

*Faculté des Sciences Biologiques et des Sciences Agronomiques
Département des Sciences Agronomiques*



Mémoire de fin d'études



Mouloud MAMMERI
(1917 - *Abd. Yfenni, Kabylie* 1989)
Écrivain, anthropologue et ethnologue
berbère d'Algérie

En vue de l'obtention du diplôme de Master

Filière : Agronomie

Option : Management de la qualité totale et sécurité des aliments

Thème

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



Proposé et dirigé par :
M. SADOUDI R.



Présenté par :
M^{elle} IGHIL Farida
M^{elle} MANI Dalila

Devant le jury :

Président : M. DJENANE Dj.

Professeur à l'UMMTO

Examineurs :

M. AMIR Y.

Professeur à l'UMMTO

M. SIFER K.

Maître assistant A à l'UMMTO

Promotion : 2015 – 2016

Remerciements

Nous tenons tout d'abord à remercier Allah le tout puissant et miséricordieux, qui nous a donné la force et la patience d'accomplir ce modeste travail.

Le travail présenté dans ce mémoire a été réalisé au sein Laboratoire de Recherche au département des sciences biologique et agronomique à l'Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou. Sous la responsabilité des ingénieurs de laboratoire. Nous tenons ici à les exprimer notre plus vifs remerciements et notre profonde reconnaissance pour nous avoir donné la possibilité de réaliser ce travail dans un environnement aussi enrichissant tant sur le plan scientifique que personnel, et le temps qu'elles ont bien voulu consacrer à nous tenons compagnie au cours de notre travail.

Nous tenons à exprimer nos meilleurs remerciements et notre profonde gratitude à M^r SADOUDI R, pour sa présence et sa disponibilité durant cette année, pour l'encadrement et les interventions enrichissantes et encourageantes qu'il nous a accordées au cours de ce travail.

Nous remercions aussi M^r METNA B. pour nous avoir aidées dans la réalisation de l'étude statistique.

Nous sommes très sensible à l'honneur que nous fait Monsieur DJENANE DJ., en acceptant de présider le jury d'évaluation de ce travail. Qu'il trouve ici l'expression de nos sincères remerciements.

Nous sommes très reconnaissante à M^r AMIR Y. et M^r SIFER K, d'avoir accepté d'être membres de ce jury.

Nous adressons aussi nos plus vifs remerciements à toutes personnes qui nous ont aidés à mesurer le taux des composés polaires, au département de la direction de commerce à la wilaya de TIZI-OUZOU.

Enfin, que nos Professeurs trouvent ici le témoignage de nos remerciements et de notre gratitude, pour leur contribution à notre formation durant toutes nos études universitaires.

Aucun travail n'est possible dans l'isolement. Les rencontres, les conseils et les encouragements constituent des aides précieuses souvent décisives. C'est pourquoi nous tenons à remercier ici tous ceux qui ont contribué à ce travail parfois sans le savoir ou du moins sans mesurer la portée de leurs influences

Merci

Dédicaces

J'ai l'honneur de dédier ce modeste travail

À ceux qui m'ont tout donné sans rien en retour

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

Et ceux à qui je dois tant

À mes très chers parents.

À mes très beaux frères et mes belles sœurs.

À mes cousins et cousines, mes neveux et nièces.

À Celle avec qui j'ai partagé mon travail « MANI DALILA » 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;

À toute la promotion de management de la qualité totale et sécurité des aliments.

FARIDA



Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

Mes très chers parents

Mes frères et sœurs

Ma grande mère

Mes tantes et oncles

Mes cousins et cousines

Mes chères amies : Souhila, Lynda, Lydia, Malika, Nour El Houda, Sarah, Kahina, Souhila et Zehira.

Mon binôme Farida et tout sa famille

Tous ceux qui m'aiment

DALILA



Liste des abréviations

Liste des tableaux

Liste des figures

Introduction générale..... 1

Etude bibliographique

I. Généralités sur les corps gras 3

I.1. Définition 3

I.2. Classification des corps gras 4

I.3. Composition des corps gras 6

I.4. Propriétés générales des CG 15

I.5. Rôle des CG 19

I.6. Les principales sources des lipides 20

I.7. Altération des CG 20

I.8. Conséquences des réactions d'altération des CG 21

II. Les huiles végétales 22

II.1. Historique 22

II.2. Définition de quelques huiles de consommation humaine 22

II.3. Les huiles alimentaires 22

II.4. Les différentes huiles commercialisées en Algérie et leur composition 23

II.5. L'huile « Afia» 24

II.6. Utilisation des huiles alimentaires..... 29

II.7. Effet du procédé du raffinage sur la qualité et la stabilité de l'huile..... 30

III. Les antioxydants 31

III.1. Définition 31

III.2. Mécanisme d'action 31

III.3. Utilisation des antioxydants 33

III.4. Classification des antioxydants	33
III.5. Les propriétés des principaux antioxydants.	36
IV. Altérations des huiles	38
IV.1. Altération biologique	38
IV.2. Altération chimique	38
IV.3. Altération thermo-oxydative	43
IV.4. Les différents produits de la thermo-oxydation	44
IV.5. Les facteurs influant l'oxydation des lipides	48
V. Procédé de friture	51
V.1. Définition de la friture.....	51
V.2. Types de fritures.....	52
V.3. Principes de base de la friture	52
V.4. Le procédé de la friture	53
V.5. Modifications aux cours des fritures	53
V.6. Choix des huiles de fritures.....	54
V.7. Facteurs influant le processus de friture.....	55
V.8. Différents produits formés lors des fritures.....	56
V.9. Effets physiologiques des produits d'altération des huiles chauffées (friture)	57
V.10. Conseils pratiques lors des fritures	57
V.11. Gestion de l'huile de friture	58
V.12. Températures et équipements de friture	58

Partie expérimentale

Matériel et méthodes

I. Objectif de l'étude.....	63
II. Conduite expérimentale.....	63
II.1. Choix de l'huile	63
II.2. Choix de l'aliment à frire	64
II.3. Procédure de friture	64
II.4. Échantillonnage	66
III. Méthodes d'analyses	67
III.1. Fraction insaponifiable.....	67
III.2. Fraction saponifiable.....	69
IV. Analyse statistique	74

Résultats et discussion

I. Aspect organoleptique des frites préparées et des bains d'huiles	75
II. Évolution de la fraction insaponifiable.....	79
II.1. Composés phénoliques	80
II.2. Chlorophylle	82
II.3. Caroténoïdes	84
III. Évolution de la fraction saponifiable	86
III.1. Les analyses physiques	86
III.2. Les analyses chimiques	92

Conclusion générale	104
----------------------------------	------------

Références bibliographique

Annexes

Résumé

Liste des abréviations

AFNOR: Association française de normalisation ;

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*;

DAG: Diacylglycérol ;

ECN : Espèce chimique nouvelle ;

ISO: International Standards Organization ;

MAG : Monoacylglycérols ;

MDA : Malonaldehyde ;

MG : Matière Grasse ;

PATO : Produits d'Altération Thermo-Oxydative ;

Ppm : Partie par million ;

R° : Radical libre ;

ROO°: Radical peroxyde ;

ROOH: Hydroperoxydes ;

Sen : Sensibilisateur ;

TAG: Triacylglycérides ;

TBHO : Tertiobutyl-hydroxyquinon ;

TCP : Taux de composés polaires ;

T_f : Température de fusion ;

TG : Triglycérides ;

N°	Titre	Page
1	Image représente la forme bipolaire d'un lipide	04
2	Représentation d'un acide gras	06
3	Structure chimique de quelques acides gras : en rouge : l'atome d'oxygène; en bleu: l'atome hydrogène; en noir : l'atome de carbone; en orange : la double liaison	07
4	La nomenclature des acides gras insaturés.	08
5	Structure chimiques de l'isomère cis et trans de l'acide gras c18:1: en rouge: l'atome d'oxygène; en bleu: atome hydrogène; jaune: double liaison; noir : atome de carbone.	09
6	Représentation de la structure d'un triglycéride	10
7	Formation de triacylglycérides. En rouge: l'atome d'oxygène; en bleu: l'atome hydrogène; en noir: l'acide gras; en orange: la double liaison	10
8	Représentation divers structures des glycérides	11
9	La formule chimique de l'acide phosphatidique	11
10	Représentation d'un céride	12
11	Représentation de comportement des lipides dans l'eau	15
12	Réaction d'estérification	17
13	Réaction de saponification	17
14	Hydrogénation d'un acide gras insaturé	18
15	Halogénéation d'un acide gras insaturé	18
16	Différentes huiles commercialisées en Algérie	23
17	Image représentant l'huile « Afia »	24

18	Aspect général de la plante et le fruit de maïs	25
19	Composition de la graine de maïs	26
20	Aspect général de la plante de soja et le fruit qui est une gousse qui contient les graines	27
21	Aspect général de la graine de soja	28
22	Composition de la graine de soja	28
23	Oxydation d'un acide gras insaturé	41
24	Les différents produits formés au cours de l'oxydation	41
25	Mécanisme d'initiation de la peroxydation des lipides par l'activité lipoxygénasique	43
26	Formation des radicaux libres oxyacides	45
27	Produits volatils d'altération thermo-oxydative	45
28	Réactions d'altération des huiles dans un bain de friture sous l'effet de la chaleur	47
29	L'évolution de la vitesse d'oxydation en fonction de l'activité de l'eau	50
30	Présentation simplifiée de procédé de friture	53
31	Image représentant la friteuse traditionnelle à bain d'huile.	60
32	Image représentant la friteuse électrique à huile	60
33	Image représentant la friteuse sans huile.	61
34	Friteuse, frites et l'huile (photos originales)	65
35	Les échantillons de l'huile de friture à analyser (photos originales)	67
36	Spectrophotomètre UV visible (photo originale)	69

37	L'étuve (photo originale)	70
38	Image représente le Testo 270	71
39	Photos originales représentent le changement de la couleur des frites utilisées et des bains de fritures durant 20 fritures	78
40	Évolution de la teneur en composés phénoliques en fonction du nombre de fritures	81
41	Évolution de la teneur en chlorophylle en fonction du nombre de fritures	83
42	Évolution de la teneur en caroténoïdes en fonction du nombre de fritures	85
43	Évolution de l'humidité en fonction du nombre de fritures.	88
44	Évolution de la densité en fonction du nombre de fritures	89
45	Évolution de taux des composés polaire totaux en fonction du nombre de fritures	91
46	Évolution de l'indice de peroxyde en fonction du nombre de fritures	94
47	Évolution de l'indice d'iode en fonction du nombre de fritures	97
48	Évolution de l'acidité en fonction du nombre de fritures	100
49	Évolution de l'indice de saponification en fonction du nombre de fritures	102

N° du tableau	Titre	Page
I	Source végétale des corps gras	03
II	La classification des corps gras selon leur origine	04
III	Classification des CG selon leur consistance à température ambiante	05
IV	Classification des CG selon leur fonction	05
V	Classification des CG selon l'analyse élémentaire	05
VI	Classification des CG selon la propriété de saponification	06
VII	Tableau note quelques acides gras selon leurs degrés d'insaturation et leur nombre de carbones	09
VIII	L'influence de longueur de la chaîne de carbone, degré d'insaturation et configuration spatiale cis-trans sur Tf	16
IX	Les différentes compositions des huiles alimentaires fabriquées en Algérie	24
X	Composition en acides gras l'huile de maïs	26
XI	Composition en acide gras de l'huile de soja	29
XII	Quelques exemples d'utilisation réglementée des antioxydants de synthèse	34
XIII	Sources alimentaires d'antioxydants naturels	35
XIV	Les propriétés des principaux antioxydants	37
XV	Principaux produits d'altération au cours d'un traitement thermique	44
XVI	Types d'altération, agent causal et types de produits formés lors du chauffage des CG	56

XVII	Les températures critiques de quelques huiles alimentaires	59
XVIII	Composition et conseils d'utilisations portés sur l'étiquette de l'huile étudiée.	63
XIX	Composition biochimique de la pomme de terre	64
XX	Conditions expérimentales des essais de fritures.	65
XXI	Rapport quantité de frites sur volume d'huile.	66
XXII	Aspect des bains de fritures et des frites au cours des fritures répétées avec l'huile « Afia ».	76
XXIII	Teneurs en quelques composés mineurs dans l'huile fraîche et dans les huiles de bains de fritures	80
XXIV	Résultats de l'évolution de l'humidité et de la densité au cours des fritures	86
XXV	Formation de composés polaires au cours des fritures.	91
XXVI	Résultats des indices chimiques	92



Introduction générale

Introduction générale

L'une des rares caractéristiques communes à l'ensemble du monde méditerranéen, aussi bien européen qu'asiatique ou africain, ou aux trois religions pratiquées dans cette région, chrétienne, musulmane et juive, est la friture des aliments. La friture est l'une des méthodes culinaires les plus anciennes qui existent. Des produits frits sont consommés sur tous les continents. Ces dernières décennies et l'évolution de nos mode de vie (éloignement du lieu de travail, restauration hors foyer, etc.) ont contribué à la diversification des produits frits tant dans la restauration collective que dans l'industrie du grignotage ou de la restauration rapide (*GRAILLE, 2003*). Actuellement, le procédé de friture absorbe la majorité des huiles alimentaires produites dans le monde (*VARELA, 1998*).

Depuis de nombreuses années, plusieurs pays producteurs (France, Italie, Espagne, U.S.A, etc.) ont mis sur le marché des huiles provenant des variétés de graines sélectionnées, qui présentent des critères de composition en acides gras différents. Certaines de ces huiles font aujourd'hui l'objet d'un commerce abondant (*ANONYME 1, 1999*).

Les graines oléagineuses sont des sources importantes d'huiles d'importance alimentaire, industrielle et pharmaceutique (*RAMADANet MÖRSEL, 2003*). Les huiles et les graisses constituent une des trois classes principales du produit alimentaire, en plus des protéines et des glucides (*APARICIO et APARICIO-RUIZ, 2002*).

Les huiles végétales comestibles sont des denrées alimentaires qui se composent essentiellement de glycérides. Elles peuvent contenir en faible quantité d'autres lipides comme les phosphatides, des constituants insaponifiables et les acides gras libres naturellement présents dans la graisse ou l'huile (*BOCKISH, 1993*). En effet la valeur nutritive d'une huile végétale, repose sur son apport en acides gras essentiels (indispensables) Oméga 3 et Oméga 6 ou/et en vitamines.

Les lipides, ou graisses, comme les autres nutriments occupent une place très importante dans l'alimentation humaine. Ils sont indispensables au bon fonctionnement de l'organisme et fournissent une quantité d'énergie supérieure à celle apportée par les glucides. Leur principe défaut est de s'oxyder facilement. Il s'agit d'une ou des causes majeures d'altération des denrées alimentaires. La réaction d'oxydation des lipides est initiée entre des lipides le plus souvent polyinsaturés et l'oxygène. Durant celle-ci plusieurs réactions de décomposition et de polymérisation interviennent simultanément conduisant à la formation

d'un mélange complexe de produits de réaction ; dans la plupart des cas, la production de composés possédant des goûts ou odeurs désagréables, l'oxydation des lipides peut réduire la qualité nutritionnelle, modifier la texture et la couleur des aliments et générer des composés déconseillés en santé humaine (*BRULÉ et al., 2006*).

C'est dans cette optique que s'est inscrit notre travail (l'étude de l'évolution de la fraction saponifiable et insaponifiable d'une huile végétale raffinée au cours des fritures répétées). Des essais de fritures répétées (20 fritures) ont été réalisés avec l'huile « AFIA » (mélange de deux huiles 95% soja et 5% germe de maïs).

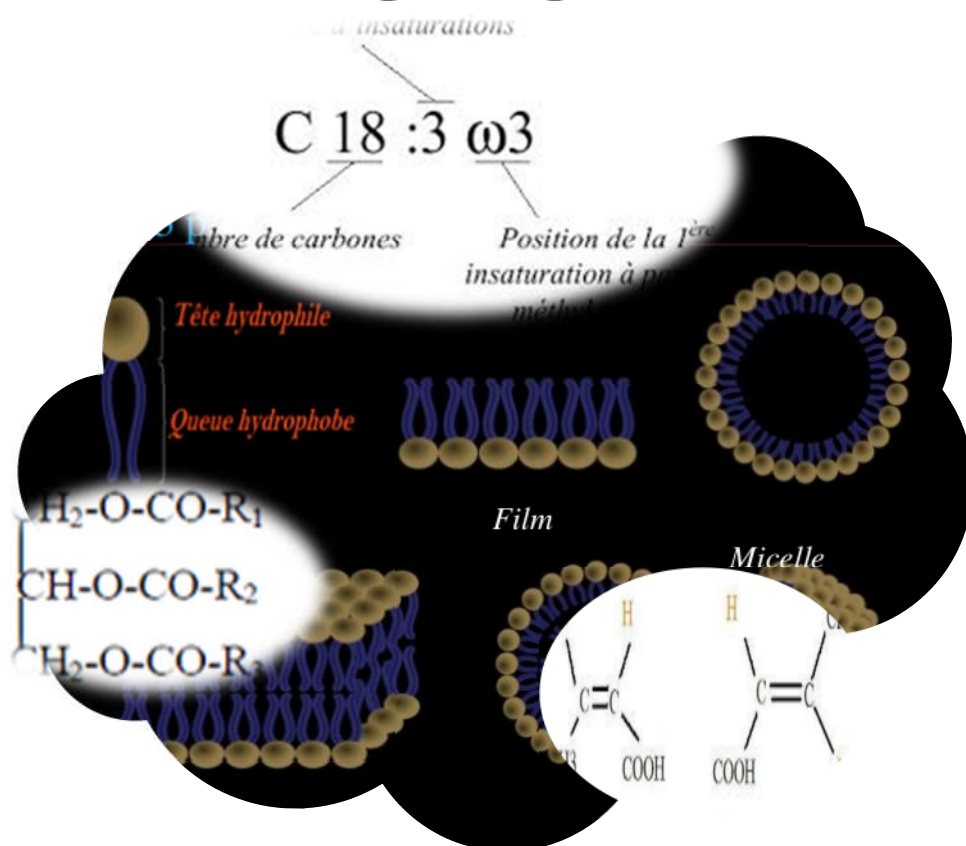
Des échantillons sont prélevés, l'un à partir de l'huile fraîche et d'autres de la 1^{ère}, 5^{ème}, 10^{ème}, 15^{ème} et 20^{ème} fritures. Des analyses physico-chimiques et détermination de la teneur en composés phénoliques, chlorophylles et caroténoïdes ont été réalisées, les résultats obtenus sont analysés à l'aide du logiciel STAT BOX et comparés aux normes et aux résultats obtenus sur d'autres huiles raffinées.

Partie
bibliographiques

Chapitre I :

Généralités sur les

corps gras



I. Généralités sur les corps gras

I.1. Définition

Les corps gras désignés aussi sous le nom de lipides font partie d'un ensemble complexe de composés organiques. Ils sont présents dans les tissus animaux tels que les graisses animales qui sont mises en réserve dans les cellules des tissus adipeux (les adipocytes), les animaux terrestres et marines (poissons et saindoux) et dans les végétaux ils constituent des réserves accumulées dans les graines oléagineuses telles que le Tournesol, le soja, dans les pulpes de certains fruits oléagineux comme l'olive..., etc. (ANONYME 1, 1999)

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

Fruits oléagineux	Graines oléagineuses
Le palme, l'olive, la noix et l'amande	Le tournesol, le soja, le coton, le maïs, l'arachide et le colza

Ce sont des composés insolubles dans l'eau et soluble dans les solvants organiques (hexane, chloroforme...).

Les graisses (solides) et les huiles (liquides) sont les principales formes de stockage énergétiques de nombreux organismes.

Un lipide est une molécule : soit complètement apolaire (lipide neutre). Soit bipolaire, molécule amphiphile (ou amphiphathique) avec une tête polaire liée à une chaîne fortement apolaire (queue).

La forme bipolaire d'un lipide est représentée dans la *figure 1*.

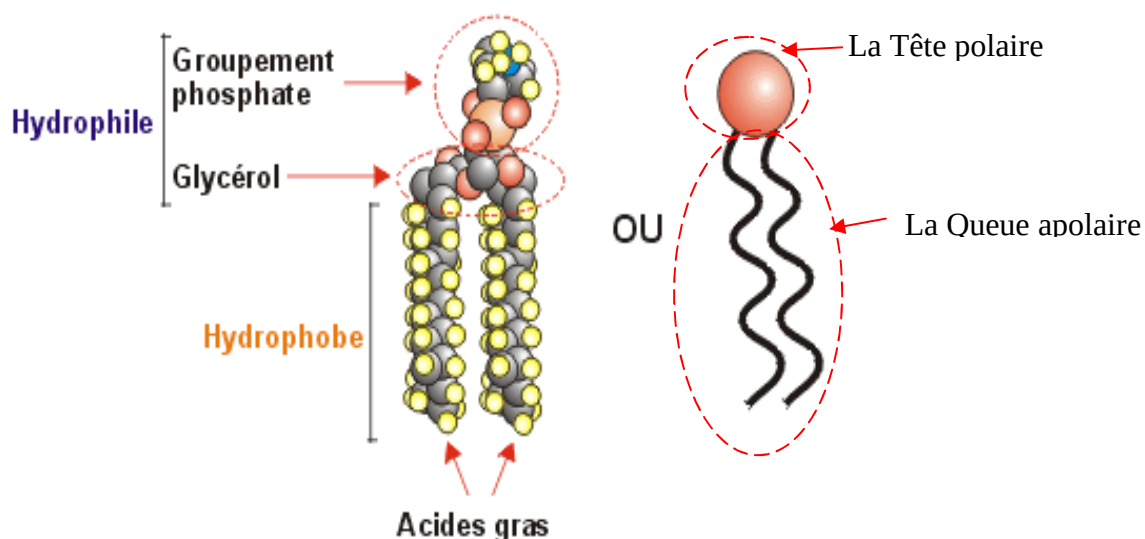


Figure 1 : Image représente la forme bipolaire d'un lipide (ANONYME 1, 1999).

I.2. Classification des corps gras

On peut classer les CG selon plusieurs critères :

I.2.1. Classification selon l'origine

On distingue les corps gras d'origine animale, les corps gras d'origine végétale et les corps gras mixtes

Tableau II : La classification des corps gras selon leur origine (FREDOT, 2005).

Origine	CG
Animale	Beurre, Crème, Suif, Saindoux, Shortening (graisses raffinées hydrogénées), huiles des animaux marins.
Végétale	Huiles pour assaisonnement, huiles pour assaisonnement et friture, margarine végétales, végétalienne (huile de coprah hydrogénée).
Mixte	Margarine standard à base d'huile végétale et graisse de poisson, margarine et shortening pour pâtisserie.

I.2.2. Classification selon leur consistance à T° ambiante

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

Etat	CG
Fluide	Huile d'arachide, huile de colza, huile de soja, huile de tournesol, huile de germe de maïs.
Solide	Huile de palme, huile de coprah, Margarine végétale, Beurre, Saindoux, Suif.

I.2.3. Classification selon le rôle physiologique

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

Lipides de structure	Lipides de réserve	Lipides ayant une activité Biologie
Phospholipides, Cholestérol.	Triglycérides.	Hormones stéroïdiennes, Vitamines liposolubles.

I.2.4. Classification selon l'analyse élémentaire

Tableau V : Classification des CG selon l'analyse élémentaire (*FRENOT et VIERLING, 2004*).

Lipides simples (composés de C, H, O)	Lipides complexes (composés de C, H, O, N, P)	
Glycérides ou acylglycérols, Cérides, Stérides	* Glycérophospholipides : • Acides phosphatidiques • Phosphatidylcholines (lécithines) • Phosphatidyléthanolamines et Phosphatidylsérines (céphalines)	*Sphingolipides • Céramides (acylsphingosines) • Sphingopholipides • Glycosphingolipides

I.2.5. Classification selon la propriété de saponification

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

Lipides saponifiables	Lipides non saponifiables
Acylglycérols, Phospholipides, Cires, Stérides, Cutine.	Hydrocarbures, Pigments, Stérols, Vitamines liposolubles.

I.3. Composition des corps gras

Les lipides sont majoritairement constitués de TG (95à 98%) et de constituants mineurs : constituants naturels, composés de dégradation et de contaminants (*POISSON et NARCE, 2003*).

I.3.1. Constituants majeores

I.3.1.1. Les Acides gras

Les acides gras peuvent exister à l'état libre dans la nature. Ce sont des composés organiques à base de carbone, d'hydrogène et d'oxygène, ils sont formés d'une chaîne hydrocarbonée plus ou moins longue et d'un groupe carboxyle (*BRULÉ et al., 2006*).

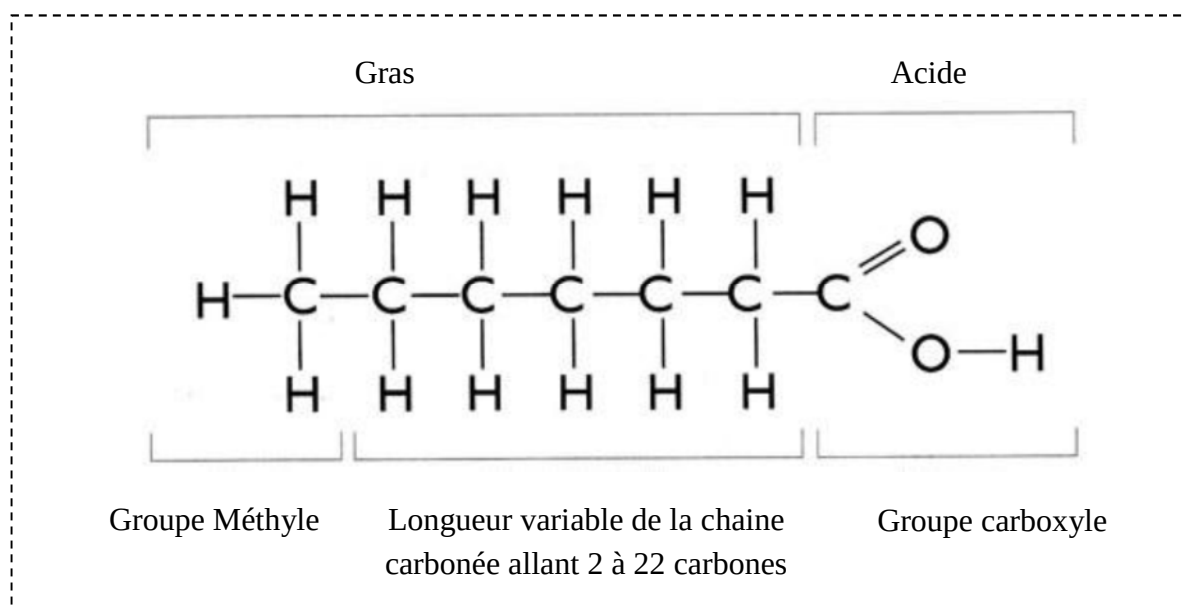


Figure 2 : Représentation d'un acide gras (*SEGHIER et BENAHMED, 2014*).

La chaîne aliphatique hydrocarbonée peut être saturée ou peut présenter une ou plusieurs doubles liaisons (*figure 3*), donc les AG diffèrent entre eux par la longueur de leur chaîne aliphatique, le nombre et la localisation des doubles liaisons éventuelles.

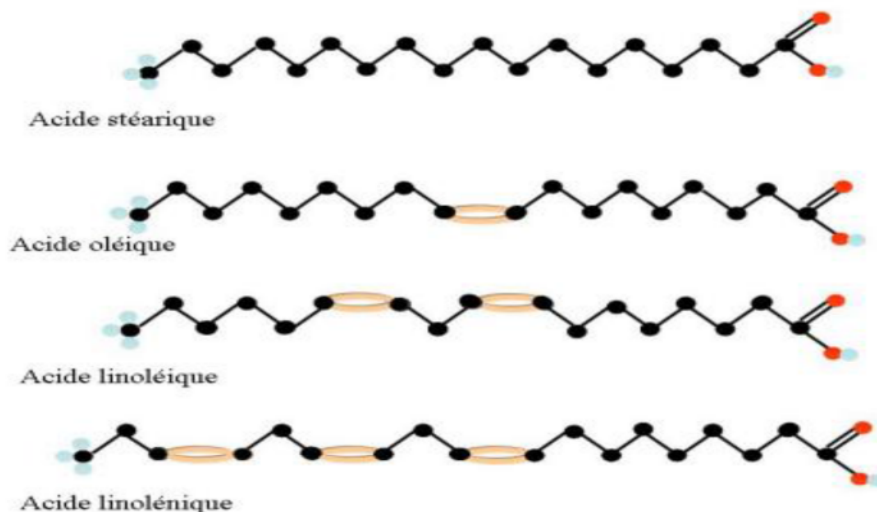


Figure 3 : Structure chimique de quelques acides gras : En rouge : l'atome d'oxygène; en bleu: l'atome hydrogène; en noir : l'atome de carbone; en orange : la double liaison (MAURO, 2003).

Les acides gras sont symbolisés par la notation ($C_n : x$), avec « n » qui représente le nombre de carbones de la chaîne et « x » le nombre de doubles liaisons.

Les acides gras les plus abondants ont un nombre pair d'atomes de carbone compris entre 14 et 22 (ANONYME 2, 2010).

* Les acides gras saturés (AGS)

Les acides gras saturés ont une formule générale $CH_3-(CH_2)_n-COOH$, sont solides à T° ambiante ; les plus fréquents dans notre alimentation sont l'acide palmitique ($C_{16} : 0$) et l'acide stéarique ($C_{18} : 0$), apportés surtout par les produits animaux et l'huile de palme.

* Les acides gras insaturés (AGI)

Ils sont fluides à la T° ambiante, sont les plus fréquents que les saturés surtout chez les plantes et animaux vivants à basse T° .

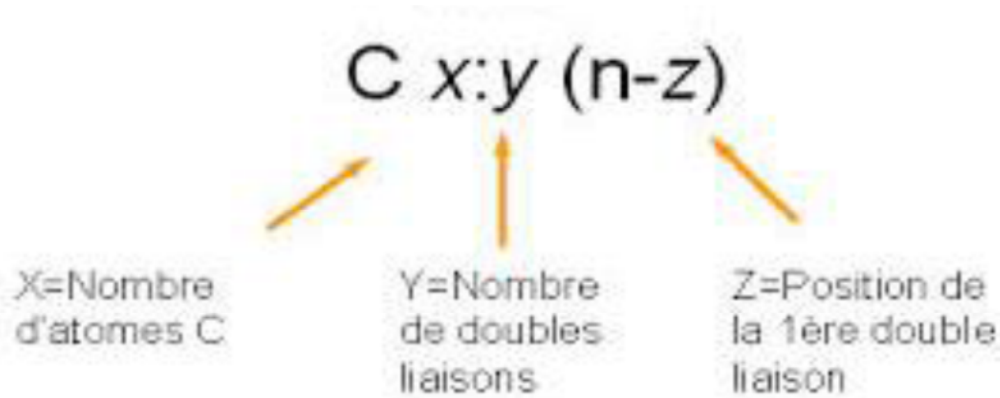


Figure 4 : La nomenclature des acides gras insaturés (SEGHIER et BENAHMED, 2014).

- o AG mono-insaturés (AGMI) : dont la plupart ont une double liaison qui se situe entre C_9 et C_{10} exemple l'acide oléique ($C_{18}:1$) que l'on trouve dans les huiles végétales (olive, colza...) et dans les produits animaux.
- o AG polyinsaturés : ont la 1^{ère} double liaison entre C_9 et C_{10} et les suivantes sont séparées par un groupement méthylique, dans quelques cas elles peuvent être conjuguées exemple : l'acide linoléique ($\omega 6$) et l'acide alpha linolénique ($\omega 3$). (ANONYME 2, 2010)

- **L'acide linoleique (oméga 6)**

C'est l'acide principal dans l'huile de pépins de raisin, de tournesol, de soja, de noix, de maïs et de germe de blé. À l'heure actuelle, notre alimentation en apporte suffisamment. En effet, en plus des huiles, on en trouve dans tous les produits animaux terrestres et dans le lait maternel (CHEKROUN, 2013).

- **L'acide α -linolénique (oméga 3)**

Moins répandu, on le trouve dans certains fruits oléagineux (noix) et dans les huiles de colza, de noix, de soja et de lin. Contrairement à l'acide linoléique $\omega 6$, l'alimentation actuelle apparaît déficitaire en acide α -linolénique (CHEKROUN, 2013).

Les doubles liaisons sont en configurations *Cis* et *Trans* (rarement).

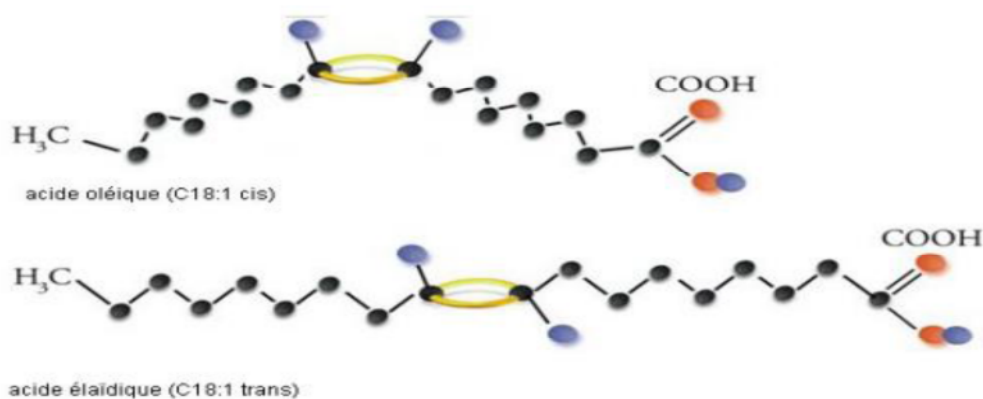


Figure 5 : Structure chimiques de l'isomère *cis* et *trans* de l'acide gras C18:1: En rouge: l'atome d'oxygène; en bleu: atome hydrogène; jaune: double liaison; noir atome de carbone (MAURO, 2003).

Tableau VII : Tableau note quelques acides gras selon leurs degrés d'insaturation et leur nombre de carbones (HENRY, 2003).

Acide gras	Nombre de carbones	Longueur de la chaîne carbonée	Degré de saturation	Aliments
Caproïque	6	Courte	Saturé	Beurre
Caprylique	8	Moyenne	Saturé	Noix de coco
Caprique	10	Moyenne	Saturé	Palmiste, Noix de coco
Laurique	12	Moyenne	Saturé	Noix de coco
Myristique	14	Longue	Saturé	Muscade
Palmitique	16	Longue	Saturé	Huile de palme
Stéarique	18	Longue	Saturé	Graisses animales
Oléique	18	Longue	Mono-insaturé	Huile d'olive
Linoléique	18	Longue	Polyinsaturé	Huile de maïs
Linolénique	18	Longue	Polyinsaturé	Huile de soja

I.3.1.2. Les triglycérides

Les TG sont les constituants les plus abondants des lipides simple et constituant la masse essentielle des CG.



Figure 6 : Représentation de la structure d'un triglycéride (CHEKROUN, 2013).

Ils sont des triesters formés par estérification d'un alcool (le glycérol $\text{C}_3\text{H}_5\text{OH}$) avec 3 acide gras saturés ou insaturés (CHEKROUN, 2013).

Ils peuvent être homogènes lorsque le glycérol est lié à 3 molécules d'un même acide gras et hétérogènes ou mixtes lorsque leurs acides gras sont différents ils se forment selon cette réaction générale :

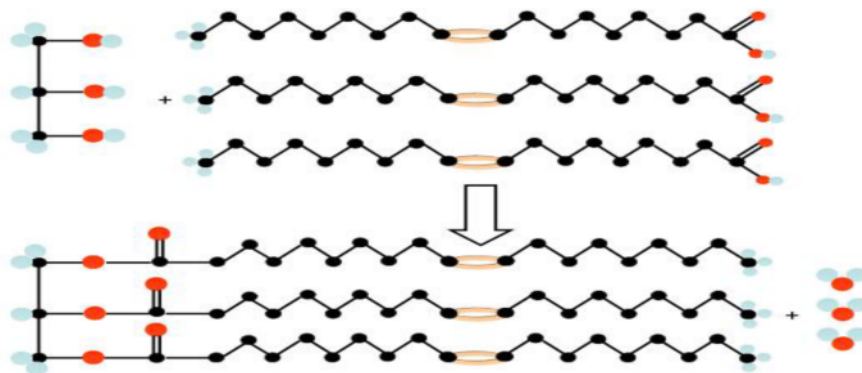


Figure 7 : Formation de triacylglycérides. En rouge: l'atome d'oxygène; en bleu: l'atome hydrogène; en noir: l'acide gras; en orange: la double liaison (MAURO, 2003).

Selon la combinaison et l'assemblage des acides gras sur le glycérol, la glycérade aura une structure différentes et pourra être monoacide (monoacylglycérols MAG), diacide (diacylglycérol DAG) symétrique ou asymétrique.

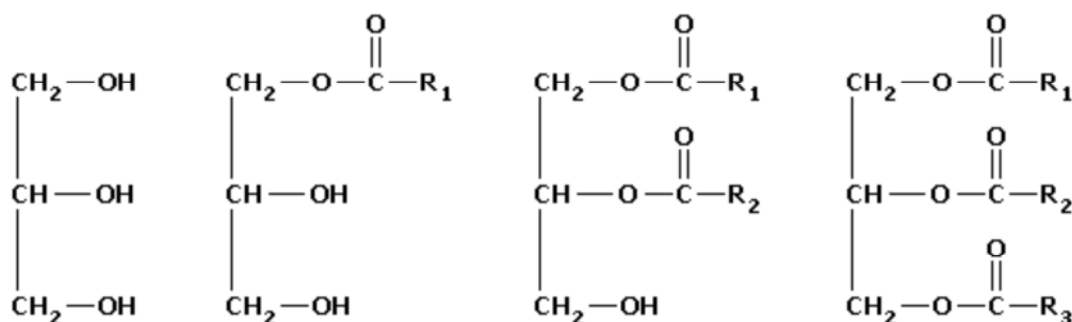


Figure 8 : Représentation des diverses structures de glycérade (*SEGHIER et BENAHMED, 2014*).

I.3.2. Constituants mineurs

Parmi les constituants mineurs, on distingue : les phosphatides, les cérides, les insaponifiables et les produits d'altération (*BRULÉ et al., 2006*).

I.3.2.1. Les phosphatides

Les phospholipides sont des molécules amphiphiles constituées de deux familles de composés, les phosphoglycérides et sphingolipides.

Les phosphoglycérides dérivent de l'acide phosphatidique qui est un diacylglycérol dont la fonction hydroxyle en position 3 est estérifiée par l'acide phosphorique (*BRULÉ et al., 2006*).

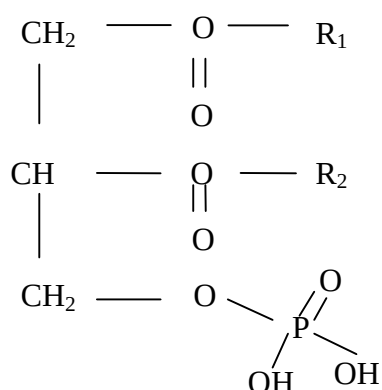


Figure 9 : la formule chimique de l'acide phosphatidique (*SEGHIER et BENAHMED, 2014*).

Les sphingolipides sont constitués d'une molécule de sphingosine (aminoalcool à 18 atomes de carbone possédant une double liaison, deux fonctions hydroxyles en position 1 et 3 et une fonction amine en position 2) sur laquelle sont fixés d'une part un acide gras en position 2 par une liaison amide et d'autre part la phosphorylcholine (sphingophospholipides

ou sphingomyelines) ou des résidus glucidiques (sphingoglycolipides) en position 1 (*BRULÉ et al., 2006*)

Les phospholipides participent à l'élaboration des membranes biologiques. En raison de leur propriété tensioactive, les phospholipides sont utilisés comme émulsifiants dans l'industrie alimentaire (*BRULÉ et al., 2006*)

I.3.2.2. Les cérides

Il s'agit d'esters d'AG et de mono ou dialcools, insoluble dans l'eau en raison de leur masse moléculaire élevée (*POISSON et NARCE, 2003*), on distingue :

- Les cires naturelles : qui sont des esters d'AG et de mono-alcool aliphatique.
- Les stérides ou esters de stérol ou molécule assimilées, méthylstérols et alcools, triterpenique, dont les esters de cholestérol sont les seuls à être très répandus dans les tissus animaux. En revanche, les tissus végétaux sont plus riches en esters de stérols différents y compris le cholestérol (*POISSON et NARCE, 2003*).

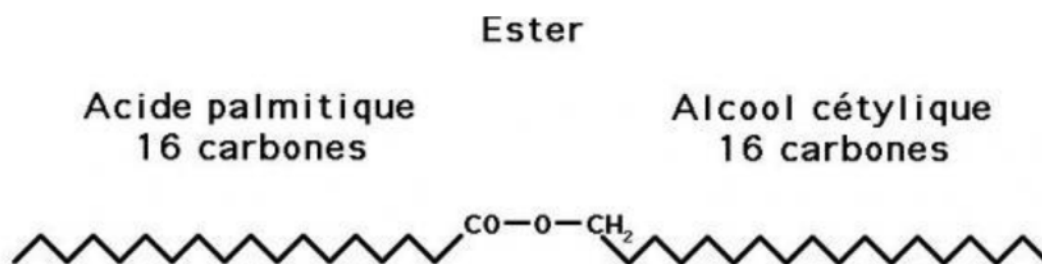


Figure 10 : Représentation d'un céride (*SEGHIER et BENAHMED, 2014*).

Les caroténocérides ce sont des esters AG, d'hydrocarténoïdes ou xanthophylles synthétisés uniquement par les végétaux ; et éventuellement présentent dans les CG animaux du fait de leur alimentation.

I.3.2.3. Insaponifiables

Généralement l'insaponifiable représente moins de 10% de la fraction lipidique. Il est constitué de molécules issues de familles qui peuvent être très différentes. Elles ont comme propriété, être résistant à un traitement alcalin. On peut les classer en suivant leur origine chimique ; dans ce cas on distingue les lipides isopréniques, les lipides icosanoïdes et les hydrocarbures.

- Les lipides isopréniques renferment :
 - * Les hydrocarbures isopréniques provenant de la polymérisation d'unités isoprène.
 - * Les stérols dont le cholestérol et les phytostérols, ainsi que les dérivés des stérols parmi lesquels on retrouve les sels biliaires, la vitamine D, les alcaloïdes ;
 - * Les caroténoïdes avec les carotènes, les xanthophylles, la vitamine A ;
 - * Les quinones à chaîne isopréniques comprenant les vitamines E et K.
- Les lipides icosanoïdes dérivant de l'acide arachidonique comprennent :
 - * Les prostaglandines ;
 - * Les prostacyclines ;
 - * Les thromboxanes ;
- Les hydrocarbures sont naturellement présents dans la plupart des organismes vivants en très faible concentration. Ils peuvent également être formés au cours du traitement des matières grasses ou de leur stockage en relation avec les réactions d'oxydation des lipides (*BRULE et al., 2006*)

I.3.2.3.1. Les composés phénoliques

Les composés phénoliques sont d'une grande diversité. On rencontre des phénols acides mono-di-tri hydroxylés, des phénols neutres (esters, éthers...) mais les plus connus sont le tyrosol (*BRULÉ et al., 2006*).

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

I.3.2.3.2. Les tocophérols

Le terme « tocophérol » recouvre en effet plusieurs composés (α -tocophérol, β -tocophérol, γ -tocophérol et δ tocophérol). Présents dans les huiles végétales alimentaires, ils assurent la protection vis-à-vis de l'oxydation (antioxygènes). L' α -tocophérol est la vitamine E. Parmi les huiles végétales, les huiles riches en acides gras polyinsaturés (maïs, colza,

tournesol, soja) sont celles qui sont susceptibles d'apporter le plus de tocophérols totaux (WOLFF, 1968).

En absence d'oxygène, les vitamines E sont stables à la chaleur, à la lumière, aux alcalins. En présence d'oxygène, elles s'oxydent en quinone (FRENOT et VIERLING, 2001)

I.3.2.3.3. Les caroténoïdes

Les caroténoïdes sont des hydrocarbures fortement insaturés, de couleur jaune à l'orange (ALAIS, 2003). Ils comprennent les carotènes et les xanthophylles. Les principaux carotènes rencontrés dans les huiles végétales sont les β carotènes (ALAIS et LINDEN, 1997).

Ils sont en général facilement assimilables par les organismes. Les caroténoïdes jouent un rôle important dans la nutrition et la santé, car plusieurs sont des provitamines A, et certains présentent aussi des activités anti-cancer et antioxydantes.

La vitamine A se trouve dans le lait, l'œuf et le foie d'animaux, et les carotènes dans légumes et fruits pigmentés (carottes, épinard, persil, abricot, melon). (FRENOT et VIERLING, 2001)

I.3.2.3.4. Les stérols

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

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

Ces composés sont naturellement présents dans les huiles (de 0,1 à 0,5%) et les aliments d'origine végétale.

I.3.2.3.5. La chlorophylle

Ce sont les pigments verts des végétaux, elles jouent un rôle fondamental dans la photosynthèse (TREMOLIERE et al., 1984).

La présence de ces pigments naturels est parmi les facteurs majors affectant la qualité d'une huile (SALVADOR et al., 1998). Ces pigments ont un rôle important à l'égard des

caractéristiques technologiques et stabilité de l'huile due à leur nature antioxydante à l'obscurité et prooxydante en présence de la lumière (BACCOURI *et al.*, 2008).

I.4. Propriétés générales des CG

I.4.1. Propriétés physiques

I.4.1.1. 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.4.1.2. Solubilité

La solubilité des lipides va dépendre de la classe de ces molécules : lipides simples ou complexes. Dans le cas des triacylglycérols on est en présence de molécules insolubles dans l'eau, dans le cas des lipides complexes la solubilité, plus ou moins grande, va dépendre de la balance entre partie hydrophile et partie hydrophobe. La solubilité est une propriété employée pour l'extraction des lipides dans la fabrication des huiles.

Les carboxyles chargés négativement sont au contact de la phase aqueuse, les chaînes hydrocarbonées apolaires sont orientées vers l'intérieur, l'ensemble génère une micelle. Ces micelles ont une charge négative nette et restent en dispersion stable, la configuration énergétique obtenue étant minimale (ANONYME 3, 1992).

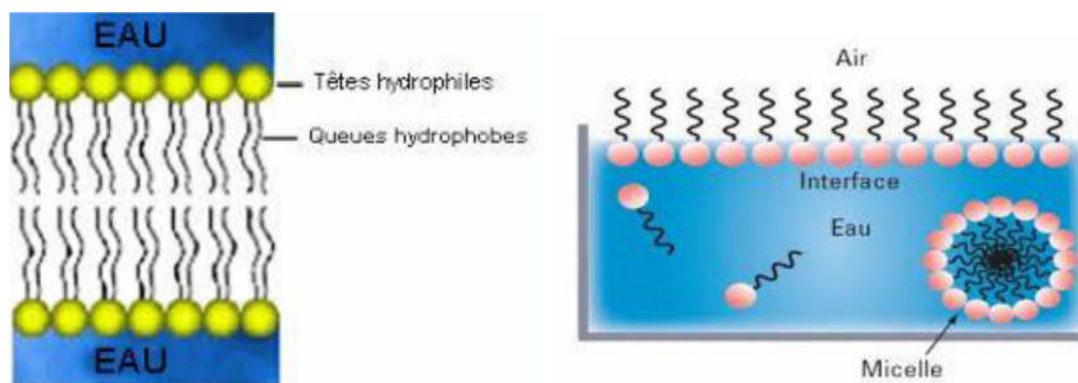


Figure 11: Représentation de comportement des lipides dans l'eau (SEGHIER *et BENAHMED*, 2014).

I.4.1.3. Points de fusion

Le point de fusion des lipides va se confondre généralement avec celui de ou des acides gras constituant le lipide. Pour une forme donnée, la température de fusion (de l'acide gras) s'élève avec la longueur de la chaîne carbonée (ANONYME 4, 2009).

Le positionnement de la ou des doubles liaisons influence le point de fusion et ceci d'autant plus grandement que la double liaison se trouve au milieu de la chaîne ou proche de cette position. Les acides gras à nombre impair d'atomes de carbone présentent des températures de fusion inférieures aux acides gras à nombre pair d'atomes de carbone.

Tableau VIII : L'influence de longueur de la chaîne de carbone, degré d'insaturation et configuration spatiale *cis-trans* sur T_f (ANONYME 4, 2009).

Acide Gras	Formule simplifiée	T_f (C°)
Acide palmitique	C16 :0	63,1
Acide stéarique	C18 :0	69,6
Acide arachidonique	C20 :0	76,5
Acide vaccénique	C18 :1, t	44
Acide oléique	C18 :1	13,4
Acide linoléique	C18 :2	-5
Acide linolénique	C18 :3	-11

I.4.2. Propriétés chimiques

I.4.2.1. Propriétés liées au groupement carboxylique

I.4.2.1.1. Réaction d'estérification

L'estérification est une réaction d'un acide gras et d'un alcool. Le produit de la réaction est ester ; La réaction inverse est l'hydrolyse.

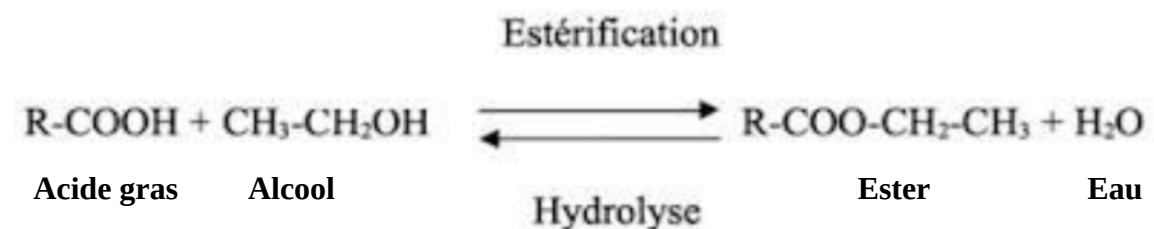


Figure 12: Réaction d'estérification (MASSON, 2002).

Dans les industries agroalimentaires (IAA), la réaction d'estérification est utilisée pour déterminer la composition en acides gras des huiles végétales et des graisses animales.

La réaction inverse de l'estérification est utilisée pour la production d'alcools à partir de matières grasses (ANONYME 5, 2010).

I.4.2.1.2. Réaction de saponification

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

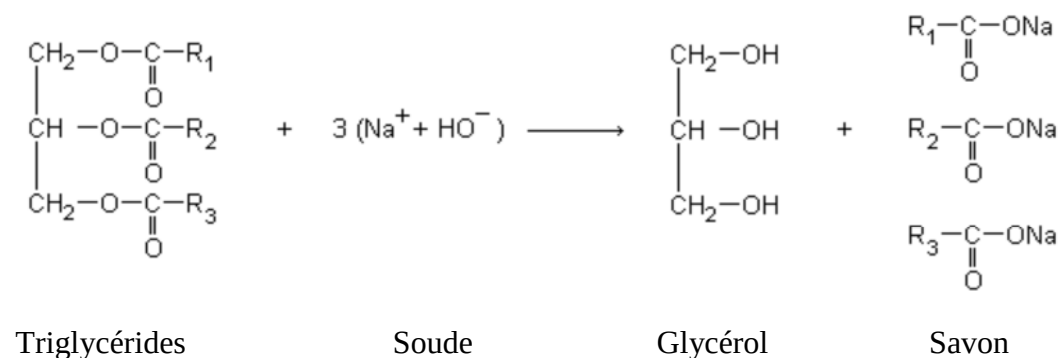
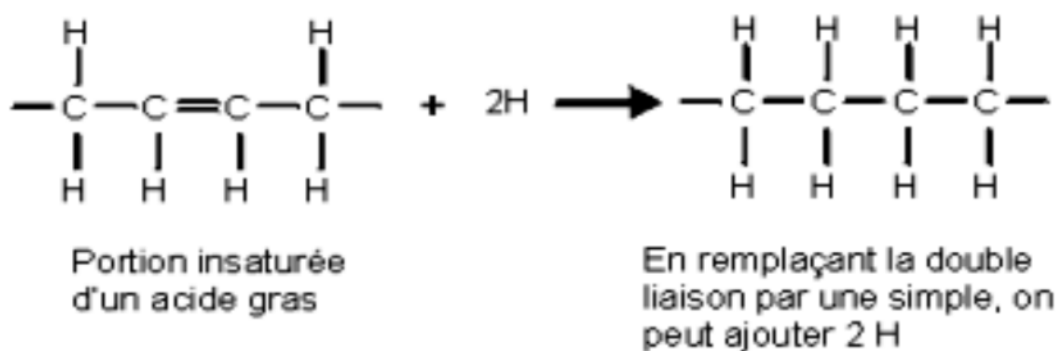


Figure 13: Réaction de saponification (SEGHIER et BENAHMED, 2014).**I.4.2.2. Propriétés liées à la chaîne hydrocarbonée****I.4.2.2.1. Réaction d'hydrogénation**

L'hydrogénation des acides gras insaturés se fait en employant l'hydrogène (H_2) sous une haute pression (de 100 à 200 bar) et température (de 200 à 400 °C) et en présence de catalyseurs, comme le platine (Pt), le zinc (Zn), etc. Dans ces conditions réactionnelles, les acides gras insaturés fixent l'hydrogène pour donner des acides gras saturés ; donc l'hydrogénation permet la diminution de l'insaturation des CG. Elle peut être partielle ou totale ; (VIERLING, 2003).

**Figure 14:** Hydrogénation d'un acide gras insaturé (SEGHIER et BENAHMED, 2014).**I.4.2.2.2. Réaction des acides gras avec les halogènes**

Les acides gras insaturés fixent les halogènes par une réaction d'addition. Cette réaction est surtout exploitée avec l'iode et le brome pour évaluer le degré d'insaturation des acides gras. Plus il y'a des insaturations sur l'acide gras, plus il serait sensible à l' O_2 (MASSON, 2002). La quantité d'iode (en gramme) nécessaire pour fixer 100g d'un AG est appelée « Indice d'iode ».

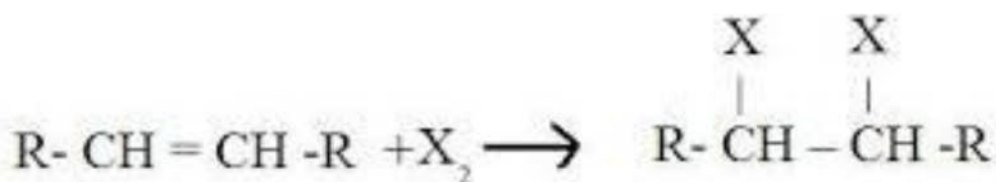


Figure 15: Halogénéation d'un acide gras insaturé (SEGHIER et BENAHMED, 2014).

I.4.2.2.3. Réaction d'oxydation des lipides

Les principaux facteurs déterminant la durée de vie des lipides sont les réactions d'oxydation qui peuvent être classées, selon leur mécanisme, auto-oxydation, photo-oxydation, et oxydation enzymatique. Les substrats des réactions d'oxydation sont principalement les acides gras insaturés. Les acides gras saturés ne s'oxydent qu'à une température supérieure à 60°C, tandis que les acides polyinsaturés s'oxydent même lors de l'entreposage des aliments à l'état congelé. Le principal problème posé par ces réactions réside dans la formation de composés volatils d'odeur désagréable et la formation des peroxydes qui sont des molécules cancérigènes.

I.5. Rôle des CG

Les lipides ont longtemps été considérés comme facteur de lipogenèse de fait de leur haute densité énergétique et de leur efficacité métabolique (POSSON et NARCE, 2003). Et comme facteur de risque pour le développement de certaines maladies telles que l'obésité, maladies cardiovasculaires...etc.

I.5.1. Rôle biologique et nutritionnel

Les lipides ont de multiples fonctions dans le système biologique :

* Tout d'abord les lipides sont stockés dans les cellules graisseuses (adipocytes) où ils forment une réserve d'énergie.

* Les lipides servent aussi à transporter des vitamines liposolubles (A, D, K), qui se trouvent principalement dans le beurre, le foie de poissons et leurs huiles ; et transportent aussi des antioxydants qui sont les différents tocophérols, dont les principales sources sont les huiles végétales. Les lipides jouent un rôle essentiel dans plusieurs fonctions vitales (reproduction, coagulation, vision,...etc.).

* Les lipides entrent dans la composition des membranes cellulaires (les membranes qui entourent les cellules) (*PRIOR, 2003*).

I.5.2. Rôle organoleptique et sensoriel

Les lipides ont une forte influence sur les propriétés sensorielles des aliments, leur interaction avec les autres constituants durant les procédés d'élaboration industrielle.

Les CG sont des facteurs de colorants et d'arômes liposolubles, ils contribuent ainsi à un aspect attrayant, brillant et la perception des saveurs. En terme de texture, ils sont associés aux sensations de tendreté, de moelleux d'onctuosité et de feuilleté (*PRIOR, 2003*).

I.5.3. Rôle technologique

Les CG sont des agents de transfert de chaleur utilisée en restauration rapide (friture) ; ils jouent aussi un rôle comme aide technologique, par exemple pour empêcher le collage des aliments, facilitent le démoulage des produits de boulangerie. La matière grasse joue un rôle de barrière à l'humidité, à l'air et à la perte d'arôme et aux attaques microbiennes (*PRIOR, 2003*).

I.6. Les principales sources des lipides

Les principales sources des lipides sont :

- * Les huiles végétales (arachide, olive, tournesol, maïs...) qui contiennent des AGS et des AGI à chaîne moyenne ou longue.
- * Les graisses végétales (palme, palmiste, coco, karité) qui contiennent surtout des AGS à chaîne courte ou moyenne.
- * Les graisses animales qui sont soit apparentes ou visibles (beurre, saindoux, suif), soit cachées ou invisibles (car faisant partie intégrante de la viande) (*RENET, 1979*).

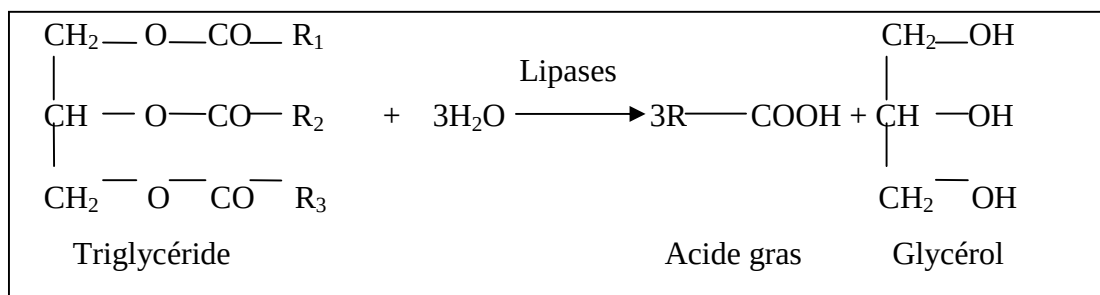
I.7. Altération des CG

L'hydrolyse, l'oxydation et l'altération thermiques sont les principales voies d'altération des lipides au cours de la production, du stockage et de la transformation des huiles. Ces modifications affectent la durée de vie, la qualité organoleptique, nutritionnelle et la sécurité alimentaire de ces dernières.

I.7.1. Hydrolyse ou acidification des CG

L'acidification est le résultat d'une hydrolyse partielle ou totale des TG qui donne des AG libres. Elle entraîne la diminution du pH des CG. Elle peut se dérouler en 3 étapes donnant successivement un di-glycéride, une mono-glycéride et glycérol ; les AG libres formés peuvent ensuite servir de réactifs pour les réactions d'oxydation (*BRULÉ et al., 2006*).

La réaction générale est la suivante :



I.7.2. Oxydation

L'oxydation des lipides a été reconnue comme un problème majeur affectant les huiles comestibles, ceci en influençant négativement sur leurs propriétés chimiques, nutritionnelles et sensorielles. Les substrats de ces réactions sont principalement les AG insaturés.

Ce phénomène chimique se traduit par une perte de la valeur nutritionnelle et par la détérioration des qualités sensorielles, c'est le rancissement. Différents composants lipides peuvent avoir une incidence sur l'oxydation des lipides réagissent avec des composants alimentaires variés (*FRANKEL, 1998*).

I.7.3. L'altération thermique

Le chauffage des lipides à des températures supérieures à 100°C ou 150°C conduit à la formation de polymères, de composés cycliques ou isomérisés.

I.8. Conséquences des réactions d'altération des CG

Les conséquences des modifications chimiques liées aux altérations oxydatives, l'hydrolyse et l'altération thermiques sur les propriétés et caractéristiques physiques des CG sont :

- * L'altération des propriétés organoleptiques et la qualité nutritionnelle.

- * L'apparition de mauvais goûts dans certains boissons.
- * L'apparition de molécules dont certains ne sont pas dénuées de toxicité.
- * La détérioration de certaines vitamines
- * L'épaississement des huiles.



Chapitre II : les huiles végétales

II. Les huiles végétales

II.1. Historique

L'huile est une matière grasse, onctueuse et épaisse, souvent liquide à température ambiante. Une huile végétale renferme en général plus de 99 % de lipides, ni glucides, ni protides et très peu ou pas de cholestérol. Quelques vitamines et antioxydants liposolubles complètent le pourcentage restant (1%).

Elles sont indispensables pour les papilles mais également pour la santé car elles apportent les acides gras nécessaires au bon fonctionnement de l'organisme. De plus que leur goût et leur prix, les huiles végétales diffèrent par leur composition, d'où l'importance de bien choisir ses produits, surtout pour un usage quotidien.

II.2. Définition de quelques huiles de consommation humaine

II.2.1. Les huiles végétales comestibles

Sont des denrées alimentaires qui se composent essentiellement de glycérides d'acides gras exclusivement d'origine végétale. Selon le (*CODEX ALIMENTARIUS*), elles peuvent contenir en faible quantité d'autres lipides comme les phosphatides, des constituants insaponifiables et les acides gras libres naturellement présents dans la graisse ou l'huile.

II.2.2. Les huiles vierges

Sont obtenues exclusivement au moyen des procédés mécaniques, notamment des traitements thermiques. Elles peuvent avoir été purifiées uniquement par lavage à l'eau, décantation, filtrage et centrifugation (*CODEX ALIMENTARIUS, 1993*).

II.2.3. Les huiles pressées à froid

Sont obtenues, sans modification de l'huile, exclusivement par des procédés mécaniques, sans utilisation de procédés thermiques. Elles peuvent avoir été purifiées uniquement par lavage à l'eau, décantation, filtrage et centrifugation.

II.3. Les huiles alimentaires

L'huile alimentaire est une matière grasse insoluble dans l'eau, soluble dans les solvants organiques tels que l'éther, le benzène...

Les huiles et les graisses alimentaires sont préparées à partir de graines ou de fruits oléagineux, germes ou pépins de production végétale. On différencie généralement les huiles des graisses par leur point de fusion. Les huiles sont des corps gras liquides à la température de 15°C alors que les graisses sont plus ou moins solides à cette température (UZZAN A., 1984).

Les huiles alimentaires sont les huiles végétales utilisées en cuisine comme huiles de cuisson ou pour des fritures. Pour chaque huile, il existe une température critique (ou point de fumage) au-dessus de laquelle il ne faut pas la chauffer. Quand l'huile atteint la température critique, ses composants se dégradent, forment des composés toxiques et l'huile fume. C'est pour cela que certaines huiles comme l'huile de noix dont la température critique est faible sont déconseillées pour la cuisson (ANONYME 5, 2010).

II.4. Les différentes huiles commercialisées en Algérie et leur composition

Il existe sur le marché Algérien différentes marques d'huiles végétales alimentaires, quelques soit pures ou mélangées, celles-ci sont utilisées pour l'assaisonnement, la cuisson ou la friture.



Figure 16 : Différentes huiles commercialisées en Algérie (ANONYME 5, 2010)

Tableau IX: Les différentes compositions des huiles alimentaires raffinées fabriquées en Algérie (Anonyme 5, 2010)

Marque	Nature de l'huile
Huile ELIO	80% Soja, 20% Tournesol
Huile FLEURIAL	100% Tournesol
Huile AFIA	95% Soja, 5% maïs
Huile HUILOR	100% Soja
Huile BONAL	100% Soja

II.5. L'huile « Afia »

L'huile « Afia » est le fruit d'une expertise de plus de 30 ans dans le domaine du raffinage et de production des huiles alimentaires. C'est la seule huile en Algérie qui contient du maïs dans sa formule. L'huile « Afia », pure, digeste et 100% végétale est composée d'huiles de germe de maïs et de soja, riche en vitamine E, garantissant ainsi les apports nutritionnels essentiels. Dont le raffinage et le conditionnement de l'huile de table et l'instauration de qualités conformes à la norme ISO 9001 (2008) (ALFRED, 2002).



Figure 17: Image représentant l'huile « Afia ».

II.5.1. Huile de germe de maïs

II.5.1.1. Définition

L'huile de maïs, de la famille des graminées, originaire d'Amérique, est de couleur ambrée et de saveur douce. Elle ne devrait pas s'appeler l'huile de maïs mais l'huile de germe de maïs. C'est le germe du grain de maïs, riche en lipides, qui fournit en fait l'huile. Mais comme il se trouve bien caché à l'intérieur du grain, c'est celui-ci entier qui est traité. Le germe de maïs utilisé pour la fabrication de l'huile représente environ de 6% du poids de la graine entière. Les germes contiennent 45 à 50% d'huile. Cette huile est particulièrement recommandée pour les assaisonnements. Elle peut être utilisée à chaud, mais elle est déconseillée en friture (ALFRED, 2002).

II.5.1.2. Origine

Le maïs est une plante herbacée annuelle de hauteur variable de 40 cm pouvant atteindre 5 m, et constituée d'une tige unique de gros diamètre, constituée d'un empilement de nœuds et d'entrenœuds. Au niveau de chaque nœud sont insérés une feuille et un bourgeon axillaire (ESCALANTE-TEN et MAÏGA, 2012).

De nombreuses variétés existent selon les différentes caractéristiques, maiscelles couramment cultivées ont une taille variable d'1 à 3 m (ESCALANTE-TEN et MAÏGA, 2012).



Figure 18 : Aspect général de la plante et le fruit de maïs (ESCALANTE-TEN et MAÏGA, 2012).

Chaque grain de maïs est composé d'un germe (embryon + cotylédon), d'un albumen et d'un péricarpe qui est une enveloppe extérieure dure qui empêche l'entrée de champignons et de bactéries. Le germe est composé de 5 éléments: Amidon 66%, Fibre 19%, Germe de maïs 6%, Protéine 5% et Grain de maïs broyé 4% (PICARD, 1991).

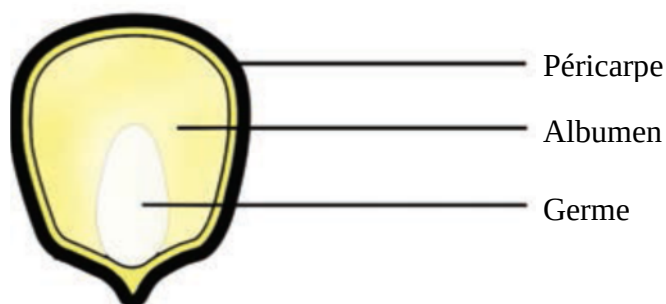


Figure 19 : Composition de la graine de maïs (PICARD, 1991).

II.5.1.3. Composition de l'huile de germe de maïs

L'huile de germe de maïs est assez bien équilibrée en acides gras mono et polyinsaturés. Elle ne prend pas de mauvais goût quand on la chauffe car elle renferme moins de 2 % d'acide alpha-linolénique. L'huile de germe de maïs supporte une chaleur jusqu'à 170 - 180°C mais elle ne convient pas pour les fritures qui exigent une température plus élevée.

Tableau X: Composition en acides gras l'huile de germe de maïs (ALFRED, 2002).

Types d'acides gras	Pourcentage %
Acide linoléique (C18: 2)	53.51
Acide oléique (C18: 1)	27.33
Acide palmitique (C16: 0)	10.57
Acide stéarique (C18: 0)	1.84
Acide linolénique (C 18: 3)	1.16
Acide arachidique (C20: 0)	0,50

I1.5.1.4. Propriétés

L'huile de germe de maïs, protectrice du système nerveux, elle est très riche en graisses polyinsaturées et contient des acides gras qui permettent de lutter contre le cholestérol (Anticholestérol), antidermatoses, anti-oxydante. Sa valeur énergétique est de 899.10 calories au 100 grammes soit 99.90 g de lipides (ALFRED, 2002)

II.5.2. Huile de soja

II.5.2.1. Définition

L'huile de soja est une huile alimentaire, c'est la plus consommée à travers le monde. Elle provient de l'extraction de la fève de soja.

L'huile de soja est fluide et d'une couleur jaune plus ou 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 acides gras polyinsaturés et notamment en acide gras essentiel alpha-linolénique. Elle est recommandée pour les assaisonnements (HUBERT, 2006).

II.5.2.2. Origine

Le soja (*Glycina max*) est une plante annuelle de la grande famille des légumineuses. Il peut atteindre une hauteur de 1,5 m. La gousse est droite ou légèrement courbée, d'une longueur de deux à sept centimètres. Les fleurs, en forme de papillon de couleur mauve, sont discrètes car elles sont petites et insérées très près de la tige (ANONYME 6, 1996). Le soja est une plante exigeante en chaleur et en eau (HUBERT, 2006).



Figure 20 : Aspect général de la plante de soja et le fruit qui est une gousse qui contient les graines (ESCALANTE-TEN et MAÏGA, 2012).

Le grain de soja se compose de quatre éléments : graine entière, enveloppe et le germe (HUBERT, 2006). Elles sont constituées principalement de globuline (90 % des protéines et 36% du poids de la graine), des glucides non structuraux (environ 10 % du poids de la graine), avec principalement des sucres solubles (sucrose) et peu d'amidon (moins de 3 % du poids des graines) (POUZET, 1992).



Figure 21 : Aspect général de la graine de soja (JACQUES, 2010).

Le soja est une légumineuse dont les graines sont riches en protéines. Elles contiennent en moyenne : 30 à 40% de protéines, 20% de lipides, 35% de glucides dont 20% de fibres, 5% de minéraux et vitamines (JACQUES, 2010).

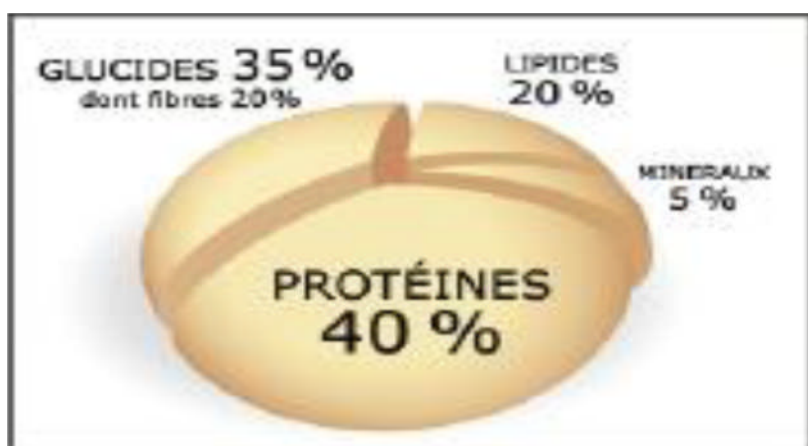


Figure 22 : Composition de la graine de soja (JACQUES, 2010).

II.5.2.3. Composition de l'huile de soja

La principale différence de l'huile de soja par rapport aux autres huiles végétales, c'est qu'elle se situe au niveau de la forme d'insaturation et de la présence d'acide linoléique

(C18:3) en quantité appréciable. Cet acide gras étant très sensible à l'oxydation, il conviendrait d'éviter au maximum le contact de l'huile avec l'oxygène de l'air (PLATON, 1988).

Tableau XI : Composition en acide gras de l'huile de soja (PLATON, 1988).

Types d'acides gras	Pourcentage %
Acide palmitique (C16: 0)	11,5
Acide stéarique (C18: 0)	4,0
Acide oléique (C18: 1)	25,0
Acide linoléique (C18: 2)	51,5
Acide linolénique (C 18: 3)	7,5
Acide arachidique (C20: 0)	0,5

II.5.2.4. Propriétés

L'huile de soja est une huile riche en acides gras polyinsaturés. Sa bonne digestibilité en fait une bonne remplaçante de l'huile d'olive pour ceux qui ne peuvent la tolérer (COSSUT *et al.*, 2002). L'huile de soja supporte une chaleur jusqu'à 177 - 200°C.

II.6. Utilisation des huiles alimentaires

Les huiles sont utilisées pour l'assaisonnement et dans les fritures.

II.6.1. Assaisonnement

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



Les huiles utilisées pour l'assaisonnement sont des huiles dont la teneur en acide α -linolénique est supérieure à 2%. (APFELBAUM *et al.*, 2009).

II.6.2. Friture

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

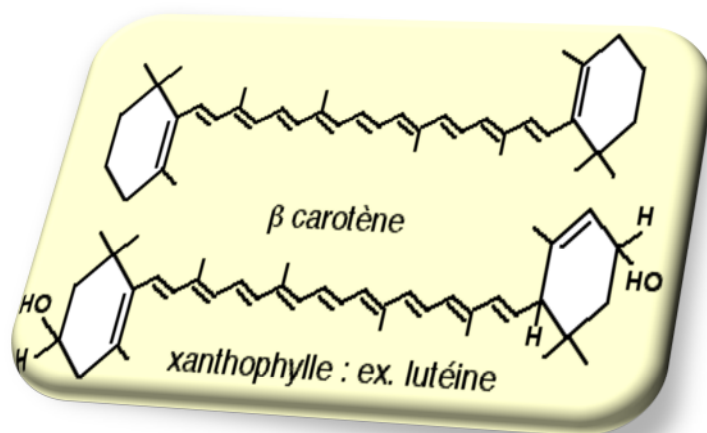


II.7. Effet du procédé du raffinage sur la qualité et la stabilité de l'huile

Les procédés industriels permettent d'extraire quasiment toute l'huile, mais les différentes opérations d'extraction au solvant suivi du raffinage, altèrent la composition de l'huile en diminuant les composés bénéfiques, tels que les antioxydants, la vitamine E et en faisant apparaître des acides gras *trans*, très néfastes pour la santé (CASTER et COMBE, 2010 ; GLADINE et al., 2010).

Ainsi, la qualité et la stabilité d'une huile dépend d'une part de ces caractéristiques chimiques telles que sa composition en acides gras et de sa teneur en antioxydants (tocophérols, flavonoïdes,...). D'autre part, la stabilité de l'huile est influencée par les différents procédés d'extraction et de raffinage et les conditions de stockage en présence de lumière et d'oxygène (DOBARGANES et VELASCO, 2002; VERLEYEN, 2002).

Chapitre III : les antioxydants



III. les antioxydants

L'oxydation fait partie d'une réaction d'oxydo-réduction qui transfère des électrons d'une substance vers un agent oxydant. Cette réaction peut produire des radicaux libres. La protection contre les effets délétères induits par ces radicaux oxygénés s'effectue à l'aide de 3 types d'agents différents : les protéines non enzymatiques, les enzymes et enfin les antioxydants tels que les caroténoïdes, les tocophérols (vitamine E), l'acide ascorbique (vitamine C) et les polyphénols qui sont des antioxydants essentiels pour l'homme.

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

III.1. Définition

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

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

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

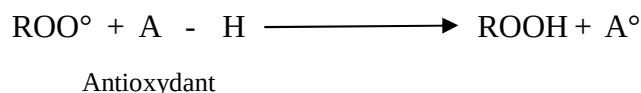
III.2. Mécanisme d'action

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

L'activité des antioxydants dépend des aliments dans lesquels ils sont ajoutés, de la concentration utilisée, de la quantité d'oxygène présent et de la présence de catalyseur d'oxydation (ions métalliques), ainsi que de la présence de molécules synergiques (*MECLEMENTS ET DECKER, 2007*). Leur activité dans les huiles dépend également de leur stabilité thermique et de leur volatilité. Il existe deux sortes d'antioxydants, soit les primaires et les secondaires. Chaque type possède un mode d'action différent.

II.2.1. Antioxydants primaires (Les antioxydants de type I)

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



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

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

II.2.2. Antioxydants secondaires (Les antioxydants de type II)

Les antioxydants secondaires sont considérés comme des antioxydants préventifs pouvant agir en éliminant, ou du moins en diminuant la concentration d'oxygène présent dans l'huile.

La classification de ces antioxydants se présente comme suit :

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

III.3. Utilisation des antioxydants

Les antioxydants sont des composés puissants qui peuvent neutraliser les radicaux libres impliqués dans la dégradation cellulaire, et nous aident ainsi à garder une vie active et saine. Quelques antioxydants sont fabriqués par le corps humain, d'autres telles les vitamines et polyphénols, doivent être apportés par notre alimentation.

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

III.4. Classification des antioxydants

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

III.4.1. Les antioxydants synthétiques

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

Le *tableau XII* montre quelques limites d'utilisation des antioxydants de synthèse.

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

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

III.4.2. Les Substances synergiques

Ce sont des molécules qui améliorent l'action de certains antioxydants. Parmi eux se trouvent : acide lactique, tartrique et quelques sels tels que le sodium. Leurs propriétés peuvent s'expliquer par un effet chélatant de métaux comme le fer ou le cuivre, dont on connaît bien l'effet pro-oxydant à faible dose.

III.4.3. Antioxydant d'origine végétale

Les plantes constituent des sources très importantes d'antioxydants. Les antioxydants naturels dont l'efficacité est la plus reconnue aussi bien dans l'industrie agroalimentaire que pour la santé humaine sont : les tocophérols, les caroténoïdes, les flavonoïdes et les polyphénols.

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

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

III.4.3.1. La vitamines E

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

III.4.3.2. Les caroténoïdes

Sont avec la chlorophylle les pigments les plus répandus dans la nature. À ce jour, plus de 600 caroténoïdes ont été identifiés, mais seule une quarantaine est retrouvée régulièrement dans l'alimentation humaine. En effet six caroténoïdes sont connus : l' α -carotène, le β -carotène, le lycopène, la lutéine, la β -cryptoxanthine, et la zéaxanthine (BEN TEKAYA et HASSOUNA, 2007).

III.4.3.3. Les composés phénoliques

Les composés phénoliques sont constitués de trois grandes catégories : les acides phénoliques, les flavonoïdes, les *tanins* (BALK *et al.*, 2010). Ils ne se rencontrent pas dans la nature à l'état libre mais sous forme d'esters ou plus généralement sous forme d'hétérosides (GAYON, 1968).

* Acides phénols : l'acide gallique, un triphénol, existe dans les plantes alimentaires sous forme hydrosoluble, il est thermosensible à haute température, et présent dans de nombreux fruits et légumes sous forme libre (PAGANGA *et al.*, 1999) qui existe dans l'huile, protège efficacement contre la thermo-oxydation des lipides (FUJIMOTO, 1994).

* Les flavonoïdes : on les trouve dans de nombreux fruits, légumes, feuilles et fleurs ; ce sont les plus actifs parmi les antioxydants végétaux alimentaires (KUEHNAU, 1976).

III.5. Les propriétés des principaux antioxydants

Le *tableau XIV* montre quelques propriétés des principaux antioxydants

Tableau XIV : les propriétés des principaux antioxydants (MULTON, 2002) ;

Nature	Solubilité	Stabilité à la chaleur	Remarque
Tocophérol	Liposoluble	Stable	Présent naturellement dans les huiles végétales, vitamines E synergie avec l'acide ascorbique
Acides ascorbique	Hydrosoluble	Peu stable	
Acide érythorbique	Hydrosoluble	Peu stable	
Palmitate d'ascorbyle	Peu liposolubles	Peu stable	
BHA	Très liposolubles	Très stable	Action de transfert, synergie avec BHT et gallate
BHT	Liposoluble	Stable	Synergie avec BHA formation de colorations jaunes en présence de fer
Gallate	Moyennement liposolubles	thermosensible	Formation de colorations bleues avec le fer en présence d'eau
TBHO	Très liposolubles	Très stable	Peu volatile, sensible au PH

Chapitre IV :

Altérations des huiles



IV. Altérations des huiles

Lorsqu'elles sont extraites de leur environnement protecteur naturel, toutes les huiles végétales subissent au cours de leur conservation ou de leurs utilisations différentes altérations. Celles-ci se traduisent par une perte de la valeur nutritionnelle et par la détérioration de leur qualité sensorielle.

IV.1. Altération biologique

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

IV.2. Altération chimique

IV.2.1. Hydrolyse

Les lipides en tant qu'esters d'AG et de glycérol peuvent être hydrolysés en AGL, diacylglycérol et monoacylglycérol par fixation d'une, deux ou trois molécules d'eau (*PRIOR, 2003*). On distingue d'une part l'hydrolyse enzymatique par des lipases se produisant uniquement dans les huiles brutes puisque le raffinage élimine toutes les enzymes ; et l'hydrolyse spontanée se déroulant lors du stockage et des traitements thermiques des CG d'autre part (*PERRIN, 1992*). Durant les fritures, l'eau apportée par l'aliment frit peut catalyser la réaction d'hydrolyse. L'évaporation de l'eau entraîne avec elle des produits volatils (*PERRIN, 1992 ; BHATTACHARYA et al., 2008*).

IV.2.2. Isomérisation

À des températures élevées (au dessus de 200°C), les doubles liaisons des AGPI sont susceptibles de subir des réactions d'isomérisation en formant le plus souvent des systèmes conjugués. Cette réaction intervient généralement au cours de désodorisation des huiles végétales (*POKORNY, 2003*).

IV.2.3. Polymérisation et cyclisation

La polymérisation des huiles riches en AGPI peut se produire lors de chauffage au dessus de 200-230°C (*TRIMOLIERE et al., 1984*). Dans les huiles de friture, deux types de polymères se forment : des polymères oxydatifs résultant de la combinaison des radicaux

libres formés par l'auto-oxydation et des polymères thermiques qui sont des longues molécules issues des interactions entre les composés formés au cours de décomposition de l'huile à une T° élevée (PRIOR, 2003).

IV.2.4. Altération Oxydative

Elle représente la principale altération des huiles insaturées, aboutissant à leur rancissement oxydatif. D'après (EYMARD, 2003), l'oxydation peut résulter de plusieurs voies réactionnelles en fonction du milieu et des agents initiateurs : l'auto-oxydation catalysée par la température, les ions métalliques, etc. ; la photo-oxydation, initiée par la lumière en présence de photo-sensibilisateurs et l'oxydation enzymatique initiée par la lipoxygénase.

Cette réaction conduit à une perte de vitamines, une diminution de la valeur nutritionnelle (AGE), une détérioration du goût (composés volatils à flaveur caractéristique, rancissement) et même parfois à l'apparition de substances toxiques (aldéhydes, hydrocarbures, cétones, etc.) (POKORNY, 2003).

En fonction des agents initiateurs, on classe l'oxydation des lipides en trois types :

IV.2.4.1. auto-oxydation

Parmi les différents types d'altérations des lipides, l'auto-oxydation est le phénomène le plus répandu (PRIOR, 2003).

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

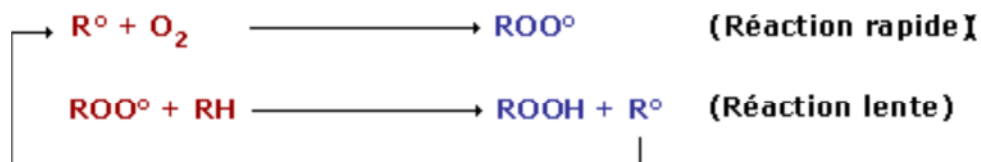
* **Initiation** : elle consiste en la formation d'un radical libre par arrachement d'un atome d'hydrogène d'une chaîne d'AG généralement non saturés, selon la réaction suivante :



L'oxydation des lipides est d'abord très lente du fait de la faible vitesse d'initiation, cette vitesse accélérée avec l'insaturation des lipides, le chauffage, la lumière, des radiations ionisantes, et certaines enzymes (lipoxygénase) (BRULÉ et al., 2006).

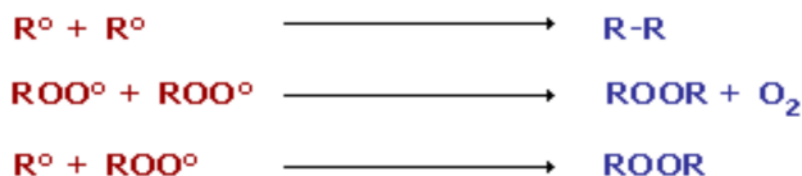
* La propagation

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° (JUDDE, 2004).



* La terminaison

Lorsque la concentration en radicaux libres devient suffisamment importante, ces derniers peuvent se combiner pour terminer la réaction d'auto-oxydation. Les radicaux libres s'associent pour donner des composés non radicalaires très divers (JUDDE, 2004).



Dans les huiles chauffées à haute T° , ces réactions interviennent rapidement car les hydroperoxydes se décomposent spontanément à partir de $160^\circ C$ et augmentent la concentration en radicaux libres (BRULÉ, 2006).

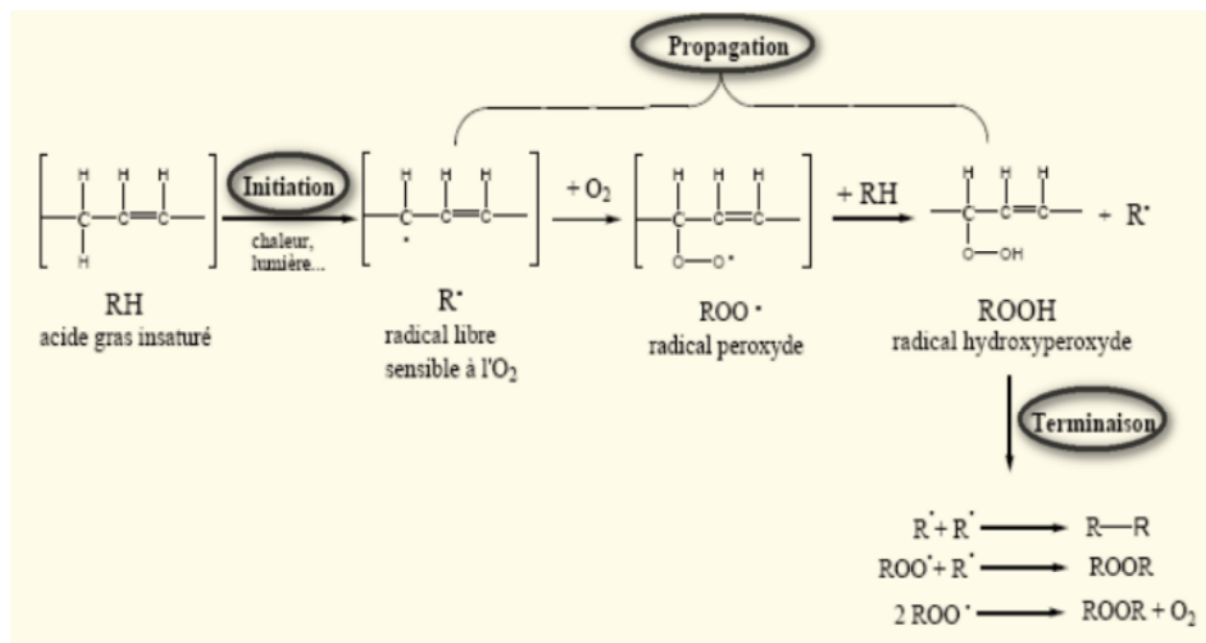


Figure 23 : Oxydation d'un acide gras insaturé (JUDDE, 2004).

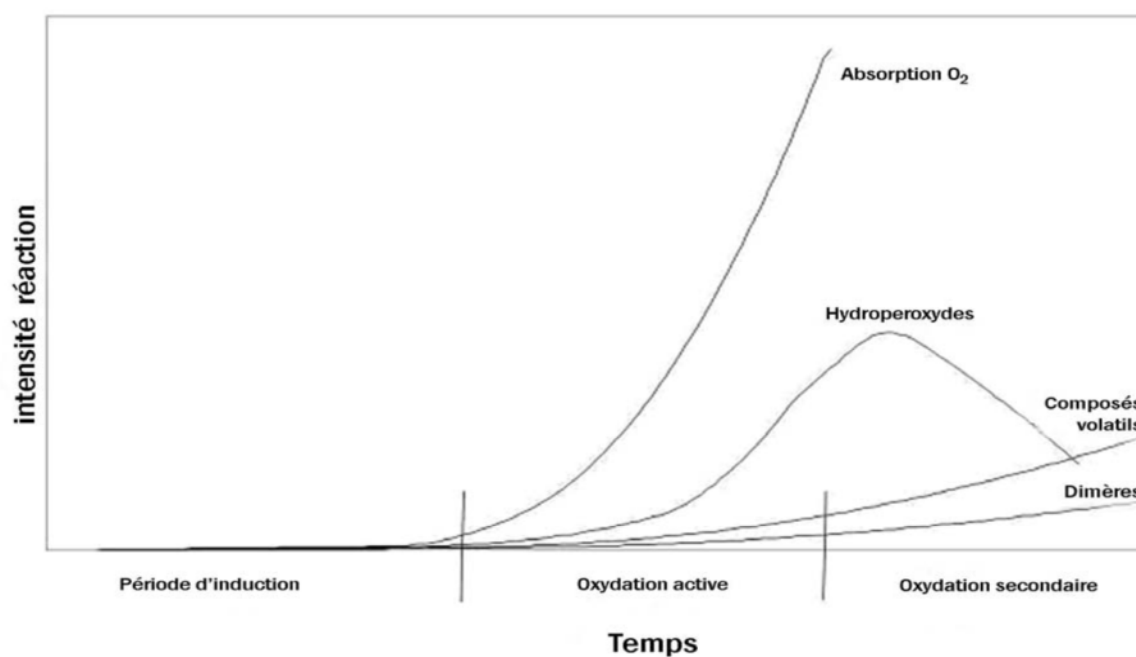


Figure 24: Les différents produits formés au cours de l'oxydation (LABUZA ET DUGAN, 1971).

IV.2.4.2. La photo-oxydation

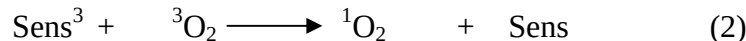
La photo-oxydation est une voie importante de production d'hydroperoxydes en présence d'oxygène, d'énergie lumineuse et de photosensibilisateurs tels que les hémoprotéines, la chlorophylle et les riboflavines (*HULTIN, 1992*).

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

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



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



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



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

IV.2.4.3. Oxydation enzymatique

Le phénomène d'oxydation des acides gras insaturés peut être d'origine enzymatique, c'est une réaction radicalaire en chaîne qui se déroule de façon similaire à l'auto-oxydation. Elle peut être ralentie par des antioxydants phénoliques qui interrompent les réactions des radicaux libres (*GRAILLE, 2003*). Les deux enzymes principalement impliquées sont la lipoxygénase et la cyclooxygénase.

La lipoxygénase catalyse l'insertion d'une molécule d'oxygène sur un acide gras insaturé. Son activité est donc souvent couplée avec celle des lipases et des phospholipases.

Les lipoxygénases sont actives à des températures basses par-exemple, pendant le stockage en congélation et peuvent limiter sérieusement la durée de conservation des produits surgelés. À (-40) °C (GRAILLE, 2003).

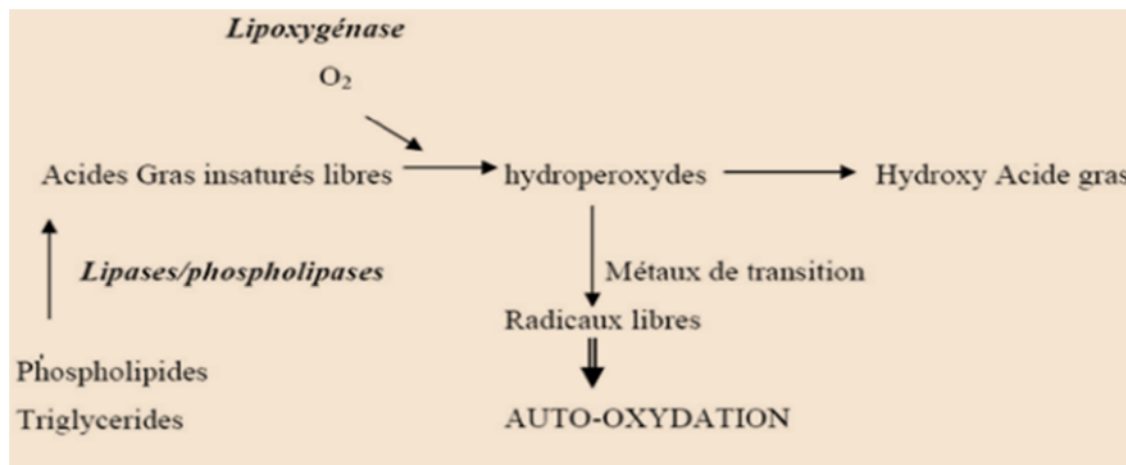


Figure 25: Mécanisme d'initiation de la peroxydation des lipides par l'activité lipoxygénasique (GERMAN et KINSELLA, 1985)

IV.3. Altération thermo-oxydative

L'emploi des CG pour frire, cuire ou rôtir certains aliments s'accompagne inéluctablement d'attaque thermo-oxydatives. Qu'elle provoque des altérations importantes des chaînes insaturées. Les produits formés sont multiples : il y'a d'une part, l'apparition des produits légers volatils responsables de l'odeur de friture, et la formation de produits plus lourds restant dans les bains d'huile d'autre part (NAUDET, 1977).

À température élevée, lors de friture plate ou profonde, les réactions d'oxydation s'accroissent et donnent des réactions secondaires plus variées (FRENOT et VIERLING, 2001).

Les différents produits d'altération au cours d'un traitement thermique d'un CG sont présentés dans le *tableau XV*.

Tableau XV : Principaux produits d'altération au cours d'un traitement thermique (*DANA et SAGUY, 2003*).

Réaction		Description	Les produits formés
Hydrolyse		- la réaction de désestérification mène au fendage des liaisons entre le glycérol et les AG.	- diglycérides, monoglycérides, AGL, glycérol.
Oxydation	Oxydation primaire	- affectation de la saveur, de goût et de la couleur de l'aliment et de l'huile.	- formation des hydroperoxydes.
	Oxydation secondaire	- Fusion des hydroperoxydes à températures élevées.	- formation des produits secondaires : alcools, carbonyle et AGL etc. formation des composés polaires et MDA (malonaldehyde)
Polymérisation thermique		- Polymérisation des produits secondaires d'oxydation.	- formation des polymères, obscurcissement et augmentation de la viscosité d'huile.

IV.4. Les différents produits de la thermo-oxydation

L'oxydation des lipides comprend d'abord la formation de composés réactifs comme les radicaux peroxydes (*GRAILLE, 2003*). Les peroxydes sont peu stables ; ils donnent naissance, par scission, des molécules plus petites : hydrocarbures, aldéhydes, cétones, acides ; celles-ci sont responsables de la détérioration organoleptique (*MOLL et MOLL, 1998*).

IV.4.1. Produits primaires

Ce sont les mêmes que ceux de l'auto-oxydation (*FRENOT et VIERLING, 2001*), se composent essentiellement d'hydroperoxydes variés (*GRAILLE, 2003*).

IV.4.2. Produits secondaires

La scission des produits primaires de l'oxydation conduit à la formation des composés secondaires (EYMARD, 2003) (la température élevée favorise la décomposition de l'hydroperoxyde d'acide gras en radicaux libres). Le radical libre oxyacide est très instable. Il donne naissance à des produits volatils et non volatils (FRENOT et VIERLING, 2001).

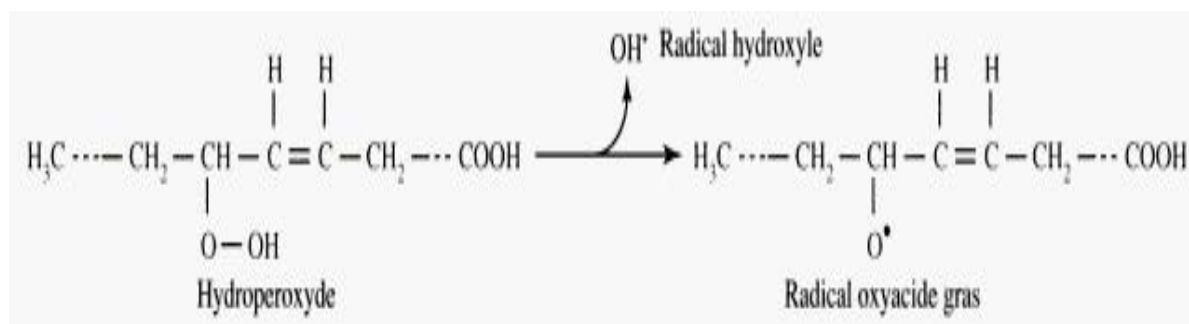


Figure 26: Formation des radicaux libres oxyacides (FRENOT et VIERLING, 2001).

IV.4.2.1. Produits volatiles

La scission des radicaux alcoyles conduit à la formation de nombreuses molécules volatiles, telles que les hydrocarbures, les alcools, les acides carboxyliques, les cétones et les aldéhydes. Ils sont responsables de l'odeur particulière de la friture (PERRIN, 1992). Lorsque la friture est trop longue, des substances au goût amer sont produites, à ce stade, l'huile de friture utilisée est très dégradée et doit être remplacée (GRAILLE, 2003).

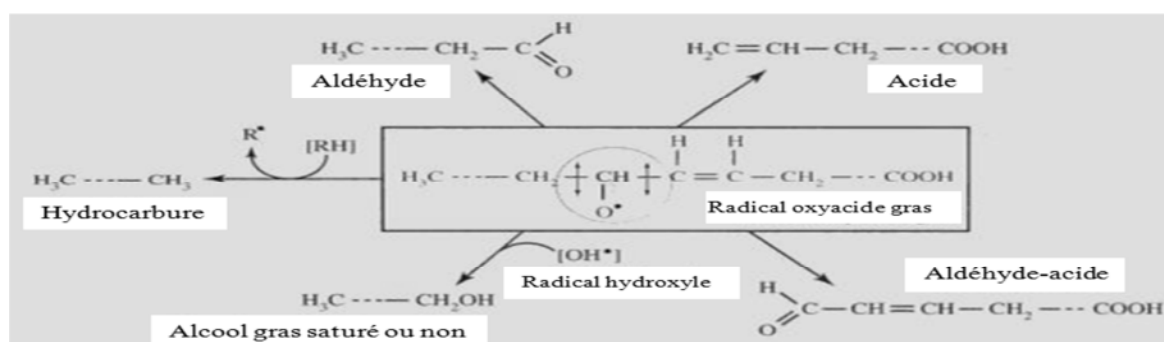


Figure 27: Produits volatils d'altération thermo-oxydative (FRENOT et VIERLING, 2001).

IV.4.2.2. Produits non volatiles

Ce sont des composés qui restent dans le bain de friture et peuvent donc par la suite, être absorbés par l'aliment frit. Ils sont également formés à partir des oxy-radicaux (*PERRIN, 1992*). Les molécules, ainsi produites peuvent atteindre 500 espèces chimiques nouvelles (ECN). En général, elles sont formées à l'état de trace. Les ECN ne sont toxiques que lorsque leur concentration augmente au cours des fritures répétées à des températures excessivement élevée (220°C) (*FRENOT et VIERLING, 2001*).). Parmi ces composés, on distingue :

IV.4.2.2.1. Composés polaires

Ce sont des composés formés à partir de la polymérisation des mono et des diglycérides et des AGL formés par l'hydrolyse des triglycérides (*FARHOOSH et PAZHOUHANMEHR, 2009*). Par polymérisation thermique, il se forme des oxy-polymères. Les composés polaires sont des paramètres essentiels dans l'étude de la qualité nutritionnelle des huiles chauffées (*VIERLING, 2003*).

IV.4.2.2.2. Composés non polaires

Ils se forment dans le bain d'huile par l'hydrolyse et cyclisation sous l'action de la chaleur (*VIERLING, 2003*). Parmi ces produits, on trouve :

*** Monomères cycliques**

Ils sont formés par cyclisation d'une molécule d'AG comportant au moins deux doubles liaisons conjuguées. (*GRANDGIRARD et SEBEDIO, 1989 cité par GRANDGIRARD, 1992*). Des quantités non négligeables des monomères cycliques se forment à des températures très élevées (220°-240°C) dans les huiles contenant l'acide α -linoléique comme l'huile de soja (*GRANDGIRARD et JULLIARD, 1987 cité par PERRIN, 1992*).

*** Polymères thermiques**

Ils sont formés par un pontage carbone-carbone ou une liaison éther entre deux AG appartenant ou non à deux triglycérides différents. Ces polymères thermique essentiellement des dimères ; mais on trouve également des trimères et même des polymères (*GRANDGIRARD, 1992*).

La figure 28 montre les réactions d'altération des huiles dans un bain de friture.

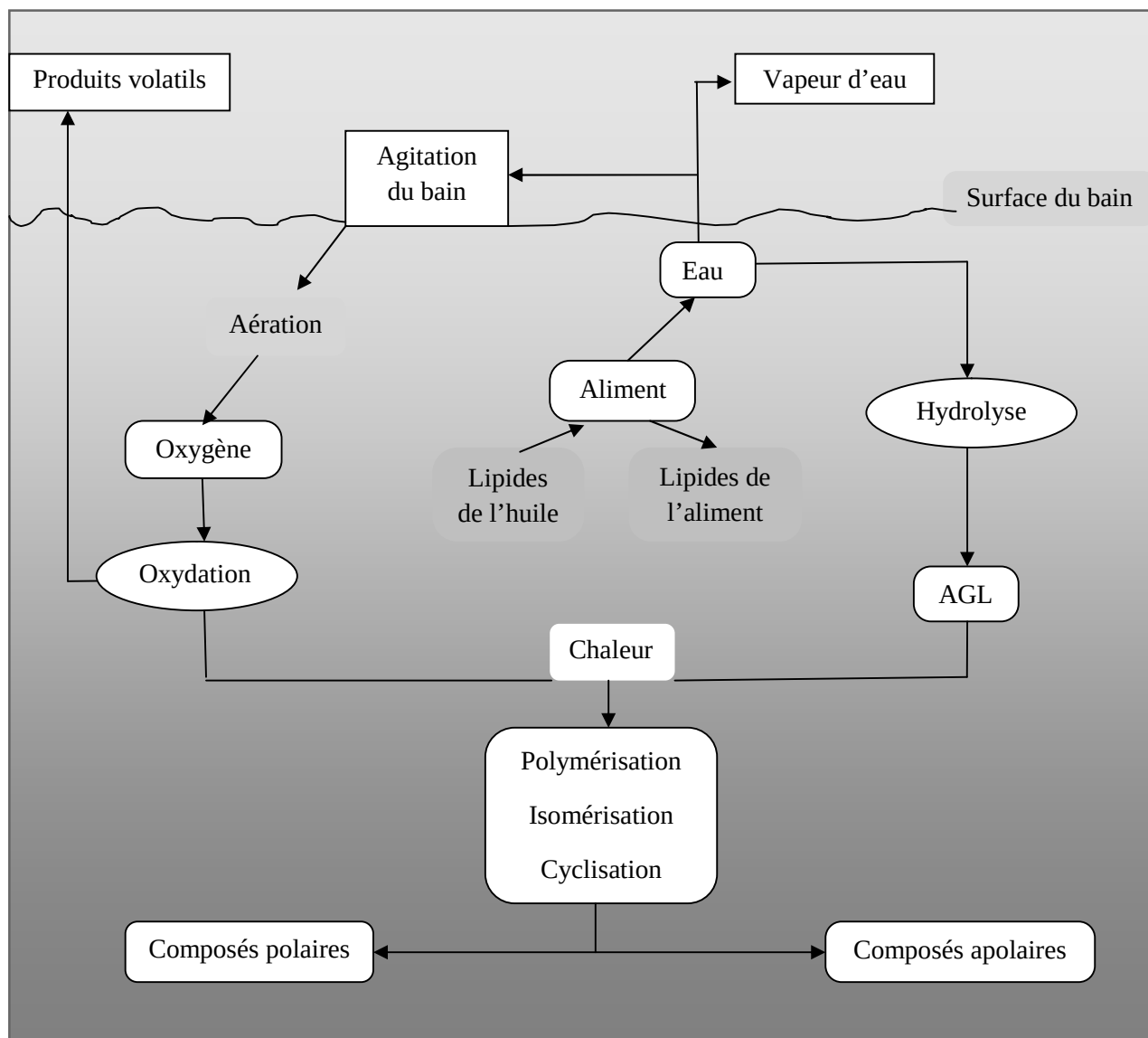


Figure 28 : Réactions d'altération des huiles dans un bain de friture sous l'effet de la chaleur (VIERLING, 2003).

IV.4.3. Effets pathologiques des produits d'altération des huiles chauffées (friture)

L'utilisation répétée des huiles de fritures peut augmenter la concentration des acides gras trans. Certaines études montrent qu'il existe une corrélation positive entre la consommation d'acide gras trans d'origine végétale et l'apparition des maladies cardiovasculaires (DANA et SAGUY, 2003). Par ailleurs, plusieurs études indiquent que les produits d'oxydation des huiles peuvent être cancérogènes : cancer de poumons apparaît chez les femmes exposées à la vapeur libérée pendant la friture en chaîne de poisson (DANA et

SAGUY, 2003). Enfin l'alimentation des animaux par des huiles et grasses des fritures à long terme a donné des résultats clairement apparents dans le retardement de croissance et la diminution du poids des animaux (MANSOURI et OURA-HMOINE, 2000).

IV.5. Les facteurs influant l'oxydation des lipides

IV.5.1. Catalyseurs de l'oxydation

IV.5.1.1. La présence des métaux lourds

La décomposition des lipides peut être significativement accélérée par la présence des métaux tels que le fer, le cuivre, le manganèse ou le cobalt (CHEFTEL, 1980).

IV.5.1.2. Degré d'insaturation des AG

Plus l'insaturation globale est importante, plus les transformations notées sont nombreuses. Alors, la composition des acides gras est très importante pour la stabilité d'une huile. En effet plus la teneur en acides gras insaturés est élevée plus l'oxydation sera plus rapide (CHEFTEL, 1980).

IV.5.1.3. Teneur en oxygène

La teneur en oxygène est le facteur prépondérant, car c'est la molécule initie ces réactions d'oxydation (FRENOT et VIERLING, 2001). Elle intervient au niveau de la nature des produits secondaires formés par la décomposition des hydroperoxydes. La relation entre vitesse d'oxydation et pression partielle en oxygène dépend de plusieurs facteurs comme l'activité de l'eau, la température, la nature des catalyseurs. Quand la concentration en oxygène est suffisamment élevée, la vitesse d'oxydation est indépendante de cette concentration. Inversement, quand la concentration d'oxygène est suffisamment faible, la vitesse d'oxydation est indépendante de la concentration en substrat et directement proportionnelle à la concentration d'oxygène. Plus l'huile est aérée c'est-à-dire la surface de contact est accrue, plus la réaction d'oxydation est avancée (MARCUS, 1973),.

IV.5.1.4. Température

L'oxydation des lipides est d'autant plus rapide que la température est importante. Au contraire, la congélation est un bon moyen pour augmenter la durée de conservation des aliments, car la vitesse d'oxydation des lipides est notablement réduite à faible température.

Selon *MARCUS (1973)*, la température élevée favorise la réaction de propagation, formation d'un peroxyde et d'un radical libre.

IV.5.1.5. La lumière

La lumière (les ultraviolets) joue un rôle d'accélérateur des réactions d'oxydation. Elle intervient dans la photooxydation qui constitue une voie importante de production d'hydroperoxydes en présence d'oxygène, d'énergie lumineuse et de photosensibilisateurs tels que les hémoprotéines ou la riboflavine (*KAHOULI, 2010*).

Les radiations visibles et ultraviolettes sont les plus actives, elles ont une action catalytique très intense sur la détérioration des AG polyinsaturés (*KAHOULI, 2010*).

IV.5.1.6. Activité de l'eau (Aw)

L'activité thermodynamique de l'eau (*Aw*) constitue également un facteur important. En effet, l'eau permet la mobilisation des substances pro-oxydantes ou antioxydantes (*POKORY, 2003*). En général,

- * Une *aw* comprise entre 0,2 et 0,3 correspond aux vitesses d'oxydation les plus faibles. Ces valeurs correspondent à la formation d'une couche mono-moléculaire d'eau autour des constituants.
- * Une *aw* comprise entre 0,6 et 0,8 correspond aux vitesses d'oxydation les plus grandes. Une très faible activité de l'eau est également favorable à l'oxydation.
- * Par contre, les réactions d'oxydation enzymatique des lipides sont fortement ralenties quand l'activité de l'eau est inférieure à 0,7-0,8 par effet de dilution (*FRENOT et VIERLING, 2001*).

La *figure 29* montre la vitesse de l'oxydation de l'huile en fonction de l'activité de l'eau.

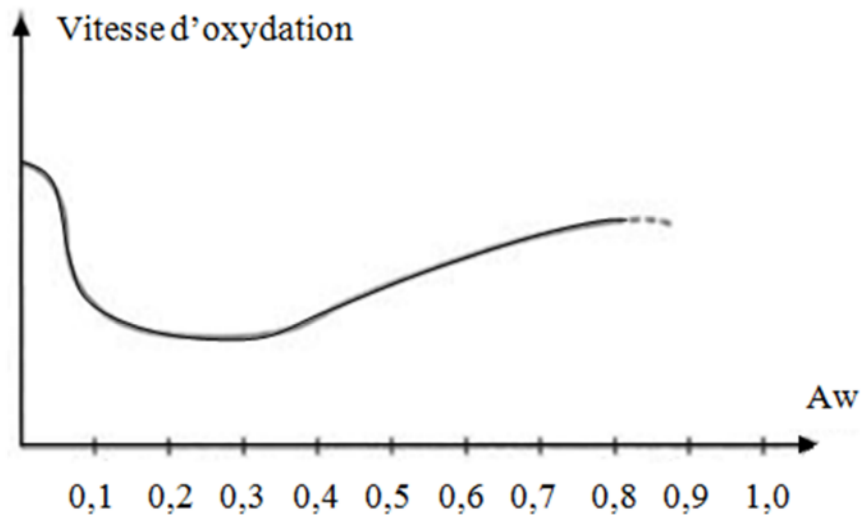


Figure 29 : Évolution de la vitesse d'oxydation en fonction de l'activité de l'eau (*FRENOT et VIERLING, 2001*).

IV.5.2. Facteurs retardant l'oxydation

L'auto-oxydation est un processus de détérioration qui, selon (*CHEFTEL, 1980*), ne peut être que retardé. Les moyens possibles pour retarder les réactions d'oxydation sont :

- * Conservation des corps gras à basse température et à l'abri de la lumière ;
- * Exclusion de l'oxygène par conservation des huiles sous vide ou par utilisation de fixateur d'oxygène, tel que l'acide ascorbique ;
- * Emploi d'agent de complication de métaux lourds tel que l'acide citrique ;
- * Neutralisation des radicaux libres par l'emploi d'antioxydants naturels (les tocophérols) ou de synthèse (composés phénoliques).

Chapitre V : Procédé de friture



V. Procédé de friture

Aujourd'hui, le procédé de friture absorbe la majorité des huiles alimentaires produites dans le monde, et des produits frits sont consommés sur tous les continents. Ces dernières décennies, l'évolution de nos modes de vie (éloignement du lieu de travail, restauration hors du foyer etc.) ont contribué à la diversification des produits frits tant dans la restauration collective ou rapide que dans l'industrie agroalimentaire. La friture permet de déshydrater, cuire, texturer et formuler des aliments.

Cependant, l'utilisation des huiles de friture à plusieurs reprises et à des hautes températures peut produire des constituants qui compromettent non seulement la qualité nutritionnelle des aliments, mais peuvent aussi être à l'origine de la formation de composés chimiques ayant des effets néfastes sur la santé du consommateur.

À ce titre, le contrôle de la qualité des huiles utilisées pour la friture dans la restauration, les fast-food, et dans la préparation des gâteaux traditionnels est effectué sur le terrain par les agents de la répression des fraudes au moyen d'un instrument de mesure permettant de déterminer avec précision l'état de leur dégradation en mesurant le taux des composés polaires issus de l'altération de ces huiles de friture sans avoir recours à l'analyse au laboratoire (ANONYME 5, 2010).

V.1. Définition de la friture

La friture est l'une des plus anciennes méthodes de cuisson des aliments. Elle était utilisée à l'Égypte au cours du 6^{ème} siècle avant JC. Les Romains l'employaient aussi et l'appelaient « bouillir à l'huile ». Ce procédé consiste à prolonger les aliments dans la matière grasse portée à des températures élevées. (KAUFMANN *et al.*, 2000 ; GERTZ *et KOCHLOR*, 2001 ; SAGUY *et DANA*, 2003). Elle peut être réalisée à la poêle en présence de peu de matière grasse (friture plate) ou dans un volume d'huile ou de matière grasse (friture profonde) portée à une température généralement comprise entre 160°C et 200°C (VITRAC *et al.*, 2003).

V.2. Types de fritures

V.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, exemple : la cuisson d'un steak (*FREDOT, 2005*).

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

V.2.2. Friture profonde

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

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

V.3. Principes de base de la friture

La friture est principalement utilisée pour réaliser des transformations qui augmentent :

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

Suivant l'application envisagée le procédé de la friture pourra être intégré dans les opérations de cuisson ; de stabilisation des aliments (pasteurisation, déshydrations, formulation) ; et dans le séchage non conventionnel (*GRAILLE, 2003*).

V.4. Le procédé de la friture

La friture est en fait une opération spécifique qui met simultanément en œuvre plusieurs transformations spécifiques. (GRAILLE, 2003)

L'huile est utilisée pour transférer de la chaleur au matériau jusqu'à la vaporisation quasi-totale de son eau contenue. Cette dernière se produit à une température généralement voisine de la température de l'eau pure pour les matériaux riches en eau et à une température supérieure pour les matériaux à humidité intermédiaires et dont l'eau est fortement adsorbée (GRAILLE, 2003).

Lors de la friture, la frite perd une grande partie de son eau (environ de 50%) du fait de la T° élevée du bain où elle est plongée. En s'évaporant, cette eau provoque des réactions d'hydrolyse, et des réactions d'oxydation continuent à se produire pendant toute la période de refroidissement. Des composés nouveaux sont formés tels que les hydroperoxydes, servant d'initiation d'altération lors du chauffage suivant (GRANDGIRARD, 1992)

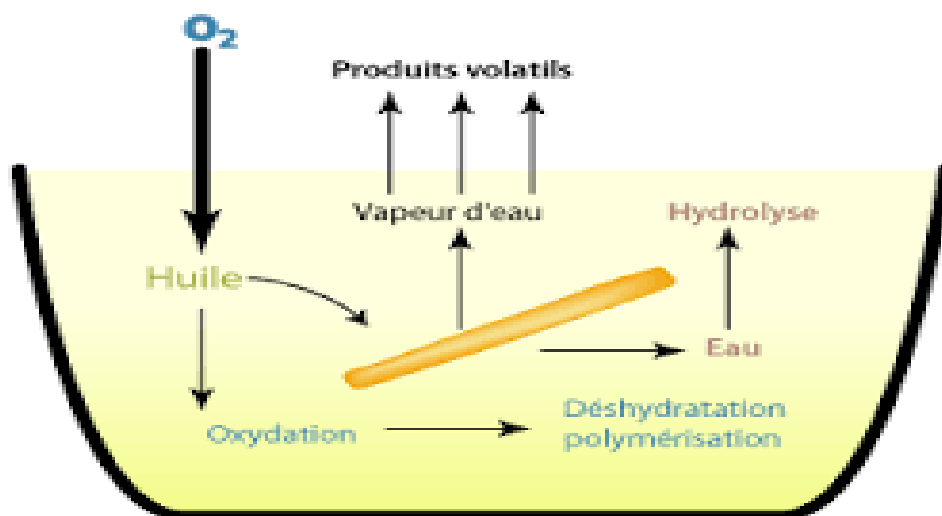


Figure 30: Présentation simplifiée de procédé de friture (ANONYME 5, 2010).

V.5. Modifications aux cours des fritures

V.5.1. Modifications au sein de l'aliment

Les réactions de thermodégradation des pigments et des vitamines, l'inactivation des micro-organismes et des enzymes sont fortement accélérées par des T° proches de la T° d'ébullition de l'eau et en milieu liquide saturant (PINTHUS et al., 1998).

Les changements de la couleur et le développement des arômes associés aux réactions de Maillard apparaîtront donc préférentiellement à la surface des matériaux riches en sucres réducteurs immergés dans des bains d'huile très chauds ou après une déshydratation poussée. Ainsi, la gélatinisation de l'amidon apparaîtra au cours de la friture en présence d'un excès d'eau et donc à des T° inférieures ou égales à 100°C (à pression atmosphérique). L'amidon non gélatinisé, dit résistant, participe alors à la formation d'une croûte rigide (*PINTHUS et al., 1998*) qui s'oppose au retrait des frites lors de la friture (*GONI et al., 1997*).

V.5.2. Modifications au sein de l'huile

Au cours de friture, de composés nouveaux se forment, on en cite : des produits volatils (responsables de l'odeur particulière de la friture), composé polaires (ils représentent une fraction importante des PATO qui, en excès, peuvent être irritant pour la muqueuse digestive) et composés non polaires (ils apparaissent suite à des réactions d'hydrolyse et cyclisation du fait de l'élévation de T°) (*FREDOT, 2005*)

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

- * Les acides gras essentiels ;

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

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

- ° Des modifications organoleptiques : la couleur du bain devient brune et son acidité augmente ;

- ° Des modifications physico-chimiques : la densité, la viscosité et l'indice de réfraction. Le poids diminue et même le volume.

V.6. Choix des huiles de fritures

Le choix des MG de friture résulte d'un compromis entre la sensibilité à la thermo-oxydation (présence des acides gras polyinsaturés) et le bénéfice nutritionnel. Alors pour

choisir une huile à la friture, il est important de rechercher un équilibre entre la stabilité thermique et propriétés nutritionnelles (STOCKWELL, 1988).

La Nutrition.fr conseille de choisir des huiles stables à la chaleur. Il s'agit des huiles riches en acides gras saturés et monoinsaturés. Une huile à haute teneur en AGS est très stable à la chaleur mais, d'un point de vue nutritionnel, ses effets sur la santé sont constatés. Et une huile riche en AGI, dont les effets bénéfiques pour la santé ont été maintes fois démontrés, s'oxydera plus rapidement et deviendra impropre à la consommation (FREDOT, 2005). Pour ces raisons, les huiles à privilégier pour la friture sont celles qui contiennent une plus grande proportion d'AGMI. En général, les huiles raffinées sont beaucoup plus stables lorsqu'elles sont chauffées que les huiles non raffinées.

V.7. Facteurs influant le processus de friture

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

- * Ceux dépendant du processus : comme la T° et le temps, la méthode de friture, à la poêle ou à la friteuse (continue ou discontinue) et le matériel du récipient.
- * Ceux dépendant de l'huile de friture : la composition en AG et les additifs y incorporés.
- * Choix de l'huile de friture : la nature du CG qui est liée au degré d'insaturation de l'AG. Les huiles contenant plus de 2% d'acide linoléique ne peuvent être employées pour la friture, car cet AGPI de la série des oméga 3 s'oxyde facilement en donnant des produits suspects (irritant et cancérigène) (ALIAS et LINDIN, 1987 ; VITRAC et al., 2003).
- * Le choix du type ou du mélange d'huiles dépendra en outre de la perception et l'acceptabilité du produit frit par le consommateur (odeur, texture, sensation en bouche, arrière-goût, stabilité de l'huile) (VITRAC et al., 2003).
- * Ceux dépendant de l'aliment : humidité et composition en acide gras.
- * La durée et le rythme de chauffage : les temps de friture varient essentiellement avec la teneur initiale en eau de l'aliment et la T° du bain utilisé. (ALIAS et LINDIN, 1987 ; VITRAC et al., 2003)

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

* La T° atteinte : plus la T° de l'huile est élevée, plus les modifications chimiques sont importantes (LINDIN et LORIENT, 1994 ; VITRAC et al., 2003)

V.8. 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). Des AGL, AGT, glycérides partiels, monomères cycliques représentent les composés de haut poids moléculaires (DOBARGONES, 1998). La teneur en produits d'altération, qu'ils s'agissent des ECN (espèces chimiques nouvelles) des glycérides polaires ou polymères, augmente avec la durée du chauffage et donc, avec le nombre de friture effectuées (PERRIN, 1992)

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

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

V.9. Effets physiologiques des produits d'altération des huiles chauffées (friture)

V.9.1. Effet sur la croissance corporelle

L'ingestion à long terme d'huiles et de graisses de friture a induit des retards dans la croissance et une diminution de poids des animaux (*CLARK et SERBIA, 1991*).

V.9.2. Effets sur les maladies cardiovasculaires (MCV)

WILHET et al., (1993) ; *ASHERIO et al., (1997)* ont rapporté l'existence d'une corrélation positive entre la consommation d'AGT d'origine végétale et l'apparition de MCV. Alors que *LEDOUX et al., (1999)* ont démontré que, les AGT consommés à des taux élevés sont associés à une carence en AGE ; ils peuvent être un facteur de risque dans le développement de MCV.

V.9.3. Effets sur le foie et les reins

Les composés polaires formés dans les huiles de friture dégradées, entraînent l'augmentation du volume du foie et des reins. Ceci est dû à l'implication de ces deux organes dans le mécanisme de détoxification (*SAARICSALLY, 1997*).

V.9.4. Effets sur la mortalité

Selon *CAUSERET (1982)*, la mortalité des rats constatée est due à l'administration de la fraction de monomères cycliques. Celle-ci est beaucoup plus toxique que la fraction des polymères cycliques. Ces dernières sont formées à partir de l'acide α -linoléique.

V.9.5. Effets sur la reproduction

L'administration des CG chauffés détériore les performances de reproduction de la mère, et la nocivité pour la descendance s'exerce à la fois sur le fœtus et sur le jeune sous la mère. (*CAUSERET, 1982*).

V.10. Conseils pratiques lors des fritures

- * Le CG doit être destiné à cet usage ;
- * Sécher le plus possible les aliments pour limiter l'introduction d'eau dans le bain d'huile ;
- * Éviter de faire frire différents types d'aliments en utilisant le même bain d'huile ;

- * Filtrez le bain d'huile après chaque usage afin d'éliminer les débris qui risqueraient de carboniser lors de la friture suivante et contribueraient par conséquent à sa dégradation ;
- * Ne jamais dépasser la T° de 180°C pour le bain de friture ;
- * Le bain de friture doit être rempli de manière à respecter les proportions indiquées par le constructeur ;
- * La friteuse doit être conforme aux normes de sécurité ;
- * Nettoyer correctement la friteuse pour éliminer les éléments carbonisés ;
- * Ne pas laisser l'huile plus de 2 ou 3 semaines dans la friteuse sans la réutiliser : la stocker de préférence dans un récipient fermé (bouteille en verre), dans un endroit frais à l'abri de la lumière et de l'air afin d'éviter toute oxydation ;
- * Ne laissez jamais l'huile chauffer sans surveillance.

V.11. Gestion de l'huile de friture

Indépendamment de toute considération réglementaire, les huiles de friture qui présentent des teneurs en produits de thermodégradation supérieures à 25% (taux de composés polaires) ou des taux de polymères dépassant 10 à 16% ou encore des points de fumée inférieurs à 170°C donnent des produits qui développeront très rapidement un goût de rance lors de leur conservation. En effet, les AGL présents dans le bain conduisent à une forte imprégnation en matières grasses du produit final où ils seront préférentiellement oxydés (*BLUMENTHAL et STIER, 1991 ; BLUMENTHAL, 1994*).

V.12. Températures et équipements de friture

V.12.1. Températures de friture

La température ne doit pas dépasser 180° C. À 200°C ; les corps gras se dégradent, apparition de fumées et transformations chimiques de leurs constituants. En effet ; il faut éviter de chauffer le bain trop fortement et trop longtemps. Toutes les matières grasses s'enflamment spontanément à partir de 300-350°C. Par ailleurs ; la T° varie selon le volume et le type d'aliments (*VITRAC et al , 2003*) :

- * 150°/160 °C pour les légumes et poissons ;

* 160°/170 °C pour les poulets et beignets ;

* 170°/180 °C pour les frites ;

Il existe une T° critique pour chaque huile, appelée aussi point de fumée qu'il ne faut pas atteindre ou dépasser.

Tableau XVII : Les températures critiques de quelques huiles alimentaires (ANONYME 5, 2010) ;

Huile	Température critique en °C
Colza	204 (raffiné), 177 (semi-raffiné) et 107 (vierge)
Tournesol	232 (raffiné ou semi-raffiné), 107 (non raffiné)
Soja	232 (raffiné), 177 (semi-raffiné) et 160 (non raffiné)
Palme	240 à 260
Olive	160

V.12.2. Équipements de friture

La friture se fait au four, à la poêle, à la friteuse traditionnelle ou électrique, etc. Il existe plusieurs façons de cuire les frites :

* La friteuse traditionnelle (ou classique) à bain d'huile

Elle est composée d'une casserole, d'un panier et d'un couvercle *figure 31*. Il suffit de la poser sur une plaque de cuisson, d'ajouter de l'huile et d'attendre qu'elle chauffe. Elle est adaptée aux petits budgets. Certaines friteuses classiques ont un couvercle pouvant également faire fonction de plat. Les frites, après cuisson, peuvent ainsi être servies dans le couvercle qui les gardera au chaud.



Figure 31 : Image représentant la friteuse traditionnelle à bain d'huile.

*** La friteuse électrique à huile (Friteuses semi-professionnelles à zone froide)**

La friteuse électrique à huile (*figure 32*) permet de frire des aliments comme les frites, poissons panés, beignets etc. La friteuse électrique possède une voire plusieurs résistances qui chauffent le bain d'huile. Elles sont généralement étudiées pour faciliter les fritures. Thermostat, régulateur de température, zone froide pour éviter la redéposition des restes d'aliments grillés sur les nouveaux (les résidus tombent dans la zone froide et ne carbonisent pas) sont les principales options proposées. Certaines ont un couvercle équipé de filtres à graisse et à odeur.



Figure 32 : Image représentant la friteuse électrique à huile.

*** La friteuse sans huile ou à air chaud pulsé (*figure 33*)**

Il est aujourd'hui possible de réduire la quantité de matière grasse, la friteuse à air chaud pulsé (ou sans huile) a ainsi la particularité de cuire les frites avec peu ou pas d'huile. La cuisson se fait grâce à de l'air chaud circulant dans la cuve. Ces friteuses dégagent moins d'odeurs et de graisses ;



Figure 33 : Image représentant la friteuse avec un peu d'huile.

° Les critères prioritaires

* La capacité du panier

La capacité du panier détermine la quantité de frites que l'on peut cuire. Elle varie selon les appareils.



* Les systèmes de filtre

Filtres anti-odeurs, Ce peut être soit un filtre métallique permanent, soit un filtre à charbon.



* La facilité de nettoyage

La cuve amovible est un atout non négligeable. Elle facilite grandement l'entretien. Le filtrage et la vidange de l'huile sont également facilités.



* La puissance

La plupart des friteuses possèdent un thermostat réglable afin de pouvoir adapter la température du bain d'huile. Et un minuteur qui émet un signal sonore en fin de cycle. Une option idéale pour surveiller la cuisson.



*** Volume d'huile**

Le volume d'huile est propre à chaque machine. La conception de la friteuse et ses options ont une influence sur la quantité d'huile.



*** La polyvalence**

Les friteuses permettent bien sûr de réaliser facilement toutes les recettes à base de friture, beignets sucrés ou salés, croquettes etc.

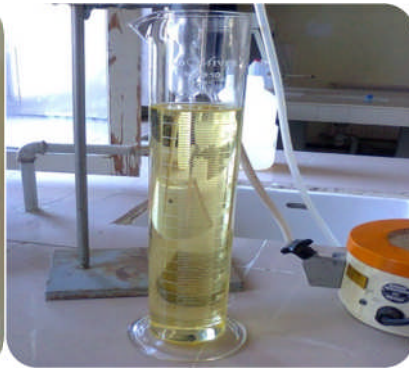


*** Sécurité**

La sécurité est un élément important à prendre en compte lors du choix de votre friteuse, surtout si vous utilisez votre machine en présence d'enfants. Pour limiter les risques de brûlure, il existe des friteuses à parois extérieures froides.

*Partie
expérimentale*

Matériel et méthodes



I. Objectif de l'étude

Le but de notre étude expérimentale consiste à estimer le degré de résistance ou de sensibilité de l'huile végétale dénommée « Afia » durant des fritures répétées. À cet effet, on a procédé au suivi de l'évolution de la teneur en certains composés mineurs de la fraction insaponifiable de cette huile durant ce traitement thermo-oxydatif (friture). Le nombre de fritures est de 20 ; elles sont réalisées en continue sur le même bain de friture sans incorporation de l'huile fraîche.

II. Conduite expérimentale

II.1. Choix de l'huile

Notre choix a porté sur l'une des huiles raffinées les plus répandues sur le marché national ; cette huile de large consommation, que ce soit dans les ménages ou dans les restaurations collectives (restaurants, Fastfood, etc.) est fabriquée dans le complexe AFIA INTERNATIONAL ALGERIA. Oran, Algérie ; c'est une huile mixte (95% soja et 5% maïs) ; elle est caractérisée par sa forte teneur en acide linoléique (C18 :2, ω 6) et contient une proportion appréciable en acide α -linoléique (C18 :3, ω 3).

L'huile utilisée dans ces essais de fritures est achetée dans le commerce à « Tizi-Ouzou », elle est conditionnée dans un emballage en matière plastique (PET) de 5 litres ; elle est, ensuite, entreposée au réfrigérateur réglé à +4°C jusqu'à la réalisation des fritures. Cette huile est fabriquée le 22/01/2016 ; la date de péremption indiquée sur l'emballage est pour le 22/01/2018. Les caractéristiques portées sur l'étiquette de l'emballage sont portées dans le tableau suivant :

Tableau XVIII : Composition et conseils d'utilisations portés sur l'étiquette de l'huile étudiée.

Dénomination	Composition	Conseils d'utilisation
Afia	* Soja, maïs * Additifs alimentaires : ° Acide citrique SIN330 ° Antioxydant SIN319 ° Colorant β carotène SIN160a	* Température maximale conseillée 180°C * Conserver à l'abri du soleil

II.2. Choix de l'aliment à frire

L'aliment choisi pour ces essais de friture est la pomme de terre. Cet aliment est de composition relativement simple ; c'est un aliment glucidique, carencé en matière grasse. Le choix de cet aliment est lié au fait que c'est un aliment de grande consommation et de large utilisation en friture ; il est facile à découper en formes géométriques similaires, etc. La composition biochimique de la pomme de terre est portée dans le *tableau XIX*;

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

Élément	Teneur (%)
Eau	77
Glucides	20
Cellulose	0.4
Protides	2
Lipides	0.1
Sels minéraux et vitamines	0.5 (beaucoup de potassium, peu de calcium, vitamine C en quantité importante)



Avant de procéder à la réalisation des essais de fritures, les tubercules de pomme de terre sont nettoyés, épluchés, puis découpés à l'aide d'une coupeuse manuelle ; les dimensions des frites sont mesurées afin de maintenir stable et uniforme la surface de contact avec l'huile de friture ; le rapport quantité de pomme de terre /volume d'huile est de 240g/3L.

II.3. Procédure de friture

Afin de garder la même température au cours des 20 fritures, on a choisi un mode de chauffage électrique par l'utilisation d'une friteuse de marque «CONVIVIVUM », d'une contenance de 3 litres ; cette friteuse comporte un couvercle amovible, un disjoncteur thermique, un thermostat réglable et un panier de capacité de 1 Kg de frite fraîche (*figure 34*).



Figure 34 : friteuse, frites et l'huile (photos originales)

Les essais de friture sont réalisés en continue sans ajout d'huile fraîche au bain ; la quantité de frites introduite dans le bain est réduite graduellement le long des cycles de fritures pour maintenir constant le rapport poids de frites/ volume d'huile. Les conditions expérimentales fixées durant toute notre expérimentation et le rapport quantité de frites/volume d'huile du bain sont portées dans les tableaux XX et XIX:

Tableau XX : Conditions expérimentales des essais de fritures.

Type de friture	Friture profonde, sans incorporation d'huile fraîche et sans fermeture du couvercle.
Nombre de fritures	20
Température fixée	180°C
Durée de cuisson	4 min
Temps entre deux fritures	4 min
Volume initiale d'huile	3L
Rapport pomme de terre / huile	240g/3L
Forme des tranches de pomme de terre	Bâtonnet
Dimension de la frite : longueur x épaisseur	7 cm x 1cm
Volume d'huile prélevé pour l'analyse	300 ml
Nombre d'échantillons analysés	6 échantillons

Tableau XXI : Rapport quantité de frites sur volume d'huile.

Nombre de fritures	Volume d'huile (ml)	Quantité de frites (g) dans chaque bain
1	3000	240
2	3000	240
3	3000	240
4	3000	240
5	2700	216
6	2700	216
7	2700	216
8	2700	216
9	2700	216
10	2400	192
11	2400	192
12	2400	192
13	2400	192
14	2400	192
15	2100	168
16	2100	168
17	2100	168
18	2100	168
19	2100	168
20	1800	144

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

II.4. Échantillonnage

Au 1^{er}, 5^{ème}, 10^{ème}, 15^{ème} et 20^{ème} cycle de fritures, un volume d'huile de 300 ml est prélevé après homogénéisation du bain. Un échantillon d'huile fraîche (avant friture) est également prélevé. L'huile prélevée des différents baigns est filtrée et mise aussitôt dans des

flacons en verre, recouverts de papier aluminium ; après refroidissement à la température ambiante, ces échantillons sont entreposés au réfrigérateur réglé à +4°C. Les échantillons prélevés apparaissent sur la photographie suivante :



Figure 35 : Les échantillons d'huile prélevés (photos originales)

Les échantillons ainsi obtenus ont fait l'objet de plusieurs analyses pour suivre la qualité des bains de friture et par conséquent mettre en évidence la stabilité ou la sensibilité de cette huile lors de ce traitement thermique

III. Méthodes d'analyses

Pour évaluer le degré de résistance ou sensibilité de l'huile Afia au cours de son utilisation en fritures répétées, les teneurs en composés phénoliques, chlorophylles, caroténoïdes et composés polaires ont été évaluées sur l'huile à l'état frais et sur les huiles des 20 bains de friture.

III.1. Fraction insaponifiable

III.1.1. Teneur en composés phénoliques

La teneur en polyphénols totaux de l'huile est déterminée au moyen du réactif de folin-ciocalteu. Ce dernier est constitué par un mélange d'acide phosphotungstique et d'acide phosphomolybdique qui est réduit, lors de l'oxydation des phénols en mélange d'oxydes bleus de tungstène et de molybdène. L'intensité de la coloration est directement proportionnelle à la concentration des polyphénols dans la solution.

Les résultats sont exprimés en mg d'acide gallique par Kg de l'huile ou en ppm en se référant à un courbe étalon obtenu à partir des concentrations croissantes d'acide gallique (Annexe 01)

III.1.2. Teneur en chlorophylles (MINGUEZ-MOSQUERE et al ., 1991)

La méthode consiste à mesurer l'absorbance de la chlorophylle à 670 nm, d'un échantillon d'huile en solution dans le cyclohexane. (Annexe 02)

➤ Expression des résultats

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

Soit :

A₆₇₀ : Absorbance à la longueur d'onde 670 nm ;

d : épaisseur de la cuve en cm (1 cm)

III.1.3. Teneur en caroténoïdes (MINGUEZ et al ., 1991)

La teneur en caroténoïdes dans un échantillon d'huile est exprimée en mg de lutéine par Kg d'huile ou en ppm. Le principe de cette méthode est basé sur la mesure de l'absorbance de pigment à 470 nm d'un échantillon d'huile en solution dans le cyclohexane. (Annexe 02)

➤ Expression des résultats

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

Soit :

A₄₇₀ : absorbance à la longueur d'onde à 470nm ;

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



Figure 36 : Spectrophotomètre UV visible (photo originale).

III.2. Fraction saponifiable

III.2.1. Les analyses physiques

III.2.1.1. Teneur en eau et matières volatils (AFNOR NF T606-201,1984)

La teneur en eau et en matière volatile d'un CG est définie comme étant la perte de masse subit par ce produit après son chauffage à $103\pm 2^{\circ}\text{C}$ pendant un temps suffisamment court pour éviter l'oxydation, mais suffisamment long pour permettre l'élimination totale de l'eau.

Le principe consiste à chauffer une prise d'essai à $103\pm 2^{\circ}\text{C}$ dans une étuve pendant 1 heure de temps (l'élimination complète de l'eau). La teneur en eau est donnée par la formule suivante :

$$H\% = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100$$

Soit :

m_0 : masse en gramme de bécher ;

m_1 : masse en gramme du bécher et de la prise d'essai ;

m_2 : masse en gramme du bécher et du résidu de la prise d'essai après chauffage



Figure 37 : l'étuve (photo originale)

III.2.1.2. Détermination de la densité à 20 °C (AFNOR NF T606-21,1984)

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 ce corps gras à une température (°C) par la masse de même volume d'eau distillée à 20°C.

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. La densité est exprimée par la relation suivante :

$$D = \frac{m_1 - m}{m_0 - m}$$

Soit :

m : poids de l'éprouvette vide ;

m_1 : poids de l'éprouvette pleine d'eau ;

m_0 : poids de l'éprouvette pleine d'huile.

III.2.1.3. Mesure du taux des composés polaires

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

Dans notre étude, la mesure des composés polaires de l'huile à l'état frais et les huiles des bains de fritures a été réalisée à l'aide d'un appareil dénommé, le « Testo 270 » (figure 40). Cet appareil permet une mesure précise des composés polaires présents dans l'huile et la valeur donnée révèle une approche des polymères responsables de la dégradation des huiles de friture.



Figure 38 : Image significative du Testo 270 (Wikipédia).

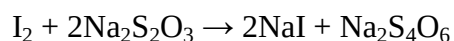
III.2.2. Analyses chimiques

III.2.2.1. Indice de peroxydes (AFNOR NF T60-220, 1988).

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

Le principe de cette méthode consiste à un traitement d'une quantité d'huile en solution dans l'acide acétique et le chloroforme, par une solution d'iodure de potassium (KI).

Le titrage d'iode libéré se fait par une solution de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) à 0.01N en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré (Annexe 06), selon la réaction suivante :



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

$$I_{p(\text{meqO}_2 \text{ Kg})} = \frac{N \times (V - V_0)}{m} \times 10^3$$

Soit :

I_p : indice de peroxyde en milliéquivalent d'oxygène actif/ Kg d'huile.

V : volume de la solution $Na_2S_2O_3$ utilisée pour le titrage en ml.

V_0 : volume de la solution $Na_2S_2O_3$ utilisée pour l'essai à blanc en ml.

N : normalité de la solution de thiosulfate de sodium (0.01 N).

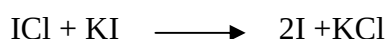
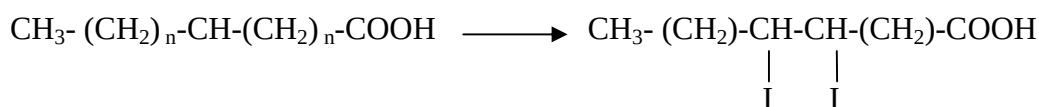
m : masse de la prise d'essai en (g)

III.2.2.2. Indice d'iode (AFNOR NFT 60-203, 1988)

L'indice d'iode (I_i) est la quantité de l'iode en gramme fixée par 100g de corps gras. Le principe consiste à 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 qui se passent sont les suivantes :



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

$$Ii(gI_2|100g) = N(V_0 - V) \times 12.69/P$$

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 ;

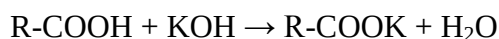
N : normalité de thiosulfate de sodium ;

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

III.2.2.3. Acidité (AFNOR-NF T60-204, 1988).

L'acidité est l'expression conventionnelle en pourcentage d'acide gras libre 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 phénolphthaléine comme indicateur coloré (Annexe 08), selon la réaction suivante :



Acide gras base savon eau

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

$$A\% = \frac{V \cdot N \cdot m}{10 \cdot M}$$

Soit :

A : acidité exprimée en pourcentage.

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

N : normalité de la solution KOH qui égale à 0.1 N.

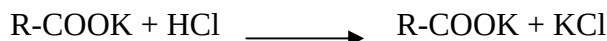
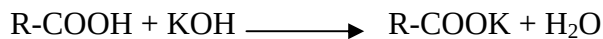
m : masse en (g) de la prise d'essai.

M : masse molaire de l'acide oléique (282.5g/mol)

III.2.2.4. Indice de saponification (AFNOR-NF T60-206, 1988)

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. (Annexe 09)



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

$$I_{s(mg\ KOH\ g)} = \frac{N \times Eq \times (V_0 - V)}{P}$$

Soit :

I_s : Indice de saponification exprimé en milligramme par gramme ;

V₀ : volume de la solution d'HCL 0.5N utilisée pour l'essai à blanc (ml) ;

V : volume de la solution d'HCL 0.5N utilisée pour l'essai avec le corps gras (ml) ;

P : prise d'essai en gramme ;

N : normalité d'HCL (0.5N) ;

Eq : Équivalent gramme de KOH (56.1 g/mol)

IV. Analyse statistique

Le traitement statistique des résultats obtenus sur des analyses physiques et chimiques (humidité, densité, acidité, indice de saponification, indice de peroxyde, indice d'iode, teneur en chlorophylles, teneur en caroténoïdes, teneur en composés phénoliques) est réalisé par l'utilisation du logiciel STATBOX. Il consiste en une analyse de la variance à un seul facteur étudié (le nombre de fritures).

Résultats et discussion

I. Aspect organoleptique des frites préparées et des bains de fritures

Le premier critère auquel nous nous sommes intéressés pour évaluer le degré d'altération de l'huile « Afia » durant les essais de fritures concerne l'aspect sensoriel. Selon *GRANDGIRARD (1992)*, l'altération des huiles au cours des fritures répétées se manifeste par la détérioration de leur qualité organoleptique, telles que la couleur, l'odeur, la mousse, etc. Les résultats obtenus sont mentionnés dans le *tableau XXII*.

Selon *FREDOT (2005)* la qualité organoleptique d'un aliment frit diminue ; elle se traduit par le changement de la couleur des frites au fur et à mesure que le processus de friture avance.

Le degré de fraîcheur de l'huile « Afia » s'explique par la conformité des divers critères à analysés. La couleur des frites et des bains de friture est le premier critère à analyser.

D'après les résultats portés dans le *tableau XXII*, on remarque que la couleur des frites est dorée dans les 10 premières fritures, mais dès la 11^{ème} friture, on remarque l'apparition d'une couleur brune qui devient plus intense au-delà de la 14^{ème} friture.

Une couleur dorée prononcée des frites indique un stade avancé du brunissement non enzymatique ; c'est le résultat de la réaction de Maillard se déroulant entre les glucides et les acides aminés de la pomme de terre introduite dans le bain de fritures (*JUDDE, 2004*).

Nos résultats sont comparés aux résultats obtenus par *BELAIDI et BERKANI (2015)* qui ont travaillé sur l'huile « Fleurial », 100% tournesol. Ces auteurs ont remarqué que la couleur des frites est dorée de la première à la 9^{ème} friture, et devient plus dorées de la 10^{ème} à la 12^{ème} ; au-delà de ce cycle, elles ont remarqué l'apparition d'une couleur brune qui devient plus intense pour les dernières fritures. Ainsi, l'huile « Afia » semble être plus résistante que l'huile « Fleurial ».

Néanmoins, les aliments frits peuvent modifier la couleur de l'huile des bains suite à leur fragmentation. De plus, il est aussi possible que l'huile dissout des substances présentes dans la pomme de terre fraîche, telles que les protéines et glucides.

Tableau XXII : Aspect de bains de fritures et des frites au cours des fritures répétées avec l'huile « Afia ».

Nombre de Fritures	Observations				
	Couleur de la frite	Couleur du bain	Odeur perçue	Apparition de la fumée	Formation de la mousse
0	Dorée	Claire	Caractéristique	-	-
1	Dorée	Claire	Caractéristique	-	-
2	Dorée	Claire	Caractéristique	-	-
3	Dorée	Claire	Caractéristique	-	-
4	Dorée	Claire	Caractéristique	-	-
5	Dorée	Claire	Caractéristique	-	-
6	Dorée	Claire	Caractéristique	-	-
7	Dorée	Claire	Caractéristique	-	-
8	Dorée	Claire	Caractéristique	-	-
9	Dorée	Claire	Caractéristique	-	-
10	Dorée	Claire	Caractéristique	-	-
11	Brune	Brune	Caractéristique	-	-
12	Brune	Brune	Caractéristique	-	-
13	Brune	Brune	Désagréable	+	-
14	Brune ⁺	Brune	Désagréable	+	-
15	Brune ⁺	Brune	Désagréable	+	-
16	Brune ⁺	Brune ⁺	Désagréable	+	-
17	Brune ⁺	Brune ⁺	Désagréable	+	-
18	Brune ⁺	Brune ⁺	Désagréable	+	-
19	Brune ⁺	Brune ⁺	Désagréable	+	-
20	Brune ⁺	Brune ⁺	Désagréable	+	-

(-) : absence,

(+) : présence de caractère indiqué.

En outre, la couleur de l'huile fraîche est claire et demeure claire dans les dix premières baignades de fritures. Mais, à partir de la 11^{ème} friture, une couleur brune apparaît ; cette couleur devient plus intense à partir de 16^{ème} friture. On a comparé nos résultats à ceux trouvés par *HAMOUCHE et SANAT (2015)* sur l'huile « elio » ; elles ont trouvé que le début d'altération se produit vers la 10^{ème} friture et s'intensifie vers la 15^{ème} pour devenir brune à la 20^{ème} friture.

La différence constatée peut être expliquée par la différence de la composition des deux huiles, l'huile « elio » est un mélange de deux huiles : 80% de soja et 20% de tournesol, tandis que l'huile « Afia » est un mélange de l'huile de soja (95%) et de l'huile de maïs (5%). Ainsi, l'huile « elio » s'altère plus rapidement que l'huile « Afia ».

L'aspect organoleptique des huiles de baignades de fritures et des frites préparées sont illustrées par les photographies de la *figure 39*.

- 78 -

L'odeur émanant des bains de fritures est le 2^{ème} critère pris en considération dans la présente. Cette odeur est jugée normale et acceptable de la 1^{ère} jusqu'à la 12^{ème} friture, mais on a remarqué qu'elle devient désagréable au-delà de la 13^{ème} friture. Nos résultats sont similaires à ceux trouvés par *BELAIDI et BERKANI (2014)* sur l'huile « Fleurial ». 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. Durant notre l'huile, l'apparition de la fumée est détectée vers la 13^{ème} friture.

Le résultat le plus frappant dans notre étude et révélé d'ailleurs dans les études antérieures, est l'absence de formation de la mousse durant les 20 fritures. Il semble que des molécules anti-moussantes ont été incorporées durant le raffinage industriel de ces huiles. Il a été admis que l'apparition d'une mousse constitue un signe d'altération avancée d'une huile (*GERTZ, 2008*).

II. Évolution de la fraction insaponifiable

Cette fraction d'un corps gras, comprend l'ensemble des constituants qui, après hydrolyse basique (saponification), sont très peu soluble dans l'eau et soluble dans les solvants organiques (hexane, chloroforme etc). Les constituants chimiques de l'insaponifiable, en proportions très variables, sont principalement des carotènes, des xanthophylles, des vitamines (A, D et E et substances voisines), etc. (*BRULÉ, 2003*)

L'étude de la fraction insaponifiable est complexe du fait de la diversité de ses constituants d'une part, et de leur faible concentration dans les huiles raffinées d'autre part. En effet, contrairement aux matières grasses, le taux de l'insaponifiable des huiles végétales est relativement faible (0,2 à 2,0 % m/m) (*KARLESKIND, 1992 et UCCIANI, 1995*), à l'exception du beurre de karité qui présente une teneur en insaponifiable d'environ 10 % (*KARLESKIND, 1992*)

Les résultats d'analyse quantitative de trois composés analysés dans notre étude sont illustrés par le *tableau XXIII*.

Tableau XXIII : Teneurs en quelques composés mineurs dans l'huile fraîche et dans les huiles de bains de fritures.

Nombre de fritures	Les composés phénoliques	Les chlorophylles (ppm)	Les caroténoïdes
0	17 ^a ± 0,003	0,39 ^a ± 0,026	0,135 ^a ± 0,003
1	13 ^b ± 0,002	0,27 ^b ± 0,026	0,115 ^b ± 0,003
5	6 ^c ± 0,002	0,22 ^{bc} ± 0,061	0,095 ^c ± 0,002
10	5 ^c ± 0,002	0,21 ^{bc} ± 0,061	0,065 ^d ± 0,002
15	3 ^c ± 0,001	0,13 ^c ± 0,044	0,025 ^e ± 0,002
20	2 ^c ± 0,001	0,04 ^d ± 0,01	0,02 ^f ± 0,003

Ces valeurs sont une moyenne de trois répétitions

II.1. Évolution des composés phénoliques

Si les composés phénoliques constituent actuellement l'objectif central de nombreuses études, c'est surtout grâce à leur potentiel en matière de préservation de la santé humaine (GARCIA, 2010 ; VIERHUIS, 2001).

En effet, leur activité anti-oxydante a deux effets majeurs, ils protègent l'huile de l'oxydation (augmentant ainsi sa durée de vie) ; ils augmentent, aussi, le pool antioxydant de l'organisme prévenant par conséquent la survenue des maladies dégénératives en « se sacrifiant » pour préserver les acides gras insaturés essentiels. Parmi ces molécules anti-oxydantes, on cite les phénols, possédant la capacité de piéger les radicaux OH potentiellement néfastes (GUTIERREZ *et al*, 2001).

Dans notre étude, avant de déterminer la teneur en phénols dans l'huile « Afia » à l'état frais et pendant son utilisation en friture, on a tracé la courbe d'étalonnage en utilisant l'acide gallique comme composés de référence comme indiqué dans l'*annexe 28*. Les résultats obtenus sont illustrés par la *figure 40*.

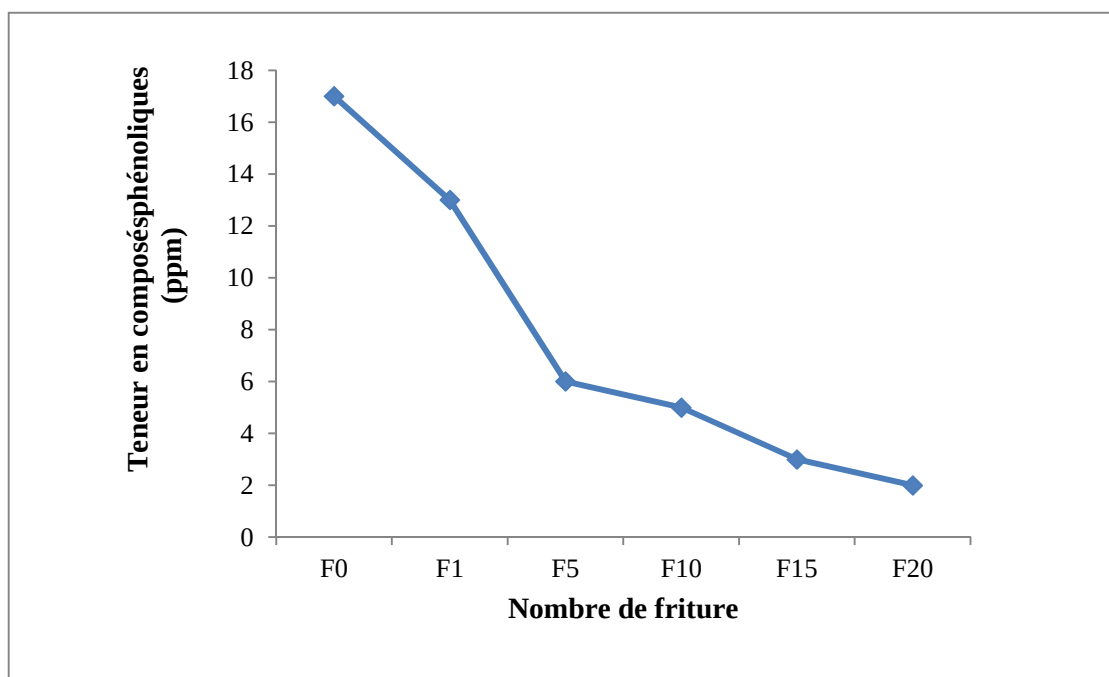


Figure 40 : Évolution de la teneur en composés phénoliques en fonction du nombre de fritures.

L'huile raffinée « Afia » fraîche contient une très faible teneur en composés phénoliques ; la teneur enregistrée n'est que de 17 ppm. Cette valeur est nettement inférieure à celle des huiles d'olives vierges, pour lesquelles une teneur est comprise entre 20 à 500 ppm (PERRIN, 1992). Néanmoins, l'huile « Afia » analysée dans notre étude est plus riche en ces molécules anti-oxydantes que l'huile « Fleurial » pour laquelle, BAZI et OUYED (2016) n'ont obtenu que 6 ppm. Ce résultat justifie les meilleures valeurs des indices physico-chimiques enregistrés lors des essais de fritures menées avec cette huile 95% soja et 5% maïs (Afia) que l'huile 100% tournesol (Fleurial)

La figure 40 montre que la teneur en composés phénoliques est inversement proportionnelle aux nombres de fritures. Elle diminue rapidement avec le déroulement de ce processus thermo-oxydatif en chutant de la valeur de 13 ppm à la 1^{ère} friture pour atteindre un minimum de 2 ppm à la 20^{ème} friture.

L'analyse de la variance des résultats de la variable « composés phénolique » révèle une différence hautement significative en fonction du nombre de fritures. Le test *NEWMAN-KEUL* au seuil de signification de 5% fait apparaître trois groupes homogènes A, B et C.

II.2. Chlorophylles

Les chlorophylles sont des substances non désirables dans les huiles végétales en raison de leur effet négatif sur leur stabilité (RYAN *et al.*, 1998). En effet, ces pigments ont un pouvoir photosensibilisateur et peuvent être, par conséquent, à l'origine de l'oxydation des huiles exposées à la lumière (RAHMANI, 1989). Cependant, elles agissent comme antioxydants à l'obscurité (BEN TEKAYA et HASSOUNA, 2005).

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

La chlorophylle (pigment jaune) est présente à un degré moindre, dans les huiles de soja. La chlorophylle et ces dérivés sont dotés d'un pouvoir photosensibilisateur, alors qu'à l'obscurité elle possède une activité antioxydante. C'est l'une des raisons pour laquelle, il est conseillé de conserver les huiles alimentaires, tel que l'huile de soja à l'abri de la lumière.

Nos résultats révèlent que l'huile fraîche « Afia » renferme une faible quantité en chlorophylles, soit une moyenne de 0,39 ppm ; cette valeur est inférieure à celle obtenue par LOUNI (2016) sur l'huile « elio » pour laquelle une valeur de 0,57 ppm est enregistrée. Néanmoins, ces deux valeurs sont vraiment supérieures à la valeur trouvée par BAZI et OUYED (2016) pour l'huile « Fleurial » qui est 0,056 ppm. Ces grandes valeurs peuvent être dues à une mauvaise décoloration de l'huile au cours de procédé de raffinage ou à conditions expérimentales. Ces faibles teneurs en chlorophylles permettent de diminuer le risque d'oxydation des huiles (TANOUDI *et al.*, 2010).

La figure 41 montre l'évolution de ce paramètre durant les vingt cycles de fritures.

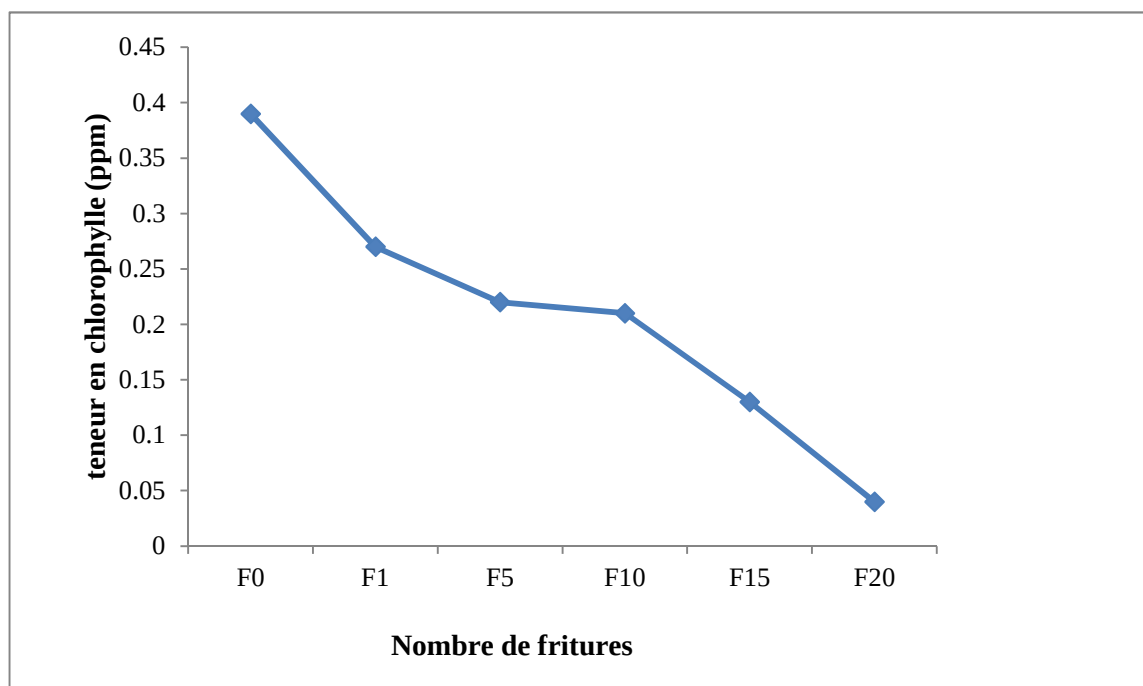


Figure 41 : Évolution de la teneur en chlorophylle en fonction du nombre de fritures

L'action photo catalytique des pigments chlorophylliens croît avec leur concentration dans l'huile (*BENRACHOU, 2013*). Durant les essais de fritures répétées menés dans notre étude, on a remarqué que la teneur en ce pigment diminue au fur et à mesure que le nombre de friture augmente ; les teneurs obtenues diminuent de 0,27 ppm pour la 1^{ère} friture jusqu'à une valeur de 0,21 ppm à la 10^{ème} et atteint un minimum de 0,04 ppm à la dernière friture.

Cette cinétique a, également, été notée par *LOUNI (2016)* sur l'huile « elio » mais avec des teneurs différentes des notre. Les valeurs enregistrées sont de 0,473 ppm et 0,065 ppm respectivement pour l'huile « elio » à l'état frais et la 20^{ème} friture. Et supérieures à celles trouvées par *BAZI et OUYED (2016)* pour l'huile « Fleurial », 0,048 pour la 1^{ère} friture et 0,013 ppm pour la 20^{ème} friture.

Cette diminution peut être expliquée par la détérioration et la dégradation des chlorophylles par l'effet de la chaleur ; ces pigments son aussi impliqués dans la réaction d'oxydation (*RAWLS et ANSANTEN, 1968*).

De plus, *FALQUÉ et MÉNDEZ, (2007)* ; *RAHMANI, (1989)* ont montré que le contenu en pigments chlorophylliens diminue et se dégradent au cours des fritures répétées.

L'étude statistique réalisée pour la variable chlorophylle donne une probabilité égale à 0,00001 et qui est inférieure à 0.001 ($p < 0,001$), cela signifie qu'il existe une différence très hautement significative entre les bains de friture, Ainsi, le pigment chlorophylle est influencé par le nombre de fritures. Les échantillons sont répartis selon le Test de *NEWMAN-KEULS* au seuil de signification de 5% en trois groupes homogènes A, B, et C.

II.3. Caroténoïdes

Les caroténoïdes sont des pigments conférant à l'huile sa couleur jaunâtre. Elles possèdent des propriétés anti-oxydantes et confèrent à l'huile sa stabilité. Selon *TANOUTI et al., (1994)*, les caroténoïdes sont recherchés dans les huiles végétales en raison de leurs effets positifs sur la stabilité. .

Par ailleurs, les caroténoïdes suscitent beaucoup d'intérêt pour la santé humaine (*RAHMANI, 1990 et AIT YACINE, 2001*).

Selon *LAZZER et al, (2006)*, les carotènes sont des substances chimiques naturelles impliquées dans l'inhibition des mécanismes d'oxydation de l'huile ; leur présence en quantité suffisante dans l'huile permet, en effet, de retarder le phénomène de la photo oxydation et de préserver les indices de qualité de l'huile au cours du stockage.

L'huile « Afia » fraîche analysée dans notre étude, a une très faible teneur en caroténoïdes ; la valeur obtenue est de 0,135 ppm. Cette teneur est légèrement inférieure à celle trouvée par *LOUNI (2016)* sur l'huile « elio » pour laquelle un taux de 0,245 ppm est obtenu.

Cette faible teneur est logique dans la mesure où ces huiles sont commercialisées après raffinage. D'après *MARTY et BERSET (1988)* ; *MINGUEZ-MOSQUERA et JAREN-GALAN, (1995)*, les huiles végétales raffinées en contiennent en général de faibles quantités. Les caroténoïdes sont éliminés en grande partie au cours du raffinage.

L'utilisation de cette huile « Afia » en fritures a accentué la chute de ce constituant dans les huiles de bains de fritures comme le montre la *figure 42*.

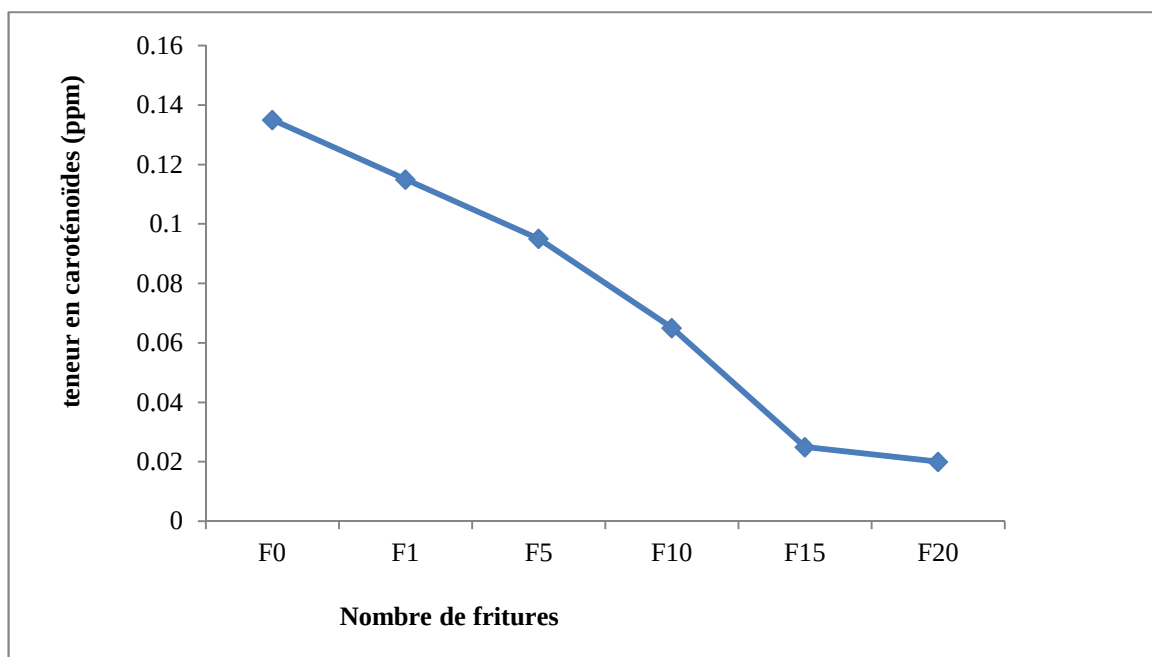


Figure 42 : Évolution de la teneur en caroténoïdes en fonction du nombre de fritures.

La *figure 42* montre que la teneur en caroténoïdes est inversement proportionnelle aux nombres de fritures. Elle diminue rapidement avec l'avancement de ce processus ; à la première friture, la valeur enregistrée est de 0,115 ppm et à la quinzième friture, cette teneur n'est que de 0,025 ppm ; la perte en cet élément devient importante à la vingtième friture pour laquelle une teneur minimale de 0,02 ppm est notée.

Nos résultats concordent avec ceux obtenus par *LOUNI (2016)* sur l'huile « elio » où de faibles teneurs en carotènes ont été enregistrées : 0,22 ppm à la 1^{ère} friture et 0,045 ppm à la 20^{ème} ; et supérieurs à 0,055 ppm pour la 1^{ère} friture et 0,003 ppm pour la 20^{ème} friture, ceux obtenus sur « Fleurial » par *BAZI et OUYED (2016)*.

Cette perte en carotènes durant les cycles de fritures est logique compte tenu de la sensibilité de ce composé mineur à la chaleur. En effet, des recherches ont montré que les pigments caroténoïdes sont facilement dégradés en présence de la lumière et de températures élevées (*MARTY et BERSSET 1988 ; MINGUEZ-MOSQUERA et JAREN-GALAN., 1995*).

L'étude statistique réalisée pour la variable caroténoïde donne une probabilité égale à 0 et qui est inférieure à 0.001 ($p < 0,001$), cela signifie qu'il existe une différence très hautement significative entre les bains de friture, donc les caroténoïdes sont influencées par le

nombre de fritures. Les échantillons sont répartis selon le test de *NEWMAN-KEULS* au seuil de signification de 5% en 6 groupes homogènes A, B, C, D, E et F.

III. Évolution de la fraction saponifiable

III.1. Les analyses physiques

Les résultats des analyses physiques effectuées sur l'huile fraîche et les différentes huiles de bains sont portés dans le *tableau XXIV*.

Tableau XXIV : Résultats de l'évolution de l'humidité et de la densité au cours des fritures.

Nombre de fritures	Humidité(%)	Densité
0	0,028 ^e ± 0,002	0,864 ^c ± 0,004
1	0,039 ^d ± 0,001	0,928 ^a ± 0,002
5	0,04 ^d ± 0,002	0,852 ^d ± 0,003
10	0,079 ^c ± 0,003	0,847 ^d ± 0,003
15	0,088 ^b ± 0,003	0,847 ^d ± 0,004
20	0,102 ^a ± 0,007	0,873 ^b ± 0,002

Ces valeurs sont une moyenne de trois répétitions

III.1.1. 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 « Afia » utilisée dans notre étude expérimentale est caractérisée par une humidité de 0,028% ; cette valeur est inférieure à celle enregistrée par *BELAIDI et BERKANI* (2015) qui est 0.038% avec l'huile « Fleurial ». Par contre, elle est supérieure à celle trouvée par *HAMOUCHE et SANAT*(2015), sur l'huile « elio ». Elle est également supérieure à celle obtenue par *KEBAILI et NEDIL* (2015) sur l'huile « La Belle », soit une valeur 0.023%.

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. Il semble que le groupe « Afia » utilise des températures comprises entre 70 et 90°C dans le processus de raffinage de l'huile brute (*CHAFIKA et al., 2014*).

Le traitement thermique appliqué à notre huile lors de la cuisson des frites au laboratoire dans une friture sans couvercle, a induit une augmentation de l'humidité des huiles

des bains de fritures prélevées régulièrement ; cette humidité augmente au fur et à mesure que le nombre de friture augmente. Les résultats obtenus dans notre étude sont illustrés dans la *figure 43*.

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 CO₂ 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.

Nos résultats sont en concordance avec les résultats obtenus par *BOURICHA et CHERIEF (2014)*, qui ont signalé l'augmentation de ce paramètre dans les huiles de bains de friture menée avec l'huile « Fleurial » et avec ceux obtenus par *HAMOUCHE et SANAT (2015)* utilisant l'huile « elio »

À la première friture, on a enregistré une valeur de 0,039% ; de la première jusqu'à la cinquième, on a noté une augmentation de l'humidité quoi que faible et qui a atteint 0.04% et de la cinquième jusqu'à la dixième, on a noté une très forte augmentation en enregistrant une valeur de 0,079% , de la dixième jusqu'à la vingtième friture, une légère augmentation est obtenue en affichant une valeur de 0,1% au 20^{ème} cycle ; ce taux est supérieur à celui trouvé par *HAMOUCHE et SANAT (2015)* en enregistrant une valeur de 0.056% sur l'huile « elio » ; par contre, « notre » valeur est inférieure à celle donnée par *DAHMOUN et BOUAOUD (2015)* sur la même marque d'huile « elio » avec un taux de 0.180%.

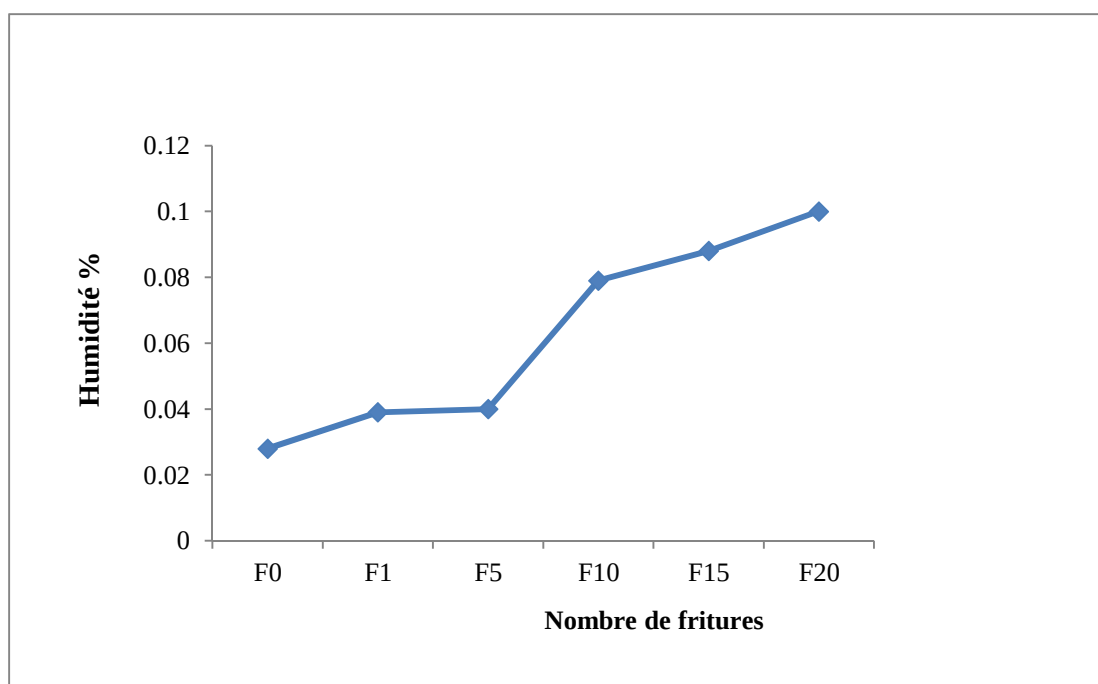


Figure 43 : Évolution de l'humidité en fonction du nombre de fritures.

Cette différence entre « nos » valeurs et celles enregistrées dans les travaux antérieurs menés dans notre département, pourrait être due entre autres à la quantité d'eau apportée par les bâtonnets de frites fraîches avant leur introduction dans la friteuse. Dans « nos » essais, les frites fraîches ne sont pas aussi efficacement séchées, alors que pour celles préparées par *HAMOUCHE et SANAT (2015)* ont été efficacement séchées. En s'appuyant sur ces informations, il semble que *DAHMOUN et BOUAOUD (2015)* n'ont pas bien séché leurs pommes de terre, ce qui justifie l'humidification des frites préparées.

L'étude statistique réalisée pour la variable humidité donne une probabilité égale à 0 et qui est inférieure à 0.001 ($p < 0,001$), cela signifie qu'il existe une différence très hautement significative entre les bains de friture, donc le facteur humidité est influencé par le nombre de fritures. Les échantillons sont répartis selon le test de *NEWMAN-KEULS* au seuil de signification de 5% en 5 groupes homogènes A, B, C, D et E.

II.1.2. Évolution de la densité

La masse volumique est désignée souvent par l'appellation « densité ». La densité d'une huile est influencée par sa composition intrinsèque ; la longueur de la chaîne hydrocarbonée ainsi que l'insaturation de ses AG constitutifs (*KARLESKINID, 1992*). Elle est fonction non seulement de l'insaturation, mais aussi de son état d'oxydation ou de polymérisation. Elle dépend de sa température et de sa composition chimique. La densité des

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

Selon le *Codex alimentarius* (1999), la densité des huiles raffinées se situe entre 0.909 et 0.916. La densité de l'huile «Afia» qu'on a utilisé dans notre expérimentation est de 0,864, cette valeur inférieure à la norme peut être due à sa faible teneur en insaponifiable et aux conditions intrinsèques, notre valeur est inférieure à celle trouvée par DAHMOUN et BOUAOUD (2015) ; et HAMOUCHE et SANAT (2015) qui sont respectivement 0.894 0.908 ces dernier travaillent sur la même marque d'huile qui est l'huile « elio ». Les résultats de l'évaluation de la densité au cours des fritures répétées sont illustrés par la figure 44.

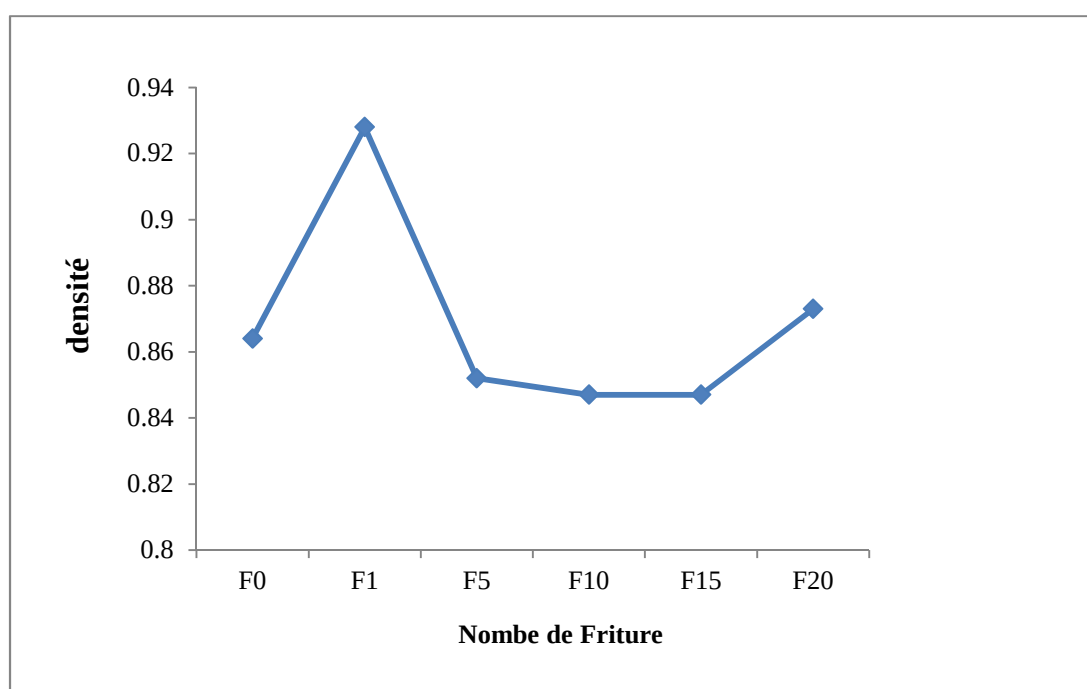


Figure 44 : Évolution de la densité en fonction du nombre de fritures

D'après les résultats illustrés par la figure 44, on remarque d'abord une augmentation de la densité de premier bain de friture par rapport à la valeur trouvée sur l'huile à l'état frais. Cette augmentation peut être due à la formation de composés de haut poids moléculaire lors du processus thermo-oxydatif.

En effet, selon DOBARGANES et MARQUEZ-RUIZ (1996) ; KALOGIANNI et al. (2009), « lors de la friture et du chauffage, des produits de poids moléculaires plus élevés que les triglycérides constitutifs de l'huile à l'état frais sont générés ; ceux-ci proviennent des réactions de polymérisation et d'oxydation catalysées par la température ».

Contrairement à nos résultats, *BOUAOUD et DAHMOUN (2015)* ; *HAMOUCHE et SANAT (2015)* ont remarqué une diminution de la densité du 1^{er} bain de friture menée avec l'huile « elio ». Ils ont expliqué cette diminution par une probable accumulation des produits de faibles poids moléculaire.

De la première à la cinquième friture, on a remarqué une forte diminution de la densité ; cette chute devient légère à la dixième friture. De la dixième à la quinzième friture, la densité se stabilise, ce qui corrobore le résultat trouvé par *BOUAOUD et DAHMOUN (2015)* pour l'huile « elio ». De l'autre côté, on a observé une même augmentation que celle notée par *BOUAOUD et DAHMOUN (2015)*.

Cette élévation peut être expliquée par le déroulement des réactions d'oxydation, d'isomérisation, d'hydrolyse et surtout aux réactions de polymérisation des AG sous l'action combinée de la chaleur (température et durée de chauffage) et de l'oxygène conduisant à la formation des composés de haut poids moléculaire (polymères). Ce phénomène est favorisé dans les bains profonds et à des températures élevées au cours des fritures répétées (*KALOGIANNI et al., 2011*).

L'étude statistique réalisée pour la variable densité donne une probabilité égale à 0 et qui est inférieure à 0.001 ($p < 0,001$), cela signifie qu'il existe une différence très hautement significative entre les bains de friture, donc le facteur densité est influencé par le nombre de fritures. Les échantillons sont répartis selon le test de *NEWMAN-KEULS* au seuil de signification de 5% en quatre groupes homogènes A, B, C et D.

II.1.3. Détermination des taux de composés polaires

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

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

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

certaines réglementations européennes, une huile de friture dépassant 25% de CPT doit être renouvelée. Les valeurs des composés polaires obtenues dans notre étude sont intégrées dans le *tableau XXV*.

Tableau XXV : Formation de composés polaires au cours des fritures.

Nombre de fritures	F0	F1	F5	F10	F15	F20
Taux des composés polaires totaux (%)	6	6	7	8	9	10

Ces valeurs représentent une seule répétition

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

L'évolution de la formation des composés polaires dans les bains durant le processus de friture est illustrée dans la *figure 45*.

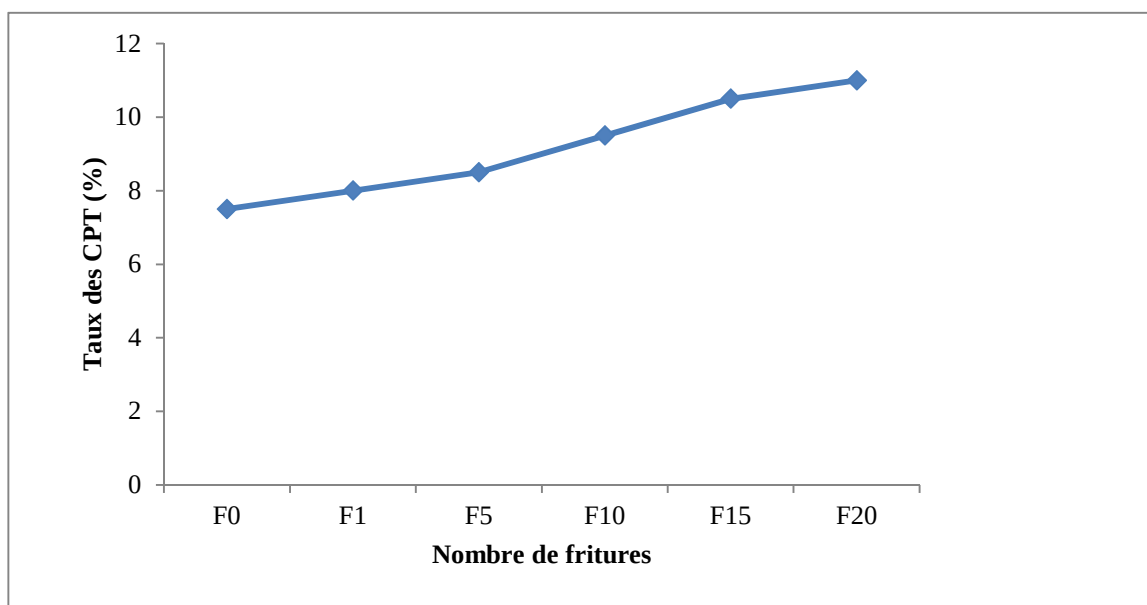


Figure 45 : Évolution de la formation des composés polaires durant les fritures

D'après les résultats obtenus, nous constatons que le taux des CPT varie en fonction du cycle de friture ; on remarque une augmentation continue dans le taux, en allant de 6% à la 1^{ère} friture jusqu'à la valeur de 10% à la 20^{ème} friture. Cette augmentation est similaire à celle trouvée par *LOUNI (2016)* en utilisant l'huile « elio » ; les valeurs augmentent de 8% à

la 1^{ère} friture jusqu'à 11% pour la 20^{ème} friture. Ces valeurs sont nettement inférieures à la norme (moins de 25%), ce qui permettrait d'utiliser cette huile dans d'autres cycles de fritures ; les conditions expérimentales fixées, à savoir un temps de friture court (4 min) et l'utilisation d'une friteuse neuve pourraient expliquer la stabilité de l'huile « Afia » et « elio » durant les vingt fritures, alors que les recommandations portées sur l'emballage de cette huile se limitent uniquement à 10 fritures.

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

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

III.2. Les analyses chimiques

Les résultats des analyses chimiques effectuées sur les différents échantillons d'huiles prélevés des bains ainsi que sur l'huile avant la friture sont portés dans le tableau XXVI.

Tableau XXVI : Résultats des indices chimiques.

Nombre de fritures	Indice de peroxyde (meq O ₂ /kg d'huile)	Indice d'iode (g I ₂ /100g d'huile)	Acidité (%)	Indice de saponification (mg KOH /g d'huile)
0	1.65 ^c ± 0,017	130,25 ^a ± 1,777	0,332 ^f ± 0.023	194.947 ^a ± 1,02
1	2 ^c ± 0,624	128,4 ^a ± 1,777	0.45 ^e ± 0.026	192.143 ^b ± 1.709
5	3,5 ^b ± 0,781	124,1 ^b ± 1,777	0.56 ^d ± 0.053	173,913 ^c ± 0.97
10	1,3 ^c ± 0,2	118,5 ^c ± 2,675	0.67 ^c ± 0.01	166,833 ^d ± 0,882
15	5,4 ^a ± 0.173	114,91 ^d ± 1,777	0.78 ^b ± 0.026	157,083 ^e ± 1,727
20	2,85 ^b ± 0.03	109,27 ^e ± 2,075	0.9 ^a ± 0.017	152,873 ^f ± 2.01

Ces valeurs sont une moyenne de trois répétitions

III.2.1. Évolution 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.

Par ailleurs et selon *BONNEFIS, (2005)*, les peroxydes, représentant les premiers produits d'oxydation, sont des composés chimiquement instables; ces groupes d'atomes visent à stabiliser leur énergie par l'arrachement d'un proton d'une molécule d'AG. Par ailleurs, selon (*BONNEFIS, 2005*), la majorité des AG libérés suite à l'hydrolyse des triglycérides sont oxydés partiellement au cours de la friture en peroxydes.

Selon *ABDULKARIM et al. (2007)*, les peroxydes sont incolores, sans goût particulier ni odeur ; ce sont les produits primaires d'oxydation, ils se forment dans une huile lors des fritures.

D'après les résultats obtenus, on remarque que la valeur de l'indice de peroxyde pour l'huile fraîche est conforme à la norme *ISO 3960*, soit une valeur maximale de 10 meq d'O₂ / kg d'huile. La valeur obtenue est de 1.65 meq d'O₂ / kg d'huile ; cette valeur est proche à celle trouvée par *HAMOUCHE et SANAT (2015)* qui est de 1.833 meqO₂/Kg d'huile « elio », mais nettement inférieure à celle obtenue par *DAHMOUN et BOUAOUD (2015)* ayant travaillé sur l'huile « elio ». Le taux de peroxydes de « notre » huile est inférieur à celui enregistré par *BELAIDI et BERKANI (2015)* en notant une valeur de 7.66 meq d'O₂/Kg d'huile « Fleurial ».

Le taux de peroxydes d'une huile dépend de beaucoup de paramètres, on en cite les conditions de récolte des graines, le type de raffinage adopté et les conditions de stockage et de commercialisation de l'huile.

L'évolution de cet indice durant les essais de fritures fixées dans notre étude est illustrée par la figure 46.

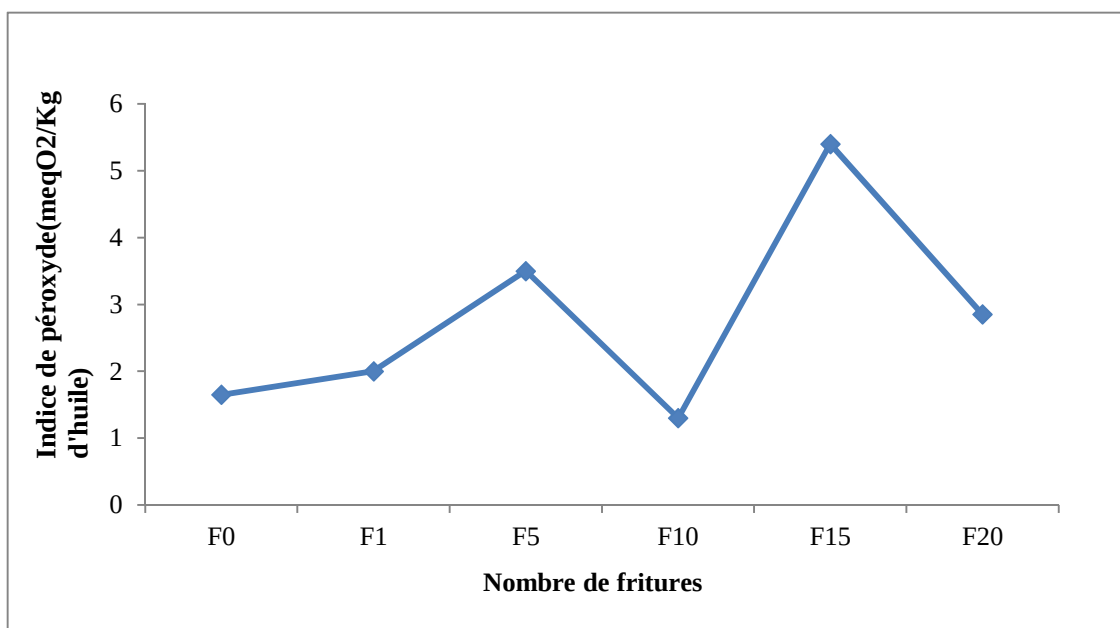


Figure 46 : Évolution de l'indice de peroxyde en fonction du nombre de fritures.

La figure 46 montre que l'indice de peroxyde augmente puis diminue avec l'avancée de la friture. L'indice de peroxyde augmente au cours des fritures répétées 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).

La cinétique de l'indice de peroxyde constatée dans notre étude pourrait être découpée en quatre phases séquentielles :

La première phase (1^{ère} - 5^{ème} fritures)

L'indice de peroxyde affiche une augmentation ; la valeur passe de 1,65 meqO₂ /Kg d'huile fraîche à 2 meqO₂ /Kg d'huile de la 1^{ère} friture) et à 3,5 meqO₂ /Kg d'huile de la 5^{ème} friture. 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.

Cette augmentation est moins prononcée que celle obtenue par HAMOUCHE et SANAT (2015) ayant utilisé l'huile « elio » avec incorporation régulière de l'huile fraîche en enregistrant une valeur de 6,333 meqO₂/Kg d'huile de la 5^{ème} friture. Notre valeur est

également inférieure à celle trouvée par *BOURICHA et CHERIEF (2014)* ayant enregistré respectivement 7 meqO₂/Kg d'huile « Fleurial » fraîche et 15,6 meqO₂/Kg d'huile du premier bain de friture et 19 meqO₂/Kg d'huile de la 5^{ème} friture. Ainsi, l'huile « Afia » semble se peroxyder moins que les huiles utilisées par ces auteurs.

La deuxième phase (5^{ème} - 10^{ème} friture)

Au cours des fritures, les réaction d'oxydation vont s'accroître en donnant naissance à 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 traduite dans notre cas par une diminution de l'Ip. Cette diminution confirme aussi la modification même légère de la qualité organoleptique des huiles des bains de friture et des frites préparées.

L'Ip diminue de 3,5 meqO₂/Kg d'huile de la 5^{ème} friture jusqu'à la 10^{ème} friture pour atteindre une valeur de 1.3 meqO₂/Kg d'huile. Cependant, la même diminution a été obtenue par *AMRANI et AMRIOU (2009)* ; *KECILI et TRACHE (2014)* à la 10^{ème} friture ; leurs valeurs sont respectivement : 2.3 meqO₂/kg d'huile « elio », 3.1 meqO₂/kg d'huile « Fridor » et 3.60 meqO₂/kg d'huile.

Les valeurs obtenues par ces auteurs sont supérieures à celles notées dans notre étude. Les taux de peroxydes les plus élevés sont obtenus par *BOURICHA et CHERIEF (2014)* lesquels ont enregistré un maximum de 15.6 meqO₂/kg à la 10^{ème} friture menée avec l'huile « Feurial ». Cette forte peroxydation est liée à la durée de refroidissement très long appliquée par ces auteurs ; la composition intrinsèque de l'huile est également déterminante ; il semble que l'huile soja (Afia) est plus résistante que l'huile de tournesol (Fleurial).

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*).

La troisième phase (10^{ème} -15^{ème} friture)

Durant cette phase, on a noté une autre augmentation de cet indice en passant de 1.3 meqO₂/Kg d'huile du 10^{ème} bain de friture à 5,4 meqO₂/Kg d'huile de la 15^{ème} friture. Ces valeurs sont nettement inférieures à celles trouvées par *HAMOUCHE et SANAT (2015)*, ayant travaillé sur l'huile de marque « elio » en atteignant une valeur de 10.833 meqO₂/Kg d'huile à la 15^{ème} friture. *DAHMOUN et BOUAOUD (2015)* ont noté la valeur la plus élevée à ce cycle de friture (15^{ème}) menée avec l'huile « elio ».

La quatrième phase (15^{ème} – 20^{ème} friture)

À partir de la 15^{ème} friture, on note une diminution nette de l'indice de l'Ip en chutant de 5,4 meqO₂/Kg d'huile à la 15^{ème} friture jusqu'à 2,85 meqO₂/Kg d'huile à la 20^{ème} friture. Cette diminution peut être expliquée par la disparition des peroxydes qui sont transformés en dérivés volatiles ou non volatiles. Comme pour la phase précédente, le degré de peroxydation de notre huile est inférieur à ceux obtenus par les autres auteurs : *DAHMOUN et BOUAOUD (2015)* ont enregistré une valeur de 66.33 meqO₂/Kg d'huile; *HAMOUCHE et SANAT (2015)* ont noté une teneur de 10.667 meqO₂/Kg d'huile à la 20^{ème} friture.

Selon *PERRIN (1992)*, la scission des radicaux alcoxyles conduit à la formation de nombreuses molécules volatiles, telles que les hydrocarbures, les alcools, les acides carboxyliques, les cétones et les aldéhydes. Ils sont responsables de l'odeur particulière de la friture ; on énumère plus de 200 composés répertoriés.

Cependant, nos valeurs sont inférieures à celles obtenues par *SADOUDI et al. (2014)* sur l'huile « Fleurial » soumise à un traitement thermo-oxydatif à 100°C sans incorporation d'aliment avec addition d'oxygène ; l'indice de peroxyde passe de 5.83 meqO₂/kg d'huile à 152.5 meqO₂/kg d'huile. Cette différence est due au processus oxydatif favorisé par le barbotage de l'air dans l'huile maintenue à une température modérée de 100°C, contrairement à la température de friture plus élevée (180°C) où l'effet du traitement thermique l'emporte sur l'effet de l'oxygène.

L'analyse de la variance donnée par l'*annexe 20*, indique une probabilité inférieure à 0.001 (p=0), ce qui signifie que le nombre de friture a un effet très hautement significatif sur l'huile utilisée et donc sur cet indice. Les échantillons d'huiles de bains de fritures sont regroupés dans trois groupes homogènes A, B et C (*Annexe 21*).

III.2.2. Évolution de l'indice d'iode

L'indice d'iode « Ii » indique le nombre de doubles liaisons ou le degré d'insaturation globale des lipides. Cet indice renseigne sur le degré d'oxydation des huiles, donc, sur leur stabilité oxydative (VINAIXA *et al*, 2005).

Selon KPOVIESSI *et al*, (2004), les valeurs élevées de l'indice d'iode indiquent que ces huiles sont riches en AGI.

Les résultats obtenus montrent que la valeur de l'indice d'iode de l'huile « Afia » fraîche est conforme à la norme nationale, qui doit être comprise entre 120 à 143 g I₂/100g d'huile ; « notre » huile a une valeur de 130,25 g I₂/100g d'huile ; cette valeur est inférieure à celles notées respectivement par HAMOUCHE *et* SANAT (2015) sur l'huile « elio » (134.937) et BELAIDI *et* BERKA (2015) sur l'huile « Fleurial » (141.49). L'huile analysée dans notre étude est, par contre, supérieure à la valeur trouvée par DAHMOUN *et* BOUAOUD (2015) sur l'huile « elio » dont la valeur est de 122.03 g I₂/100g d'huile.

La figure 47 illustre l'évolution de l'indice d'iode en fonction de nombre de friture.

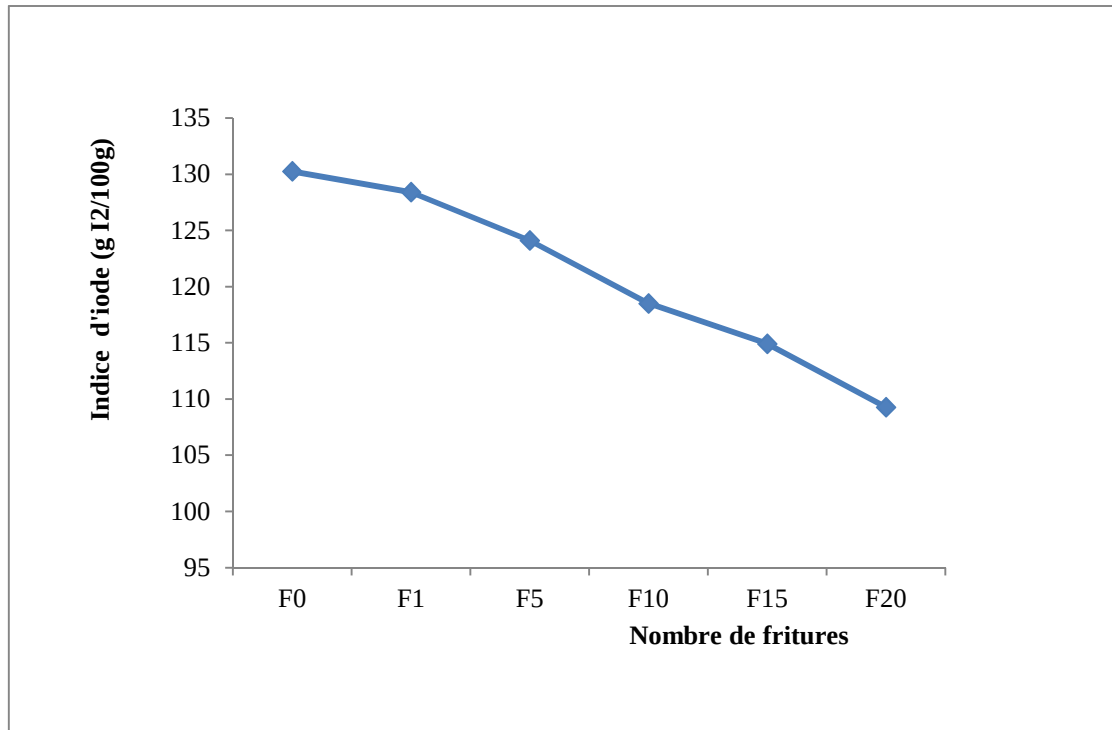


Figure 47 : Évolution de l'indice d'iode en fonction du nombre de fritures.

L'indice d'iode diminue progressivement avec l'augmentation du nombre de fritures ; il passe de 128,4 g I₂/ 100g d'huile de la 1^{ère} friture à 118,5 g I₂/ 100g d'huile pour la 10^{ème} friture et atteint sa valeur minimale de 109,27 g I₂/100g huile à la 20^{ème} friture. Cette diminution est due à la formation des produits d'oxydation lipidiques favorisée par le contact entre le bain d'huile portée à la température élevée et l'oxygène atmosphérique.

Nos résultats sont comparés avec ceux obtenus par *HAMOUCHE et SANAT (2015)* sur l'huile « elio » en obtenant une diminution rapide de cet indice au fur et à mesure que le processus de friture avance ; la valeur diminue de 134.937 g I₂/ 100g d'huile fraîche à 102.154 g I₂/ 100g d'huile de la 10^{ème} friture pour atteindre un minimum de 99.635 g I₂/ 100g d'huile à la 20^{ème} friture.

Cependant, *DAHMOUN et BOUAOUD (2015)* ont noté des valeurs proches des notre ; ils ont enregistré une valeur de 131.347 g I₂/ 100g d'huile de la 1^{ère} friture et une teneur de 110.26g I₂/ 100g d'huile de la 10^{ème} friture ; à la 20^{ème}, un minimum de 89.2 g I₂/100g huile est obtenu.

Par contre, nos résultats sont nettement supérieurs à ceux obtenus par *HAMRANI et NAIT AMER (2012)* sur l'huile « Fleurial », en incorporant régulièrement de l'huile fraîche ; les valeurs enregistrées sont de 61.546 g I₂/ 100g d'huile à la 1^{ère} friture et 51.394 g I₂/ 100g d'huile à la 10^{ème} friture.

Les résultats obtenus par *NEDIL et KEBAILI (2015)* sur l'huile « La Belle », 100% soja, sont aussi en accord avec les notre sur une huile, également, 100% soja ; les valeurs de cette indice diminuent de 128.697 g I₂/100g à 120.13 g I₂/100g d'huile et atteint 111.069 g I₂ / 100g d'huile respectivement pour la 1^{ère} ; 10^{ème} et 20^{ème} friture. Cette perte en acides gras insaturés est plus prononcée dans l'huile « Fleurial » (100% tournesol), ce qui témoigne une forte peroxydation de cette huile par rapport à l'huile de soja.

D'après *GERTEZ, (2008)*, l'indice d'iode est inversement proportionnel au nombre de friture, par la formation des produits oxydés tout en diminuant le nombre de double liaison des chaînes grasses.

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 pour la variable « indice d'Iode » (*Annexe 22*) donne un $p < 0.001$, cela signifie l'existence d'une différence très hautement significative, et que le facteur étudié (nombre de fritures) influe sur l'indice d'iode de l'huile. Le test de *NEWMAN-KEULS* au seuil de 5% répartit ces échantillons analysés en 5 groupes homogènes A, B, C, D et E. (*Annexe 23*).

III.2.3. Évolution de l'acidité

Le critère acidité est un moyen de mesurer le degré d'altération hydrolytique d'une huile ; elle permet de mettre en évidence une hydrolyse.

Il s'agit de mesurer la quantité d'AGL dans une matière grasse alimentaire. Elle est souvent exprimée en quantité d'acide oléique. Elle nous renseigne principalement sur l'altération des TG suite à une hydrolyse chimique ou enzymatique dans des conditions propices (*ADRIAN et al., 1998*).

Dans le processus d'hydrolyse, la molécule de TG réagit avec une molécule d'eau pour donner un AGL et un diacylglycérol (*GUPTA, 2005*). Les AGL sont formés pendant l'oxydation et l'hydrolyse suite à la scission de la molécule de TAG (*PERKINIS, 1996*). Elle est due à la grande quantité d'eau libérée par l'aliment frit, mais également consécutive des hautes températures appliquées (180-220°C) (*WASSEF et NAWAR, 1996*).

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).

Selon *BONNEFIS, (2005)*, les AGL ont tendance à s'oxyder beaucoup plus rapidement surtout lorsqu'ils sont insaturés. C'est pour quoi, l'acidification est accompagnée de l'oxydation.

D'après les résultats obtenus dans notre étude, l'acidité de l'huile fraîche utilisée pour la préparation des frites est supérieure à la norme algérienne (*NA-1169-1990*), qui exige une valeur de l'acidité inférieure à 0.20%. L'huile « Afia » analysée dans la présente a une acidité de 0,332%.

L'acidification d'une huile alimentaire dépend de nombreux paramètres, on en cite le type de raffinage adopté, la qualité des graines oléagineuses, conditions de stockage de ces graines, leur conditionnement, mode d'extraction, transport de l'huile brute, etc.

De plus, l'acidité de « notre » huile est supérieure à celle obtenue par *HAMOUCHE* et *SANAT (2015)* ; *DAHMOUN* et *BOUAOUD (2015)* ayant analysé la même marque d'huile « elio » et *BOURICHA* et *CHERIEF (2015)* pour l'huile « Fleurial », pour lesquelles les valeurs enregistrées sont respectivement de 0.110%, 0.165% et 0,093%. Cependant, l'acidité de notre huile est proche de celle trouvée par *HANNA* et *OUMAOUCHE (2012)* qui ont noté une acidité de 0.31% sur l'huile « Fleurial ».

Les résultats obtenus dans notre étude sont illustrés dans la *figure 48*.

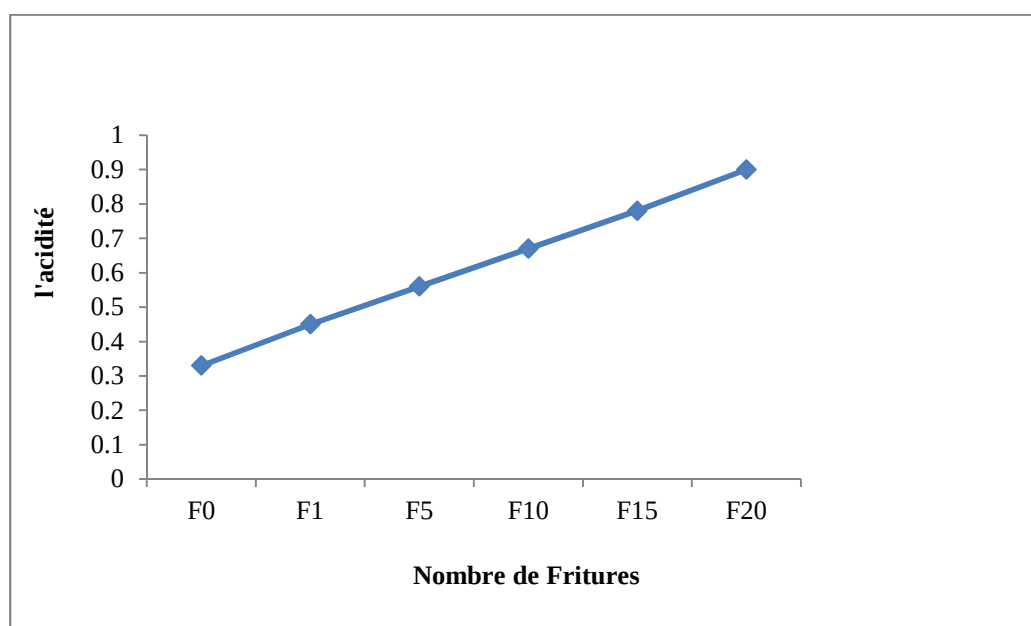


Figure 48 : Évolution de l'acidité en fonction du nombre de fritures.

Cette figure révèle une augmentation de l'acidité au fur et à mesure que le processus de friture avance. L'acidité augmente de 0,332% pour l'huile fraîche à 0.45% à la 1^{ère} friture et 0.9% pour la 20^{ème} friture. Cette augmentation est due à la scission des TG sous l'effet de l'eau apportée par l'aliment frit (dans notre cas l'eau de la pomme de terre) et aussi l'eau dégagée sous forme de vapeur. Cette eau catalyse les réactions d'hydrolyse qui augmentent la teneur en AGL, diacylglycérol, monoacylglycérol et en glycérol (*GERTEZ* et *KOCHAAR, 2001*).

L'évolution de l'acidité des huiles de bains de fritures est, toutefois, similaire à celle notée par *DAHMOUN* et *BOUAOUD (2015)* sur l'huile « elio » ; ils ont noté des valeurs proches des notre en enregistrant des acidités de 0.291% et 0.959% respectivement à la 1^{ère} et la 20^{ème} friture. Nos valeurs sont, cependant, supérieures à celles trouvées par *HAMOUCHE* et

SANAT (2015) où les valeurs enregistrées sont 0.150% à la 1^{ère} et 0.300% à 20^{ème} friture réalisée avec la même marque d'huile « elio » ; elles sont, aussi, supérieure à celles enregistrées par *BELAIDI et BERKANI (2015)* sur l'huile « Fleurial » ; les valeurs d'acidité obtenues sont de 0.103% et 0.308% à la 1^{ère} et 20^{ème} friture. La grande acidification enregistrée dans notre étude par rapport à celles notées dans d'autres mémoires pourrait être due à la faculté de diffusion de l'oxygène de l'air dans les bains de friture menée dans une friteuse sans couvercle et à proximité d'une fenêtre ouverte.

L'analyse de la variance (*Annexe 24*) montre une probabilité inférieure à 0.001 ce qui veut dire que l'acidité varie d'une façon très hautement significative en fonction du nombre de fritures. Les échantillons sont répartis en 6 groupes homogènes *A, B, C, D, E et F* intégrés dans *l'annexe 25*.

III.2.4. Évolution de l'indice de saponification

L'indice de saponification est par définition la quantité en milligramme de potasse nécessaire pour saponifier un gramme de CG. L'indice de saponification renseigne sur la longueur des chaînes d'acides gras constitutifs du CG (*MORDRET, 1992*). Il est inversement proportionnel à la longueur des chaînes des AG estérifiant le glycérol (*ADRIAN et al., 1998*).

D'après les résultats obtenus, la valeur de l'indice de saponification de l'huile « Afia » fraîche est conforme à la norme algérienne, qui stipule une valeur comprise entre 189 – 195 meq KOH / g d'huile. Cette valeur de 194.947 meq KOH / g est supérieure aux valeurs trouvées par *DAHMOUN et BOUAOUD (2015)*, *HAMOUCHE et SANAT (2015)*, et *TRACHA et KCILI (2014)* ayant travaillé sur l'huile « elio », qui sont respectivement de 192.60 meq KOH / g d'huile, 192.583mg de KOH/g d'huile et 192.21 meq KOH / g d'huile.

L'indice de saponification de « notre » huile est également supérieure à celle trouvée par *BOURICHA et CHERIEF (2014)*, sur l'huile « Fleurial », en enregistrant une valeur de 189.78 meq KOH / g d'huile.

Les résultats obtenus sur les différents échantillons d'huile de bain de fritures sont illustrés par la *figure 49*.

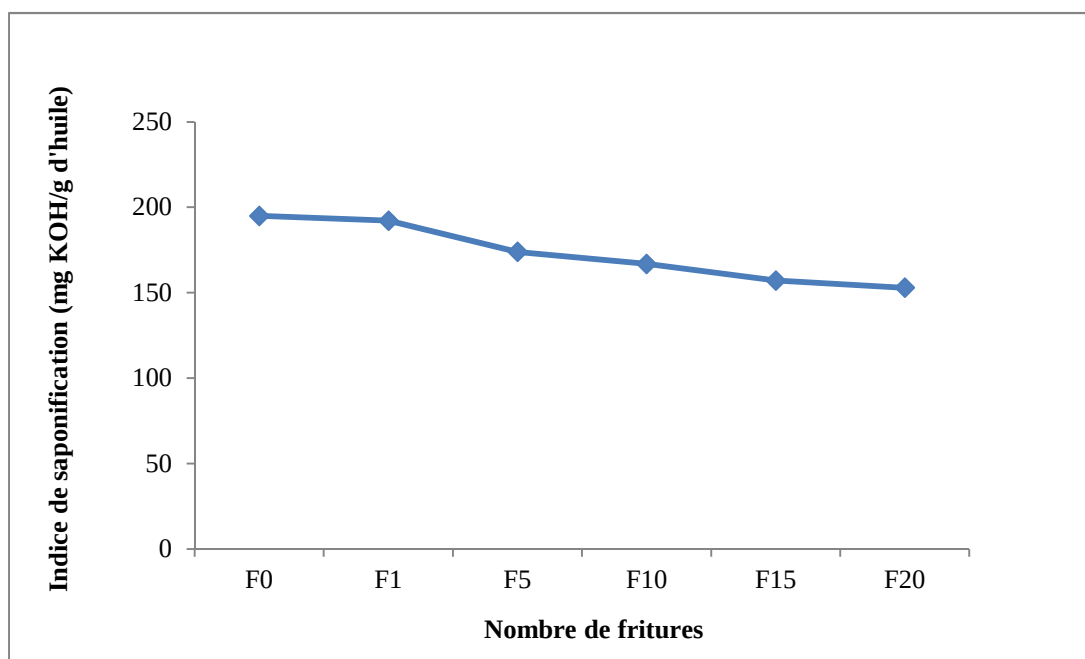


Figure 49 : Évolution de l'indice de saponification en fonction du nombre de fritures.

La présentation graphique des résultats obtenus montre une diminution continuelle de cet indice ; il chute de la valeur de 192.143 mg de KOH / g d'huile de la 1^{ère} friture jusqu'à 152,873 mg de KOH / g d'huile du 20^{ème} bain de friture. Nos résultats sont proches de ceux obtenus par *HAMOUCHE et SANAT (2015)* qui ont noté un abaissement de 192.583 mg de KOH / g d'huile à la 1^{ère} friture jusqu' à 175.829 mg de KOH / g d'huile à la 20^{ème} friture.

Cependant, nos résultats sont inférieurs à ceux trouvés par *GUETTAR et HAMOUNI (2015)* qui ont enregistré une valeur de 222.062mg de KOH / g d'huile à la 1^{ère} friture et de 185.442 mg de KOH / g d'huile à la 20^{ème} friture.

Par contre, *BOURICHA et CHERIEF (2014)* ont noté une augmentation durant les cinq premiers cycles ; cet indice a augmenté de 191.66 mg de KOH / g d'huile du 1^{er} bain vers 193.96 mg de KOH / g d'huile du 5^{ème} bain. A partir de la 6^{ème} friture, l'Is diminue jusqu'à 167.36 mg de KOH / g d'huile à la 10^{ème} friture menée avec l'huile « Fleurial ».

La diminution de cet indice chimique s'explique par la rupture des chaînes d'acides gras avec formation des hydroperoxydes sous l'effet de la chaleur ; ceci entraîne la libération de substances volatiles au cours du chauffage et accentue l'acidité des huiles des bains de fritures (*NJOUENKEU et NAGRASSOUM, 2002*). Ce qui confirme la modification de la qualité organoleptique de l'huile des bains de friture ; dans notre cas, cette altération s'observe à partir de la 7^{ème} friture.

L'analyse de la variance pour la variable « Indice de saponification » portée en *annexe 26*, a révélé une valeur de $p < 0.001$, cela signifie l'existence d'une différence très hautement significative et que le facteur étudié « nombre de fritures » influe sur l'indice de saponification de l'huile. Les échantillons sont répartis en 6 groupes homogènes A, B, C, D, E et F (*Annexe 27*).

Conclusion générale

Conclusion générale

L'objectif central de ce travail est d'évaluer l'effet de l'augmentation du nombre de friture sur la fraction insaponifiable d'une huile végétale raffinée commercialisée sous l'appellation « Afia ». D'autres analyses, comme la qualité organoleptique des bains de fritures et des frites préparées ont été effectuées. De plus, certains critères physico-chimiques non réalisés sur cette huile dans les mémoires antérieurs ont été évalués. L'évaluation de ces paramètres permettrait une meilleure appréciation de l'aptitude d'une huile pour son usage dans les fritures surtout que ces huiles sont polyinsaturées.

Le premier critère analysé concerne l'aspect sensoriel. Il ressort de notre étude que la couleur des bains de friture commence à s'intensifier à partir de la 10^{ème} friture ; les frites préparées dans ce bain sont de couleur sombre avec un goût légèrement piquant.

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

L'autre critère retenu pour déterminer le temps de validité et possibilité de réutilisation d'un bain de fritures concerne le taux des composés polaires. Les recommandations internationales indiquent qu'une huile de bain de friture avec un taux maximal de 25% est jugé dangereuse et par conséquent cette huile doit être remplacée. Dans notre étude, le taux des composés polaires n'augmente que légèrement pour n'atteindre que 10% au 20^{ème} bain de fritures ; cette valeur est très inférieure à la limite tolérée ; les conditions « idéales » fixées dans notre étude expliqueraient en partie cette « faible » altération, contrairement aux conditions « délétères » de préparation des frites dans la restauration rapide (fast-food).

En s'appuyant sur ce résultat, on est tenté de suggérer la possibilité d'utilisation prolongée de cette huile au-delà des dix fritures recommandées. Cependant, l'altération de la qualité sensorielle des derniers bains de fritures et des frites préparées, fait qu'il est raisonnable de respecter les consignes d'utilisation de ces huiles en fritures, compte tenu d'une part de leur carence en molécules anti-oxydantes comme révélé dans notre étude et leur richesse en acides gras polyinsaturés, très sensibles aux réactions d'altération thermo-oxydatives d'autre part.

Il serait judicieux de compléter cette étude en tentant, dans un premier temps, de confirmer les résultats obtenus dans la présente, et réaliser d'autres analyses, comme la chromatographie en phase gazeuse pour estimer la perte en acide linoléique, précurseur de toutes les réactions d'altération de l'huile et suivre également la perte en tocophérols alpha et bêta, principaux composés mineurs antioxydant afin de déterminer la durée de validité des huiles raffinées largement utilisées par les ménages Algériennes dans la préparation des frites.

*Références
bibliographiques*

A

- **ABDULKARIM S.M., LONG K., LAI O.M., MUHAMMAD S.K.S. et GHAZALI H.M. (2007).** Frying quality and stability of high-oleic *Moringaoleifera* seed oil in comparison with other vegetable oils. *Food Chemistry*, (105). pp: 1382 – 1389.
- **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.
- **AIGNAUT. J.C., BITDET. D., GAILLARD. M. et Perronnet. J. (1989).** Stérols et Stéroïdes, Partie. Paris. PP : 11-35.
- **ALAIS C. et LINDEN G. (1997).** Lipides, vitamines in *Abrégé de biochimie alimentaire*. Ed Masson, Paris. PP : 70- 112.
- **ALAIS C. (2003).** Biochimie alimentaire. 5^{ème} édition. Bunod. Paris. PP: 250.
- Lavoisier, Paris.
- **ALFRED TH. (2002).** *Ullman's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 6th Edition, Fats and Fatty Oils*
- **ANDERSEN J.T. et KJØVAPRIS J. (2004).** Environmental assessment of enzymatic biotechnology. Department of Manufacture. Engineering and Management, Technical University of Danmark, August.
- **ANONYME 1, (1999).** LIPIDES, AE/22lipi.doc/27/08/99.
- **ANONYME 2, (2010).** Sciences et Techniques des Aliments, Soumis par M. EL ATYQY la mer, 15/12/2010, Accès internet : [http:// www.azaquar.com](http://www.azaquar.com).
- **ANONYME 3, (1992).** Alimentation et nutrition humaines, Henri Dupin, Jean-Louis Cuq, 1992 ESF éditeur ISBN 2.7101.0892.5 - Google Livre.
- **ANONYME 4, (2009).** Biochimie Agroalimentaire. Accès internet : [http:// www.biochim-agro.univ-lille1.fr](http://www.biochim-agro.univ-lille1.fr).
- **ANONYME 5, (2010).** Guide de contrôle des huiles de friture. [www. Mincommerce.gov. Dz](http://www.mincommerce.gov.dz).
- **ANONYME, 6 (1996).** La biologie du *Glycine max* (L.) Mer. (soja). Cahier parallèle à la Directive 94-08. Critères d'évaluation du risque environnemental associé aux végétaux à caractères nouveaux: 4-5.

- **ANTOLOVICH M., PRENZLER P. D., PATSALIDES E., MCDONALD S. et ROBARDS K. (2002).** Methods for testing antioxidant activity. *Analyst*. **PP:** 127, (1), 183-198.
- **APFELBUM M ; ROMAIN M. et DUBUS M. (2009).** Diététique et nutrition. 7^{ème} édition. Masson, Paris. **PP :** 321 – 334.
- **APARICIO R., APARICIO-RUIZ R. (2000).** Authentication of vegetable oils by chromatographic techniques. *Journal of Chromatography A*. **PP:** 881, 93–104

B

- **BACCOURI B., ZARROUK W., KRICHEN D., NOUAIRI I., BEN YOUSSEF N., DAOUD D., et ZARROUK M. (2008).** Influence of fruit ripening and Crop yield on chemical properties of virgin olive oils from seven selected Oleasters (*Olea europea I*). *J. Agro.*6(3). P:388-396.
- **BAHETTA Y., BENALI A., ELAMRANI A., HARKOUS M., KHALID A. KHIAR M, SERGHINI-CAID H., et TANOUTI K. (2010).** Caractérisation d’huiles d’olive produites dans des coopératives pilotes (Lakrarma et Kenine) au niveau du Maroc Oriental. *Les Technologies De Laboratoire*, 5(18) :18-26.
- **BANSAL G., ZHOU W., TAN T.W., NEO F.L. et LO H.L. (2009).** Analysis of trans fatty acids in deep frying oils by three different approaches. *Food chemistry*, vol.116, pp: 535-541.
- **BAZI SONIA et OUYED KAÏSSA (2016).** Évolution de la fraction saponifiable des huiles végétales au cours des fritures répétées. Mémoire de fin d’étude pour l’obtention du diplôme de master en alimentation humaine et qualité des produits. Université de Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.
- **BELAIDI F. BERKANI M. (2015).** Effet de l’augmentation du nombre de fritures sur la stabilité thermo-oxydative de l’huile « fleurial ». Mémoire d’ingénieur d’état. Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, Algérie.
- **BENAHMED L. et SEGHIER Y. (2014).** Raffinage de l’huile de soja et élimination des acides gras libres au niveau de l’usine d’Afia. Mémoire de projet de fin d’étude pour l’obtention du diplôme de master en génie des procédés. Université des sciences et de la technologie D’ORAN MOHAMED BOUDIAF. **PP:** 6 -16.

- **BENRACHOU N. (2013).** Étude des caractéristiques physicochimiques et de la composition biochimique d'huiles d'olive issues de trois cultivars de l'Est algérien. Mémoire de Doctorat, Université Badji Mokhtar Annaba. PP: 81-90.
- **BEN TEKAYA.I et HASSOUNA M. (2007).** Effets des chlorophylles, du beta carotène, de l'alpha tocophérol, du tyrosol et de leurs interactions sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive tunisienne ; OCL Vol 14 N° 1.
- **BIROT C., FAZEUILH S., GAUD M., GOUBAND M., MORIN O. et PAGES X., et (2010).** Raffinage des huiles et des corps gras et élimination des contaminants. OCL. VOL.17 N° 2. PP: 86 – 99.
- **BLUMENTHAL MM. et STIER RF. (1991).** Optimization of deep-fat frying operations. Trends Food Sci Technol, 2: 144-148.
- **BLUMENTHAL MM. (1994).** Dynamics of deep-fat frying. In: lipid forum, Helsinki, Finlande.
- **BOCKISCH M. FATS and HANDBOOK (1993).** AOCS PRESS. Illinois, États-Unis. PP: 838.
- **BONNEFIS C.S. (2005).** Effets biologiques des peroxydes et approche de la participation des aliments composés à leur apport chez le chien et le chat. Thèse de doctorat. Université Paul-Sabatier de Toulouse, France.
- **BOURAS F. Z. et HOUCHI A. (2013).** Étude de l'activité antioxydante de la plantes *rumex vesicarius l.* Mémoire master académique. Université KASDI MARBAH OUARGLA. Faculté des sciences et technologie et sciences de la matière.
- **BOURICHA Y. et CHERIEF S. (2014).** Évaluation de la stabilité thermo- oxydative de l'huile « Fleurial » aux cours des fritures répétées, faculté des sciences biologiques et des sciences agronomiques, UMMTO, Algérie.
- **BOUTIBA S., HEBBAR CH., KERFOUF S. et MERZOUG D. (2014).** Analyse du risque alimentaire au niveau de l'industrie agroalimentaire de la ville d'Oran de l'Ouest algérien. PP: 310.
- **BOYD B. , FORD C., KOEPKE MICHAEL C,GARY K ,HORN E , MCANALLEY S, et MCANALLEY B. (2003) .** Étude pilote ouverte de l'effet antioxydant d'Ambrotose AOTM sur des personnes en bonne santé .Glycoscience and nutrition .4(6). PP: 7.

- **BRULE G., CROGUNENNEC T., JEANTET R., et SCHUCK P. (2006).** Science des aliments : Biochimie-Microbiologie-Procède-Prouduits.toml. Edition : Tech et Doc, Lavoisier, Paris. PP : 95-120.
- **BUDIC-LETO T. et LOVRIC J. (2002).** Food technol and Biotechnol. 40(3), 221-225.
- **BELMONTE VEGA A., CAÑABATE-DÍAZ B., CARRETERO S, GUTIÉRREZ F., FRENICH G., MARTINEZ VIDAL J.L., MARTOS D. (2007).** Separation and determination of sterols in olive oil by HPLC-MS, *Food Chemistry*, 102, 593–598.

C

- **CAUSERET J. (1982) :** chauffage des CG et risques de toxicité. Cah. Nut. Diet, Vol.17 ; N°1. PP: 19-33.
- **CHAZAN J.B. et SZULC M. (1987).** Free radicals and vitamin E, Cah. Nutr. Diet. V.2266-70.
- **CHEFTEL H. et CHEFTEL J-C. (1977).** Les principaux systèmes biochimiques alimentaires comportement au cours des traitements in introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. PP: 252 – 254.
- **CHEFTEL J.C. (1980).** Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments Paris, Tome 1 et 2.
- **CISSÉ N., DESTAIN.J., TINE.E. et THONART.P. (2010).** Étude comparative des composés phénoliques, du pouvoir antioxydant de différentes variétés de sorgho sénégalais et des enzymes amylolytique de leur malt. Biotechnol. Agron. Soc. Environ. 14(1), 131-139.
- **CODEX ALIMENTARIUS (1993).** Avant-projet de norme pour les huiles végétales portant un nom scientifique. compréhension des mécanismes des maladies et potentiel thérapeutique. *Actualité en chimie*.
- **COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS (1999).** Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires comite du codex sur les graisses et les huiles, Seizième session, Londres (Royaume-Uni), 8-12 mars 1999.
- **COSSUT J. (2002).** Les corps gras : Entre tradition et modernité. Projet réalisé dans le cadre de DESS en QUALIMAPA. Université des sciences et technologies de Lille-Institut agroalimentaire de Lille.

- **COSSUT M. (2007).** Suivi de contrôle de la matière première des huiles végétales ; Thèse d'ingénieur en science alimentaire, université de Bejaia
- **CUVELIER C., DOTREPPE O., ISTASSE L. et (2003).** Chimie, sources alimentaires et dosage de la vitamine E Ann. Méd. Vêt. 147, 315-324.
- **CUVELIER et CABARAUX J.F. (2004).** Acide gras : nomenclature et sources alimentaires. Formats PDF, ([http://www.facmv.ulg.ac.be /amv/articles/2004-148-3-03.pdf](http://www.facmv.ulg.ac.be/amv/articles/2004-148-3-03.pdf)).

D

- **DANA D. and SAGUY I. S. (2003).** Integrated approach to deep fat frying: engineering, nutrition, health and consumer aspects. Food Chemistry, 50:143-152
- **DAYTON C. (2004).** Bungerentabilise la demucilagination enzymatique. Raffinage physique enzymatique. Biotimes. PP: 4-5.
- **DEBRUYNE, I. (2001).** Soja: transformation et aspects industriels. Techniques de l'ingénieur. F6030. PP: 1-12.
- **DENISE J. (1982).** Composition des huiles alimentaires brutes in raffinage des corps gras. Paris, Mesthock. Ed Beffois. PP: 80-100.
- **DENISE J. (1992).** Raffinage des corps gras. In: Manuel des corps gras. Tome 2. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. PP: 789-88.
- **DOBARGANES M.C. et MARQUEZ-RUIZ G. (1996).** Dimeric and higher oligomeric triglycerides. In: Perkins, E.G., Erickson, M.D. (Eds.), deep frying. Chemistry, Nutrition and Practical Applications. AOCS Press, Illinois. PP: 89-111.
- **DOBARGANES C. and VELASCO J. (2002).** Oxidative Stability of Virgin olive Oil. Eur. J. Lipid. SCI. Technol.y (104). PP : 104- 661- 676.
- **DUPIN H. et CUQ J-L. (1992).** Alimentation et nutrition humaines.ESF éditeur ISBN 2.7101.0892.5 - Google Livre.

E

- **ERICKSSON D.R. et WIEDERMANNL.H. (1980).** **Handbook** of soy oil processing and utilization. PP: 14-17
- **ESCALANTE-TEN M. et MAÏGA A. (2012).** Production et transformation du maïs, La collection Pro-Agro (Cameroun).

- **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

- **FARHOOSH R. et TAVASSOLI-KAFRANI M.H. (2010).** Polar compounds distribution of sunflower oil as affected by unsaponifiable matters of Bene hull oil (BHO) and tertiary-butylhydroquinone (TBHQ) during deep-frying. Food Chemistry, vol.122, pp: 381 – 385.
- **FAO/OMS (1993).** Les graisses et huiles dans la nutrition humaines: Rapport d'une commission mixte d'experts, Rome 19-26 Oct.
- **FRENOT M ; et VIERLING E. (2001).** Biochimie des aliments : Diététique du sujet bien portant. 2^{ème} édition : Doin éditeur. PP: 79-94.
- **FRANKEL (1998).** Problèmes de stabilité des produits alimentaires lés à la présence des lipides. In : lipides et corps gras alimentaires. Edition : tec et Doc, Lavoisier, Paris, PP: 51.
- **FRANKEL E.N. (1998).** Lipid oxidation. The Oily Press vol. 10.
- **FREDOT E. (2005).** Connaissance des aliments : base alimentaire et nutritionnelle de la diététique. Edition : Tec et Doc, Lavoisier, Paris. PP: 296-320.
- **FUJIMOTO K. (1994).** Natural antioxidants, in Antioxidants. In: Niki E, shimasaki H, Mino M. Free Radical and Biological Defense. Japan Sci Soc Press. PP: 107-115.

G

- **GERMAN J.B. et KINDELLA J.E. (1985).** Lipid oxidation in fish tissue, enzymatic initiation via lipoxygénase. Journal of agricultural and food chemistry, Vol 33. PP: 680-683.
- **GERTZ C. (2008).** Optimum deep frying, from the Food Industries Association of Austria, F.I.A.A. from June. PP: 125-135.
- **GLADINE C., EUNIER N., ADELINE B., LUCILE B., PAGES X., GAUD M. E., FLOTTER Z., METIN A., ROSSIGNOL N., CANO J. et CHARDIGNY M. (2010).** Preservation of micronutrients uring rapeseed oil refining: A tool to optimize the

health value of edible vegetable oils. Rationale and design of the Optim Oils randomized clinical trial. Contemporary Clinical Trials.

- **GRAILLE J. (2003).** Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec et Doc. Lavoisier. Paris.
- **GRANDGIRARD et SEBEDIO J.L. (1989).** Cyclic fatty acids: natural sources. Vol 28. PP: 303. Formation during heat treatment, synthesis and biological properties. Prog. Lipid. Res.
- **GRANDGIRARD A. et JULLIARD(1987).** Influence de divers paramètres sur la dégradation des huiles végétales au cours du chauffage : nature de l'huile, température et durée de chauffage. RECG, N° 34. PP: 213.
- **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.
- **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.
- **GUILLÈN M.D. et URIARTE P.S. (2011).** A very simple, fast, and non-destructive approach to predict the time at which edible submitted to high temperature reach the established limits of safety. Food Chemistry, vol. 127, pp: 802-806
- **GUIRAUD J.P. (2003).** Microbiologie alimentaire. Edition: Dunod, Paris. PP: 143.
- **GUPTA M.K. (2005).** Frying oils. Bailey's industrial oil and fat products. 6^{ème} édition. John Wiley & Sons, Inc. PP: 1-23.

H

- **HENRY S. (2003).** L'huile d'olive, son intérêt nutritionnel, ses utilisations en pharmacie et en cosmétique ; thèse de doctorat; université Henri Poincaré- NANCY 1 ; faculté de pharmacie.
- **HAMRANI S. et NAIT 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
- **HALLAL Z. (2011).** Contribution à l'étude des propriétés antibactériennes et antioxydantes de certaines huiles essentielles extraites des Citrus. Application sur la

sardine (*Sardina pilchardus*). Mémoire de Magister, Université Mouloud Mammeri De Tizi-Ouzou.

- **HULTIN H.O. (1992).** Lipid Oxidation in Dish Muscle. In advances in seafood biochemistry: Composition and quality Flick, (Eds). Technomics Publishing Compagny Inc., PP: 99-122.

J

- **JACQUES B. (2010).** Le soja, conseil & formation santé- relations humaines.
- **JACOB V. (2010).** Spectroscopie Infrarouge. In : Les principaux aspects de la spectroscopie IRTF, (35), pp : 22-26.
- **JEANTET R., CROGUENNEC T., SHUCK P et BRULE G., 2006.** Science des aliments-Biochimie-Microbiologie-Procédés-Produits. Vol1. Stabilisation biologique et physico-chimique. Ed. Tec&Doc, ISBN 2-7430-0833-4. Paris, Lavoisier. P:197-223;
- **JUÁREZ M.D. (2011).** Degradation in soybean oil, sunflower oil and partially hydrogenated fats after food frying, monitored by conventional and unconventional methods. Food Control, vol.22, pp : 1920 – 1927.
- **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 VOL. 11N°6.

K

- **KAHOULI I. (2010).** Effet antioxydant d'extraits de plantes (*laurus nobilis* L., *rosmarinus officinalis*, *origanum majorana*, *oléa europea* l.) dans l'huile de canola chauffée. Thèse doctorat, université de Laval, Quebec. PP: 84-95-111.
- **KALOGIANNI E.P., KARASTOGIANNIDOU C. et KARAPANTSIOS T.D. (2011).** Effect of presence and absence of potatoes under repeated frying conditions on the composition of palm oil. Journal of the American Oil Chemists' Society 86 (6). PP: 561-571.
- **KARLESKIND A. et WOLFF J.P. (1992).** Manuel des corps gras Edition Technique et Documentation Lavoisier, Paris. Pp : 1579.

- **KARLESKIND A. (1992).** Principaux constituants chimiques des corps gras, propriétés chimiques des corps gras. In : Manuel des corps gras Tome 1. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. PP: 95-358.
- **KUEHNAU J (1976).** The flavonoids. A class of semi-essential food components: their role in human nutrition. *World Rev Nutr Diet*, 24: 117-191.

L

- **LABUZA T, DUGAN L. (1971).** Kinetics of lipid oxidation in foods. *CRC Critical Reviews in Food Technology* ; 2 : 355-405.
- **LAISNEY J. (1992).** Obtention des corps gras. In Manuel des corps gras. Volume 1. Ed. Tec et doc. Lavoisier. PP: 695-768.
- La Qualité Et Son Évolution Dans Le Poisson Frais, Édité par H.H. Hus, Laboratoire de technologie, Ministère de l'agriculture et des pêches, Danemark ; FAO1999.
- **LAZZER A. COSSENTINI M. KHLIF M. et KARRAY B. (2006).** Étude de l'évolution des stérols, des alcools aliphatiques et des pigments de l'huile d'olive au cours du processus de maturation. *Journal de la société chimique de Tunisie*. 8. PP: 21-32.
- **LISU W., JUI-HUNG Y., HSIAO-LING L. et WUL M.J. (2003).** Antioxidant effect of methanol extracts from Lotus Plumule and Blossom (*Nelumbonucifera* Gertn). *Journal of food and Drug Analysis*. 11(1): 60-66.
- **LOUNI OUIZA (2016).** Évolution de la fraction insaponifiable d'une huile végétale raffinée au cours des fritures répétées. Mémoire de fin d'étude pour l'obtention du diplôme de master en management de la qualité totale et sécurité des aliments. Université de Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.

M

- **MANSOURI A. et OURA-HMOINE F. (2000).** Effet des huiles de tournesol thermoxydées sur le foie et les lipides sérique chez le rat en croissance. Mémoire de fin de cycle d'ingénieur d'état en technologie alimentaire INA (Institut National Aragonique El-Harrach).
- **MAURO A. (2003).** Chemical-Physical characteristics of olive oils, Technical course for Olive oil testers. Organization National Assaggiatori Olio di Olive. PP: 1 – 26.

- **MARTY C., Berset C. (1988).** Degradation products of trans-beta-carotene produced during extrusion cooking. *J Food Sci*; 53: 1880-6.
- **MASSON L., ROBERT P., LGOURIETA M., ROMERO N. et ORTIZ J. (1999).** Fat deterioration in deep fat frying of “French fries” potatoes at restaurant and food shop sector, 50, pp : 460 – 468.
- **MASSON O. (2002).** Biochimie : les bases biochimiques de la diététique. Edition : Tech et Doc, Lavoisier, Paris. PP: 81-83.
- **MECLEMENTS D. J., DECKER E., DAMODARAN S., PARKIN K. et FENNEMA O. R. (2007).** Lipids. In *Fennema's Food Chemistry*, Fourth ed., Eds. CRC Press: New York,
- **MIGNOLET G. (1968).** Technologie des aliments. Ed : Pantyn, Bruxelles. Pp :78-79
- **MILLER L.A. et WHITE P.J. (1988).** High temperature stabilities of low linolenate, high stearate and common soybean oils. *J.A.O.C.S. VOL 8*. PP: 1324-1326.
- **MILLER N., POGANGA G., RICE-EVANS CA. (1999).** The polyphenolic content of fruit and vegetables and their antioxidant activities, what does a serving constitute? *Free Radical Res*, 30: 153-162.
- **MINGUEZ-MOSQUERA M.I., JAREN-GALAN M. (1995).** Kinetics of the decolouring of carotenoid pigments. *J Sci Food Agric* 67: 153-61.
- **MOHTADJI et LAMBALLAIS, C. (1989).** Les aliments. Ed. Maloine. PP: 94-102.
- **MÖRSEL J-T. et RAMADAN M. F., (2003).** Analysis of glycolipids from black cumin (*Nigella sativa* L.), coriander (*Coriandrum sativum* L.) and Niger (*Guizotia abyssinica* Cass.) oilseeds, *Food Chemistry*, 80, 197–204
- **MORDRET F. (1992).** Analyse des corps gras. In : Manuel des corps gras. Edition : Tec & Et Doc, Lavoisier, Paris. PP: 1147-1182.
- **MUSTAPHA, A. et STAUFFER, C. (2002).** Les matières grasses destinées aux produits de boulangerie. *American Soybean Association*. N°23: 4-20.

N

- **NAUDET M. (1977).** Principaux constituants chimiques des corps gras. In : Manuel des corps gras. Edition : Tec et Doc, Lavoisier, Paris. PP: 69-74.
- **NDÉYE ANTA K. (2001).** Étude de la composition chimique et de la qualité d'huiles végétales artisanales consommées au Sénégal. Le grade de docteur en pharmacie

(diplôme d'état), faculté de médecine, de pharmacie et d'odonto-stomatologie (Université CHEIKH anta diop de DAKAR).

- **NESMEY ANOV. A.N. NESMEY ANOV. N.A. (1980).** Fundamentals of organic chemistry, Vol. 4; Mir Publishers, Moscow.
- **NJOUENKEU R. et NAGRASSOUM M. (2002).** Étude comparative de la valeur en friture de quelques huiles végétales (comprative study of fring behaviour of som végétale oils). Jurnal of Food engineering, (121). PP: 211-125.

O

- **O'BRIEN R.D. (2009).** Fat and oils: formulating and processing for applications. 3^{ème} Edition. CRC Press, USA. PP: 43-47.
- **OLLÉ 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

- **PERRIN J.L. (1992).** Évolution des corps gras au cours de leur utilisation alimentaire. In : Manuel des corps gras. Edition : Tec et Doc. Lavoisier. Paris. PP: 1015-1031.
- **PERRIN J.L. (1992).** Analyse des corps gras. Détermination de l'altération. In : Manuel des corps gras. Tome 2. Edition : Tec et Doc, Lavoisier, Paris. PP: 1198-1216.
- **PERRIN J.L., (1992).** Les composés mineurs et les antioxygènes naturels de l'olive et de son huile. Revue française des corps gras. N° 39. P25-32.
- **PICARD, D. (1991).** Physiologie et production du maïs. Paris, Éditions Quae, pp. 15-78.
- **PLATON, J. F. (1988).** Raffinage de l'huile de soja. *American Soybean Association* N°19: 3-30.
- **POISSON J.P. et NARCE M. (2003).** Corps gras alimentaires : Aspects chimiques, biochimiques et nutritionnels. In : Lipides et cors gras alimentaires. Edition : Tec Doc, Lavoisier, Paris.

- **POKORNY J. (2003).** Problème de stabilité des produits alimentaires liés à la présence des lipides. In : lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec et Doc, Lavoisier, Paris. PP: 51-74.
- **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.
- Publication du conseil supérieur de la santé N°8310, sécurité des huiles et graisses, Janvier 2011. PP : 11.

R

- **RAHMANI M. (2007).** Méthode d'évaluation de la stabilité oxydative des lipides. In : les technologies de laboratoire. N°2. Pp : 18-21.
- **RAOULT-WACK A.L, TRYSTRAM G. et VITRAC O. (2003).**). Procédé de friture et produits frits. In : Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. PP: 231-269.
- **RENE O. et PATRICE J. (1979).** L'équilibre alimentaire : le document de la croix rouge française paris, Flammarion, 245P.
- **RIBÉREAU-GAYON P. (1968).** Les composés phénoliques des végétaux.
- **RAWLS B.R., ANSANTEN P. V,** Tel. Letters, 14, 1675 (1968).
- **ROLLAND H. (2004).** Antioxydants naturels végétaux, OCL VOL. 11 N° 6.

S

- **SURAI, P.F., VITAMIN E. (2002).** In: SURAI P.F., Natural antioxidants in avian nutrition and reproduction. Nottingham University Press: Nottingham. PP: 27-128.

T

- **TOUITOU Y. (2005).** Biochimie. Lipides et corps gras alimentaires, édition technique et alimentaire.
- **TRACHE M et KECILI A. (2014).** Étude comparative de la stabilité oxydative de cinq huiles de tables au cours des fritures répétées. Mémoire d'ingénieur. Université Mouloud Mammeri.

- **TREMOLEIRES J. (1980).** Manuel d'alimentation humaine. Tome 1 : les bases d'alimentation Ed : E.S.F. Paris. P 553.Tizi-Ouzou, Algérie.

U

- **UCCIANI E. (1995).** Nouveau Dictionnaire des Huiles Végétales. Composition en Acides Gras., Tec et Doc, Lavoisier. Paris. PP: 125-128.
- **UZZAN A. (1984).** Propriétés et emploi des huiles et graisses. In « Manuel d'alimentation humaine » JACQUOT.R, et al. Tome 2, Edition : ESF, Paris. PP : 226-230.
- **UZZAN A. (1992)** Olive et huile d'olive. In « Manuel des corps gras » Karleskind, A. Tome 1, Ed : Lavoisier, Paris. PP : 221-228.

V

- **VANSANT G. (2004)** radicaux libres et antioxydants: principe de base .symposium «Antioxydants et, alimentation » Institut Danone
- **VARELA G. (1998).** Current facts about the frying of food. In: VARELA G, Bender AE, Morton ID, Frying of Food: Principles, Changes, New Approaches. VCH Publisher, New York, 9-23.
- **VERLEYAN T. (2002).** Stability of minor components during vegetable oil refining. Applied biological sciences: Chemistry. University of Gent. Gant. PP: 277.
- **VIERLING E. (2003).** Aliments et boissons : Filière et produits. 2eme édition : Doin éditeur. PP : 187-208.

W

- **WOLFF J.P. (1968).** Manuel d'analyse des corps gras. Paris, Azoulay. PP: 517.
- **WANASUNDARA P. K. J. P.D.; SHAHIDI F. (2005).** Antioxidants: Science, Technology, and Applications. In *Bailey's Industrial Oil and Fat Products*, Vol. 1, 6th ed.; SHAHIDI, F., Ed. John Wiley and Sons, Inc.: Hoboken, New Jersey. PP: 431-489.

X

- **XAVIER PAGÈS et XATART-PARÈS. (2012).** Technologies des corps gras (huiles et graisses végétales). Tec hniques de l'Ingénie. F 6070 – 10.

Y

- **YAACOUB R., (2009).** Impact nutritionnel et sanitaire de la torréfaction des fruits et graines oléagineux ; Intérêt de la fluorescence comme outil de contrôle des composés néoformés ; thèse de doctorat ; N° 2009 AGPT 0048 ; Institut des sciences et industries du vivant et de l'environnement (agro Paris Tech).
- **YANG J.G. et al. (2006).** Degumming of Vegetable Oil by a New Microbial Lipase. Food Technol. Biotechnol. 44 (1). PP: 101-104.

Annexes

Les modes opératoires

I. La fraction insaponifiable

Annexe 01 : Détermination de la teneur en composés phénoliques

Matériel

- Tubes à essai
- Pipettes et micro- pipettes
- Béchers
- Balance analytique
- Spectrophotomètre

Réactifs

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

Mode opératoire

Préparation de la gamme étalon de l'acide gallique

- Préparer une solution mère d'acide gallique : 1mg d'acide gallique dans 100ml de MeOH/eau (5/95) ;
- Préparer à partir de la solution mère, des solutions diluées de 5ml aux concentrations suivantes : 8mg/l ; 6mg/l ; 4mg/l ; 2mg/l ;
- Ajouter à chaque solution 0.5ml folin ciocalteu. Laisser reposer 3min ;
- Ajouter 1ml de bicarbonate de sodium (35%). Agiter et Compléter avec MeOH/eau (5/95) jusqu'à 25ml ;
- Laisser 1h à l'obscurité. Ensuite mesurer l'absorbance à 725nm ;
- Réaliser en parallèle un essai à blanc.

Dosage des composés phénoliques dans l'huile

- Peser 2.5g d'huile, ajouter 5ml d'hexane et 5ml de la solution MeOH/eau (5/95) ;
- Agiter vigoureusement pendant 2min et laisser reposer 5min jusqu'à la séparation de deux phases ;
- Récupérer 0.5ml de la phase aqueuse, la diluer dans 4.5ml de MeOH/eau (5/95) ;
- Ajouter 0.5ml de réactif de folin cioalteu, 1ml de bicarbonate de sodium et compléter avec MeOH/eau (5/95) jusqu'à 25ml ;
- Laisser reposer 1h à l'abri de la lumière ;
- Mesurer l'absorbance à 725 nm.

Annexe 02 : Détermination de la teneur en chlorophylles et en caroténoïdes

Matériel

- Béchers
- Balance analytique
- Spectrophotomètre

Réactif

- Cyclohexane

Mode opératoire

- Peser 7.5g d'huile et la dissoudre dans 25ml de cyclohexane ;
- Mesurer l'absorbance à 670nm pour les chlorophylles ;
- Mesurer l'absorbance à 470nm pour les caroténoïdes.

II. La fraction saponifiable

II.1. Les analyses physiques

Annexe 03 : Détermination de l'humidité

Matériel

- Balance analytique avec précision de 0.0001g.
- Béchers.
- Étuve isotherme à 103±2°C.

- Dessiccateur contenant un déshydratant (le gel de silice).

Mode opératoire

- Régler l'étuve à $103 \pm 2^\circ\text{C}$;
- Sécher un bécher en verre, le refroidir dans un dessiccateur puis le peser (soit m_0 son poids) ;
- Peser 5g d'huile dans ce bécher (soit m_1 son poids) ;
- Placer le bécher contenant l'échantillon dans l'étuve pendant 1heure ;
- Sortir le bécher, le refroidir dans le dessiccateur et peser une autre fois le bécher avec le résidu (soit m_2 son poids) ;

Annexe 04 : Détermination de la densité

Matériel

- Balance de précision.
- Pipette graduée de 10 ml.
- Bécher de 50ml.

Mode opératoire

- Prélever à l'aide d'une pipette graduée 10ml d'huile ;
- Les verser dans un bécher de 50ml de poids connu (m) ;
- Mettre le bécher sur la balance de précision et noter le poids de l'échantillon d'huile (m_0) ;
- Refaire la même expérience avec de l'eau distillée et noter le poids (m_1).

Annexe 05 : Mesure des composés polaires totaux

Matériel

- Plaque chauffante
- Bain marine
- Testo 270

Mode opératoire

- Chauffer les échantillons d'huiles à une température comprise entre 40 et 210°C ;
- Allumer l'appareil, et plonger le capteur de celui-ci dans l'huile chaude de telle façon que les trous d'aération soient complètement couverts ;

- Tenir le Testo 270 dans l'huile à un angle d'environ 45°C afin l'air puisse s'échapper ;
- La lecture de pourcentage en PCT est notée à la stabilisation de la température qui s'affiche en parallèle (environ 5 secondes).

II.2. Les indices chimiques

Annexe 06 : Détermination de l'indice de peroxyde

Matériel

- Erlenmeyers
- Pipettes graduées
- Béchers
- Balance analytique
- Burette

Réactifs

- Chloroforme.
- Acide acétique.
- Solution aqueuse saturée d'iodure de potassium exempte d'iode et d'iodates.
- Solution aqueuse de thiosulfate de sodium à 0.01N.
- Solution d'empois d'amidon à 1%.

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 (solution aqueuse saturée préparer juste avant son emploi) ;
- 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 apparaît ;
- Titre l'iode libéré jusqu'à la décoloration complète avec la solution de thiosulfate de sodium à 0.01N, soit V ce volume ;
- Faire en parallèle un essai à blanc sans matière grasse ;

Annexe 07 : Détermination de l'indice d'iode (AFNOR NFT 60-203)

Matériel

- Erlenmeyers (ou ballons à fond plat)
- Béchers
- Balance analytique
- Pipettes
- Agitateur magnétique
- Burette

Réactifs

- Thiosulfate de sodium (0.1N)
- Empois d'amidon
- Iode alcoolique (0.2N)
- Éthanol à 96%

Mode opératoire

- Peser 0,2g d'huile ;
- Ajouter 10 ml d'éthanol, puis 10 ml d'iode alcoolique (0.2N), après 30 ml d'eau distillée ;
- Agiter vigoureusement pendant 5 min et placer à l'abri de lumière pendant 30 min (environ) ;
- Titrer avec le thiosulfate de sodium (0.1N) jusqu'à l'apparition de coloration jaune ;
- Ajouter à la solution 1 ml de la solution d'amidon à 1% pour avoir une coloration bleu foncée ;
- Continue à titrer la solution par le thiosulfate de sodium jusqu'à la disparition de la couleur bleue ;
- Effectuer de la même façon un essai à blanc.

Annexe 08 : Détermination de l'acidité

Matériel

- Erlenmeyers
- Burette
- Pipette graduée
- Balance analytique
- Agitateur magnétique

Réactifs

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

Mode opératoire

- Dissoudre une prise d'essai (10g) dans 50ml 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 09 : Détermination de l'indice de saponification

Matériel

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

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

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

L'analyse statistique

Annexe 10 : Analyse de la variance des composés phénoliques.

	S.C.E	DDL	C.M.	F Obs.	PROBA	E.T.	C.V.
Var. Facteur (Friture)	0,001	5	0	32,318	0		
Var. Résiduelle	0	12	0			0,002	24,19%
Var. Totale	0,001	17	0				

Annexe 11 : Les groupes homogènes issus de l'analyse statistique des composés phénoliques de l'huile de friture.

F1	Libelles	Moyennes	Groupes homogènes		
1.0	f0	0,017	A		
2.0	f1	0,013		B	
3.0	f5	0,006			C
4.0	f10	0,005			C
5.0	f15	0,003			C
6.0	f20	0,002			C

Annexe 12 : Analyse de la variance des chlorophylles.

	S.C.E	DDL	C.M.	F Obs.	PROBA	E.T.	C.V.
Var. Facteur (Friture)	0,214	5	0,043	23,8	0,00001		
Var. Résiduelle	0,022	12	0,002			0,042	20,20%
Var. Totale	0,236	17	0,014				

Annexe 13 : Les groupes homogènes issus de l'analyse statistique des chlorophylles de l'huile de friture.

F1	Libelles	Moyennes	Groupes homogènes			
1.0	f0	0,39	A			
2.0	f1	0,27		B		
3.0	f5	0,22		B	C	
4.0	f10	0,21		B	C	
5.0	f15	0,13			C	
6.0	f20	0,04				D

Annexe 14 : Analyse de la variance des caroténoïdes.

	S.C.E	DDL	C.M.	F Obs.	PROBA	E.T.	C.V.
Var. Facteur (Friture)	0,034	5	0,007	1188,063	0		
Var. Résiduelle	0	12	0			0,002	3,14%
Var. Totale	0,034	17	0,002				

Annexe 15 : Les groupes homogènes issus de l'analyse statistique des caroténoïdes de l'huile de friture.

F1	Libelles	Moyennes	Groupes homogènes					
1.0	f0	0,135	A					
2.0	f1	0,115		B				
3.0	f5	0,095			C			
4.0	f10	0,065				D		
5.0	f15	0,025					E	
6.0	f20	0,02						F

Annexe 16 : Analyse de la variance de l'humidité.

	S.C.E	DDL	C.M.	F Obs.	PROBA	E.T.	C.V.
Var. Facteur (Friture)	0,014	5	0,003	256,847	0		
Var. Résiduelle 1	0	12	0			0,003	5,31%
Var. Totale	0,014	17	0,001				

Annexe 17 : Les groupes homogènes issus de l'analyse statistique de l'humidité de l'huile de friture.

F1	Libelles	Moyennes	Groupes homogènes				
6.0	f20	0,102	A				
5.0	f15	0,088		B			
4.0	f10	0,079			C		
3.0	f5	0,04				D	
2.0	f1	0,039				D	
1.0	f0	0,028					E

Annexe 18 : Analyse de la variance de la densité.

	S.C.E	DDL	C.M.	F Obs.	PROBA	E.T.	C.V.
Var. Facteur (Friture)	0,014	5	0,003	350,998	0		
Var. Résiduelle	0	12	0			0,003	0,33%
Var. Totale	0,014	17	0,001				

Annexe 19 : Les groupes homogènes issus de l'analyse statistique de la densité de l'huile de friture.

F1	Libelles	Moyennes	Groupes homogènes				
2.0	f1	0,928	A				
6.0	f20	0,873		B			
1.0	f0	0,864			C		
3.0	f5	0,852					D
5.0	f15	0,847					D
4.0	f10	0,847					D

Annexe 20 : Analyse de la variance de l'indice de peroxyde.

	S.C.E	DDL	C.M.	F Obs.	PROBA	E.T.	C.V.
Var. Facteur (Friture)	34,39	5	6,878	38,525	0		
Var. Totale	36,533	17	2,149				
Var. Résiduelle	2,142	12	0,179			0,423	15,18%

Annexe 21 : Les groupes homogènes issus de l'analyse statistique de l'indice de peroxyde de l'huile de friture.

F1	Libelles	Moyennes	Groupes homogènes		
5.0	f15	5,4	A		
3.0	f5	3,5		B	
6.0	f20	2,85		B	
2.0	f1	2			C
1.0	f0	1,65			C
4.0	f10	1,3			C

Annexe 22 : Analyse de la variance de l'indice d'iode.

	S.C.E	DDL	C.M.	F Obs.	PROBA	E.T.	C.V.
Var. Facteur (Friture)	992,429	5	198,486	49,426	0		
Var. Résiduelle	48,19	12	4,016			2,004	1,66%
Var. Totale	1040,619	17	61,213				

Annexe 23 : Les groupes homogènes issus de l'analyse statistique de l'indice d'iode de l'huile de friture.

F1	Libelles	Moyennes	Groupes homogènes				
1.0	f0	130,25	A				
2.0	f1	128,4	A				
3.0	f5	124,1		B			
4.0	f10	118,5			C		
5.0	f15	114,91				D	
6.0	f20	109,27					E

Annexe 24 : Analyse de la variance de l'acidité.

	S.C.E	DDL	C.M.	F Obs.	PROBA	E.T.	C.V.
Var. Facteur (Friture)	0,666	5	0,133	156,452	0		
Var. Résiduelle	0,01	12	0,001			0,029	4,74%
Var. Totale	0,676	17	0,04				

Annexe 25 : Les groupes homogènes issus de l'analyse statistique de l'acidité de l'huile de friture.

F1	Libelles	Moyennes	Groupes Homogènes					
6.0	f20	0,9	A					
5.0	f15	0,78		B				
4.0	f10	0,67			C			
3.0	f5	0,56				D		
2.0	f1	0,45					E	
1.0	f0	0,332						F

Annexe 26 : Analyse de la variance de l'indice saponification.

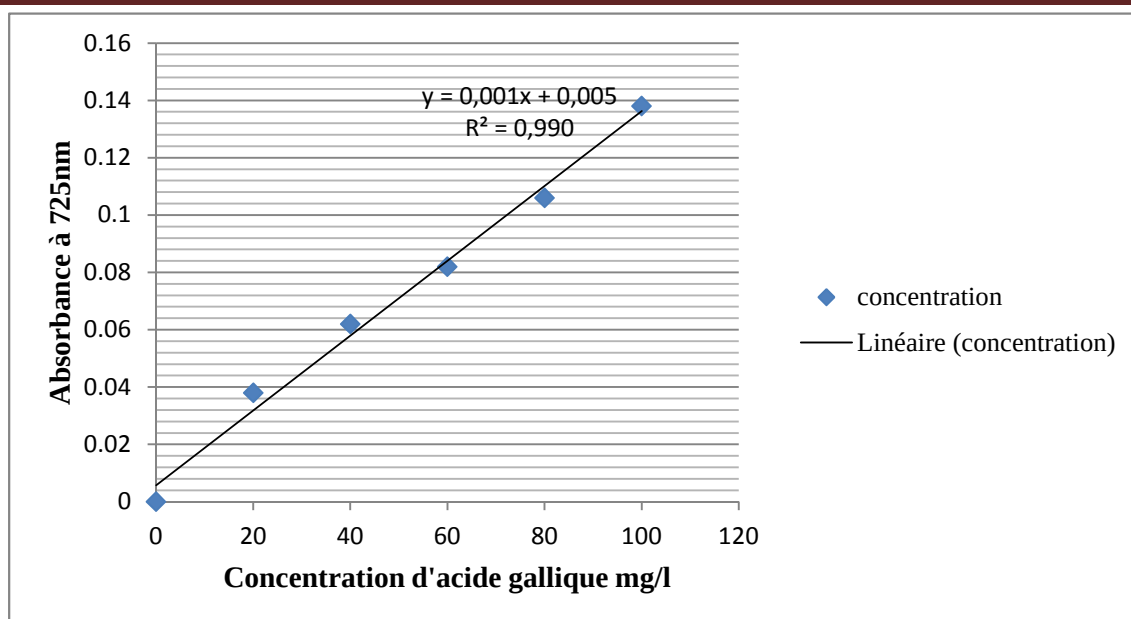
	S.C.E	DDL	C.M.	F Obs.	PROBA	E.T.	C.V.
Var. Facteur (Friture)	4636,197	5	927,239	437,975	0		
Var. Résiduelle	25,405	12	2,117			1,455	0,84%
Var. Totale	4661,602	17	274,212				

Annexe 27 : Les groupes homogènes issus de l'analyse statistique de l'indice de saponification de l'huile de friture.

F1	Libelles	Moyennes	Groupes Homogènes					
1.0	f0	194,947	A					
2.0	f1	192,143		B				
3.0	f5	173,913			C			
4.0	f10	166,833				D		
5.0	f15	157,083					E	
6.0	f20	152,873						F

Annexe 28 : courbe d'étalonnage pour le dosage des composés phénoliques.

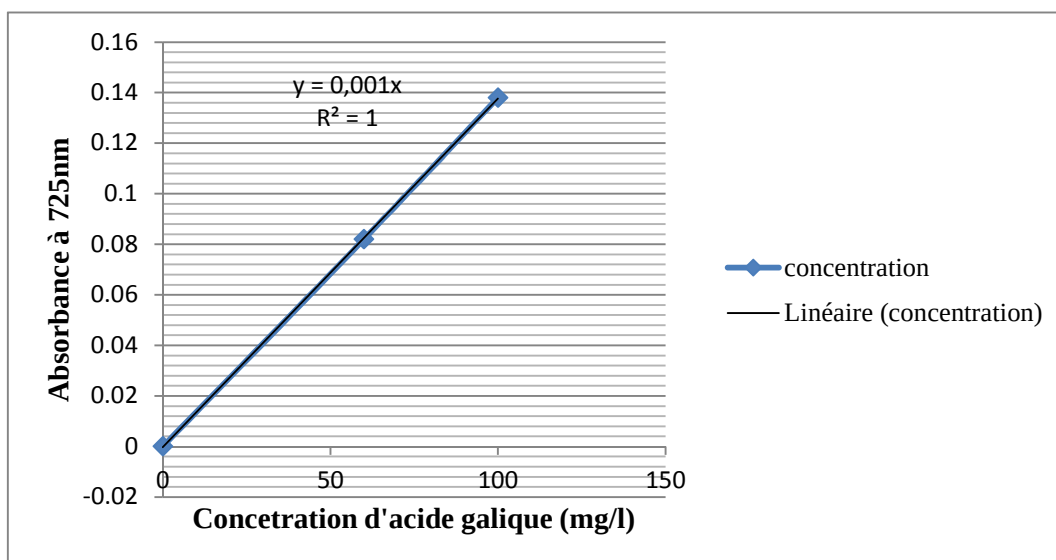
ppm	0	20	40	60	80	100
concentration	0	0,038	0,062	0,082	0,106	0,138



Remarque :

Pour obtenir une courbe droite on a supprimé quelques valeurs.

ppm	0	60	100
concentration	0	0,082	0,138



On utilise cette équation pour calculer la teneur en composés phénoliques : **$Y = 0,001x$**

Résumé

L'étude de la résistance ou la sensibilité de l'huile raffinée de marque « Afia » lors de son utilisation en fritures répétées a été menée en suivant l'évolution des constituants de sa fraction saponifiable et insaponifiable. Il ressort de la présente une diminution logique de la teneur en composés phénoliques, dotés de pouvoir antioxydant. Cependant, le taux de composés polaires augmente graduellement le long des cycles de fritures, sans pour autant atteindre le seuil retenu par les organismes internationaux, fixé à 25%. À la 20^{ème} friture, ce taux n'est que 10%, ce qui permettrait d'entrevoir d'autres cycles de fritures. Les conditions fixées dans notre étude sont de loin favorables et protectrices à l'égard de l'huile par rapport à celles en vigueur dans les restaurants et les fast-foods.

Mots clés : huile « Afia », friture, insaponifiable, composés polaires.

Summary

The study of the resistance or sensitivity of refined oil brand "Afia" when used in repeated frying was conducted by following the evolution of the components of his fraction saponifiable and unsaponifiable. According to this logic decreased content of phenolic compounds with antioxidant power. However, the rate of polar compounds gradually increases along fries cycles without reaching the threshold set by international organizations, set at 25%. At the 20th frying, this rate is only 10%, allowing a glimpse of other fried cycles. The conditions laid down in our study are far from favorable and protective towards oil compared to those in effect in restaurants and fast food.

Keywords: oil "Afia", frying, insaponifiable, polar compounds.