

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

*Faculté des Sciences biologiques et des Sciences Agronomiques*

*Département d'Agronomie*

# Mémoire de fin d'études

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

*En Sciences de la nature et de la vie*

*Filière : science alimentaire*

*Option : sécurité agroalimentaire et assurance de qualité*

## Thème

*Effet des conditions de stockage sur la qualité de  
l'huile « Fridor »*

*Proposé et dirigé par :*

*M<sup>r</sup> SADOUDI R.*

*Présenté par :*

*M<sup>elle</sup> KEHILI Lydia*

*Devant le jury :*

*Président : M. SEBBANE H.*

*Examineurs : Mlle KHALED-KHODJA N.*

*Promotion : 2018 – 2019*

## Remerciements

*Avant tout, je remercie le bon Dieu tout puissant de m'avoir donné courage et volonté pour accomplir ce travail.*

*Au terme de ce travail, je tiens à adresser l'expression de mes vifs remerciements à toutes les personnes qui m'ont aidé et collaboré de près ou de loin à la réalisation de ce travail.*

*Mes sincères remerciements Mr. SADOUDI R. Maître de conférences au département des Sciences Agronomiques à UMMTO d'avoir accepté de m'encadrer et m'orienter tout au long de ce travail.*

*Un grand merci aux membres de jury, pour l'honneur qu'ils nous ont fait d'évaluer et de juger notre travail. Leurs remarques et suggestions ne feront que parfaire ce travail,*

*Je remercie aussi Mr METNA B, enseignant au département des sciences agronomiques à UMMTO, pour m'avoir aidée dans la réalisation de l'étude statistique,*

*Je remercie également les responsables du laboratoire des analyses physico-chimiques de département Biologie à UMMTO pour leurs aides, leurs soutiens et le temps qu'ils ont bien voulu consacrer pour m'aider au cours de mon travail,*

*Enfin, j'adresse mes remerciements les plus sincères à tous ceux qui ont contribué d'une façon ou d'une autre, de près ou de loin à la réalisation de ce mémoire.*

*Merci*

# *Dédicaces*

*Je dédie ce modeste travail :*

*A mes très chères parents pour leur encouragement, leur sacrifices et leur soutien qu'ils m'ont apportée durant toutes ces années de formations, dieu les protèges et les garde au parfaite santé ;*

*A mes très chers frères : Samir, Djamel, Nabil, Hamid, Ahmed ainsi leurs épouses Hassiba, Fatiha, Ratiba et Haya ;*

*A mes très chères sœurs : Sabiha, Dalila et Lynda ;*

*A toute ma famille : oncles, tantes, cousins, cousines ;*

*A toute mes amies sans exception ;*

*A tous ce que j'aime et qui m'aiment ;*

*A toute la promotion de Sécurité agroalimentaire et assurance qualité 2018 /2019*

*Lydia*

Liste des abréviations.

Liste des figures.

Liste des tableaux.

**Introduction générale** ..... 1

## **Partie bibliographique**

### **Chapitre I : les huiles végétales**

I.1. Définition et classification ..... 3

I.2. Importance dans l'alimentation humaine ..... 3

I.3. Huile de tournesol ..... 4

I.3.1. Origine et définition ..... 4

I.3.2. Composition ..... 4

I.3.3. Caractéristique et propriété ..... 5

I.3.4. Production ..... 6

I.3.5. Utilisation ..... 6

I.4. Huile de soja ..... 7

I.4.1. Origine et définition ..... 7

I.4.2. Composition ..... 7

I.4.3. Caractéristiques physico-chimiques ..... 8

I.4.4. Production ..... 9

I.4.5. Intérêt nutritionnel ..... 9

I.5. Filière des oléoprotéogéineux en Algérie ..... 10

I.5.1. Caractérisation de la filière ..... 10

I.5.2. Consommation et bilan alimentaire ..... 10

I.5.3. Production agricole ..... 10

I.5.4. Industrie des oléagineux ..... 10

I.5.5. Importations ..... 11

### **Chapitre II : Altérations des huiles végétales**

II.1. Mécanisme d'altération ..... 12

II.1.1. Oxydation ..... 12

II.1.1.1. Auto-oxydation ..... 12

II.1.1.2. Photo-oxydation ..... 14

## Sommaire

---

II.1.1.3.Oxydation enzymatique.....	15
II.1.2.Hydrolyse.....	15
II.3.Facteurs influençant la détérioration oxydative.....	16
II.3.1.Teneur en oxygène.....	16
II.3.2.Température.....	16
II.3.3.Antioxydants.....	17
II.3.4.Présence d'agent pro-oxydant.....	17
II.3.5.Teneur en acides gras libres.....	17
II.3.6.Activité d'eau.....	17
II.4.Antioxydants.....	17
II.4.1.Définition.....	18
II.4.2.Mécanisme d'action.....	18
II.4.3.Utilisation.....	19
II.4.4.Classification.....	20
II.4.5.Propriété des principaux antioxydants.....	21

### **Partie expérimentale**

#### **I. Matériel et méthodes**

I.1. Objectif de l'étude.....	23
I.2.Protocole expérimental.....	23
I.3.Analyses physico-chimiques.....	24
I.2.1. Analyses physiques.....	24
I.3.1.1. Densité.....	24
I.3.1.2. Teneur en eau.....	24
I.3.1.3.Taux de composés polaires.....	25
I.3.1.4. Viscosité.....	25
I.3.2. Analyses chimiques.....	26
I.3.2.1. Acidité.....	26
I.3.2.2. Indice de peroxyde.....	27
I.3.2.3. Indice d'iode.....	27
I.3.2.4. Indice de saponification.....	28
I.4.Analyses statistiques.....	29

## **II. Résultats et discussion**

II.1. Caractéristiques physico-chimiques de l'huile « Fridor » à l'état fraîche.....	30
II.2. Evaluation des paramètres physiques.....	31
II.2.1. Evaluation de la couleur.....	31
II.2.2. Variation de la densité.....	31
II.2.3. Taux d'humidité.....	34
II.2.4. Evolution du taux des composés polaires.....	35
II.2.5. Evolution de la viscosité.....	38
II.3. Evolution des paramètres chimiques.....	39
II.3.1. Evolution de l'acidité.....	39
II.3.2. Evolution de l'indice de peroxyde.....	42
II.3.3. Evolution de l'indice d'iode.....	44
II.3.4. Evolution de l'indice de saponification.....	47

## **Conclusion générale**

Références bibliographiques

Annexes

Résumé

## Liste des abréviations

---

**AFNOR:** Association française de normalisation.

**AG :** Acide gras.

**AGE :** Acide gras essentiel.

**AGI :** Acide gras insaturé.

**AGL :** Acide gras libre.

**AGMI:** Acide gras mono insaturé.

**AGPI :** Acide gras polyinsaturé.

**ANOVA:** Analyse of variance

**BHA:** Butyl-hydroxyanisole.

**BHT:** Butyl-hydroxytoluene.

**CG:** Corps gras.

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

**I<sub>i</sub> :** Indice d'iode.

**I<sub>p</sub> :** Indice de peroxyde.

**I<sub>s</sub> :** Indice de saponification.

**ISO :** International Standards Organisation.

**MEq. O<sub>2</sub>/kg :** Milliéquivalent d'oxygène actif /kg de matière grasse

**MG :** Matière grasse.

**R° :** Radical libre d'acide gras.

**RH:** Acide gras.

**ROO°:** Radical peroxy.

**ROOH:** Hydroperoxydes.

**TG :** Triglycérides.

**TPC :** Taux des composés polaires.

N°	Figures	Pages
1	Schématisation de la cinétique d'oxydation des AGI	14
2	Mécanisme d'initiation de la peroxydation des lipides par l'activité-lipoxygénasique	15
3	L'appareil Testo 270	25
4	Viscosimètre	26
5	Réfrigérant à flux	29
6	Variation de la couleur des échantillons d'huile « Fridor » en fonction des conditions de stockage	31
7	Evolution de la densité en fonction de la durée et type de stockage	33
8	Evolution de taux d'humidité en fonction de la durée et condition de stockage	35
9	Evolution des composés polaires en fonction de la durée et condition de stockage	37
10	Evolution de la viscosité de l'huile en fonction de la durée et type de stockage	39
11	Evolution de l'acidité de l'huile en fonction de la durée et condition de stockage	41
12	Evolution de l'indice de peroxyde de l'huile en fonction de la durée et type de stockage	44
13	Evolution de l'indice d'iode en fonction de la durée et condition de stockage	46
14	Evolution de l'indice de saponification en fonction de la durée et type de stockage	48

## Liste des tableaux

N°	Liste des tableaux	pages
I	Composition triglyceridique de l'huile de tournesol	4
II	Composition des acides gras de l'huile de tournesol	5
III	Principales constantes physiques et chimiques de l'huile de tournesol	6
IV	Composition en acides gras de l'huile de tournesol	6
V	Composition en acides gras de l'huile de soja	8
VI	Composition en insaponifiables de l'huile de soja	8
VII	Principales constantes physico-chimiques de l'huile de soja	9
VIII	Principales constantes physico-chimiques de l'huile de soja	9
IX	Production des huiles végétales brutes comestibles, Algérie	10
X	Mécanisme d'oxydation des lipides	12
XI	Quelques exemples d'utilisation réglementée des antioxydants de synthèse	20
XII	Sources alimentaires d'antioxydants naturels	21
XIII	Les propriétés des principaux antioxydants	22
XIV	Composition et conseils d'utilisation portée sur l'étiquette de l'huile étudiée	23
XV	Répartition des échantillons dans les différentes conditions de stockage	24
XVI	Caractéristiques physico-chimiques de l'huile raffinée « Fridor » utilisée	30
XVII	Evolution de la densité des échantillons en fonction de la durée et condition de stockage	32
XVIII	Analyse de la variance pour le paramètre « densité » de l'huile	33
XIX	Evolution de taux d'humidité de l'huile de soja « fridor » en fonction de la durée et condition de stockage	34
XX	Résultats de l'ANOVA pour la variable humidité	35
XXI	Effets des conditions et durée de stockage sur le taux des composés polaires de l'huile	36
XXII	L'analyse de la variance de taux des composés polaires de l'huile de soja	37
XXIII	Evolution de la viscosité en fonction des conditions et la durée de stockage	38
XXIV	Résultat de l'ANOVA pour la variable « viscosité »	39
XXV	Evolution de l'acidité de l'huile « Fridor » selon le type et la durée de stockage	40
XXVI	L'analyse de la variance de l'acidité d'huile « fridor »	42
XXVII	Variation des valeurs de l'indice de peroxyde selon le type et la durée de stockage	43
XXVIII	Analyse de la variance de l'indice de peroxyde de l'huile de soja	44
XXIX	Résultats de la mesure de l'indice d'iode en fonction de type et durée de stockage	45
XXX	Résultats de l'ANOVA pour le variable indice d'iode	46
XXXI	Effet des conditions et la durée de stockage sur l'indice de saponification de l'huile de soja de marque « fridor »	47
XXXII	L'analyse de la variance pour l'indice de saponification	49

# *Introduction*

## Introduction

Les corps gras (CG) alimentaires, un des constituants de la ration alimentaire, comprennent les huiles végétales et les matières grasses végétales (*PETER et al, 2002*). Les CG jouent un rôle nutritionnel et important ; ils apportent de l'énergie, des acides gras essentiels et de nombreuses vitamines liposolubles (A, D, E, et K). Les lipides, fraction majoritaire des CG, participe dans l'élaboration des aliments tout en influençant leurs propriétés rhéologiques et sensorielles (*GRAILLE et al. 2003*)

Les huiles végétales raffinées sont des sources privilégiées d'une part des macronutriments essentiels, notamment en acide linoléique « oméga 6 » et en acide  $\alpha$ -linoléique « oméga 3 » et micronutriments, tels que la vitamine E et les phytosterols d'autre part. Cependant, la préservation de ces nutriments au cours des opérations culinaires dépend des conditions employées (*PIERRE-OLIVIER, 2010*).

Le programme national nutrition santé de France (PNNS) préconise de réduire la consommation de la matière grasse saturée d'origine animale au profit des huiles végétales riches en acides gras mono-insaturés (AGMI) ou des acides gras polyinsaturés (AGPI). Ces acides gras insaturés à long chaîne préviennent la survenue de nombreuses maladies dégénératives, telles que les maladies cardiovasculaires, l'obésité ou certaines formes des cancers (*PASCAL, 1996 ; MARTIN et PASCAL, 2001, JEATET et al., 2006*)

Toutefois, les huiles végétales, du fait de leur richesse en AGMI et/ou AGPI, sont sujettes à des réactions chimiques, telle que l'oxydation (*GRAILLE, 2003 ; FRANKEL, 2007*). L'oxydation des lipides a des conséquences néfastes sur la qualité sensorielle et nutritionnelle des aliments. La conséquence la plus perceptible de l'oxydation des lipides est l'apparition d'une flaveur désagréable souvent qualifiée de rance, qui modifie les caractéristiques sensorielle de l'aliment, donc son appréciation par le consommateur. L'oxydation conduit également à une modification de la couleur et parfois de la texture, ainsi qu'à des pertes en nutriments et micronutriments (*CHOE et MIN, 2009*).

En Algérie, les conditions de commercialisation et de stockage des huiles végétales raffinées ne sont pas respectées par les commerçants. Ces derniers exposent ces huiles à la lumière du jour et au soleil durant toute la journée. Ces conditions inadéquates augmentent considérablement la vitesse d'oxydation de ces huiles insaturées, largement utilisées dans la préparation des aliments.

C'est dans cette optique que s'inscrit cette présente étude dont l'objectif est de suivre l'évolution de la qualité physico-chimique d'une huile alimentaire de marque « Fridor » produite et commercialisée par le complexe « Cévital ». C'est une huile 100% soja ; cette huile a été stockée à différentes conditions pendant 2 mois.

Ce travail comprend deux parties :

- La première partie concerne une recherche bibliographique. Celle-ci porte, dans un premier chapitre, des généralités sur les huiles végétales ; le deuxième chapitre est consacré aux différentes réactions d'altération des huiles végétales.
- La seconde partie « expérimentale », comprend la présentation du matériel et méthodes ainsi que la discussion des différents résultats obtenus. Enfin, ce document se termine par une conclusion.

***Partie***  
***bibliographique***

# *Chapitre I*

## **I. Les huiles végétales**

L'huile est une matière grasse, onctueuse et épaisse, souvent liquide à température ambiante. Une huile végétale renferme en général plus de 99% de lipide, ; elle ne contient pas de glucides, ni de protides, mais très peu ou pas de cholestérol. Quelques vitamines et antioxydants liposolubles complètent le pourcentage restant (1%) (*DEBUYNE, 2001*). On les différencie généralement par leur point de fusion (*LECERF, 2011*).

Elles sont destinées à de nombreux usages (assaisonnement, friture). Les CG culinaires que l'on appelle «huiles» sont d'origine végétale, extraits soit de graines (tournesol, colza, soja, sésame et coton), de fruits (olive, cornouille, noix) et de racines (souchet :rhizomes de plantes aquatique comestible) (*APFELBAUM et ROMON, 2004*).

Les huiles peuvent être obtenues, après lavage et broyage, à l'aide de procédés mécaniques (trituration) mettant en jeu de fortes pressions et éventuellement un chauffage ou par des procédés chimiques (extraction à l'aide d'un solvant, comme l'hexane). L'opération technologique dite «raffinage» permet d'éliminer les produits indésirables qui peuvent se trouver dans la matière brute extraite (*MAZOYER, 2002*).

### **I.1. Classification des huiles végétales**

Les huiles végétales fluides : huiles d'arachides, de colza, de germe de maïs, de tournesol, de soja, d'olive, de noix et de pépins de raisin ; les huiles végétales concrètes (ou graisses) : coprah (provenant de la noix de coco), huiles de palme et de palmiste (*GRAILLE, 2003*).

### **I.2. Importance des huiles dans l'alimentation humaine**

Les variétés d'huiles sont de plus en plus importantes. Chaque huile a une composition particulière, c'est pourquoi chacune a une utilisation conseillée ; on en trouve : les huiles classiques (tournesol, colza, arachide, etc.), les huiles à usage spécifique (fritures, fondues, pizzas, etc.), les huiles à goût (cas des huiles aromatisées : ail, basilic, etc. l'huile de noix, de noisette, de pépins de raisins, d'olive, etc.) (*CHUNG, 2001*).

### I.3. Etude des huiles végétales

#### I.3.1. Huile de tournesol.

##### I.3.1.1. Origine et définition

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

L'huile de tournesol classique est caractérisée par sa richesse exceptionnelle en acide linoléique (60 à 70%), contre seulement 15 à 20% d'acide oléique (DELPLANQUE, 2000). Cette composition est due à un système enzymatique, appelé desaturase (BOYELDIE, 1991). L'huile de tournesol oléique sont, par contre, riches en acide oléique (83%) (KARLESKIND, 1992).

##### I.3.1.2. Composition

###### I.3.1.2.1. Triglycérides

La composition triglycéridique obtenue au moyen de la HPLC est développée dans le tableau x (KARLESKIND, 1992).

**Tableau I:** Composition triglycéridique de l'huile de tournesol (KARLESKIND, 1992).

Nature	% de triglycéride
trilinoleine	36,3
oléodilinoleine	29,1
palmitodilinoleine	11,3
palmitooleolinoleine	4
palmitodilioleine	0,5
trioleine	0,6
stéarooléolinoleine	2,1

###### I.3.1.2.2. Acides gras

L'huile de tournesol est caractérisée par sa teneur élevée en acides gras insaturés (87%) contre 13% d'acides gras saturés. L'huile de tournesol possède une faible teneur en acide linoléique (C18 : 3) et une importante teneur en acide linoléique (C18 : 2). La composition en acides gras de l'huile de tournesol exprimée en % des acides gras totaux est présentée dans le tableau II.

**Tableau II:** Composition des acides gras de l'huile de tournesol (MERIEN, 1992)

Acides gras saturés	% d'acides gras totaux	Acides gras insaturés	% d'acides gras totaux
C16 :0	5-7	C16 :1	≤0.4
C18 :0	4-6	C18 :1	15-25
C20 :0	<1	C18 :2	62-70
C22 :0	<1	C18 :3	≤0.2
		C20 :1	<0.5

### I.3.1.2.3. Insaponifiables

Les composés mineurs (insaponifiables) de l'huile de tournesol, ont des qualités particulières qui peuvent avoir un impact positif sur le plan nutritionnel. On distingue :

- **Les tocophérols** sont essentiellement représentés par l' $\alpha$ -tocophérol,
- **Les phytostérols** sont représentés essentiellement par le  $\beta$ -sitostérol et par le stigmastérol et le compestérol,
- **Les hydrocarbures** sont présents en très faible quantité dans les huiles de tournesol. Ces substances sont de nature très diverses : cires, glucides, stérols et antioxydants.

### I.3.1.3. Caractéristiques et propriétés

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

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

(CHUNG, 2001). Les caractéristiques et la composition en AG de cette huile sont portées dans les *tableaux X et XI*.

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

Constante	Valeur
Densité à 20C°	0.920 à 0.925
Viscosité à 20C°	51 à 57
Indice d'iode (g I <sub>2</sub> /100g)	120 à 140
Indice de saponification	188 à 193

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

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

#### I.3.1.4. Production

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

#### I.3.1.5. Utilisation de l'huile de tournesol

##### I.3.1.5.1. Utilisation alimentaire

L'huile de tournesol est utilisée dans l'industrie alimentaire pour la fabrication des aliments et des assaisonnements, ainsi que pour la friture et de nombreuses autres préparations. Sa richesse en acide linoléique est particulièrement recherchée pour la friture. Elle confère, en effet, une bonne stabilité de l'huile à la cuisson et de bonne aptitude technologique pour la friture industrielle.

#### ➤ Huile pour friture

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

## ➤ Huile pour assaisonnement

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

### I.3.1.5.2.Utilisation non alimentaire

Bien que la production d'huile de tournesol soit principalement destinée à l'assaisonnement et à la friture, son utilisation pour les applications industrielles s'élargit au secteur non alimentaire. Les huiles de variétés à haute teneur oléique sont utilisées pures ou modifiées pour des applications dans les domaines de la lubrification, de la solvatisation ou encore, pour leur teneur en phytostérols ou d'autres AG dans les domaines pharmaceutique et cosmétique (*GOTOR, 2008*). Certaines utilisations non-alimentaires du tournesol se développent, en particulier pour la production de carburant diester (*ANONYME, 2002*).

### I.3.2.L'huile de soja

#### I.3.2.1.Origine et définition

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

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

#### I.3.2.2.Composition

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

L'huile brute contient également des phospholipides (22g/kg), qui doivent être isolés avant commercialisation et utilisation comme complément alimentaire dans l'industrie pharmaceutique, lubrifiant ou émulsifiant dans les industries agroalimentaire ou pharmaceutiques. La teneur en tocophérols est de l'ordre de 1.4 g/kg, 60% étant du  $\Omega$ -

tocophérol, la teneur en stérols peut atteindre 3g/kg, la moitié étant du  $\beta$ -sitostérol (CLAUDE, 2013).

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

Acide gras	16:0	18 :0	18 :1, $\omega$ 9	18 :2, $\omega$ 6	18 :3, $\omega$ 3	20 :0	20 :1	22 :0
% <u>en</u> <u>poids</u>	8-13	2-5	17-26	50-62	4-10	<1	<0,4	<0,5

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

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

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

### I.3.2.3. Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de soja

L'huile de soja possède certaines propriétés physico-chimiques qui sont représentées dans les *tableaux VII* et *VIII*.

**Tableau VII:** Principales constantes physico-chimiques de l'huile de Soja (*codex-alimentarius, 1992*).

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

**Tableau VIII:** Principales constantes physico-chimiques de l'huile de soja (suite) (*O'BRIEN, 2009*).

Caractéristique	Moyenne	Fourchette
Point du fusion (°C).	-22	-20 à -23
Point du solidification (°C).	-	-16 à -10
Test SWIFT (AOM) (heures).	12	-
Index de la stabilité oxydative (110°C), (heures).	2	2,2 à 3,33

### I.3.2.4. Production

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

### I.3.2.5. Intérêt nutritionnel de l'huile de soja

Elle a un intérêt nutritif par l'apport en vitamine E qui est excellente pour la peau et ses irritations (*LABOURET, 2005*). L'huile de soja offre une combinaison unique de deux AG, en l'occurrence les  $\omega 3$  et  $\omega 6$  qui ont un effet bénéfique sur la santé cardiovasculaire (*JOTTERAND et al., 2007*).

## I.4. La filière des oléoprotéagineux en Algérie

### I.4.1. Caractérisation de la filière

L'analyse de la filière se fera d'aval en amont : consommation, puis segments de production (agriculture et transformation), commerce extérieur et enfin régulation (*RASTOIN et GHERSI, 2010*). La filière des oléoprotéagineux comprend uniquement les graines oléagineuses, à l'exclusion de l'olive et de l'huile d'olive.

### I.4.2. Consommation et bilan alimentaire

En 2009, la consommation d'huiles végétales s'établissait à un peu plus de 12 kg/personne en Algérie (contre 17 kg en Tunisie et 12 au Maroc). L'huile d'olive, produit traditionnel ne représente que 13% de cette consommation. Elle est largement supplantée aujourd'hui par l'huile de soja (49%), de tournesol (13%), de colza (7%) et d'arachide (5%). À l'exception de l'huile d'olive, les autres huiles sont importées. Au total, le marché intérieur représenterait environ 430 000 t (*RASTOIN et BENABDERRAZIK, 2014*)

### I.4.3. Production agricole

La culture de graines oléagineuses étant très limitée (moins de 20 000 ha, pour une production de 50 000 t en 2012, principalement de colza), 90% des besoins algériens en huiles alimentaires (hors huile d'olive) sont couverts par l'importation d'huiles brutes (essentiellement de soja) qui sont raffinées sur place. En conséquence, la production locale de tourteaux pour l'alimentation animale est très faible et entraîne également des importations massives (*RASTOIN et BENABDERRAZIK, 2014*).

### I.4.4. L'industrie des oléagineux

L'Algérie ne dispose pas à ce jour d'unités industrielles de trituration de graines oléagineuses. On note une petite production, à caractère artisanal d'huile d'olive, d'arachide, de colza et de tournesol, pour un total de 70 000 t d'huiles végétales brutes en moyenne 2008-12 (tableau IX).

**Tableau IX:** Production des huiles végétales brutes comestibles, Algérie (FAOSTAT, 2013)

Produit	Moyenne 2008-2012(t)	Variation 1993-2010
Huile d'olive vierge	36940	1.6
Huile d'arachide	19645	2.0
Huile de colza	12737	1.1
Huile de tournesol	681	30.2
Total huiles brutes	70004	1.6

L'industrie du raffinage et du conditionnement des huiles végétales est aujourd'hui largement privatisée. Elle comporte 5 opérateurs : Cevital, leader du marché avec 50%, suivi de Afia (filiale du groupe saoudien Savola, 20% de part de marché), La Belle (15%), Prolipos (groupe Bareche, 6%) et Safia (*RASTOIN et BENABDERRAZIK, 2014*)

#### **I.4.5. Importations**

Comme dans les autres pays du Maghreb, la stratégie d'importation est pénalisante pour le développement d'une filière territorialisée. En Algérie, la dépendance externe et le déficit de création de valeur locale sont aggravés du fait que les importations se situent non pas au stade de la matière première (graines oléagineuses), mais du produit industriel intermédiaire (huiles brutes).

## *Chapitre II*

## II. Altération des huiles végétales

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

### II.1.Mécanismes d'altération des huiles

#### II.1.1 Oxydation

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

**Tableau X :** Mécanisme d'oxydation des lipides.

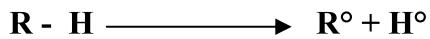
Type d'oxydation	Lipides oxydés	Catalyseur	Agent oxydant	Prévention
Auto-oxydation	Tous les lipides insaturés	Métaux lourds, radicaux libres	Oxygène triplet	Antioxydants
Oxydation enzymatique	Lipides polyinsaturés	Lipoxygénases	Oxygène triplet	Inactivation des enzymes
Oxydation due à l'oxygène singulet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

##### II.1.1.1. Auto-oxydation

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

##### a) Initiation

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



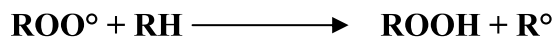
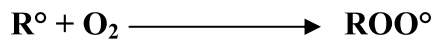
AG

Radical libre

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

### b) Propagation

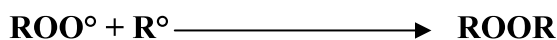
La propagation est une réaction radicalaire en chaîne. Les  $R^\circ$  formés fixent l'oxygène moléculaire et forment des radicaux peroxyde ( $ROO^\circ$ ). Ces derniers peuvent réagir avec une nouvelle molécule d'AG pour former des hydroperoxydes ( $ROOH$ ) et un autre  $R^\circ$ .



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

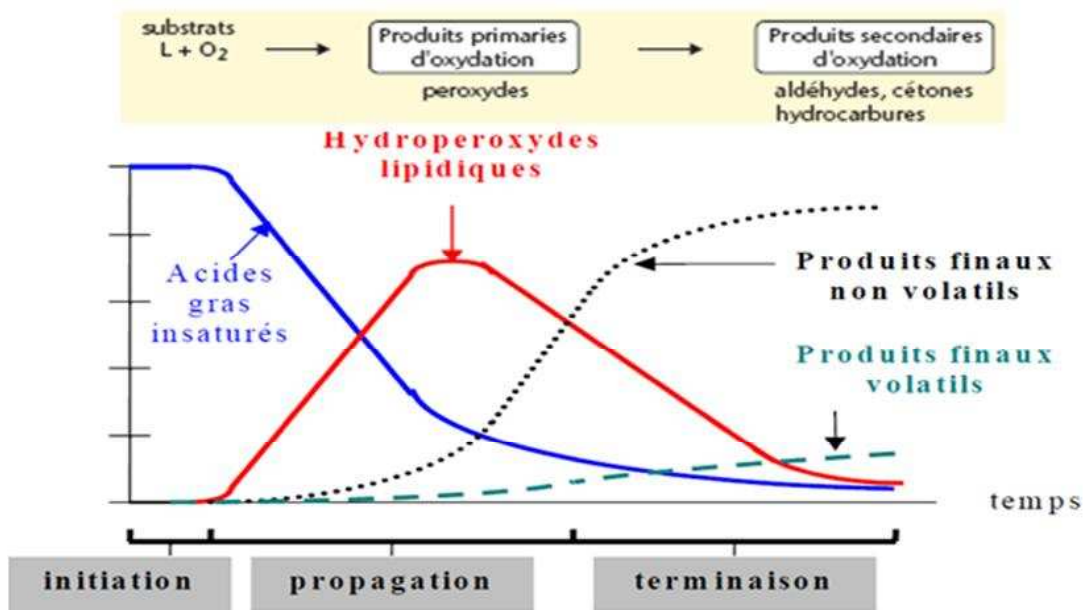
### c) Terminaison

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



Les réactions de terminaison sont lentes lorsque la concentration en  $R^\circ$  est basse (*POKORNY, 2003*).

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



**Figure 1:** Schématisation de la cinétique d'oxydation des AGI (EYMARD, 2003)

### II.1.1.2. La photo-oxydation

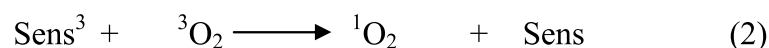
La photo-oxydation est une voie importante de production d'hydro peroxydes en présence d'oxygène, d'énergie lumineuse et de photo sensibilisateurs tels que les hémoprotéines, la chlorophylle et les riboflavines (HULTIN, 1992).

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

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



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



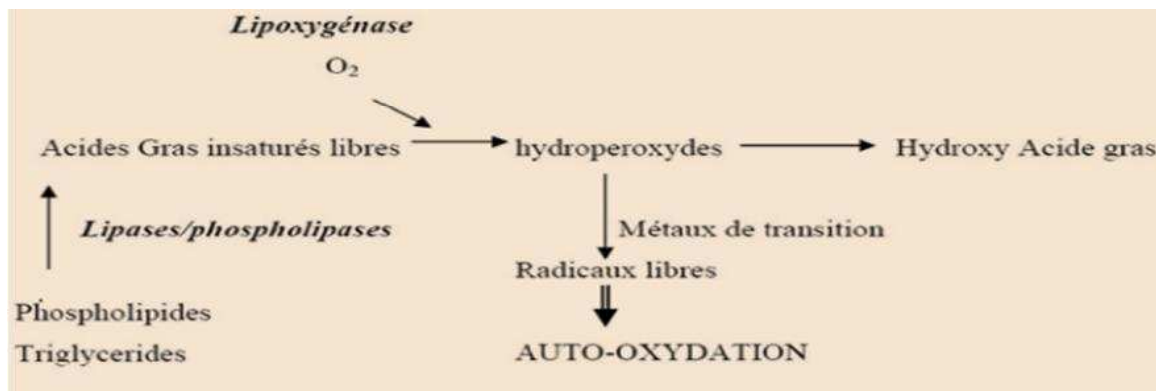
L'oxygène singulet ainsi formée est très électrophile et peut réagir directement sur un acide gras insaturé (RH) en formant ainsi un hydro peroxyde ROOH (JUDDE, 2004) (3).



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

### II.1.1.3. Oxydation enzymatiques

Le phénomène d'oxydation des acides gras insaturés peut être d'origine enzymatique. Les enzymes principalement impliquées sont la lipoxygénase et la cyclooxygénase (*PEREIRA et al., 2003*). La lipoxygénase catalyse l'insertion d'une molécule d'oxygène sur un acide gras insaturé selon une réaction stéréospécifique et aboutit à la formation d'hydroperoxydes. La lipoxygénase catalyse l'insertion d'une molécule d'oxygène sur un acide gras insaturé selon une réaction stéréospécifique et aboutit à la formation d'hydroperoxydes. Elle agit spécifiquement sur les acides gras non estérifiés. Son activité est donc souvent couplée avec celle des lipases et phospholipases. La cyclooxygénase est une lipoxygénase qui incorpore deux molécules d'oxygène au niveau d'un acide gras pour former des hydroperoxydes spécifiques (*JOSEPHSON et LINDSAY, 1986*).



**Figure 2:** Mécanisme d'initiation de la peroxydation des lipides par l'activité-lipoxygénasique (*GERMAN et KINSELLA, 1985*)

### II.1.2. Hydrolyse

Les réactions d'hydrolyses sont de loin les plus nombreuses dans les conditions normales de friture. Elles conduisent, au contact de la vapeur d'eau, à la formation d'acides gras libres, de monoglycérides, de diglycérides, voire de glycérol. Ces composés sont alors très sensibles aux réactions précédemment citées (réactions d'oxydation et de polymérisation) et les produits qui en dérivent sont responsables des principaux défauts de goût ou d'odeur. La présence de résidus de produits de nettoyage caustique favorise les réactions d'hydrolyse (*Blumenthal, 1997*). Au fur et à mesure de leur dégradation, les corps gras du bain sont de plus en plus volatils et le bain d'huile commence à fumer. Le point de fumée est la température à partir de laquelle le bain « fume » régulièrement et signale une dégradation continue et importante des matières grasses du bain. Les corps gras usuels ont des points de fumée initialement compris entre 180 et 230 °C. La dégradation des corps gras conduit à

un abaissement significatif du point de fumée (170 °C et en deçà), augmente la viscosité des huiles et accroît la teneur en tensioactifs responsables de la formation de mousse à la surface du bain et de l'abaissement de la tension superficielle entre les aliments essentiellement aqueux et les huiles. L'hydrolyse c'est la coupure des liaisons esters qui est obtenue soit par voie chimique ou enzymatique, elle se développe surtout sous l'action de la chaleur et de l'humidité.

- **hydrolyse chimique:** appelée aussi saponification, où les lipides peuvent être hydrolysés en milieu acide (acide sulfurique) mais la façon la plus utilisée est celle qui consiste à traiter à chaud (80 à 100°C) et en milieu alcalin (en présence de potasse ou de soude) pour donner l'alcool et l'acide gras qui se retrouve alors sous la forme de sel (savon). L'indice de saponification est un des paramètres qui permet d'apprécier la qualité d'une huile végétale.

- **hydrolyse enzymatique:** cette réaction met en jeu un substrat insoluble ou peu soluble dans un milieu aqueux avec une enzyme soluble. Il est donc nécessaire que la réaction s'effectue en présence d'agents émulsifiants qui permettront la fabrication de micelles. La réactivité des lipases va dépendre de la nature du substrat (mono, di ou triacylglycérol), de la nature des acides gras (chaîne courte, moyenne ou longue, présence ou non d'insaturation) et de la stéréochimie du substrat (Benachenhou, 2013)

### **II.3. Thermo-oxydation**

Les huiles alimentaires peuvent être soumises 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). Le chauffage des lipides à des températures supérieures à 100 voire 150°C, conduit à la formation des polymères, de composés cycliques ou isoméris (BOUHADJRA, 2011). Les acides gras insaturés et les acides gras libres sont les plus sensibles à ces dégradations. Les acides gras à doubles liaisons portés à température élevée peuvent se cycliser et se polymériser et surtout deviennent toxique. Les doubles liaisons des acides gras polyinsaturés peuvent former des systèmes conjugués où elles prennent la configuration trans, le C18 :2 et le C18 :3 qui sont plus sensibles à cette isomérisation.

## **II.3. Facteurs influençant la détérioration oxydative**

### **II.3.1. Teneur en oxygène**

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

### **II.3.2. Température**

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

### **II.3.4. Présence d'agent pro-oxydant**

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

### **II.3.5. Teneur en acides gras libres**

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

### **II.3.6. Activité de l'eau**

L'eau influence l'activité des antioxydants du fait que les antioxydants polaires très actifs dans les huiles seules sont extraits par la phase aqueuse ou concentrés aux interfaces dans le cas des moins polaires, alors que les antioxydants non polaires restent dans la phase grasse. Ces derniers gardent ainsi leur activité dans le produit final contenant de l'eau. (*POKORNY, 2003*).

## **II.4. Les antioxydants**

L'oxydation fait partie d'une réaction d'oxydoréductions qui transfère des électrons d'une substance vers un agent oxydant. Cette réaction peut produire des radicaux libres. La protection contre les effets délétères induits par ces radicaux oxygénés s'effectue à l'aide de trois types d'agents différents : les protéines non enzymatiques, les enzymes et enfin les

antioxydants, tels que les caroténoïdes, les tocophérols (vitamine E), l'acide ascorbique (vitamine C) et les polyphénols qui sont des antioxydants essentiels pour l'homme.

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

#### **II.4.1. Définition**

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

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

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

#### **II.4.2. Mécanisme d'action**

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

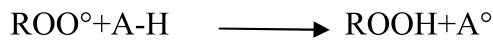
L'activité des antioxydants dépend des aliments dans lesquels ils sont ajoutés, de la concentration utilisée, de la quantité d'oxygène présent et de la présence de catalyseur d'oxydation (ions métalliques), ainsi que de la présence de molécules synergiques (*MECLEMENTS et DECKER, 2007*).

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

##### **II.4.2.1. Antioxydants primaires (de type I)**

Les antioxydants primaires sont considérés comme des briseurs de chaîne ou des intercepteurs de radicaux libres et comprennent principalement des composés phénoliques. Ce

groupe peut inhiber la propagation des réactions radicalaires en fournissant des hydrogènes aux radicaux libres (*KORTENSHKA et al., 2002*).



Antioxydant

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

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

#### II.4.2.2. Antioxydants secondaires (de type II)

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

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

#### II.4.3. Utilisation des antioxydants

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

La plupart des études d'observation montrent un effet protecteur d'une alimentation riche en antioxydants sur le risque de maladies cardiovasculaires ou de cancers. Une autre

vertu des antioxydants concerne la peau. En réduisant les effets nocifs des radicaux libres, les antioxydants limitent le vieillissement cutané.

#### II.4.4. Classification des antioxydants

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

##### II.4.4.1. Les antioxydants synthétiques

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

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

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

##### II.4.4.2. Antioxydants synergistes

Par définition, ce sont des substances qui ne sont guère actives en tant qu'antioxydants, leurs propriétés apparaissent surtout en présence des autres antioxydants. Il en est ainsi des lécithines, des acides citrique et tartrique, des acides aminés, de certains flavonoïdes. Leurs propriétés peuvent s'expliquer par un effet chélatant de métaux comme le fer ou le cuivre, pro-oxydant à faible dose.

##### II.4.4.3. Antioxydant naturels

Les antioxydants sont naturellement présents dans presque toutes les plantes, tous les micro-organismes, les champignons et même dans les tissus animaux. Le groupe le plus

important d'antioxydants naturels comprend la vitamine E (tocophérol), les vitamines C, le zinc, le sélénium, les caroténoïdes et des polyphénols.

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

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

#### II.4.5. Propriétés des principaux antioxydants

Le tableau XIII montre quelques propriétés des principaux antioxydants.

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

<b>Nature</b>	<b>Solubilité</b>	<b>Stabilité à la chaleur</b>	<b>Remarque</b>
Tocophérol	Liposoluble	Stable	Présent naturellement dans les huiles végétales, vitamines E synergie avec l'acide ascorbique
Acides ascorbique	Hydrosoluble	Peu stable	
Acide érythorbique	Hydrosoluble	Peu stable	
Palmitate d'ascorbyle	Peu liposolubles	Peu stable	
BHA	Très liposolubles	Très stable	Action de transfert, synergie avec BHT et gallate
BHT	Liposoluble	Stable	Synergie avec BHA formation de colorations jaunes en

			présence de fer
Gallate	Moyennement liposolubles	thermosensible	Formation de colorations bleues avec le fer en présence d'eau
TBHO	Très liposolubles	Très stable	Peu volatile, sensible au PH

*Etude  
expérimentale*

*Matériels et  
méthodes*

## I. Matériel et méthodes

### I.1. Objectif de travail

L'objectif de notre étude est de suivre l'évolution des paramètres physico-chimiques d'une huile raffinée 100% soja, de marque « Fridor » au cours de sa conservation dans diverses conditions ; on en cite : l'obscurité, lumière du jour, réfrigérateur et exposition au soleil.

Les caractéristiques de l'huile utilisée « Fridor » portés sur l'étiquette de l'emballage sont intégrées dans le tableau XIV.

**Tableau XIV** : composition et conseils d'utilisation porté sur l'étiquette de l'huile étudié

Dénomination	Composition	Conseils d'utilisation	Date d'utilisation
Fridor	Soja 100%	-Ne pas chauffer l'huile au-delà de 180°C -placer la bouteille dans un endroit propre et tempéré à l'abri de la lumière et source de chaleur	F : 06/03/2019 E : 06/03/2021

### I.2. Protocole expérimental

L'huile utilisée dans notre étude est achetée dans le commerce le 27/03/2019 ; elle est fabriquée par la raffinerie du complexe « CEVITAL » de Bejaia. Cette huile est conditionnée dans un emballage en matière plastique (PET). Avant de procéder au suivi de l'évolution des indices de qualité de l'huile raffinée « Fridor » (100% soja), le produit est conditionné dans des emballages en plastiques transparents d'une capacité volumique de 330 ml, 9 échantillons ont été constitués :

\*huile achetée

\*4 échantillons (première série) stockés pendant 30 jours

\*4 échantillons (deuxième série) stockés pendant 60 jours, à raison de 2 échantillons (un pour chaque série) par condition de stockage.

Les conditions de conservation de ces échantillons d'huile sont : l'obscurité, au soleil (soleil doux de mois d'avril et mai), température de réfrigération (température de +4 C°) et à température ambiante (environ 20C°) (Tableau XV). Après une série des analyses physico-chimiques ont été effectuées sur ces échantillons d'huile, tel que : l'indice d'iode, peroxyde, saponification, acidité, viscosité, l'humidité, densité et le taux de composés polaires (2

répétition pour chaque paramètre). Ces mêmes analyses ont également, été faites sur l'huile « fridor » fraîche.

**Tableau XV.** Répartition des échantillons dans les différentes conditions de stockage

N° échantillons	Première série (un mois de stockage)	Deuxième série (deux mois de stockage)	Conditions de conservation
I	E1 <sub>1</sub>	E1 <sub>2</sub>	Obscurité
II	E2 <sub>1</sub>	E2 <sub>2</sub>	Soleil
III	E3 <sub>1</sub>	E3 <sub>2</sub>	Température de réfrigération
IV	E4 <sub>1</sub>	E4 <sub>2</sub>	Lumière de jour

### I.3. Analyses physico-chimiques

#### I.3.1. Analyses physiques

##### I.3.1.1. Densité (AFNOR NFT606-21, 1984)

La densité relative à une température de 20°C d'une huile ou d'une graisse est quotient de la masse dans l'atmosphère d'un certain volume de corps gras à une température (°C) donné T par la masse de même volume d'eau distillé à 20°C.

#### Principe

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

#### Expression des résultats

La densité relative est donnée par la formule ci-dessous (WOLEF, 1968)

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

**m** : poids de l'éprouvette vide.

**m'** : poids de l'éprouvette pleine d'eau.

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

##### I.3.1.2. Teneur en eau (Humidité) (AFNOR NF T606-201, 1984 et ISO662)

C'est la perte de masse subie par l'huile après un chauffage à 103°C ±2C° pendant un temps suffisamment court pour éviter l'oxydation, mais suffisamment long pour permettre l'élimination totale de l'eau, exprimée en pourcentage en masse.

## Principe

Le principe de cette méthode consiste en un chauffage d'une prise d'essai à  $103^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$  dans un étuve jusqu'à l'élimination complète de l'eau et des matières volatiles. La teneur en eau exprimée en pourcentage en masse

### Expression des résultats

Les résultats sont calculés selon cette formule :

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

$m_0$  : masse en gramme du bécher.

$m_1$  : masse du bécher de la prise d'essai avant chauffage.

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

### I.3.1.3. Taux de composés polaires

Le pourcentage de composés polaires (TPC) est défini comme étant le pourcentage en poids de composés d'altération néoformés au cours du chauffage des huiles (GUILLÈN et URIARTE, 2011). Dans notre étude, la mesure des composés polaires des échantillons d'huile a été réalisée à l'aide d'un appareil dénommé, le « Testo 270 ». Cet appareil permet une mesure précise des composés polaires présents dans l'huile et la valeur donnée révèle une approche des polymères responsables de la dégradation des huiles.



Figure 3: L'appareil Testo 270

### I.3.1.4. La viscosité

La viscosité est définie comme étant le coefficient de frottement intramoléculaire. C'est la mesure du temps que nécessite une balle en méta pour s'écouler dans un capillaire d'un viscosimètre rempli d'huile

## Principe

Le principe de cette technique consiste en la mesure du temps que nécessite une balle en métal pour s'écouler dans un capillaire d'un viscosimètre rempli d'huile.

## Expression des résultats

Le résultat est donné comme suit :

$$\mu(C.p_0)=K (p_f-p) t$$

$\mu$  : La viscosité en Centpoise.

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

$\rho$  : La masse volumique de l'huile (g/ml).

$t$  : Le temps de chute en minutes.

$K$  : Constante du viscosimètre qui est égale à 35.



**Figure 4: viscosimètre**

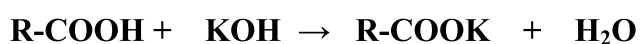
## I.3.2. Analyses chimiques

### I.3.2.1. Acidité (AFNOR-NF T60-204, 1988).

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

## Principe

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



(acide gras)                      (base savon)    (eau)

## Expression des résultats

Les résultats sont calculés selon cette formule :

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

**A:** acidité de l'huile exprimée en pourcentage.

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

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

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

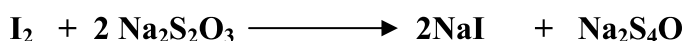
**M:** masse molaire de l'acide oléique (282,5

### **I.3.2.2. Indice de peroxyde** (AFNOR-NFT60-220et ISO3960,1996)

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

#### **Principe**

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



#### **Expression des résultats**

Les résultats sont obtenus en utilisant cette équation :

$$\text{Ip (még g O}_2\text{/kg huile} = \text{N} \times (\text{V}_1 - \text{V}_0) \times 100/\text{P}$$

**Ip** : indice de peroxyde exprimé en milliéquivalent gramme d'oxygène actif par kilogramme de matière grasse.

**V<sub>0</sub>** : volume de la solution thiosulfate de sodium pour l'essai à blanc en ml.

**V<sub>1</sub>** : volume de thiosulfate de sodium utilisé en ml.

**N** : normalité de la solution de thiosulfate de sodium 0.01 N.

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

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

L'indice d'iode ( $I_i$ ) est la quantité de l'iode en gramme fixée par 100g de corps gras.

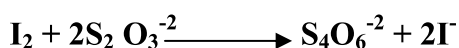
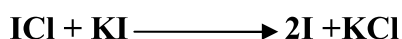
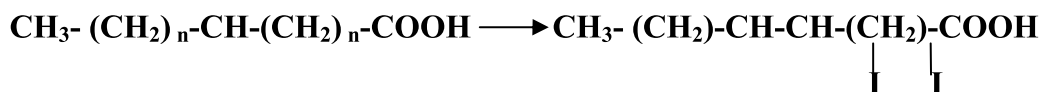
Dans les huiles végétales l'indice d'iode atteint la valeur 150 (LION, 1955).

#### **Principe**

Le principe consiste d'ajouter une solution de monochlorure d'iode dans un mélange d'acide acétique et de tétrachlorure de carbone.

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

Les réactions se passent sont les suivantes :



### Expression des résultats

Le calcul de cet indice selon cette équation :

$$\text{Ii (g I}_2\text{/100g)} = \text{N (V}_0\text{-V)} \times 12.69/\text{p}$$

**Ii** : indice d'iode.

**V<sub>0</sub>** : 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 (0.1 N).

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

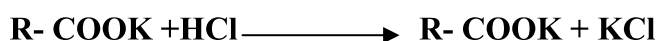
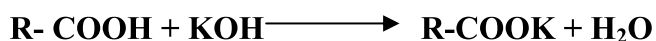
**P** : prise d'essai en gramme.

#### 1.3.2.4. Indice de saponification (AFNOR-NFT60-206,1975)

C'est la quantité d'hydroxyde de potassium (KOH) en mg nécessaire pour saponifier un gramme de corps gras. Autrement dit c'est le nombre de milligramme de KOH nécessaire pour transformer en savon tous les ADL, liés à la molécule de glycérol sous forme de TAG par gramme de l'huile.

#### Principe

Le principe consiste à saponifier une prise d'essai par KOH alcoolique sous réfrigérant à reflux pendant une heure. Le titrage de l'excès de KOH par une solution de HCl à 0.5N en présence de phénolphtaléine.



## Expression des résultats

Le calcul de cet indice selon cette formule :

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

**I<sub>s</sub>** : indice de saponification exprimé en milligramme par gramme.

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

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

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

**N** : normalité d'HCL (0.5N).

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



**Figure 5:** Réfrigérant à flux

### I.4. Analyse statistique

Le traitement statistique des résultats obtenus sur des d'analyses physico-chimiques (viscosité, densité, humidité, indice de peroxyde, acidité, indice d'iode et indice de saponification) est réalisé par l'utilisation du logiciel **Stat box 6.4**. Il consiste en une analyse de la variance à deux facteurs : durée de stockage (1 mois, 2 mois) et type de stockage (obscurité, soleil, température ambiante, température de réfrigération).

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

- Probabilité  $\geq 0,05$   $\longrightarrow$  différence non significative (NS)
- Probabilité  $\leq 0,01$   $\longrightarrow$  différence significative (S)
- Probabilité  $\leq 0,05$   $\longrightarrow$  différence hautement significative (HS)
- Probabilité  $\leq 0,001$   $\longrightarrow$  différence très hautement significative (THS)

# *Résultats et discussions*

## II. Résultats et discussion

### II.1. Caractéristiques physico-chimique de l'huile « Fridor »

Le tableau XVI intègre les valeurs des critères physico-chimiques de l'huile 100% soja « Fridor ». compte tenue des résultats obtenus en référant à la norme du *Codex alimentarius STAN 23-1981*.

**Tableau XVI:** caractéristiques physico-chimiques de l'huile raffinée « Fridor » utilisée.

Critères	Teneur	Norme du <i>Codex alimentarius STAN 23-1981</i>
Densité (20 °C)	0.919	0.918-0.923
Humidité (%)	0.03	Néant
Composés polaires totaux (%)	10	/
Viscosité (centpoise)	44.8	55-61
Acidité (%)	0.090	0.3 max
Indice de peroxyde (meq d'O <sub>2</sub> /kg d'huile)	0.5	10 max
Indice d'iode (g d'iode/100g d'huile)	123	110-141
Indice de saponification (mg de KOH /g d'huile)	190	188-194

D'après les résultats obtenus, on remarque que la densité, l'humidité et la viscosité et le taux de composés polaires de l'huile utilisée dans cette étude sont conformes aux normes du Codex alimentarius (Codex Stan 23-1981).

L'acidité de l'huile « Fridor » est estimée à 0.090% ; cette teneur est conforme à la norme de codex alimentarius (codex stan 23-1981), qui exige une valeur de l'acidité inférieure à 0.3%. Cette conformité indique la bonne maîtrise des étapes du raffinage appliqué par l'entreprise sur cette l'huile.

Les acides gras libres présents dans les huiles brutes sont des catalyseurs d'oxydation et sont éliminés au cours de la neutralisation et la désodorisation. Ainsi, pour ce paramètre chimique, cette huile est jugée de bonne qualité.

Par ailleurs, l'indice de peroxyde de cette huile n'est que de 0,5 *mEq. O<sub>2</sub>/Kg*. Le nombre de peroxydes contenus dans cette huile est largement inférieur à la limite maximale établie par les normes du *Codex alimentarius (Codex Stan 23-1981)* qui est de 10 meq

d' $O_2$ /kg d'huile. Ce résultat est probablement dû au traitement thermique appliqué lors du raffinage (rupture des doubles liaisons).

En outre, les valeurs des autres paramètres obtenus sont également conformes aux normes.

## II.2. Evolution des paramètres physiques lors du stockage de l'huile

### II.2.1. Evolution de la couleur



**Figure 6 :** Variation de la couleur des échantillons d'huile « Fridor » en fonction des conditions de stockage.

Parmi les paramètres organoleptiques, la couleur est le premier critère de la stabilité d'un aliment. La différence de couleur entre les échantillons d'huile stockée à différentes conditions par rapport à l'huile de départ (fraîche, avant stockage) est bien visible.

L'huile raffinée « Fridor » est de couleur jaune citron. Cette couleur est restée stable lors de son stockage à l'obscurité et à la température de réfrigération. Cependant, les échantillons de cette huile exposés à la lumière du jour et au soleil ont changé de la couleur. Cette perte de la couleur est plus marquée pour les échantillons d'huile exposés au soleil, de plus ce changement de la couleur augmenté avec la durée de stockage. Ces résultats sont les mêmes résultats obtenus par BOURIAH et BOUSLENE (2019) , cela est dû au déroulement de la réaction de la photo-oxydation.

Le changement de couleur a été signalé par *BARRERA-ARELLANO et al.(1997)*. Ces derniers suggèrent que tout changement de couleur d'huile signifie un changement de sa composition, par la formation des polymères issus des réactions de polymérisation des produits d'oxydation, la Co-oxydation des pigments et les vitamines. De plus, ils estiment que ces réactions sont étroitement liées à la variation de la température.

### II.2.2. Variation de la densité

La densité d'une huile est influencée par sa composition intrinsèque, la longueur de la chaîne hydrocarbonée ainsi que l'instauration de ses AG constitutifs (*KARLESKIND, 1992*). Elle est fonction non seulement du degré d'instauration de ses AG, mais aussi de son état

d'oxydation ou de polymérisation. Elle dépend, aussi, de sa température et de sa composition chimique. La densité des AG et des glycérides diminue au fur et à mesure que leur poids moléculaire diminue et le degré de leur instauration augmente (WOLFF, 1968).

La densité de l'huile raffinée « Fridor » à l'état frais, utilisée dans notre étude est de 0.919 ; cette valeur est conforme à la norme du *Codex STAN 23-1981*. cette valeur est inférieure à celle trouvée par LAMALI (2019) qui a travaillé sur une huile 100% soja « Oléor » et celle trouvée par BOURIAH et BOUSLENE (2019) sur une huile mixte « elio ».

Les valeurs de la densité de cette huile stockée à différentes conditions sont portées dans le tableau XVII, tandis que l'évolution de ce paramètre physique durant la période de stockage est illustrée par la *figure 7*.

**Tableau XVII :** Evolution de la densité des échantillons en fonction de la durée et condition de stockage

Durée	0	1 Mois	2 Mois
<b>Type</b>			
<b>Obscurité</b>	0,919	0,9185	0,9182
<b>soleil</b>		0,9235	0,9266
<b>Réfrigérateur</b>		0,9181	0,921
<b>Lumière de jour</b>		0,918	0,9246
<b>Norme de Codex</b>	0,918-0,923		

Ces valeurs sont une moyenne de 2 répétitions

D'après les résultats portés dans le tableau montre une diminution de la densité des huiles stockée à l'obscurité et au réfrigérateur, tandis que la densité des huiles stockées à la lumière de jour et celle des huiles exposées au soleil est augmentée.

Le pourcentage d'augmentation de la densité est de 0.82% et 0.60% respectivement pour les huiles exposées au soleil et la lumière de jour ; les pourcentages de diminution sont de 0.087% et 0.10% respectivement pour huile conservée à l'obscurité et à température de réfrigération.

La diminution de la densité est peut être due à la formation des AGL de faible poids moléculaire bas et des composés primaires de l'oxydation à des chaînes plus ou moins courtes. Selon GUILLAUMIN (1969) ; EL-SHAMI et al. (1962), l'augmentation de la densité d'une huile serait due à la formation de composés à haut poids moléculaire (polymères). De plus, PAMPEO (1989) a attribué cette polymérisation, en présence d'oxygène, à la formation des ponts de types éther C-O-C et peroxydes C-O-O-C.

L'évolution de la densité en fonction de la durée de stockage induit un prolongement de la diminution de la densité dans des conditions de stockage à l'obscurité et au froid. Cette diminution est expliquée par la formation d'AGL de faible poids moléculaire suite à l'hydrolyse. Par contre une augmentation de cet indice de celles conservées au soleil et à la lumière de jour ; cette augmentation serait due au phénomène de la photo-oxydation qui a induit la formation des dimères de haut poids moléculaire suite à la polymérisation des TG.

Ainsi, l'exposition de l'huile raffinée au soleil et à la lumière du jour est plus destructrice de sa qualité et néfaste pour la santé du consommateur. Ces huiles sont largement utilisées par les ménages et dans les industries agroalimentaires dans la préparation industrielle des aliments.

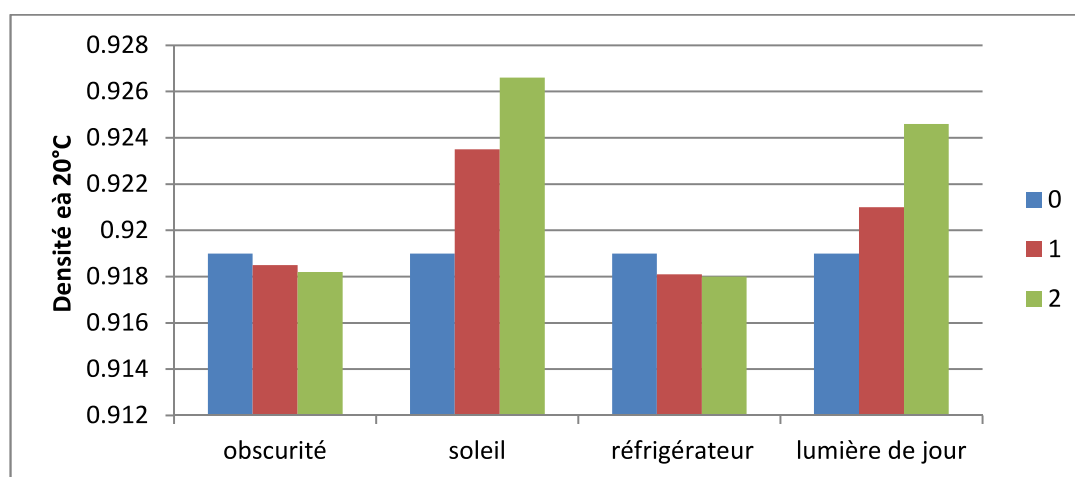


Figure 7 : Evolution de la densité en fonction de la durée et type de stockage

Nos résultats sont soumis à une analyse de la variance à deux facteurs, à savoir le temps et mode de stockage. Il en ressort de ce traitement que le facteur type de stockage agit de façon hautement significative ( $p=0.00142$ ) et le facteur temps agit de façon non significative ( $0.35458$ ) sur la variation de ce paramètre. Cela est vérifié par le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5%, regroupant les échantillons d'huiles en 2 groupes homogènes (A et B).

Tableau XVIII : Analyse de la variance pour le paramètre « densité » de l'huile

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
Var. totale	0	15	0				
Var. facteur 1	0	3	0	14,991	0,00142		
Var. facteur 2	0	1	0	0,974	0,35458		
Var. inter F1*F2	0	3	0	2,292	0,1544		
Var. résiduelle 1	0	8	0			0,002	0,22%

### II.2.3. Taux d'humidité

D'après les normes fixées par le *Codex alimentarius 1992*, les huiles raffinées fraîches ne doivent pas contenir de traces d'eau. Lors du traitement technologique au niveau industriel, notamment à l'étape de désodorisation, l'humidité contenue dans l'huile brute est éliminée.

Toutefois la détection de l'eau, même à l'état de trace, dans l'huile raffinée pourrait être liée au mode de traitement thermique appliqué lors de cette étape industrielle.

L'huile raffinée fraîche «Fridor» utilisée dans notre étude expérimentale a une humidité de 0.03%. Cette valeur est inférieure à celle trouvée par LAMALI (2018) qui est travaillé sur une huile «Oléor» qui est de 0.040% et BOURIAH et BOUSLENE (2018) qui ont travaillé sur une autre marque d'huile raffinée «Elio» qui est de 0.010% .

L'humidification de cette huile même à l'état des traces pourrait être due au barème du traitement thermique appliqué lors de l'étape de désodorisation (raffinage). L'unité «CEVITAL» commercialisant cette huile adopte une distillation sous vide à une température de 180 à 240°C. Cette température est inférieure à celle suggérée par HENON et al. (1999) qui est de 270°C pendant une heure à 1 heure 30 minutes.

Les valeurs de l'humidité de cette huile stockée à différentes conditions sont portées dans le tableau XIX, tandis que l'évolution de ce paramètre physique durant la période de stockage est illustrée par la *figure 8*.

**Tableau XIX :** Evolution de taux d'humidité de l'huile de soja «Fridor» en fonction de la durée et condition de stockage

Durée Type	0	1 Mois	2 Mois
Obscurité	0,03	0,039	0,042
soleil		0,033	0,035
Réfrigérateur		0,041	0,044
Lumière de jour		0,031	0,032
Norme de Codex	0		

Ces valeurs sont une moyenne de 2 répétitions

A travers ces résultats, on remarque une augmentation de l'humidité de l'huile quel que soit son mode et sa durée de stockage. L'huile stockée à température de réfrigération a enregistré le pourcentage d'augmentation le plus élevé, est de 46% suivie par le pourcentage de huile stockée à l'obscurité,40%. Par contre les échantillons d'huile exposée au soleil et à la

lumière de jour ont marqué une humidification moins avec des pourcentages d'augmentation les plus faible 16%et 6% respectivement. Les valeurs obtenues dans notre étude sont supérieurs de celles trouvées par *LAMALI (2019)* qui ont travaillé sur une autre marque d'huile 100% soja « Oléor ».

L'humidification des échantillons d'huile, pourrait être due à la formation d'eau et des composés volatils au cours des réactions d'oxydation (hydrolyse, acidification, etc.). En effet, l'eau et CO<sub>2</sub> constituent les produits terminaux de la décomposition des produits primaires d'oxydation (hydroperoxydes).

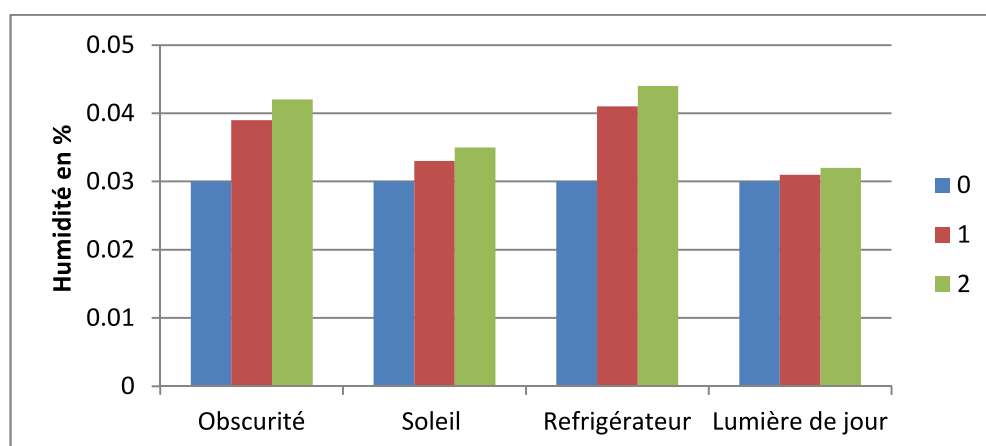


Figure 8 : Evolution de taux d'humidité en fonction de la durée et condition de stockage

L'analyse de la variance à deux facteurs (conditions et temps de stockage) a montré un effet très hautement significatif pour ces variable ( $p=0$ ), de même pour l'interaction entre ces deux facteurs ( $p=0$ ) ; cela est vérifié par le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% en regroupant les échantillons en 5 groupes homogènes (*A, B, C, D et E*).

Tableau XX : résultats de l'ANOVA pour la variable humidité

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,017	15	0,001				
VAR.FACTEUR 1	0,009	3	0,003	855,763	0		
VAR.FACTEUR 2	0,005	1	0,005	1409,6	0		
VAR.INTER F1*2	0,003	3	0,001	329,435	0		
VAR.RESIDUELLE 1	0	8	0			0,002	2,80%

#### II.2.4. Taux de composés polaires totaux

Les composés polaires sont des produits toxiques, affectent l'état nutritionnel du consommateur. Ils sont représentés principalement par les monomères de triacylglycérols oxydés (TGM<sub>OX</sub>) et des polymères de triacylglycérols oxydés (TGP<sub>OX</sub>) (*GUILLENE et URIARTE, 2011*).

La teneur en composés polaires est un indicateur de la qualité des huiles de friture (JUAREZ, 2011). Parmi les composés polaires, on peut distinguer deux groupes : les composés initialement présents dans la MG avant usage et les produits d'altération thermo-oxydative.

Selon SANTOS (2017), les fractions principales de CPT sont les triglycérides oxydés (TGO) ; ces derniers sont les principaux produits de dégradation, suivis par les dimères et polymères de triglycérides (DPTG) ; ils suivent la même tendance que celle de TPG : quantité plus élevées en friture et faible dans l'huile fraîche.

Le taux de composés polaires de l'huile raffinée 100% soja utilisée dans notre étude est de 10%.

Le taux de composés polaires de cette huile stockée à différentes conditions sont portées dans le tableau XXI, tandis que l'évolution de ce paramètre physique durant la période de stockage est illustrée par la figure 9.

**Tableau XXI:** Effets des conditions de stockage sur le taux de composés polaires de l'huile

Type	Durée	0	1 Mois	2 Mois
Obscurité	10	10	10	10.5
soleil			12.5	13.5
Réfrigérateur			10	10.5
Lumière de jour			12	13
Norme de Codex	/			

Ces valeurs sont une moyenne d'une seule répétition

Le taux des CPT de l'huile achetée « Fridor » est de 10% ; cette valeur est supérieure à celle trouvée par BOURIAH et BOUSLENE (2019) ayant analysé une huile mixte, dénommée « Elio » (80% soja et 20% tournesol) avec un taux de 5.5%. Cependant, notre huile contient moins de CPT qu'une autre huile 100% soja, dénommée « Oléor » utilisée par BRAHIMI (2017), avec un taux de 12%.

Dans l'huile fraîche, les constituants de ces CPT sont représentés par les stérols, tocophérols, AGL, mono et diacylglycérols, et autres produits de dégradation issus du processus de raffinage. La polarité de ces composés est plus élevée que celle des triacylglycérols natifs de l'huile raffinée (PERRIN, 1989).

Durant le stockage de cette huile à différentes conditions, les taux de CPT a augmenté. Le pourcentage d'augmentation le plus élevé est enregistré par l'huile exposée au soleil, avec

un taux de 35% par contre le pourcentage d'augmentation le plus bas est enregistré par l'huile stockée à l'obscurité et à température de réfrigération avec un taux de 5% ces résultats sont inférieurs à celle trouvée par LAMALI (2019) qui a travaillé sur l'huile « Oléor ».

La formation de CPT dans le cas de l'exposition au soleil confirme la viscosité élevée de ces échantillons. La majorité des produits de décomposition des AG de l'huile sont des composés polaires non volatils et des dimères et polymères de TAG. Les dimères et polymères sont formés par la combinaison des liaisons C-C, C-O-C et C-O-O-C et leur formation augmente la viscosité de l'huile *CHOE et MIN, (2007)*.

Par ailleurs, il a été rapporté qu'une huile contenant 25% en poids de CPT renferme le maximum d'aldéhydes. Ces derniers incluent le 4-hydroxy-(E)-2-alcènes, jugé génotoxique et cytotoxique et donc constitue une préoccupation inquiétante pour la santé du consommateur (*GUILLENE et URIARTE, 2012*).

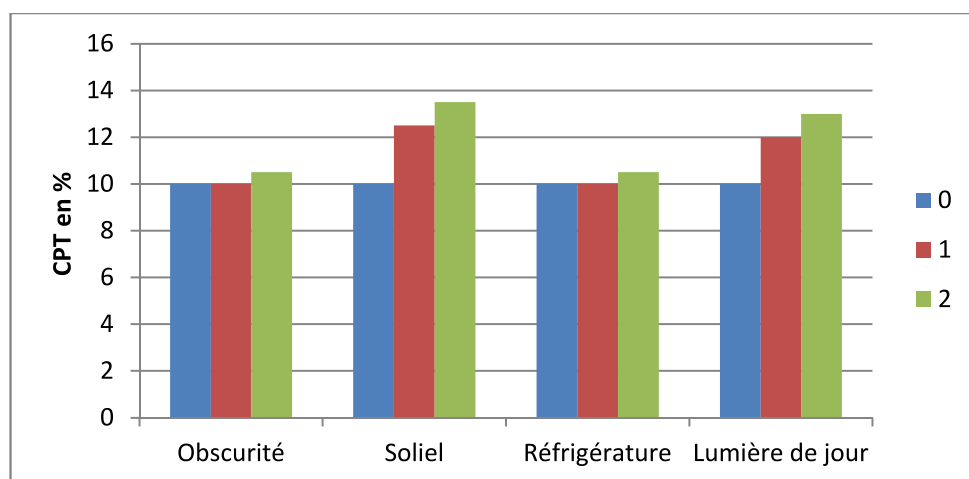


Figure 9 : Evolution des composés polaires en fonction de la durée et condition de stockage

L'analyse de la variance à deux facteurs donnée par le (tableau XXII) montre que le mode et la durée de stockage ont un effet très hautement significatif sur le taux de composés polaires ( $p=0$ ). L'interaction entre ces deux facteurs, a révélé un effet très hautement significatif ( $p=0$ ). Le test de NEWMAN-KEULS à seuil de signification de 5% fait apparaître 6 groupes homogènes (*annexe 16*).

Tableau XXII : l'analyse de la variance du taux de composés polaires de l'huile de soja

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	481,859	15	32,124				
VAR.FACTEUR 1	400,297	3	133,432	1707,933	0		
VAR.FACTEUR 2	50,766	1	50,766	649,8	0		
VAR.INTER F1*2	30,172	3	10,057	128,733	0		
VAR.RESIDUELLE 1	0,625	8	0,078			0,28	2,36%

### II.2.5. Evolution de la viscosité

La viscosité d'une huile est son degré de résistance à son écoulement. Selon *OLLE (1998)*, l'accroissement de la viscosité d'une huile au cours de friture répétées serait dû à la formation des composés secondaire non volatiles de haut poids moléculaire (les polymères) ; l'augmentation de la viscosité confère à l'huile une consistance sirupeuse.

La viscosité de l'huile raffinée utilisée dans cette étude est de 44.8 centpoise conforme aux normes de *codex alimentarius 1981* ; cette valeur est supérieur à 43.8 centpoise trouvée par *LAMALI (2019)* sur une huile 100% soja « Oléor », est inférieure à 51.03 centpoise trouvée par *BOURIAH et BOUSLENE (2019)* sur une huile raffinée mixte dénommée « Elio ».

Les valeurs de la viscosité de cette huile stockée à différentes conditions sont portées dans le tableau XXIII, tandis que l'évolution de ce paramètre physique durant la période de stockage est illustrée par la *figure 10*.

**Tableau XXIII:** Evolution de la viscosité en fonction des conditions et la durée de stockage.

Type	Durée	0	1 Mois	2 Mois
Obscurité soleil Réfrigérateur Lumière de jour	44.8		42.44	42.41
			45.93	55.15
			42.6	42.55
			44.66	50.25
Norme de Codex		55-61Centpoise		

Ces valeurs sont une moyenne de 2 répétitions

Il ressort des résultats portés dans ce tableau une augmentation de la viscosité des huiles exposées au soleil et à la lumière du jour, tandis que la viscosité des autres échantillons d'huiles stockés à l'obscurité et au réfrigérateur est diminuée. Le pourcentage d'augmentation le plus élevé est enregistré par l'huile exposée au soleil, soit 23% et le pourcentage de diminution est enregistré par l'huile stockée à l'obscurité et au réfrigérateur, soit 5%.

*OLLE (1998)* a constaté qu'une augmentation notable de la viscosité confère aux corps gras une consistance sirupeuse. Ceci s'expliquerait par l'accroissement de l'intensité des forces d'attraction intermoléculaires des lipides. Par contre, la diminution de la viscosité peut être expliquée par l'hydrolyse des liaisons d'AG, suite à l'augmentation de la teneur en eau.

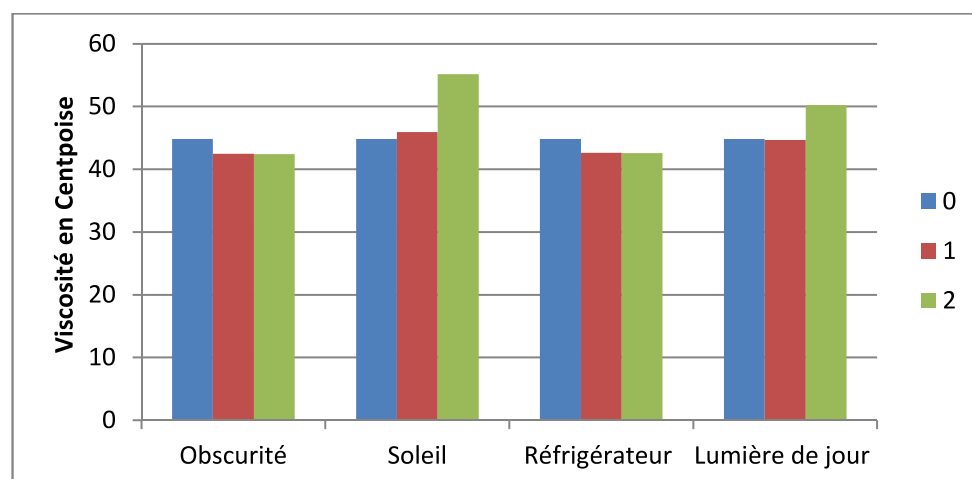


Figure 10 : Evolution de la viscosité de l’huile en fonction de la durée et type de stockage

L’analyse statistique des résultats de la variance a révélé une différence très hautement significative au seuil de 5% pour les deux facteurs ; l’interaction entre eux a aussi révélé une différence très hautement significative. Cela est vérifié par le test NEWMAN-KEULS regroupant les échantillons dans 6 groupes homogènes.

Tableau XXIV : Résultat de l’ANOVA pour la variable « viscosité »

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	279,251	15	18,617				
VAR.FACTEUR 1	161,895	3	53,965	1040,574	0		
VAR.FACTEUR 2	64,08	1	64,08	1235,622	0		
VAR.INTER F1*2	52,86	3	17,62	339,757	0		
VAR.RESIDUELLE 1	0,415	8	0,052			0,228	0,49%

## II.3. Evolution des paramètres chimiques

### II.3.1. Acidité

L’acidité d’une huile est l’un des critères de sa qualité ; sa valeur dépend beaucoup des conditions de son (humidité, température et oxygène) (WOLF, 1968). Elle consiste en la mesure de la quantité d’AGL se trouvant dans ce corps gras. Elle est souvent exprimée en quantité d’acide oléique. Elle nous renseigne principalement sur l’altération de TG suite à une hydrolyse chimique ou enzymatique dans des conditions propices (ADRIAN et al, 1998).

L’huile raffinée 100% soja « Fridor » utilisée dans notre étude a une acidité de 0.090% ; cette valeur est incluse dans la norme *Codex alimentarius* (Codex Stan 23-1981) Elle est inférieure à celle obtenue par LAMALI (2018), qui est de 0.176, et celle obtenue par BOURIAH et BOUSLENE (2019) ayant travaillé sur l’huile de marque « Elio », qui est de 0.25, mais proche de celle obtenue par DAHMOUN et BOUAOUD (2016) ayant analysé la même marque d’huile « Elio », la valeur enregistrée est de 0.0959%.

Durant le stockage à différentes conditions, l'acidité de cette huile a augmenté pour atteindre des valeurs maximales après un mois de stockage. Au-delà de cette période, les valeurs de l'acidité ont diminué ; les valeurs obtenues sont, toutefois, supérieures à celle de l'huile avant son stockage.

Les valeurs de l'acidité de cette huile stockée à différentes conditions sont portées dans le tableau XXV, tandis que l'évolution de ce paramètre physique durant la période de stockage est illustrée par la *figure 11*.

**Tableau XXV** : Evolution de l'acidité de l'huile « Fridor » selon le type de stockage

Type	Durée	0	1 Mois	2 Mois
Obscurité	0.09		0.2	0.104
soleil			0.216	0.119
Réfrigérateur			0.111	0.10
Lumière de jour			0.211	0.113
Norme de Codex	0.3 % max			

Ces valeurs sont une moyenne de 2 répétitions

Les résultats obtenus montrent que l'acidité augmente en fonction du temps de stockage ; cette augmentation est plus importante pour l'huile exposée au soleil ainsi que celle exposée à la lumière du jour, des pourcentages d'augmentation sont respectivement 140% et 134.41%, les valeurs enregistrées dans ces conditions sont les plus élevées que celles des autres huiles stockées à l'obscurité et à la température de réfrigération qui sont de 122.2% et 23.33%. Les pourcentages d'augmentation sont inférieurs de celle obtenue par LAMALI (2019) qui a travaillé sur une marque d'huile « Oléor ».

La figure 11 montre un changement dans la cinétique de cette évolution. L'augmentation de la valeur de cet indice est suivie d'une diminution pour tous les échantillons à partir du premier mois de stockage, les pourcentages de diminution les plus élevés enregistrés pour l'échantillon exposé au soleil (32.22%) et à la lumière de jour (25.55%). Ainsi, nos résultats confirment la cinétique signalée par OULD ABDSELM et OUCHENE (2013) ayant travaillé sur une huile 100% soja, BOURIAH et BOUSLENE (2019) sur huile « Elio ».

L'élévation de l'acidité d'une huile serait due à l'augmentation de la production et d'accumulation des acides gras libres dans l'huile stockée. L'accumulation des AGL est due au déroulement de la réaction d'hydrolyse des triacylglycérols (TAG) ; cette réaction est

catalysée par certains facteurs, tels que l'eau, la chaleur, les rayons solaires, etc., ainsi, ces AGL s'accumulent dans l'huile tout en augmentant son acidité (GUILLAUMIN, 1969).

La diminution de l'acidité de l'huile stockée à différentes conditions comme nous l'avions remarqué dans notre étude, pourrait être liée à l'oxydation d'une partie des acides gras libérés. En effet, il a été rapporté que les AGL s'oxydent très vite sous forme libres, que sous forme liées (CHEFTEL et CHEFTEL, 1992, et peut être expliquée par la dégradation de ces acides gras par voie oxydative et que la vitesse de la réaction de dégradation est plus importante que celle de l'hydrolyse (ALLEN et HAMILTON, 1999).

D'après les valeurs de l'acidité obtenues dans différentes conditions de stockage, tous les échantillons d'huile sont conformes à la norme du Codex alimentarius (Stan 23-1981). Donc quelque soit les conditions de stockage l'acidité de l'huile « Fridor » reste conforme à la norme du Codex alimentarius (1981), mais il est préférable de maîtriser les conditions de stockage car cette huile est utilisée par les ménages dans la friture ce qui accélère son altération et donne des frites de mauvaise qualité.

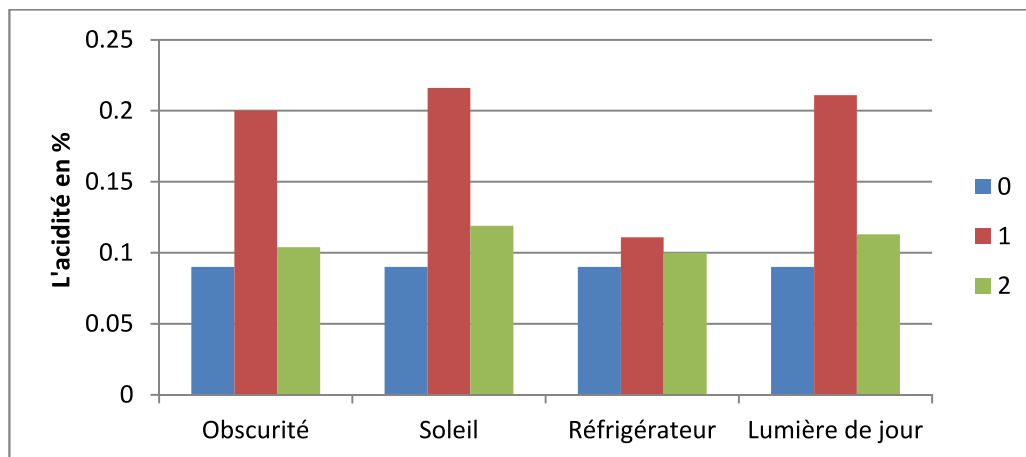


Figure 11 : Evolution de l'acidité de l'huile en fonction de la durée et condition de stockage

Le tableau x montre les résultats de l'analyse de la variance de l'acidité des échantillons d'huile pendant toute la durée de stockage. A travers les résultats de cette analyse, nous constatons que les deux facteurs ont un effet très hautement significatif ( $p=0$ ). L'interaction entre les deux facteurs (type et durée de stockage) a un effet très hautement significatif ( $p=0.0001$ ), ce qui se traduit par la formation de 4 groupes homogènes.

**Tableau XXVI** : l'analyse de la variance de l'acidité d'huile « Fridor »

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,05	15	0,003				
VAR.FACTEUR 1	0,018	3	0,006	443,836	0		
VAR.FACTEUR 2	0,031	1	0,031	2247,742	0		
VAR.INTER F1*2	0,001	3	0	35,683	0,0001		
VAR.RESIDUELLE 1	0	8	0			0,004	2,60%

### II.3.2. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est exprimé généralement en milliéquivalent d'oxygène par kg d'huile. Cet indice sert à évaluer l'état de conservation de la qualité d'une huile en cours de son stockage. Il sert à évaluer la quantité de peroxydes présents dans l'huile (*JUDDE, 2004*).

D'après *BONNEFIS (2005)*, les peroxydes sont les premiers produits d'oxydation des lipides. Ce sont des composés chimiquement instables ; ces groupes d'atomes visent à stabiliser leur énergie par l'arrachement d'un proton d'une molécule d'AG.

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

La valeur de l'indice de peroxyde de l'huile « Fridor » fraîche utilisée dans notre étude est de 0.5 meq d'o<sub>2</sub>/kg d'huile. Cette valeur est inférieure à celle de huile « Oléor » enregistrée par *LAMALI (2019)*, qui est de 1.8 meq d'o<sub>2</sub>/kg d'huile et « Elio » analysée par *BOURIAH et BOUSLENE (2019)*, la valeur enregistrée de 1.25 meq d'o<sub>2</sub>/kg d'huile, est supérieure à celle de huile « Fleurial » analysée par *BELHARET(2012)*, qui est 0.075 meq d'o<sub>2</sub>/kg d'huile toutes ces valeurs sont inférieures à ma norme ISO 3960, soit une valeur maximale de 10 meq /kg d'huile.

Les valeurs de l'indice de peroxyde de cette huile stockée à différentes conditions sont portées dans le tableau XXVII, tandis que l'évolution de ce paramètre physique durant la période de stockage est illustrée par la *figure 12*.

**Tableau XXVII** : Variation des valeurs de l'indice de peroxyde selon le type et la durée de stockage

Durée Type	0	1 Mois	2 Mois
Obscurité	0.5	3.6	5.56
soleil		5.55	11.7
Réfrigérateur		2.83	3.29
Lumière de jour		4.561	10.68
Norme de Codex	10 meq o <sub>2</sub> /kg d'huile max		

Ces valeurs sont une moyenne de 2 répétitions

D'après les résultats obtenus, on remarque une peroxydation de tous les échantillons d'huile quelque soit le type de stockage. Néanmoins, les huiles exposées au soleil et à la lumière du jour sont plus peroxydées que les autres huiles après 60 jours, les valeurs atteintes sont respectivement 11.7 meq d'o<sub>2</sub>/kg, 10.68 meq d'o<sub>2</sub>/kg, ces valeurs supérieures à celle trouvée par *HAFFAF et LARDJENE (2018)* ayant utilisé l'huile « Fleurail » qui est respectivement de 8.3 meq o<sub>2</sub>/kg, 7 meq o<sub>2</sub>/kg, après 88 jours de stockage.

En revanche, les huiles stockées au réfrigérateur et à l'obscurité après 60 jours de stockage ont enregistré les valeurs les plus faibles, qui sont respectivement de 3.29 meq o<sub>2</sub>/kg et 5.56 meq d'o<sub>2</sub> /kg. Ces valeurs sont supérieures à celle obtenue par *HAFFAF et LARDJENE (2018)* ayant utilisé l'huile « fleurail » qui est respectivement de 4 meq o<sub>2</sub>/kg et 3.6 meq o<sub>2</sub>/kg.

L'augmentation de cet indice correspond selon *JUDDE (2004)*, à l'apparition des peroxydes (ROO°) à partir des radicaux libres instables (R°) des AGI. D'après *O'BRIEN (2009)*, la formation des peroxydes à partir des AGI pourrait être influencée par plusieurs paramètres, tels que : l'oxygène de l'air, la chaleur et la qualité des tocophérols présents dans l'huile.

Les pourcentages d'augmentation les plus élevés ont été obtenus avec les échantillons exposés au soleil et à la lumière de jour après 60 jours que les échantillons stockés à l'obscurité et au réfrigérateur ont enregistré les pourcentages les plus bas, dans le stockage à l'obscurité, l'énergie permettant d'un atome d'hydrogène de la chaîne hydrocarbonée, étape nécessaire à la formation de peroxyde est insuffisante du fait de l'absence de rayons lumineux susceptibles de chauffer l'huile, ce qui n'a pas induit une haute peroxydation des échantillons.

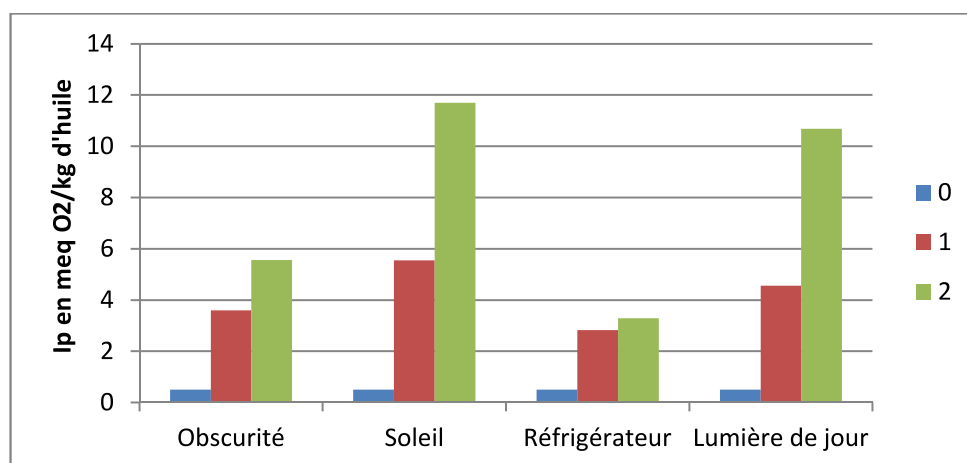


Figure 12 : Evolution de l'indice de peroxyde de l'huile en fonction de la durée et type de stockage

L'analyse de la variance donnée par le **tableau XXVIII** montre que le mode et la période de stockage ont un effet très hautement significative ( $p=0$ ). L'interaction « mode-durée de stockage » a également, un effet très hautement significatif ( $p=0$ ). Les résultats de cette analyse sont vérifiés par le test de NEWMAN-KUEL au seuil de 5% en regroupant les échantillons des huiles en 6 groupes homogènes.

Tableau XXVIII : Analyse de la variance de l'indice de peroxyde de l'huile de soja

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	160,184	15	10,679				
VAR.FACTEUR 1	80,798	3	26,933	979,843	0		
VAR.FACTEUR 2	24,157	1	24,157	878,867	0		
VAR.INTER F1*2	55,008	3	18,336	667,089	0		
VAR.RESIDUELLE 1	0,22	8	0,027			0,166	2,78%

### II.3.3. Indice d'iode

D'après *VINAIXA et al. (2005)*, l'indice d'iode indique le nombre de doubles liaisons ou degré d'insaturation globale des lipides. Donc, cet indice peut renseigner sur le degré d'oxydation de l'huile et aussi sa stabilité oxydative.

La valeur de l'Ii enregistrée sur « notre » huile avant le stockage est de 123g d'I<sub>2</sub>/100g d'huile ; elle est conforme à la norme du Codex alimentarius (Stan 23-1981) ; elle est, toutefois supérieure à la valeur trouvée par *LAMALI (2019)* sur l'huile « Oléor », soit 110.01 g I<sub>2</sub>/100g d'huile et aussi supérieur au résultat obtenu par *AUCHARKI et DOUDJEDID (2018)* (119.38g d'I<sub>2</sub>/100g d'huile), ayant travaillé sur la marque « Elio ».

Les valeurs de l'indice d'iode de cette huile stockée à différentes conditions sont portées dans le tableau XXIX, tandis que l'évolution de ce paramètre physique durant la période de stockage est illustrée par la *figure 13*.

**Tableau XXIX:** Résultats de la mesure de l'indice d'iode en fonction de type et durée de stockage.

Durée	Type	0	1 Mois	2 Mois
123	Obscurité		114.2	104.42
	soleil		109.3	98.5
	Réfrigérateur		115.6	105.22
	Lumière de jour		110.72	103.2
Norme de Codex		110-141 g I <sub>2</sub> /100g d'huile		

Ces valeurs sont une moyenne de 2 répétitions

Durant le stockage de cette huile à différentes conditions, on constate une diminution continuelle (*figure 13*) de la valeur de cet indice quelque soit le mode de stockage et pendant 60 jours. Le pourcentage de diminution pour l'huile exposée au soleil et à la lumière de jour après 60 jours de stockage sont respectivement de 19.91% et 16.26%. Les échantillons des huiles stockées à l'obscurité, à la température de réfrigération, les pourcentages obtenus sont respectivement de 15.44%et 14.45%. Ces résultats sont inférieur aux valeurs obtenus par *LAMALI (2019)* qui a travaillé sur huile « Oléor » avec un pourcentage de diminution pour l'huile exposée au soleil et à la lumière de jour sont respectivement de 41.46% et 40.67%. Par contre, les échantillons stockés à l'obscurité et à la température de réfrigération ont enregistré une diminution 36.55% et 40.02%. Et supérieur aux valeurs obtenus par *HAFFAF et LARDJENE (2018)* ayant utilisé l'huile « fleurail » ont enregistré une diminution significative après 88 jours de stockage pour les échantillons exposés au soleil et à la lumière de jours 17.54% et 13.66% respectivement. En revanche, les huiles stockées à l'obscurité et au réfrigérateur ont enregistré une diminution moins importante, de 1.45%et 8.03% respectivement.

La diminution des valeurs de l'indice d'iode est la preuve concrète du déroulement des réactions d'oxydation des lipides de l'huile entreposée dans différentes conditions retenues dans notre étude expérimentale.

L'abaissement de l'indice d'iode au cours de stockage à l'obscurité serait dû au phénomène d'auto-oxydation, sa diminution sous l'effet de la lumière est à l'origine d'une réaction de photo-oxydation. Ces différentes réactions ciblent les doubles liaisons des AG

.diminuant aussi le degré d'insaturation globale des huiles. Néanmoins, cette diminution est plus grande lors d'une photo-oxydation.

L'ensoleillement a accentué la destruction des liaisons éthyléniques suite à des réactions photochimiques de l'oxygène moléculaire (en particulier avec les UV) conduisant à l'extinction de la molécule de dioxygène, générant ainsi l'oxygène singulet, très instable et extrêmement réactif (ADJELE *et al*, 2003).

Cette diminution a coïncidé avec l'augmentation des valeurs de l'indice de peroxyde ; l'oxygène moléculaire se fixe sur les doubles liaisons induisant la formation des peroxydes et par voie conséquence une diminution de nombre de double liaisons mis en évidence la chute de l'Ii (GRANDGIRARD *et JULLIARD*, 1987).

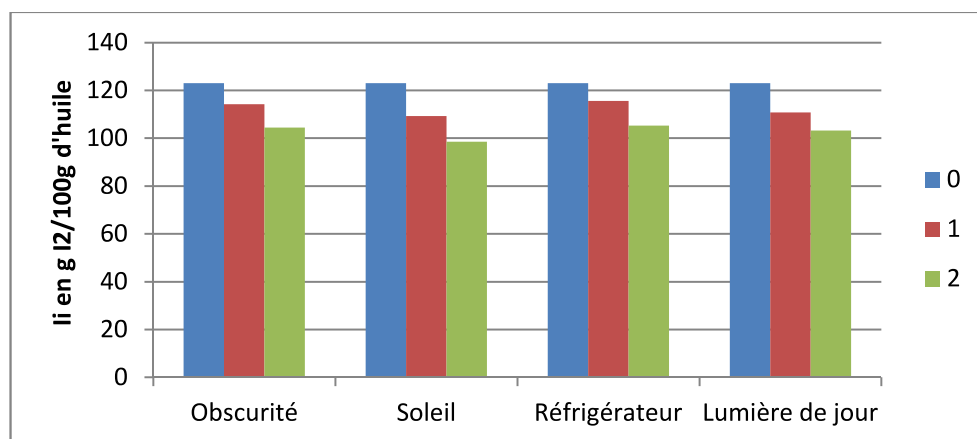


Figure 13 : Evolution de l'indice d'iode en fonction de la durée et condition de stockage

Le *tableau XXX* montre les résultats de l'analyse de la variance de l'indice d'iode ; il en ressort que les deux facteurs (mode et durée de stockage) révèlent l'existence d'une différence très hautement significative ( $p=0$ ). Enfin, l'interaction « mode, durée de stockage » a un effet très hautement significatif ( $p=0.00003$ ) ; cela est vérifié par le test de NEWMAN-KUELS au seuil de 5% en regroupant les échantillons des huiles en 7 groupes homogènes.

Tableau XXX : Résultats de l'ANOVA pour la variable indice d'iode

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	476,521	15	31,768				
VAR.FACTEUR 1	99,667	3	33,222	906,149	0		
VAR.FACTEUR 2	370,178	1	370,178	10096,76	0		
VAR.INTER F1*2	6,383	3	2,128	58,032	0,00003		
VAR.RESIDUELLE 1	0,293	8	0,037			0,191	0,18%

### II.3.4. Indice de saponification

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

La valeur de l' $I_s$  de l'huile analysée dans cette étude est de 190 mg de KOH/g d'huile. Cette valeur est conforme à la norme algérienne, qui exige une valeur comprise entre 188-195 mg KOH /g d'huile. Cette valeur est inférieure à celle trouvée par BOURIAH *et* BOUSLENE (1019) qui est de 193 mg de KOH/g d'huile de marque « Elio », mais supérieure à celle trouvée par GUETTAR *et* HAMOUNI (2016) qui est de 187 mg de KOH/g d'huile sur la même marque.

Durant le stockage de cette huile à différentes conditions, la valeur de cet indice de saponification des échantillons d'huile raffinée de marque « Fridor » a diminué, comme pour l'indice d'iode.

Les valeurs de l'indice de saponification de cette huile stockée à différentes conditions sont portées dans le tableau XXXI, tandis que l'évolution de ce paramètre physique durant la période de stockage est illustrée par la *figure 14*.

**Tableau XXXI :** Effet des conditions et la durée de stockage sur l'indice de saponification de l'huile de soja de marque « Fridor »

Durée			
Type	0	1 Mois	2 Mois
Obscurité	190	188.2	145
soleil		160.5	140
Réfrigérateur		189.6	180
Lumière de jour		150	142.3
Norme de Codex	188-195 mg KOH/g d'huile		

*Ces valeurs sont une moyenne de 2 répétitions.*

La *figur14* illustre la cinétique de cet indice chimique pendant la période de stockage de cette huile. On remarque une diminution pour tous les échantillons de cette huile.

Cette diminution, est plus remarquable pour les échantillons d'huile exposés au soleil et à la lumière de jour, les pourcentages de diminution sont respectivement de 26.31% et 25.10%. Par contre pour les échantillons stockés à l'obscurité et à température de réfrigération, les pourcentages de diminution sont 23.68% et 21.05% respectivement. ces valeurs sont supérieures à celle trouvée par LAMALI(2019) sur une marque d'huile « Oléor » qui sont respectivement 25.28% et 23.10% pour les échantillons d'huile exposés au soleil et à la lumière de jour. 19.48% et 17.30% respectivement pour les huiles stockées l'obscurité et au réfrigérateur. Le pourcentage de diminution le plus faible celle trouvée par HAFFAF et LARDJENE (2018) ayant utilisé l'huile « Fleurail » ayant enregistré après 88 jours de stockage pour les échantillons exposés au soleil et à une température ambiante, des pourcentages de diminution qui sont de 2.3% et 1.53% respectivement. Par contre pour les échantillons stockés à l'obscurité et au réfrigérateur, les pourcentages de diminution sont 0.41% et 0.56% respectivement.

La diminution de cet indice serait due à la formation de polymères par pontage intermoléculaire des TG oxydés (PERRIN, 1992). Elle serait également due à la polymérisation des AG signalée par MILIER et WHITER(1988) ; le déroulement de cette polymérisation pourrait expliquer, en partie, l'augmentation de la densité de l'huile de soja photo -oxydée.

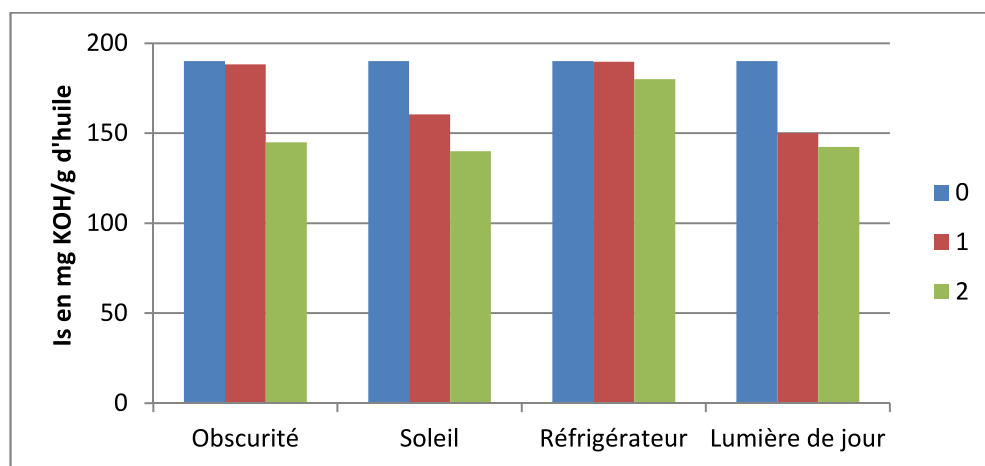


Figure 14 : Evolution de l'indice de saponification en fonction de la durée et type de stockage

L'analyse statistique (tableau XXXII) a montré une différence très hautement significative pour les facteurs mode de stockage ( $p=0$ ) et durée de stockage ( $p=0$ ) pour cet indice. Cela est vérifié par test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% regroupant les échantillons des huiles dans 5 groupes homogènes (annexe 13).

**Tableau XXXII:** Analyse de la variance pour l'indice de saponification

	<b>S.C.E</b>	<b>DDL</b>	<b>C.M.</b>	<b>TEST F</b>	<b>PROBA</b>	<b>E.T.</b>	<b>C.V.</b>
VAR.TOTALE	146,58	15	9,772				
VAR.FACTEUR 1	22,672	3	7,557	122,141	0		
VAR.FACTEUR 2	76,126	1	76,126	1230,325	0		
VAR.INTER F1*2	47,287	3	15,762	254,746	0		
VAR.RESIDUELLE 1	0,495	8	0,062			0,249	0,13%

# ***Conclusion***

### Conclusion

L'objectif de cette étude est d'évaluer le degré d'altération de l'huile de soja de marque « Fridor » en fonction des conditions de stockage. A cet effet, des échantillons de cette huile ont été exposés à différentes conditions : au soleil, à la lumière de jour, à l'obscurité et à la température de réfrigération pendant 1 à 2 mois.

Les modifications physico-chimiques induites sur cette huile de soja raffinée entreposée à ces diverses conditions ont été évaluée grâce au suivi de l'évolution d'un certain nombre de critères physico-chimiques et organoleptiques, tels que la densité, l'humidité et les indices d'iode, de peroxyde, de saponification, d'acidité, la viscosité et la couleur.

Il ressort des résultats de cette étude que les échantillons d'huile de soja raffinée exposés au soleil et à la lumière du jour sont les plus altérés. Ces échantillons d'huile ont perdus la couleur initiale de l'huile devenus transparents. Ces échantillons ont subi de fortes acidification et peroxydation après 60 jours d'exposition.

La mesure du degré d'oxydation des huiles est réalisée par la détermination de l'indice de peroxyde. Cet indice a augmenté. Les produits d'oxydation, jugés nocifs, s'accumulent avec le prolongement de la durée d'exposition des huiles à la lumière. Ceci a induit une diminution du degré d'insaturation de cette huile, mise en évidence par la diminution des indices d'iode et de saponification.

Ainsi, la photo-oxydation se produisant dans les échantillons d'huile semble en être plus destructrice de la qualité de cette huile, carencée en molécules de protection (antioxydants) du fait de raffinage.

Il est important de sensibiliser les producteurs, commerçants (grossistes et détaillants) et les consommateurs sur les risques d'une exposition des huiles alimentaires au soleil et à la lumière. Ces huiles raffinées doivent être maintenues à l'abri de la lumière et à des températures modérées afin de ralentir la vitesse de leur oxydation et par conséquent préparer des aliments frits d'assez bonne qualité nutritionnelle et hygiénique.

Il serait judicieux de compléter cette étude en utilisant d'autres méthodes d'analyses comme l'analyse spectrophotomètres sensible à la détection des produits primaires et secondaire d'oxydation ainsi que la chromatographie en phase gazeuse (CPG) pour évaluer la perte en AGPI. Et également prolonger la durée de stockage (plusieurs mois).

## Références bibliographiques

---

**APFELBAUM M. et ROMON M. (2004).** Diététique et nutrition. 6ème Edition. Masson, Paris.

**APFELBUM M., ROMAIN M. et DUBUS M. (2009).** Diététique et nutrition. 7ème édition. Masson, Paris. pp : 321 – 334.

**ANONYME3. (2002).** Tournesol oléique, [www.prolea.com](http://www.prolea.com)

**ALIAS C., LINDEN G. et MICLO L. (2003).** Biochimie alimentaire. 5<sup>ème</sup> Edition de l'abrégé. Edition : Dunod, Paris.

**ADRIAN J., DAN VILLIER P. et POTUS J. (1998).** Introduction à l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaire. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 47 –171.

**ANTOLOVICH M., PRENZLER P. D., PATSALIDES E. MCDONALD S. et ROBARDS K.(2002).**Methods for testing antioxidant activity. *Analyst*. **PP:** 127, (1), 183-

**BARRERA-ARELLANOI D et al., (1997).** A simple procedure to evaluate the performance of fats and oils at frying temperatures. *Grasas y Aceites*. vol. 48, n° 4, p231-235. <http://grasasyaceites.revistas.csic.es>.

**BENACHENHOU C.M., 2013.**Détermination de la capacité antioxydante des huiles végétales :Elio Cévitale Mémoire de Master en Chimie Option: Chimie Physique et Analytique Académique, Faculté des Sciences Département de Chimie, Université Abou Bekr Belkaid-Tlemcen

**BLUMANTHAL M.M., 1997.**The science and technology of frying.*Food Technology International*,2:69-70.

**BONNEFIS C.S., (2005).** Effets biologiques des peroxydes et approche de la participation des aliments composés à leur apport chez le chien et le chat. Thèse de doctorat. Université Paul-Sabatier de Toulouse, France.

**BOURAS F.Z. et HOUCHI A. (2013).** Etude de l'activité antioxydant de la plante rumex vesicarius. Mémoire master académique. Université KASDI MARBAH OURGLA Faculté des sciences et technologie et science de la matière.

**BOURIAH S. BOUSLENE T. (2019).** Impact des conditions de stockage sur les indices physico-chimiques de l'huile végétale « Elio ».mémoire de master. Université MMTO, Algérie

**BOYELDIEU J. (1991).** Le tournesol. In : Produits des grains oléagineux et protéagineux. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 67 – 112.

**BOYD B., FORD C., KOEPKE MICHAEL C, GARY K, HORN E, MCANALLEY S, et MCANALLEY B. (2003).** Étude pilote ouverte de l'effet antioxydant d'Ambrotose AOTM sur des personnes en bonne santé. *Glycoscience and nutrition* .4(6). **PP:**7.

## Références bibliographiques

---

- CHAZAN J.B. et SZULC M. (1987).**Free radicals and vitamin E, Cah. Nutr. Diet. V.2266-70.
- CHEFTEL J.C. et CHEFTEL H. (1992).** Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments.vol. 2, tech.et Doc. LAVOISIER.
- CHEUNG S. et TAI J. (2007).** Anti-proliferative and antioxidant properties of rosmarinyl *Rosmarinus officinalis*. *Oncology reports*, 17(6), pp: 1525 – 1531.
- CHOE. et MIN D. B.,(2009).** Mechanisms of antioxidants in the oxidation of food. *Comprehensive reviews in food science and food safety*. 8(4),. P. 345-358
- CODEX ALIMENTARIUS, (1999).** Norme pour les huiles végétales portant un nom spécifique. CODEX STAN 210-1999.
- CLAUDE LERAY. (2013).** Les lipides nutrition et santé.(huile de soja page 25, huile de tournesol page 27/28).
- Debruyne I. (2001).** Soja: transformation et aspects industriels. Techniques de l'ingénieur. F6030. pp: p 1-12.
- DELAPLANQUE B. (2000).** Intérêt nutritionnel des huiles de tournesols: tournesol linoléique et tournesol à haute teneur oléique. O.C.L; Vol.7; n°06. pp : 467 – 472.
- DRONNE Y. (2001).** Les marchés oléagineux de l'Europe dans le contexte international. OCL. N° 3, Vol 8, pp : 183-190.
- EYMARD S. (2003).** Mise en évidence et suivie de l'oxydation des lipides au cours de la conservation et de la transformation de chichard (*Trachurus trachurus*) : Choix des procédés. Thèse de doctorat, université de Nantes, France.
- FRANKEL E.N., 1998.** Antioxidants in lipids and their impact on the food quality. 1996. *Food chemistry* 57. P: 51-55.
- FRANKEL E.N., 2007.** Antioxidants in food and biology. Dundee : the oily press. LTD ;
- FRENOT M ; et VIERLING E. (2001).** Biochimie des aliments : Diététique du sujet bien portant. 2<sup>ème</sup> édition : Doin éditeur. PP: 79-94.
- GERMAN J.B. et KINDELLA J.E. (1985).** Lipid oxidation in fish tissue, enzymatic initiation via lipoxygenase. *Journal of agricultural and food chemistry*, Vol 33, pp: 680-683.

## Références bibliographiques

---

**GOTOR A. (2008).** Etude des variations des teneurs et de la variabilité des compositions en tocophérols et en phytostérols dans les Akènes et l'huile de tournesol (*Helianthus annuus* L.). Thèse de doctorat, université de Toulouse, France.

**GRANDGIRRAD A. et JULLIARD F. (1987).** Corps gras. Rev. Fse, (34). pp: 213 – 219.

**GRAILLE J. (2003).** Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec& Doc, Lavoisier, Paris. pp : 1– 170.

**GUILLAUMIN R. (1969).** Composés non volatils formés lors des fritures. R .F.C.G ,16 :189-204.

**GUILLÈN M.D. et URIARTE P.S. (2011).** A very simple, fast, and non-destructive approach to predict the time at which edible submitted to high temperature reach the established limits of safety. Food Chemistry, vol. 127, pp: 802-806.

**GUILLÈNE M.D. et URIARTE P.S. (2012).** Simultaneous control of the evolution of the percentage in weight of polar compounds, iodine value, and acyl groups proportions and aldehydes concentrations. Food Control, vol.24, pp : 50 – 56.

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

**HENON G. KEMENEY Z. RECSEG K. ZWOBADO F. ET KOVARIK (1999).** Deodorization of vegetable oils. Part modeling geometrical, isomerization of polyunsaturated fatty acids. Journal of American oil society, p73-76, 81.

**HUBERT J., 2006.** Caractérisation biochimique et propriétés biologiques des micronutriments du germe de soja. Etude des voies de sa valorisation en nutrition et santé humaines. Thèse de Doctorat de l'Institut National Polytechnique de Toulouse, pp13-52.

**JEANTET R. CROGUENNEC T. SCHUCK P. et BRULE G. 2006.** Science des aliments - Biochimie -Microbiologie- Procédé- Produit. Vol.1.stabilisation biologique et physico-chimique. Ed. Tec et Doc, ISBN2-7430-0833-4. Paris, Lavoisier. P: 197-223.

**JUDDE A. VILLENEUVE P., et al (2004).** Antioxidant effect of soy lecithins on vegetable oil stability and their synergism with tocopherols. JAOCS, 2003 ; vol. 80, n° 11

**Josephson D.B. et Lindsay R.C., 1986.** Enzymic Generation of Volatile Aroma Compounds from Fresh Fish. Biogenesis of Aromas, 30:201-219.

## Références bibliographiques

---

**JOTTERAND C. et KIZIRIAN N.** Les acides gras oméga 3 et oméga 6: pourquoi sont-ils essentiels ? Haute école de santé Genève, 2007, 1-7.

**JUÁREZ M.D. (2011).** Degradation in soybean oil, sunflower oil and partially hydrogenated fats after food frying, monitored by conventional and unconventional methods. *Food Control*, vol.22, pp: 1920 – 1927.

**KARLESKIND A. (1992).** T1. Principaux constituants chimiques des corps gras. Ed Lavoisier : 95p, 358p.

**KORTENSKA V. D., YAMISHLIEVA N.V., KASAIKINA O. T., TOTZEVA I.R., BONEVA M.I., et ANDRUSSINA I. F. (2002).** « Phenol antioxydant efficiency in various lipid substrates containing hydroxy compounds. » *European journal of lipid sciences and technology* 104:513-519.

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

**LAMALI L. (2019).** Effet des conditions de stockage sur la qualité de l'huile "Oléor". Mémoire de master .université MMTO, Algérie

**Lecerf J.M. (2011).** Les huiles végétales particularités et utilités. *Médecine des maladies Métaboliques* (5) 3, p 257-262.

**LISU W., JUI-HUNG Y., HSIAO-LING L. et WUL M.J. (2003).** Antioxidant effect of methanol extracts from Lotus Plumule and Blossom (*Nelumbonucifera* Gertn). *Journal of food and Drug Analysis*. 11(1): 60-66.

**MARTIN A. (2001).** Apport nutritionnel conseillés pour la population française. Ed, Tec et Doc Lavoisier, Paris.

**MAZOYER M. (2002).** Larousse agricole. Edition : Larousse, pp : 458 – 626.

**MECLEMENTS D. J., DECKER E., DAMODARAN S., PARKIN K. et FENNEMA O. R. (2007).** Lipids. In *Fennema's Food Chemistry*, Fourth ed., Eds. CRC Press: New York,

**MERRIEN A. (1992).** *Tournesol. In : Manuel des corps gras. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 116-122.*

**MILLER L.A. et WHITE P.J.(1988).** High temperature stabilities of lowlinolenate, highstearate and commonsoybean oils. *J.A.O.C.S.VOL 8*, pp: 1324-1326.

## Références bibliographiques

---

**MOHTADJI LAMBOLLAIS.et CORINE (1989).** Les corps gras. In : Les aliments. Paris : Moloine. pp : 93.

**Mordret F. (1992).** Raffinage des Corps Gras. In : « Manuel des Corps Gras». Tom 2. P1149.

**MULTON JL. (2002).** Additifs et auxiliaires de fabrication dans les industries agroalimentaires. 3<sup>ème</sup> édition, collection sciences et techniques agroalimentaires. Paris . ISBN :2-7430-0436-3.p 747.

**O'BRIEN R.D. (2009).** Fat and oils: formulating and processing for applications. 3<sup>ème</sup> Edition. CRC Press, USA. pp : 43 – 47.

**OLLE M. (1998).** Les huiles de friture : état de situation et aspect réglementaire. OCL.vol 5, pp : 55-57.

**OULD ABDESSELAM A et OUCHENE R(2012).** photo –oxydation et auto-oxydation de l'huile 100%soja au cours du stockage. Essai d'amélioration de la stabilité par incorporation de feuilles séchées de romarin. Mémoire, ingénieur. UMMTO, Algérie.

**PAMPEO C. (1989).** Les produits de l'évolution des hydroperoxydes. R.F.C.G., vol. 36, (7), pp : 317 – 323.

**PASCAL G. (1996).** Les apports quotidiens recommandés en acides gras ; lipides et santé. Ed Libbey-Eurotext. Montronge, France.

**PAULE N. (2001).** Diététique, les aliments, les huiles : huile de soja, valeur nutritionnelle de l'huile de soja. In : Mémento de l'agronome.

**PERIERA E.D.J., PANEK A.D., ELEUTHERIO E.C.A.,(2003).** Protection against oxidation during dehydration of yeast. Cell Stress Chaperone, 8:120-124.

**PERRIN J.L. (1989).** Alteration thermo-oxydative des corps gras : quelques méthodes d'évolution leur signification et leur limites. R .F.C.G.vol 3,pp :119-125.

**PETER N. ANTHONY C. SMITH D., (2002).** Les phospholipides in biochimie illustrée : Ed Maloine. P309-311.

**PRIOR E. (2003).** Usage des corps gras alimentaires dans différents secteurs de la technologie alimentaire. In : Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 147-179.

**PERRIN J.L. (1992).** Évolution des corps gras au cours de leur utilisation alimentaire. In : Manuel des corps gras. Edition : Tec et Doc. Lavoisier. Paris. PP: 1015-1031.

**PERRIN J.L. (1992).** Analyse des corps gras. Détermination de l'altération. In : Manuel des corps gras. Tome 2. Edition : Tec et Doc, Lavoisier, Paris. PP: 1198-1216.

## Références bibliographiques

---

**POKORNY J. (2003).** Problème de stabilité des produits alimentaires liés à la présence des lipides. In : Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. PP : 51-74.

***POUZET A. (1992).** Manuel des corps gras. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris.*

**Rastoin J. L. Ghersi M., 2010.** Le système alimentaire mondial, concept et méthodes, analyses et dynamiques, Ed. Quae France, p584.

**Rastoin J. L. Benabderrazik E. H. 2014.** Céréales et oléoprotéagineux au Maghreb. Pour un co-développement de filières territorialisées, construire la méditerranée. Division de la statistique 2013/21 août 2013 Algérie. Paris: IPAMED-Institut de Prospective Economique du monde Méditerranéen, pp 23-33.

**ROLLAND H. (2004).** Antioxydants naturels végétaux, OCL VOL. 11 N° 6.

**ROBERFROID M.B., COXAM V. et DELZENNE N. (2008).** Aliments fonctionnels. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 186-195

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

**VINAIXA M. VERGARA A. DURAN C. LLOBET C. BADIA C. BREZMES J. VILANOVA X. et CORREIG X. (2005).** Fast detection of rancidity in potato crisps using e-noses based on mass spectrometry or gas sensors. Sensors and Actuators, (106), pp: 67 – 75.

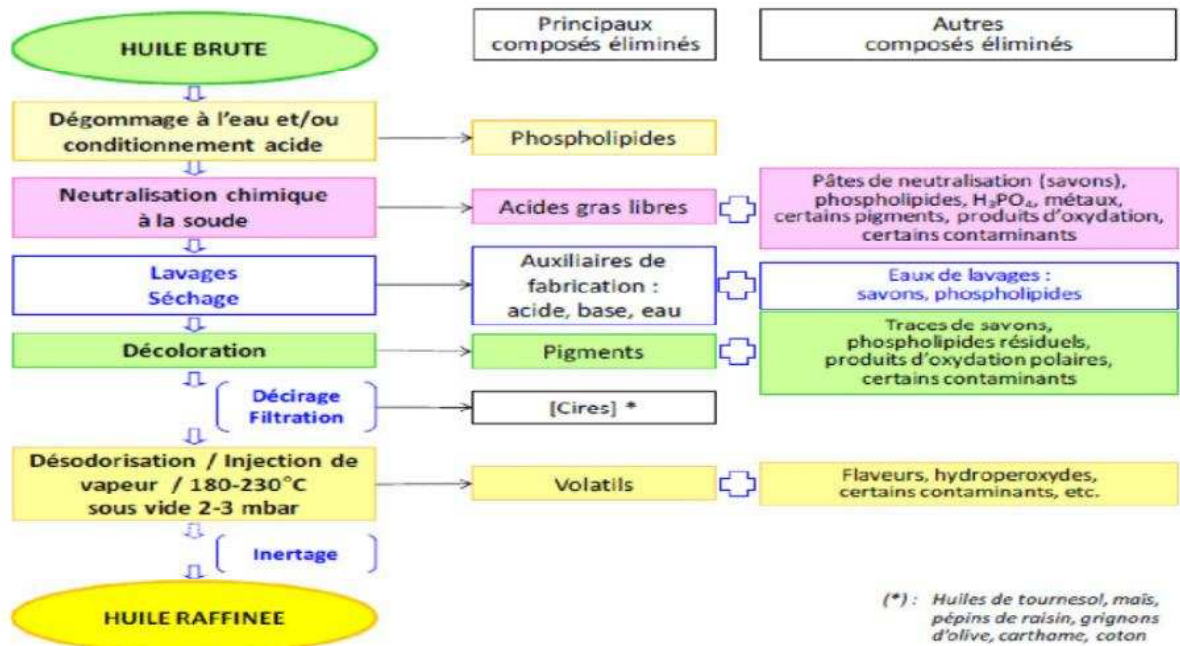
**WOLFF J.P. (1968).** Dosage des produits d'oxydation. In : Méthodes générales d'analyse. Edition : Azoulay, Paris. pp : 259 – 266.

**WIBOUT A. (1986).** Le livre des produits alimentaires. Edition : MAX BREZOL.

# *Annexes*

## Annexes

**Annexe 1 :** Les étapes du raffinage des huiles par voie chimique (*DEVELLERS et al., 2010*)



**Annexe 2 :** fiche technique de l'huile de soja raffinée.

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

### **Annexe 3 : Détermination de l'acidité**

#### **Appareillage**

- Erlenmeyer
- Burette
- Pipette graduée
- Balance analytique
- agitateur magnétique

#### **Réactifs**

- Ethanol 96%
- solution d'hydroxyde de potassium dans l'éthanol (0,1N)
- phénophtaléine : solution 10 g/l dans l'éthanol à96%

#### **Mode opératoire**

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

### **Annexe 4 : Détermination de l'indice de peroxyde**

#### **Appareillages**

- Erlenmeyer
- Pipette graduée
- Bécher
- Balance analytique
- burette

#### **Réactifs**

- chloroforme( $\text{CHCl}_3$ )
- Acide acétique( $\text{CH}_3\text{COOH}$ )
- Solution aqueuse saturée d'iodure de potassium (KI)
- Solution aqueuse à 0,01Nde thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ )
- Solution d'empois d'amidon à 1%

### Mode opératoire

- peser 2g d'huile dans un Erlen Meyer
- Ajouter 10ml de chloroforme et 15ml d'acide acétique
- puis 1ml de la solution d'iodure de potassium (1ml d'eau distillée ➔ 0,5g de KI)
- Boucher aussitôt l'Erlen Meyer
- Agiter pendant une minute et laisser à l'abri de lumière
- Ajouter 75 ml d'eau distillée et quelques gouttes d'empois d'amidon
- Titre l'iode libéré jusqu'à décoloration complète avec la solution de thiosulfate de sodium à 0,01N. Soit V ce volume
- Faire parallèlement un essai à blanc (sans matière grasse). soit  $V_0$  le volume de thiosulfate de sodium à 0,01N

### Annexe 5 : Détermination de l'indice d'iode

#### Appareillages

- Erlenmeyer
- Bécher
- Balance analytique
- pipette
- Agitation magnétique
- Burette

#### Réactif

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

#### Mode opératoire

- peser 0,2g d'huile dans un ballon
- Ajouter à cette dernière 10ml d'éthanol ; puis 10ml d'iode alcoolique (0,2N) ; et 30ml d'eau distillée.
- Agiter énergétiquement pendant 5 mn et placer le ballon à l'abri de la lumière pendant 30mn environ.
- Titre la solution par le thiosulfate de sodium jusqu'à l'apparition de la coloration jaune.

- Ajouter à la solution 1ml d'amidon à 1% pour avoir une coloration bleue foncée.
- continuer à titrer la solution par le thiosulfate de sodium jusqu'à la disparition de la coloration bleue
- Effectuer de la même façon un essai à blanc

### **Annexe 6 : Détermination de l'indice de saponification**

#### **Appareillages**

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

#### **Réactif**

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

#### **Mode opératoire**

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

### **Annexe 7 : Détermination de la densité**

#### **Appareillage**

- Balance de précision
- Bécher de 5 ml
- Pipette de 10ml

#### **Mode opératoire**

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

## Annexes

---

- Les verser dans un bécher de 50ml de poids connu
- Mettre le bécher sur balance de précision et poids de l'échantillon d'huile
- Refaire de nouveau l'expérience avec les autres échantillons
- Refaire de nouveau l'expérience avec de l'eau distillée

### **Annexe 8 : Détermination de la viscosité**

#### **Appareillages**

- Viscosimètre à bille
- Chronomètre

#### **Mode opératoire**

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

### **Annexe 9 : Mesure des composés polaires totaux**

#### **Appareillages**

- Plaque chauffante
- Bain marine
- Testo 270

#### **Mode opératoire**

- Chauffer les échantillons d'huiles à une température comprise entre 40 et 210<sup>0</sup>C
- Allumer l'appareil, et plonger le capteur de celui-ci dans l'huile chaude de telle façon que les trous d'aération soient complètement couverts
- Tenir le Testo 270 dans l'huile à un angle d'environ 45<sup>0</sup>C afin l'air puisse s'échapper
- La lecture de pourcentage en PCT est notée à la stabilisation de la température qui s'affiche en parallèle (environ 5 seconde)

## Annexes

### Annexe 10 : Test de NEWMEN-KEULS au seuil de 5% de l'acidité

Facteur1 : type de stockage ; Facteur 2 : durée de stockage

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,05	15	0,003				
VAR.FACTEUR 1	0,018	3	0,006	443,836	0		
VAR.FACTEUR 2	0,031	1	0,031	2247,742	0		
VAR.INTER F1*2	0,001	3	0	35,683	0,0001		
VAR.RESIDUELLE 1	0	8	0			0,004	2,60%

### Annexe 11 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% de l'indice de peroxyde

Facteur 1 : type de stockage ; Facteur 2 : durée de stockage

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	160,184	15	10,679				
VAR.FACTEUR 1	80,798	3	26,933	979,843	0		
VAR.FACTEUR 2	24,157	1	24,157	878,867	0		
VAR.INTER F1*2	55,008	3	18,336	667,089	0		
VAR.RESIDUELLE 1	0,22	8	0,027			0,166	2,78%

### Annexe 12 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5 % de l'indice d'iode

Facteur 1 : type de stockage ; Facteur 2 : durée de stockage

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	476,521	15	31,768				
VAR.FACTEUR 1	99,667	3	33,222	906,149	0		
VAR.FACTEUR 2	370,178	1	370,178	10096,76	0		
VAR.INTER F1*2	6,383	3	2,128	58,032	0,00003		
VAR.RESIDUELLE 1	0,293	8	0,037			0,191	0,18%

### Annexe 13 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% de l'indice de saponification

Facteur 1 : type de stockage ; Facteur 2 : durée de stockage

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	146,58	15	9,772				
VAR.FACTEUR 1	22,672	3	7,557	122,141	0		
VAR.FACTEUR 2	76,126	1	76,126	1230,325	0		
VAR.INTER F1*2	47,287	3	15,762	254,746	0		
VAR.RESIDUELLE 1	0,495	8	0,062			0,249	0,13%

### Annexe 14 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% de la densité

Facteur1 : type de stockage ; Facteur 2 : durée de stockage

## Annexes

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0	15	0				
VAR.FACTEUR 1	0	3	0	14,991	0,00142		
VAR.FACTEUR 2	0	1	0	0,974	0,35458		
VAR.INTER F1*2	0	3	0	2,292	0,1544		
VAR.RESIDUELLE 1	0	8	0			0,002	0,22%

### Annexe 15 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% de la viscosité

Facteur 1 : type de stockage ; Facteur 2 : durée de stockage

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	279,251	15	18,617				
VAR.FACTEUR 1	161,895	3	53,965	1040,574	0		
VAR.FACTEUR 2	64,08	1	64,08	1235,622	0		
VAR.INTER F1*2	52,86	3	17,62	339,757	0		
VAR.RESIDUELLE 1	0,415	8	0,052			0,228	0,49%

### Annexe 16 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% des composés polaires totaux

Facteur 1 : type de stockage ; Facteur 2 : durée de stockage

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	481,859	15	32,124				
VAR.FACTEUR 1	400,297	3	133,432	1707,933	0		
VAR.FACTEUR 2	50,766	1	50,766	649,8	0		
VAR.INTER F1*2	30,172	3	10,057	128,733	0		
VAR.RESIDUELLE 1	0,625	8	0,078			0,28	2,36%