de fritures, aux nombre de vingt, ont été menés dans une friteuse électriquedotée d'un couvercle et réglée à 180°C.

Des échantillons de bains de fritures ont été prélevés régulièrement ; 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 couleur des huiles des bains de fritures et des frites préparées.

Synthèse bibliographique

Chapitre I

Généralités sur les corps gras

I. Généralités sur les corps gras

I.1. Définition

Les corps gras (CG) sontdes biomolécules organiques de structure chimique diverse ; elles sont constituées de Carbone (C), Hydrogène (H) et d'Oxygène (O). Les CG appartiennent à la catégorie d'esters solubles dans les solvants organiques et insolubles dans l'eau ; cette propriété fondamentale est la source même des phénomènes particuliers quiaccompagnent leur digestion, absorption, transport dans le sang et métabolisme au niveau cellulaires *(DUPIN, 1992).*

I.2. Composition

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

I.2.1. Composés majeur

I.2.1.1.Triacylglycérols (TAG)

Les TAG sont des constituants majeurs des CG alimentaires. Les di et les monoacylglycérols représentent moins de 2% du total lipidique. La structure d'un TAG montre une molécule à trois carbones et une molécule de glycérol sur laquelle sont estérifiés trois AG (position 1,2 et 3) *(ALAIS et al., 2003).*

I.2.1.2.Glycérol

Les glycérols (propane triol 1,2 et 3), a deux fonctions alcool primaire identiques et une fonction alcool secondaire; il est habituellement obtenu par saponification des CG. Il est sirupeux, hygroscopique et soluble dans l'eau (*POISSON et NACRE, 2003).*

I.2.1.3.Acides gras

Les acides gras sont des acides organiques faibles qui ne possèdent qu'une seule fonction acide organique (carboxyle) par molécule et sont formés de carbone à nombre presque toujours pair, généralement compris entre 4 et 30. L'autre extrémité de la chaîne se termine par un groupement méthyle CH_3. Ils représentent90% à 96% de la masse moléculaire des TG *(POISSON et NARCE, 2003).*

Les AG sont formés de chaines 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 saturé (AGS) est: $C_nH_{2n}O_2$ *(JAMMES, 2007).*

Les acides gras insaturés possèdent une ou plusieurs doubles liaisons, relativement instable. Pour cette raison, ils peuvent être l'objet de réaction d'addition et fixer de nouveaux corps. Le terme « insaturé » fait allusion au fait que les carbones engagés dans une double liaison (carbone-carbone) n'ont pas leurs 4 valences liées à des éléments différents du carbone. La formule générale est C_n: $X^{\Delta a}$, avec n : nombre de carbone, X: nombre de double liaison, Δa : position des doubles liaisons *(DUPIN, 1992).*

TableauI: principaux AG *(POISSON et NACRE, 2003)*

Nom	Désignation	Structure
Acide palmitique	C_{16} : 0	$CH3_(CH_2)_{14}_COOH$
Acide stéarique	C_{18} : 0	$CH_3_(CH_2)_{16}_COOH$
Acide oléique	C_{18} : $1\Delta^9$	$CH_3_(CH_2)_7_CH=CH_(CH_2)_7_COOH$
Acide linoléique	C_{18} : $2\Delta^{9,12}$	$CH_3_(CH_2)_4_CH=CH_CH_2_CH=CH_(CH_2)_7_COOH$
Acides α-linolénique	C_{18} : $3\Delta^{9,12,15}$	$CH_3_(CH_2)_CH=CH_CH_2_CH=CH_CH_2_CH=CH_(CH_2)_7_COOH$

I.2.2. Composes mineurs

En plus des TAG, les CG contiennent des constituants mineurs dont la teneur est très faible et dont l'intérêt n'est pas moindre, on peut citer les phospholipides, les cérides, les substances insaponifiables, les chlorophylles ainsi que les produit d'altérations.

I.2.2.1.Les phospholipides

Les phospholipides sont des constituants majeurs de membranes biologiques à caractère amphiphile. La structure du phospholipide est illustrée dans la *figure1*.

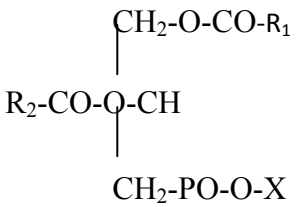


Figure1 : Formule générale d'un phospholipide *(FAHY et al.,2005)*

I.2.2.2. Stérols

Ce sont des composés tétracycliques, comportant les plus souvent 27 à 28 atomes de carbones *(PERCHERON et PERLES, 1981).*

I.2.2.3.Cires

Les cires sont des esters d'AG et de mono-alcool aliphatique chez les végétaux. Elles contribuent à la formation des pellicules protectrices des graines et des fruits, comme elles sont responsables de l'apparition de troubles au début de la cristallisation à basse température *(GRAILLE, 2003).*

I.2.2.4.Vitamines

Les huiles végétales brutes sont riches en vitamines liposolubles A, D, E et K qu'il est regrettable d'éliminer lors du raffinage *(DENIS, 1998).*

I.3. Classification

Les CG sont un des constituants de notre ration alimentaire quotidienne. On en parle souvent comme s'ils étaient tous semblables et équivalents. En fait, ils sont différents selon leur origine, leur consistance, leur composition, et leur rôle dans l'organisme (*COSSUT et al., 2002).*

TableauII: Classification des CG

Selon leur origine *(FREDOT, 2005)*	**Selon leur consistance à température ambiante** *(FREDOT, 2005)*	**Selon leur rôle physiologique** *(MASSON, 2002)*	**Selon l'analyse élémentaire** *(FRENOT et VIERLING, 2001)*	**Selon la propriété de saponification** *(JEANTET et al., 2006)*
Animale -Beurre, -Suifs, -Saindoux, -Shortening (graisses raffinées hydrogénées), -Huiles des animaux marins. ***Végétale*** -Huile pour assaisonnement, -Huile pour assaisonnement et friture, -Margarine végétales, -Végétalien (huile de coprah hydrogéné). ***Mixte*** -Margarine standard à base d'huile végétale et graisse de poisson.	***Etat fluide*** -huile d'arachide, -huile de colza, -huile de soja, -huile de carthame, -huile de tournesol, -huile de germe de maïs. ***Etat Concret ou solide*** -Huile de palme, -Huile de coprah, -Margarine végétale, -Beurre, -Saindoux, -Suif.	***Lipides de structure*** -Phospholipides, -Cholestérol. ***Lipides de réserve*** -Triglycérides. ***Lipides ayant une activité biologique*** -Hormone stéroïdiennes, -Vitamines liposolubles.	***Lipides simples (composés de C.H.O)*** -Acides gras, -Acylglycérol, -Stérides, -Cérides. ***Lipides complexes (composés de C, H, O, P N et S)*** ***Glycérophospholipides :*** Acide phosphatidique, Phosphatidyléthanolamine, Phosphatidylsérine. ***Sphingolipides :*** Céramides, Sphingophospholipides, Glycosphingolipides.	***Lipides saponifiables*** - Acylglycérols, -Phospholipides - Cires, - Stérides, - Cutine. ***Lipides non saponifiables*** - Hydrocarbures - Pigments, - Stérols, -Vitamines liposolubles.

I.4.Propriétés physico-chimiques

I.4.1. Propriétés physiques

I.4.1.1.Etat physique

Les CG sont des 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 est plus élevé *(KOOLMAN et ROHM, 1999).*

I.4.1.2.Densité

Les AG et les lipides en général, ont une densité inférieure à celle de l'eau ce qui explique pourquoi les lipides flottent sur l'eau *(FRENOT et VIERLING, 2001).* Elle diminue au fur et à mesure que le poids moléculaire des AG diminue et que leur insaturation augmente *(UZZAN, 1992).*

I.4.1.3.Solubilité

Les AG sont dipolaire (pole hydrophobe et un pole hydrophile); le comportement global de la molécule dépend de la taille de la chaine hydrocarbonée :

- Si la chaine aliphatique est petite (ayant moins de 6 carbones), c'est le comportement hydrophile qui l'emporte, la molécule est donc soluble en milieux aqueux.
- Si la chaine carbonée est moyenne ou longue (ayant plus de 8 carbones), les propriétés liées à l'hydrophobie vont en croissant, en particulier l'insolubilité dans l'eau *(MASSON, 2002).*
- 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, 2003).*

I.4.1.4.Point de fusion

Le point de fusion est la température à laquelle un CG passe de l'état solide à l'état liquide *(MASSON, 2002).* La température de fusion des AG augmente avec la longueur de la chaine hydrocarbonée et il diminue avec le nombre de doubles liaisons (l'abaissement est plus grand pour la forme « *cis* » que pour la forme « *trans* »).

Letableau suivant donne la température de fusion de quelques AG:

Tableau III : Point de fusion de quelques AG*(ALAIS et al., 2003)*

AG	Point de fusion
Acide palmitique	63.1°C
Acide stéarique	69.6°C
Acide oléique	13.4°C
Acide linoléique	-5.0°C
Acide α-linolénique	-11.0°C

I.4.1.5.Point d'ébullition

Le point d'ébullition des AG augmente avec la longueur de la chaine ; les doubles liaisons l'influencent peu. *Le tableau* suivant indique le point d'ébullition de quelques AG.

Tableau IV : Point d'ébullition de certains AG*(FRENOT et VIERLING, 2001)*

AG	Point d'ébullition sous une pression de 263 Pa
Acide palmitique	148°C
Acide stéarique	166°C
Acide oléique	165°C
Acide linoléique	164°C
Acide linolénique	163°C

I.4.1.6.Résistance thermique (point de fumée et point d'éclair)

Le point de fumée est la température la plus basse à laquelle un échantillon chauffé, dans des conditions bien définies, commence à émettre de la fumée de façon nettement visible *(DIEFFENBACHER et al., 2000).*

Le point éclair est la température à laquelle une huile chauffé s'enflamme en contact d'une flamme *(CHARBONNIER, 1996).*

I.4.1.7.La viscosité

La viscosité des AG et des TG est liée à leurs structures, à la longueur de la chaîne et à leur saturation. Elle augmente avec le PM et diminue avec l'augmentation de l'insaturation. La viscosité des huiles est relativement très élevée *(ALTON, 1992).*

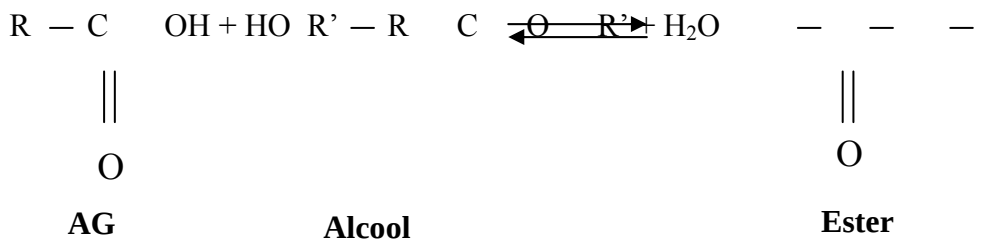
I.4.2.Propriétés chimiques

Les propriétés chimiques des AG sont liées d'une part au groupement carboxylique et d'autre part à la chaine carbonée :

I.4.2.1.Propriétés liées au groupement carboxylique

- ✓ **Formation d'esters**

L'estérification est la condensation d'une fonction carboxylique avec une fonction alcool selon la réaction suivante :



(1)

- ✓ **Formation de sels (savon)**

La saponification est une réaction de neutralisation des AG par des bases (KOH et NaOH). L'indice de saponification est inversement proportionnel à longueur des AG *(MASSON, 2002).* L'action d'une base sur un acide gras conduit à la formation d'un sel ou savon.

(2)

- ✓ **Formation d'acides gras libres**

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

I.4.2.2.Propriétés liées à la chaîne hydrocarbonée

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

- ✓ **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).* Cette opération est utilisée pour obtenir les margarines à partir des huiles végétales.

- ✓ **Fixation d'halogène**

La réaction 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*(MASSON, 2002).*

La réactivité des doubles liaisons des chaines carbonées peut aussi être à l'origine de réaction d'oxydation, d'isomérisation, polymérisation et de cyclisation *(MASSON, 2002).*

Les halogènes (chlore, brome, iode) se fixent bien sur les doubles liaisons éthyléniques (*FRENOT et VIERLING, 2001).*

I.5.Besoins et apports lipidiques recommandés

La consommation conseillée pour les lipides est de 30 à 35% de l'apport énergétique totale (AET). Les apports commandés en AG sont :

- 25% d'AGS, soit 7.5% de l'AET ;
- 50% d'AGMI, soit 15% de l'AET ;
- 25% d'AGPI, soit 7.5% d'AET avec un rapport (acide linoléique/ acide α-linolénique) compris entre 4 et 10 (*FRENOT et VIERLING, 2001).*

I.6.Rôles des corps gras

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

Tableau V: Rôles des corps gras

Rôles des corps gras	
Rôle nutritionnel	-Apport énergétique élevé (37.7 Kj/g soit 9Kcal); -Apport d'acides gras essentiels: acide linoléique (ω6) et l'acide α-linolénique (ω3) qui ont pour rôle de diminuer les risques des maladies cardiovasculaires; -Apport en vitamines liposolubles A, D, K et essentiellement la vitamine E qui joue un rôle antioxydant; -Apport de phytostérols qui jouent un rôle hypocholestérolémiant *(JEANTET et al., 2006).*
Rôle organoleptique	-Agent de texture dans la préparation des pâtes brisées, feuilletées sablées ou dans la garniture des préparations culinaire; -Agent de sapidité; -Support d'aromes ou précurseurs des molécules aromatiques *(VIERLING, 2003).*
Rôle Technologique	-Comme milieu de conservation contre les bactéries aérobies; -Fluide caloporteur ou vecteur de chaleur dans la cuisson des aliments (friture) ; -Agent émulsifiant *(DIEFFNBACHER et al., 2000).*
Rôle Biologique	-Constituants des membranes cellulaires; -Réserves d'énergie; -Précurseurs des stérols, des vitamines liposolubles et des prostaglandines *(TOUITOU, 2005).*

Chapitre II

Les huiles végétales

II. Huiles végétales

Une huile est une substance organique insoluble dans l'eau; elle est formée essentiellement de TG, c'est-à-dire d'ester glycérolique des AG *(KARLESKIND, 1992).* On les différencie généralement par leur point de fusion; les huiles sont liquides à 15°C, tandis que les MG sont plus ou moins solides à cette température *(LECERF, 2011)*.

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

II.1. Huile de tournesol

II.1.1.Définition

L'huile de tournesol est jaune pâle, pratiquement dépourvue de goût, sa teneur en acide linoléique est très élevée (62 à 70%), ce qui en fait l'une des meilleurs sources d'acides gras essentiels (AGE)fortement insaturés *(ROGIS, 2002).* Comme toutes les huiles végétales très insaturées, l'huile de tournesol est sensible aux températures élevées; elle ne peut être chauffée trop fort (ne pas dépasser 180°C) ni pour trop longtemps *(WIBOUT, 1986).*

II.1.2.Caractéristiques physico-chimiques de l'huile

Les principales caractéristiques physico-chimique sont portées dans le tableau suivant : **TableauVI:** Principales constantes physiques et chimiques de l'huile de tournesol*(MERRIEN, 1992).*

Constante	Valeur
Densité à 20°C	0.920 à 0.925
Viscosité à 20°C	51 à 57
Indice de réfraction	1.474 à 1.476
Indice d'iode(g d'I_2/100g huile)	120 à 134
Indice de saponification(mg KOH/g huile)	188 à 193

II.1.3. Composition de l'huile de tournesol

L'huile de tournesol est composée essentiellement de triglycérides (98à99%) et d'une faible proportion de substances divers regroupées sous le terme « fraction insaponifiable » (*KARLSKIND, 1992*). **.**

II.1.3.1Composition en acides gras

Globalement, l'huile de tournesol se compose de 90% d'AGI (acide oléique et linoléique) et 10% d'AG saturés (acide palmitique et stéarique) *(ROCHE, 2005).* Parmi les premiers, on signalera l'importance de l'acide linoléique (C18:2) et la très faible teneur en acide linolénique (C18:3). Les principaux AG de l'huile de tournesol sont portées dans letableau VII.

Tableau VII: Composition en acides gras de l'huile de tournesol *(KARLESKIND, 1992)*

AG	NATURE	% AG TOTAUX
Acide palmitique	C_{16} : 0	5.7
Acide palmitoléique	C_{16} : 1	≤ 0.4
Acide margarique	C_{17} : 0	≤ 0. 1
Acide stéarique	C_{18} : 0	4-6
Acide oléique	C_{18} : 1	15-25
Acide linoléique	**C_{18} : 2**	**62-70**
Acide linolénique	**C_{18} : 3**	**≤ 0.2**
Acide arachidique	C_{20} : 0	< 1
Acide gadoléique	C_{20} : 1	≤ 0.5
Acide béhénique	C_{22} : 0	< 1

II.1.3.2. Composition en insaponifiables

La composition en insaponifiables est très diversifiée (cires, glucides…) mais deux fraction seulement sont plus importantes, les stérols et les tocophérols (tableau VIII).

TableauVIII: Composition en insaponifiables de l'huile de tournesol*(KARLSKIND, 1992)*

Insaponifiable	Teneur en mg/100g
Stérols	325-515
Hydrocarbures	15-20
Tocophérols	44-120
Alcools aliphatiques	100

II.1.4. Utilisation de l'huile de tournesol

II.1.4.1. Utilisation alimentaire

L'huile de tournesol est utilisée dans l'industrie alimentaire pour la fabrication des aliments et des assaisonnements, ainsi que pour la friture et de nombreuses autres

préparations. Sa richesse en acide linoléique est particulièrement recherchée pour la friture. Elle confère, en effet, une bonne stabilité de l'huile à la cuisson et de bonne aptitude technologique pour la friture industrielle.

- **Huile pour friture et assaisonnement**

La teneur en ω3 d'une huile destinée, à la fois, à la friture et à l'assaisonnement ne doit pas dépasser 2% des AG totaux, car la chaleur provoque l'isomérisation de cet AG et produit de nombreux composés indésirables, voire toxiques (isomères *Trans,* monomères cyclique, polymères et les produits oxydés) *(ROBERFROID et al., 2008).*

- **Huile pour assaisonnement**

Les huiles utilisées pour l'assaisonnement sont des huiles dont la teneur en acide α-linolénique est supérieure à 2%.

Les huiles riches en AGPI (principalement l'acide linoléique, et l'acide alpha-linolénique) sont, en effet, plus sensible à l'oxydation et doivent être renouvelées plus souvent *(APFELBAUM et al., 2009).*

II.1.4.2. Utilisation non alimentaire

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

II.2.Huile de Soja

II.2.1.Définition

L'huile de soja est fluide et d'une couleur jaune plus au moins foncé suivant la nature des graines et les procédés d'extraction. Elle a une saveur assez prononcée d'haricot qui s'atténue peu à peu. Elle est riche en AGPI et notamment en AGE alpha-linolénique dont le corps humain est incapable de les synthétiser.

Sa richesse en lécithine la rend précieuse pour la reconstitution des cellules nerveuses et cérébrales, sa bonne digestibilité en fait une bonne remplaçante de l'huile d'olive pour ceux qui ne peuvent la tolérer (*COSSUT et al., 2002*).

II.2.2.Caractéristiques physico-chimiques de l'huile

Les caractéristiques physico-chimiques de l'huile de Soja sont illustrées dans le tableau IX.

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

Caractéristique	Valeur
Densité relative (20°C /eau à 20°C)	0,919-0,925
Indice de réfraction à 20°C	1,466- 1,470
Indice d'iode (g d'I_2/100g huile)	120- 143
Indice de saponification (mg KOH/g huile)	189- 195
Insaponifiable(g/Kg d'huile)	Max 15

II.2.3.Composition de l'huile

La principale différence de l'huile de soja par rapport aux autres huiles végétales, se situe au niveau de la forme d'insaturation et de la présence d'acide linolénique (C18 :3) en quantité appréciable (*PLATON, 1988*).

II.2.3.1.Composition chimique en AG

Globalement, l'huile de soja est composée de 15% d'AGS, 23% d'AGMI et 62% d'AGPI (*SAETTEL, 2002*). La composition en AG est représentée dans le tableau X.

Tableau X: Composition en AG de l'huile de soja *(POUZET, 1992).*

AG	%AG totaux
Acidemyristique(C_{14} : 0)	<0.2
Acide palmitique (C_{16} : 0)	8 – 13
Acide palmitoléique(C_{16} : 1)	< 0.2
Acide stéarique (C_{18} : 0)	2 – 5
Acide oléique (C_{18} : 1)	17 – 26
Acide linoléique (C_{18} : 2), ω6	**50 – 62**
Acide linolénique (C_{18} : 3), ω3	**4 – 10**
Acide arachidique (C_{20} : 0)	< 1.2

III.2.3.2.Teneur en insaponifiable

La partie insaponifiable de l'huile de soja représente 1.6% dans l'huile brute mais uniquement 0.6 à 0.7 % dans l'huile raffinée. Elle se compose essentiellement de stérols (250 à 418 mg/ 100g) et de tocophérols (80 à 167 mg/ 100g) (*POUZET, 1992*).

III.2.3.3.Composition en phospholipides

Dans chaque type d'huile, les phosphatides ont des proportions différentes, pour l'huile de soja : 30% de lécithine (PC), 30 % de céphaline (PE, PS) et 40 % d'inositol (PI). (*GARRIDO, 1999).*

III.2.4.Intérêt nutritionnel de l'huile de soja

Comme toute huile végétales, l'huile de soja est sans cholestérol, pauvre en graisses saturées et riche en AGI dont l'organisme a besoin. Elle est adoucissante, anti-eczémateuse et protège l'épiderme. Elle a un intérêt nutritif par l'apport en vitamine E qui est excellente pour la peau et ses irritations (*LABOURET, 2005*).

L'huile de soja offre une combinaison unique de deux AG, en l'occurrence les *w3* et *w6* qui ont un effet bénéfique sur la santé cardiovasculaire (*JOTTERAND et al., 2007*).

Chapitre III

Altération des corps gras

III.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 nutritionnelleet par la détérioration de leurqualité sensorielle.

III.1. Mécanismes d'altération des huiles

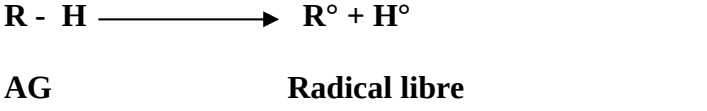
Ces mécanismes sont l'auto-oxydation, photo-oxydation, l'oxydation enzymatique et l'hydrolyse. Dans les aliments, l'auto-oxydation est le phénomène le plus prédominant suivi par la photo-oxydation. L'oxydation enzymatique et l'hydrolyse se produisent dans des circonstances particulières (*PRIOR,2003*).

III.1.1. Auto-oxydation

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

1. **Initiation**

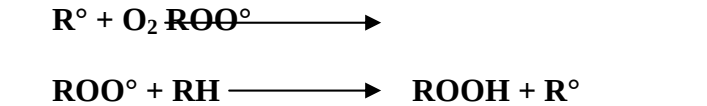
Les réactions d'initiation conduisent à la formation des radicaux libres par la perte d'un proton dans un AG généralement non saturé selon la réaction suivante:

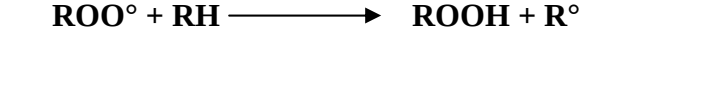


Cette réaction peut être déclenchée par chauffage ou irradiation, mais très souvent par réaction avec un radical libre issu de la décomposition des hydroperoxydes lipidiques, presque toujours présents en quantité très faible. Des traces d'hydroperoxydes peuvent être formées par réaction avec l'oxygène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

2. **Propagation**

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





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

3. Terminaison

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

ROO° + R° ⟶ ROOR

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 *figure3.*

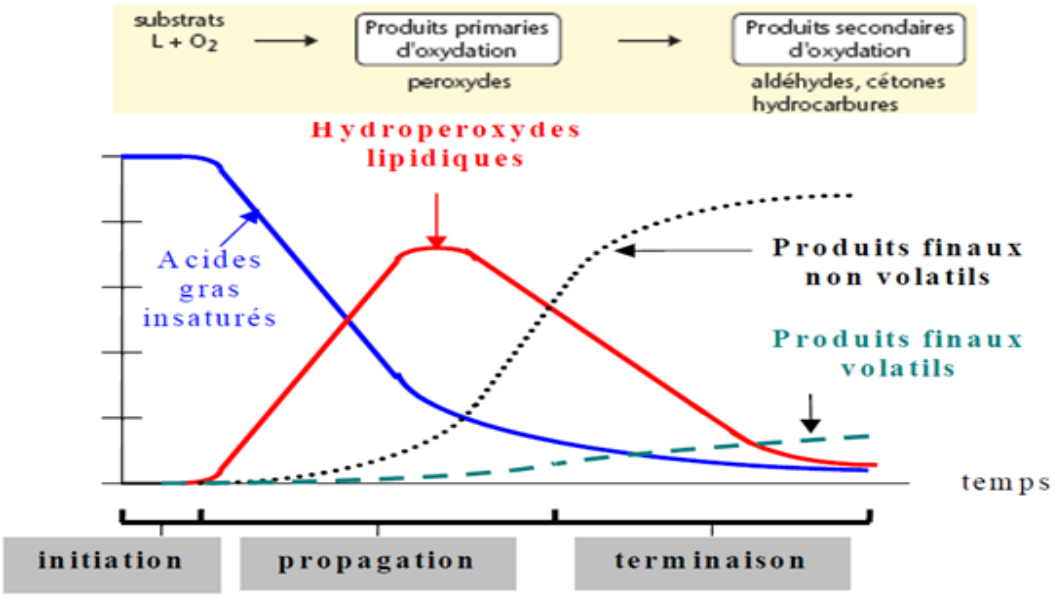


Figure3: Schématisation de la cinétique d'oxydation des AGI *(EYMARD, 2003)*

III.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)*.

III.1.3.Oxydation enzymatique

C'est une réaction radicalaire en chaîne quise 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'humiditéet à des températures basses.

Les lipoxygénases catalysent l'addition directe de l'oxygène (*Figure4*), et les mono-hydroperoxydes produits se décomposent de la même manière que les produits de l'auto-oxydation ou la photo-oxydation *(GRAILLE, 2003).*

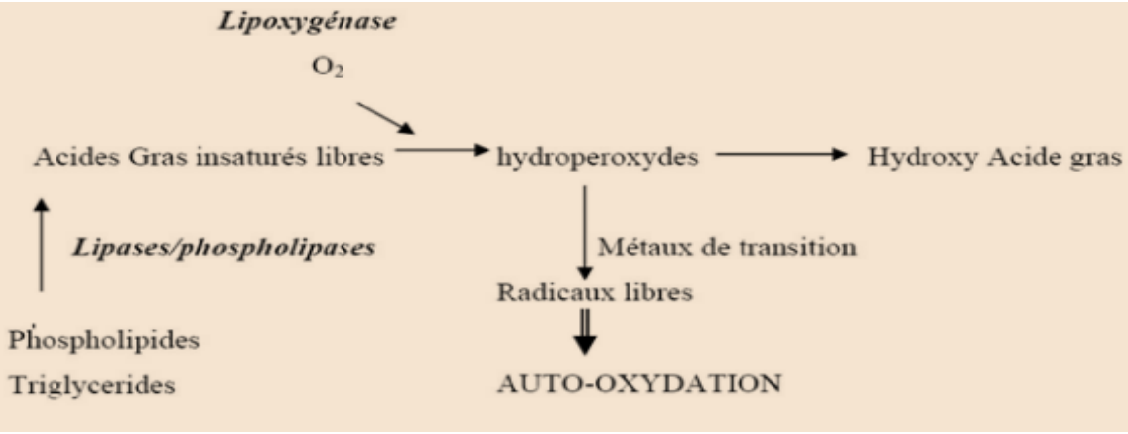


Figure4: Mécanisme d'initiation de la peroxydation des lipides par l'activité-lipoxygénasique*(GERMAN et KINSELLA, 1985)*

III.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).*

III.1.5. Isomérisation

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

III.1.6.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, deus 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).*

III.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 AGLet en AG à courte chaîne *(GRANDGIRARD, 1992).*

III.2.Facteurs influençant la détérioration oxydative

III.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).*

III.2.2. Température

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

III.2.3. Présence d'agents antioxydants

Les aliments contiennent 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).*

III.2.4. Présence d'agents pro-oxydants

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

III.2.5. Teneur en acides gras libres

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).*

III.2.6. Activité de l'eau

On peut suivre la vitesse d'oxydation des acides gras en fonction de l'Aω, comme illustré par *la figure5*.

- Pour $A_\omega < 0.1$, 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_ω a une faible influence. La monocouche d'eau s'oppose au passage de l'oxygène jusqu'aux lipides et bloque l'oxydation.
- Lorsque $0.2 < A_\omega < 0.5$, les peroxydes actifs réagissent avec l'eau et peu avec les lipides.Les antioxydants solubles ont une action protectrice efficace.
- Pour $A_\omega > 0.5$, les catalyseurs métalliques diffusent vers les sites d'oxydation et la catalyse minérale exerce son plein effet.
- Lorsque $A_\omega > 0.9$, l'oxydation ralentit par effet de dilution.

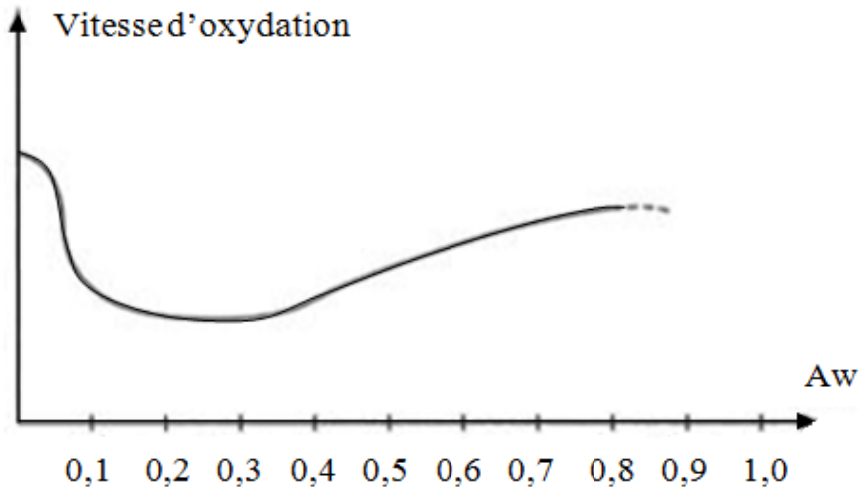


Figure 5: Vitesse d'oxydation et activité de l'eau

(FRENOT et VIERLING, 2001)

Chapitre IV

La friture

IV. Friture

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

IV.2. Différents types de fritures

IV.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).*

IV.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.

IV.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 linolénique ne peuvent être employées pour la friture, car cet AGPI de la série de ω3 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*).

IV.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-peroxydes, serviront d'initiation d'altération lors de chauffage suivant *(GRANDGIRARD, 1992).*

IV.5.Modification aux cours des fritures

IV.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 caramélisé.

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, contenants de l'amidon, sont cuits en présence de certains acides aminés. Sont notamment connus pour leurs effet cancérigènes (*ANONYME, 2009).*

IV.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 desEspèces 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.

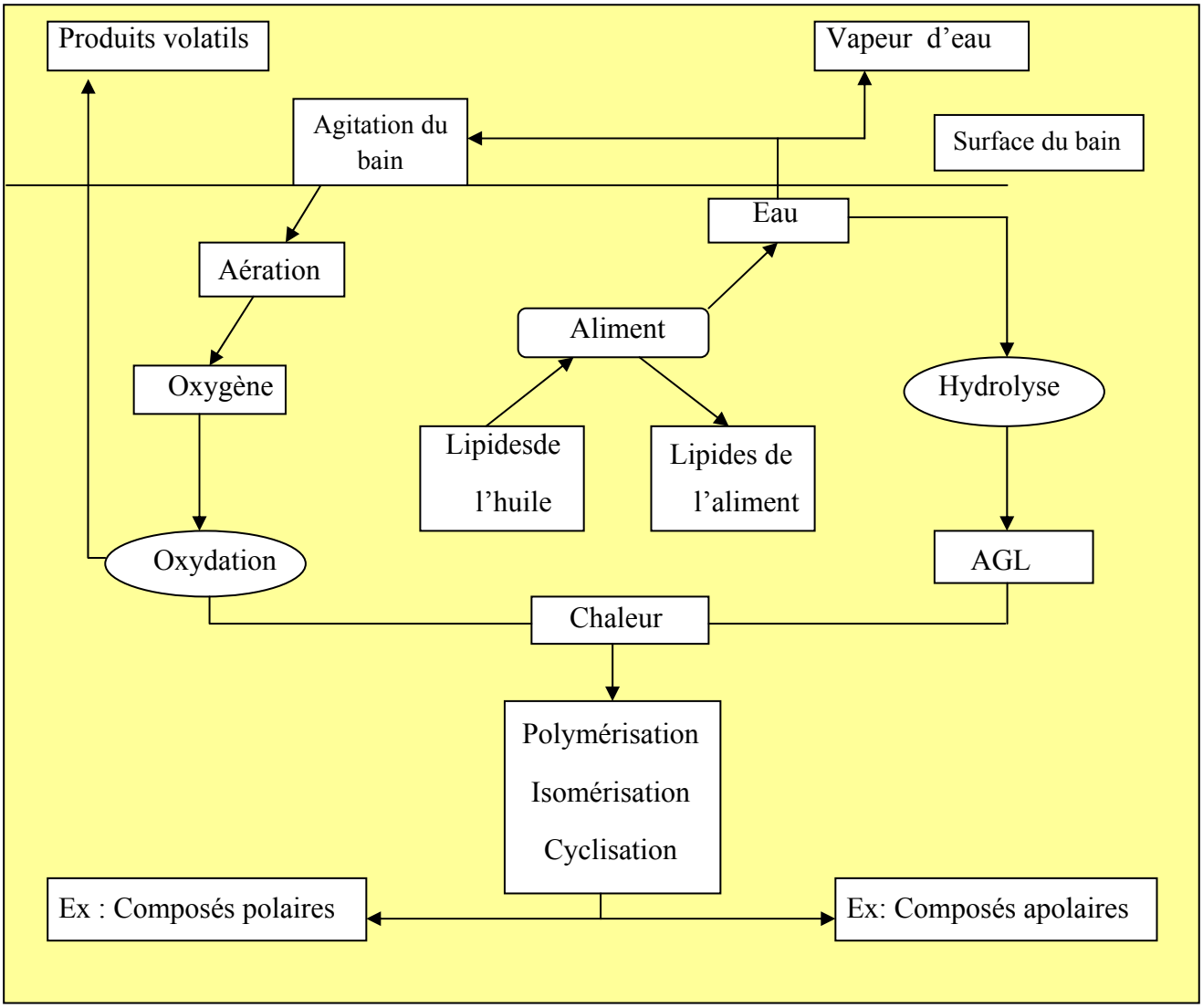


Figure 6: Réactions d'altération des huiles dans un bain de friture sous l'effet de la chaleur*(VIERLING, 2003)*

IV.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.

TableauXI: 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
Oxydative	Air (Oxygène)	Produits non volatils • Monomères oxydés • Dimèreset oligomères • Polymères oxydés
		• Produits volatils • Hydrocarbures • Cétones, aldéhydes, alcools, acides,…
Thermique	Température	• Monomères cycliques • Dimères apolaires et oligomères • Polymères • Acides gras trans (AGT)
Hydrolytique	Humidité	• Acides gras libres (AGL) • Diglycérides • Monoglycérides • Glycérol

IV.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 hydrolysée et absorbés en partie; ils sont métabolisés par l'organisme et partiellement éliminées 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 grandes 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*).

Partie expérimentale

Matériels et méthodes

I. Objectif de l'étude

L'objectif de notre étude expérimentale consiste à évaluer l'effet de l'incorporation régulière de l'huile fraîche sur les propriétés physico-chimiques des huiles de bains de friture. Ces fritures, au nombre de vingt, ont été réalisées encontinue avec un intervalle de temps de 3 minutes entre deux fritures. 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 fiches techniques de ces deux huiles raffinées sont illustrées dans l'annexe *27et 28.*

La quantité de frites préparées et la durée d'une friture sont maintenues constantes. Après chaque friture, un volume d'huile de bain de friture a été prélevé puis remplacé par un même volume d'huile fraîche.

Les essais de fritures et les différents indices physico-chimiques ont été réalisés dans les différents laboratoires 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 « Cevital »;elle est destinée à l'assaisonnement et à lafritureet existe en formats 1litre, 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 16 /04/2015;
- date de péremptions: le 15 /04/2017.

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)*

Durant l'expérimentation, les tubercules de pomme de terre sont épluchésmanuellement, lavés et découpés à l'aide d'une coupeuse manuelle; les dimensions des frites sont mesurées soigneusement afin de maintenir stable et uniforme la surface de contact entre l'oxygène atmosphérique et l'huile aux cours des fritures; Ensuite,séchées avec du papier absorbant et pesées avant de les frire. Cette opération est répétée tout au long des essais de friture. Le rapport quantité de pomme de terre/volume d'huile est maintenuconstant durant toute la friture.

L'huile testée dans notre étude est achetée dans un magasin à Tizi-Ouzou le mois d'Avril 2015. Cette huile dénommée « elio » est élaborée à l'unité Cévital.

La *figure7*présente la friteuse employée, une passoire et les bâtonnets de pomme de terre préparés.

Figure 7: Friteuse,une passoire et les bâtonnets de pomme de terre préparés (SAYONA)

II.3.Organisation des essais de fritures

Dans la but de stabiliser la température de friture, on a choisi un mode de chauffage électrique par l'utilisation d'une friteuse de marque « SAYONA »,model NO, série SDF-35 et de 220V-240V,50 /60Hz. Cette friteuse est de contenance de 3,5 litres, de diamètre de20 cm et de profondeur de 15 cm; elle comporte un couvercle amovible, un thermostat, elleest dotée d'une minuterie, d'un panier de capacité de 1Kg de frite fraîche.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 dansletableau XIII.

Tableau XIII: Conditions expérimentales des essais de fritures.

Friture en continue	**Conditions expérimentales**
Nombre de friture	20
Température fixée	180°C
Durée de friture	4 minutes
Temps entre deux fritures	3 minutes
Volume d'huile initialement utilisé	2 litres
Rapport pomme de terre/ huile	120g/1l
Forme des tranches de pomme de terre	Bâtonnet
Dimension de la frite	9cm de longueur/0,8-0,9cm de largeur
Volume d'huile prélevé pour l'analyse	200 ml
Nombre d'échantillons analysés	6 échantillons

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 ambianteet à l'obscurité, l'huile de bain prélevée est conservée au réfrigérateur. Les échantillons prélevés apparaissent sur la photographie suivante.

Figure 8: 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 physico-chimiques ont été effectuées sur les huiles des bains de fritures ; les mêmes critères ont, également, été analysés sur l'huile fraîche.

III.1. Analyses physiques

III.1.1.Teneur en eau et matières volatils *(AFNOR NF T606-201 d'octobre 1984).*

La teneur en eau et en matières volatiles d'un CG est définie comme étant la perte de masse subit par ce produit après son chauffage à 103±2°C pendant un temps suffisamment court pour éviter l'oxydation, mais suffisamment long pour permettre l'élimination totale de l'eau.

- **principe**

Le principe consiste à chauffer une prise d'essai à 103±2°C dans une étuve pendant 1 heure de temps (l'élimination complète de l'eau).

La teneur en eau est exprimée en pourcentage en masse égale à:

$$\boldsymbol{H\%} = \frac{\boldsymbol{m1 - m2}}{\boldsymbol{m1 - m0}} \times \mathbf{100}$$

m0: masse en gramme du bécher;

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

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

III.1.2. Détermination de la viscosité

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

❖ **Principe**

C'est la mesure du temps que nécessite une balle en métal pour s'écouler dans un capillaire d'un viscosimètre rempli d'huile. La viscosité est exprimée par la formule suivante:

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

Sachant :

$\boldsymbol{\mu}$: La viscosité en Centipoise ;

$\boldsymbol{\rho_f}$:La densité de la balle de métal qui est égale à 8,02 g/ml ;

$\boldsymbol{\rho}$: La masse volumique de l'huile(g/ml) ;

t : Le temps de chute en minutes;

K : Constante du viscosimètre qui est égale à 35.

Figure 9: viscosimètre

III.1.3. Détermination de la densité

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

❖ **Principe**

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

❖ **Expression des résultats**

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

m : poids de l'éprouvette vide;

m' : poids de l'éprouvette pleine d'eau;

m'' : poids de l'éprouvette pleine de l'huile.

III.1.4. Détermination de l'extinction spécifique dans l'ultraviolet *(AFNOR T60-223. 1968).*

La spectrométrie ultraviolette (*Figure9)* est basée sur le pouvoir que possèdent certaines substances d'absorber l'énergie lumineuse. Les produits d'oxydation des huiles ont des spectres caractéristiques dans l'UV.

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

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

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

❖ **Expression des résultats**

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

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

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

c: concentration de la solution à analyser.

d: épaisseur de la cuve.

Figure 10: Spectrophotomètre UV visible

III.2. Analyses chimiques

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

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

Le principe consiste à neutraliser les acides gras libres à l'aide d'une solution de KOH en présence de phénophtaléine comme indicateur coloré,selon la réaction suivante:

$$R\text{-}COOH + K^{+} + OH^{-} \rightarrow R\text{-}COO\text{-}K^{+} + H_2O \qquad (1)$$

acide gras base savon eau

➢ **Expression des résultants**

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

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

Soit :

A: acidité exprimée en pourcentage.

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

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

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

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

III.2.2. Indice de peroxyde *(AFNOR-NFT60-22)*

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

Le principe de cette méthode consiste à un traitement d'une quantité d'huile en solution dans l'acide acétique et le chloroforme, par une solution d'iodure de potassium (KI). Le titrage d'iode libéré se fait par une solution de thiosulfate de sodium ($Na_2S_2O_3$) à 0.01 N en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré selon la réaction suivante :

$I_2 + 2\ Na_2S_2O_3 2NaI + Na_2S_4O \rightarrow$

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

$$I_{p\left(meqO_2/_{Kg}\right)} = N(V_1 - V_0) \times 1000 /_P$$

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

V_0 : volume de la solution thiosulfate de sodium pour l'essai à blanc en ml ;

V_1 : volume de thiosulfate de sodium utilisé en ml ;

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

P : prise d'essai en gramme.

III.2.3. Indice d'iode *(AFNOR-NFT60-203,1990)*

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

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

Les réactions se passent sont les suivantes :

$$CH_3\text{-}(CH_2)_n\text{-}CH\text{-}(CH_2)_n\text{-}COOH \longrightarrow CH_3\text{-}(CH_2)\text{-}\underset{I}{CH}\text{-}\underset{I}{CH}\text{-}(CH_2)\text{-}COOH$$

$$ICl + KI \longrightarrow 2I + KCl$$

$$I_2 + 2S_2O_3^{-2} \longrightarrow S_4O_6^{-2} + 2I^-$$

L'indice d'iode est exprimé par:

$$\boldsymbol{Ii(gI_2|100g) = N(V_0 - V) \times {}^{12.69}/_{P}}$$

Soit:

Ii : indice d'iode ;

V_0 : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc en ml ;

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

N : normalité de thiosulfate de sodium ;

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

III.2.4.Indice de saponification*(AFNOR-NFT60-206)*

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

$$R\text{-}COOH + KOH \longrightarrow R\text{-}COOK + H_2O$$

$$R\text{-}COOK + HCl \longrightarrow R\text{-}COOK + KCl$$

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

$$\boldsymbol{I_S(mg\ KOH|g) = {}^{N \times Eq \times (V_0 - V_1)}/_{P}}$$

Où :

Is : indice de saponification exprimé en milligramme par gramme;

V_0: 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);

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

Figure 11: Réfrigérant à reflux

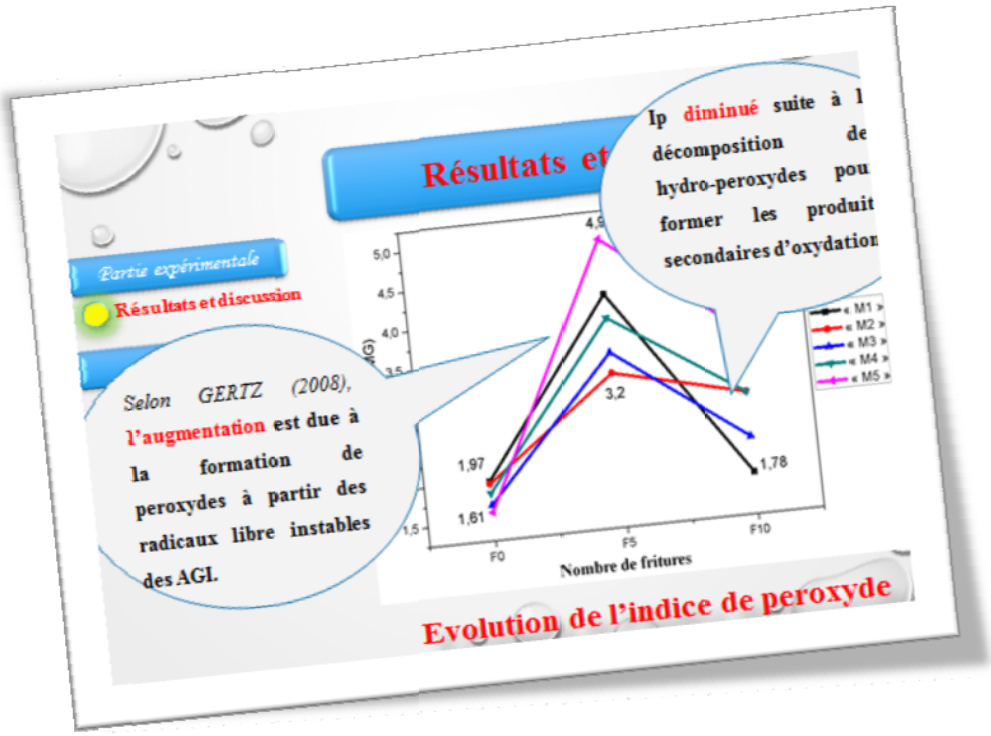
IV. Analyse statistique

Le traitement statistique des résultats obtenus sur des d'analyses physico-chimiques (humidité, viscosité, densité,indice de peroxyde, acidité, indice d'iode et indice de saponification) est réalisé par l'utilisation du logiciel STATBOX. Il consiste en une analyse de la variance à 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 ⟶ différence non significative (NS)
- Probabilité $\leq$0,05 ⟶ différence significative (S).

Résultats et discussion



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 tableausuivant:

Tableau XIV: Observations notées lors des fritures avec l'huile « elio »

Observation / fritures	Couleur de bain	Couleur de frite	Odeur perçue	Apparition de la fumée	Formation de la mousse
0	Claire	Dorée	Caractéristique	_	_
1	Claire	Dorée	Caractéristique	_	_
5	Claire	Dorée	Caractéristique	_	_
	Moins claire	Dorée	Caractéristique	_	_
15	Moins claire	Dorée+	Piquante	+	_
20	Brune	Brune	Désagréable	++	_

(-) : 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 du bain est la première modification observée ; ce début d'altération se produit vers la 10ème friture et s'intensifie vers la 15ème pour devenir brune à la 20ème friture. L'odeur émanant des bains change et devient piquante au 15ème cycle de friture pour devenir désagréable à la 20ème friture. La couleur des frites subit une modification à partir de la 15ème friture; les frites préparées avec le 20ème bain sont brunes. La formation et le dégagement de la fumée commencent vers la 15ème friture et deviennent abondantes à la 20ème friture. Néanmoins, la formation de la mousse persistante n'est pas observée durant les 20 fritures réalisées avec l'huile « elio » avec incorporation graduelle d'huile fraîche.

Selon *JUDDE (2004)*, les composés volatils tels que les cétones et les aldéhydes sont responsables de la flaveur 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 duproduit frit diminue; elle se traduit par le changement de la couleur des frites au fur et à mesure que le processus de friture avance.

Ainsi, l'incorporation régulière de l'huile fraîche dans les bains de friture semble améliorer les caractéristiques organoleptiques des huiles de bains de friture et retarde leur vieillissement. En effet, les résultats obtenus par*GUETTARetHAMOUNI(2015)* ontmontré que la couleur des frites devienne brune à partir de la 15ème friture, tandis que dans notre étude cette altération n'est observée qu'à la 20ème friture. A cet effet, on suggère que l'huile fraîche incorporée a dilué les produits d'altération formés et accumulés dans les bains, ce qui a retardé leurs effets négatifs sur la qualité des bains et des frites préparées.

Par ailleurs, l'huile « elio » semble être plus résistante que l'huile « fleurial ». En effet, *HAMRANI et NAIT AMER (2014)*ont observé un brunissement du bain dès la 10ème frituree t que les frites s'assombrissent à partir de la 8ème friture; l'apparition de la fumée et la perception de l'odeur désagréable apparaissent à partir de la10^{ème} friture. La différence entre ces deux huiles réside dans leurs compositions différentes : l'huile « elio » est un coupage de deux huiles soja (80%) ettournesol (20%), tandis que l'huile « fleurial » est pure (100% tournesol). Ainsi, il est admis de conclure que l'introduction de l'huile de soja dans la formulation de l'huile commercialisée sous l'appellation « elio » a augmenté sa résistance thermo-oxydative.

Le résultat le plus frappant dans cette étude est l'absence de la mousse persistante même vers la 20ème friture;selon *GERTZ(2008)*, l'apparition d'une mousse constitue un signe d'altération avancée d'une huile.Une utilisation prolongée du bain de friture accentue le phénomène d'altération de l'huile en donnant naissance à des composés de stabiliser les bulles de vapeur émises par les aliments émergés dans le bain.Les bulles s'accumulent en couches successives et enveloppent les aliments d'une couche isolante entravant le déroulement normal des cycles de friture.

II.Résultatset évolution des analyses physiques

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

Tableau XV: Résultats des indices physiques

Nombre de fritures	**Humidité (%)**	**Viscosité** (c.P0)	**Densité**
0	$0.020^{d} \pm 0.000$	$38.041^{a} \pm 0.652$	0.908 ± 0.005^{b}
1	$0.026^{d} \pm 0.011$	$39.878^{a} \pm 0.288$	0.889 ± 0.011^{b}
5	$0.033^{c} \pm 0.011$	$40.389^{b} \pm 0.628$	0.891 ± 0.004^{b}
10	$0.041^{bc} \pm 0.003$	42.096c± 0.289	0.882 ± 0.005^{b}
15	$0.050^{ab} \pm 0.002$	$43.417^{c} \pm 0.381$	0.884 ± 0.002^{b}
20	$0.056^{a} \pm 0.002$	$43.748^{d} \pm 0.289$	0.877 ± 0.002^{a}

Ces valeurs sont une moyenne de trois répétitions

II.1.Humidité

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

L'huile raffinée fraîche « elio » utilisée dans notre étude expérimentale est caractérisée par une humidité de 0.02%. La présence de l'eau, même à l'état de trace, pourrait être liée au mode de traitement thermique appliqué lors de la désodorisation industrielle.

En effet, l'industrie locale mène cette distillation sous vide à une température de 180 à 240°C. Cette température est inférieure à celle suggérée par *HENON (1999)*, qui est de 270°C pendant une heure à 1 heure et 30 minutes.

Les résultats obtenus durantnotre étude expérimentale sont illustrés par la *figure12*.

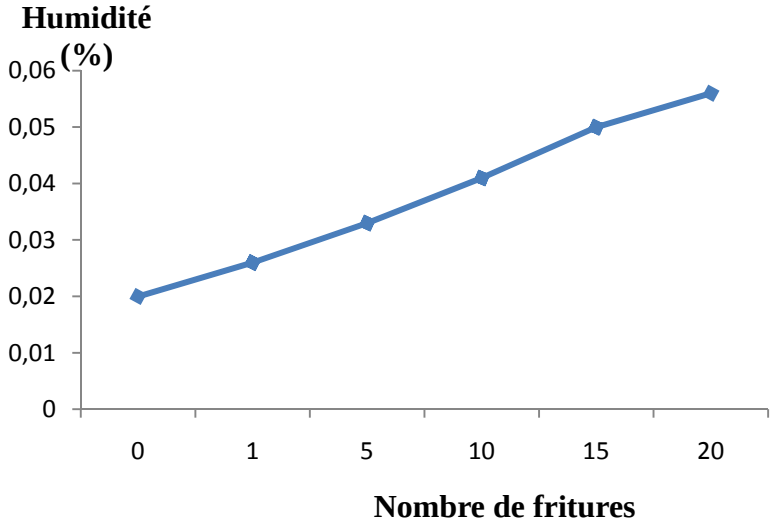


Figure12: Effet de l'incorporation de l'huile fraîchesur l'humidité des huiles de bains de fritures

Le traitement thermique appliqué à notre huile lors de la préparation des frites au laboratoire, a induit une augmentation continuelle de l'humidité des huiles des bains de fritures prélevées régulièrement; la *figure12* montre que cette humidification augmente au fur et à mesure que le nombre de friture augmente.

L'humidification de l'huile des bains de fritures analysées pourrait être due à la formation d'eau et des matières volatiles au cours des réactions thermo-oxydatives se produisant lors du processus de friture mené à 180°C. En effet, l'eau et le CO_2 constituent les produits terminaux de la décomposition des hydroperoxydes. Par ailleurs, l'eau contenue naturellement dans les bâtonnets de frites fraîches introduits dans la friteuse pourrait contribuer à l'augmentation de l'humidité de l'huile de bain.

L'huile fraiche utilisée dans notre étude expérimentale est caractérisée par une humidité de 0.02 ; cette valeur est supérieure à celle trouvés par*GUETTARetHAMOUNI (2015)* qui ont enregistré une valeur de 0.002, cela peut être due à la différence de l'huile brute utilisé ainsi les conditions de stockage des huiles.

Nos résultats corroborent avec ceux obtenus par*GUETTAR et HAMOUNI (2015)*, qui ont noté aussi une augmentation de l'humidité de l'huile oxydée par apport à l'huile fraîche. Mais cette augmentation est plus élevée à la notre, ils ont enregistré une valeur de 0.04 pour la 1^{ére}friture contre une valeurde 0.026 pour la notre, et 0.07 pour leur 20ème friture alors celle qu'on a trouvéeest de 0.056. Cette différence pourrait être due à la quantité d'eau apportée par les bâtonnets de frites fraîches; avant leurs introductions dans la friteuse, « nos » frites ont été

efficacement séchées, cela sous-entend que*GUETTARetHAMOUNI*n'ont pas bien séché leurs pommes de terre.

Par ailleurs, nos résultats sont moins élevés que ceux obtenus par *HAMRANI et NAIT AMER* (2014) sur l'huile « fleurial »; ces derniers ont noté des valeurs de 0.052 et 0.059 respectivement pour la 1ère et la 10ème friture.

L'analyse de la variance (*annexe 09*) a montré que l'humidité est influencée de façon hautement significative par le nombre de friture (p=0.00019). Le test de *NEWMAN KEULS* au seuil de signification de 5% fait apparaitre cinq groupes homogènes A, AB, BC, CD et D(*annexe10*).

II.$_2$. Viscosité

La viscosité d'une huile est sa résistance à son écoulement.La mesure de la viscosité pourrait être un bon test pour apprécier l'état d'altération des corps gras. Au cours des fritures, l'augmentation de la viscosité peut atteindre 20 à 70% de la valeur initiale selon le type d'huile utilisée*(PERRIN, 1992)*. La viscosité des échantillonsexaminés augmente proportionnellement avec le nombre de friture comme le montre la *figure13*.

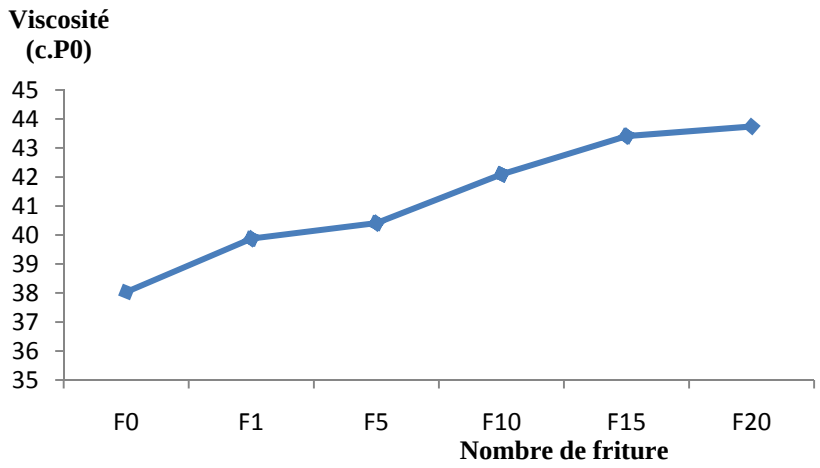


Figure 13: Effet de l'incorporation de l'huile fraîchesur la viscosité des huiles de bains de fritures

Selon *OLLE (1998)*, l'accroissement de la viscosité de l'huile au cours des fritures répétées serait due à la formation des composés secondaires non volatiles de haut poids moléculaire (les polymères) ; cette augmentation de la viscosité confère à l'huile une consistance sirupeuse.

Dans le cas d'un chauffage électrique, la formation de ces polymères résulte de la polymérisation thermique, plutôt que la polymérisation oxydative puisque l'apport d'oxygène est limité uniquement par la vapeur qui provient de l'aliment *(GERTZ et KOCHAAR, 2001)*.

Il ressort de notre étude une augmentation de la viscosité des bains de fritures; la viscosité de l'huile du premier bain de friture est de 39.878, alors que celle du 20ème bain de friture est de 43.748.

Nos résultats sont inférieursà ceux obtenus par*GUETTAR et HAMOUNI (2015)*, qui ont noté une augmentation de la viscosité puis une légère diminution; ils ont noté des valeurs de 44.485, 48.469 et 43.752 respectivement pour la 1ère, la15^{ème}et la20^{ème}friture.Cette différence peut-être due, dans notre cas, à l'incorporation régulière de l'huile fraîche très fluide.

Par ailleurs, les valeurs obtenuessont aussi moins élevées que celles obtenues par *HAMRANI et NAIT AMER* (2014) ; ils ont noté des valeurs de 44.040 et 47.495 respectivement pour la 1ère et la 10ème friture. Cette différence est peut-être due à la nature de l'huile utilisée « fleurial »; la polymérisation est, en effet, plus favorisée dans les huiles les plus insaturées (100% tournesol).

L'analyse de la variance des résultats de la viscosité(*annexe11*) souligne une différence hautement significative (p=0) en fonction du nombre de fritures.Le test de *NEWMAN KEULS* au seuil de signification de 5% fait apparaitre quatre groupes homogènesA, B, C et D(*annexe12*).

II.3. La densité

La masse volumique, désignée souvent par l'appellation densité, dépend de la température et de la composition chimique de l'huile. La diminution de la densité des AG et des glycérides est proportionnelle à leur poids moléculaires et inversement proportionnelle à leurs degrés d'insaturation (*ANONYME4*, 2012).

Par ailleurs, la densité d'une huile est fonction non seulement de son insaturation mais aussi de son état d'oxydation ou de polymérisation (*ANONYME4*, 2012). Selon *GERTZ* (2008), l'élévation de la densité au cours des fritures répétées est due à la polymérisation des TG. Les résultats obtenus durantnotre étude expérimentale sont illustrés par la *figure14*.

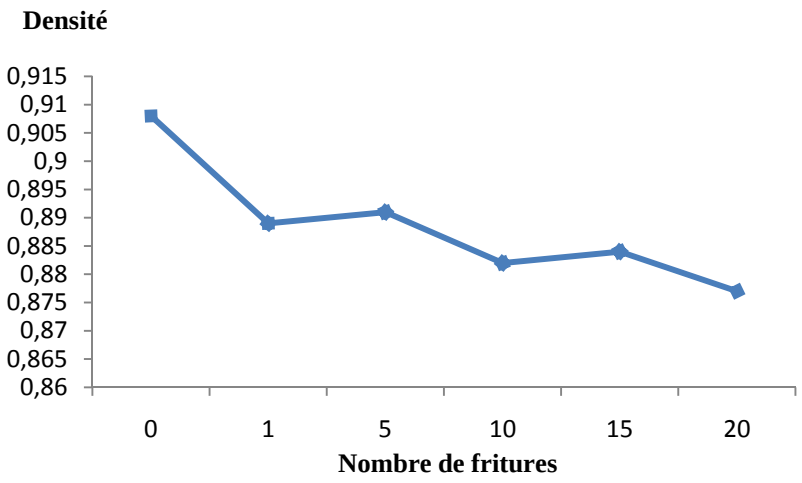


Figure 14: Effet de l'incorporation de l'huile fraîche sur la densité des huiles de bains de friture

Il ressort de notre étude une diminutionde la densité des huiles de bains de fritures; la densité de l'huile du premier bain de friture est de 0.889, alors que celle du 20ème bain de friture est de 0.877.

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

Les valeurs de la densité obtenues dans notre expérimentation sont moins élevées que celles obtenues par*GUETTAR et HAMOUNI (2015)*,qui ont travaillé sur la même marque d'huile (elio) mais sans incorporation d'huile fraîche; les valeurs enregistrées sont de 0.933 et 0.944 respectivement pour la 1ère et la 20ème friture.Compte tenu de « nos » résultats comparés à ceux de ces auteurs, l'incorporation régulière d'huile fraîche dans les bains de friture permettrait de diminuer le taux de composés de haut poids moléculaire.

Cependant, nos résultats sont plus élevés que ceux obtenus par *HAMRANI et NAIT AMER* (2014) ; ils ont noté des valeurs de 0.849 et 0.858 respectivement pour la 1ère et la 10ème friture.La teneur élevée de cette huile en AGI aurait favorisé sa sensibilité à la thermo-oxydation.

L'analyse de la variance des résultats de la densité(*annexe13*) souligne une différence hautement significative (p=0.00042) en fonction de nombre de fritures.Le test de *NEWMAN*

KEULS au seuil de signification de 5% fait apparaitre deux groupes homogènes A et B(*annexe14*).

II.4. Extinction spécifique à 232nm et 270 nm

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

Huiles	F0	F1	F5	F10	F15	F20
E 232nm	0.616[c]	0.655[b]	0.656[ab]	0.656[ab]	0.658[a]	0.658[a]
E 270nm	0.819[b]	0.926[a]	0.939[a]	0.941[a]	0.943[a]	0.945[a]
E232/E270	0.752	0.708	0.699	0.697	0.698	0.696

L'extinction spécifique à 270nm est une méthode spectrophotométrique de dosage des produits secondairesd'oxydation des lipides. Au cours de cette dernière, particulièrement à des températures élevées, il peut y avoir un phénomène de conjugaison des doubles liaisons. Dans le cas des corps gras polyinsaturés, les diènes conjugués absorbent à 232nm, alors que certains produits secondaires (cétones, dicétones) absorbent au voisinage de 270nm (*OLLE, 2002).*

L'absorbance en UV à 232 et à 270nm, permet de mettre en évidence respectivement la présence des formes diènes conjuguées, qui apparaissent sur les AG comportant au moins deux double liaisons, consécutivement au phénomène de métamérie lors de la formation des peroxydes et les produits secondaires d'oxydation (aldéhydes et cétones) *(JUDDE, 2004)*.L'évolution de l'intensité de cet indice pendant les cycles de fritures est illustrée par la *figure15.*

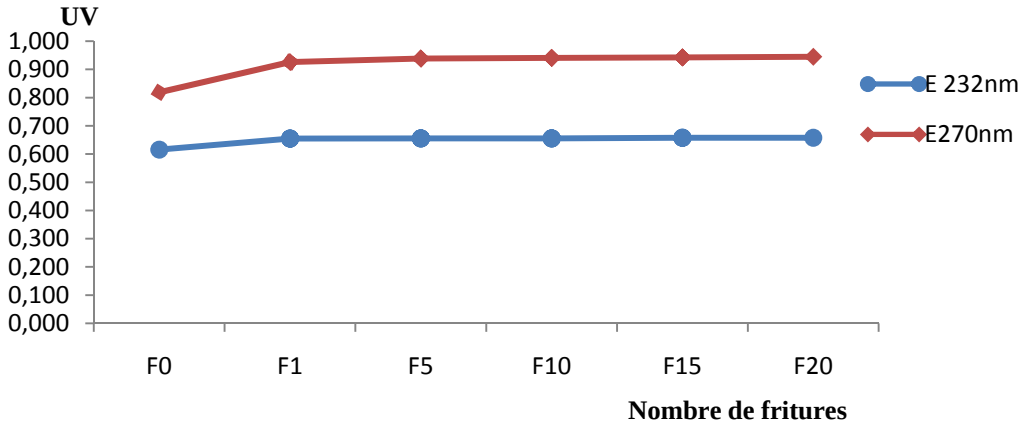


Figure15: Effet de l'incorporation de l'huile fraiche sur l'UV des huiles de bains de friture

Les valeurs de l'extinction à 232 nm augmentent de la 1ère à la 20ème friture;cecipourrait être expliqué par la formation et l'accumulation des peroxydes. De même pour l'extinction à 270 nm, les résultats trouvés augmentent de la 1ère à la 20ème friture ; ceci pourrait être expliqué par la transformation des hydroperoxydesinstables, en composés cétoniques. En effet, selon *DELACHARLERIE* et *al*., (2008), plus l'absorbance est importante à 270nm, plus la matière grasse est riche en produits secondaires d'oxydationet traduit une faible aptitude à la conservation.

Selon les résultats obtenus, on a noté une augmentation de l'absorbance pour les deux extinctions (232nm et 270nm), lesvaleurs enregistrées sont 0.655, 0.658 (E232 nm) et 0.926, 0.945(E270nm) respectivement pour la 1ère et la 20ème friture.

Les résultats trouvés par *GUETTAR et HAMOUNI (2015*), sont inférieurs à ceux obtenus dans nos conditions expérimentales ; les valeurs enregistrées sont 0.590 ,0.589 (E232 nm) et 0.644 ,0.638(E270nm) respectivement pourla 1ère et la 20ème friture.

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

Nos résultats sont inférieurs à celles obtenues par *HAMRANI et NAIT AMER (2014)* pour l'huile « fleurial » etqui ont enregistré les valeurs de 0.933 et 1.034 pour la 1ére et 10éme friture respectivement;cette différence de comportement des huiles pendant la friture peut être due à la variation de la teneur en vitamine E et la composition en AG.

DRAPERON (1997) ; *FRENOT ET VIERLING (2001)* ont affirmé que le rapport E_{232} / E_{270} est d'autant plus faible pour une huile qui contient plus de produits secondaires d'oxydation, donc l'oxydation est plus avancée qu'elle a eu lieu à température plus élevée.

Selon les résultats trouvés, le rapport(E232/E270) le moins faible est enregistré pour huile de 20éme bain de friture.

L'analyse de la variance des résultats de l'UV *(annexe15 et16)*souligne une différence hautement significative en fonction de nombre de fritures(p=0) pour les deux extinctions.Le test de *NEWMANKEULS* au seuil de signification de 5% fait apparaitre quatre groupes homogènes A, AB, B et C à 232nm (*annexe17*) ; et deux groupes homogènes A et B à 270nm (*annexe18*).

III. Evolution des indices chimiques

Le tableau XVIIenglobe les résultats d'analyses chimiques effectuées sur l'huile fraîche et les différents échantillons d'huiles prélevés des bains après chaque friture.

Tableau XVII: Résultats des indices chimiques

Nombre de fritures	**Acidité (%)**	**Indice de peroxyde** (meq O_2/kg d'huile)	**Indice d'iode** (g I_2/100g d'huile)	**Indice de saponification** (mg KOH /g d'huile)
0	0.110^{c}± 0.009	1.833^{c}± 1.041	134.937^{a}± 4.079	194.817^{a}±0.586
1	0.150^{bc}± 0.065	6.333^{b}± 1.258	106.575^{b}± 3.334	192.583^{a}± 1.527
5	0.225^{ab}± 0.000	6.333^{b}± 1.528	102.577^{b}± 1.831	186.851^{b}± 0.126
10	0.225^{ab}± 0.000	11.500^{a}± 1.323	102.154^{b}± 5.036	180.108^{c}±1.336
15	0.263^{a}± 0.065	10.833^{a}± 0.764	101.509^{b} ± 0.743	176.650^{d}± 2.128
20	0.300^{a}±0.065	10.667^{a}±0.577	99.635^{b} ±0.676	175.829^{d}±2.128

Ces valeurs sont une moyenne de trois répétitions

III.1. Evolution de l'acidité

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

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

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

Les résultats obtenus dans notre étude sont illustrés dans la*figure16*.

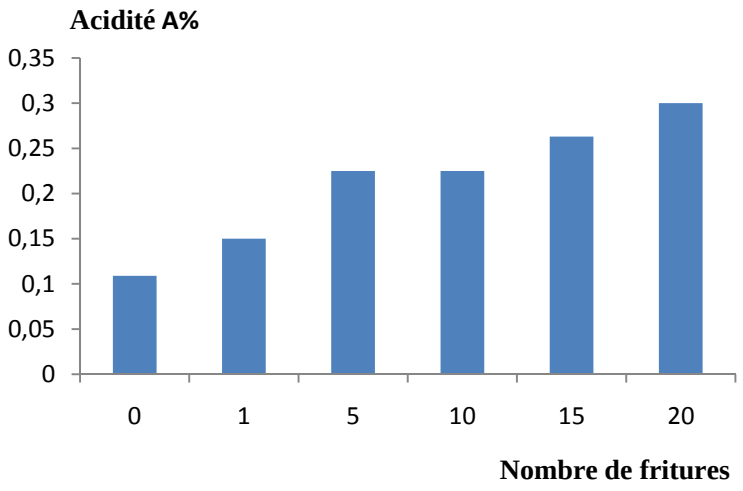


Figure 16: Effet de l'incorporation de l'huile fraîche sur l'acidité des huiles de bains de friture

L'huile « elio » fraîche utilisée dans notre étude a une acidité de 0.110% ; cette valeur esten concordance avec la norme(NA 1169 – 1990) requise (max 0,20%) ; ceci dénote une maitrise du raffinage dans l'unité où cette huile est élaborée. Toutefois,elle est inférieure à celle obtenuepar*GUETTAR et HAMOUNI (2015)*ayant analysé la même huile ; la valeur enregistrée est de 0.151%.

La variation d'acidité de notre huile fraîche de marque « elio » (80% soja +20% tournesol), comparée à l'huile « Fleurial » (100% tournesol) utilisé par *HAMRANI* et *NAITAMER(2014)* qui ont enregistré la valeur de 0.084%, pourrait être due à la nature différente des deux huiles, au type de raffinage utilisé ; elle dépend aussi de plusieurs facteurs, notamment la qualité des graines oléagineuses, conditions de stockage de ces graines, leurs conditionnement, mode d'extraction, transport de l'huile brute ainsi la composition chimique de l'huile.

Les résultats obtenus durant notre expérimentation et qui sont représentés par la *figure 17* montrent une augmentation de cet indice chimique au fur et à mesure que le nombre de friture augmente. L'acidité augmente de 0.150% à la 1ère friture et atteint une valeur de 0.225% à la 10^{éme}friture et 0.300% à la 20ème friture.

L'augmentation de l'acidité des huiles des bains de friture observée dans notre étude peut être expliquée par le déroulement du processus hydrolytique durant les essais de fritures respectives; elle est due à la libération continuelle d'AGL (température élevée et eau contenue dans les frites)(*BOUREGHDA et al., 2013).*Cette élévation pourrait, également, être due aux conditions expérimentales ; le temps séparant la prise d'échantillons (3 min entre deux

fritures), le temps d'une friture (4 min) et enfin le moment où l'analyse de ce paramètre est effectuée; il importe de signaler que cette analyse a été effectuée 5 jours après la friture sur des échantillons conservé au réfrigérateur et à l'abri de la lumière; ces conditions pourraient contribuer à l'accumulation des AGL dans les bains de fritures, comme ont été rapportées par *GRANDGIRARD(1992) ; VITRAC et al.(2003).*

Nos résultats demeurent toutefois inférieurs à ceux obtenus par*GUETTAR et HAMOUNI(2015).*La valeur enregistrée est de 0.301% à la 1ère friture contre une valeur de 0.150% dans notre cas,et de 0.526% à la 20^{éme} friture contre une valeur de 0.300% pour notre huile. Donc, l'introduction de l'huile fraîche a diminué l'intensité de ce paramètre grâce à l'effet de dilution des AGL présents dans les bains de friture.

La valeur enregistrée pour notre huile « elio » (80% soja +20% tournesol), à la 10ème friture est de 0.225% contre une valeur de 0.310% obtenus par *HAMRANI et NAIT AMER (2014)* menant des fritures avec l'huile « Fleurial » (100% tournesol); cet écart peut être dû à la différence de composition intrinsèque de ces huiles utilisées.

Nos résultats sont soumis à une analyse de la variance à un facteur à savoir le nombre de fritures *(Annexe 19)* montre une probabilité inférieure à 0.05, p value=0.0029 ce qui signifie que l'acidité varie d'une façon hautement significative en fonction du nombre de fritures.Le test de *NEWMANKEULS* au seuil de signification de 5%fait apparaitre quatre groupes homogènes C, BC, AB, A illustrés dans *l'annexe20*.

III.2. Evolution de l'indice de peroxyde

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

Les résultats de notre expérimentation sont illustrés par la *figure17*.

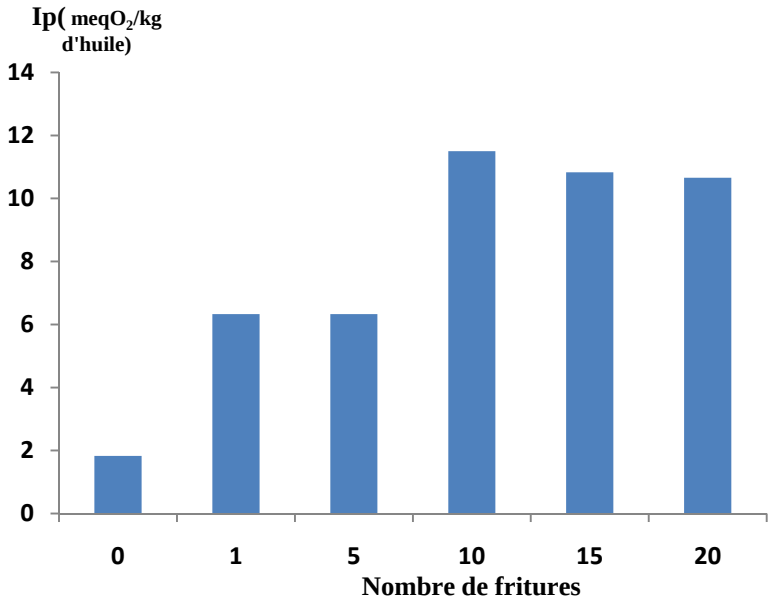


Figure 17: Effet de l'incorporation de l'huile fraîche sur l'indice de peroxyde des huiles de bains de friture

L'indice de peroxyde pour l'huile fraîche esten concordance avec la norme ISO 3960 ayant retenu une valeur maximale de 10 meqO_2 /Kg d'huile.

Néanmoins, nos résultats sont nettement supérieurs à ceux obtenus par *GUETTAR et HAMOUNI (2015)* ayant travaillé sur la même huile;les valeurs enregistrées sont respectivement de 1.833meqO_2/Kg d'huile et 4.333 meqO_2/Kg d'huile.Cet écart pourrait être due à la différence de qualité de l'huile brute réceptionnée et traitée dans la raffinerie ;les conditions de récolte,de raffinage et de stockage,etc. peuvent catalysée la formation des peroxydes dans l'huile brute et dans l'huile raffinée élaborée.

L'indice de peroxyde augmente aux cours des traitements thermiques appliqués par la formation des produits primaires d'oxydation.Néanmoins, la valeur de cet indice peut diminuer suite à la décomposition des hydroperoxydes pour former les produits secondaires d'oxydation *(GERTZ, 2008).*

L'allure de la variation de l'indice de peroxyde peut être découpée en deux étapes séquentielles:

- **La première étape (1^{ére}- 10ème friture)**

L'indice de peroxyde augmente de 6.33meqO_2 /Kg d'huile (1^{ére}friture) à 11.50meqO_2 /Kg d'huile (10ème friture). Ceci correspond, selon *JUDDE (2004)*, à l'apparition des peroxydes (ROO°) à partir des radicaux libres instables (R°) des AGI. D'après *O'BRIEN*

(2009), la formation des peroxydes à partir des AGI pourrait être influencée par plusieurs paramètres : l'oxygène de l'air, la chaleur et la quantité des tocophérols présents dans l'huile.

Nos résultats de la première étape sont moins élevées à ceux obtenus par *HAMRANI et NAIT AMER(2014)*, ayant travaillé sur « Fleurial » avec incorporation de l'huile fraîche; les valeurs enregistrées sont de 12.00 meqO_2/Kg d'huile à la 1^{ére} friture et 27.50 meqO_2/Kg d'huile à la 10^{éme}friture. Cette variation peut s'expliquer par le fait que les AGL s'oxydent plus rapidement lorsqu'ils sont insaturés.

A partir des résultats obtenus dans notre étude et comparée à ceux trouvés par *GUETTAR etHAMOUNI (2015)*ayant travaillé sur la même marque d'huile (elio), mais sans incorporation de l'huile fraîche.Nos résultats semblent être nettement supérieurs ; les valeurs enregistrées sont de 4.83 meqO_2/Kg d'huile à la 1^{ére} friture et 6.50 meqO_2/Kg d'huile à la 10^{éme} friture.On déduit que notre huile s'oxyde plus rapidement; ceci est due àl'incorporation de l'huile fraîche qui enrichit les bains de friture en vitamine E, ce qui évite la conversion des hydroperoxydes en produits secondaires d'oxydation et par voie deconséquence l'accumulation de ces produits primaires dans le 10ème bain de friture, exprimé par une valeur élevée de l'indice de peroxydes.

- ***La deuxième étape (10ème- 20ème friture)***

Au cours des fritures, les réaction d'oxydation vont s'accentuer donnant naissance à en deux des produits secondaires d'oxydation, tels que les aldéhydes et les cétones responsables du goût de rance *(VITRAC et al., 2003)*; la formation de ces composés s'est traduit dans nos résultats par une diminution de l'I_p. Cette diminution confirme aussi la modification de la qualité organoleptique de « notre » huile et des frites.

L'Ipdiminue à partir de la 10^{éme} friture et atteint une valeur de 10.66 meqO_2/Kg d'huile à la 20^{éme} friture.Cependant, pour *GUETTAR et HAMOUNI (2015)* ayant travaillé sur la même marque d'huile, mais sans incorporation de l'huile fraîche, l'Ip diminue à partir de la 10^{éme} friture et attient une valeur minimale qui est de 2.66750 meqO_2/Kg d'huile à la 20^{éme} friture.

Au cours de cette étape, on note une diminution nette de l'indice de peroxyde. Ceci s'explique par la transformation des hydroperoxydes en oxyacides puis en divers composés secondaires d'oxydation et ce par deux voies principales : la première voie est dite de « scission » ; elle conduit par coupure de liaison à la libération des composés volatils, tels que les aldéhydes et cétones, qui sont les plus répandus. La deuxième est dite de « remaniement

» ; elle conduit, à travers les différents types de pontage intra ou inter AG, à la formation d'AG oxydés (cétones insaturés, dicétones et d'hydroxyacides) et de polymères oxydés *(JUDDE, 2004).*

L'analyse de la variance donnée par *l'annexe 21*, indique une probabilité inférieure à 0.05(p-value=0) ce qui signifie que le nombre de friture a un effet hautement significatif surl'indice de peroxyde.Les échantillons d'huiles de bains de fritures sont regroupésdans deux groupes homogènesA, B, C*(Annexe 22).*

III.3.Evolution de l'indice d'iode

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

Les résultats obtenus dans notre étude sont illustrés par la *figure18*:

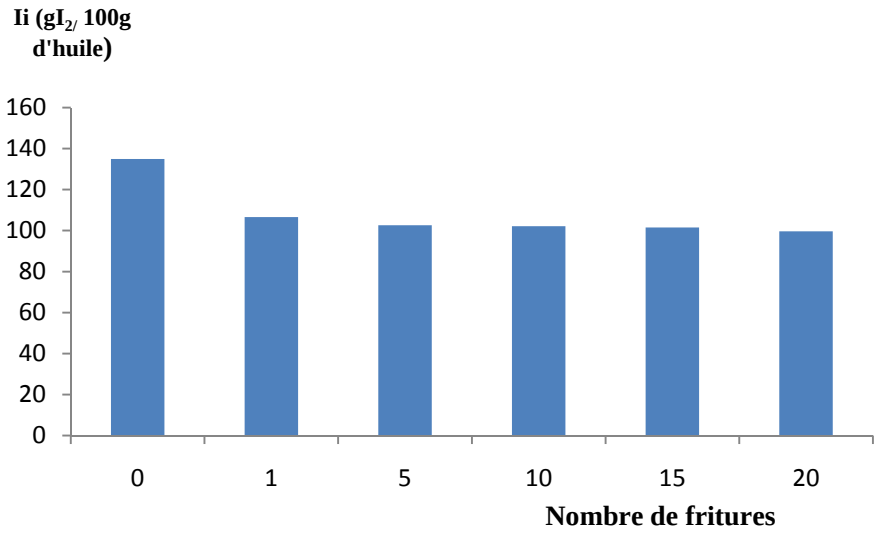


Figure 18: Effet de l'incorporation de l'huile fraîche sur l'indice d'iode des huiles de bains de friture

La valeur de l'Ii enregistrée sur notre huile fraîche (Ii=134.937gI_2/100g huile) est conforme à la norme nationale, comprise entre 120 – 143 g I_2/100g huile ; elle est inférieureà la valeur trouvée par*GUETTAR et HAMOUNI (2015)*qu'est de 205.336g I_2/100g huile, etayant travaillé sur la même l'huile. Toutefois, notre valeur est supérieure à celle trouvée par*HAMRANI et NAIT AMER (2014)*qui ont enregistré une valeur de 69.160 g I_2/100g

huile,etayant travaillé sur l'huile « Fleurial»cette variationpourrait être due aux erreurs de manipulation de ces auteurs.

L'Ii diminue au fur et à mesure que le nombre de fritures augmente ; cette chute est due à la formation des produits d'oxydation lipidiques ce qu'est été trouvé par*GERTZ (2008) ; SANCHEZ-GIMENO et al.,(2008).*

Cet indice comme le montrela *figure 19,*chuted'une valeur de 106.575 gI_2/100 g d'huiel à la 1^{ére} friturejusqu'à 102.154gI_2/100g d'huile à la 10ème friture et 99.635gI_2/100g huile à la 20ème friture ; cette diminution coïncide avec l'augmentation de l'indice de peroxyde; l'oxygène moléculaire se fixe sur les doubles liaisons induisant la formation des peroxydes et par voie conséquence une diminution de nombre de double liaisons mis en évidence la chute de l'Ii.La diminution du degré d'insaturation des huiles de bains de friture semble être principalement due à la polymérisation thermique des chaînes grasses insaturées *(GRANDGIRARD et JULLIARD, 1987).*

Nos résultats sont nettement inférieurs à ceux obtenus par*GUETTAR et HAMOUNI (2015)* ; ceux-ci ont enregistré des valeurs de 185.908gI_2/100g huile pour la 1^{ère}friture et de 177.977gI_2/100g huilepour la 10ème friture.

Toutefois nos résultats sont supérieurs à ceux obtenus par *HAMRANI et NAITAMER(2014)*sur l'huile « fleurial », qui ont enregistré les valeurs de 61.546 gI_2/100g huile pour la 1^{éré} friture et de 51.394gI_2/100g huile pour la 10ème friture ; cette variation est due à la différence dans la composition en AG des deux huiles ; l'huile « elio » est une huile mixte ;la présence de l'huile de « soja » dans cette dernière a diminué sa teneur en AGI par rapport à l'huile utilisée par ces auteurs qui est 100% tournesol; ceci est dû à sa richesse en acide linoléique (64.76%) donc une plus grande sensibilité thermo-oxydative.

Selon *SANCHEZ-GIMENO*et*al.,* (2008), l'indice d'iode est inversement proportionnel au nombre de fritures; ceci est due à la formation des produits oxydés suite aux réactions se produisant au niveau des insaturations diminuant ainsi leur nombre dans les chaînes hydrocarbonées. Cette diminution serait la conséquence des réactions d'oxydation et de polymérisation qui se produisent au cours des fritures. L'indice d'iode est un bon indicateur du degré d'altération des huiles *(MILLER et WHITE., 1988).*

L'analyse de la variance *(Annexe 23),*montre une probabilité inférieur à 0.05 (p-value =0) ce qui implique l'existence d'une différence hautement significative donc l'indice d'iode

estinfluencé par le nombre de friture. Le test de *NEWMANKEULS* au seuil de signification de 5%fait apparaitrede deux groupes homogènes A et B *(Annexe 24).*

III.4. Evolution de l'indice de saponification

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

Les résultats de notre expérimentation sont illustrés par la *figure19.*

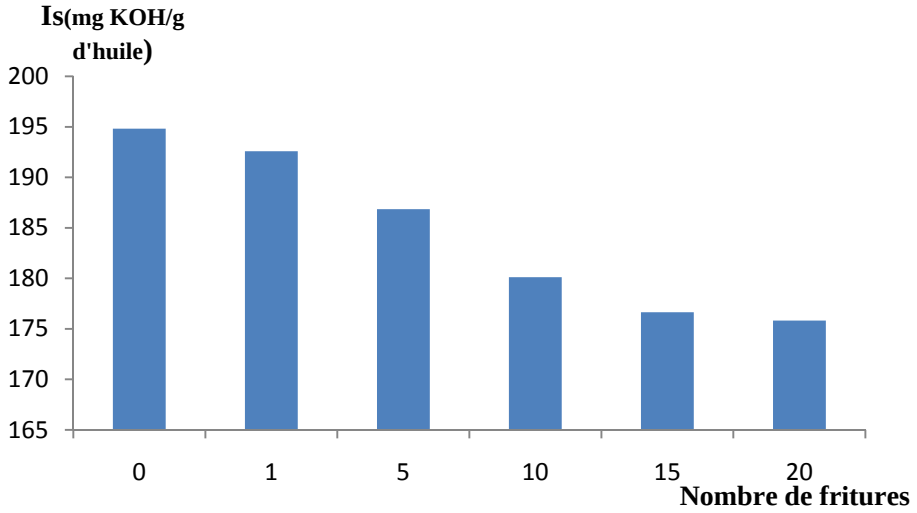


Figure 19: Effet de l'incorporation de l'huile fraiche sur l'indice de saponification des huiles de bains de fritures

La valeur de l'indice de saponification de l'huile fraîche étudiée est de 192.583mg de KOH/g d'huile. Cette valeur concorde avec les normes fixées par le *Codex Alimentarius*, soit 188-194 mg de KOH/g d'huile.Elle est supérieur à celle trouvé par *GUETTAR et HAMOUNI(2015)*ayant travaillé sur l'huile « elio », dont la valeur enregistrée est de 187 mg de KOH/g d'huile;Toutefois, elle est très proche de celle trouvée par *HAMRANI et NAIT AMER (2014)*ayant travaillé sur « Fleurial », dont la valeur enregistrée est de 191.441 mg de KOH/g d'huile.

La présentation graphique des résultats obtenus (*figure 19)* montre une diminution de cet indice; il passe d'une valeur de 192.583 mg de KOH / g d'huile à la 1ère friture jusqu' à 175.829 mg de KOH / g d'huile à la 20ème friture. Nos résultatssont inférieurs à celle trouvés par*GUETTARetHAMOUNI(2015)* qui ont observé une diminution de cet indice; ils ont enregistré une valeur de 222.062mg de KOH / g d'huile à la 1^{ére} friture et de 185.442 mg de KOH / g d'huile à la 20^{éme} friture.

Toutefois nos résultats sont proches de ceux trouvés par *HAMRANI* et *NAIT AMER*(2014) qui ont également observé une diminution de cet indice; la valeur passe de 191.441 mg de KOH/g d'huile à la 1ère friture à une valeur de 168.300 mg de KOH/g d'huile à la 10ème friture.

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

L'analyse de la variance (*Annexe 25*), montre une probabilité inférieure à 0.05; (p-value = 0); ce qui implique l'existence d'une différence hautement significative;donc l'indice de saponification estinfluencé par le nombre de friture. Le test de *NEWMANKEULS* au seuil de signification de 5%fait apparaitre quatre groupes homogènes A, B, C et D*(Annexe 26).*

Conclusion

Conclusion générale

L'objectif de cette étude a consisté en une évaluation de l'effet de l'incorporation régulière d'huile fraiche sur le degré d'altération des huiles de bain de friture au cours des fritures répétées; ces fritures ont été réalisées avec l'huile « elio » dans une friteuse électrique munie d'un couvercle; le nombre de fritures a été porté à vingt après que des études antérieures ont montré la possibilité de réutiliser le 10ème bain de friture.

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 des paramètres physico-chimiques indicateurs du déroulement des réactions de détérioration.

Les résultats obtenus ont révélé plusieurs modifications dans la composition des huiles des bains de fritures. Celles-ci sont dues à l'action de la chaleur appliquée, de l'oxygène et l'effet de l'hydrolyse. Le niveau d'altération des huiles augmente avec le nombre de fritures. Toutefois,ces résultats ont révélé que l'incorporation graduelle d'huile fraiche a diminué significativement l'ampleur des réactions d'altération se produisant dans les huiles des bains de friture comparativement aux fritures menées avec un même bain de friture (sans incorporation d'huile fraîche).Cet effet positif induit peut s'expliquer par l'enrichissement des huiles de bains de friture en vitamine E contenue dans l'huile fraiche introduite régulièrement dans les bains respectifs. Cette molécule, dotée de propriétés anti-oxydantes, ainsi, cette vitamine aurait inhibé bon nombre de réactions d'altération de l'huile « elio » se produisant au cours de ce processus thermo-oxydatif et par conséquent l'ampleur de l'altération de l'huile serait plus basse.

La viscosité des huiles augmente; cela pourrait être due au déroulement de la réaction de polymérisation catalysée par la température élevée appliquée (180°C) ; la diminution de la valeur de l'indice de saponification renseigne, en effet, sur l'augmentation du poids moléculaire des constituants de l'huile. Ces modifications ont induit un assombrissement de la couleur de l'huile à partir de la 10ème friture et celle des frites à partir de la 15ème friture tout en s'accentuant à la 20ème friture. Ainsi, en s'appuyant sur les travaux antérieurs où l'altération organoleptique a été signalée avant le10^{ème}bain, l'incorporation graduelle de l'huile fraîche aurait retardé la détérioration de l'huile.

L'augmentation de l'acidité sous l'effet des réactions d'hydrolyses traduit aussi la détérioration de cette huile. On a, également, observé une augmentation des valeurs de l'humidité; cette humidification augmente au fur et à mesure que le nombre de friture

augmente. Ceci pourrait être dû à la libération d'eau et des matières volatiles lors du processus de friture. D'aprèsles travaux antérieurs les valeurs de l'acidité sont plus élevé que celles on 'a trouvé, ce qui explique les biens fait d'incorporation de l'huile fraiche.

L'indice de peroxyde augmente au début des fritures puis diminue vers les dernières fritures, ce qui est lié à la formation des produits secondaires de l'oxydation, plus stables. Ces résultats sont confirmés par l'augmentation de l'UV pour les deux extinctions (232nm et 270nm).

On a remarqué que l'augmentation légère de l'indice de peroxyde (1^{ére} friture - 10^{éme} friture) comparativement aux fritures menées avec un même bain de friture (sans incorporation d'huile fraîche). Cecipeut s'expliquer par l'enrichissement des huiles de bains de friture en vitamine E contenue dans l'huile fraiche introduite régulièrement dans les bains respectifs. Ainsi, la conversion hydroperoxydes en produits secondaires d'oxydation, susceptible d'altérer fortement les critères organoleptiquesest freinée.

La diminution des valeurs de l'indice d'iode au cours des fritures se traduit par la rupture des chaînes d'AG et la diminution de leur degré d'instauration, de plus, la diminution de l'indice d'iode n'est pas aussi prononcée que lorsque les fritures ont été menées sur le même bain.

En somme, en dépit de l'amélioration de la qualité des huiles de bains de friture grâce à l'incorporation de l'huile à l'état frais, il est préférable de limiter le nombre de friturepour écarter le risque d'intoxiquer le consommateur enclin à privilégier les aliments frits.

Il serait judicieux de compléter cette étude en utilisant d'autres analyses comme :

- La détermination de la teneur en α-tocophérol (vitamine E) à l'aide de la chromatographie de haute performance (HPLC) ;
- La détermination de la teneur en métaux lourds à l'aide de la spectrophotométrie de masse à absorption atomique.
- Détermination de pureté à l'aide d'un réfractomètre…etc.
- Détermination de taux de composé polaire et le rancimat.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

A

- **ADRIAN J., DAN VILLIER P. et POTUS J. (1998).** Introduction à l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaire. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 47 – 171.
- **ALIAS C. et LINDEN G. (1997).** Abrégé de biochimie alimentaire. 4ème édition : MASSON, Paris. pp : 57 - 248.
- **ALIAS C., LINDEN G. et MICLO L. (2003).** Biochimie alimentaire. 5eme Edition de l'abrégé. Edition : Dunod, Paris.
- **ALTON. J:** Les industries des corps gras, 1992.
- **ANONYME 1, (2006).**Norme commerciale applicable à l'huile d'olive et à l'huile de grignons d'olive, COI/T.15/NC nº 2/Rév. 10, 2001.
- **ANONYME2. (2009).** règles d'or de la friture. Unilever Suisse, nutrition. In : www.unilever.com.
- **APFELBAUM M. et ROMON M. (2004).** Diététique et nutrition. 6ème Edition. Masson, Paris.
- **APFELBUM M., ROMAIN M. et DUBUS M. (2009).** Diététique et nutrition.7éme édition. Masson, Paris. pp : 321 − 334.

B

- **BOUREGHDA A., BENAYACHE S., et BENAYACHE F. (2013).**Change of physic-chimical proprieties of some local oils. During frying. Nat Sci;11(11), pp:88 − 91. http://www.sciencepub.net.
- **BUEHR C.** (2008). Les règles d'or de la friture. In: www.wonsumer.service-ch-unilever.comedition: office des publications universitaires. pp: 31

C

- **CHARBONNIER A. (1996).** Huile d'olive : Aliments- santé- cœur-vaisceaux- os-digestion. Edition : Frison Roche, Paris. pp : 28.
- **CODEX-ALIMENTARUS, (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.
- **CORONGIU F. P., BANNI S. et LESTER P. (1994).**Detection of conjugated dienes by second derivative ultraviolet spectrophotometry. In:Methods in Enzymology. Academic Press, pp: 303− 310.
- **COSSUT J. (2002)** Les corps gras : Entre tradition et modernité. projet réalisé dans le cadre de du DESS en QUALIMAPA. Université des sciences et technologie de Lille – Institut agroalimentaire de Lille.

D

- **DELACHARLERIE M., BIOURGE S., SINDIC S., CHENE M. et DEROANNE C. (2008).** HACCP organoleptique. In : guide pratique. Presses Agronomiques. Gembloux. pp : 59 − 62.
- **DIEFFENBACHER A., BUXTORF U., DERUNGS R., FRIEDLI R., GROB K. et ZURCHER K. (2000).** Graisses comestibles, huiles comestibles et graisses émulsionnées. In : Manuel suisse des denrées alimentaires. Edition : Martin, Genève.
- **DENIS J**. Manuel des corps gras. In : Raffinage des corps gras. Tome 2ème éd. Paris : éd Lavoisier, 1998. 88p.
- **DOBARGANES M.C. et MARQUEZ-RUIZ G. (1998).**Dimeric and higheroligomerictriglycerides. In: Perkins, E.G., Erickson, M.D. (Eds.), Deepfrying. Chemistry, Nutrition and Practical Applications. AOCS Press, Illinois, pp: 89–111.
- **DUPIN H. (1992).** Alimentation et nutrition humaine. Edition : Esfediteur. Paris.

E

- **EL SHAMI S.M., ZAKI SELEM I., EL ANWAR I.M.& EL MALLAH H. (1992).** Dielectricproperties for monitoring the quality of heatedoil. J.A.O.C.S.vol 69, N°9.
- **EYMARD S. (2003).** Mise en évidence et suivie de l'oxydation des lipides au cours de la conservation et de la transformation de chichard *(Trachurustrachurus)* : Choix des procédés. Thèse de doctorat, université de Nantes, France.

F

- **FAHY**, Classification des lipides, 2005 [en ligne]. (http://www.chem.qmul.ac.4k/eupac/class/lipid.html) (page consultée le 17 avril 2007)
- **FREDOT E. (2005).** Connaissance des aliments : base alimentaire et nutritionnelle de la diététique. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris.
- **FREDOT E. (2012).** Connaissance des aliments: base alimentaire et nutritionnelle de la diététique. Edition: Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 417–488.
- **FRENOT M.et VIERLING E. (2001).**Les lipides. In : Biochimie des aliments : Diététique du sujet bien portant.2èmeédition.Doinéditeur.

G

- **GARIBAGAOGLU M., ZLYBEK U., ERDAMAR S., CEVIK A. et ELMACIOGLU F. (2007).** The hepatotoxic effects of deep fried sunflower oil on ratlivers. Advances in molecular medicine. International journal of molecular biology, biochemistry and gene technology. pp: 35-40.
- **GARRIDO R., JUAN R. (1999).**Raffinage physique. Institute de la Grasas y Aceites CSIC.

- **GOTOR A. (2008).** Etude des variations des teneurs et de la variabilitédes compositions en tocophérols et en phytostérols dans les Akènes et l'huile de tournesol *(Hlianthusannus L.)*. Thèse de doctorat, université de Toulouse, France.
- **GERMAN J.B. et KINDELLA J.E. (1985).** Lipid oxidation in fish tissue, enzymatic initiation via lipoxygenase. Journal of agricultural and food chemistry, Vol 33, pp: 680-683.
- **GERTZ C. et KOCHAAR P. (2001).** A new method to determine oxidative stability of vegetable fat and oil at simulated frying temperature. OCL. Vol 8. N° 1, pp: 82-91.
- **GERTZ C. (2008).** Optimum deep frying, from the Food Industries Association of Austria, F.I.A.A. from June. pp: 125 − 135.
- **GRAILLE J. (2003).** Lipides et corps gras alimentaires.Edition : Tec& Doc, Lavoisier, Paris.pp: 1– 170.
- **GRANDGIRARD A. (1992).** Transformation des lipides au cours des traitements thermiques, effet nutritionnels et toxicologiques. In : aspect nutritionnel des constituants des aliments influence des technologies. Edition. Tec et Doc, Paris. pp : 49 − 63.
- **GRANDGIRRAD A. et JULLIARD F. (1987).**Corps gras.Rev.Fse,(34). pp: 213 – 219.
- **GUETTAR T.et HAMOUNI Z. (2015).**effet de l'augmentation du nombre de friture sur la stabilité de l'huile « elio ». Mémoire d'ingénieur d'état. Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, Algérie.
- **GUPTA M.K. (2005)**. Frying oils. Bailey's industrial oil and fat products.6ème edition. John Wiley& Sons, Inc. pp : 1 – 23.
- **GRAY J. (1978).** Measurement oflipid oxidation. Journal of the American oil chemist's Society. Vol. 55 (6), pp: 539 − 546.

H

- **HAMRANI S.etNAIT AMER K.(2014).** Effet de l'incorporation de l'huile fraîche sur la stabilité de l'huile "fleurial" au cours des fritures répétées. Mémoire de Master. Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, Algérie.
- **HENON G. (1999).** Deodorization of vegetable oils. Part 1 modeling geometrical isomlisation of olyusatred fatty acids. Journal of American oil society, pp: 73-76, 81.

J

- **JAMMES C. (2007).** Co-valorisation d'effluents graisseux et de résidus lignocellulosiques : déshydratation mécanique et compostage. Thèse doctorat, Université de limoge, France.
- **JEANTET R., BRULE G., CROGUENNEC T. et SCHUCK P. (2006**). Science des aliments : Biochimie – Microbiologie – procédé – produit. Tome 1. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris.pp : 95-120.

- **JUAREZ M.D. (2011).** Degradation in soybean oil, sunflower oil and partially hydrogenated fats after food frying, monitored by conventional and unconventional methods. Food Control Vol. 22, pp : 1920-1927.
- **JUDDE A. (2004).** Prévention de l'oxydation des acides gras dans un produit cosmétique : Mécanismes, conséquences, moyens de mesure, quels antioxydants, pour quelles applications. OCL, n° 6, vol.11, pp : 414 − 418.

K

- **KARLESKIND A. (1992).** T1. Principaux constituants chimiques des corps gras. Ed Lavoisier : 95p, 358p.
- **KANSCI G. (2010).** Effet du chauffage continu sur la qualité nutritionnelle et les composes néoformés des chips de banane / plantain préparés par les petits producteurs au Cameroun. In : 2ème journées Scientifiques du Réseau de Chercheurs GP3A de l'Agence Universitaire de la Francophonie, Université Laval). Génie des Procédés Appliqué à l'Agro-Alimentaire Québec, Canada, p : 45.
- **KLEIN R.A.(1970).** The detection of oxidation in liposome preparations. *Biochemistry and Biophysic Acta.*210, pp: 486− 489.
- **KOOLMAN F. et ROHM N. (1999).** Atlas de poche de biochimie. 2eme édition : Flammarion, France.
- **KPOVIESSI D.S., GEORGE C., ACCROMBESSI., KOCHOOH C., MOHAMED M., SOUMANAU et MOUDACHIROU M. (2004).** Propriétés physicochimiques et compostions de l'huile non conventionnelle de pourghére (jatropha-curca) de différentes régions du Benin, (7).pp : 1007 − 1012.

L

- **LABOURET P. (2005).** Les huiles alimentaires. Vegetal oils: The different advantages of different oils in health, pp: 1− 6.
- **LECERF J.M. (2008).** Quel est l'impact connu et possible des modes de cuissons sur le survenue des cancers ? Institut Pasteur de Lille.
- **LECERF J-M. (2011).** Les huiles végétales particularités et utilités. Médecine des maladies Métaboliques (5) 3, pp : 257 − 262.

M

- **MASSON O. (2002).** Biochimie : Les bases biochimiques de la diététique. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris.
- **MENDEZ A.I. et FALQUE E. (2007).** Effect of stokage time and container type on the quality of extra virgin olive oil. Food control, n°18, pp: 521 − 529.
- **MERRIEN A. (1992).** Tournesol. In : Manuel des corps gras. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 116-122.
- **MIGNOLET G., (1968) :** Technologie des aliments.Ed. Pantyn ; Bruxelles ; pp 78-79.
- **MILLER L.A. et WHITE P.J.(1988).** High temperaturestabilities of lowlinolenate, highstearate and commonsoybeanoils.J.A.O.C.S.VOL 8, pp:1324-1326.

O

- **O'BRIEN R.D. (2009).** Fat and oils: formulating and processing for applications. 3ème Edition. CRC Press, USA. pp : 43 – 47.
- **OLLE M. (1998).** Les huiles de fritures : état de situation et aspects réglementaire. OCL. Vol 5, pp : 55-57.
- **OLLE M. (2002).**Analyse des corps gras. Direction générale de la concurrence, de la consommation et de la répression des fraudes. Laboratoire interrégional de Montpellier. Techniques d'ingénieur. Traité analyse et caractérisation. pp : 2-15.

P

- **PERCHERON R. et PERLES F. (1981).** Les lipides, structures et propriétés. In : Abrégé de biochimie générale. Tome 2. Edition : Masson, Paris. Pp 141.
- **PERRIN J.L. (1992).** Evolution des corps gras au cours de leur utilisation alimentaire. In : Manuel des corps gras. Tome 1. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 1015-1031.
- **PERRIN J.L. (1992).** Analyse des corps gras, détermination de l'altération. In : Manuel des corps gras. Tome 2. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 1198-1216.
- **PLATON, J.F**. Raffinage de l'huile de soja, ASA, USB.
- **POISSON J.P et NACRE M. (2003).** Corps gras alimentaires : Aspect chimique, biochimie et nutritionnel. In : Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 1-40.
- **POKORNY J. (2003).** Problème de stabilité des produits alimentaires liés à la présence des lipides. In : Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 51.74.
- **POUZET A.(1992).** Soja. In : Manuel des corps gras. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris.
- **PRIOR E. (2003).** Usage des corps gras alimentaires dans différents secteurs de la technologie alimentaire. In : Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 147-179.

R

- **ROBERFROID M.B., COXAM V. et DELZENNE N. (2008).** Aliments fonctionnels. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 186-195.
- **ROCHE J. (2005).** Composition de la graine de tournesol (Helianthusannus L.) sous l'effet conjugué des contraintes agro-environnementales et des potentiels variétaux. Thèse pour obtenir le titre de docteur de l'institut national polytechnique de Toulouse. Ecole doctorale, spécialité, Science des agro ressources, pp : 298.

- **ROGIS ; FAURNIER.** Huile de tournesol, 2002 [en ligne]. (http://www.prolea.com/tournesol.htm). (page consultée en février 2007).
- **ROLLAND H. (2004).**Antioxydants naturels végétaux, OCL VOL. 11 N° 6.

S

- **SAETTEL L. (2002).** Huile de soja. In : WWW.prolea.com.
- **SANCHEZ-GIMENO A.C., NEGUERUELA A.I., BENITO M. et VECET R.O. (2008).** Some physical changes in Aragon extra virgin olive oil during frying process. Food chemistry, (110), pp: 654 − 658.

T

- **TOUITOU Y. (2005).** Biochimie : Structure des glucides et lipides. PCEM. Université Pierre et Marie Curie, Faculté de médecine, Paris. pp : 31-44.
- **TREMOLIERE J., SEVILLE Y., JACQUOT R. et DUPIN H. (1984).** Manuel de l'alimentation humaine. Tome1. Edition: Esf, Paris. pp:148.

U

- **UZZAN A. (1992).** Olive et huile d'olive. In : Manuel des corps gras. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 221 – 228.

V

- **VIERLING E. (2003).** Aliments et boissons : Filière et produits : 2eme édition : Doin éditeur. pp : 187-208.
- **VINAIXA M., VERGARA A., DURAN C., LLOBET C., BADIA C., BREZMES J., VILANOVA X. et CORREIG X. (2005).** Fast detection of rancidity in potato crisps using e-noses based on mass spectrometry or gas sensors. Sensors andActuators, (106), pp: 67 – 75.
- **VITRAC O., RAOULT-WACK A.L et TRYSTRAM G. (2003).).** Procédé de friture et produits frits. In : Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 231-269.

W

- **WASSEF W. et NAWAR N. (1996)**. Lipids. In: Food chemistry. 3èmeedition: Owen R. Fennema. pp: 225 – 304.
- **WIBOT A. (1986).** Le livre des produits alimentaires. Edition : MAX BREZOL.

Annexes

Les modes opératoires :

Les indices physiques :

Annexe 01 : Détermination de l'humidité

- **Appareillage**
  - Balance analytique avec précision de 0,0001g.
  - Capsules.
  - Etuve isotherme réglée à 103± 2 °C.
  - Dessiccateur contenant un déshydratant (le gel de silice).
- **Mode opératoire**
  - Régler l'étuve à 103± 2 °C ;
  - Peser un bécher à vide après l'avoir lavé, séché ;
  - Peser 5g d'huile dans ce bécher (soit P_1 ce poids) ;
  - Introduire le bécher contenant l'huile dans l'étuve pendant 1 heure ;
  - Refroidir l'ensemble (bécher + huile) dans un dessiccateur, puis le peser (soit P_2 son poids).

Annexe 02 : Détermination de l'extinction spécifique dans l'ultraviolet

- **Appareillage**
  - Spectrophotomètre UV/VIS 9200 avec possibilité de lecture pour chaque unité nanométrique.
  - Cuve en quartz de 1cm d'épaisseur.
  - Fiole jaugée de 10ml.
- **Réactifs**
  - Hexane.
- **Mode Opératoire**
  - Dissoudre 0.1 g d'huile dans 10ml d'hexane pur;
  - Régler le spectrophotomètre à 232 nm et 270 nm;
  - Introduire les cuves à spectrophotomètre remplies, le blanc (hexane pur) puis les échantillons préparés un par un.

- **Annexe 03 : Détermination de la densité**

- **Matériels et réactifs**

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

❖ **Mode opératoire**

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

Annexe 04 : Détermination de la viscosité

❖ **Matériels et réactifs**

- Viscosimètre à bille
- Chronomètre.

❖ **Mode opératoire**

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

Les indices chimiques :

Annexe 05 : Détermination de l'acidité

❖ **Réactifs**

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

❖ **Matériel**

- Balance analytique.
- Plaque chauffante.

❖ **Mode opératoire**

- Dissoudre une prise d'essai (2.5g) dans 25 ml d'éthanol ;
- Ajouter quelques gouttes de la solution de phénolphtaléine ;

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

Annexe 06 : Détermination de l'indice de peroxyde

❖ **Réactifs**

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

❖ **Matériel**

- Balance analytique.
- Agitateur magnétique.

❖ **Mode opératoire**

- Peser 2g d'huile dans un ballon ;
- Ajouter 10ml de chloroforme ; puis 15ml d'acide acétique ;
- Additionner 1ml d'iodure de potassium (KI) (préparée juste avant son emploi 0.5g dans 1ml) ;
- Boucher aussitôt le ballon ;
- Agiter le mélange pendant 1mn, le laisser à l'abri de la lumière pendant 5mn ;
- Ajouter 75ml d'eau distillée et quelques gouttes d'empois d'amidon à 1%. La coloration bleu noirâtre apparait ;
- Titrer l'iode libéré jusqu'à décoloration complète avec la solution de thiosulfate de sodium 0.01N en agitant vigoureusement en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré, soit V ce volume ;
- Effectuer de la même façon un essai à blanc

Annexe 07 : Détermination de l'indice d'iode

❖ **Réactifs**

- Thiosulfate de sodium (0.1N).
- Empois d'amidon.
- Iode alcoolique (0.2N).

- Ethanol à 96%

❖ **Mode opératoire**

- Peser 0.2g du corps gras dans un ballon
- Ajouter à cette dernière 10ml d'éthanol ; puis 10ml d'iode alcoolique (0.2N) ; et 30ml d'eau distillée ;
- Agiter énergétiquement pendant 5mn et placer le ballon à l'abri de la lumière pendant 30mn environ ;
- Titrer la solution par le thiosulfate de sodium jusqu'à l'apparition de la coloration jaune ;
- Ajouter à la solution 1ml d'amidon à 1% pour avoir une coloration bleue foncée.
- Continuer à titrer la solution par le thiosulfate de sodium jusqu'à la disparition de la coloration bleue.
- Effectuer de la même façon un essai à blanc**.** .

Annexe 08 : Détermination de l'indice de saponification

❖ **Réactifs**

- Acide chlorhydrique en solution 0.5N.
- Potasse en solution 0.5N dans l'alcool éthylique à 95%.
- 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 u 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 09: Analyse de variance de l'humidité

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
Var Facteur (friture)	0.003	5	0.001	13.1	0.00019		
Var Résiduelle	0.001	12	0			0.007	17.53%

Annexe 10 : Les groupes homogènes issus de l'analyse statistique de l'humidité de l'huile de friture

	Libelles	Moyennes	Groupes Homogènes			
1	F20	0.056	A			
2	F15	0.05	A	B		
3	F10	0.041		B	C	
4	F5	0.033			C	D
5	F1	0.026				D
6	F0	0.02				D

Annexe 11:Analyse de la variance de la viscosité

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
Var Facteur (friture)	73.709	5	14.742	72.853	0		
Var Résiduelle	2.428	12	0.202			0.45	1.09%

Annexe 12 :Les groupes homogènes issus de l'analyse statistique de la viscosité de l'huile de friture

	Libelles	Moyennes	Groupes Homogènes			
1	F20	43.748	A			
2	F15	43.417	A			
3	F10	42.096		B		
4	F5	40.389			C	
5	F1	39.878			C	
6	F0	38.041				D

Annexe 13: analyse de variance de la densité

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
Var Facteur (friture)	0.002	5	0	11.119	0.00042		
Var Résiduelle	0	12	0			0.005	0.62%

Annexe 14 : Les groupes homogènes issus de l'analyse statistique de la densité de l'huile de friture

	Libelles	Moyennes	Groupes Homogènes	
1	F20	0.908	A	
2	F15	0.891		B
3	F10	0.889		B
4	F5	0.884		B
5	F1	0.882		B
6	F0	0.877		B

Annexe 15:analyse de variance de l'UV(E232nm)

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
Var Facteur (friture)	0.004	5	0.001	828.493	0		
Var Résiduelle	0	12	0			0.001	0.15%

Annexe 16 :Les groupes homogènes issus de l'analyse statistique de l'UV(E232) de l'huile de friture

	Libelles	Moyennes	Groupes Homogènes		
5	F15	0.658	A		
6	F20	0.658	A		
3	F5	0.656	A	B	
4	F10	0.656	A	B	
2	F1	0.655		B	
1	F0	0.616			C

Annexe 17:analyse de variance de l'UV(E270nm)

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
Var Facteur (friture)	0.037	5	0.007	106.129	0		
Var Résiduelle	0.001	12	0			0.008	0.90%

Annexe 18:Les groupes homogènes issus de l'analyse statistique de l'UV(270) de l'huile de friture

	Libelles	Moyennes	Groupes Homogènes	
6	F20	0.945	A	
5	F15	0.943	A	
4	F10	0.941	A	
3	F5	0.939	A	
2	F1	0.926	A	
1	F0	0.819		B

Annexe 19 :analyse de variance de l'acidité

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
Var Facteur (friture)	0.075	5	0.015	6.988	0.00298		
Var Résiduelle	0.026	12	0.002			0.046	21.81%

Annexe 20 :Les groupes homogènes issus de l'analyse statistique de l'acidité de l'huile de friture

	Libelles	Moyennes	Groupes Homogènes		
1	F20	0.300	A		
2	F15	0.263	A		
3	F10	0.225	A	B	
4	F5	0.225	A	B	
5	F1	0.15		B	C
6	F0	0.11			C

Annexe 21: analyse de variance de peroxyde

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
Var Facteur (friture)	212.792	5	42.558	33.307	0		
Var Résiduelle	15.333	12	1.278			1.13	14.28%

Annexe 22: Les groupes homogènes issus de l'analyse statistique de l'indice de peroxyde de l'huile de friture

	Libelles	Moyennes	Groupes Homogènes		
4	F10	11.5	A		
5	F15	10.833	A		
6	F20	10.667	A		
2	F1	6.333		B	
3	F5	6.333		B	
1	F0	1.833			C

Annexe 23: analyse de variance de l'indice d'iode

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
Var Facteur (friture)	2709.762	5	541.952	56.568	0		
Var Résiduelle	114.967	12	9.581			3.095	2.87%

Annexe 24 :Les groupes homogènes issus de l'analyse statistique de l'indice d'iode de l'huile de friture

	Libelles	Moyennes	Groupes Homogènes	
1	F0	134.937	A	
2	F1	106.575		B
3	F5	102.577		B
4	F10	102.154		B
5	F15	101.509		B
6	F20	99.635		B

Annexe 25:analyse de variance de l'indice de saponification

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
Var Facteur (friture)	1000.212	5	200.043	111.077	0		
Var Résiduelle	21.611	12	1.801			1.342	0.73%

Annexe 26: Les groupes homogènes issus de l'analyse statistique de l'indice de saponification de l'huile de friture

	Libelles	Moyennes	Groupes Homogènes			
1	F0	194.817	A			
2	F1	192.583	A			
3	F5	186.851		B		
4	F10	180.108			C	
5	F15	176.650				D
6	F20	175.829				D

Annexes 27: Fiche technique de l'huile de tournesol raffinée

	FICHE TECHNIQUE DE L'HUILE DE TOURNESOL RAFFINEE		
Analyse	**Unité**	**Normes**	**Normes d'essai**
Indice d'acide	mg KOH/g MG	0.6 max	ISO 660 Deuxième édition 1996-05-15
Indice de peroxyde	meq O_2/kg MG	10 max	ISO 3960 Quatrième édition 2007-03-15
Impuretés insolubles	%	0.05 max	ISO 663 Quatrième édition 2007-03-01
Humidité et matières volatiles à105°C	%	0.2 max	ISO 662 Deuxième édition 1998-09-15
Indice de réfraction à 40°C	mg de KOH/g MG	1.467-1.469	ISO 6320 Quatrième édition 2000-03-01
Densité à 20°C	-	0.918-0.923	Méthode traditionnelle
Oléate de sodium	%	0.005 max	A.O.C.S Recommended practice Cc 17-95
Couleur LOVIROND	Jaune 5P1/4 Rouge	12 1.2	ISO 15305 Première édition 1998-09-15
Odeur et saveur	Caractéristiques au produit		

Annexe 28: fiche technique de l'huile de soja raffinée

	FICHE TECHNIQUE DE L'HUILE DE SOJA RAFFINEE	
Analyse	**Unité**	**Normes algériennes**
Acidité	% d'acide oléique	0.5 max
Indice de peroxyde	meq O_2/kg MG	10 max
Impuretés insolubles	%	0.05 max
Humidité et matières volatiles à 105°C	%	0.2 max
Indice de saponification	mg de KOH/g MG	189-195
Indice réfraction à 40°C	-	1.466-1.470
Indice d'iode	g d'iode/ 100g d'huile	120-143
Couleur	Jaune Rouge	< 4Max < 1Max
Densité relative à 20°C	-	0.919-1.470
Odeur et saveur	Caractéristique au produit	