

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

UNIVERSITÉ « MOULOU D MAMMERI » DE TIZI OUZOU
Faculté des Sciences Biologiques et des Sciences Agronomiques
Département des Sciences Agronomiques



Mémoire de fin de cycle



En vue de l'obtention du diplôme de Master en Sciences alimentaires
Option : Agro-alimentaire et contrôle de qualité

Thème

*Effet du traitement thermo-oxydatif sur les
caractéristiques physico-chimique de
l'huile raffinée « Labelle ».*

Proposé et dirigé par :

M. SADOUDI R.

Présenté par :

M^{elle} CHEKROUNE Farida

M^{elle} MOKRANI Thileli

Devant le jury :

Président : M. AMIR Y.

Examineur : M. BENGANA M.

Année: 2020/ 2021

Remerciements

On remercie Dieu le tout puissant de nous avoir donné la volonté d'entamer et de terminer ce mémoire.

*Tout d'abord, ce travail ne serait pas aussi riche et n'aurait pas pu avoir le jour sans l'aide de l'encadreur **Mr SADOUDI.R**, on le remercie pour la qualité de son encadrement exceptionnel, pour sa patience, sa rigueur et sa disponibilité durant notre préparation de ce mémoire.*

*Nous tenons à remercier **Mr AMIR .Y**, professeur à la faculté d'agronomie à l'UMMTO, c'est un grand honneur de l'avoir comme président de jury.*

*Nous voulons également de remercier **Mr BENGANA. M**, chargé de cours à la faculté d'agronomie à l'UMMTO, d'avoir accepté d'examiner notre travail.*

*Nous remercions à **Mr METNA.B**, enseignant au département d'agronomie à l'UMMTO, pour l'aide que nous a apportée dans l'étude statistique.*

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

Dédicaces

*J'ai l'honneur de dédier ce travail
à mes très chers parents pour leurs sacrifices et leurs
soutient de tout long de ma vie et auxquels je ne
rendrais jamais assez*

Mes chers frères et sœurs

Ma chère amie et camarade Thileli et toute sa famille.

Farida

Dédicaces

*A mes très chers parents, source de vie, d'amour et
d'affection.*

A mes chers frères, source de joie et de bonheur.

A toute ma famille, source d'espoir et de motivation.

*A toutes mes amies tout particulièrement ma camarade
Farida.*

A vous chers lecteurs.

Thileli

Liste des abréviations

A : Acidité.

AFNOR : Association française de normalisation.

AG : Acide gras.

AGL : Acide gras libre.

AGPI : Acide gras poly insaturé.

AGS : Acide gras saturé.

AH : Antioxydant.

A_w : Activité de l'eau.

BHA : Butylhydroxytoluène.

BHT : Butylhydroxyaniole.

CG : Corps gras.

CIC : Crédit industriel et commercial.

COGB : Complexe corps gras Bejaïa.

ECN : Espèce chimique nouvelle.

I_i : Indice d'iode.

I_p : Indice de peroxyde.

TG : Triglycéride.

SPA : Société par action.

Liste des figures

N°	Titre	Page
1	Formation d'un triglycéride	3
2	Plante de soja	8
3	Gousse verte de soja	8
4	Graine de soja	9
5	Schéma générale des réactions d'auto-oxydation des AGI	14
6	Mécanisme d'initiation de la peroxydase lipidique par activité lipoxygénasique	15
7	Evolution de la vitesse d'oxydation en fonction de l'activité de l'eau	18
8	Réaction de rupture par l'antioxydant	21
9	Rupture de la réaction d'oxydation des lipides	22
10	Friteuse électrique	26
11	Les échantillons d'huile prélevés	27
12	Etuve	30
13	Dessicateur	30
14	Le viscosimètre	32
15	Evolution de l'acidité de l'huile en fonction de temps de chauffage	34
16	Evolution de l'indice de peroxyde en fonction de temps	36
17	Evolution de l'indice d'iode en fonction de temps de chauffage	38
18	Evolution de la densité en fonction de temps de chauffage	40
19	Evolution de la viscosité en fonction de temps de chauffage	42
20	Evolution de l'humidité en fonction de temps de chauffage	44

N°	Titre	Page
I	Composition en AG de l'huile de soja	09
II	Principale constante physico-chimique de l'huile de soja	10
III	Bilan mondiale du soja	10
IV	Les propriétés des principaux antioxydants	23
V	Composition et conseil d'utilisation de l'huile étudié	25
VI	Le temps de prélèvement des échantillons	26
VII	Evolution de l'acidité de l'huile chauffée	33
VIII	Evolution de l'indice de peroxyde de l'huile au cours du chauffage	36
IX	Evolution de l'indice d'iode de l'huile durant le chauffage	38
X	Evolution de la densité de l'huile pendant le chauffage	40
XI	Evolution de la viscosité de l'huile durant le chauffage	42
XII	Evolution de l'humidité de l'huile pendant le chauffage	43

Introduction

Introduction

Les corps gras alimentaires comprennent les huiles et les graisses d'origine animale et végétale (PLATON, 1988). Ils jouent un rôle important dans l'alimentation humaine. Elles apportent des lipides très riches en calories, en vitamines liposolubles et en sels minéraux (DENISE, 1982).

L'huile, extraite de graines et de fruits oléagineuses; est utilisée principalement comme huile de table. Les huiles alimentaires provenant d'une grande variété de source sont aussi utilisés dans l'industrie alimentaire ; elles rentrent dans la composition d'une grande variété de produits alimentaires ; elles sont un important moyen de cuisson (CHEN *et al.*, 2012).

L'huile de soja contient des acides gras mono-insaturés, les acides linoléique et α -linoléique indispensables à l'organisme humain. Elle apporte aussi la vitamine E et les minéraux (PLATON, 1988).

Les caractéristiques d'une huile alimentaire de qualité se manifeste par un goût neutre, une bonne stabilité, une grande résistance à l'oxydation et une couleur claire. Cette qualité peut diminuer par l'oxydation des lipides qui est une cause majeure de dégradation des huiles alimentaires lors de leurs conditionnements, conservation et stockage et cuisson.

Dans le cas du chauffage des huiles, les phénomènes oxydatifs mettent en jeu des réactions complexes, qui associent une dégradation oxydative (auto-oxydation) et une dégradation thermique. Ces réactions ont des effets sur les caractéristiques fonctionnelles, nutritionnelles et organoleptiques de l'huile, et peuvent aboutir à la formation des composés nocifs pour la santé (CHIMI *et al.*, 1990).

Notre travail vise à déterminer l'effet du chauffage de l'huile de soja de marque « labelle » produite et commercialisée par l'unité « C.O.G.B » labelle spa. Cet huile est soumise à un traitement thermique à la température de 180C° pendant 8h de chauffage en continue dans une friteuse a couvercle ouvert. Des échantillons de cette huile sont prélevés après un temps de 30min, 2h, 4h, 6h et 8h ; ils ont subis des analyses physico-chimiques. les résultats obtenues sont soumis à une analyse statistique à l'aide de logiciel STAT BOX pour suivre l'évolution de la qualité de cette huile durant toute la période de chauffage.

Pour cela notre document mémoire est ordonné comme suit : nous avons commencé par une synthèse bibliographique dans laquelle nous avons conçu trois chapitres : le premier concerne des généralités sur les huiles végétales, le deuxième est dédié aux altérations alimentaires et le troisième est consacré aux antioxydants.

Dans la deuxième partie, nous décrivons les modes opératoires réalisés pour la détermination des caractéristiques physico-chimiques de l'huile de soja (acidité, indice de peroxyde, indice d'iode, l'humidité, densité, viscosité). Dans la troisième partie nous avons discuté les différents résultats obtenus et enfin, le document se termine par une conclusion générale.

Chapitre I

Huiles végétales

I. Généralités sur les huiles végétales

I.1. Historique et définition

L'huile est utilisée depuis des siècles, bien que les premières matières grasses utilisées par l'homme proviennent de la graisse fondue des animaux. La première utilisation de l'huile n'est pas à des fins alimentaires, mais comme combustible servant à l'éclairage.

On appelle couramment «huile végétale» tout corps gras (CG) extrait d'une plante oléagineuse (KAIEBECK, 2019). L'huile végétale est une matière grasse (MG), onctueuse et épaisse, souvent liquide à température ambiante et qui est insoluble dans l'eau. Les huiles se composent des lipides formés de triglycérides (TG) formés de molécules d'acides gras (AG) estérifiés sur le glycérol (un alcool).

Ce sont des composants majeurs de l'énergie de l'organisme de l'Homme, car les MG fournissent des calories en grand nombre. Les huiles les plus importantes sont : les huiles de soja, colza, olive, ricin, tournesol, palme.

I.2. Composition chimique

La composition d'une huile varie en fonction de la plante oléagineuse dont elle est issue. (KAIEBECK, 2019). Les MG végétales sont essentiellement constituées par des AG représentés par les TG à un pourcentage de 90% à 99%. A ces AG s'ajoutent d'autres constituants non glycéridiques, appelés constituants mineurs (acides gras libres, insaponifiables).

I.2.1. Composés majeurs

Les composés majoritaires d'une huile végétale sont :

-les triglycérides résultent de l'estérification d'une molécule de glycérol par trois molécules d'AG. Si les trois molécules sont identiques, le triglycéride formé est homogène. Les triglycérides hétérogènes contiennent deux ou trois acides gras différents (GARETTE, 2000).

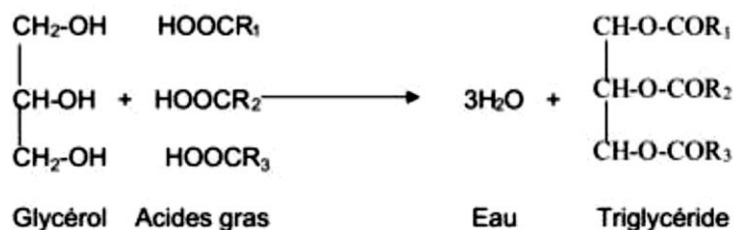


Figure 1 : Formation d'un triglycéride.

Les AG abrégés, R1, R2 et R3 peuvent être identiques ou différents (DESAGHER, 1998).

-les AG sont des acides carboxyliques aliphatiques à chaîne linéaire ; les AG d'origine naturelle comportent entre 4 et 22 atomes de carbone. Il existe plus de mille AG mais seulement une vingtaine d'entre eux se retrouvent de façon significative dans les huiles commerciales ; les plus abondants dans les huiles sont des AG à nombre paire d'atome de carbone (*BENSLIMANE, 2020*).

Les AG insaturés (AGI) prédominent dans l'huile que les AG saturés (AGS), notamment l'acide oléique et linoléique qui représentent respectivement des taux de 45% et 35% des AG totaux (*BENSLIMANE, 2020*).

I.2.2. Composés mineurs

Les huiles végétales renferment également une petite quantité d'AG libres (AGL), de phospholipides, et sont constitués d'éléments très variés, qui sont dévisés en deux fractions : une fraction insaponifiable (elle ne réagit pas avec une base pour donner du savon) regroupe :

une fraction soluble dont les composés sont innombrables et responsables, non seulement d'une grande partie des propriétés des huiles, mais également de leur goût et de leur trouble (exemples : phénols simples et poly phénols...). Une majeure partie des caractéristiques biologiques des huiles, sont attribuées à la partie insaponifiable les tocophérols, stérols, pigment, les hydrocarbures.

Les stérols sont des stéroïdes comprenant au moins un groupement hydroxyle (OH) dans la plupart des cas sur le carbone 3. Selon l'origine biologique, on peut classer les stérols en quatre répartitions, les stérols animaux, végétaux (phytostérols), stérols des champignons inférieurs (mycostérols) et les stérols des algues (*GAIGNAUT et al., 1989*).

Les stérols constituent une fraction importante des insaponifiables car ils représentent de 30% à 70%, les lipides végétales renferment en générale de 2 à 5 stérols (*JAWAD et al., 1984*) ; le β -sitostérols est présent dans toutes les huiles végétales (*BENSLIMANE, 2020*).

Les tocophérols sont parmi les antioxydants naturels les plus efficaces en raison de leur contribution à la stabilité oxydative des huiles végétales (provitamine E). L'effet protecteur des tocophérols à l'oxydation est d'autant plus important que la concentration de ces composés est plus élevée. Ce dernier se manifeste essentiellement dans les premières heures de la photo-oxydation (*RAHMANI, 1989*).

Parmi les pigments colorant, les caroténoïdes, plus particulièrement le β -carotène, sont des précurseurs de la vitamine A, présents généralement à de faibles quantités au niveau des huiles végétales non raffinées ; ils font partie de la coloration des huiles (*BENSLIMANE, 2020*). Il est considéré parmi les inhibiteurs les plus efficaces de la photo-oxydation induite

par les pigments chlorophylliens. L'effet protecteur de β -carotène ne se manifeste qu'à des teneurs supérieures à 1 mg / kg d'huile (*RAHMANI et SADIK, 1989*).

Les chlorophylles sont des pigments verts des végétaux ; ils jouent un rôle fondamental dans la photosynthèse. Elles sont liposolubles notamment du fait de la présence de la chaîne *phytyle*. Ils sont à l'origine de la couleur verte des huiles. Ces pigments se dégradent facilement sous l'action de la lumière par la perte d'atome de magnésium (*GRAILLE, 2003*).

Les composés phénoliques sont d'une grande diversité et ils sont abondants dans l'huile d'olive. Ces composés responsables du goût amer et fruité de l'huile, se trouvent sous forme d'esters dans les glucosides. Au cours de la maturation du fruit et de la trituration de l'huile, il se produit des réactions d'oxydation et d'hydrolyse de ces composés, principalement par une catalyse enzymatique, ce qui conduit à des composés phénoliques libres (*VASQUEZ RONCERO, 1978*).

Les hydrocarbures présents dans les huiles végétales sont à chaîne linéaire ou cyclique, saturées ou insaturée. Le squalène est considéré comme étant le représentant essentiel des hydrocarbures. Les caroténoïdes font aussi partie des hydrocarbures insaturés (*PERRIN, 1992*).

Les phospholipides sont des composés naturels présents dans les huiles végétales ; ils sont constitués de molécule de glycérol estérifiée par deux acides gras et la 3^{ème} place estérifiée par un acide phosphorique qui est associé à un sucre ou une amine. Ils jouent un rôle dans la constitution d'interface membranaire de transporteurs d'AG et d'émulsifiants en raison de leur polarité (hydrophilie liée à la fonction amine ou phosphore, hydrophobie liée à la fonction d'acide gras) (*CAMCIUC, 1997*).

Les propriétés des phospholipides permettent leur large utilisation aux niveaux des agro-industries, par contre ces mêmes propriétés gênent les procédés de raffinage, c'est pour ça qu'ils sont éliminés. Les phospholipides peuvent améliorer la stabilité oxydative des huiles en agissant en synergie avec les autres antioxydants présents dans les huiles végétales. La teneur des huiles brutes en phospholipides dépend du mode de trituration et de la qualité de la matière première. Ils sont absents dans les huiles concrètes (palme, coprah) et peuvent représenter 3% dans l'huile de soja (*NISRINE, 2014*).

I.3. Classification

Les huiles végétales sont classées selon la longueur de la chaîne de carbone de ses acides gras : chaîne courte (C6-C8), chaîne moyenne (C10-C12) et chaîne longue (C14-C18) comme elles peuvent être saturées (complètement hydrogénées, sans aucune double liaison) ou insaturées (avoir une, deux ou trois doubles liaisons de configuration *cis* (ELSIVIER, 2019)).

Les huiles végétales sont classées aussi selon leurs indices d'iode : huile dite saturées avec un indice d'iode de 5-50, telles lauriques (coprah, palmiste, babassu) ; palmitiques (palme, buruti) et stéariques : karité. Les huiles mono-insaturées (semi-siccative) à indice d'iode de 50 à 100, telle oléique (olive, colza, arachide). L'huile di-insaturée (semi-siccative) à indice d'iode entre 100 et 150, telle linoléique (tournesol, coton, maïs, soja). Enfin, l'huile tri-insaturées avec un indice d'iode >150, telle linoléique (lin), éléostarique (huile de bois de chine) (BENSLIMANE, 2020).

I.4. Propriétés physico-chimiques des huiles

I.4.1. Propriétés physiques

Le point de fusion permet d'apprécier le degré de pureté d'un CG. Il dépend de degré d'insaturation et de la longueur de la chaîne carbonée. Le point de fusion augmente avec la longueur de la chaîne hydrocarbonée.

Les acides gras insaturés ont un point de fusion inférieur à celui des acides gras saturés (FRENOT et VIERLING, 2001). Les huiles à l'état naturel ne présentent jamais un point de fusion, mais une zone de fusion (LINDEN et LORIENT, 1994).

Pour la solubilité, tous les acides gras dont le nombre de carbone est supérieur à 8 sont insolubles dans l'eau et généralement solubles dans les solvants organiques, tel que l'éther, le chloroforme et le benzène (FRENOT et VIERLING, 2001).

La densité est le rapport de masse d'un certain volume d'huile par la masse de même volume d'eau distillée ; elle doit être toujours inférieure à 1 (FORMO, 1979).

La viscosité est liée à leurs structures à la structure des AG (longueur de la chaîne et saturation) ; elle augmente avec le poids moléculaire et diminue avec l'augmentation de nombre d'insaturations et de la température.

I.4.2. Propriétés chimiques

L'hydrolyse d'un corps gras conduit à la libération d'un ou plusieurs AG fournit de glycérol et un mélange de carboxylates (de sodium et de potassium). La réaction d'hydrolyse peut se faire par l'acide sulfurique ou par voie enzymatique. On trouve deux types de

réactions d'hydrolyse : l'hydrolyse enzymatique n'affecte que les huiles brutes ; l'hydrolyse spontanée se réalise au cours de stockage et de traitement thermique (DJADOUN, 2012).

La saponification permet de transformer les AG libres ou combinés en savon en présence de potassium et de soude (DJADOUN, 2012).

L'hydrogénation des acides gras insaturés se fait en utilisant l'hydrogène (H₂) en présence de catalyseurs, sous une haute pression (100 à 200 bar) et la température variant de 200 à 400°C (SEGHIER et BENAHMED, 2014).

I.5. Définitions de quelques huiles comestibles

Selon le *Codex alimentarius* (1993), les huiles végétales comestibles sont des denrées alimentaires qui se composent essentiellement de glycérides d'acides gras, exclusivement d'origine végétale. 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.

Les huiles pressées à froid sont obtenues, sans modification de l'huile, exclusivement par des composés mécaniques, sans utilisation de procédés thermiques, elles peuvent avoir été purifiées uniquement par lavage à l'eau (décantation, filtration et centrifugation).

Selon le *Codex alimentarius* (1993), les huiles vierges sont obtenues exclusivement au moyen des procédés mécaniques, elles peuvent être purifiées uniquement par lavage à l'eau, (décantation, filtration et centrifugation).

Les huiles alimentaires ce 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 fumée) 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 ; 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.

Dans la catégorie des huiles, nous trouvons principalement l'huile d'olive, de noix, d'arachide, de tournesol, de soja, de colza, des germes de blé, de maïs et des pépins de raisin. UZZAN (1992) a subdivisé les huiles et les graisses alimentaires en trois classes :

-huiles végétales fluides : huile d'arachide, de colza, de germes de maïs, de tournesol, de soja et d'olive ;

-huiles végétales concrètes (graisses) : coprah (provenant de la noix de coco), huile de palme ;

-huiles et graisses d'origine animale : (animaux terrestres) : saindoux (graisse de porc), suif (graisse de bœuf ou de mouton), huile de cheval et graisse d'oie.

I.6. Huile de soja

I.6.1. Origine

La plante de soja est considérée comme une des plus anciennes plante cultivées. Le soja, aussi appelé pois chinois ou haricots oléagineux est une plante annuelle de la famille des Fabacées, originaire d'Asie de l'est. Sa culture s'est longtemps limitée à la Chine mais elle s'est peu à peu étendue à d'autres pays jusqu'à devenir une des principales cultures aux États Unis, au Brésil, Argentine, en Chine, en Inde et en Corée. Elle peut être cultivée dans toutes les régions chaudes et froides. Le soja a été introduit en Afrique à la fin de 19^{ème} siècle, et est répandu à travers tous le continent (*GERMAIN, 2017*).

La plante (*figure 2 et 3*) est annuelle, herbacée, dressée, et peut atteindre une hauteur de 1,5 mètres (*RASOLOHERY, 2007*).



Figure 2 : Plante du soja



Figure 3 : Gousse verte du soja

Le grain de soja (*figure 4*) se compose de quatre éléments : graine entière, enveloppe et le germe. La qualité des protéines est idéale en termes de profil d'acides aminés et de digestibilité (*HUBERT, 2006*). Elles sont constituées principalement de globuline (90% des protéines et 36% du poids de la graine).

La graine de soja contient aussi des glucides non structurale, pour environ 10% du poids du grain, avec principalement des sucres solubles (sucrose, ...) et peu d'amidon (moins de 3% du poids des grains) (*POUZET, 1992*).



Figure 4 : Graine de soja

I.6.2. Définition

L'huile de soja est fluide, d'une couleur jaune plus ou moins foncé suivant la nature des grains et les procédés d'extraction. A l'état frais, elle a une saveur assez prononcée d'haricot qui s'atténue peu à peu. Elle est riche en acide gras polyinsaturés et notamment en acides gras essentiels (α -linoléique). Elle est recommandées pour les assaisonnements, sa richesse en lécithine la rend précieuse pour la reconstitution des cellules nerveuses et cérébrales, sa bonne digestibilité en fait une bonne remplaçante de l'huile d'olive pour ceux qui ne peuvent la tolérer (COSSUT *et al.*, 2002).

I.6.3. Composition en acides gras et propriétés physico-chimiques

La principale différence de l'huile de soja par rapport aux autres huiles végétales, c'est la présence d'acide α -linoléique (C18 :3, ω 3) en quantité appréciable (tableau I). Cet AGPI étant très sensible à l'oxydation, il conviendrait d'éviter au maximum le contact de l'huile avec l'oxygène de l'air.

L'huile brute de soja est définie en termes d'humidités, impuretés, teneur en phosphatide, en acides gras libres et aussi en termes de couleur, caractéristique d'oxydation et traces métalliques (tableau II) (PLATON, 1988).

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

Types d'AG	Pourcentages
Acide palmitique (C16 :0)	11.5
Acide stéarique (C18 :0)	4
Acide oléique (C18 :1)	25
Acide α -linoléique (C18 :3)	7.5
Acide linoléique (C18 :2)	51.5
Acide arachidique (C20 :0)	0.5

Tableau II : Principales constantes physico-chimiques de l'huile de soja
(*Codex alimentarius, 1992*)

Caractéristique	Valeur
Densité relative (20°C/eau à 20°C)	0.919-0.925
Indice de réfraction à 20°C	1.466-1.470
Indice d'iode (g d'I ₂ /100g huile)	120-143
Indice de saponification (mg de KOH/g huile)	189-195
Insaponifiable (g /kg huile)	Max 15

I.6.4. Intérêt nutritionnel de l'huile de soja

L'huile de soja est une huile 100% végétale, riche en acides gras essentiels et pauvre en cholestérol. C'est une huile de table excellente par sa teneur en acide linoléique qui la rend fragile à la chaleur. C'est une bonne source de vitamines ; elle est naturellement protégée de l'oxydation grâce à la vitamine E qu'elle contient (*POISSON et NACRE, 2003*). Elle est adoucissante, anti eczémateuse et protège l'épiderme (*LABOURET, 2005*). L'huile de soja offre une combinaison unique de deux acides gras, en l'occurrence les $\omega 3$ et $\omega 6$ qui ont un effet bénéfique sur la santé cardiovasculaire (*JOTTERAND et al., 2007*).

I.6.5. Marché mondial de soja

Les principaux pays producteurs de soja sont les Etats unis, le Brésil et l'Argentine. La culture de soja est une culture en plein développement (tableau III) puisque la production de cet oléagineux représentait plus de 336 millions de tonnes à travers le monde en 2016 alors qu'elle n'était que 264 millions de tonnes en 2010 et aussi les variétés de soja ne cessent de se diversifiées (*GERMAIN, 2017*).

Tableau III : Bilan mondial du soja (*source CIC, Septembre 2020 en Mt*)

Compagne	2017 / 2018	2018 / 2019	2019 / 2020	2020 / 2021
Production (kt)	344	363	338	373
Echanges	153	152	164	165
Consommation	344	348	354	369
Stocks	38	62	47	50

Le bilan mondial du soja est davantage tendu en 2019/20. La production mondiale chute de 7% par rapport à 2018/19, principalement du fait d'une récolte américaine moins importante (96,7Mt contre 120,5Mten 18/19 selon le CIC). La production brésilienne est en hausse, à 126,8Mt, tandis que l'Argentine accuse une baisse de 6,3Mt, à 49Mt. Compte tenu

de la hausse des échanges et de la consommation, les prévisions de stocks de fin de campagne sont en recul, à 47Mt cintre 62 Mt.

En 2017, l'Algérie a importé plus d'un million de tonnes d'huiles et de MG pour une valeur de 899 millions de dollars. Ces importations en constante progression depuis 2001 sont essentiellement constituées d'huile de soja (70% en valeur en 2017). Il s'agit d'huile brute importée par de grands industriels comme le groupe *Cevital* et raffinée localement.

Depuis 2012, la Russie a fortement développé ses exportations essentiellement d'huile brute de soja vers l'Algérie et est devenu son premier fournisseur en 2017. L'UE est le second fournisseur de l'Algérie, avec plus de 200 000 tonnes d'huile de soja brute pour une valeur de 170 millions de dollars (*BESSAOUD, 2019*).

Chapitre II

Altération des corps gras

II. Altération des corps gras

Après extraction, les huiles végétales subissent de nombreuses transformations sous l'action de la lumière, de l'O₂ et des températures élevées. Ces réactions se traduisent par une perte de la valeur nutritionnelle et par la détérioration de leur qualité sensorielle.

II.1. Altération biologique

Les huiles végétales sont peu altérées par les micro-organismes ; elles subissent surtout des dommages physico-chimiques. Les micro-organismes sont introduits par l'atmosphère ambiante, par l'appareillage de traitement non stérilisé, par les emballages et par le contact humain et les insectes (*FRANCOIS, 1974*).

II.2. Altération chimique

L'hydrolyse correspond à la libération d'AGL, diacylglycérols et mono-acylglycérols à partir des acides gras contenus dans les corps gras suite à des réactions d'hydrolyse. Le mécanisme d'hydrolyse est complexe, le glycérol et les acides gras libres subissent des changements. Cette lipolyse est due à l'action des lipases qui sont le plus souvent d'origine microbienne ; l'hydrolyse modifie l'oxydation qui elle-même génère des composés volatils qui conduisent à la flaveur de rance (*PRIOR, 2003*).

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

L'isomérisation à des températures élevées (au-dessus de 200°C) des doubles liaisons des AGPI sont susceptibles de subir des réactions d'isomérisations en formant le plus souvent un système conjugué. Cette réaction intervient généralement au cours de l'étape de désodorisation lors du raffinage des huiles végétales (*POKORNY, 2003*).

La cyclisation et la polymérisation des huiles riches en AGPI peuvent se produire lors de chauffage au-dessus de 200-230°C. 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 de longues molécules issues des interactions entre les composés formés au cours de la décomposition de l'huile à une température élevée (*PRIOR, 2003*).

Le traitement oxydatif est un phénomène extrêmement répandu ; les substrats de ces réactions sont principalement les AG polyinsaturés qui s'oxydent en général plus vite à l'état libre que lorsqu'ils font partie des molécules de triacylglycérols ou de phospholipides. L'oxydation est classée en trois types en fonction des agents initiateurs : l'auto-oxydation est catalysée par la température, les ions métalliques et les radicaux libres. L'oxydation enzymatique est catalysée par les lipoxygénases et enfin, la photo-oxydation est catalysée par la lumière en présence de photo-sensibilisateurs (chlorophylle, phosphatine et phéophorbine) (*DRIDI, 2016*).

Durant l'auto-oxydation (*figure 5*), les AG 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 (*GRAILLE, 2003*) :

L'initiation correspond à la formation de radicaux lipidiques libres par rupture d'un atome d'hydrogène d'une chaîne d'AG généralement insaturée ; dans ce cas, le lipide RH perd un atome d'hydrogène pour former un radical libre R.



La propagation est une réaction radicalaire en chaîne et rapide. Elle consiste en une profusion de radicaux libres qui fixe progressivement de l'oxygène ; la propagation génère des hydro peroxydes (*ALAIS et al., 2003*). Cette réaction en chaîne est courte à haute température et dans les systèmes polyinsaturés tels que les huiles de friture.

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

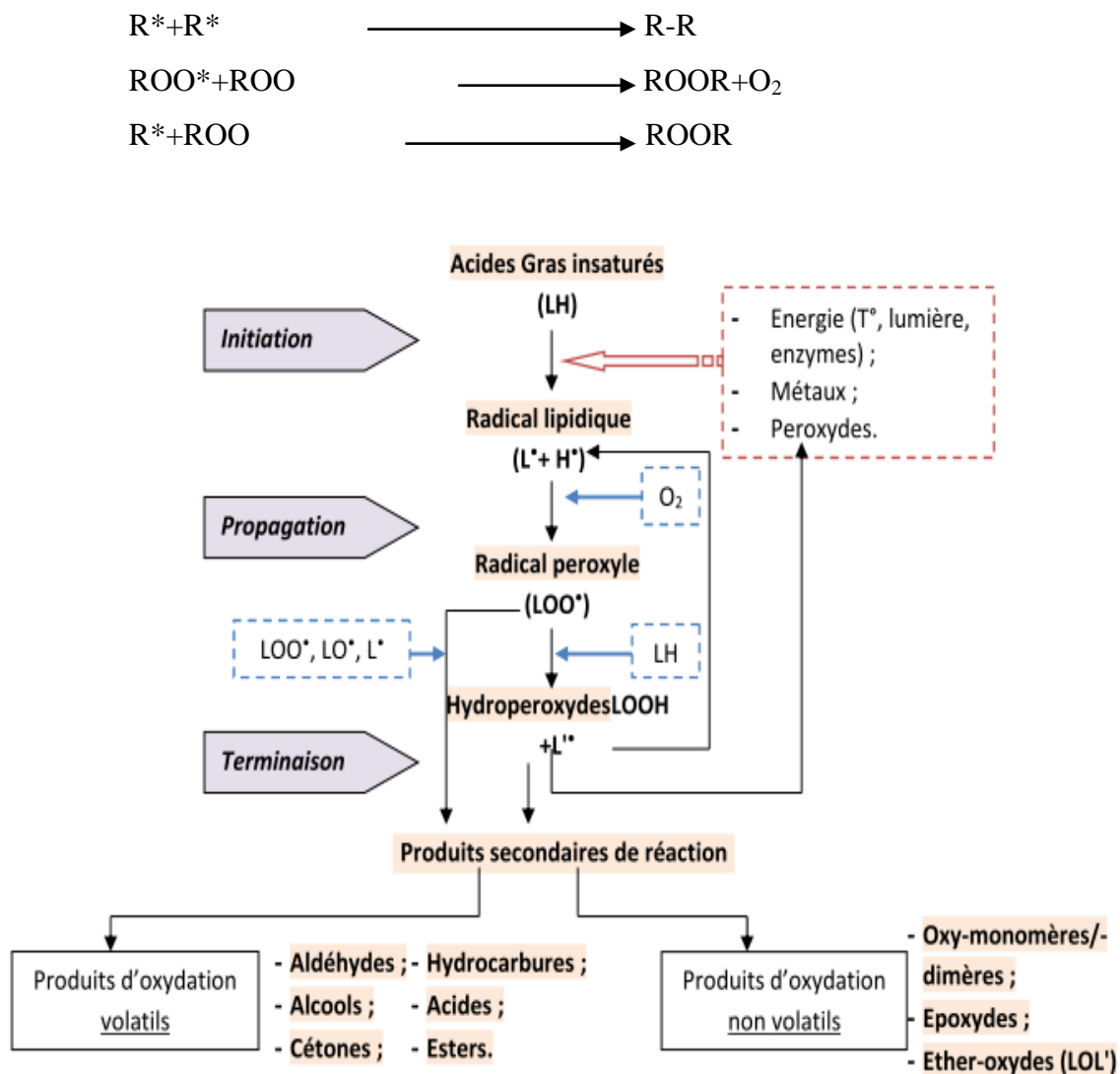
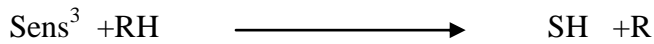


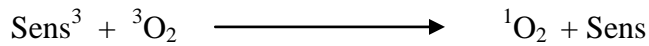
Figure 5 : Schéma général des réactions d'auto-oxydation des AGI (EYMARD, 2003).

La photo-oxydation est une voie de peroxydation lipidique initiée par des substances photo sensibilisatrices, la photo-oxydation correspond à la dégradation oxydative des lipides en présence d'oxygène, d'énergie lumineuse et de photo-sensibilisateurs (SHAHIDI et ZHONG, 2010).

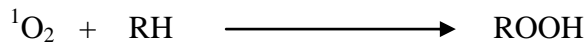
Les photo-sensibilisateurs (sens) absorbent l'énergie lumineuse et passent à l'état triplet excité ; ils interviennent dans l'oxydation des lipides selon deux types de mécanismes : les photos-sensibilisateurs de type I, telle que la riboflavine, agissent comme des radicaux libres initiateurs. Dans leur état triplet, elle arrache un atome d'hydrogène ou un électron aux molécules lipidiques pour former un radical capable de réagir avec l'oxygène.



Selon le second mécanisme, les molécules photosensibles de types II, telles la chlorophylle et l'érythrosine, réagissent dans leurs état excité avec l'oxygène triplet auquel elles transfèrent leur énergie pour donner de l'oxygène *singulet*.



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



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

L'oxydation enzymatique est une réaction radicalaire en chaine qui se déroule de façon similaire à l'auto-oxydation (figure 6). Les lipoxygénases (lipoxydase) sont très répandues dans les règnes végétaux et animaux. Ces enzymes exigent des acides gras libres comme substrat bien qu'il y ait quelque iso enzymes qui réagissent avec les triglycérides. Ces enzymes sont actives à basse température et peuvent donc limiter la durée de conservation des produits surgelés, ce type d'oxydation peut être ralenti par les antioxydants phénoliques.

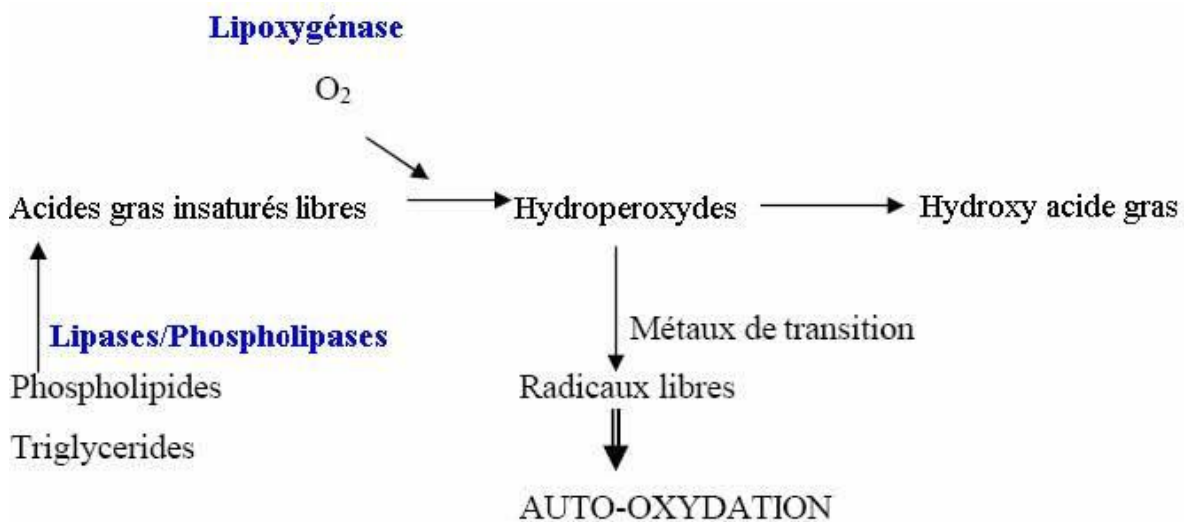


Figure 6: Mécanisme d'initiation de la peroxydase lipidique par l'activité lipoxygénasique (GERMAN et KINSELLA, 1985).

II.3. Altération thermo-oxydative

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

II.3.1. 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*).

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

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*).

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 (*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*).

Les produits non volatiles 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 : des composés polaires et des polymères thermiques.

Les composés polaires 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*). Les composés non polaires 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 : les monomères cycliques 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*).

Les polymères thermiques 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*).

II.4. Facteurs influençant l'oxydation

Les facteurs qui influencent l'oxydation des lipides sont nombreux, il s'agit d'une part des facteurs intrinsèques tels que la composition en AGI (concentration et nombre d'insaturation), l'activité de l'eau, la présence de pro-oxydant (ions métalliques, caroténoïdes) et d'autres part des facteurs environnementaux dont les principaux sont : la température, la lumière, et la pression partielle en oxygène (*ROMAN, 2012*).

II.4.1. Facteurs intrinsèques

II.4.1.1. Nature des acides gras

Les acides gras libres ou estérifiés sous forme de mono ou di glycérides vont s'oxyder à des vitesses différentes et toujours plus rapidement que les triglycérides. (*CHOE et MIN, 2006*). Dans les triglycérides l'oxydation des AGPI dépend également de leurs position sur le glycérol et de la longueur de chaîne des acides gras voisins (*ROMAN, 2012*).

II.4.1.2. Activité de l'eau (A_w)

L'activité de l'eau est l'état physique de l'eau ; elle influence fortement la stabilité oxydative des huiles (*RAHMAN et al., 2009*), dans les huiles végétales et les graisses, l'eau est présente en très faible quantité ; les huiles parfaitement anhydrides sont plus stables à

l'oxydation que les huiles qui contiennent des quantités mineures d'eau en solution (GRAILLE, 2003).

L'eau peut augmenter la vitesse d'oxydation (figure 7) en augmentant la mobilité des réactants mais peut aussi ralentir cette vitesse en diluant les catalyseurs d'oxydation tels que les métaux, et donc retarder la décomposition des hydro peroxydes.

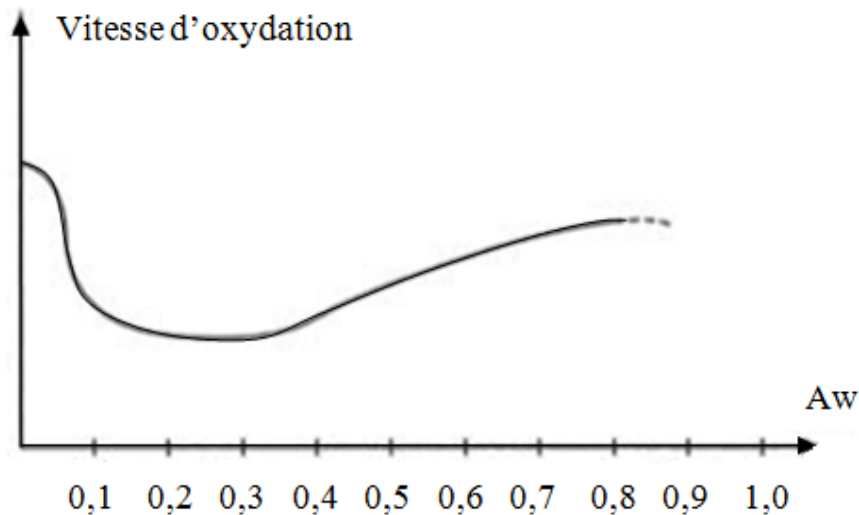


Figure 7 : Evolution de la vitesse d'oxydation en fonction de l'activité de l'eau (FRENOT et VIERLING, 2001).

II.4.1.3. Présence d'agents pro-oxydants (métaux)

Les métaux qui peuvent catalyser l'oxydation lipidique sont ceux qui sont capables de transférer un électron comme le cobalt, le fer, le cuivre, le manganèse, le magnésium et le vanadium. Les métaux qui s'oxydent par le transfert de deux électrons tels que l'étain Sn^{2+} , ne peuvent pas catalyser l'oxydation (SCHAICH, 2005).

II.4.1.4. Teneurs en antioxydants

Les antioxydants sont des composés capables de retarder ou empêcher des processus oxydatifs ; ils peuvent être définis soit comme des substances capables d'interrompre la chaîne radicalaire (antioxydants primaires, soit comme des antioxydants préventifs) (PRIOR, 2003).

II.4.2. Facteurs environnementaux

II.4.2.1. Température

La chaleur est connue comme le facteur influençant le plus la réaction d'auto-oxydation. L'effet de la chaleur est complexe car elle augmente la vitesse d'oxydation de

l'huile tout en diminuant la solubilité de l'oxygène dans l'huile et en favorisant la décomposition des hydro peroxydes en divers produits secondaires (*VELASCO et al., 2002*).

II.4.2.2. Lumière

La lumière joue le rôle d'accélérateur des cinétiques des réactions d'oxydation ; les mécanismes chimiques restent les mêmes. Elle intervient dans la photo-oxydation qui constitue une voie importante de production d'hydro-peroxydes en présence d'oxygène d'énergie lumineuse et de photo sensibilisateurs tels que les hémoprotéines ou la riboflavine (*KAHOULI, 2010*).

II.4.2.3. Oxygène

La concentration en oxygène (pression partielle en O₂) dans l'espace environnant le produit et dans le produit lui-même, influence la vitesse d'oxydation. Elle intervient également au niveau de la nature des produits secondaires formés par la décomposition des hydro peroxydes. Son incidence porte donc à la fois sur la durée de conservation du produit et sur la nature des odeurs perçues quand le produit est oxydé (*CROGUENNEC, 2006*).

L'emballage le plus efficace pour la conservation de l'huile se révèle être le verre teinté et l'acier inox car ils constituent une barrière à l'oxygène bien que le verre ne protège pas l'huile des radiations lumineuses lorsqu'il est incolore. Quant aux emballages plastiques ils ne protègent l'huile que durant quelque mois (3-6 mois) du fait de leurs perméabilité en oxygène (*PRISTOURI et al., 2010*).

II.5. Facteurs retardant l'oxydation

L'oxydation est un processus de détérioration qui ne peut être que retardé. La connaissance des facteurs provoquant l'oxydation permet de développer des stratégies pour retarder ou contrôler l'oxydation des lipides durant leur stockage, leur commercialisation et même après leur vente. Pour limiter les réactions d'oxydation, l'industrie agroalimentaire utilise plusieurs moyens qui 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 des fixateurs d'oxygène (acide ascorbique) ; destruction des enzymes d'oxydation (polyphénol-oxydases) par blanchiment ; emploi d'agents de complexations des métaux lourds (acide citrique) et neutralisation des radicaux libres par l'emploi d'antioxydants naturels ou synthétiques.

II.6. Influence des traitements thermiques sur quelques composés des huiles

II.6.1. Acide gras

Sous l'action de la chaleur, un certain nombre AG naturels peuvent donner naissance à des AG modifiés ou atypiques, appelés espèces chimiques nouvelles (ECN). Les ECN ne sont toxiques que lorsque leur concentration augmente au cours des fritures répétées à des températures excessivement élevée (200°C) (*FRENOT et VIERLING, 2001*).

Les différents AG ont inégalement tendance à subir ces réactions au cours de chauffage des graisses de ce point de vue, leur altérabilité s'accroît avec leur degré d'insaturation, le plus altérable est l'acide α -linoléique (*CAUSERT, 1982*).

II.6.2. Glycérol

Un chauffage des CG à une température de 220°C peut entraîner la formation d'acroléine, aldéhyde résultant de l'oxydation du glycérol. C'est une substance volatile, très irritante pour la muqueuse de l'œil, du nez et de la gorge. Dans les opérations de friture correctement conduites, l'acroléine ne se forme qu'en infime quantité (*VIERLING, 2003*).

II.6.3. Vitamines

La résistance des CG à la chaleur est variable ; il existe pour chacun d'eux une température critique (point de fumée) à ne pas dépasser, au-delà de laquelle les CG produisent des composés toxiques, irritants pour les muqueuses digestives et qui oxydent les caroténoïdes et les vitamines A et E. La teneur en vitamines E est significativement affectée par les chauffages culinaires sévères. Elle est détruite à plus de 50% lors d'un chauffage à 177°C pendant une heure.

II.7. Effet toxicologique des huiles alimentaire chauffées

Les effets néfastes de la consommation des huiles chauffées ont fait l'objet de nombreuses recherches. Les anomalies induites diffèrent d'un organisme à un autre. Les symptômes décelés sont variés ; ils consistent en une perte d'appétit, diminution de la croissance, diarrhée, modification histologique des tissus et à l'extrême la mort (*IZAKI et al., 1984*).

Chapitre III

Les antioxydants

III. Antioxydants

III.1. Définition

Les antioxydants sont des substances qui sont capables de supprimer, retarder ou empêcher les processus d'oxydation (ZOLA, 2001).

HELLIWELL (1995) a donné une définition large du terme antioxydant : toute substance qui présente à faible quantité comparée à celle de substrat oxydable, retarde ou prévient d'une manière significative l'oxydation de ce substrat. Lorsqu'il agit d'une denrée alimentaire, les antioxydants sont regroupés comme additifs alimentaires qui augmentent la durée de vie de ces produits en les protégeant contre la détérioration (ANONYME, 2006).

L'antioxydant alimentaire idéal est facilement incorporé et efficace à faible dose, est non toxique ; il n'entraîne ni coloration ni odeur et ni saveur indésirable ; il résiste au processus technologique et il reste stable dans le produits fini (MARC *et al.*, 2004).

III.2. Mécanisme d'action des antioxydants

Les antioxydants sont des réducteurs qui ralentissent et inhibent l'oxydation des lipides ; ils peuvent agir sur différentes étapes de l'auto-oxydation et de l'oxydation. Ils réagissent sur les radicaux libres produits pendant l'initiation et la propagation ; ils les rendent moins actifs. L'action préventive bloque l'initiation en complexant les catalyseurs et en réagissant avec l'oxygène ou en déviant de l'aliment les effets de la lumière ou des rayonnements (MARC *et al.*, 2004).

Les antioxydants sont classés selon leur cible et mécanisme d'action en antioxydants primaire et antioxydant secondaire :

III.2.1. Antioxydants primaires

Ils sont caractérisés par la possession d'atome d'hydrogène facile à soustraire. Ces antioxydants jouent un rôle d'évacuateur (*scavengers*) des radicaux libres qui retardent ou inhibent l'initiation ou interrompent l'auto oxydation. Ils peuvent réagir sur les lipides et les radicaux peroxydes en les transformant en radicaux stables ou en produits non radicalaires.

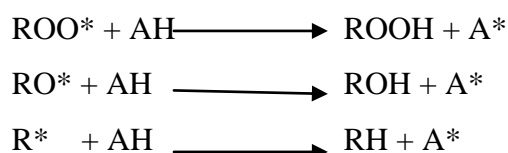


Figure 8 : Réaction de rupture par l'antioxydant
(AH : antioxydant ; ROO*, RO*, R* : radicaux libres).

Les antioxydants primaires peuvent aussi arrêter l'oxydation des lipides en réagissant avec les radicaux peroxydes, radicaux alkoxydes et autres antioxydants selon les réactions suivantes :

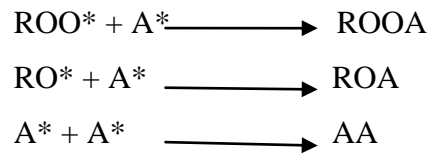


Figure 9 : Rupture de la réaction d'oxydation des lipides

III.2.2. Antioxydants secondaires (action préventive)

Ils diminuent la vitesse de l'auto-oxydation par différents mécanismes ; ils agissent sur les facteurs qui favorisent l'oxydation :

- ils chélatent des ions métalliques (acide citrique et certains composés phénoliques)
- ils réduisent l'oxygène (acide ascorbique)
- la présence ou l'ajout d'antioxydant se marque par un effet retardant ou un ralentissement dans l'apparition de l'oxydation, cet effet étant en fonction de la nature de l'antioxydant et de sa concentration (ROLLAND, 2004).

Ils sont classés aussi en antioxydants naturels (synthétisés par l'organisme ou apportés par l'alimentation) et antioxydants synthétiques.

III.3. Classification des antioxydants

Les antioxydants sont classés dans trois catégories différentes.

III.3.1. Antioxydants synthétiques

Parmi les antioxydants de synthèse qui sont autorisés dans certains aliments, on cite le (E321) le 3,5 ditertiobutyl-4-hydroxytoluène (BHT), le 3-tertiobutyl-4-hydroxyanisole (BHA 320).

Ils sont solubles dans les lipides et résistent bien à la chaleur. Ils ont une action synergique ; ils présentent l'inconvénient d'avoir une odeur désagréable et s'évaporent rapidement (BOUHADJRA, 2011).

Le tertibutyl hydroxy quinone (TBHQ) est moins soluble dans les graisses. Le gallate et propyle (PG) ont l'avantage d'être relativement soluble dans l'eau, mais l'inconvénient d'être peu solubles dans les lipides, peu résistants à la chaleur et donnent avec le fer des sels de couleur foncée. Le nitrite présente des propriétés anti-oxydantes ; il peut aussi former des nitrosamines cancérigènes. Enfin, les chélateurs de métaux utilisés et plus efficaces sont les polyphosphates et les dérivés d'acide citrique (BOUHADJRA, 2011).

III.3.2. Substances synergiques

Ce sont des molécules qui améliorent l'action de certains antioxydants, ce qui se traduit souvent par un accroissement de la période de protection ; parmi eux se trouvent : les acides lactique, tartrique et ortho phosphorique et leurs sels de sodium, potassium ou calcium. Leurs propriétés peuvent s'expliquer par un effet chélatant de métaux, comme le fer ou le cuivre à effet pro-oxydant à faible dose (HALLAL, 2011).

III.3.3. Antioxydants d'origine végétale

Les plantes constituent des sources très importantes d'antioxydants naturels dont l'efficacité est la plus reconnue aussi bien dans l'industrie agro-alimentaire que pour la santé humaine sont les tocophérols, les caroténoïdes et les poly phénols (HALLAL, 2011).

Les propriétés des principaux antioxydants sont portées dans le *tableau IV*.

Tableau IV : Propriétés des principaux antioxydants (MULTON, 2002)

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

III.4. Utilisation des antioxydants

Il est indispensable de maîtriser l'oxydation pour contrôler l'évolution des systèmes biologiques dans leurs complexités, en particulier dans le cas des aliments dont la dégradation peut avoir des conséquences sur la sécurité alimentaire. Les antioxydants sont largement utilisés dans le domaine agroalimentaire afin de prolonger la durée de vie des aliments.

Les antioxydants permettent de protéger l'organisme de l'Homme contre les radicaux libres et ainsi prévenir de nombreuses maladies. Ils empêchent l'oxydation des graisses qui peuvent être néfastes pour les vaisseaux sanguins.

Etude
Expérimentale

Matériel et Méthodes

I. Objectif de l'étude

L'objectif de la présente étude est de déterminer le degré d'altération thermo-oxydative d'une huile 100% de soja de la marque « LaBelle » lors d'un traitement thermique à 180°C pendant 8 heures en continue.

II. Conduite expérimentale

II.1. Choix de l'huile

L'huile de marque « Labelle » est une huile végétale parmi les marques les plus répandues sur le marché, c'est l'huile la plus utilisée pour la cuisson et les fritures. L'huile utilisée dans cette étude est achetée chez un grossiste sis à la ville de Tizi-Ouzou ; elle est commercialisée dans une bouteille en plastique (PET) de 5 litres.

Les caractéristiques portées sur l'étiquette de l'emballage sont portées dans le *tableau V*.

Tableau V : Composition et conseil d'utilisation de l'huile

Dénomination	Composition	Conseil d'utilisation	Date d'utilisation
« Labelle »	-100% soja -Antioxydant E221, E330	-Conservée à l'abri de chaleur et de lumière -utilisée pour assaisonner, cuire, frire et dorer.	F : 31-05-2021 E : 30-05-2023

II.2. Procédure de chauffage

On a choisi un mode de chauffage électrique par utilisation d'une friteuse de marque «ARCODYM» d'une contenance de 2 litres ; cette friteuse comporte un couvercle amovible, un thermostat qui permet de garder de stabiliser la température au cours du chauffage.

Un volume de 2 litres d'huile est transvasé dans la friteuse ; la température est réglée à 180C° qui est la température retenue dans cette étude, la température de friture. Après un temps d'attente de 15 minutes, le chronomètre a été enclenché pour contrôler le temps de chauffage.

Ce traitement thermique a été réalisé en continu pendant 8 heures durant lequel la friteuse a été maintenue ouverte (*figure 10*). Des échantillons de cette huile ont été prélevés à des intervalles de temps réguliers pour les analyser sur le plan physico-chimiques.



Figure 10 : Friteuse électrique.

II.3. Echantillonnage

Après chaque trente minute de chauffage, un volume de 200 ml d'huile est prélevé après homogénéisation du bain. L'échantillon d'huile prélevée est mis dans un flacon en verre puis recouvert de papier aluminium, maintenu à la température du laboratoire avant d'être conservé au réfrigérateur réglé à $+4C^{\circ}$. Le *tableau VI* recense les durées de prélèvement des échantillons d'huile pendant la période de chauffage.

Tableau VI : Temps de prélèvement des échantillons

T_0	T_1	T_4	T_8	T_{12}	T_{16}
Début	30 min	2h	4h	6h	8h

Les échantillons prélevés (*figure 11*) ont fait l'objet de plusieurs analyses physico-chimiques pour suivre leur évolution pendant toute la période de chauffage et par conséquent évaluer le degré de sensibilité ou stabilité de la qualité de l'huile étudiée.



Figure 11 : Echantillons d'huiles prélevés.

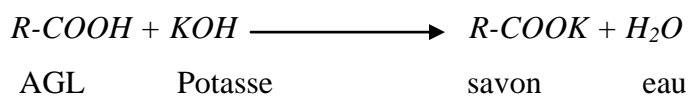
II.4. Analyses physico-chimiques

II.4.1. Analyses chimiques

II.4.1.1. Acidité (NF T60-204, 1988).

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

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



Pour calculer l'acidité, la formule suivante est utilisée :

$$\text{Acidité (\%)} = (M * N * V) / P \times 10$$

Soit :

A : acidité exprimée en pourcentage ;

V : volume en (ml) de la solution (KOH) utilisé pour le titrage ;

N : normalité de la solution (KOH) qui égale à 0.1 N ;

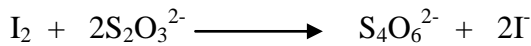
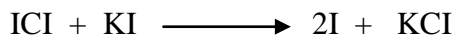
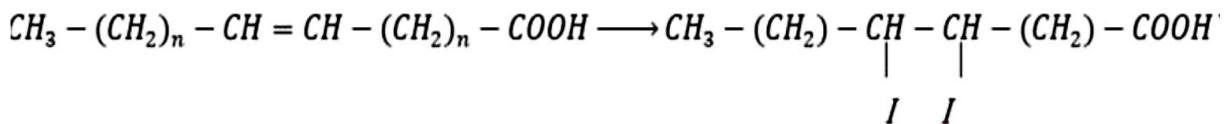
M : masse molaire de l'acide oléique (282.5g/mol) ;

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

II.4.1.3. Indice d'iode

L'indice d'iode (Ii) est la quantité d'iode en gramme fixée par 100g de corps gras. Le principe de cette méthode consiste à ajouter à une prise d'essai une solution de mono chlorure d'iode dans un mélange d'acide acétique et de tétrachlorure de carbone. Après un temps de réaction donné (30mn), on détermine l'excès d'halogène par addition d'une solution d'iode de potassium et d'eau distillée, puis par titrage de l'iode libéré par une Solution titrée de thiosulfate de sodium.

Les réactions qui se passent sont les suivantes :



L'indice d'iode est exprimé par:

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

Soit :

I_i: indice d'iode.

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

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

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

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

II.4.2. Analyses physiques

II.4.2.1. Détermination de l'humidité (AFNOR NF T606-201 d'octobre 1984).

C'est la perte de masse subite par le produit après chauffage à $103 \pm 2^\circ\text{C}$ dans l'étuve, pendant un temps suffisamment court pour éviter l'oxydation, mais suffisamment long pour permettre l'élimination totale de l'eau.

Le principe de l'humidité est basé sur la détermination du poids de l'huile avant et après séchage à l'étuve (*figures 12 et 13*) ; toute diminution du poids indique la présence d'humidité. L'humidité est exprimée selon cette formule :

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

Soit :

m_0 : masse du bécher ;

m_1 : masse du bécher contenant la prise d'essai avant le chauffage ;

m_2 : masse de bécher et de résidu de la prise d'essai après le chauffage.



Figure 12 : Etuve.



Figure 13 : Dessiccateur.

II.4.2.2. Détermination de la densité (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 CG 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 :

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

Soit :

m'' : poids de bécher plein d'huile ;

m' : poids de bécher plein d'eau ;

m : poids de becher vide.

II.4.2.3. Détermination de la viscosité

La viscosité est définie comme étant le coefficient de frottement intramoléculaire. C'est la mesure du temps que nécessite une balle en métal pour s'écouler dans un capillaire d'un viscosimètre rempli d'huile (*figure 14*). La viscosité est exprimée par la formule suivante

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

Soit :

μ : viscosité en Centipoise

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

ρ : densité de l'huile

t : temps de descente en minute

K : constante du viscosimètre qui est égale à 3



Figure 14 : Viscosimètre.

III. Analyses statistiques

Le traitement statistique des résultats d'analyses physico-chimiques obtenus dans notre étude (densité, acidité, viscosité) est réalisé grâce au logiciel **Stat box**. C'est une analyse de la variance à un facteur de variabilité étudiée (le temps de chauffage).

Résultats et Discussion

I. Evolution des paramètres physico-chimiques de l'huile chauffée

Dans cette étude, l'huile 100% soja dénommée « labelle » est soumise à un traitement thermo-oxydatif à 180°C dans une friteuse électrique à couvercle ouvert, ce qui laisse l'air ambiant imprégner l'huile pendant 8 heures de chauffage.

Des analyses physico-chimiques sont effectuées sur des échantillons de cette huile prélevés du bain à des intervalles de temps réguliers pour suivre les modifications des critères physico-chimiques, indicateurs de qualité, induites par l'action simultanée de la chaleur et de l'oxygène de l'air ambiant. Les mêmes analyses sont effectuées sur l'huile de départ (à l'état frais).

I.1. Evolution des paramètres chimiques

I.1.1. Acidité

L'acidité d'une huile permet d'apprécier son degré d'altération par la réaction d'hydrolyse. L'acidité permet, aussi, d'apprécier la valeur des opérations technologiques effectuées depuis son extraction ; ce critère caractérise sa pureté et sa stabilité à la température ambiante (AISSI *et al.*, 2009).

L'acidité renseigne sur le nombre d'acides gras libres (AGL) présents dans une huile. Elle permet d'estimer le degré de son altération hydrolytique, favorisée par la présence d'eau, même sous forme de traces. Dans le processus d'hydrolyse, la molécule de triglycéride (TG) réagit avec une molécule d'eau pour donner un AGL et un diacylglycérol (NAYAK *et al.*, 2015).

L'huile fraîche utilisée dans cette étude a une acidité de 0.226% (tableau VII) ; cette valeur est inférieure à celle obtenue par KEBAILI et NEDIL (2015) ; AMARI et KHELIFA (2017) qui ont analysé la même marque d'huile « Labelle », une huile 100% de soja dont les valeurs obtenues sont de 0.09% et 0.396% respectivement.

Tableau VII : Evolution de l'acidité de l'huile de soja pendant le chauffage

Temps de chauffage (h)	Acidité (%)
0	0.226±0.16
0.5	0.339±0.16
2	0.452±0.16
4	0.565±0.00
6	0.791±0.16
8	0.846±0.242

Ces valeurs sont une moyenne de deux répétitions

Ainsi, l'acidité de l'huile fraîche utilisée dans notre étude est supérieure à la norme algérienne (NA-11 69-1990) qui exige une valeur d'acidité inférieure à 0,20 %. Cette différence dans les valeurs d'acidité par rapport à la norme établie pourrait être due à plusieurs paramètres: le type de raffinage, la qualité des grains oléagineux, les conditions de stockages, transport de l'huile brute.

Le chauffage à 180°C a entraîné une augmentation significative de l'acidité de l'huile (figure 15). Après 8 heures de chauffage, l'acidité de l'huile a atteint une valeur maximale de 0.847% ; le pourcentage d'augmentation est de 274.336%. L'acidité maximale enregistrée dans la présente étude est inférieure à celles obtenue par AMARI et KHELIFA (2017) qui est de 0,904% sur la même marque d'huile (labelle) ; elle aussi inférieure à l'acidité de l'huile 100% soja de marque « oléor » qui est de 0,848%, analysée par ces mêmes auteurs.

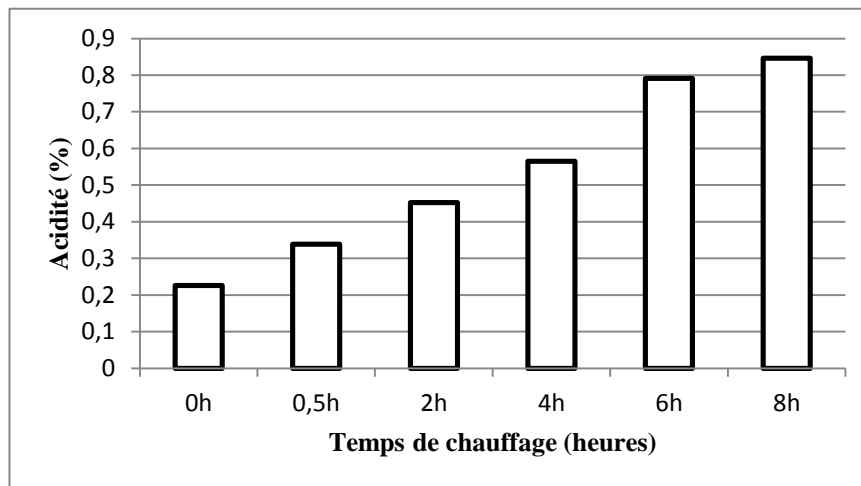


Figure 15 : Evolution de l'acidité de l'huile en fonction du temps de chauffage.

KECILI et TRACHE (2014) ont utilisé la même marque d'huile « Labelle » dans des essais de fritures de pomme de terre. Il ressort de leur résultat une acidité maximale ne dépassant pas 0.089% et ce après 1 heure et 10 minutes de friture ; cette valeur est nettement inférieure à la valeur de l'huile utilisée dans notre étude. L'explication à ces deux résultats pourrait être liée à la qualité des huiles utilisées dans les deux études : l'huile fraîche utilisée par ces auteurs a été achetée le jour de sa réception par les marchands de gros, tandis que l'huile utilisée dans notre étude a été achetée dans le marchand de gros le jour de sa réception mais son utilisation après deux semaines. Ainsi, la qualité de l'huile de départ est déterminante lors de son chauffage.

L'acidification d'une huile serait due à la réaction d'hydrolyse des TAG ; ce processus peut être favorisé par l'eau contenue dans l'huile même sous forme de traces.

L'intensité de la réaction d'hydrolyse dépend de divers facteurs, on en cite entre autres, la température appliquée à l'huile ainsi que sa teneur en eau ; il semble que l'eau hydrolyse l'huile plus vite que la chaleur. Néanmoins, l'action catalytique de l'eau est accentuée par le chauffage.

Ces deux facteurs hydrolysent les TAG en produisant des mono-, di glycérides, AGL et éventuellement du glycérol. Le glycérol s'évapore au-dessus de 150°C et l'équilibre de la réaction se déplace vers la libération d'autres produits d'hydrolyse. Les AGL s'accumulent dans l'huile augmentant ainsi son acidité.

Nos résultats sont soumis à une analyse de la variance à un facteur selon le temps de chauffage. Il ressort de ce traitement que « le temps de chauffage » montre un effet significatif ($P=0,04719$) sur l'acidité de l'huile utilisé dans notre étude. Cela est vérifié par le test de *NEWMAN-KEULS* au seuil de 5% regroupant les échantillons d'huile chauffés dans un seul groupe homogène (A).

I.1.2. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde d'une huile est le nombre de milliéquivalents d'oxygène actif de peroxyde contenu dans un kilogramme de ce CG et oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode (*M'BAYE et al., 2012*).

Les peroxydes s'obtiennent par fixation d'oxygène sur les doubles liaisons des acides gras insaturés et par certains facteurs favorisant (UV, eau, enzyme, traces de métaux, etc.). C'est le processus majeur de dégradation des huiles qui aboutit au stade final à la rupture des chaînes d'acides gras (*POUYET et OLLIVIER, 2014*).

L'huile fraîche utilisée dans le présent travail a une valeur de l'indice de peroxyde de 1 meq. d'O₂ / Kg d'huile (*tableau VIII*) ; cette valeur est inférieure à celle obtenue par *AMARI et KHELIFA (2017)* qui ont noté une valeur de 1,5 meq.d'O₂ / Kg d'huile de même marque et 2,5 meq d'O₂/kg d'huile d'une autre huile 100% soja de marque « oleor ». Elle est aussi inférieure à celle obtenue par *KECILI et TRACHE (2014)* qui est de 2 meq. O₂/Kg d'huile de la même marque. Néanmoins, toutes ces huiles sont conformes à la norme *ISO 3960*, établie à 10 meq d'O₂/kg huile.

Le taux de peroxyde d'une huile dépend de plusieurs paramètres, on en cite les conditions de stockage et de commercialisation de l'huile.

Tableau VIII : Evolution de l'indice de peroxyde de l'huile au cours du chauffage.

Temps de chauffage	Indice de peroxyde (meq d'O ₂ /kg huile)
0h	1
0.5h	8,5
2h	11,5
4h	14,5
6h	16,5
8h	22

Ces valeurs correspondent à une seule répétition.

Comme pour l'acidité, le chauffage a induit une augmentation continue et significative de l'indice de peroxyde tout le long du processus de chauffage (*figure 16*). La valeur maximale est 22 meq d'O₂/kg d'huile est atteinte à la 8^{ème} heure de chauffage. Tandis que les valeurs obtenus dans notre étude 22 meq d'O₂/kg d'huile est supérieur a celles obtenus par *KHELIFA et AMARI (2017)*, *KEBAILI et NEDIL (2015)* 11 meq d'O₂/kg d'huile et 1.5 meq d'O₂/kg d'huile respectivement.

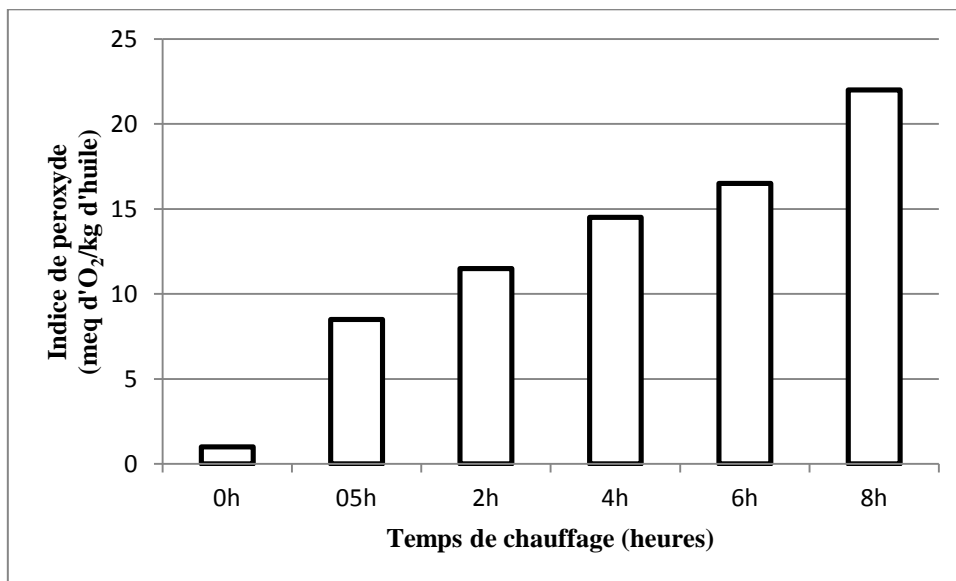


Figure 16 : Evolution d'indice de peroxyde en fonction du temps de chauffage

La cinétique de l'évolution de l'indice de peroxydes observée dans l'étude menée par *KEBAILI et NEDIL (2015)* : elle augmente de 2 meq. d'O₂ / Kg jusqu'à 6.5 meq. d'O₂ puis diminue pour chuter à une valeur minimale de 1,5 meq. d'O₂ / Kg. La valeur de l'indice de peroxyde la plus élevée est obtenue dans notre étude menée dans une friteuse à couvercle ouvert, ce qui a catalysé le processus de peroxydation ; le taux de peroxyde a atteint une valeur de 22 meq. d'O₂ / Kg d'huile. Nos résultats sont plus élevés que les résultats obtenus

par *AMARI et KHELIFA (2017)* qui ont travaillé sur trois type d'huile avec une friteuse fermée et parmi elle on trouve « Labelle ». Elles sont aussi supérieures par apport à celle de « élio » et « oleor ».

Au cours du chauffage des huiles, il y a une oxydation poussée de l'huile en contact avec l'air ambiant, ce qui explique la forte peroxydation de l'oxydation.

Lors des essais de friture avec la même marque d'huile « LaBelle », *KECILI et TRACHE et (2014)* ont obtenu une cinétique à deux phases : une augmentation suivie d'une diminution de l'indice de peroxydes. La diminution de l'indice de peroxyde s'explique par la transformation des hydroperoxydes en oxyacides puis en divers composés secondaires d'oxydation, jugés toxiques (*JUDDE, 2004*).

Les mauvaises conditions de chauffage peuvent provoquer la polymérisation et la cyclisation soit par l'intervention de l'oxygène, soit par l'intermédiaire de la formation de peroxydes. Il faut donc tenir compte, non seulement de l'oxydation pendant le chauffage mais aussi de la teneur initiale en peroxyde de l'huile de friture (*Custot, 1960*). De plus, la peroxydation détruit les acides gras de l'huile et conduit à l'obtention de composés très toxiques (*DEYMIE et al., 1981 ; LAMBONI et al., 2000*).

I.1.3. Indice de d'iode

L'indice d'iode « Ii » indique le nombre de doubles liaisons ou le degré d'insaturation globale des lipides. Cet indice renseigne, aussi, sur le degré d'oxydation des huiles, donc sur leur stabilité oxydative.

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

Les résultats obtenus montrent que la valeur de l'indice d'iode de l'huile fraîche analysée dans cette étude est de 123 g I₂/100 g d'huile (*tableau X*) ; elle est légèrement inférieur à la norme (codex alimentarius, 2009) qui est comprise entre 124 et 139g d'I₂ /100 g d'huile.

Cette valeur est supérieure à celle obtenue par *AMARI et KHELIFA (2017)* qui ont travaillé sur la même marque d'huile ; la valeur est de 121.507, mais inférieure à celle enregistrée par *KECILI et TRACHE (2014)*, avec une valeur de 127.05/100 g huile ; elle est également inférieure à celle analysée par *KEBAILI et NEDIL (2015)* qui ont noté un taux de 129.691 I₂/100g huile.

Tableau IX : Evolution de l'indice d'iode de l'huile durant le chauffage

temps de chauffage (h)	indice d'iode (g I ₂ /100g d'huile)
0	123
0.5	90,6
2	88,15
4	82,37
6	77,4
8	72,82

Ces résultats correspondent à une seule répétition.

Au cours du chauffage, l'indice d'iode diminue progressivement avec l'augmentation du temps de chauffage (*figure 17*). Cet indice chute de 123g d'I₂ /100g d'huile à une valeur de 90,60 d'I₂ /100g d'huile après 30 min de chauffage et à 72.82gI₂/100g huile après 8h de chauffage.

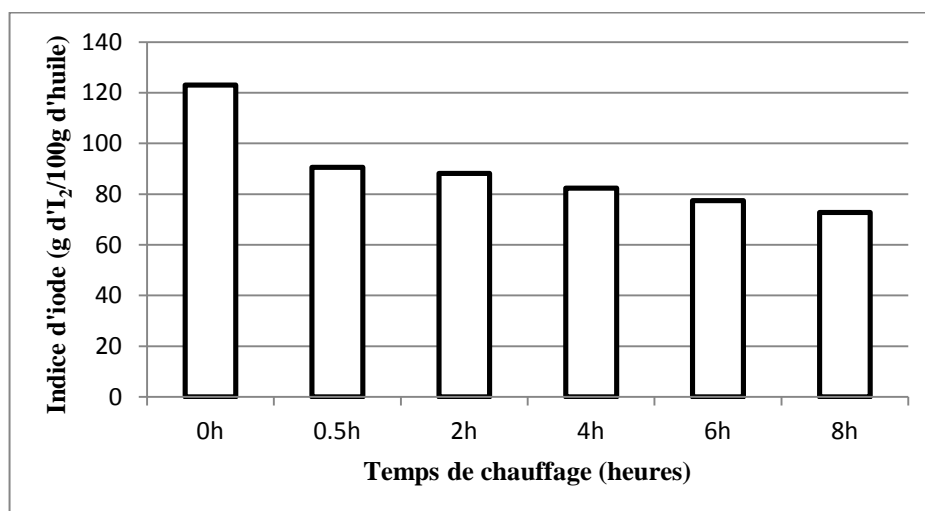


Figure 17 : Evolution d'indice d'iode en fonction du temps de chauffage.

Les résultats obtenus dans la présente sont inférieurs à ceux notés par *AMARI* et *KHELIFA* (2017) qui ont travaillé sur la même marque d'huile (« LaBelle ») chauffée dans une friteuse fermée ; les valeurs trouvées sont de l'ordre de 120.55, 118.969, 116.114 g I₂/100g d'huile à 0.5h, 2h et 8h de chauffage par rapport à « nos » valeurs qui sont de 90.60, 88.15, 72.82g I₂/100 g d'huile. Ainsi, l'huile utilisée dans notre étude a subi une dégradation plus poussée que lorsque cette huile est chauffée en l'absence de l'air.

La diminution de la valeur de l'indice d'iode est due à la formation des produits d'oxydation lipidiques ; elle est favorisée par le contact entre le bain d'huile portée à la

température élevée (180°C) et l'oxygène atmosphérique ; cette diminution s'accroît avec le prolongement du temps de chauffage.

Par ailleurs, l'utilisation de cette huile dans des essais de friture a montré aussi une diminution des résultats de cet indice. Les résultats obtenus par *KEBAILI* et *NEDIL* (2015) sont 128.697, 125.728 et 111.069 g d'I₂ /100g d'huile cependant supérieurs à ceux obtenus dans notre étude 72.82 g d'I₂ /100g d'huile après 8h de chauffage de la même marque d'huile sans incorporation d'aliment.

La différence entre les résultats de ces deux études pourrait être expliquée par la différence de qualité entre les huiles utilisées. En effet, les échantillons d'huiles de départ ont des indices d'iode différents, inférieur pour l'huile utilisée dans notre étude.

La diminution de l'indice d'iode est due à la perte des liaisons éthyléniques des AGPI de l'huile suite à la réaction de peroxydation. Selon *MILTER* et *WHITE* (1988), cette diminution est attribuée à des réactions de polymérisation se produisant au cours de chauffage de l'huile.

I.2. Evolution des indices physiques

I.2.1. Densité

L'indice de densité est considéré comme un critère physique qui permet le contrôle de la pureté de l'huile alimentaire extraite (*DJEZIRI, 2012*). Selon *BAHRAMI* et *al.*, (2001), la densité de toutes les matières grasses est inférieure à 1 g/cm³.

La densité d'une huile est influencée par sa composition, la longueur de la chaîne hydrocarbonée de ses AG et leurs insaturations. Ce paramètre physique diminue au fur et à mesure que le poids moléculaire diminue et que le degré d'insaturation augmente (*KARLESKIND, 1992*). Selon le *Codex alimentarius (1999)*, la densité des huiles raffinées se situe entre 0.909 et 0.916.

La densité de l'huile utilisée dans notre étude est de 0,887 (tableau X) ; cette valeur est proche de celle notée par *AMARI* et *KHELIFA* (2017) qui est de 0.880 et celle trouvée par *KEBAILI* et *NEDIL* (2015) qui est de 0.888 pour la même marque d'huile « Labelle ». Cependant, *KECILI* et *TRACHE* et (2014) ont obtenu une valeur de 0.926, supérieure à celle analysée dans cette étude.

Il a été admis que les densités des huiles fraîches diffèrent légèrement entre les types d'huiles ; ces différences sont dues à des différences dans leurs compositions intrinsèques (*FORMO* et *al.*, 1979).

Tableau X : Evolution de la densité de l'huile pendant le chauffage.

Temps de chauffage (h)	Densité
0	0.887±0.003
0.5	0.907±0.004
2	0.895±0.003
4	0.900±0.006
6	0.921±0.03
8	0.917±0.014

Ces résultats sont une moyenne de deux répétitions

Durant la période de chauffage de l'huile, la densité des échantillons d'huiles prélevés à différents temps augmente (*figure 18*). Cette augmentation est expliquée par la formation de composés de haut poids moléculaire suite au déroulement des réactions d'oxydation, d'hydrolyse et surtout des réactions de polymérisation des AG sous l'action de la chaleur. Une diminution de la densité serait due à la formation et accumulation des composés primaires d'oxydation de chaîne plus ou moins courte (*El SHAMI et al., 1992*).

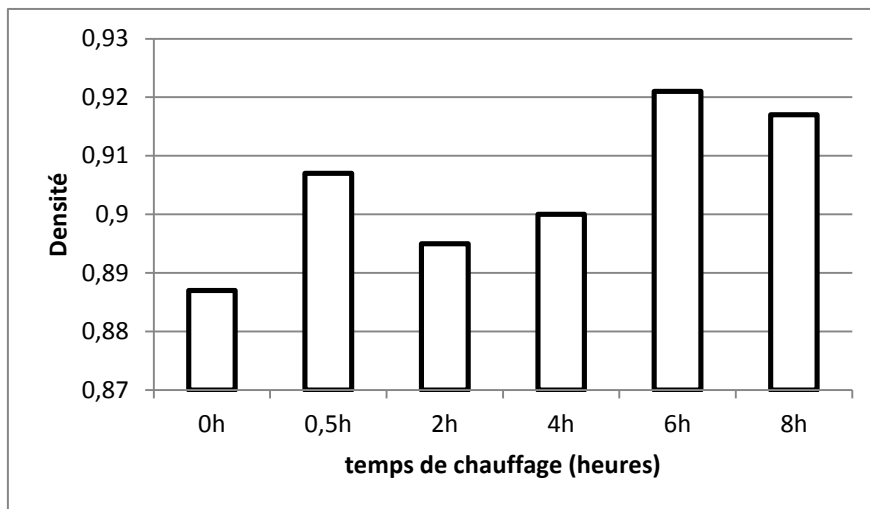


Figure 18 : Evolution de la densité de l'huile en fonction de temps.

Après 30 minutes de chauffage, la densité a atteint la même valeur que celle signalée par *AMARI* et *KHELIFA* (2017) sur la même marque d'huile (« Labelle ») ; les valeurs notées sont de 0,895 et 0.897 respectivement. Cependant, au-delà de 2 heures de chauffage, la densité des échantillons de notre étude est supérieure à celle obtenue par *AMARI* et *KHELIFA* (2017) qui est de 0,917. Les valeurs élevées de densité enregistrées dans notre étude pourrait

être dues au processus peroxydatif plus accentué dans notre étude que dans le cas de l'autre étude menée dans une friteuse fermée.

Ainsi, le nombre de polymères formés dans l'huile « Labelle » utilisée dans notre étude serait plus important que celui formé dans la même marque d'huile utilisée par *AMARI* et *KHELIFA* (2017).

L'utilisation de cette marque d'huile dans des essais de friture a induit une augmentation plus importante de la densité. En effet, *KEBAILI et NEDIL* (2015) ; *KECILI et TRACHE* et (2014) ont enregistré des valeurs de 0.929 et 0,926, largement supérieures à celle obtenue dans notre étude et celle notée par *AMARI* et *KHELIFA* (2017) donc y'a une augmentation non significatif. Ainsi, le chauffage de cette huile en présence d'aliment l'altère davantage.

L'augmentation de la densité de l'huile « Labelle » chauffée avec incorporation d'aliment pourrait être expliquée par le déroulement de la réaction polymérisation. Cette dernière forme des composés de haut poids moléculaire. Ainsi, on suggère que l'huile est altérée avec probablement la formation de dimères et polymères dont le poids moléculaires est largement supérieur à celui des constituants d'huile fraîche.

Nos résultats sont soumis à une analyse de la variance à un facteur, le temps de chauffage. Il ressort de ce traitement que le temps de chauffage ne montre aucun effet significatif ($p=0.10028$) sur la densité d'huile utilisée dans notre étude. Cela s'est vérifié par le test de *NEWMAN-KEULS* au seuil de 5%.

I.2.2. Viscosité

La viscosité d'une huile est sa résistance à l'écoulement ; la mesure de la viscosité pourrait être un bon test pour apprécier l'état d'altération des CG (*PERRIN, 1992*). La viscosité (ou frottement interne) des AG et leurs esters est relativement élevée en raison de l'attraction entre les longues chaînes hydrocarbonées. La viscosité augmente, donc, avec la longueur de la chaîne et diminue légèrement avec l'insaturation.

La valeur de la viscosité enregistrée sur l'huile analysée dans cette étude est de 30.45 c.po tableau (XI) ; elle est inférieure aux valeurs obtenues par *AMARI* et *KHELIFA* (2017) ; *KEBAILI* et *NEDIL* (2015) ; *BOUHADAD* et *IMRAHENE* (2018) qui sont de 39.694 et 46.206 et 32,31 c.po respectivement.

Tableau XI : Evolution de la viscosité de l’huile durant le chauffage.

Temps de chauffage (h)	Viscosité (c.po)
0	30.45±0.368
0.5	40.925±0.064
2	43.845±0.955
4	45.72±0.141
6	48.89±0.141
8	51.095±0.544

Ces résultats sont une moyenne de deux répétitions.

Contrairement à la densité pour laquelle on a enregistré une augmentation non significative, la viscosité de l’huile raffinée « labelle » utilisé dans notre étude expérimentale a augmenté durant le chauffage (*figure 19*) ; le pourcentage d’augmentation est de 67,79%. Ce pourcentage d’augmentation est supérieur à celui noté par *KHELIFA* et *AMARI* (2017) qui est de 36.831 c.po.

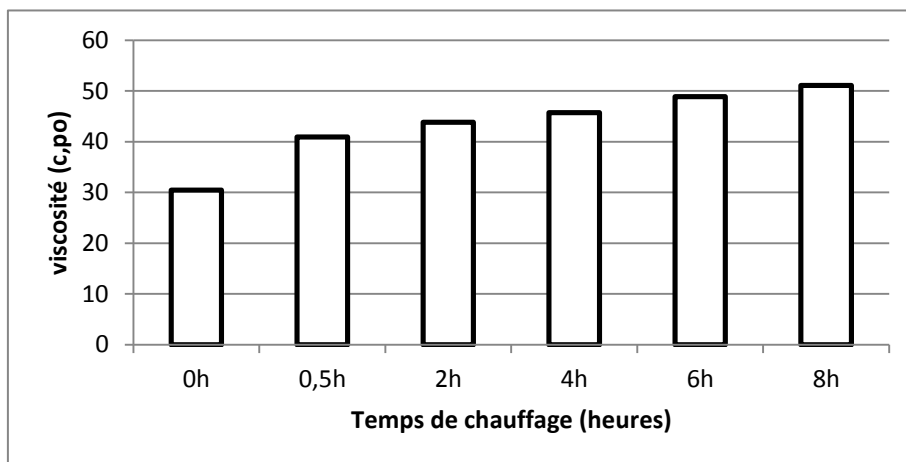


Figure 19 : Evolution de la viscosité de l’huile en fonction du temps de chauffage.

L’augmentation de la viscosité pourrait être due à la polymérisation des TAG et à la formation de composés de haut poids moléculaire.

Lors de la friture, *KEBAILI* et *NEDIL* (2015) ont enregistré des valeurs supérieures ; la valeur obtenue est de 46.412 c. po. Ainsi, la friture en présence d’aliment a altéré davantage cette huile de soja raffinée. Ceci serait dû aux quantités importantes de polymères formés.

Selon *GRAILLE* (2003), l’accroissement de la viscosité de l’huile au cours des fritures répétées serait dû à la formation des composés secondaires non volatiles de haut poids moléculaire (les polymères) ; cette augmentation de la viscosité confère à l’huile une consistance sirupeuse.

Selon *NOLEN (1973)*, la formation de polymères peut provoquer l'augmentation de la viscosité et la solidification de l'huile chauffée de façon prolongée.

Nos résultats sont soumis à une analyse de la variance à un facteur (temps de chauffage). Il ressort de ce traitement que le facteur temps de chauffage agit d'une façon très hautement significatif ($p=0.00001$). Cela est vérifié par le test de *NEWMAN-KEULS* au seuil de 5% regroupant les échantillons d'huile chauffés dans ces groupes homogènes (*A, B, C, D, E, F*).

I.2.3. 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.

La présence d'humidité confirme qu'il y a une activité de l'eau (a_w) importante, cette dernière accélère l'oxydation des lipides par la diffusion des catalyseurs métalliques vers les sites d'oxydation (*KARLESKIND, 1992*).

La valeur de l'humidité de l'huile fraîche « Labelle » utilisée dans notre étude expérimentale est de 0,5% (*tableau XII*) ; elle est supérieure à celles obtenues par *AMARI* et *KHELIFA (2017)* ; *KEBAILI* et *NEDIL (2015)* qui sont respectivement de 0.050% et 0.0233%.

La présence de l'eau pourrait être liée au mode de traitement thermique appliqué lors de l'étape de désodorisation dans la raffinerie.

Tableau XII : Evolution de l'humidité de l'huile pendant la période de chauffage.

Temps de chauffage (h)	Humidité (%)
0	0.5
0.5	0.3
2	0.1
4	0.09
6	0.05
8	0.03

Ces résultats correspondent à une seule répétition.

Durant le traitement thermique, les teneurs en eau diminuent fortement (figure 19). Après 8 heures de chauffage, les échantillons d'huile sont encore très hydratés par rapport à ceux analysés par *AMARI* et *KHELIFA* (2017).

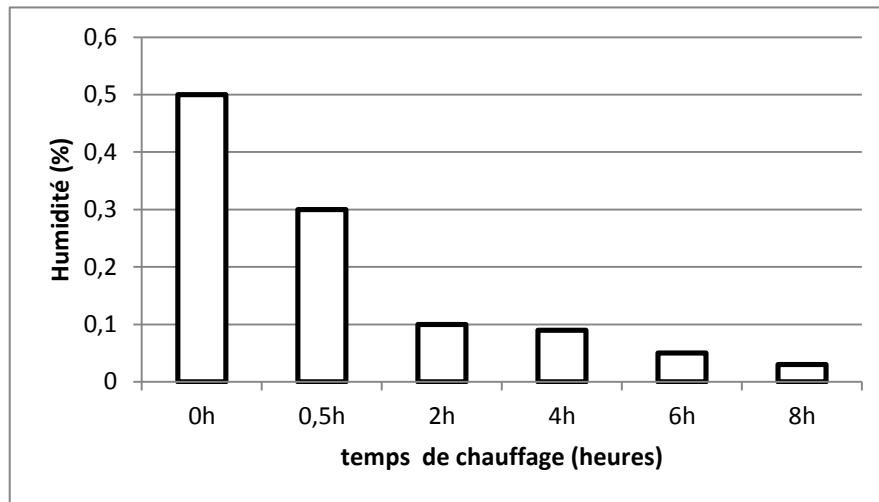


Figure 20 : Evolution de l'humidité en fonction du temps de chauffage.

Par ailleurs, *KEBAILI* et *NEDIL* (2015) ont enregistré une valeur de 0.1430% après 2 heures 40 minutes de friture à l'huile de la même marque. L'augmentation de l'humidité dans ce cas est due à l'eau contenue dans l'aliment à frire.

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.

Conclusion

Conclusion

Le but de notre étude expérimentale consiste à évaluer le degré de résistance ou sensibilité de l'huile végétale « Labelle » 100% soja au traitement thermo-oxydatif à travers la détermination de l'évolution de quelques paramètres physico-chimiques (acidité, indice d'iode, indice de peroxyde, humidité, viscosité et humidité).

Nous avons chauffé l'huile en absence d'aliment pendant 8 heures à 180°C avec prélèvement d'échantillons à des temps réguliers (0.5h, 2h, 4h, 6h, 8h).

Les résultats ont montré une altération thermo-oxydative de l'huile chauffée qui s'est traduit par une augmentation d'indice d'acide et de peroxyde. Cette huile est particulièrement riche en AGPI très sensibles aux températures élevées et à la présence d'oxygène.

Les réactions de polymérisation et de peroxydation se déroulent au niveau des insaturations des chaînes hydrocarbonées de l'acide linoléique, principal acide gras de cette huile. Ceci s'est traduit par une diminution de l'indice d'iode indiquant une diminution du nombre de doubles liaisons de cette huile.

Néanmoins, cette huile de table peut être employée dans le domaine culinaire, dans la cuisson et même la friture mais à des températures qui ne doivent pas atteindre son point de fumée qui est de 234 C°.

Ainsi, il est indispensable de sensibiliser les commerçants (de gros et de détail) pour une meilleure conservation de ces huiles afin de limiter au maximum la vitesse de détérioration de ces huiles polyinsaturées et par conséquent augmenter leur durée de validité lors de son utilisation en cuisson.

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 les composés phénoliques qui jouent un rôle de préservation de ces acides gras polyinsaturés contre les altérations, les composés polaires (CPT) pour déterminer l'altération et la détérioration de l'huile de chauffée a cause de leur toxicité, 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 α et β , 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

AISSI.V.M , SOUMAMOU.M.M, TCHOBO. F.P. and KIKI.D, 2009. Etude comparative de la qualité des huiles végétales alimentaires raffinées en usage au Bénin, Bulletin d'information de la société ouest Africaine de chimie, 6.

ALAIS C., LINDIN G. & MICLO L. 2003. Biochimie alimentaire. Ed. DUNOD.

AMARI .S. et KHELIFA .C.2017.Effet de traitement thermique sur la stabilité de trois huiles raffinées « elio » ; « labelle » et « oleor ».Mémoire de master en agronomie, Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou. Algérie.

ANONYME 2, 2006. www.Foodstandards.gov.au.

B

BESSAOUD O., Jean-Paul Pellissier, Jean-Pierre Rolland, Wided Khechimi, Rapport de synthèse sur l'agriculture en Algérie. [Rapport de recherche] (2019). p 63

BORDING.K, KUNITAKE. M.T, ARACA.VA.K, TRINDADE. C. S, 2013. Changes in food caused by deep fat frying .organo official de la sociedad latinoamericana de nutricion (60).

BOUHADJRA. R, 2011. Etude de l'effet des antioxydants naturels et de synthèse sur la stabilité oxidative de l'huile d'olive vierge, thèse pour l'obtention de diplôme de magister, Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou.

C

CAMCIUC M., Culture de l'espèce *Abelmoschus Esculentus (L.) Moench* en France : étude du contenu moléculaire et perspectives. Toulouse, INPT, 1997.

CHOE. E, et MIN D.B, 2006. Mécanisme of antioxydants in the oxydation of foods. *Comprehensive reviews in food science and food safety* 5(4) P:169-186

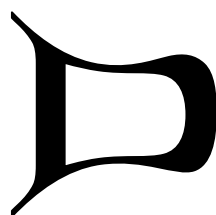
CHIMI H., RAHMANI M., CILLARD J., CILLARD P., 1990. Autooxydation des huiles d'olive : Rôle des composés phénoliques. *Rev. Fse Corps Gras.* (22) ,15-17.

CODEX ALIMENTARIUS, 1993

COSSUT. J, DEFRENNE.B, DESMEDT C, FERROUL S, GARNET S, ROELSTRAETE. L, VANUXEEM. M et Vidal. D, 2002. Les corps gras entre tradition et modernité .gestion de la qualité nutritionnelle et marketing des produits alimentaire, Institut Agro-Alimentaire de Lille.

CROGUENNEC. T, JEANTET. R, HOGUENEC. T, SCHUCK. P, BRULE. G, 2006. Oxydation des lipides in science des aliments ed : tec et doc.

CUSTOT. F, 1960. Quelques problèmes posés par le chauffage des graisses alimentaires. Le cas des fritures. *Acta. Chim. Hung.*, 23: 203-225.



DENISE. J, 1982. Composition des huiles végétales alimentaires brutes et raffinage des corps gras .Paris : Mesthock ed Beffois, Paris

DENISE J. Manuel des corps gras, le raffinage des corps gras, édition des beffrois. Ed. Technique et **DChen B., McClements D J., Gray D A. and Decker E A. 2012.** Physical and oxidative stability of pre-emulsified oil bodies extracted from soybeans. *Food Chemistry*, 132(3) : 1514– 1520. ocumentation. Lavoisier. Paris, 2 (1982) 795.

DESAGHER, S. (1998). Métabolisme, édition : Ellipses, Marketing

DEYMIE B., Multon J., Simon D., 1981. Analyse et contrôle dans les industries agro-alimentaires. Ed. Techniques d'analyse et de Contrôle dans les industries agroalimentaires. Paris : Technique et documentation ; APRIA.

DJADOUN. S. 2012. Influence de l'hexane acidifié sur l'extraction de l'huile de grignon d'olive assistée par micro ondes. Mémoire de magister en chimie de l'environnement.

Université de Tizi-Ouzou. P9

E

ELSEVIER, *Rice Bran and Rice Bran Oil*, 2019.

F

FORMO, M.W., 1979: Physical properties of fats and fatty acids in Bailey's Industrial Oil and Fat Products, Vol.1 (ed.D.Swern), 4 th edn, John Wiley & Sons, Inc., New York.

François, R. Les industries des corps gras : biochimie, extraction, raffinage, nuisance et Réglementation. Paris, Ed. Lavoisier,.P 36 – 53 . **1974**

FRANKEL E.N., 1998. Antioxidants in lipids and their impact on the food quality. 1996. Food chemistry 57.

FRENOT. M et VIERLING. E, 2001, les lipides in : biochimie des aliments diététiques du sujet bien portant. Ed Doin. Bordeaux. ISBN.

FRENOT M. et VIERLING, E, 2001 : Biochimie des aliments diététique du sujet bien portant. ED : Doin éditeurs, centre régional de documentation pédagogique d'Aquitaine. Bordeaux. France. P297.

G

GAIGNAUT. J.C., BITDET. D., GAILLARD. M., J. Perronnet. J., 1989. Stérols et Stéroïdes, Paris, 11-35

GERMAIN THIBAUT, 2017. Le soja une production croissante pour une demande en plein expansion.

GRAILLE (2003). Lipide et corps gras alimentaires, ed Tech. Doc (collection des sciences et techniques agroalimentaire) p 469.

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.



Haejung A.N., Peters M.Y. and Seymour, T.A. (1996). *Trends in Food Science & Technology*

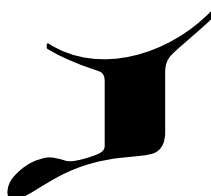
HALIWELL.B, 1995, Antioxidant characterization, methodology and mechanism. Biochemistry and parapharmacology ,49

HALLAL Z, 2011. Contribution à l'étude des propriétés antibactérienne et antioxydantes de certains huiles essentielles extraits des citrus .Application sur la sardine (*Sardina pilchardus*), mémoire de magister université UMMTO

HUBERT, J (2006). Caractérisation biochimique et propriétés biologiques des micronutriments du germe de soja. Étude des voies de sa valorisation en nutrition et santé humaine. Thèse de doctorat de l'institut national poly technique de Toulouse.



IZAKI .Y , YOSHIKAWA.S, and UCHIYAMA.M, 1984. Effect of ingestion of thermally oxidized frying oil on peroxidative criteria in rats lipids. 19: 324-331.



JOTTERAND, C. et KIZIRIA, N. L'acide gras oméga 3 et oméga 6 : pourquoi sont-ils essentiels, Haute école de santé Genève, 2007, 1-7.

JULIEN KAIBECK, 2019. Les huiles végétales, édition Leduc, 13^{ème} ed, Paris, France.

JUDE A. (2004). Prévention de l'oxydation des acides gras dans un produit cosmétique : Mécanismes, conséquences, moyens de mesure, quels antioxydants, pour quelles applications. OCL, n° 6, vol.11, pp : 414 – 418.

K

KAHOULLI, 2010, Effet antioxydant d'extrait de plantes (laurus nobilis, rosmarinus, officinalis, origanum majorana, oléa europea) dans l'huile Kanola chauffée thèse doctorat, université de Laval.

KARLESKIND, A, (1992). Propriétés des corps gras. In « Manuel des corps gras » Ed Tec et Doc, Lavoisier. Paris. Lavoisier.

KEBAILI. R. et NEDIL.N.2015, Effet de l'augmentation du nombre de friture sur la stabilité de l'huile, Mémoire d'ingénieur en agronomie, Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, Algérie.

KECILI A. et TRACHE M. (2014). Etude comparative de la stabilité oxydative de Cinq huiles de tables au cours des fritures répétées. Mémoire d'ingénieur en agronomie. Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou. Algérie.

L

LABOURET P. (2005). Les huiles alimentaires. *Vegetal oils: The different advantages of different oils in health*, pp : 1– 6.

LAMBOUNI C, KETEVİ A., AWAGA K., DOH A., 2000. A Study of Heated vegetable oils used by street vendor in Frying Foods in Lome, Togo. In *Bulletin d'informations de la SOACHIM*, 2: 1-5.

LINDEN.G et LORIENT.D,1994 Biochimie agro-industrielle, valorisation alimentaire de la production agricole, 2^{ème} édition, Technique et documentation. Lavoisiner, Paris.

M

MARC, F.DAVIN.A, DEGLENE, BENBRAHIM.L, FERRAND.C, BACCAUNAUD.M et FRITSCH .P, 2004. Méthodes d'évaluation du potentiel antioxydant dans les aliments. *Medecine science*, 20(4).

M'BAYE.B.K, biop.A, BASSEN. E, 2012. Etude de l'effet de la température sur les huiles alimentaires en Mauritanie: Dosage des indices de peroxide. *Rev. IVOIR. Science and technologie*.

MC CLEMENT D.J et DECKER E.A, 2000. Lipid oxidation in oil in –Emulsion: impact of molecular environment on chemical reaction in heterogenous food system .*journal of food science*, 65(8), 1270-1282

N

NAMZER B.V ,YASHIN A.Y,VEDENIN A.N.,YASHIN .Y.I,YASHUNSKY D.V, NIFANTIEV N.E and KALIMA D, 2019. Selected powerful natural antioxidants: structure, food sources, Antioxydants activities, and important health benefits, *journal of food research*, 8(1),60.

NAYAK.P.K, DASH .UMA ,RAYAGURU .K,and KRISHNAN. K.R, 2016. Physico-chemical changes during repeated frying of couked oil .*journal of food biochemistry*, 40.

NISRINE. B, « Huile d'argan : propriétés pharmacologiques et mise en place d'un processus de contrôle », p. 182, 2014.

P

PERRIN.J.L, *Rev. Fr. Corps Gras*, 39, 25 (1992).

PERRIN. J.L, (1992). Evolution des corps gras au cours de leurs utilisations alimentaires. In KARLESKIND A. "Manuel des corps gras" Tec & Doc Ed. Lavoisier. Paris.

POISSON.F et L. NACRE. Corps gras alimentaires aspects chimiques, biochimiques et nutritionnels. In lipide et corps gras alimentaire. Ed. Tec et Doc Lavoisier, (2003).

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.

POUZET et, A. (1992). Source et monographies des principaux corps gras, In Manuel des corps gras. Volume 1. Ed. Tec et Doc lavoisier.

POYET. B, OLLIVIER.V, 2014. Réglementation sur l'étiquetage et la présentation des huiles d'olive .Oléagineux corps gras lipides.

Platon J.F, 1988. Raffinage de l'huile de soja, american Soybean Association U.S.A.

PLATON.J.F, 1988. Raffinage de l'huile de soja American association N°19/3-30

PRIOR.E, 2003. in lipide et corps gras alimentaire, ed tech et doc, Lavoisier.

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.

PRISTOURI.G, BADEKA. A, KONTOMINAS. M. G, 2010. Effect of packaging material headspace oxygen and light transmission, temperature and storage time on quality characteristics of extra virgin olive oil. food control.

R

RAHMAN. M.S, BELUSHI. R. M, GUIZANLN, SAIDL.G.S. During storage at different temperatures and moisture contents, food chemistry, 114(4) P:1257-1264.

RAHMANI.M, SADIK.A,1989, Rev. Fr. Corps Gras, 36, 355

Rasolohery C. A., 2007. Etude des variations de la teneur en isoflavones et de leur composition dans le germe et le cotylédon de la graine de soja [Glycine max (L.)Merrill].

Thèse de doctorat de l'institut national polytechnique de Toulouse

ROLLAND. Y, 2004. Antioxydants naturels végétaux, oleagineux corps gras, lipide, 11(6), 419-424.

ROMAN. O, 2012. Mesure et prédiction de réactivité des lipides au cours de chauffage d'huiles végétales a haute température .thèse l'institut des sciences et industrie du vivant et de l'environnement (Agro-Paris Tech).



SCHAICH.M, 2005. “ lipid oxidation : the oretecal aspects” in bailey ‘s industrial il and fat product edited by shahidi .F, John wiley et sons, INC, new jersey 269-345

SDRIBAN.R, 1988. L'industrie des corps gras (Faur L) in les industries agricoles et alimentaires ed : Tec et Doc Lavoisier.

SEGHIER Y. et BENAHMED L., 2014. Raffinage de l'huile de soja et élimination des acides gras libres au niveau de l'usine de « Afia » Mémoire de Projet de Fin d'Etude pour l'obtention du diplôme de Master en Génie des Procédés.

Service de la Protection de la Consommation, 2002. Les huiles de friture. Département de l'Action Sociale et de la Santé GENÈVE.

SHAHIDI, F., & ZHONG Y. 2010. « Lipid Oxidation and Improving the Oxidative Stability ». *Chemical Society Reviews* 39 (11): 4067-79.



UZZAN A., 1992. Olive et huile d'olive.In «Manuel des corps gras». Tome 1, Ed. Lavoisier, Paris.



VASQUEZ RONCERO. A, The polyphenols of olive oil and their influence on the characteristics of oil, Rev. Franc. Des Corps Gras, 25,1978.

VELASCO. J, DOBARGANES. C, 2002, Oxidative stability of virgin olive oil, European journal of lipide science and technology.



ZOLA D.E, 2001, Antioxidants : from proserving food quality of life food Technology.

Annexes

Modes opératoires

Indices chimiques

Annexe 1 : Détermination de l'acidité

Matériel

- Erlenmayer
- Burette
- pipette graduée
- balance analytique

Réactifs

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

Mode opératoire :

- dissoudre une prise d'essai (2.5g) dans 12.5ml d'éthanol ;
- ajouter quelques gouttes de la solution de phénolphaléine
- 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 2 : Détermination de l'indice de peroxyde :

Matériels :

- Erlenmayer
- pipette graduée
- balance analytique
- becher
- burette

Réactifs :

- chloroforme
- acide acétique
- solution saturée d'iodure de potassium
- solution aqueuse de thiosulfate de sodium(0.01N)
- solution d'empois d'amidon à 1N

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 03 : Détermination de l'indice d'iode

Matériel :

- Erlenmayer
- becher
- Balance analytique
- Pipette
- Burette

Réactifs :

Thiosulfate de sodium (0,1N)
Empois d'amidon
Iode alcoolique (0,2N)
Ethanol (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
- Continuer 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.

Analyses physiques :

Annexe 04 : Détermination de l'humidité :

Matériels :

Balance de précision
Becher
Étuve isotherme $103 \pm 2^\circ\text{C}$.
Dessiccateur contenant un déshydratant (gels de silice)

Mode opératoires :

- 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 1 heure ;
- Sortir le bécher, le refroidir dans le dessiccateur et peser une autre fois le bécher avec le résidu (soit m_2 son poids).

Annexe 05 : Détermination de la densité :**Matériels :**

Bécher (50ml)

Balance de précision

Pipette graduée (10ml)

Mode opératoires :

- 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'') ;
- Refaire la même expérience avec de l'eau distillée et noter le poids (m').

Annexe 06 : Détermination de la viscosité :**Matériels :**

Viscosimètre

Chronomètre

Mode opératoire :

- Remplir le viscosimètre à bille de l'huile à analyser ;
- Vérifier l'absence des bulles d'air à l'intérieur de viscosimètre ;
- Chronométrer le temps nécessaire pour que la bille traverse les deux traits indiqués sur le viscosimètre.

Analyses statistiques :**Annexe 07 : analyse de la variance de l'acidité**

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,768	11	0,07				
VAR.FACTEUR 1	0,608	5	0,122	4,542	0,04719		
VAR.RESIDUELLE 1	0,161	6	0,027			0,164	30,49%

Annexe 08 : TEST de NEWMAN-KEULS au seuil = 5% de l'acidité :

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES
6.0	T16	0,846	A
5.0	T12	0,791	A
4.0	T8	0,565	A
3.0	T4	0,452	A
2.0	T1	0,339	A
1.0	T0	0,226	A

Annexe 09 : Analyse de la variance de la viscosité

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	538,817	11	48,983				
VAR.FACTEUR 1	537,43	5	107,486	465,005	0,00001		
VAR.RESIDUELLE 1	1,387	6	0,231			0,481	1,11%

Annexe 10 : TEST DE NEWMAN-KEULS - SEUIL = 5%

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES					
6.0	T16	51,095	A					
5.0	T12	48,89		B				
4.0	T8	45,72			C			
3.0	T4	43,845				D		
2.0	T1	40,925					E	
1.0	T0	30,45						F

Annexe 11 : Analyse de la variance de la densité

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,002	11	0				
VAR.FACTEUR 1	0,002	5	0	3,106	0,10028		
VAR.RESIDUELLE 1	0,001	6	0			0,01	1,16%

Annexe 12 : TEST DE NEWMAN KEULS NON SIGNIFICATIF

Résumé

L'objectif de cette étude est de déterminer l'effet du traitement thermo-oxydatif d'une huile 100% soja de marque « LaBelle » sur ses caractéristiques physico-chimiques. Cette huile est chauffée dans une friteuse électrique à couvercle ouvert à 180°C pendant 8 heures de chauffage en continu.

Il ressort des résultats obtenus, une augmentation continue de l'acidité pour atteindre une valeur maximale de 0.846 % et de l'indice de peroxydes jusqu'à une valeur maximale de 22 meq d'O₂/kg d'huile et une diminution de l'indice d'iode.

Ces modifications chimiques ont entraîné une altération des caractéristiques physiques de l'huile avec une augmentation de la densité pour atteindre une valeur maximale de 0.917 et de la viscosité pour atteindre une valeur de 51.095 c.po et une diminution de l'humidité.

Cette altération est liée à la composition intrinsèque de l'huile : sa richesse en acides gras polyinsaturés et sa carence en molécules anti-oxydantes.

Mots clés : Les huiles végétales, traitement thermo-oxydative, Altération, Antioxydants.

Abstract

The objective of this study is to determine the thermo-oxidative processing (open fryer) of a 100% soybean "Labelle" on its physicochemical characteristics. This oil is heated in an electrically fryer at 180C° for 8 hours heating.

The results obtained is a continued increase in acidity to reach a maximum of 0.846% and peroxide index until a maximum value of 22 meq of O₂/of oil and a decrease in the iodine index.

The chemical modifications have had an alteration of the physical characteristics of the oil with an increase in density to reach a maximum value of 0.917 and viscosity to reach a value of 51.095 c.po and the decrease in moisture.

This alteration is bound to the intrinsic composition of the oil : its richness of unsaturated fatty acid and its deficiency in antioxidant molecule.

Keywords: Vegetal oils, oxidative thermo treatment, alteration, antioxydants.