

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

UNIVERSITE MOULOU D MAMMERI DE TIZI-OUZOU  
FACULTE DES SCIENCES BIOLOGIQUES ET DES SCIENCES AGRONOMIQUES  
DEPARTEMENT DE BIOCHIMIE-MICROBIOLOGIE



# Mémoire de fin d'études



*En vue de l'obtention du diplôme de Master en Sciences de la Nature et de la Vie*  
*Filière : Biologie*  
*Option : Alimentation Humaine et Qualité des Produits*

## Thème

**Effet de la température de friture  
sur la stabilité thermo-oxydative  
de l'huile « elio »**

*Proposé et dirigé par :*  
*M<sup>r</sup> SADOUDI R.*

*Présenté par :*  
*M<sup>elle</sup> CHIBANE Zehira*  
*M<sup>elle</sup> HIDEUR Nabila*

*Devant le jury :*

*Président :*

*M<sup>r</sup> AMROUCHE T.*

*Maître de conférences à l'UMMTO*

*Examineurs :*

*M<sup>r</sup> AMIR Y.*

*Professeur à l'UMMTO*

*M<sup>lle</sup> BENAHMED-DJILALI A.*

*Maître de conférences B à l'UMMTO*

*Promotion : 2014 – 2015*

## **Remerciements**

*Nous tenons à remercier le bon DIEU tout puissant, de nous avoir donné le courage, patience et volonté pour accomplir ce travail.*

*Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude à notre encadreur Monsieur SADOUDI R. Maître assistant chargé de cours au département Sciences Agronomiques à l'UMMTO, pour tous les efforts qu'il a consenti tout au long de l'élaboration de ce modeste travail, ses encouragements, ses précieux conseils qui nous ont été d'une grande aide.*

*Nous tenons à remercier très sincèrement M<sup>r</sup> AMROUCHE T. Maître de conférences à l'UMMTO pour l'honneur qu'il nous a fait en acceptant la présidence de ce jury.*

*Nous voulons adresser nos plus vifs remerciements à M<sup>r</sup> AMIR Y. Professeur à l'UMMTO et M<sup>elle</sup> BENAHMED-DJILALI A. Maître de conférences B à l'UMMTO d'avoir accepté d'examiner notre travail.*

*Nous tenons à remercier M<sup>elle</sup> ALI AHMED enseignante au département sciences Biologiques à l'UMMTO, pour l'aide qu'elle nous a apportée dans l'étude statistique.*

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

*Enfin, nous adressons nos remerciements les plus sincères à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la concrétisation de ce travail.*



## *Dédicaces*

*Je dédie ce modeste travail à :*

*Mes très chers parents pour leurs soutiens et leurs sacrifices tout au long de ma vie et auxquels je ne rendrais jamais assez.*

*Mes chers frères auxquels je souhaite la réussite dans leurs vies et leurs conjoints.*

*Ma chère sœur Djamila et mes adorables Lydia, Elina, Imane, Wissam et Nessma.*

*Mes amies et à tout ceux qui me sont chers.*

*À votre bénédiction la plus sainte.*

*Je présente mon travail.*

*Zehira.*



## *Dédicaces*

*Je dédie ce modeste travail à :*

*La mémoire de mon grand-père « Cherif » qui m'a énormément encouragé dans mes études, qu'il repose en paix et que Dieu l'accueille en son vaste paradis.*

*Mes très chers parents pour leurs soutiens, leurs sacrifices et leurs conseils que le bon Dieu les bénisse, les garde et leur accorde longue vie.*

*Mes très chers frères à qui je souhaite la réussite.*

*Toute ma famille sans exception.*

*Mes fidèles amies que j'adore.*

*Nabila.*

# SOMMAIRE

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction générale..... 01

## *Etude bibliographique*

### **I. Généralités sur les corps gras**

I.1. Définition et classification ..... 02

I.2. Composition ..... 03

    I.2.1. Les triglycérides..... 03

    I.2.2. Les acides gras ..... 04

        I.2.2.1. Longueur de la chaîne ..... 04

        I.2.2.2. Degré de saturation ..... 04

        I.2.2.3. Point de fusion ..... 05

    I.2.3. Les constituants mineurs..... 05

I.3. Propriétés physico-chimiques ..... 06

    I.3.1. Propriétés physiques ..... 06

    I.3.2. Propriétés chimiques..... 07

### **II. Huiles végétales**

II.1. Définition..... 07

II.2. Différents types d'huiles en bouteille ..... 08

    II.2.1. Huiles vierges ..... 08

    II.2.2. Huiles raffinées..... 08

II.3. Qualité des huiles ..... 08

II.4. Les huiles végétales au cœur de l'organisme..... 09

II.5. Huile de soja ..... 09

    II.5.1. Composition ..... 09

    II.5.2. Propriétés ..... 09

II.6. Huile de tournesol..... 10

    II.6.1. Composition ..... 10

    II.6.2. Propriétés..... 11

|   |    |
|---|----|
| II.7. Production des huiles végétales dans le monde et en Algérie ..... | 12 |
| II.7.1. Marché mondial des oléagineux .....                             | 12 |
| II.7.2. En Algérie.....   | 13 |
| II.8. Huiles raffinées.....   | 13 |
| II.8.1.Raffinage chimique .....   | 13 |
| II.8.2.Raffinage physique.....  | 14 |
| II.8.3.Traitement des huiles raffinées .....                            | 14 |
| II.8.3.1. Hydrogénation.....  | 14 |
| II.8.3.2. Interestérisation .....                                       | 14 |

### **III. Altération des corps gras**

|  |    |
|--|----|
| III.1. Hydrolyse .....   | 15 |
| III.2. Oxydation .....   | 15 |
| III.2.1. Auto-oxydation .....  | 15 |
| III.2.1.1. Initiation (amorçage) .....   | 16 |
| III.2.1.2. Propagation .....   | 16 |
| III.2.1.3. Terminaison .....   | 17 |
| III.2.2. Photo-oxydation .....   | 17 |
| III.2.3. Oxydation enzymatique .....   | 18 |
| III.2.4. Facteurs influents l'oxydation .....                                      | 19 |
| III.3. Isomérisation .....   | 19 |
| III.4. Polymérisation et cyclisation .....   | 20 |
| III.5. Thermo-oxydation .....  | 20 |
| III.5.1. Produits d'altération thermo-oxydative (PATO) .....                       | 20 |
| III.5.1.1. Produits primaires.....   | 20 |
| III.5.1.2. Produits secondaires .....  | 21 |
| III.6. Influence des traitements thermiques sur quelques composés des huiles ..... | 21 |
| III.6.1. Acides gras.....  | 21 |
| III.6.2. Glycérol.....   | 22 |
| III.6.3. Vitamines .....   | 22 |

### **IV. Friture**

|                                  |    |
|----------------------------------|----|
| IV.1. Définition .....           | 23 |
| IV.2. But.....                   | 23 |
| IV.3. Choix des corps gras ..... | 23 |

|   |    |
|---|----|
| IV.4. Réaction intervenant .....  | 24 |
| IV.5.2. Transfert de matières .....   | 24 |
| IV.6. Conséquences des fritures profondes .....                                       | 26 |
| IV.6.1. Modifications sur les aliments frits.....                                     | 26 |
| IV.6.2. Modifications des huiles au cours de la friture .....                         | 26 |
| IV.7. Précautions à prendre lors de l'utilisation des huiles en friture profonde..... | 27 |

### *Etude expérimentale*

#### **Matériels et méthodes**

|   |    |
|---|----|
| I. Cadre de l'étude .....                             | 28 |
| II. Conduite expérimentale .....                      | 28 |
| II.1. Sélection de l'huile .....                      | 28 |
| II.2. Sélection de l'aliment à frire.....             | 28 |
| II.3. Préparation des frites.....                     | 29 |
| II.4. Organisation des essais de friture .....        | 29 |
| II.5. Echantillonnage .....                           | 30 |
| III. Méthodes d'analyses physico-chimiques .....      | 31 |
| III.1. Détermination des indices chimiques.....       | 31 |
| III.1.1. Acidité.....                                 | 31 |
| III.1.2. Indice de peroxyde .....                     | 32 |
| III.1.3. Indice d'iode .....                          | 33 |
| III.1.4. Indice de saponification .....               | 33 |
| III.2. Détermination des indices physiques .....      | 34 |
| III.2.1. Absorbance spécifique au rayonnement UV..... | 34 |
| III.2.2. Teneur en eau et matières volatiles .....    | 35 |
| III.2.3. Densité .....                                | 36 |
| III.2.4. Viscosité.....                               | 36 |
| IV. Analyse statistique.....                          | 37 |

#### **Résultats et discussion**

|   |    |
|---|----|
| V. Suivi de l'aspect des bains de fritures et des frites..... | 38 |
| VI. Analyses physico-chimiques.....                           | 40 |
| VI.1. Evolution des indices chimiques.....                    | 40 |
| VI.1.1. Acidité.....  | 40 |

|   |    |
|---|----|
| VI.1.2. Indice de peroxyde.....                       | 42 |
| VI.1.3. Indice d'iode .....                           | 45 |
| VI.1.4. Indice de saponification.....                 | 48 |
| VI.2. Evolution des paramètres physiques .....        | 51 |
| VI.2.1. Absorbance spécifique dans l'ultraviolet..... | 51 |
| VI.2.1.1. Extinction à 232 nm .....                   | 53 |
| VI.2.1.2. Extinction à 270 nm .....                   | 54 |
| VI.2.1.3. Rapport $E_{232}/E_{270}$ .....             | 55 |
| VI.2.2. Humidité.....                                 | 56 |
| VI.2.3. Densité .....                                 | 58 |
| VI.2.4. Viscosité .....                               | 60 |

|                                  |           |
|----------------------------------|-----------|
| <b>Conclusion générale .....</b> | <b>63</b> |
|----------------------------------|-----------|

## **Références bibliographiques**

### **Annexes**

### **Résumé**

|   |    |
|---|----|
| <b>Tableau I</b> : Pourcentage des acides gras dans quelques huiles végétales .....   | 05 |
| <b>Tableau II</b> : Points de fusion en fonction du nombre de doubles liaisons .....  | 05 |
| <b>Tableau III</b> : Aspects de quelques huiles végétales.....  | 08 |
| <b>Tableau IV</b> : Principales constantes physico-chimiques de l'huile de Soja brute .....   | 10 |
| <b>Tableau V</b> : Principales constantes physico-chimiques de l'huile de tournesol brute .....   | 11 |
| <b>Tableau VI</b> : La production mondiale des oléagineux en millions de tonnes (MT) selon les données de l' <i>USDA</i> et la <i>FAOSTAT</i> ..... | 12 |
| <b>Tableau VII</b> : Principales voies de formation d'espèces chimiques nouvelles .....   | 22 |
| <b>Tableau VIII</b> : Conditions expérimentales des essais de fritures .....  | 30 |
| <b>Tableau IX</b> : Rapport frites sur volume d'huile dans chaque bain de friture .....   | 30 |
| <b>Tableau X</b> : Observations consignées au cours du déroulement des fritures menées avec l'huile de marque « elio ».....                         | 38 |
| <b>Tableau XI</b> : Résultats de la mesure de l'acidité (%) .....   | 40 |
| <b>Tableau XII</b> : Résultats de la mesure de l'indice de peroxyde (mécq d'O <sub>2</sub> /Kg d'huile).....  | 43 |
| <b>Tableau XIII</b> : Résultats de la mesure de l'indice d'iode (g d'iode/100g d'huile).....  | 46 |
| <b>Tableau XIV</b> : Résultats de la mesure de l'indice de saponification (mg KOH/g d'huile) .....  | 49 |
| <b>Tableau XV</b> : Les résultats de la mesure de l'extinction spécifique en UV $\lambda$ (nm).....   | 52 |
| <b>Tableau XVI</b> : Résultats de la mesure de l'humidité (%).....  | 57 |
| <b>Tableau XVII</b> : Résultats de la mesure de la densité (20°C/eau à 20°C) .....  | 59 |
| <b>Tableau XVIII</b> : Résultats de la mesure de la viscosité à 25°C (m.Pa.s) .....   | 61 |

|   |    |
|---|----|
| <b>Figure 1</b> : Réaction générale d'estérification des acides gras .....  | 03 |
| <b>Figure 2</b> : Composition de l'huile de soja (a) et de l'huile de tournesol (b) en acides gras .....                        | 10 |
| <b>Figure 3</b> : Représentation simplifiée de la cinétique d'oxydation des acides gras insaturés .....                         | 18 |
| <b>Figure 4</b> : Mécanisme d'initiation de la peroxydase lipidique par l'activité lipoxygénasique .....                        | 19 |
| <b>Figure 5</b> : Réactions croisées intervenant dans l'huile lors de son utilisation en friture .....                          | 24 |
| <b>Figure 6</b> : Friteuse utilisée durant l'expérimentation .....  | 29 |
| <b>Figure 7</b> : Echantillons prélevés de bains de fritures à 170°C .....  | 31 |
| <b>Figure 8</b> : Réfrigérant à reflux .....  | 34 |
| <b>Figure 9</b> : Spectrophotomètre UV-9200.....  | 35 |
| <b>Figure 10</b> : Etuve utilisée au cours de l'analyse.....  | 36 |
| <b>Figure 11</b> : Viscosimètre .....   | 37 |
| <b>Figure 12</b> : Evolution de la couleur des frites préparées à la 1 <sup>ère</sup> et 5 <sup>ème</sup> friture à 170°C ..... | 39 |
| <b>Figure 13</b> : Evolution de l'acidité en fonction de nombre de fritures .....   | 41 |
| <b>Figure 14</b> : Evolution de l'indice de peroxyde en fonction de nombre de fritures .....                                    | 44 |
| <b>Figure 15</b> : Evolution de l'indice d'iode en fonction du nombre de fritures.....  | 47 |
| <b>Figure 16</b> : Evolution de l'indice de saponification en fonction de nombre de fritures .....                              | 50 |
| <b>Figure 17</b> : Evolution de l'extinction à 232 nm en fonction de nombre de fritures.....                                    | 53 |
| <b>Figure 18</b> : Evolution de l'extinction à 270 nm en fonction de nombre de fritures.....                                    | 54 |
| <b>Figure 19</b> : Evolution du rapport $E_{232}/E_{270}$ en fonction de nombre de fritures .....                               | 56 |
| <b>Figure 20</b> : Evolution de l'humidité en fonction de nombre de fritures.....   | 57 |
| <b>Figure 21</b> : Evolution de la densité en fonction de nombre de fritures .....  | 59 |
| <b>Figure 22</b> : Evolution de la viscosité en fonction de nombre de fritures .....  | 61 |

**°C** : Degré Celsius.

**A.O.C.S** : American Oil Chemests' Society.

**AFNOR** : Association Française de Normalisation.

**AG** : Acide gras.

**AGE** : Acide gras essentiel.

**AGI** : Acide gras insaturé.

**AGL** : Acide gras libre.

**AGMI** : Acide gras monoinsaturé.

**AGPI** : Acide gras polyinsaturé.

**AGS** : Acide gras saturé.

**ANOVA** : Analyse of variance.

**CG** : Corps gras.

**E** : Extinction spécifique.

**ECN** : Espèce Chimique Nouvelle.

**F** : Faraday.

**FAO** : Food and Agriculture Organisation.

**FAOSTAT** : Food and Agriculture Organisation Statistical databases.

**HPLC** : Chromatographie liquide haute performance.

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

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

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

**ISO** : International Standard Organization.

**m.Pa.s** : milli Pascale par seconde.

**ODF** : Oléine doublement fractionné.

**OMS** : Organisation mondiale de la santé.

**PATO** : Produits d'altération thermo-oxydative.

**PET** : Polyéthylène téréphtalate.

**R°** : Radicaux libres.

**RH** : Acide gras.

**ROO°** : Radical peroxy.

**ROOH** : Hydroperoxydes.

**Sen** : Sensibilisateur.

**SPA** : Société par action.

**T** : Température.

**TAG** : Triacylglycérol.

**TG** : Triglycérides.

**USDA** : United States Departement of Agriculture.

**UV** : Ultraviolet.

# *Introduction générale*

Les huiles végétales jouent un rôle majeur dans notre alimentation ; nous les consommons directement sous forme d'huile raffinée ou vierge ou indirectement via de nombreux produits de l'industrie agroalimentaire.

L'utilisation des huiles comme fluide caloporteur pour la friture des aliments est extrêmement répandue dans les préparations culinaires, et ce au niveau ménager, restauration ainsi qu'à l'échelle industrielle.

Selon *WARNER (2002)*, la friture est une technique de préparation rapide et populaire des aliments compte tenu de sa simplicité d'application, sa courte durée et la facilité de préparation de l'aliment.

Cependant, sous l'influence d'une élévation importante de la température, les corps gras se dégradent suivant des processus parfois mal connus qui aboutissent à la formation de composés d'oxydation, de polymérisation, d'isomérisation et d'hydrolyse dont on peut craindre la toxicité pour l'organisme humain (*LE FLOCH et al., 1968*).

L'objectif de notre étude est une contribution à l'évaluation de l'effet de la température de friture sur la stabilité thermo-oxydative d'une huile végétale aux cours des fritures répétées. Dans cette étude, on a utilisé une huile commercialisée dénommée « elio ».

La friture a été menée à deux températures : 170°C et 190°C. Cette optique permet d'élucider les conséquences sur le plan physico-chimique d'une telle pratique alimentaire. Tout en essayant d'évaluer le degré de résistance à la thermo-oxydation et le niveau de dégradation atteint par les huiles de friture par certaines méthodes physico-chimiques.

Des échantillons de bains de fritures ont été prélevés régulièrement ; des analyses ont été effectuées ; les résultats obtenus sont comparés à des normes internationales et à ceux obtenus par d'autres auteurs afin de détecter d'éventuelles variations. Aussi, un suivi de l'aspect des huiles des bains de fritures et des frites préparées a été envisagé pour déceler une éventuelle altération de goût, d'odeur et de la couleur.

Pour ce faire nous avons abordé deux volets ; une partie bibliographique qui synthétise quelques généralités sur les corps gras et les huiles végétales ainsi que les principaux phénomènes d'altération qui peuvent s'y produire ; et une partie expérimentale évaluant la stabilité physico-chimique de l'huile étudiée avec une présentation des principaux résultats obtenus et leur discussion et enfin une conclusion.

# *Etude bibliographique*

*Généralités sur les corps gras  
et*

*les huiles végétales*



## **I. Généralités sur les corps gras**

### **I.1. Définition et classification**

Les corps gras font partie d'un ensemble complexe de composés organiques, les lipides présents dans les tissus animaux et végétaux. Ce sont des esters naturels, formés à partir d'acides gras et alcool ou d'amine. Ces biomolécules sont caractérisées par leurs insolubilités dans l'eau, solubilité dans les solvants organiques (éther, hexane, benzène, chloroforme) et le toucher onctueux (huileux) (WEIL, 2001). Les huiles et graisses alimentaires sont habituellement subdivisées en ces principales classes :

- **Huiles végétales fluides** : huiles d'arachide, de colza, de germe de maïs, de tournesol, de soja, d'olive, de noix, de pépins de raisin ;
- **Huiles végétales concrètes (ou graisses solides)** : coprah (provenant de la noix de coco), huiles de palme et de palmiste ;
- **Huiles et graisses d'origine animale terrestre** : saindoux (graisse de porc), suif (graisse de bœuf et de mouton), huile de cheval, graisse d'oie ;
- **Huiles et graisses marines** : baleine, cachalot, poissons (sardine, hareng, morue) ;
- **Corps gras élaborés** : beurres, margarines.

L'état concret ou fluide des CG dépend directement de la composition en acides gras de ces produits. Il existe au moins 50% d'AGS dans les graisses alors que les huiles renferment plus de 80% d'AGI (SIRET, 2004).

Les huiles sont différenciées des graisses par leur point de fusion. Les huiles sont des corps gras liquides à la température de 15°C, alors que les graisses sont plus ou moins solides à cette température (UZZAN, 1984).

Les corps gras sont des constituants de la ration alimentaire quotidienne. Elles possèdent surtout un rôle nutritionnel sur les plans énergétique et métabolique. Ils sont différents selon leur origine, leur consistance, leur composition et leur rôle dans l'organisme. Les CG peuvent avoir deux origines bien distinctes :

- ◆ **Une origine animale** : il s'agit du beurre, de la crème, du saindoux, de la graisse de bœuf ou d'oie ;
- ◆ **Une origine végétale** : il s'agit des huiles et des margarines.

Les graisses et huiles végétales, extraites de graines et fruits oléagineux, sont utilisées principalement comme huile de table, huiles et graisses de friture, et pour la préparation de margarines et de graisses émulsionnables (shortenings) (*CHEFTEL et CHEFTEL, 1977*).

## I.2. Composition

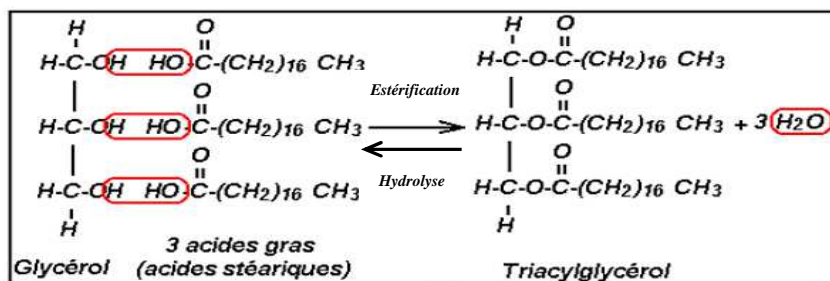
Les corps gras sont majoritairement constitués de lipides. Ces derniers sont constitués principalement de triglycérides (ou triacylglycérols), c'est-à-dire de triesters du glycérol et d'acides gras, ainsi que de cholestérol, d'alcools gras libres ou estérifiés par des acides gras et de quelques composés mineurs (*KARLESKIND, 1992*). Ces éléments peuvent être classés, par ordre décroissant en termes compositionnels, de la façon suivante :

- Triglycérides (ou triesters d'AG) ;
- Acides gras ;
- Constituants mineurs.

### I.2.1. Les triglycérides

Dans le domaine de l'alimentaire, les acides gras sont essentiellement présents sous forme de triglycérides (*AFSSA, 2005*). Les corps gras sont constitués par des mélanges d'esters appelés mono-, di- ou triglycérides ; selon le nombre de fonctions alcools du glycérol estérifiées par les acides gras.

Chaque huile est caractérisée par la composition en AG de l'espèce végétale dont elle est extraite. Les triglycérides qui représentent 98 à 99 % de l'huile végétale raffinée, résultent de l'union de trois acides gras au glycérol suivant la réaction d'estérification présentée sur la *figure 1*.



**Figure 1** : Réaction générale d'estérification des acides gras (*COSSUT et al., 2002*).

Lorsqu'une molécule de glycérol est liée à 3 molécules d'un même acide gras, le triglycéride formé est dit homogène. Dans le cas contraire, le triglycéride est dit mixte.

## **I.2.2. Les acides gras**

Ils représentent 90 à 96 % de la masse molaire des triglycérides. Il existe environ 20 acides gras différents dans la nature. Par le jeu de leurs nombreuses combinaisons possibles sur les trois branches (positions) du glycérol, on obtient beaucoup de TG différents, d'où la variété de composition des corps gras naturels. La nature des AG et leur position sur le glycérol sont spécifiques d'une espèce végétale ou d'une espèce animale.

Les acides gras sont des acides carboxyliques à longue chaîne carbonée composée d'un nombre pair de carbones (de 4 à 24 atomes), apolaire et hydrophobe (*GRAILLE, 2003*). Ils peuvent posséder de 1 à 6 doubles liaisons, en position cis ou trans (*AFSSA, 2005 ; DUBOIS et al., 2006*). Un AG est constitué d'atomes de carbone (C) sont disposés en ligne et forment le squelette de la molécule appelé chaîne carbonée, d'atomes d'hydrogène (H) saturant les liaisons autour du carbone et d'oxygène (O) en bout de chaîne (groupe carboxyle COOH). Trois paramètres différencient les acides gras :

### **I.2.2.1. Longueur de la chaîne**

Par rapport au nombre d'atomes de carbone. Les AG les plus courants en possèdent 16 ou 18.

### **I.2.2.2. Degré de saturation**

Par rapport au type de liaison entre les atomes. Ceci permet de distinguer deux grandes classes d'acides gras :

➤ **Les acides gras saturés (AGS)** : lorsque chaque atome de carbone est lié avec 4 atomes voisins, la chaîne carbonée est dite saturée (le carbone est tétravalent).

➤ **Les acides gras insaturés (AGI)** : il arrive que des atomes de carbone présentent entre eux une ou plusieurs doubles liaisons, la chaîne est alors insaturée :

- **Acides gras monoinsaturés (AGMI)** : dont le représentant principal très répandu est l'acide oléique (C18 :1, n-9 ω9) que l'on trouve dans les huiles végétales.

- **Acides gras polyinsaturés (AGPI)** : l'acide linoléique (oméga 6) et l'acide alpha-linolénique (oméga 3) sont des acides gras essentiels (AGE) sont essentiellement apportés par les huiles végétales. En effet, ils sont nécessaires au bon fonctionnement de l'organisme mais ce dernier ne sait pas les synthétiser. Ils rentrent dans la composition des

membranes cellulaires et des jonctions entre les cellules du cerveau. Les AGPI réduisent les risques cardio-vasculaires en diminuant les TG et le mauvais cholestérol.

**Tableau I :** Pourcentage des acides gras dans quelques huiles végétales (*HARWOODE et APARICIO, 2000*).

| Acides gras           |        | Huile d'olive | Huile Colza | Huile Soja | Huile Mais | Huile Tournesol | Huile Coton |
|-----------------------|--------|---------------|-------------|------------|------------|-----------------|-------------|
| Acide myristique      | C14 :0 | ≤ 0,05        | 0,1-0,2     | 0-0,1      | 0-0,3      | 0-0,1           | 0,6-1       |
| Acide palmitique      | C16 :0 | 7,5-20,0      | 3,0-5,0     | 8-13       | 9,1-16,8   | 5,5-7,7         | 21-26,8     |
| Acide palmitoléique   | C16 :1 | 0,3-3,5       | 0,2-0,6     | 0-0,2      | 0-0,3      | 0-0,3           | 0-1,3       |
| Acide heptadécanoïque | C17 :0 | ≤ 0,3         | -           | -          | -          | -               | -           |
| Acide heptadécénoïque | C17 :1 | ≤ 0,3         | -           | -          | -          | -               | -           |
| Acide stéarique       | C18 :0 | 0,5-5         | 1-2         | 2-5        | 1,4-3      | 2,8-6,5         | 2,0-3,3     |
| Acide oléique         | C18 :1 | 55-83         | 52-67       | 20-50      | 20-38      | 14-38           | 14-22       |
| Acide linoléique      | C18 :2 | 3,5-21        | 16-24,8     | 35-60      | 39,5-65    | 48,2-74,2       | 46,5-58     |
| Acide linoléinique    | C18 :3 | ≤ 0,9         | 6,5-14      | 4-10       | 0,6-1,4    | 0-0,1           | 0-0,4       |
| Acide arachidique     | C20 :0 | ≤ 0,6         | 0,2-0,8     | 0,2-0,5    | 0,3-0,7    | 0,2-0,4         | 0,2-0,5     |
| Acide éicosénoïque    | C20 :1 | ≤ 0,4         | 0,9-2,4     | 0-0,2      | 0,2-0,4    | 0-0,2           | 0-0,1       |
| Acide béhénique       | C22 :0 | ≤ 0,2         | 0,1-0,5     | 0,5-1,6    | 0-0,5      | 0,7-1,3         | 0-0,6       |
| Acide lignocérique    | C24 :0 | ≤ 0,2         | 0-0,2       | 0-0,5      | 0-0,3      | 0-0,4           | -           |

### I.2.2.3. Point de fusion

En fonction de leur composition en acides gras, le corps gras a une texture différente pour une même température. Ainsi, au réfrigérateur le beurre est dur tandis que certaines margarines sont crémeuses et que les huiles sont liquides.

**Tableau II :** Points de fusion en fonction du nombre de doubles liaisons (*COSSUT et al., 2002*).

| Désignation        | Nombres d'atomes de carbone | Nombre de doubles liaisons | Point de fusion* |
|--------------------|-----------------------------|----------------------------|------------------|
| Acide oléique      | 18                          | 1                          | 13,4°C           |
| Acide linoléique   | 18                          | 2                          | -5°C             |
| Acide linoléinique | 18                          | 3                          | -11°C            |

\*Diminue avec le nombre de doubles liaisons.

### I.2.3. Les constituants mineurs

Ils représentent 0,5 à 2 % de la masse d'huile. Ils renferment principalement des :

- **Mono et diglycérides ou glycérides partiels :** mono- ou diesters de glycérol et d'acides gras provenant de l'hydrolyse partielle des triglycérides, le glycérol est dans ce cas combiné avec un ou deux acides gras.

- **Phospholipides** : ce sont des esters de glycérol dont une fonction alcool est naturellement estérifiée par une molécule d'acide phosphorique, elle-même associée à une amine ou à un sucre (inositol).
- **Insaponifiables** : sont constitués de composés qui après hydrolyse basique (saponification), sont très peu solubles dans l'eau mais solubles dans des solvants organiques. Leur présence dans les CG est faible, en moyenne de 1%.
- **Tocophérols** : ils sont au nombre de quatre isomères ( $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ,  $\delta$ ) constitués d'une chaîne carbonée associée à un groupement quinone ; ils ont essentiellement des propriétés antioxydantes (en particulier vis-à-vis des AGPI) et se trouvent en quantité notable dans les huiles végétales (tournesol, maïs, soja, colza).
- **Stérols** : ce sont des composés tétracycliques, comportant le plus souvent 27 à 28 atomes de carbones.
- **Pigments** : les carotènes, caroténoïdes (xanthophylles) et chlorophylles contribuent à la couleur des huiles ; ces pigments naturels sont éliminés en grande partie par le raffinage.
- **Vitamines** : les huiles végétales brutes sont riches en vitamines liposolubles A, D, E et K qu'il est regrettable d'éliminer lors du raffinage (*DENIS, 1998*).
- **Cires** : elles sont des esters d'AG et de mono-alcool aliphatique chez les végétaux. Elles contribuent à la formation des pellicules protectrices des graines et des fruits, comme elles sont responsables de l'apparition de troubles au début de la cristallisation à basse température (*GRAILLE, 2003*).

### **I.3. Propriétés physico-chimiques**

#### **I.3.1. Propriétés physiques**

Le point de fusion est la température à laquelle un CG passe de l'état solide à l'état liquide (*MASSON, 2002*). Le point de fusion d'un acide gras dépend de la longueur de la chaîne carbonée, du nombre de doubles liaisons et de la configuration géométrique cis ou trans (*GRAILLE, 2003*). Plus la chaîne carbonée est longue et saturée, plus la température de fusion est élevée. Le point de fusion diminue avec le degré d'insaturation (*MASSON, 2002*).

La solubilité des huiles et des graisses décroît avec le nombre d'atomes de carbone pour les glycérides saturés, et augmente avec le nombre de doubles liaisons dans le cas des glycérides insaturés (*ROGER, 1974*).

Le point d'ébullition des AG augmente avec la longueur de la chaîne ; les doubles liaisons l'influencent peu.

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

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

### **I.3.2. Propriétés chimiques**

Les propriétés chimiques des AG sont liées d'une part au groupement carboxylique et d'autre part à la chaîne carbonée. D'après *FRENOT et VIERLING (2001)*, les acides gras ont deux ensembles de propriétés ; celles de la fonction acide et celles de la double liaison. Le groupement  $-COOH$  permet la formation de sels et la fixation des AG pour former des esters. Les doubles liaisons s'oxydent et s'isomérisent à chaud. Elles fixent l'iode, les halogènes (chlore, brome, iode) se fixent sur les doubles liaisons éthyléniques.

## **II. Huiles végétales**

### **II.1. Définition**

Nom de commerce donné à un mélange d'huiles d'origines végétales dont la principale composante est souvent l'huile de Soja. Bien que ce mélange d'huiles offre l'avantage d'un bon équilibre des acides gras, il contient parfois des huiles saturées comme l'huile de coprah et l'huile de palme.

Les utilisations recommandées pour chaque huile dépendent essentiellement de la nature des acides gras qui les constituent. De ce fait, les huiles alimentaires sont réparties en trois types d'huiles :

- ◆ Les huiles pour assaisonnement ;
- ◆ Les huiles pour cuisson ;
- ◆ Les huiles pour friture.

Pour chaque huile, il existe une température critique (ou point de fumage) au-dessus de laquelle il ne faut pas chauffer l'huile. Quand l'huile atteint la température critique, ses composants se dégradent, forment des composés toxiques et l'huile fume et c'est pour cela que

certaines huiles comme l'huile de noix dont la température critique est faible sont déconseillées pour la cuisson (ANONYME 1, 2011).

## II.2. Différents types d'huiles en bouteille

### II.2.1. Huiles vierges

- **Mono-fruits ou mono-graines** : olive, noix, noisette, amande, pistache, pignon, colza grille, tournesol, etc.
- Ou **combinées**.

### II.2.2. Huiles raffinées

- **Mono-graines** : colza, tournesol, tournesol oléique, soja, maïs, arachide.
- **Combinées** : mélange de différentes huiles végétales (ANONYME 2, 2008).

## II.3. Qualité des huiles

La qualité des huiles alimentaires est définie comme étant une combinaison des attributs des produits qui ont une signification en déterminant le degré d'acceptabilité de ces produits par l'utilisateur. Elle peut aussi être définie à partir de ces valeurs nutritionnelles, organoleptiques ou commerciales.

Les critères organoleptiques varient d'une huile à l'autre. En effet chaque huile présente des caractères qui lui sont propres. La qualité d'une huile de friture peut être appréciée relativement sur la base de sa viscosité, sa couleur et son odeur. L'huile de palme par exemple est de teinte rouge contrairement aux autres qui ont des teintes allant du jaune, jaune/clair au jaune très foncé. Cette différence de coloration peut s'expliquer par la différence de composition de ces huiles (FAO/OMS, 1993).

**Tableau III** : Aspects de quelques huiles végétales (NDEYE, 2001).

| Aspects désignation | Huile Maïs           | Huile Soja       | Huile d'arachide     | Huile de tournesol   |
|---------------------|----------------------|------------------|----------------------|----------------------|
| Consistance         | Liquide limpide      | Liquide          | Liquide              | Liquide              |
| Couleur             | Jaune pâle à jaune   | Jaune foncé      | Jaune foncé          | Jaune foncé          |
| Odeur               | Relativement inodore | Quasi sans odeur | Franche de la graine | Franche de la graine |

## **II.4. Les huiles végétales au cœur de l'organisme**

Les huiles végétales, en tant que corps gras alimentaires, ont plusieurs rôles physiologiques essentiels :

- **Source d'énergie pour l'organisme** : elles apportent toutes la même valeur énergétique soit 9 kcal par gramme. Les nutritionnistes recommandent que 30 à 35% de la ration calorique globale soit apportée par les lipides, pour un apport quotidien global de 2200 kcal pour l'homme et 1800 kcal pour la femme.
- **Rôle structural** : plus la membrane est riche en AGI, plus elle est souple et fonctionnelle. Cela est particulièrement sensible pour les cellules du cerveau et de la vision, notamment au moment du développement.
- **Rôle de précurseurs** : de composés importants dans la coagulation du sang, l'agrégation plaquettaire, la fonction rénale, les phénomènes inflammatoires et immunitaire. Elles participent ainsi à la prévention des risques cardio-vasculaires.
- **Source de vitamine E ( $\alpha$ -tocophérol)** : au sein de l'organisme, la vitamine E est un puissant antioxydant capable de neutraliser les radicaux libres.
- **Rôle de protection** : des membranes cellulaires (système nerveux, myocarde, des globules rouges), des revêtements des vaisseaux sanguins, de la peau et des précurseurs des prostaglandines.

## **II.5. Huile de soja**

L'huile de soja est fluide et d'un jaune plus ou moins foncé suivant la nature des graines et les procédés d'extraction. Son parfum neutre en fait une principale composante des huiles végétales.

### **II.5.1. Composition**

L'huile de soja est composée typiquement de 96% de triglycérides, de 2% de phospholipides, de 1,6 % d'insaponifiable (tocophérols, stérols) et de 0,4 % d'acides gras libres ainsi que de faibles quantités de pigments de caroténoïdes. Elle est recommandée pour les assaisonnements. La composition en AG est illustrée sur la *figure 2 (PROLEA, 2009)*.

### **II.5.2. Propriétés**

L'huile de soja est une huile riche en acides gras polyinsaturés. Elle contient aussi de la lécithine qui a une action hypocholestérolémiante. Sa richesse en lécithine la rend précieuse

pour la reconstitution des cellules nerveuses et cérébrales, sa bonne digestibilité en fait une bonne remplaçante de l'huile d'olive pour ceux qui ne peuvent la tolérer (COSSUT *et al.*, 2002). L'huile de soja possède certaines propriétés physico-chimiques qui sont représentées dans le *tableau IV*.

**Tableau IV** : Principales constantes physico-chimiques de l'huile de Soja brute (CODEX ALIMENTARIUS, 1999).

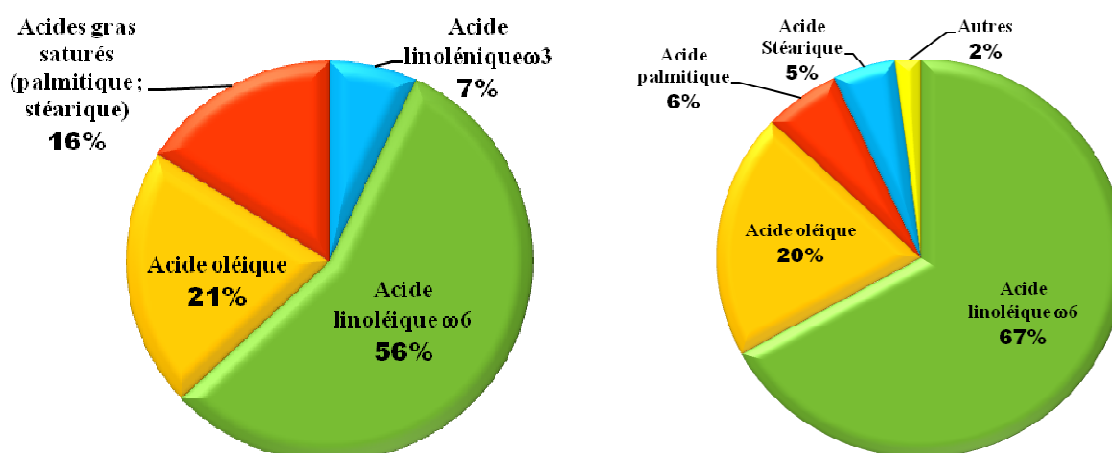
| Caractéristiques                                | Normes      |
|---|-------------|
| Densité relative (20°C /eau à 20°C)             | 0,919-0,925 |
| Indice d'iode (g d'iode/100g huile)             | 124- 139    |
| Indice de saponification (mg d'iode/100g huile) | 189- 195    |
| Insaponifiable (g/Kg)                           | ≤15         |

## II.6. Huile de tournesol

L'huile de tournesol est connue surtout sous sa forme raffinée. Il en existe deux variétés ; l'oléique et la linoléique. Cette huile est extraite des graines de tournesol, sa couleur varie entre le jaune pâle et le jaune orangé.

### II.6.1. Composition

L'huile de tournesol est constituée à 98 % de triesters d'acides gras, le reste étant représenté par des stérols et des tocophérols (dont la vitamine E). Elle est classée dans les huiles hautement polyinsaturées (AYERDIGOTOR, 2008). La composition en AG est illustrée sur la *figure 2*.



**Figure 2** : Composition de l'huile de soja (a) et de l'huile de tournesol (b) en acides gras (PROLEA, 2009).

## II.6.2. Propriétés

Cette huile est fortement recommandée par les diététiciens en raison de la forte proportion d'acides gras essentiels qu'elle contient. De plus, son contenu élevé en gras polyinsaturés et faible en gras saturés en fait un choix santé. Elle aide à éliminer les toxines et les agents pathogènes des muqueuses.

Elle fournit plus de vitamine E que n'importe quelle autre huile végétale. C'est une très bonne huile de table dont le goût discret ne nuit pas aux préparations subtiles. Elles sont conditionnées seules ou en mélange avec d'autres types d'huiles. Elles servent aussi à la fabrication de margarines et d'autres produits alimentaires plus élaborés.

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

**Tableau V** : Principales constantes physico-chimiques de l'huile de tournesol brute (*CODEX ALIMENTARIUS, 1999*).

| Caractéristuques                                | Normes        |
|---|---------------|
| Densité relative (20°C /eau à 20°C).            | 0,918 - 0.923 |
| Indice d'iode (g d'iode/100g huile).            | 118 - 141     |
| Indice de saponification (mg d'iode/100g huile) | 188 - 194     |
| Insaponifiable (g/Kg)                           | ≤15           |

Le principal domaine d'application des huiles de tournesol est l'alimentation humaine, comme huile de salade, huile de cuisine ou pour la fabrication de margarine (*CAMPBELL, 1983*).

L'importance que la société accorde aujourd'hui aux produits naturels, biodégradables et renouvelables a créé un nouvel intérêt pour les huiles végétales. L'huile de tournesol comme l'huile de colza peut être utilisé directement en biocarburant dans les moteurs diesel ou après estérification en ester méthylique. Elle est également utilisée dans la formulation des biolubrifiants, des solvants, des peintures et des encres.

## II.7. Production des huiles végétales dans le monde et en Algérie

### II.7.1. Marché mondial des oléagineux

Le marché mondial des oléagineux a connu un développement spectaculaire au cours des 30 dernières années aussi bien au niveau de la production des graines, des huiles et des tourteaux que des échanges mondiaux.

Le terme « oléagineux » désigne un ensemble de produits agricoles qui, une fois transformés ou triturés, donnent des huiles qui sont recherchées sur tous les marchés mondiaux.

Le soja (*Glycine max L. Merrill*), c'est une plante appartenant à la famille des légumineuses, sa teneur en huile est de 20-22%. Le soja représente 70% de la production mondiale des sept principales cultures oléagineuses : soja, coton, arachide, tournesol, canola/colza, coprah et graine de palmiste (*OIL WORLD, 2004*).

Le tournesol (*Helianthus annuus*), appartient à la famille des composées. La teneur en huile des différentes variétés varie de 40 à 60%. Le tournesol représente 7% de la production mondiale de graines oléagineuses (4<sup>ème</sup> rang) (*ANONYME 3, 2011*). Les principaux pays producteurs de l'huile de :

- ◆ **Soja** : les Etats-Unis, le Brésil et l'Argentine ;
- ◆ **Tournesol** : la Russie, l'Ukraine et l'Argentine.

Les données du *tableau VI* montrent une évolution de la production des produits oléagineux. La production mondiale de graines oléagineuses se caractérise par une reprise de la croissance durant la campagne 2009/2010. La production totale, a monté de plus de 8,2% par rapport à la campagne précédente et a enregistré un nouveau record de 440,5 millions de tonnes. La campagne 2009/2010 traduit une hausse de la production mondiale des huiles/matières grasses de 5,2% par rapport à la campagne 2008/2009.

**Tableau VI** : La production mondiale des oléagineux en millions de tonnes (MT) selon les données de l'*USDA* et la *FAOSTAT*.

| <i>Année</i>                      | 2007/2008 | 2008/2009 | 2009/2010 | Variation : 2009/2010<br>par rapport 2008/2009 |
|-----------------------------------|-----------|-----------|-----------|--|
| <b>Produit oléagineux</b>         |           |           |           |  |
| <b>Graines d'oléagineux</b>       | 403,5     | 407,1     | 440,5     | 8,2%   |
| <b>Huiles et matières grasses</b> | 155,6     | 159,7     | 168,0     | 5,2%   |
| <b>Tourteau d'oléagineux</b>      | 101,5     | 99,7      | 111,9     | 12,2%  |

## **II.7.2. En Algérie**

L'Ukraine est le premier fournisseur d'huiles végétales brutes de l'Algérie (25% en 2012), suivie de l'Allemagne (17%), du Brésil (17%) et de l'Espagne (14%) (*RASTOIN et BENABDERRAZIK, 2014*).

Les oléagineux et dérivés (1,4 milliard de dollars) constituent le 3<sup>ème</sup> poste des importations agricoles et alimentaires de l'Algérie, derrière les céréales (4,2 milliards) et les produits laitiers (1,5 milliard).

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*).

## **II.8. Huiles raffinées**

Le raffinage a pour but de maintenir ou d'améliorer les caractères organoleptiques et la stabilité des corps gras alimentaires par élimination des molécules indésirables, tout en conservant celles dont les propriétés sont intéressantes, afin d'obtenir une huile de qualité requise pour un bon usage et une bonne conservation.

En général, deux méthodes sont utilisées : le raffinage chimique ou physique (*DE GREYT et KELLENS, 2000*). Le choix entre raffinage physique et chimique se fait en fonction de la nature de l'huile, de sa qualité et des objectifs visés (*PAGES-XATART-PARES, 2008*).

### **II.8.1. Raffinage chimique**

Comprend généralement les opérations suivantes :

- ◆ **Démucilagination ou dégomme** : permet l'élimination des phospholipides, et des mucilages à l'eau ou par des solutions acides (acide phosphorique ou citrique).
- ◆ **Neutralisation** : élimination des AGL et phospholipides résiduels par précipitation alcaline (hydroxyde de sodium dilué) à chaud, sous forme de savons éliminés par centrifugation ou filtration.
- ◆ **Décoloration** : son but principal est d'éliminer les pigments colorés contenus dans l'huile. La décoloration fait intervenir un agent d'adsorption (terres décolorantes avec ou sans charbon actif).

- ◆ **Désodorisation** : élimination des produits odorants et volatils par injection de vapeur d'eau dans l'huile chauffée sous vide (180°C – 240°C).
- ◆ **Winterisation (ou frigélisation)** : élimination des produits concrets et des cires par filtration à basse température dans des conditions qui conservent les caractères analytiques normaux du corps gras traité.

## **II.8.2. Raffinage physique**

La désacidification, consiste en un entraînement à la vapeur d'eau et une distillation sous vide des acides gras libres. Cette opération est généralement conduite sur huile brute dégommée à l'eau, prétraitée à l'acide (phosphorique ou citrique), traitée sur terres décolorantes, « winterisée » (cas de l'huile de tournesol).

## **II.8.3. Traitement des huiles raffinées**

### **II.8.3.1. Hydrogénation**

Permet de durcir un corps gras par saturation des chaînes insaturées d'acides gras qui le composent. Le CG hydrogéné présente une meilleure résistance à l'oxydation, ce qui permet notamment de limiter le rancissement.

- **Hydrogénation partielle** : une partie des acides gras insaturés est transformée en acides gras saturés. Ces corps gras partiellement hydrogénés ont des compositions variables en AGS et en AGI dont une fraction se trouve isomérisée au cours du procédé, en acides gras insaturés trans.
- **Hydrogénation totale** : tous les acides gras insaturés (AGI) sont transformés en acides gras saturés (AGS).

### **II.8.3.2. Interestérisation**

Elle correspond à la modification de la structure glycéridique des corps gras par réarrangement moléculaire des acides gras sur le glycérol. Ceci entraîne des modifications importantes du comportement à la fusion d'un corps gras sans modifier la nature de ses acides gras, seule leur distribution sur le glycérol étant changée. Lorsque cette opération est réalisée non sur un seul corps gras, mais sur un mélange de deux huiles ou graisses différentes, on parle de transestérisation. Ce procédé ne conduit à la formation d'aucun acides gras trans. L'interestérisation permet ainsi une meilleure maîtrise de la qualité à la fois fonctionnelle et nutritionnelle des matières grasses.



*Altération des corps gras*

### **III. Altération des corps gras**

L'altération des huiles et des graisses est un phénomène complexe dépendant du type de corps gras, des traitements technologiques subis mais aussi des conditions de conservation (présence d'air, lumière, catalyseurs, antioxydants,...) et de mise en œuvre (cuisson, friture). L'altération des corps gras se produit par différentes voies dont les principales :

#### **III.1. Hydrolyse**

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

Durant les fritures, l'eau portée par l'aliment frit se dégage sous forme de vapeur et peut provoquer une hydrolyse. Cette vapeur d'eau provoque lors de son dégagement un entrainement des produits les plus volatils (*PERRIN, 1992 ; BHATTACHARYA et al., 2008*).

#### **III.2. Oxydation**

Tous les corps gras subissent au cours de leur conservation ou de leur utilisation des altérations oxydatives. Les principaux composés oxydables sont les acides gras insaturés, à l'état libre ou estérifiés en triglycérides. Le phénomène d'oxydation des acides gras conduit à une dégradation organoleptique, avec apparition d'une saveur caractéristique « rance » qui modifie la qualité marchande du produit (*BOUHADJRA, 2011*).

Au contact de l'oxygène de l'air, le radical libre formé à partir des acides gras insaturés s'oxyde en radical peroxyde puis en hydro-peroxyde. Ceci provoque l'apparition d'arômes et induit des changements de couleur indésirables dans les huiles de fritures et même dans les produits frits (*GRAILLE, 2003*).

Les acides gras saturés ne s'oxydent qu'à une température supérieure à 60°C, tandis que les acides polyinsaturés s'oxydent même lors de l'entreposage des aliments à l'état congelé. L'oxydation des corps gras est classée en 3 types :

##### **III.2.1. Auto-oxydation**

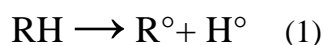
L'auto-oxydation altère les huiles alimentaires par dégradation des acides gras essentiels dont les conséquences sont une baisse de la valeur nutritionnelle et la formation de produits de décomposition. Ces derniers leur donnent une odeur et une saveur indésirables et

voire une certaine toxicité (*CRAPISTE et al., 1999 ; PASCAUD et al., 1985 ; POKORNY, 2003*). L'auto-oxydation des lipides est une réaction auto-catalytique. Il s'agit d'un enchaînement de réactions radicalaires se déroulant en trois étapes (*EYMARD, 2003*) :

### **III.2.1.1. Initiation (amorçage)**

L'initiation primaire qui correspond à la formation de radicaux libres. Un radical libre est une molécule qui possède un électron non apparié et on le note souvent  $R^\circ$ .

Les acides gras insaturés (RH) perdent un atome d'hydrogène pour former un radical libre centré sur le carbone ( $R^\circ$ ) (radical alkyle). Ces réactions nécessitent une énergie d'activation élevée et sont catalysées par la lumière, l'élévation de température et par la présence d'ions métalliques. Selon la réaction suivante :



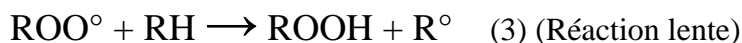
AG      Radical libre

La vitesse de la réaction d'initiation augmente avec l'instauration des lipides, la température et l'énergie de radiations ionisantes ou solaires (*POKORNY, 2003*).

Lorsque la teneur en peroxydes (générés lors des réactions primaires) s'accroît, on observe une oxydation dite secondaire qui résulte de la décomposition des peroxydes.

### **III.2.1.2. Propagation**

Le radical libre formé ( $R^\circ$ ) très réactif, fixe une molécule d'oxygène et forme un radical libre peroxyde instable ( $ROO^\circ$ ) (2) qui peut réagir avec une nouvelle molécule d'acide gras (RH) pour former un hydroperoxyde non radicalaire plus stable ( $ROOH$ ) (3).



La phase de propagation peut elle-même être décomposée en deux étapes séquentielles (*JUDDE, 2004*) :

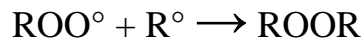
- La première étape correspond à l'apparition des peroxydes composés primaires d'oxydation, à partir des radicaux libres instables, la quantité de peroxydes formés peut être évaluée analytiquement grâce à la détermination de l'indice de peroxyde.

- La deuxième étape se traduit par l'évolution des hydroperoxydes en composés secondaires d'oxydation.

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 et avec l'augmentation de degré d'insaturation des huiles. La réaction en chaîne est inhibée en présence d'antioxydants.

### **III.2.1.3. Terminaison**

Pendant cette phase, les espèces radicalaires réagissent entre elles pour donner des espèces non radicalaires (aldéhydes, cétones, époxydes...) mettant ainsi fin aux cycles réactionnels selon la réaction suivante :



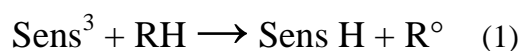
Les réactions de terminaison sont lentes lorsque la concentration en  $\text{R}^\circ$  est basse (*POKORNY, 2003*).

### **III.2.2. Photo-oxydation**

La photo-oxydation est une voie importante de production d'hydroperoxydes en présence d'oxygène, d'énergie lumineuse et de photo-sensibilisateurs tels que les hémoprotéines, la chlorophylle ou la riboflavine. Lors de la photo-oxydation, la chlorophylle accélère l'oxydation, tandis que les carotènes et les tocophérols la freinent (*CHOE et MIN, 2006*).

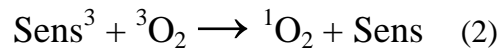
Les photo-sensibilisateurs (Sens) absorbent l'énergie lumineuse et passent à l'état triplet excité ( $\text{Sens}^3$ ). Ils interviennent dans l'oxydation des lipides selon deux types de mécanismes :

- Les photo-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).

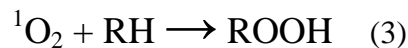


- Selon le second mécanisme, les molécules photosensibles de type II, telles que la chlorophylle et l'érythrosine, réagissent dans leur état excité ( $\text{Sens}^3$ ) avec l'oxygène

triplet auquel elles transfèrent leur énergie pour donner de l'oxygène singulet ( $^1\text{O}_2$ ) (2).

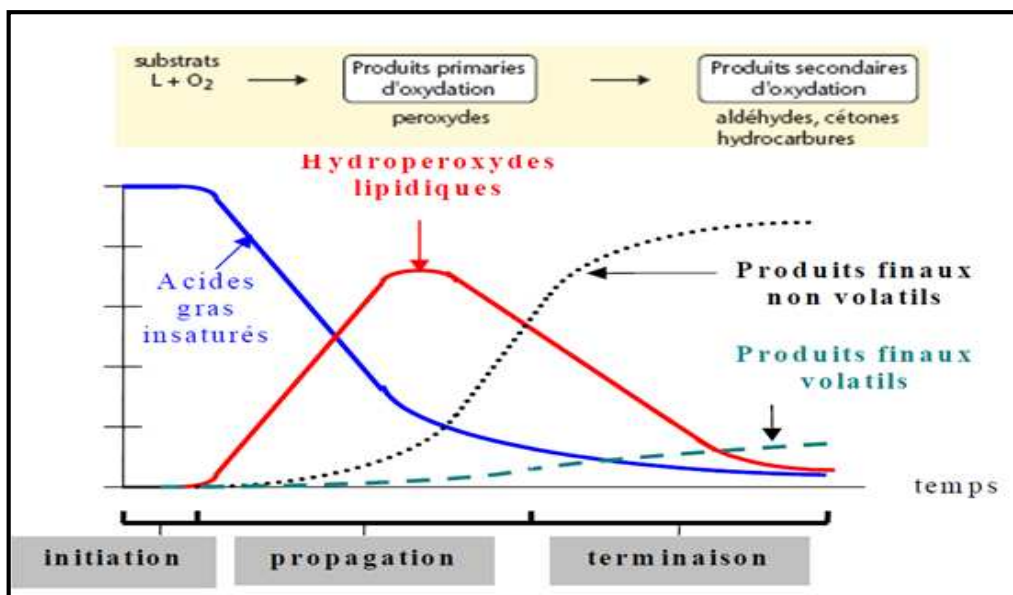


L'oxygène singulet ainsi formée est très électrophile et peut réagir directement sur un acide gras insaturé (RH) formant ainsi un hydroperoxyde (ROOH) (3).



Par la suite interviennent les réactions radicalaires en chaîne de l'auto-oxydation. Les hydroperoxydes ainsi formés sont différents de ceux formés par auto-oxydation.

La cinétique de la réaction d'oxydation suit une courbe exponentielle croissante (figure 3).

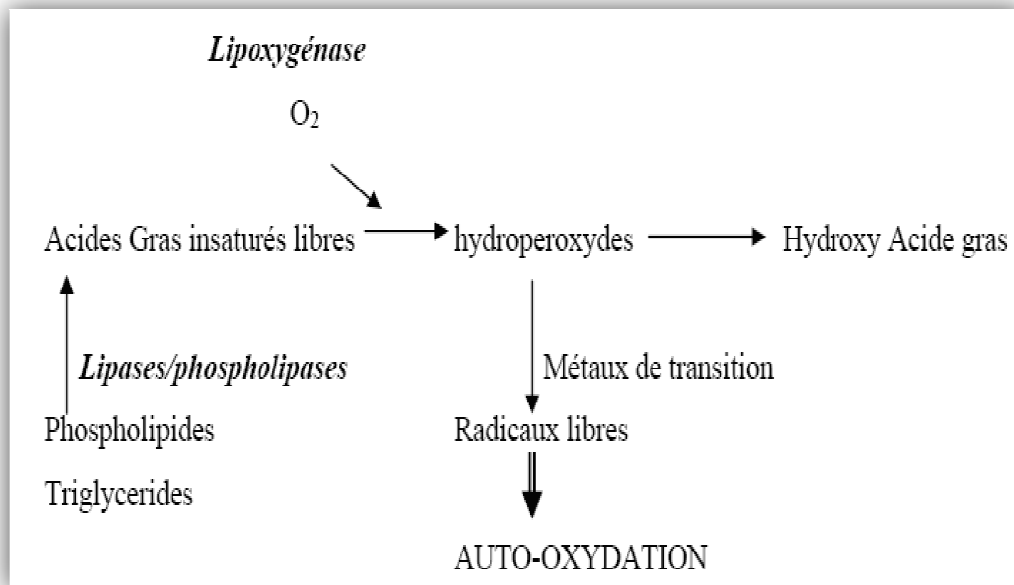


**Figure 3 :** Représentation simplifiée de la cinétique d'oxydation des acides gras insaturés (EYMARD, 2003).

### III.2.3. Oxydation enzymatique

Le phénomène d'oxydation des acides gras insaturés peut être d'origine enzymatique. L'enzyme principalement impliquée est la lipoxygénase qui 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 (BOUHADJRA, 2011).



**Figure 4 :** Mécanisme d'initiation de la peroxydase lipidique par l'activité lipoxygénasique (GERMAN et KINSELLA, 1985).

### III.2.4. Facteurs influents l'oxydation

Les facteurs qui influencent l'oxydation sont nombreux. Il s'agit de facteurs intrinsèques tels que la composition en acides gras des lipides (nombre et position des insaturations) la présence de pro-oxydants (ions métalliques, enzymes, etc.) ou d'antioxydants naturels (tocophérols, caroténoïdes, etc.) et des facteurs externes tels que la température, le pH, la lumière, la pression partielle en oxygène, l'activité de l'eau, les conditions de stockage et de transformation.

### III.3. Isomérisation

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

### III.4. Polymérisation et cyclisation

Elles sont responsables de réarrangements inter et intramoléculaires qui sensibilisent l'huile de friture à l'oxydation et conduisent à l'augmentation de la viscosité apparente des huiles. La polymérisation est un critère pertinent pour la détérioration des huiles de friture ; elle peut être inhibée par les antioxydants (*PRIOR, 2003*).

Dans les huiles de friture, deux types de polymères se forment :

- ◆ Polymères oxydatifs résultent de la combinaison des radicaux libres formés par l'auto- oxydation.
- ◆ La température élevée peut décomposer l'huile ou les AG ; les composées qui en résulte peuvent réagir entre eux pour former de longues molécules appelées polymères thermiques (*GUPTA, 2005*).

La polymérisation des huiles riches en AGPI peut se produire lors de chauffage à des températures élevées. Certains polymères formés sont des corps cycliques nocifs pour la santé (*TREMOLIERE et al., 1984*).

### **III.5.Thermo-oxydation**

L'emploi des CG pour frire, cuire ou rôtir certains aliments s'accompagne inéluctablement d'attaque thermo-oxydatives. Ces réactions augmentent la teneur de l'huile chauffée en produits d'altération et modifient leurs caractéristiques physico-chimiques et nutritionnelles (*GUPTA, 2005*).

#### **III.5.1. Produits d'altération thermo-oxydative (PATO)**

Les cycles successifs de chauffage et de refroidissement auxquels sont soumis les corps gras lors de leur utilisation comme fluide caloporteur provoquent la transformation partielle des triacylglycérols en produits volatiles à courte chaîne et en composés oxydés non volatils, dimérisés, polymérisés ou cyclisés (*GUTIERREZ et DOBARGANES, 1988*).

##### **III.5.1.1. Produits primaires**

Ce sont les mêmes que ceux de l'auto-oxydation, c'est-à-dire des radiaux peroxydes, des hydroperoxydes et des R° (*KANAZAWA et al., 2000*).

##### **III.5.1.2. Produits secondaires**

Les radicaux alcoyles (oxyacides gras) qui en dérivent ont très instables, ils donnent naissance à des produits volatiles et non volatiles (*PERRIN, 1992*).

➤ **Produits volatiles**

La scission des radicaux alcoyles conduit à la formation de nombreuses molécules volatiles telles que les hydrocarbures, les alcools, les acides carboxyliques, les cétones et les aldéhydes ils sont responsables de l'odeur particulière de la friture ; on énumère plus de 2000 composés répertoriés (*PERRIN, 1992*).

A la température de friture, ces produits ne diffusent pas dans l'aliment frit donc ils ne seront pas ingérés (*FRENOT et VIERLING, 2001*).

➤ **Produits non volatiles**

Ce sont des composés qui restent dans le bain de friture et peuvent donc par la suite être absorbés par l'aliment frit. Ils sont également formés à partir des oxyradicaux par remaniement moléculaire (*PERRIN, 1992*).

### **III.6. Influence des traitements thermiques sur quelques composés des huiles**

#### **III.6.1. Acides gras**

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

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

Etant donné le nombre de facteurs importants jouant sur la transformation des huiles (nature de l'huile, procédé de friture, température du bain...), il est impossible de donner une analyse chimique précise d'une huile de friture usagée d'autant plus qu'à ce jour, toutes les espèces chimiques n'ont pas été entièrement identifiées. En effet, on estime à plus d'un millier environ le nombre d'espèces chimiques nouvelles (ECN) formées dans les huiles de fritures usagées (*GRAILLE, 1998*). Malgré tout, on peut recenser qualitativement la nature des espèces chimiques formées en fonction du type d'altération envisagé (*Tableau VII*).

**Tableau VII** : Principales voies de formation d'espèces chimiques nouvelles (DOBARGANES, 1998).

| Type d'altération | Origine             | Composés formés   |
|-------------------|---------------------|---|
| Oxydation         | Oxygène de l'air    | ♦ Monomères oxydés<br>♦ Dimères<br>♦ Composés volatiles |
| Thermique         | Température du bain | ♦ Monomères cycliques<br>♦ Dimères non polaires         |
| Hydrolyse         | Eau des aliments    | ♦ Acides gras libres<br>♦ Diglycérides                  |

### III.6.2. Glycérol

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

### III.6.3. Vitamines

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

Les apports alimentaires suffisamment élevés en vitamine E peuvent atténuer les effets toxiques des graisses chauffées (AUBERT et HUARD, 2003).



*Friture*

## **IV. Friture**

La friture est l'un des plus anciens procédés d'élaboration des aliments, elle est très appréciée et les produits frits sont consommés partout à travers le monde, la texture et la saveur unique des aliments frits sont des éléments importants qui peuvent expliquer son attrait (*GRAILLE, 2003*).

En une seule et même étape de traitement, la friture permet de déshydrater, cuire, texturer et formuler des aliments (imprégnation en matière grasse, perte de solutés propres, développement d'arômes). La friture est un procédé largement répandue à toutes les échelles de transformation (domestique, artisanale ou industrielle). Un des aliments frits les plus couramment consommés sont les frites. Leur teneur en matières grasses constitue un des soucis santé associés à l'alimentation.

### **IV.1. Définition**

La friture est un procédé de cuisson des aliments agissant à des températures supérieures au degré d'ébullition de l'eau (entre 155°C et 190°C ou entre 338°F et 375°F) (*SAGUY et DANA, 2003*). La friture permet donc une évaporation de l'eau à la surface des aliments qui permet de déshydrater la surface et former une croûte (*BOUCHON, 2009*). Il existe deux types de fritures :

Afin de bien comprendre ce processus de cuisson, il faut tout d'abord, le dissocier de la cuisson dite en « friture plate ». La friture plate celle où l'aliment est en contact direct avec le support de cuisson (la poêle en l'occurrence) en présence de peu de matières grasses. En régime de friture dite « profonde » celle où l'aliment est complètement immergé dans l'huile les conditions de cuisson sont complètement différentes. La cuisson en friture profonde est caractérisée par des phénomènes de transferts de chaleur et de matières, spécifiques et très utiles à connaître.

### **IV.2. But**

Il consiste à porter les aliments à une température telle qu'ils caramélisent et que leur goût soit modifié (*VIERLING, 2008*).

### **IV.3. Choix des corps gras**

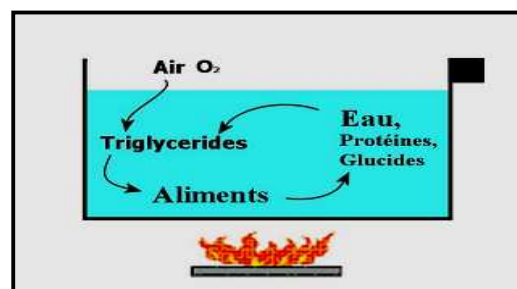
Une huile de friture doit être la moins polyinsaturée possible afin de prolonger sa qualité. Les huiles riches en AGS sont les plus stables à la friture, donc ont une durée

d'utilisation plus longue. Par contre, d'un point de vue nutritionnel, les effets de ces huiles sur la santé sont contestés. D'un autre côté, les huiles riches en AGPI (considérées meilleures pour la santé) s'oxydent rapidement et deviennent impropres à la consommation (VARELA *et al.*, 1988 ; BOUCHON, 2009). On distingue aussi que les huiles riches en AGMI présentant une grande stabilité à la cuisson par rapport aux huiles riches en AGPI.

Le beurre, la margarine standard et les huiles d'assaisonnement à cause de leur point de fumée relativement bas, ne supportent pas d'être chauffés trop fortement. Il est recommandé de les utiliser crus, fondus ou par cuisson à des températures inférieures à 120°C (FREDOT, 2012).

#### **IV.4. Réaction intervenant lors de la friture**

La friture est le siège de réactions chimiques innombrables sollicitant l'oxygène de l'air, les chaînes grasses des triglycérides et les aliments présents dans les huiles (Figure 5). Une température élevée et une présence d'air favorisent des réactions de polymérisations créant des composés complexes. D'autres paramètres, tels le mode de friture (continu ou discontinu), le temps de friture, la réutilisation de l'huile ou encore le type d'aliments frits (riches en sucres et en protéines), induisent la formation de polymères, dimères, triglycérides oxydés et aussi des di-glycérides et acides gras libres. Tous ces composés sont hautement polaires et peuvent être mesurés par chromatographie. Ainsi on peut facilement évaluer la dégradation des huiles par sa quantité de composés polaires (GORNAY, 2006).



**Figure 5 :** Réactions croisées intervenant dans l'huile lors de son utilisation en friture (GORNAY, 2006).

#### **IV.5. Les phénomènes caractérisant la friture profonde**

##### **IV.5.1. Transfert de chaleur**

En friture profonde l'aliment subit en surface une cuisson « isotherme » c'est-à-dire sans point chaud. Il ne cuira pas plus vite à un endroit qu'à un autre. Si l'huile est à la

température de 160°C par exemple, c'est exactement cette température que l'aliment rencontrera sur toute sa surface.

Que le bain d'huile soit chauffé sur un gaz (chauffage indirect) ou par une résistance électrique en contact avec l'huile (chauffage direct), l'aliment est cuit par « convection » les particules d'huile situées au fond de la friteuse se dilatent, deviennent moins denses, montent vers la surface et sont remplacées par des particules plus froides. Ces échanges créent un mouvement spontané dans le bain d'huile qui agite naturellement les aliments qui y cuisent. Dans l'aliment lui-même, la chaleur progresse par « conduction » de l'extérieur (le plus chaud) vers l'intérieur (plus froid) à une vitesse variable dépendant de :

- **La conductivité thermique de l'aliment** : les aliments riches en eau, qui est un bon conducteur thermique, comme les crustacées, le poisson, les viandes cuisent plus vite que les fruits où les pâtes, par exemple, riches en air (l'air immobile est un très mauvais conducteur thermique).
- **La température de l'aliment** : plus l'aliment est froid, plus la chaleur donnée par le bain d'huile tardera progresser dans l'aliment.
- **La forme** : à poids égal, les aliments dont la forme a le plus de surface développée sont ceux qui cuisent le plus vite ; une sphère cuira moins vite qu'une feuille.
- **La température du bain d'huile** : plus la différence de température entre l'aliment et le bain d'huile (le gradient thermique) sera faible, plus vite la cuisson se produira ; jusqu'à un certain point. Il faut aussi savoir que l'ajout d'aliments nécessairement moins chauds que le bain d'huile dans lequel ils cuisent, fait aussitôt chuter la température de celui-ci. Cette chute dépend de la proportion aliments/bain d'huile mis en œuvre.

#### **IV.5.2. Transfert de matières**

Faire frire un aliment consiste, en fait à le reformuler complètement, à en changer significativement la composition, les valeurs nutritionnelles, tant les échanges de matières, de composants sont nombreux. Ils sont de deux ordres :

➤ **De l'aliment vers le bain d'huile**

Au cours de la cuisson, l'eau contenue dans l'aliment se vaporise, sort de celui-ci en entraînant de nombreux composés (aromatiques, notamment). Cette vapeur d'eau remonte à la surface de l'huile puis disparaît. D'autre part, des solutés (des jus) sortent eux aussi de l'aliment. L'eau contenue dans ces jus, riche en protéines, sucres et sels minéraux se vaporise

au contact de l'huile chaude. Restent donc dans l'huile l'extrait secs de ces jus ; les protéines sucres et sels minéraux qui se transforment avec la chaleur (polymérisations cyclisations, caramélisations) avec pour conséquence principale d'aromatiser le bain d'huile et finalement le produit dans lequel il cuit.

➤ **Du bain d'huile vers l'aliment**

Au cours de la cuisson et surtout de l'égouttage de l'aliment, de l'huile pénètre les couches superficielles de l'aliment cuit en apportant ainsi lipides et composés aromatiques.

#### **IV.6. Conséquences des fritures profondes**

##### **IV.6.1. Modifications sur les aliments frits**

Les modifications observées au cours de processus de friture sont le gonflement de l'amidon par évaporation de l'eau qu'il contient, le brunissement des aliments par réaction de Maillard, la dénaturation des protéines, l'absorption des matières grasses et la déshydratation de la surface pour la formation d'une croûte caramélisé.

Une pomme de terre contenant beaucoup de sucre (glucose, fructose, etc.) présente des conditions idéales pour former de l'acrylamide lors de la friture (grande chaleur). L'acrylamide provoque le cancer chez les animaux de laboratoire et sa présence dans les aliments est une source de préoccupations selon l'Organisation mondiale de la santé des consommateurs (*SANTE CANADA, 2011*).

La présence de cette substance a été constatée dans des aliments très divers, préparés aussi bien de manière industrielle que dans la restauration ou à la maison comme le pain ainsi que dans certaines spécialités, telles que les chips, les biscuits et le café.

L'acrylamide se forme par la réaction de l'asparagine et de sucres réducteurs (ces deux composés sont présents naturellement dans les pommes de terre). La quantité produite dépend :

- ◆ de la température de la cuisson finale ;
- ◆ du temps de cuisson ;
- ◆ des teneurs en asparagine et en sucres réducteurs de la pomme de terre.

##### **IV.6.2. Modifications des huiles au cours de la friture**

Plusieurs facteurs influencent le vieillissement de l'huile, ce qui rend difficile de déterminer le moment précis pour changer l'huile. Une huile usée est d'apparence foncé,

épaisse ou visqueuse, peut contenir des dépôts et peut avoir une saveur âcre (ROSSELL, 2001). L'eau relâchée par les aliments lors de la friture attaque l'huile et libère des composés polaires plus susceptibles à l'oxydation et à la détérioration thermique qui s'accumulent au fil du temps. Le mode d'utilisation affecte ainsi la qualité de l'huile. La température critique à ne jamais atteindre ou dépasser est de 200°C (392°F) (DELAGOUTTE, 2007). Les variations de températures augmentent l'oxydation de l'huile (VARELA *et al.*, 1988).

La fluidité de l'huile permet son écoulement et d'éviter son absorption. Plus l'huile vieillit, moins elle sera fluide et plus elle sera absorbée par les aliments car elle aura moins tendance à s'égoutter (BOUCHON, 2009 ; ZIAIFAR, 2008).

#### **IV.7. Précautions à prendre lors de l'utilisation des huiles en friture profonde**

La friture est un procédé qui exige des précautions élémentaires pour être réalisée dans de bonnes conditions de sécurité qui sont détaillées ci-après.

- Utilisation d'une friteuse conforme aux normes de sécurité ;
- L'huile ou le corps gras choisi doit être destiné à cet usage ;
- Vérifier le niveau d'huile afin de respecter un rapport huile/aliment ;
- Utiliser un mode de chauffage conçu de manière à limiter les surchauffes locales qui favorisent la dégradation des corps gras ;
- Rincer et essorer rigoureusement les aliments humides en surface avant friture ;
- Eliminer tous les excédents de farine, mie de pain et pâte à frire ;
- Introduire progressivement la portion complète d'aliment à frire : ne jamais plonger brutalement un panier plein d'aliments dans de l'huile chaude ;
- Faire chauffer le corps gras en le surveillant et contrôler la température du thermostat ;
- Respecter le temps de cuisson préconisé ;
- Laisser les aliments frits s'égoutter hors du récipient renfermant le bain ;
- Filtrer le bain après chaque usage afin d'éliminer les débris qui risqueraient de carboniser la fois suivante et contribueraient à dégrader ledit bain ;
- Limiter le nombre de chauffages subis par le même bain d'huile ;
- Ne pas laisser l'huile plus de 2 ou 3 semaines dans la friteuse sans l'utiliser : la stocker de préférence dans un récipient fermé (bouteille en verre par exemple) à l'abri de la lumière dans un endroit frais (réfrigérateur conseillé) afin d'éviter toute oxydation ;
- Nettoyer régulièrement la friteuse après chaque utilisation.

*Etude expérimentale*

*Matériels  
et méthodes*

## **I. Cadre de l'étude**

Le but de notre étude expérimentale consiste à évaluer la stabilité thermo-oxydative de l'huile de table « elio » au cours des fritures répétées à deux traitements thermiques, l'un à 170°C et l'autre à 190°C chacun en vingt fritures en continue avec un intervalle de 4 minutes entre chaque friture.

Par conséquent, les fritures et les différentes analyses physico-chimiques ont été réalisées dans les laboratoires de la faculté des sciences biologiques et agronomiques de l'U.M.M.T.O.

## **II. Conduite expérimentale**

### **II.1. Sélection de l'huile**

L'huile sélectionnée pour cette étude est l'huile commercialisée de marque « elio » ; en raison de sa large consommation et son utilisation en friture ; assaisonnement et cuisson au niveau des ménages et des collectivités. Cette huile a été achetée dans un magasin d'alimentation générale ; elle est conservée dans un emballage en matière plastique (PET) de 5 litres qui porte la date de fabrication de l'huile qui est le 20/03/2015. L'huile « elio » est produite dans la raffinerie « Cevital » SPA de Bejaïa, Algérie.

Les caractéristiques de cette huile portées sur l'étiquette de l'emballage sont les suivantes :

- ◆ 100% végétale (contient 80 % soja et 20% tournesol) ;
- ◆ Sans cholestérol ;
- ◆ Température conseillée : max 180°C ;
- ◆ Conservation dans un endroit propre et tempéré ;
- ◆ Stockage à l'abri de la lumière et source de chaleur.

La particularité de l'huile est sa forte teneur en acides gras polyinsaturés elle est constituée des acides : linoléique, oléique, palmitique, acide stéarique, acide linoléique.

### **II.2. Sélection de l'aliment à frire**

L'aliment utilisé dans les essais de friture est la pomme de terre fraîche. C'est un aliment de large utilisation en friture domestique et collective ; il est facile à découper en différentes formes géométriques et il est de composition simple, riche en glucides (environ 20%, majoritairement en amidon) et faible teneur en protéines (2%) et lipides à (0,1%). Cette

qualité est importante pour notre étude ; car lorsqu'on frit des aliments gras tel que le poisson il se produit, selon VARELA (1988) des interactions complexes entre la graisse de friture et celle contenue dans l'aliment.

### II.3. Préparation des frites

Durant l'expérimentation, les tubercules de pomme de terre sont épluchés manuellement, lavés et découpés à l'aide d'une coupeuse ; les dimensions des frites sont de 9cm de longueur et 0,8-0,9cm pour la largeur ; elles sont mesurées soigneusement afin de maintenir stable et uniforme la surface de contact avec l'huile aux cours des fritures, elles sont gardées dans de l'eau à T (°C) ambiante afin d'éliminer l'excès d'amidon. Il est nécessaire de sécher le plus possible les bâtonnets de pommes de terre avec du papier absorbant pour limiter l'introduction d'eau dans le bain d'huile. Cette opération est répétée tout au long des essais de friture.

### II.4. Organisation des essais de friture

Dans le but de stabiliser la température de friture, on a choisi un mode de chauffage électrique par l'utilisation d'une friteuse de marque SAYONA (Model NO. SDF-35), *figure 6* cette friteuse est de contenance de 3,5 litres ; elle équipée d'un couvercle amovible, un panier et une minuterie. Cependant, les températures de friture retenues dans notre étude (170°C et 190°C) sont fixées et contrôlées grâce à un thermostat.



**Figure 6 :** Friteuse utilisée durant l'expérimentation.

Les conditions de fritures fixées lors de notre travail sont résumées dans le *tableau VIII*. Nous avons préparé 20 portions de frites, en respectant un rapport de 100g de frite/litre d'huile. Les rapports calculés du poids des frites/volume de chaque bain de friture sont indiqués dans le *tableau IX*.

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

| <b>conditions expérimentales</b>       |                                 |
|--|---------------------------------|
| Mode de friture                        | friture en continue             |
| Nombre de fritures                     | 20 fritures/température         |
| Températures choisies                  | 170°C et 190°C                  |
| Durée de friture                       | 4 minutes                       |
| Temps entre deux fritures              | 3 minutes                       |
| Volume de l'huile initialement utilisé | 3 litres                        |
| Rapport pomme de terre/huile           | 100g/1 litre d'huile            |
| Forme des tranches de pommes de terre  | Bâtonnet                        |
| Dimension de la frite                  | 9cm longueur /0,8-0,9cm largeur |
| Volume d'huile prélevé pour l'analyse  | 200 ml                          |
| Nombre d'échantillons analysés         | 30 échantillons                 |

**Tableau IX** : Rapport frites sur volume d'huile dans chaque bain de friture.

| Nombre de fritures | Volume d'huile en (ml) | Quantité de frites en (g) |
|--------------------|------------------------|---------------------------|
| 1                  | 3000                   | 240                       |
| 5                  | 2800                   | 224                       |
| 10                 | 2600                   | 208                       |
| 15                 | 2400                   | 192                       |
| 20                 | 2200                   | 176                       |

### II.5. Echantillonnage

Afin de mesurer le degré d'altération de l'huile étudiée. Après chaque cycle de friture, un volume d'huile (200 ml) est prélevé après homogénéisation du bain de friture (1<sup>ère</sup> friture ; 5<sup>ème</sup> friture ; 10<sup>ème</sup> friture ; 15<sup>ème</sup> friture et la 20<sup>ème</sup> friture). L'huile de chaque bain de friture précédente est filtrée ; afin d'éliminer les débris qui risqueraient de carboniser et contribueraient à dégrader le bain, puis l'huile est transvasée dans un bocal en verre transparent, bien fermé recouvert d'un papier aluminium à l'abri de la lumière et de l'air, refroidie à température ambiante. Ensuite, entreposée au réfrigérateur à 4°C ; afin d'éviter les phénomènes d'oxydation autres que ceux induits par la chaleur.



**Figure 7** : Echantillons prélevés de bains de fritures à 170°C.

### III. Méthodes d'analyses physico-chimiques

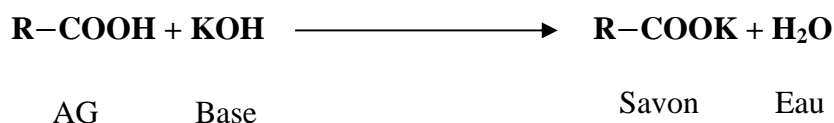
Les échantillons d'huiles de bains de 1<sup>ère</sup>, 5<sup>ème</sup>, 10<sup>ème</sup>, 15<sup>ème</sup> et 20<sup>ème</sup> friture prélevés conservés au réfrigérateur ainsi que l'huile fraîche, ont fait l'objet de certaines analyses physico-chimiques. Il s'agit en fait de suivre l'évolution comparative des paramètres de qualité de cette huile utilisée dans la friture menée à 170°C et 190°C.

#### III.1. Détermination des indices chimiques

##### III.1.1. Acidité (AFNOR NF T60-204, 1988)

L'acidité est le pourcentage d'acides gras libres contenus dans un corps gras, exprimé conventionnellement en acides oléique.

Elle représente le nombre de milligramme d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser les acides gras libres dans 1g de corps gras. Il est exprimé en mg/g. Sa détermination est basée sur la neutralisation des acides gras libres par une solution de KOH à chaud en présence de phénolphtaléine conformément à la norme A.O.C.S. méthode off la-64, réapprouvée en 1992 et selon la réaction suivante :



L'acidité est donnée par la formule suivante :

$$\text{Acidité (\%)} = \frac{V.c.M}{10.m}$$

Soit :

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

c : concentration exacte en mole/L de la solution KOH.

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

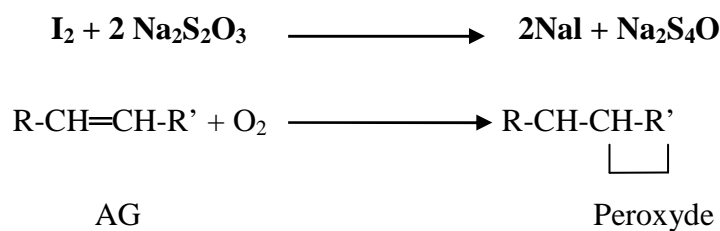
M : Masse molaire (acide oléique : 282 g/mol).

### III.1.2. Indice de peroxyde (AFNOR NF T60-220, 1988)

Il donne une évaluation sur la quantité de peroxydes présents dans un corps. C'est ce qui indique en fait la quantité d'acide gras déjà rance.

L'indice de peroxyde (Ip) est le nombre de milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme de corps gras oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode (ADRIAN *et al.*, 1998). L'oxygène actif est l'oxygène existant sous forme de peroxyde, d'hydroperoxyde ou d'époxyde dans une matière grasse.

Il est déterminé conformément à la norme A.O.C.S. méthode off cd 8-53 réadaptée en 1992. Le principe de cette méthode consiste à un traitement d'une quantité d'huile en solution dans l'acide acétique et le chloroforme, par une solution d'iodure de potassium (KI). Le titrage d'iode libéré se fait par une solution de thiosulfate de sodium (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) à 0,01N en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré selon la réaction suivante :



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

$$\text{Ip}(\text{meqd}'\text{O}_2/\text{Kg}) = \frac{(V_1 - V_0) \times N}{P} \times 10^3$$

Soit :

Ip : Indice de peroxyde exprimé en milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme d'échantillon (meq d'O<sub>2</sub>/kg d'huile).

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

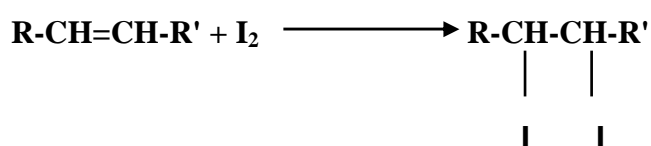
V<sub>1</sub> : volume en ml de la solution de thiosulfate de sodium utilisée pour l'échantillon.

N : normalité de la solution de thiosulfate de sodium utilisée (0,01N).

p : masse en gramme de la prise d'essai.

### III.1.3. Indice d'iode (AFNOR NF T60-203)

L'indice d'iode ( $I_i$ ) est le nombre en gramme d'iode fixé par 100g de corps gras. Le principe consiste d'ajouter à une prise d'essai une solution de monochlorure d'iode dans un mélange d'acide acétique et de tétrachlorure de carbone. Cette addition est utilisée pour déterminer qualitativement l'insaturation des corps gras (ADRIAN *et al.*, 1998). Pour cette mesure nous avons procédé selon la norme A.O.C.S. méthode off cd 1-25 révisée en 1992 et selon la réaction suivante :



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

$$I_i(\text{g I}_2 / 100\text{g}) = \frac{(V_0 - V) \times N}{P} \times 12,69$$

Soit :

$I_i$  : indice d'iode.

$V_0$  : volume du 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.

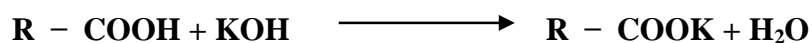
$N$  : normalité de thiosulfate de sodium (0,1N).

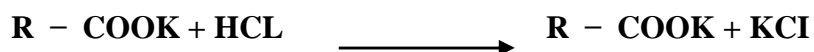
$P$  : poids en gramme de la prise d'essai.

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

### III.1.4. Indice de saponification (AFNOR NF T60-206)

C'est la quantité d'hydroxyde de potassium (KOH) en mg nécessaire pour saponifier un gramme de CG. 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 se fait par une solution de HCL (0,5N) en présence de phénolphtaléine (indicateur coloré).





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

$$I_s (\text{mgKOH/g}) = \frac{N \times Eg \times (V_0 - V_1)}{p}$$

Où :

$I_s$  : indice de saponification exprimée en milligramme par gramme.

$V_0$  : volume en ml de la solution d'acide chlorhydrique (HCL) utilisé pour l'essai à blanc.

$V_1$  : volume en ml de HCL utilisé pour le titrage de prise d'essai.

$N$  : normalité de HCL (0,5).

$Eg$  KOH : équivalent gramme de KOH (56,1 g/mol).

$P$  : poids en gramme de la prise d'essai.



**Figure 8** : Réfrigérant à reflux.

## III.2. Détermination des indices physiques

### III.2.1. Absorbance spécifique au rayonnement UV (AFNOR NF T60-223)

La spectrophotométrie ultraviolette est basée sur le pouvoir que possèdent certaines substances d'absorber de l'énergie lumineuse. Les produits d'oxydation des huiles chauffées ont des spectres caractéristiques dans l'UV.

Le principe de la méthode est fondé sur le fait que les hydroperoxydes linoléique absorbent à 232 nm. Les produits non volatils de décomposition des hydroperoxydes sont représentés essentiellement par des acides oxydés. Ces derniers sont essentiellement des cétones insaturées absorbantes à 270 nm.

Le rapport  $E_{232}/E_{270}$  nous renseigne sur le stade de l'évolution d'oxydation des huiles. L'extinction spécifique à une longueur d'onde  $\lambda$  est donnée par la relation suivante :

$$E_{1cm}(\lambda) = \frac{A_{\lambda}}{C \times D}$$

Où :

$E_{1cm}(\lambda)$  : extinction spécifique à la longueur d'onde  $\lambda$  .

$A_{\lambda}$  : densité optique a la largeur d'onde  $\lambda$ .

D : épaisseur de la cuve en cm.

C : concentration de la solution en g/100 ml.



Figure 9 : Spectrophotomètre UV-9200.

### III.2.2. Teneur en eau et matières volatiles (AFNOR NF T606-201, Octobre 1984)

La teneur en eau et matières volatiles d'un CG est défini comme étant la perte de masse subit par ce produit après son chauffage à  $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$  pendant un temps suffisamment court pour éviter l'oxydation, mais suffisamment long pour permettre l'élimination totale de l'eau. Le principe consiste à chauffer une prise d'essai à  $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$  dans une étuve pendant 1 heure de temps. La teneur en eau est exprimée en pourcentage en masse égale à :

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



**Figure 10 :** Etuve utilisée au cours de l'analyse.

Où :

H % : taux d'humidité en pourcentage.

$m_0$  : masse en gramme du bécher vide.

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

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

### III.2.3. Densité

La densité relative à 20°C (D20) d'une huile ou d'une graisse est le quotient de la masse dans l'atmosphère d'un certain volume de cette huile ou de graisse à une température T°C par la masse de même volume d'eau distillée à 20°C (AFNOR NF T-210). La densité est définie dans notre étude par le rapport de la masse volumique de l'huile sur la masse volumique de l'eau distillée, selon la formule suivante :

$$d = \frac{\rho_{\text{corps}}}{\rho_{\text{eau}}}$$

### III.2.4. Viscosité

La viscosité est définie comme étant le coefficient de frottement intramoléculaire. C'est la mesure du temps que nécessite une sphère en métal (bille de stainless steel) pour s'écouler dans un capillaire d'un viscosimètre rempli d'huile sous l'action de la pesanteur. La bille atteint rapidement une vitesse limite, ce qui permet de calculer la viscosité de l'huile.

On mesure le temps nécessaire à la bille pour parcourir la distance entre deux traits gravés sur le tube en verre dont le dispositif est illustré *figure 11*.

La viscosité est exprimée par la formule suivante :

$$\mu (C.p\text{o}) = K(p_f - p)t$$

Soit :

$\mu$  : la viscosité en Centpoise (1Cp= m.Pa /s).

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

$P$  : densité de l'huile (g/ml).

$t$  : le temps de descente en minute.

$K$  : constante du viscosimètre qui est égale a 35.

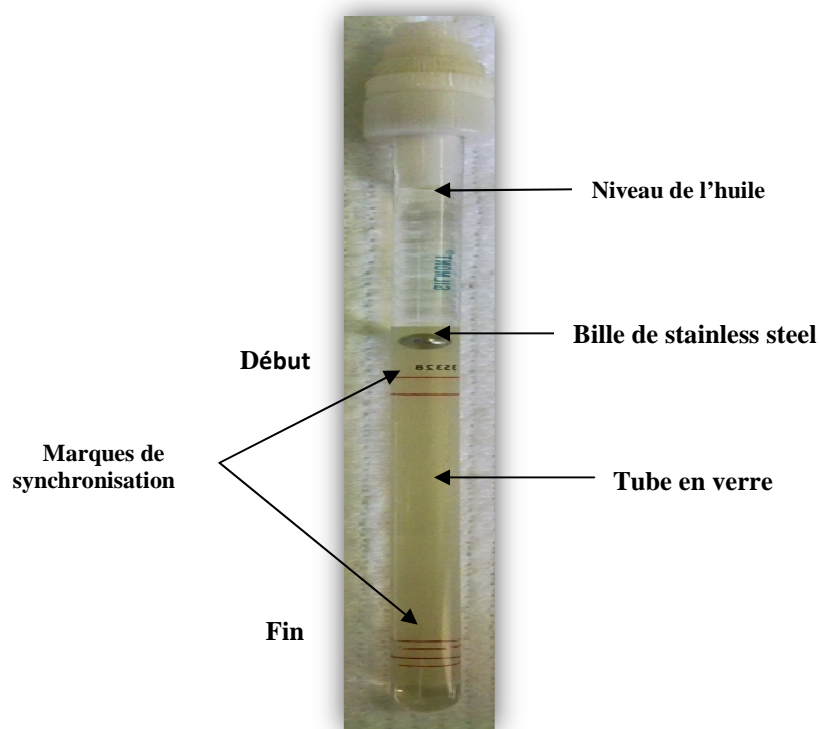


Figure 11 : Viscosimètre.

#### IV. Analyse statistique

Les données obtenues à l'issue des différentes analyses physico-chimiques ont été traitées statistiquement par l'analyse de variance (ANOVA) et le test de comparaison de moyenne *NEWMAN-KEULS* au seuil de 5% à l'aide du logiciel STATBOX version 6.40. Il consiste en une analyse de la variance à deux facteurs étudiés :

Facteur 1 : Température.

Facteur 2 : Nombre de fritures.

*Résultats  
et discussion*

**V. Suivi de l'aspect des bains de fritures et des frites**

L'altération des huiles au cours des fritures répétées se manifeste par la détérioration de leur qualité organoleptique. Les aspects retenus lors des fritures sont dressés dans le tableau ci-dessous.

**Tableau X** : Observations consignées au cours du déroulement des fritures menées avec l'huile de marque « elio ».

| Observations<br>Nombre<br>de fritures | Couleur<br>du bain | Couleur<br>de la frite | Odeur perçue    | Apparition<br>de la fumée | Formation<br>de la mousse |
|---------------------------------------|--------------------|------------------------|-----------------|---------------------------|---------------------------|
| <i>Température de 170°C</i>           |                    |                        |                 |                           |                           |
| <b>1</b>                              | Claire             | Non dorée              | Caractéristique | -                         | -                         |
| <b>5</b>                              | Claire             | Dorée                  | Caractéristique | -                         | -                         |
| <b>10</b>                             | Claire             | Dorée                  | Caractéristique | +                         | -                         |
| <b>15</b>                             | Claire             | Dorée                  | Caractéristique | +                         | -                         |
| <b>20</b>                             | Claire             | Dorée                  | Piquante        | +                         | -                         |
| <i>Température de 190°C</i>           |                    |                        |                 |                           |                           |
| <b>1</b>                              | Claire             | Dorée                  | Caractéristique | -                         | -                         |
| <b>5</b>                              | Claire             | Dorée                  | Caractéristique | -                         | -                         |
| <b>10</b>                             | Brune              | Dorée                  | Piquante        | +                         | -                         |
| <b>15</b>                             | Brune              | Brune                  | Piquante        | +                         | -                         |
| <b>20</b>                             | Brune              | Brune+                 | Piquante        | ++                        | -                         |

(-) : absence.

(+) : présence ; intensité.

Les résultats portés dans le *tableau X* montrent que la couleur des bains de fritures demeure la même pour les vingt cycles de friture menée à 170°C et les frites ne prennent une dorure que vers la 5<sup>ème</sup> friture (*figure 12*). En revanche, à 190°C une couleur brune se manifeste dès le 10<sup>ème</sup> bain de friture ; de même pour les frites, la couleur brune apparaît vers la 15<sup>ème</sup> et la 20<sup>ème</sup> friture. Néanmoins, cette couleur signe de début d'altération n'est pas aperçue sur les frites préparées à 170°C. Nos résultats obtenus à 170°C sont différents de ceux de *GUETTAR et HAMOUNI (2015)* ayant testé la même huile « elio » mais à 180°C ; ils ont noté que la couleur du bain de friture devient brune à partir de la 10<sup>ème</sup> friture. Cependant,

l'odeur désagréable et la fumée apparaissent à partir de la 15<sup>ème</sup> friture. Comparativement à 190°C leurs observations sont proches des aspects marqués dans le *tableau* ci-dessus.



**Figure 12 :** Evolution de la couleur des frites préparées à la 1<sup>ère</sup> (à gauche) et 5<sup>ème</sup> friture (à droite) à 170°C.

Selon *POKORNY (2003)* ; *RAMIREZ et al., (2004)* le brunissement des huiles de fritures peut-être dû à la formation des substance dites « mélanoides » résultant de la réaction de Maillard, mais aussi de la décomposition de substances colorantes naturelles présentes dans l'huile originale.

D'après *GHAZALI et al., (2009)* outre l'oxydation, la variation de la couleur des huiles de friture serait liée directement à la composition de l'aliment frit. En effet, certains composés de l'aliment peuvent être introduits dans l'huile, comme les hydrates de carbones, de tels composés réagissent avec l'huile et change sa couleur.

Tandis que l'odeur piquante n'apparaît qu'à la 20<sup>ème</sup> friture à 170°C et vers le 10<sup>ème</sup> bain de friture mené à 190°C. L'apparition de la fumée est perçue pour les deux températures à partir de la 10<sup>ème</sup> friture. Quelque soient leurs sources, les matières grasses correctement raffinées et désodorisées sont inodores. Toutefois au cours de la friture, les huiles émettent une odeur dite selon *PREVOT (1987)* « room odor test » parce qu'elle demeure dans l'environnement plutôt que dans les aliments frits. L'augmentation de l'intensité de l'odeur pourrait donc être due à la formation de composés volatils qui sont formés à la suite de la scission des hydroperoxydes (*POKORNY, 1981*).

En effet, les composés primaires instables d'oxydation, les hydroperoxydes, s'oxydent plus rapidement durant le processus de la friture et donnent naissance à des composés secondaires qui sont volatiles comme les cétones et les aldéhydes, et qui sont responsables aussi de l'odeur et du goût caractéristiques des aliments frits (*GUPTA et al., 2004* ; *MOREIRA et al., 1999*).

Ce qui est remarquable compte à l'utilisation de cette huile, est l'absence de la mousse dans tous les bains de fritures menées à ces deux températures. En s'appuyant sur les données bibliographiques, notre huile semble résister au traitement thermo-oxydatif. L'absence de mousse semble être un bon critère de qualité d'une huile, mais il demeure insuffisant pour juger sa stabilité ; c'est la raison pour laquelle on a recours aux analyses physico-chimiques.

Enfin, la qualité de la friteuse électrique étant donnée qu'elle est neuve a peut-être influencé sur les propriétés de cette huile étudiée, et la qualité des frites préparées. D'après les résultats précédents, on peut déduire que les deux températures garantissent la cuisson des frites mais frire à 170°C est meilleure contrairement à 190°C où à la 10<sup>ème</sup> friture, y a apparition d'une odeur piquante signe d'altération.

## **VI. Analyses physico-chimiques**

### **VI.1. Evolution des indices chimiques**

#### **VI.1.1. Acidité**

L'acidité renseigne sur le taux d'AGL présents dans une huile ; elle permet d'estimer le degré d'altération hydrolytique, favorisé par la présence d'eau dans l'aliment (*KPOVIESSI et al., 2004*).

Dans le processus d'hydrolyse, la molécule de TG réagit avec une molécule d'eau pour donner un AGL et un diacylglycérol (*GUPTA, 2005*). Les résultats du test de l'acidité sont intégrés dans le *tableau XI*.

**Tableau XI:** Résultats de la mesure de l'acidité (%).

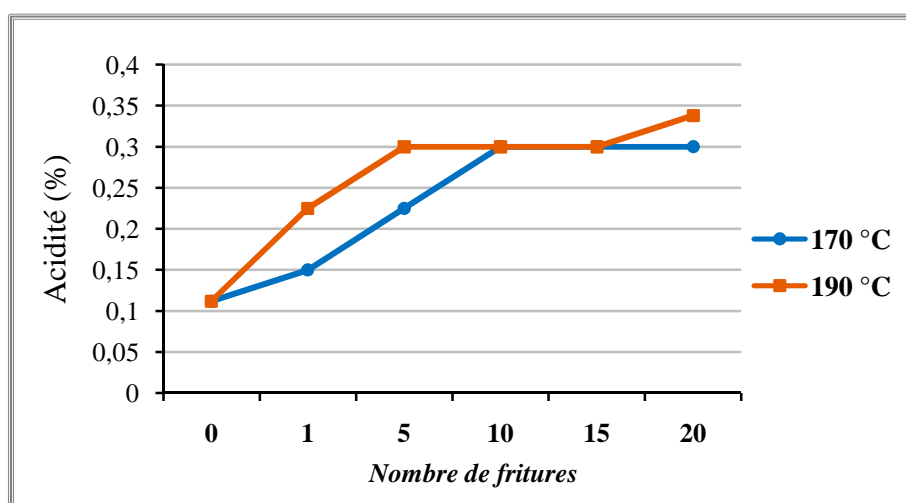
| <i>Température (°C)</i>   |               |               |
|---------------------------|---------------|---------------|
| <i>Nombre de fritures</i> | <b>170°C</b>  | <b>190°C</b>  |
| <b>0</b>                  | 0,112 ± 0,000 | 0,112 ± 0,000 |
| <b>1</b>                  | 0,15 ± 0,065  | 0,225 ± 0,000 |
| <b>5</b>                  | 0,225 ± 0,000 | 0,3 ± 0,065   |
| <b>10</b>                 | 0,3 ± 0,065   | 0,3 ± 0,065   |
| <b>15</b>                 | 0,3 ± 0,065   | 0,3 ± 0,065   |
| <b>20</b>                 | 0,3 ± 0,065   | 0,338 ± 0,000 |

*Ces valeurs sont une moyenne de trois répétitions*

L'huile fraîche utilisée dans cette étude a une acidité de 0,112% ; cette valeur est en concordance avec la norme (NA 1169-1990) requise (max 0,20%) ; mais inférieure à celle obtenue par *GUETTAR et HAMOUNI (2015)* ayant analysé l'huile « elio » ; la valeur enregistrée est de 0,151%.

D'après les résultats portés dans le *tableau XI*, on remarque que l'acidité augmente au fur et à mesure que les fritures avancent. Néanmoins, l'intensité de l'acidification diffère selon la température de friture ; les valeurs oscillent entre 0,15% et 0,3% pour l'huile chauffée à 170°C et de 0,225%-0,338% pour l'huile chauffée à 190°C. La friture menée à 190°C a enregistré une valeur maximale de 0,338% à la 20<sup>ème</sup> friture. Les résultats ci-dessus sont illustrés par la *figure 13* montrant une augmentation de l'acidité suite aux traitements thermiques établis sur l'huile.

Les pourcentages d'augmentation de l'acidité par rapport à l'huile fraîche à la 1<sup>ère</sup> friture menée à 170°C et 190°C sont respectivement de : 33,92% ; 100,89%. Donc, cet indice a augmenté de double quand la température de friture est élevée, ceci traduit et confirme l'effet délétère des températures élevées sur la sensibilité et la stabilité des huiles végétales.



**Figure 13** : Evolution de l'acidité en fonction de nombre de fritures.

La *figure 13* montre que l'acidité augmente et se stabilise à partir de la 10<sup>ème</sup> friture menée à 170°C, tandis que pour la friture menée à 190°C, l'intensité de l'acidité des bains se poursuit jusqu'à la dernière friture.

La valeur enregistrée par *GUETTAR et HAMOUNI (2015)* à la 10<sup>ème</sup> friture est de 0,226 contre une valeur de 0,3 noté dans notre analyse. Cette dernière demeure toutefois supérieure à celle obtenue par *AMRANI et AMRIOU (2009)* ; 0,1251 pour « élio2 ». Cet écart

serait dû à la différence de composition entre ces deux huiles. En effet, l'huile « elio » est un coupage des huiles soja et tournesol pendant que l'huile « élio2 » est un mélange d'huile de soja et de l'oléine doublement fractionnée (ODF).

L'augmentation de l'acidité de l'huile des bains de fritures observée dans notre étude peut s'expliquer par le déroulement du processus hydrolytique durant les essais de friture, elle est due à la libération continue d'AGL ; cette réaction est catalysée par la température élevée et l'eau contenue dans les frites fraîches (BOUREGHD *et al.*, 2013). En effet, des études antérieures sur les huiles de friture ont prouvé que le taux d'AGL augmente pendant la friture (KALAPATHY *et PROCTOR*, 2000).

Selon GUPTA (2005), dans le processus d'hydrolyse, la molécule de triacylglycérol réagit avec une molécule d'eau pour donner un AGL et un diacylglycérol. De plus, d'après WOLFF (1991), l'acidification des huiles est accrue en présence d'eau dans des conditions favorables, en particulier à chaud et sous pression (chauffage électrique).

L'analyse de la variance (Annexe 9) a révélé une différence très hautement significative au seuil de 5% ( $p\text{-value}=0,0000 < 0,05$ ) ce qui confirme l'influence de nombre de fritures sur l'acidité. Cela est vérifié par le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% regroupant les échantillons dans 3 groupes homogènes (A, B et C) (Annexe 10).

Par contre la température avec une probabilité de ( $p\text{-value}=0,06789 > 0,05$ ) ainsi que l'interaction entre les deux facteurs étudiés ( $p\text{-value}=0,54342 > 0,05$ ) ne montrent aucun effet significatif sur l'acidité de l'huile étudiée.

### VI.1.2. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde ( $I_p$ ) est un critère très utile pour apprécier les premières étapes d'une altération oxydative. En effet, cet indice s'intéresse au nombre d'oxygène actif dans les chaînes organiques d'une huile. Cet oxygène actif peut être sous forme d'époxydes ou sous forme d'hydroperoxydes.

Pour ROLLAND (2004), la mesure de l'oxydation d'un corps gras en temps réel se fait par la mesure de l'indice de peroxyde. Les peroxydes représentent les premiers produits d'oxydation ; ce sont des composés chimiquement instables visant à stabiliser leur énergie par l'arrachement d'un proton d'une molécule d'AG (BONNEFIS, 2005).

Les peroxydes se forment à partir des AGPI libres. Ainsi, l'Ip dépend de la quantité de ces AGL formés. Selon *ABDULKARIM et al., (2007)*, les peroxydes sont incolores, sans goût particulier ni odeur ; ce sont les produits primaires d'oxydation ; ils se forment dans une huile lors des fritures.

Enfin, l'Ip permet d'évaluer l'état de conservation d'une matière grasse au cours du stockage. Les résultats de mesure de l'indice de peroxyde de l'huile « elio » à l'état frais et des bains de fritures sont représentés par le *tableau XII* et sont illustrés par la *figure 14*.

**Tableau XII** : Résultats de la mesure de l'indice de peroxyde (mécq d'O<sub>2</sub>/Kg d'huile).

| <i>Température (°C)</i>   | <b>170°C</b>  | <b>190°C</b>   |
|---------------------------|---------------|----------------|
| <i>Nombre de fritures</i> |               |                |
| <b>0</b>                  | 1,833 ± 1,04  | 1,833 ± 1,04   |
| <b>1</b>                  | 2,166 ± 0,288 | 5,333 ± 2,02   |
| <b>5</b>                  | 3,166 ± 2,081 | 12,833 ± 0,288 |
| <b>10</b>                 | 3,166 ± 1,258 | 11,666 ± 1,04  |
| <b>15</b>                 | 4,5 ± 0,5     | 9,333 ± 1,154  |
| <b>20</b>                 | 4,333 ± 1,607 | 8 ± 0,866      |

*Ces valeurs sont une moyenne de trois répétitions*

Selon *PERRIN (1992)*, un corps gras fraîchement raffiné doit avoir une valeur de cet indice inférieur à 1 mécq d'O<sub>2</sub>/Kg. D'après le *tableau XII*, l'huile fraîche « elio » présente un Ip de 1,833 mécq d'O<sub>2</sub>/Kg d'huile. Cette valeur est appréciable. Selon la norme *ISO 3960*, cet indice ne doit pas dépasser le seuil maximum fixé à 10 mécq d'O<sub>2</sub>/kg.

Pendant les essais de fritures, cet indice augmente durant les premières fritures menées avec les deux températures. Les deux cinétiques de l'évolution de cet indice sont différentes ; à 170°C la peroxydation augmente même légèrement jusqu'à la fin des vingt cycles ; en revanche, une friture à 190°C a montré deux phases, une augmentation suivie d'une diminution.

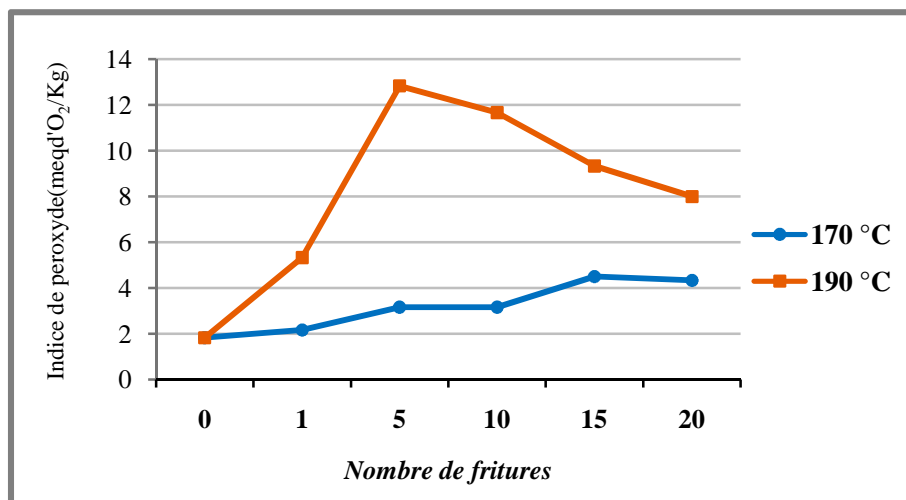
Pour la friture à 170°C, la valeur maximale de cet indice a été notée à la 20<sup>ème</sup> friture, tandis qu'à la température de 190°C, le maximum a été atteint à la 5<sup>ème</sup> friture ; Cette variation est attribuée, comme pour l'acidité, à l'effet de la température élevée. Ceci montre bien la grande sensibilité de cette huile aux températures élevées. En effet, l'huile raffinée « elio » est

très susceptible à l'altération oxydative, en raison de sa composition en acides gras polyinsaturés et du raffinage.

Les résultats récapitulés sur la *figure 14* montrent clairement une augmentation de l'Ip lors de la friture à 170°C et 190°C. D'après *GERTZ (2008)*, la peroxydation des huiles de bains de friture s'explique par la formation des produits primaires d'oxydation. Néanmoins, la valeur de cet indice peut diminuer suite à la décomposition des hydroperoxydes pour former les produits secondaires d'oxydation.

Cependant, l'abaissement de l'Ip n'est observé que dans le cas de la friture à la température élevée (190°C). Ceci pourrait être dû à la sensibilité des produits primaires d'oxydation aux températures élevées.

Selon *HICKS et GEBICKI (1979)*, les hydroperoxydes se forment en quantité importante au cours des périodes de refroidissement, mais à la température de friture, les hydroperoxydes sont rapidement transformés en radicaux oxyacides. Ces derniers sont à l'origine d'une multitude de composés secondaires.



**Figure 14 :** Evolution de l'indice de peroxyde en fonction de nombre de fritures.

Le graphique obtenu indique une augmentation continue de l'Ip pour tous les essais de friture de l'huile thermo-oxydée à 170°C, une valeur maximale est atteinte vers la 15<sup>ème</sup> friture et se stabilise vers la 20<sup>ème</sup> friture. Alors que l'huile thermo-oxydée à 190°C marque une valeur maximale à la 5<sup>ème</sup> friture puis diminue avec l'avancement des fritures, d'où deux phases distinctes. Les valeurs de l'Ip trouvées par *GUETTAR et HAMOUNI (2015)* pour la 10<sup>ème</sup> friture est de 6,5 méq d'O<sub>2</sub>/kg d'huile à 180°C, cette valeur est inférieure aux valeurs enregistrées dans notre étude soit 3,166 méq d'O<sub>2</sub>/kg et 11,666 méq d'O<sub>2</sub>/kg respectivement à

170°C et 190°C. La diminution de cet indice pour *AMRANI et AMRIOU (2009)* est observée à partir de la 6<sup>ème</sup> friture.

Il a été admis que plus l'Ip est élevé plus la matière grasse est oxydée. Cependant, cet indice n'est qu'un indicateur de début d'oxydation ; celui-ci augmente pour atteindre un pic puis diminue avec l'état d'oxydation avancée. Les peroxydes forment alors des composés aldéhydiques volatils (exemple : éthanedial (glyoxal)) et non volatils (aldéhydes à longue chaîne carbonée). La phase d'augmentation correspondrait à la phase d'initiation de l'oxydation ; par contre, la diminution de l'indice de peroxyde serait la conséquence de la décomposition des peroxydes pour la formation des produits secondaires de l'oxydation (aldéhydes, cétones et composés carbonylés) responsables du goût et des odeurs rances (*CLERGE et al., 2004*).

Compte tenu de son instabilité, l'indice de peroxyde à lui seul ne reflète, toutefois pas l'état d'oxydation des huiles de friture, car il n'y a pas de corrélation entre cet indice et la détérioration des matières grasses (*FRANKEL, 1991*). En aucun cas, l'indice de peroxyde ne traduit non plus le passé oxydatif ; un corps gras peut être rance sans avoir un Ip élevé. Cet indice est peu pertinent pour les CG chauffés car dans ces conditions, les peroxydes se décomposent plus vite qu'ils ne se forment.

L'analyse statistique de la variance donnée par le logiciel (*Annexe 11*) a révélé une différence très hautement significative pour les deux facteurs ( $p\text{-value}=0<0,05$ ), de même que l'interaction entre ces derniers montre un effet très hautement significatif avec une probabilité de ( $p=0,00001$ ) sur l'indice de peroxyde étudié.

Le test de *NEWMAN-KEULLS* au seuil de signification de 5% regroupant les échantillons d'huile des bains de fritures en 2 groupes homogènes (A et B) pour la T (°C) et en 3 groupes (A, B et C) pour le nombre de fritures ; enfin, l'interaction entre les deux facteurs précédents donne 5 groupes homogènes (A, B, C, CD et D) (*Annexe 12*).

### **VI.1.3. Indice d'iode**

L'indice d'iode permet de mesurer le degré d'insaturation globale d'une matière grasse. Il pourra donc nous renseigner sur le degré d'oxydation des huiles de friture (*ADRIAN et al., 1998*). Les valeurs de l'indice d'iode obtenues dans notre étude sont intégrées dans le tableau ci-dessous :

**Tableau XIII** : Résultats de la mesure de l'indice d'iode (g d'iode/100g d'huile).

| <i>Température (°C)</i>   |                 |                 |
|---------------------------|-----------------|-----------------|
| <i>Nombre de fritures</i> | <b>170°C</b>    | <b>190°C</b>    |
| <b>0</b>                  | 134,302 ± 4,846 | 134,302 ± 4,846 |
| <b>1</b>                  | 126,9 ± 1,74    | 121,613 ± 2,998 |
| <b>5</b>                  | 129,23 ± 0,968  | 114,21 ± 6,345  |
| <b>10</b>                 | 119,5 ± 5,494   | 109,769 ± 4,161 |
| <b>15</b>                 | 115,06 ± 3,876  | 103,424 ± 1,678 |
| <b>20</b>                 | 107,44 ± 2,564  | 96,021 ± 3,494  |

*Ces valeurs sont une moyenne de trois répétitions*

D'après les valeurs enregistrées dans le tableau ci-dessus, l'indice d'iode dosé dans l'huile fraîche est de 134,302g d'I<sub>2</sub>/100g d'huile ; cette valeur est conforme à la norme du *CODEX ALIMENTARIUS (1999)* comprise entre 124-139g d'I<sub>2</sub>/100g d'huile ; elle est inférieure à la valeur trouvée par *BOURICHA et CHERIEF (2014)* ayant travaillé sur l'huile « Fleurial » (100% tournesol) qui est de 141,70g d'I<sub>2</sub>/100g. Selon *KPOVIESSI et al., (2004)*, les valeurs élevées de l'indice d'iode indiquent que ces huiles sont riches en AGI.

Tandis que la diminution de l'I<sub>i</sub> la plus importante est enregistrée pour la 20<sup>ème</sup> friture par rapport aux autres échantillons analysés les valeurs sont de 107,440g d'iode/100g et de 96,021g d'iode/100g respectivement pour 170°C et 190°C. Nos résultats ont signalé une diminution plus rapide dans le cas de 190°C où il passe d'une valeur de 134,302g d'I<sub>2</sub>/100g à l'état frais jusqu'à 109,769 et une autre de 119,5g d'I<sub>2</sub>/100g à 170°C au cours du 10<sup>ème</sup> bain de friture, ce qui témoigne une forte peroxydation de cette huile.

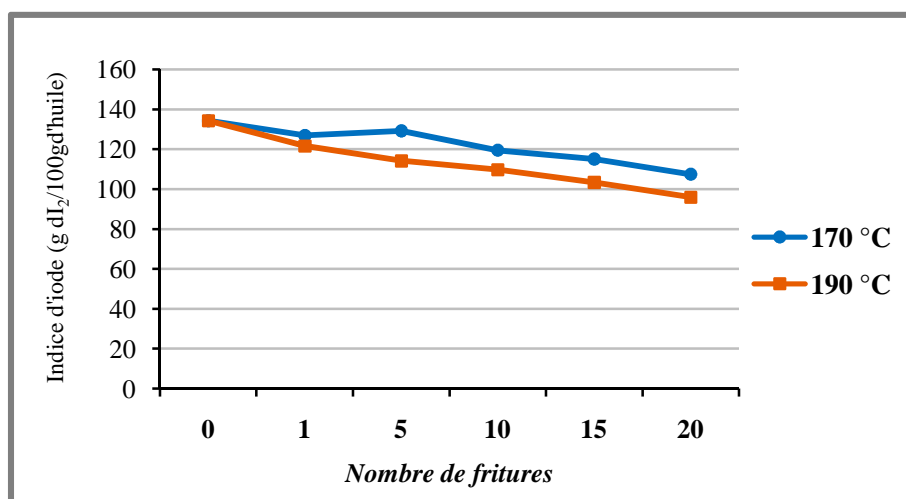
L'indice d'iode passe d'une valeur de 126,9 pour la 1<sup>ère</sup> friture menée à 170°C à 107,44 à la 20<sup>ème</sup> friture. Pour l'essai à 190°C, il passe de 121,613 durant la 1<sup>ère</sup> friture à une valeur de 96,021g d'iode/100g d'huile durant la 20<sup>ème</sup> friture. Selon *SANCHEZ-GIMINO et al., (2008)*, l'indice d'iode est inversement proportionnel aux nombres de fritures.

Cependant, nos résultats obtenus à 170°C sont nettement inférieurs à ceux obtenus par *GUETTAR et HAMOUNI (2015)* qui ont enregistré des valeurs comprises entre 177,977g d'iode/100g d'huile et 210,231g d'iode/100g d'huile respectivement pour la 10<sup>ème</sup> et 20<sup>ème</sup> friture. Par contre *BOURICHA et CHERIEF (2014)* elles ont enregistré une valeur de 101,09 à

la 10<sup>ème</sup> friture en comparaison avec nos résultats elle est inférieure à celle de 170°C et de 190°C.

Pour *AMRANI et AMRIOU (2009)*, elles ont enregistré une valeur de 118,0978g d'I<sub>2</sub>/100g d'huile « élio2 » à la 10<sup>ème</sup> friture ; elles sont légèrement inférieures à la 170°C et nettement supérieurs à la 190°C. Il est admis que plus une huile est insaturée, plus la perte en AGE est importante et par voie de conséquence une réduction notable du nombre de doubles liaisons des chaînes hydrocarbonées.

Les pourcentages de diminution de l'I<sub>i</sub> par rapport à l'huile fraîche, à la 1<sup>ère</sup> friture menée à 170°C et à 190°C sont respectivement de : 5,5% ; 9,4%. Il ressort de nos résultats une baisse importante de la valeur de cet indice lorsque la friture est menée à la température élevée (*figure 15*).



**Figure 15 :** Evolution de l'indice d'iode en fonction du nombre de fritures.

D'après la *figure 15*, il est très remarquable que l'indice d'iode des bains des deux fritures réalisées à des températures différentes diminue avec l'avancement du nombre de fritures. En comparaison avec la courbe de 170°C, l'huile chauffée à 190°C semble la plus altérée. L'abaissement de cet indice au cours du processus de friture serait dû au phénomène d'oxydation qui cible les doubles liaisons des AG diminuant ainsi le degré d'insaturation globale de l'huile. Ainsi, la diminution du degré d'insaturation des huiles de bains de fritures est due principalement à l'oxydation et à la polymérisation thermique des chaînes grasses insaturées comme a été rapporté par *GRANDGIRARD et JULLIARD (1987)*.

D'après *FRENOT et VIERLING(1997)*, les liaisons éthyléniques des acides gras sont susceptible de fixer les halogènes (iode, brome, chlore). Dans notre étude, l'halogène utilisé est l'iode ; cette réaction d'addition peut être utilisée pour déterminer quantitativement l'insaturation globale des chaînes hydrocarbonées.

La diminution même progressive de l'indice d'iode est liée à la perte des liaisons éthyléniques des AGI suite à l'oxydation. Par ailleurs, *MILLER et WHITE (1988)* attribuent cette diminution à des réactions de polymérisation se produisant au cours du chauffage de l'huile. Par conséquent, il est possible de dire que l'indice d'iode est fonction du nombre de fritures et du degré d'insaturation d'une huile.

L'analyse de la variance (*Annexe 13*) montre l'existence d'une différence très hautement significative. Donc, l'indice d'iode est influencé par la température ainsi que par le nombre de friture ( $p\text{-value}=0<0,05$ ). L'interaction marque aussi une différence significative ( $p\text{-value}=0,02311<0,05$ ).

Cela est vérifié au seuil de 5% avec le test de *NEWMAN-KEULS* qui fait apparaître 2 groupes homogènes pour le facteur température (A et B), 6 groupes homogènes pour le facteur nombre de fritures (A, B, BC, C, D et E) et l'interaction avec 7 groupes homogènes (A, AB, B, BC, CD, DE et E) (*Annexe 14*).

### **VI.1.4. Indice de saponification**

L'indice de saponification est par définition la quantité en milligramme de potasse nécessaire pour saponifier un gramme de corps gras. Pour un poids donné de triglycérides, la quantité de potasse nécessaire à la saponification augmente avec la diminution de longueur des chaînes d'acides gras, l'indice de saponification rend compte de la longueur moyenne de chaînes d'acides gras constitutifs du corps gras (*MORDRET, 1992*).

Autrement cet indice renseigne sur la masse moléculaire moyenne des AG entrant dans la composition des huiles. Il est inversement proportionnel à la longueur des chaînes grasses (*ADRIAN et al., 1998*).

Les résultats obtenus sur les différents échantillons d'huile sont enregistrés dans le tableau suivant :

**Tableau XIV** : Résultats de la mesure de l'indice de saponification (mg KOH/g d'huile).

| <i>Température (°C)</i><br><i>Nombre de fritures</i> | <b>170°C</b>    | <b>190°C</b>    |
|--|-----------------|-----------------|
| <b>0</b>   | 194,012 ± 4,048 | 194,012 ± 4,048 |
| <b>1</b>   | 193,077 ± 4,207 | 192,142 ± 3,529 |
| <b>5</b>   | 190,272 ± 3,529 | 189,805 ± 6,918 |
| <b>10</b>  | 186,532 ± 3,71  | 188,402 ± 7,197 |
| <b>15</b>  | 184,532 ± 4,508 | 175,312 ± 1,402 |
| <b>20</b>  | 180,922 ± 1,402 | 160,352 ± 8,453 |

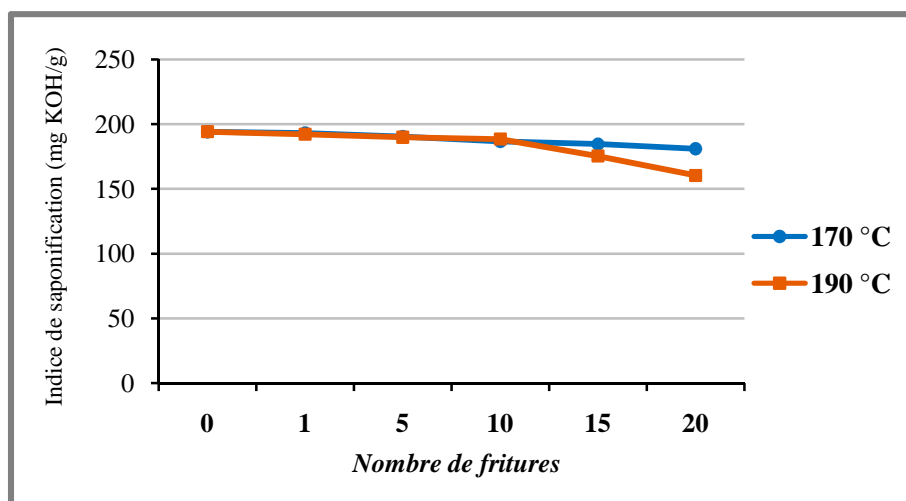
*Ces valeurs sont une moyenne de trois répétitions*

La valeur de l'indice de saponification de l'huile fraîche étudiée est de 194,012mg de KOH/g d'huile ; cette valeur est conforme à la norme fixée par le *CODEX ALIMENTARIUS* (1999) soit 188-195mg de KOH/g d'huile. Cependant, cette valeur est inférieure à celle trouvée par *GUETTAR et HAMOUNI (2015)*, ayant travaillé sur la même huile, soit une valeur de 221,595 KOH / g d'huile.

A travers les résultats de cette analyse, on constate une diminution de l'indice de saponification de l'huile des bains de fritures les valeurs étant comprises entre 193,077 et 180,922mg de KOH/g pour les bains à 170°C et de 192,142 à 160,352mg de KOH/g pour les bains à 190°C.

Pour *GUETTAR et HAMOUNI (2015)* ayant analysé « elio » à 180°C, ont enregistré une diminution de cette indice à partir de la 1<sup>ère</sup> et jusqu'à la 10<sup>ème</sup> friture respectivement pour des valeurs de 216,452mg de KOH/g et 208,505mg de KOH/g. La variation de la T (°C) de l'huile influence sur le comportement de cet indice d'une façon différente.

Le pourcentage de diminution de l'Is à la 1<sup>ère</sup> friture par rapport à l'huile fraîche menée à 170°C et 190°C est respectivement de 0,4% et de 0,9%. Les résultats d'analyse de l'indice de saponification obtenus sont illustrés par la *figure 16*.



**Figure 16 :** Evolution de l'indice de saponification en fonction de nombre de fritures.

D'après les deux courbes, on remarque que l'Is de l'huile à 190°C a diminué lorsque le nombre de fritures augmente ; d'autre part, on remarque une évolution régulière et presque linéaire de l'Is et ce au cours de la 1<sup>ère</sup>, 5<sup>ème</sup>, 10<sup>ème</sup> friture puisque les valeurs obtenues avec les fritures (170°C et 190°C) sont presque identiques. L'huile thermo-oxydée à 190°C a enregistré la diminution la plus élevée de l'Is à la 20<sup>ème</sup> friture. D'après *RAFIK et al., (1986)*, cette diminution est due à l'allongement de la chaîne hydrocarbonée des AG estérifiant la molécule de glycérol pour former les TAG.

La représentation graphique des résultats obtenus montre que l'indice de saponification diminue pour tous les bains de fritures dans les deux cas de friture ; cette diminution est due à la formation des polymères par le pontage intermoléculaire des triglycérides oxydés (*PERRIN, 1992*). Donc, la diminution de l'Is dans l'huile oxydée indique un degré de polymérisation des AG signalé antérieurement par *MILLER et WHITE en 1988*. Néanmoins, il ressort de notre étude que le degré de polymérisation est plus grand lorsque la friture est menée à une température plus élevée.

L'analyse de la variance étudiée (*Annexe 15*) montre une probabilité inférieure à 5% ( $p\text{-value}=0,01239 < 0,05$ ) pour le facteur température et une autre de ( $p\text{-value}=0 < 0,05$ ) pour le nombre de fritures. Ce qui implique l'existence d'une différence significative entre les bains de fritures donc l'humidité est influencée par ces deux facteurs. L'interaction révèle une différence très hautement significative ( $p=0,00299$ ).

Le test de *NEWMAN-KEUILS* au seuil de signification de 5% fait apparaître 2 groupes homogènes pour le facteur température (A et B), 3 groupes homogènes pour le facteur nombre

de fritures (A, B et C) et l'interaction avec 4 groupes homogènes (A, AB, B et C) (*Annexe 16*).

## **VI.2. Evolution des paramètres physiques**

### **VI.2.1. Absorbance spécifique dans l'ultraviolet**

L'extinction spécifique à l'UV est une méthode de dosage des produits d'oxydation des huiles soumises à des températures élevées ; la conjugaison des doubles liaisons peut ainsi se produire (*OLLE, 2002*).

L'auto-oxydation des corps gras contenant des chaînes polyinsaturées s'accompagne d'une conjugaison des doubles liaisons : les hydroperoxydes de l'acide linoléique et les systèmes diéniques conjugués résultant de leur décomposition absorbent au voisinage de 232 nm. Les produits secondaires d'oxydation et en particulier les  $\alpha$ -dicétones ou les cétones  $\alpha$ -insaturées présentent un maximum d'absorption vers 270 nm. Par conséquent, plus l'absorbance à 232 nm est forte, plus le corps est peroxydé ; plus l'absorbance à 270 nm est forte, plus le corps gras est riche en produits secondaires d'oxydation (*WOLFF, 1991*).

Néanmoins, cette méthode d'évaluation dépend du type d'huile et plus spécifiquement de la composition en acides gras. Elle doit donc être appliquée de façon comparative entre huiles de compositions chimiques voisines. Par ailleurs l'absorption de la lumière UV est en relation avec la nature, le nombre et la position des doubles liaisons que comporte la molécule d'acide gras. Les diènes et les triènes conjugués absorbent respectivement au voisinage de 232 nm et 270 nm (*KARLESKIND, 1992*).

La lecture globale des résultats des coefficients d'extinction spécifique  $E_{232}$  et  $E_{270}$  par spectrophotométrie UV des échantillons d'huile des bains de fritures ainsi que les rapports R sont regroupés dans le *tableau XV*.

**Tableau XV** : Les résultats de la mesure de l'extinction spécifique en UV  $\lambda$  (nm).

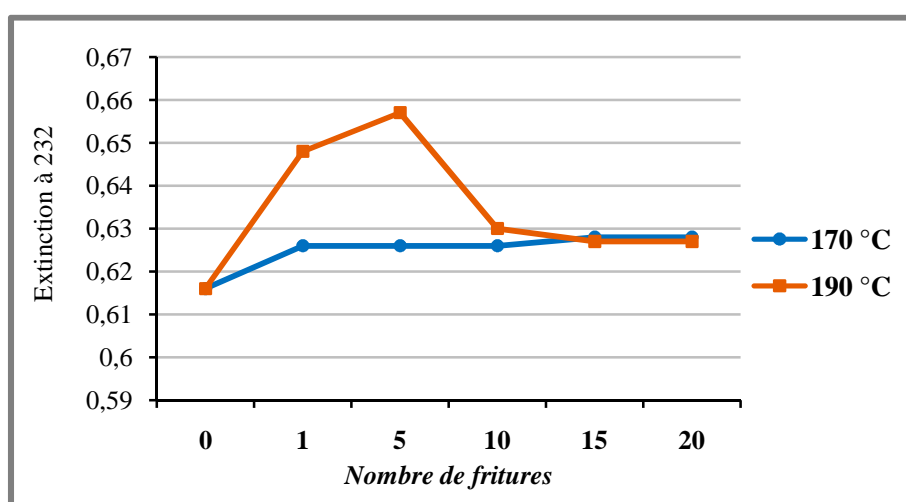
| <i>Température</i> (°C)   | <b>170°C</b>  |                |                   | <b>190°C</b>   |                |                   |
|---------------------------|---------------|----------------|-------------------|----------------|----------------|-------------------|
| <i>Nombre de fritures</i> | $E_{232}$     | $E_{270}$      | $E_{232}/E_{270}$ | $E_{232}$      | $E_{270}$      | $E_{232}/E_{270}$ |
| <b>0</b>                  | 0,616 ± 0,000 | 0,819 ± 0,000  | 0,752             | 0,616 ± 0,000  | 0,819 ± 0,000  | 0,752             |
| <b>1</b>                  | 0,626 ± 0,001 | 0,808 ± 1,359  | 0,775             | 0,648 ± 0,001  | 0,846 ± 0,000  | 0,765             |
| <b>5</b>                  | 0,626 ± 0,001 | 0,808 ± 1,359  | 0,775             | 0,657 ± 0,001  | 0,846 ± 0,000  | 0,776             |
| <b>10</b>                 | 0,626 ± 0,000 | 0,807 ± 0,0005 | 0,774             | 0,63 ± 0,000   | 0,844 ± 0,001  | 0,746             |
| <b>15</b>                 | 0,628 ± 0,000 | 0,807 ± 0,001  | 0,778             | 0,627 ± 0,0005 | 0,843 ± 0,0005 | 0,743             |
| <b>20</b>                 | 0,628 ± 0,000 | 0,807 ± 0,001  | 0,778             | 0,627 ± 0,0005 | 0,843 ± 0,0005 | 0,743             |

*Ces valeurs sont une moyenne de trois répétitions*

L'analyse par spectrométrie UV de l'huile fraîche « elio » utilisée dans cette analyse a montré une forte absorbance à 270 nm (0,819) par rapport à la 232 nm qui est de (0,616) nos valeurs sont nettement inférieures à ceux trouvés par *GUETTAR et HAMOUNI (2015)* qui est de  $E_{232}=0,678$  et à  $E_{270}=0,977$  ; cela pourrait être dû à divers facteurs : la matière première utilisée, les conditions de transport et de stockage de ces huiles.

### VI.2.1.1. Extinction à 232 nm

La peroxydation des AGI provoque la conjugaison des doubles liaisons : formation de diènes conjugués relativement stables qui peuvent être mesurés en spectrophotométrie à 232 nm (*DEBY-DUPONT, 2005*).



**Figure 17 :** Evolution de l'extinction à 232 nm en fonction de nombre de fritures.

La *figure 17* montre que la valeur de l'absorbance augmente durant la 1<sup>ère</sup> friture (0,648) et la 5<sup>ème</sup> friture (0,657) puis diminue vers la 10<sup>ème</sup> friture (0,63) lors de la friture à 190°C. Cependant, les valeurs de l'absorbance enregistrées pendant la friture à 170°C augmentent continuellement jusqu'à la 20<sup>ème</sup> friture. La cinétique de cette indice semble la même que celle de l'indice de peroxyde marquée par une diminution à la 10<sup>ème</sup> friture.

Ces valeurs de l'extinction à 232 nm pour *GUETTAR et HAMOUNI (2015)* diminuent respectivement de 0,678 et 0,59 à la 1<sup>ère</sup> et 5<sup>ème</sup> friture, puis augmentent ensuite jusqu'à 0,602 et 0,606 à la 10<sup>ème</sup> et 15<sup>ème</sup> friture, puis ces valeurs diminuent jusqu'à la fin de la période expérimentales, aux 20<sup>ème</sup> fritures. L'augmentation des valeurs pourrait être due à la formation des produits primaires d'oxydation, tandis que la diminution pourrait s'expliquer par la décomposition des hydroperoxydes en produits secondaires d'oxydation.

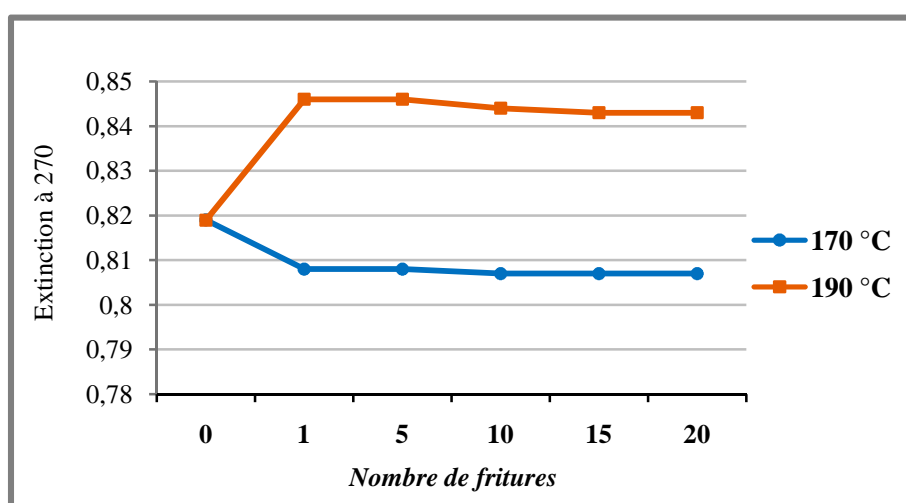
D'après *POKORNY (2003)*, l'augmentation de l'extinction à 232 nm peut s'expliquer par la formation des peroxydes durant la phase de propagation (2<sup>ème</sup> étape de l'auto-oxydation). Cette dernière est accélérée avec l'augmentation de la température d'une part et du degré d'insaturation des huiles d'autre part. Selon *DELACHARLERIE et al., (2008)*, plus l'absorbance à 232 nm est élevée plus la MG est riche en produits primaires d'oxydation. L'augmentation de l' $I_p$  à la 5<sup>ème</sup> friture et sa diminution à la 10<sup>ème</sup> friture confirment les résultats d'absorbance à 232 nm pour la friture menée à 190°C.

L'analyse de la variance (*Annexe 17*) a révélé une différence très hautement significative au seuil de 5% ( $p\text{-value}=0<0,05$ ) ce qui confirme l'influence de la température et de nombre de fritures sur l'extinction spécifique à 232 nm. De même que l'existence d'une interaction entre ces deux facteurs marquée par une différence très hautement significative ( $p\text{-value}=0<0,05$ ).

Cela est vérifié au seuil de 5% avec le test de *NEWMAN-KEULS* qui fait apparaître 2 groupes homogènes pour le facteur température (A et B), 4 groupes homogènes pour le facteur nombre de fritures (A, B, C et D) et l'interaction avec 5 groupes homogènes (A, B, C, C,D et E) (*Annexe 18*).

#### **VI.2.1.2. Extinction à 270 nm**

L'absorbance spécifique à 270 nm est un critère permettant de juger la présence de composés secondaires d'oxydation ; ceux-ci correspondent aux produits de la dégradation des hydroperoxydes ; les cétones,  $\alpha$ -dicétones et les triènes conjugués peuvent résulter de la décomposition terminale des peroxydes de l'acide linoléique.



**Figure 18** : Evolution de l'extinction à 270 nm en fonction de nombre de fritures.

L'observation des données obtenues a montré que l'huile fraîche a enregistré une valeur d'extinction spécifique de 0,819. Lors de la friture réalisée à la température de 170°C, cette valeur diminue jusqu'à 0,808 à la 1<sup>ère</sup> friture ; cette diminution est peut-être due à la perte en constituants volatils de l'huile (aldéhydes et les cétones). Cependant, les intensités de l'absorbance demeurent, ensuite, stables pour les autres cycles de friture (5<sup>ème</sup> - 20<sup>ème</sup>), ainsi les absorbances enregistrées sont très proches.

En revanche, pour la friture menée à la température élevée (190°C), la représentation graphique montre une augmentation de l'extinction pour le 1<sup>er</sup> et 5<sup>ème</sup> bain de friture en enregistrant une valeur maximale de 0,846 ; indiquant une formation et une accumulation excessive des produits secondaires d'oxydation tels que les cétones et dicétones conjuguées ; ces valeurs maximales se stabilisent durant les derniers cycles de friture. En résumé, la vitesse de formation de ces composés selon la figure paraît être moins importante dans le cas d'une friture à 170°C ; ceci pourrait être attribué à une décomposition lente des peroxydes en composés secondaires d'oxydation lorsque la friture est conduite à une température modérée.

D'après *DELACHARLERIE et al., (2008)*, plus l'extinction à 270 nm est importante plus la matière grasse est riche en produits secondaires d'altération oxydative et l'huile est plus altérée. Ainsi les bains de friture menée à 190°C sont plus détériorés que ceux de la friture à 170°C.

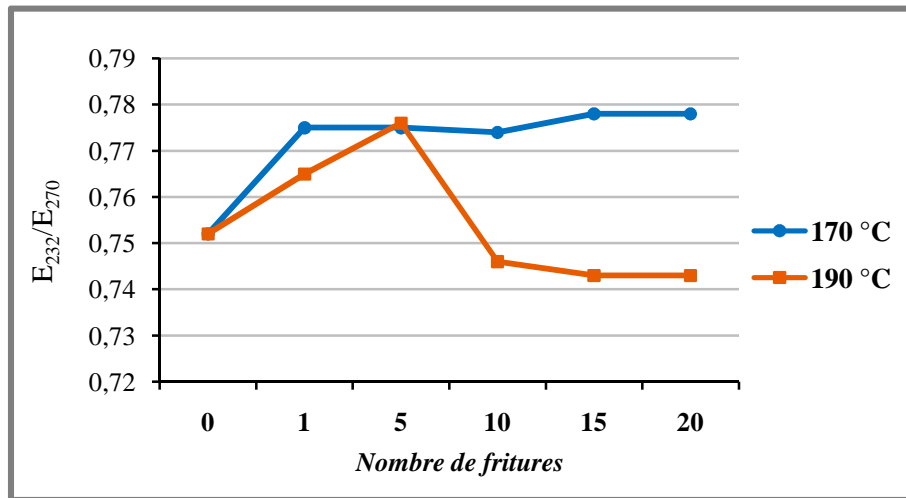
L'analyse de la variance (*Annexe 19*) a révélé une différence très hautement significative au seuil de 5% ( $p\text{-value}=0<0,05$ ) ce qui confirme l'influence de la température et de nombre de fritures sur l'extinction spécifique à 270 nm. De même que l'existence d'une interaction entre ces deux facteurs marquée par une différence très hautement significative ( $p\text{-value}=0<0,05$ ).

Cela est vérifié au seuil de 5% avec le test de *NEWMAN-KEULS* qui fait apparaître, 2 groupes homogènes pour le facteur température (A et B), 4 groupes homogènes pour le facteur nombre de fritures (A, AB, B et C) et l'interaction avec 4 groupes homogènes (A, B, C et D) (*Annexe 20*).

### VI.2.1.3. Rapport $E_{232}/E_{270}$

Le rapport  $E_{232}/E_{270}$  donne une indication plus claire sur l'état d'oxydation d'une huile. En effet, les peroxydes absorbent à la longueur d'onde de 232 nm, tandis que les produits

secondaires de l'oxydation absorbent à la longueur d'onde de 270 nm. La figure 19 indique l'évolution comparative du rapport  $E_{232}/E_{270}$ .



**Figure 19 :** Evolution du rapport  $E_{232}/E_{270}$  en fonction de nombre de fritures.

La figure montre une augmentation continue du rapport  $E_{232}/E_{270}$  lorsque la friture est menée à 170°C. En revanche, à 190°C une diminution marquée est obtenue à la 10<sup>ème</sup> friture, où des produits secondaires néfastes s'accumulent pendant les derniers cycles de friture. DRAPERON (1997) a noté que ce rapport est d'autant plus faible pour une huile qui contient plus de produits secondaires d'oxydation, donc ayant subi une oxydation plus avancée, ce qui est le cas lors des fritures menées à 190°C.

L'analyse de la variance (Annexe 21) a révélé une différence très hautement significative au seuil de 5% ( $p$ -value=0<0,05) ce qui confirme l'influence de la température et de nombre de fritures sur le rapport. L'interaction marque aussi une différence très hautement significative ( $p$ -value=0<0,05).

Cela est vérifié au seuil de 5% avec le test de NEWMAN-KEULS qui fait apparaître, 2 groupes homogènes pour le facteur température (A et B), 4 groupes homogènes pour le facteur nombre de fritures (A, B, C et D) et l'interaction avec 5 groupes homogènes (A, AB,B,C, D et E) (Annexe 22).

### VI.2.2. Humidité

D'après les normes fixées par le CODEX ALIMENTARIUS (1992), les huiles raffinées fraîches ne doivent contenir de traces d'eau. Lors du traitement technologique dans une raffinerie, étape désodorisation, l'humidité contenue dans l'huile brute est éliminée.

Toutefois, la présence de l'eau même à l'état de trace pourrait être liée au mode de traitement thermique appliqué lors de cette étape industrielle. Les résultats de la mesure de l'humidité sont portés par le *tableau XVI*.

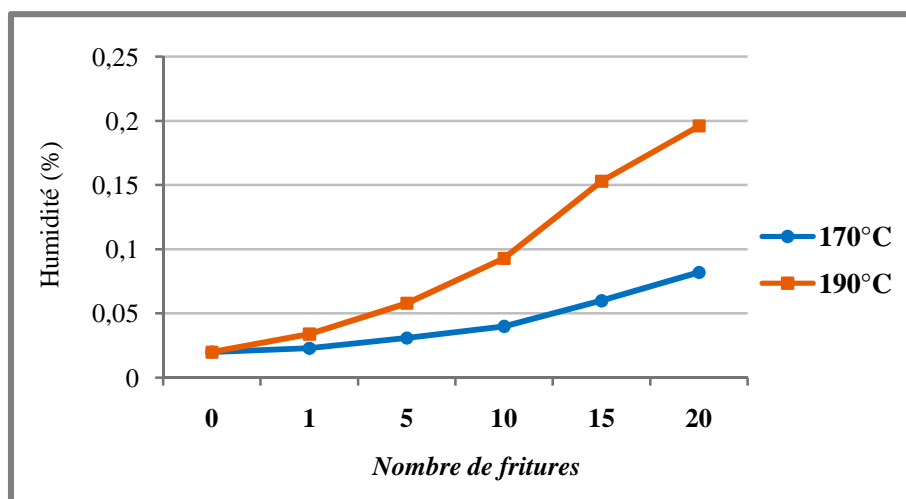
**Tableau XVI** : Résultats de la mesure de l'humidité (%).

| <i>Température (°C)</i>   |               |               |
|---------------------------|---------------|---------------|
| <i>Nombre de fritures</i> | <b>170°C</b>  | <b>190°C</b>  |
| <b>0</b>                  | 0,02 ± 0,000  | 0,02 ± 0,000  |
| <b>1</b>                  | 0,023 ± 0,011 | 0,034 ± 0,014 |
| <b>5</b>                  | 0,031 ± 0,011 | 0,058 ± 0,003 |
| <b>10</b>                 | 0,04 ± 0,02   | 0,093 ± 0,023 |
| <b>15</b>                 | 0,06 ± 0,02   | 0,153 ± 0,022 |
| <b>20</b>                 | 0,082 ± 0,014 | 0,196 ± 0,004 |

*Ces valeurs sont une moyenne de trois répétitions*

L'huile raffinée « elio » à l'état frais utilisé dans cette étude est caractérisée par une humidité de 0,02%. Ce résultat est inférieur à celui noté par *DAHMOUNE et BOUAOUD (2015)*, (0,036%) ayant travaillé sur la même huile « elio » mais sans couvercle.

L'utilisation de cette huile en friture a engendré une augmentation de l'humidité des bains de friture. Néanmoins, le degré d'humidification des bains dépend de la température de friture. L'huile chauffée à 190°C, enregistre les valeurs les plus élevées (0,034 ; 0,058 ; 0,093 ; 0,153 ; 0,196) par rapport à l'huile chauffée à 170°C (0,023 ; 0,031 ; 0,04 ; 0,06 ; 0,082). De plus, les pourcentages d'augmentation de l'humidité à la 1<sup>ère</sup> friture par rapport à l'huile fraîche à 170°C et 190°C sont respectivement de : 15% et 70%. Ainsi, une température de friture élevée (190°C) induit une altération avancée des bains de friture.



**Figure 20 :** Evolution de l’humidité en fonction de nombre de fritures.

La *figure* ci-dessus montre que cette humidification augmente progressivement au cours des deux fritures à 170°C et à 190°C ; ainsi le taux d’humidité augmente au fur et à mesure que le nombre de fritures avance.

L’humidification est plus prononcée durant les cycles de friture menée à 190°C ; la valeur maximale atteinte est estimée à 0,196% contre une valeur de 0,082% lors de la friture à 170°C. Elle est donc plus importante lorsque cette huile est soumise à des températures élevées. L’humidité de l’huile des bains de fritures pourrait être due à la formation d’eau et des matières volatiles au cours des réactions thermo-oxydatives se reproduisant lors du processus de friture. En effet, l’eau et le CO<sub>2</sub> constituent les produits terminaux de la décomposition des hydroperoxydes.

Nos résultats sont en inférieurs à ceux obtenues par *DAHMOUNE et BOUAOUD (2015)* ayant enregistré les valeurs suivantes : 0,058 à la 1<sup>ère</sup> friture ; 0,077 à la 5<sup>ème</sup> friture ; 0,180 à la 15<sup>ème</sup> une valeur de 0,099 à la 10<sup>ème</sup> friture qui est proche de la valeur trouvé pour « elio » à 190°C et une valeur de 0,205 à la 20<sup>ème</sup> friture ; qui peut-être l’effet de l’utilisation d’une friteuse électrique sans couvercle au cours de leur expérimentation. La fermeture de la friteuse aurait empêché la fuite de la vapeur se dégageant des bains de fritures.

L’analyse de la variance (*Annexe 23*) étudiée montre une probabilité inférieure à 5% pour les deux facteurs ainsi que leur interaction (p-value=0<0,05). Ce qui implique l’existence d’une différence très hautement significative entre les bains de fritures donc le taux d’humidité est influencé par la température et le nombre de fritures.

Le test de *NEWMAN-KEUILS* au seuil de signification de 5% fait apparaître : 2 groupes homogènes pour le facteur température (A et B), 6 groupes homogènes pour le facteur nombre de fritures (A, B, C, D, DE et E) et l'interaction avec 8 groupes homogènes (A, B, C, CD, DE, DEF, EF et F) (*Annexe 24*).

### VI.2.3. Densité

Selon *KARLESKIND (1992)*, la densité d'une huile renseigne sur le groupe systématique auquel elle appartient. La densité d'une huile est influencée par sa composition intrinsèque, la longueur de la chaîne hydrocarbonée ainsi que l'insaturation de ses AG constitutifs. Les résultats de la mesure de la densité obtenue pour l'huile fraîche et pour les bains de fritures sont mentionnés ci-dessous.

**Tableau XVII** : Résultats de la mesure de la densité (20°C/eau à 20°C).

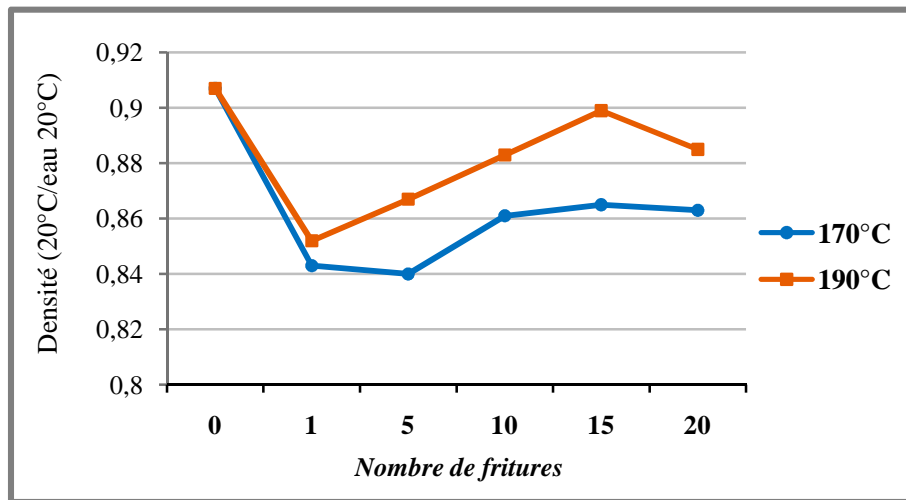
| <i>Température (°C)</i>   |               |               |
|---------------------------|---------------|---------------|
| <i>Nombre de fritures</i> | <b>170°C</b>  | <b>190°C</b>  |
| <b>0</b>                  | 0,907 ± 0,004 | 0,907 ± 0,004 |
| <b>1</b>                  | 0,843 ± 0,02  | 0,852 ± 0,013 |
| <b>5</b>                  | 0,840 ± 0,013 | 0,867 ± 0,007 |
| <b>10</b>                 | 0,861 ± 0,022 | 0,883 ± 0,019 |
| <b>15</b>                 | 0,865 ± 0,024 | 0,899 ± 0,016 |
| <b>20</b>                 | 0,863 ± 0,015 | 0,885 ± 0,016 |

*Ces valeurs sont une moyenne de trois répétitions*

L'huile fraîche enregistre une valeur de 0,907 qui est au-dessous de la norme *CODEX ALIMENTARIUS (1999)* 0,919-0,925 ; la densité de notre huile est également inférieure à celle trouvée par *GUETTAR et HAMOUNI (2015)* ayant enregistré une valeur de 0,932.

Les valeurs de la densité oscillent entre le 1<sup>er</sup> bain et le 20<sup>ème</sup> bain de friture ; à 170°C, les résultats sont entre 0,843-0,863. Cependant à 190°C, elles sont entre 0,852-0,885 ; ces valeurs sont inférieures à celles obtenues par *GUETTAR et HAMOUNI (2015)* qui ont enregistré à la 10<sup>ème</sup> friture une valeur de 0,901. *AMRANI et AMRIOU (2009)* ayant testé l'huile « élio2 » ont enregistré à la 10<sup>ème</sup> friture une valeur de 0,9003.

Les pourcentages de diminution de la densité à la 1<sup>ère</sup> friture à 170°C et à 190°C par rapport à l'huile fraîche sont respectivement de : 7,05% et de 6,06%. Les résultats de la densité de l'huile sont illustrés par la *figure 21*.



**Figure 21** : Evolution de la densité en fonction de nombre de fritures.

D'après les courbes du graphique, on constate une augmentation de la densité des huiles de bains de friture par rapport à la densité du 1<sup>er</sup> bain et ce quelque soit la température appliquée. L'évolution de cet indice est due principalement à la polymérisation thermique et à la formation des composés de hauts poids moléculaires (polymères) ce qui confirme l'augmentation de la viscosité. 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.

Par contre, vers la 20<sup>ème</sup> friture une légère diminution, et cela pour les deux températures. La densité de l'huile est fonction non seulement de l'insaturation, mais aussi de son état d'oxydation ou de polymérisation. Elle dépend de sa température et sa composition chimique. La densité des AG et des glycérides diminue au fur et à mesure que leur poids moléculaire diminue et que le degré d'insaturation augmente (*WOLFF, 1968*).

Selon *GERTZ (2008)*, l'élévation de la densité au cours des fritures répétées est due à la polymérisation des TG. Néanmoins, la diminution de la densité serait due à la formation d'AGL de faible poids moléculaire par hydrolyse suite à l'augmentation de la teneur en eau ; elle serait également due à la formation des composés primaires d'oxydation aux chaînes plus au moins courtes (*EL- SHAMI et al., 1992*).

L'analyse de la variance (*Annexe 25*) révèle un effet très hautement significatif de la température avec une probabilité de ( $p=0,00174$ ) et de nombre de fritures ( $p=0,00002$ ) sur la

densité. Alors que l'interaction entre les deux facteurs précédents reste statistiquement non significatif ; puisque (p-value=0,52465>0,05).

Cela est vérifié par le test de *NEWMAN-KEULS* au seuil de 5% regroupant les échantillons d'huile des bains de fritures en 2 groupes homogènes (A et B) et en 5 groupes homogènes (A, B, BC, CD et D) respectivement pour la température et le nombre de fritures (*Annexe 24*).

#### **VI.2.4. Viscosité**

L'altération thermo-oxydative se traduit par l'augmentation de la viscosité des corps gras ; de ce fait la mesure de la viscosité pourrait être un bon test pour apprécier l'état d'altération d'une huile (*BESBES et al., 2005 ; SANCHEZ-GIMENO et al., 2008*). Les résultats obtenus pour ce paramètre sont portés par le *tableau XVIII*.

**Tableau XVIII** : Résultats de la mesure de la viscosité à 25°C (m.Pa.s).

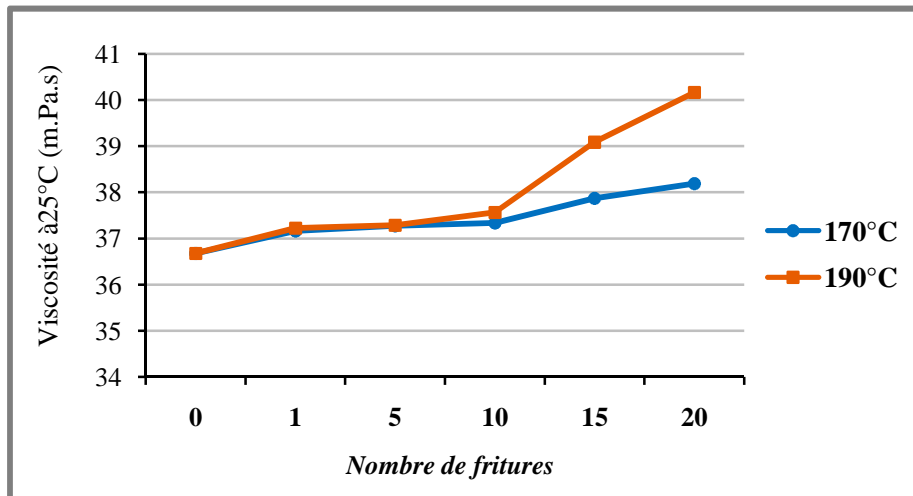
| <i>Température (°C)</i><br><i>Nombre de fritures</i> | <b>170°C</b>   | <b>190°C</b>   |
|--|----------------|----------------|
| <b>0</b>   | 36,679 ± 0,109 | 36,679 ± 0,109 |
| <b>1</b>   | 37,163 ± 0,335 | 37,227 ± 0,214 |
| <b>5</b>   | 37,276 ± 0,125 | 37,289 ± 0,158 |
| <b>10</b>  | 37,334 ± 0,254 | 37,566 ± 0,354 |
| <b>15</b>  | 37,870 ± 0,503 | 39,088 ± 0,354 |
| <b>20</b>  | 38,187 ± 0,315 | 40,164 ± 0,291 |

*Ces valeurs sont une moyenne de trois répétitions*

L'analyse indique pour les deux températures une augmentation régulière de la viscosité avec le nombre de fritures. La mesure de la viscosité de l'huile fraîche « elio » donne une valeur de 36,679 qui est inférieure à la valeur trouvée par *GUETTAR et HAMOUNI (2015)* qui ont enregistré une valeur de 54,658.

Il ressort des résultats une augmentation de la viscosité des bains de fritures ; la viscosité de l'huile du 1<sup>er</sup> bain est de 37,163 ; alors que celle du 20<sup>ème</sup> bain est de 38,187 à 170°C ; par contre à 190°C, l'évolution de la viscosité est plus marquée à partir de la 10<sup>ème</sup> friture avec une valeur de 37,566 et atteint une valeur maximale à la 20<sup>ème</sup> friture qui est de 40,164.

Les pourcentages d'augmentation de la viscosité à la 1<sup>ère</sup> friture à 170°C et à 190°C par rapport à l'huile fraîche sont respectivement de : 1,3% et de 1,4%.



**Figure 22** : Evolution de la viscosité en fonction de nombre de fritures.

La viscosité des échantillons de bains de friture examinés augmente proportionnellement avec le nombre de fritures. L'accroissement de la viscosité de l'huile au cours des fritures répétées serait dû à la formation des composés secondaires non volatils de hauts poids moléculaire (les polymères). Dans le cas d'un chauffage électrique, la formation de ces polymères résulte de la polymérisation thermique, plutôt que la polymérisation oxydative puisque l'apport d'oxygène est limité uniquement par la vapeur qui provient de l'aliment (*GERTZ et KOCHAAR, 2001*).

La valeur enregistrée à la 10<sup>ème</sup> friture est inférieure à celle trouvée par *BOURICHA et CHERIEF (2014)* qui est de 52,8208 dans le cas de l'huile de tournesol ; ainsi, la quantité de polymères formés durant nos essais de friture est nettement inférieure. Il a été admis que la polymérisation est plus favorisée dans les huiles les plus insaturées (100% tournesol).

L'analyse de la variance (*Annexe 27*) a révélé une différence très hautement significative au seuil de 5% ( $p\text{-value}=0<0,05$ ) ce qui confirme l'influence de la température et de nombre de fritures sur la viscosité de l'huile, par contre L'interaction marque une différence très hautement significative ( $p\text{-value}=0,00001$ ).

Cela est vérifié au seuil de 5% avec le test de *NEWMAN-KEULS* qui fait apparaître, 2 groupes homogènes pour le facteur température (A et B), 4 groupes homogènes pour le facteur nombre de fritures (A, B, C et D) et l'interaction avec 6 groupes homogènes (A, B, CD, D, DE et E) (*Annexe 28*).

# *Conclusion générale*

L'objectif de ce travail a consisté à évaluer la stabilité thermo-oxydative de l'huile végétale « elio » disponible sur le marché algérien au cours des fritures répétées menées à deux températures différentes 170°C et 190°C. Cette huile est utilisée dans la cuisson et les fritures notamment que ce soit dans les ménages ou dans les industries alimentaires.

Dans notre étude, des essais de fritures, au nombre de vingt fritures successives pour chaque température, ont été réalisés dans la perspective d'évaluer son niveau de résistance ou son degré d'altération sous ces traitements thermo-oxydatifs en continue.

L'évolution de la thermo-résistance de cette huile est suivie par la mesure d'un certain nombre d'indices physico-chimiques indicateurs du déroulement des réactions de détérioration : l'acidité, l'indice de peroxyde, l'indice d'iode, l'indice de saponification, ultra-violet, l'humidité, la densité et la viscosité.

Pour les deux températures, l'indice de peroxyde renseignant sur la formation et l'accumulation des produits primaires d'oxydation ; augmente continuellement lors des premières fritures, puis il diminue au-delà de la 5<sup>ème</sup> friture à 190°C, confirmant ainsi l'instabilité des hydroperoxydes aux températures élevées et leur transformation en produits secondaires.

Sous l'effet des réactions d'hydrolyse on a enregistré une augmentation de l'acidité suite aux traitements thermiques établis sur l'huile ce qui traduit et confirme l'effet délétère des températures élevées. On a également noté une augmentation de l'humidité, au fur et à mesure que le nombre de friture augmente ceci pourrait être dû à la formation d'eau et des matières volatiles au cours des réactions thermo-oxydatives.

La diminution de l'indice de saponification au cour de la friture est peut-être due à la formation des polymères par le pontage intermoléculaire des TAG oxydés. Ceci explique en partie l'augmentation de la densité des bains de fritures. Durant le cycle de friture, des réactions d'oxydation, d'isomérisation et d'hydrolyse se produisent.

Toutes ces réactions se déroulent au niveau des insaturations des chaînes hydrocarbonées de l'acide linoléique principal acide gras polyinsaturé de cette huile. Ceci s'est traduit par une diminution de l'indice d'iode renseignant sur la diminution du nombre de doubles liaisons des chaînes hydrocarbonées.

Les résultats obtenus montrent que le processus thermo-oxydatif appliqué à notre huile a induit la modification de quelques paramètres physico-chimiques. Toutefois, il est important de signaler que la formation et l'accumulation des produits secondaires d'oxydation, jugés néfastes pour la santé, dans les bains de friture ne sont pas favorisées lors de la friture à température modérée (170°C).

L'étude de la stabilité de l'huile a montré que la température et le nombre de fritures ont une influence significative sur la qualité de l'huile « elio ». Tous les paramètres ont en effet montré des évolutions différentes selon la température de chauffage. Les dégradations de la qualité les plus importantes ont été observées avec l'huile menée à température élevée (190°C).

Néanmoins et afin de veiller à la santé du consommateur, il est plus que nécessaire de respecter vigoureusement les recommandations pratiques de friture citées dans divers manuels des corps gras, comme par exemple, sécher les aliments avant la friture et saler après cuisson, le sel mis avant la cuisson favorise la déshydratation et augmente l'absorption de la matière grasse.

Ce travail nous ouvre de nouvelles perspectives comme :

- La détermination de la teneur en  $\alpha$ -tocophérol (vitamine E) à l'aide de la chromatographie de haute performance (HPLC).
- La détermination de la teneur en métaux lourds à l'aide de la spectrophotométrie de masse à absorption atomique.
- La détermination de la teneur en composés polaires.

# *Références bibliographiques*

**A**

**A.O.C.S. (1988).** American Oil Chemists' Society- Introduction to fats and oils technology- American Oil Chemists' Society, Phoenix, USA, p.23.

**A.O.C.S.** Official and tentative methods : additions and revisions. Champaign, IL. American Oil Chemists' Society (reapproved 1989). Ed: 3.

**ABDULKARIM S.M., LONG K., LAI O.M., MUHAMMAD S.K.S. et GHAZALI H.M. (2007).** Frying quality and stability of high-oleic Moringa oleifera seed oil in comparison with other vegetable oils. *Food Chemistry*, (105), p.1382-1389.

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

**AFNOR.** Association Française de Normalisation. Recueil de normes françaises des corps d'origines animales et végétales de 1982 à 1989 (En concordance avec l'EN et l'A.O.C.S). Ed. AFNOR.

**AFSSA. (2005).** Rapport de l'Agence Française de Sécurité Sanitaire des Aliments. Risques et bénéfices, pour la santé des acides gras trans apportés par les aliments – Recommandations, 221p.

**AMRANI N. et AMRIOU F. (2009).** Evaluation du degré d'altération de deux huiles « élio2 » et « Fridor » au cours des fritures répétées. Mémoire. Ing. Biologie. Inst. Univ Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou.

**ANONYME 2. (2008).** Par Groupe du Lipides Huilerie du France, les huiles végétales consommation directe.7-9.Azoulay. Paris, p.259-266.

**ANONYME 3. (2011).** INRA - Carrefours de l'innovation agronomique 9 juin 2011.

**APARICIO R., RODA L., ALBII M.A. et GUTIERREZ F. (1999).** Effect of various compounds on virgin olive oil stability measured by rancimat. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, (47), p.4150- 4155.

**AUBERT J.M. et HUARD M. (2003).** Qualité des huiles et acides gras de palme et des mélanges d'huile acide caractérisation chimique et biochimique 5<sup>ème</sup> journée de la recherche avicole, Tours.

**AYERDIGOTOR 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, Institut national polytechnique de Toulouse.

**B**

**BESBES ., BELEKER C., DEROANNEC., IOGNAY G., DRIRAN., ATTIAH. (2005).** Heating effects on some quality characteristics of dat seed oil. *Food chemistry*, 91, p. 469-476.

**BHATTACHARYA C.B. and KORECHUN D. (2008).** Stakeholder Marketing : Beyond the Four Ps and the Customer. *Journal of Public Policy & Marketing*. 27 (1), p.113-116.

**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.

**BOUCHON P. (2009).** Understanding Oil Absorption During Deep-Fat Frying, *Advances in Food and Nutrition Research*, Vol 37, Chapter 5, p.209-234.

**BOUHADJRA K. (2011).** Etude de l'effet des antioxydants naturels et de synthèse sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge. Mémoire de magister. Inst. Université Mouloud Mammeri. Tizi-ouzou.

**BOUREGHDA A., BENAYACHE S., et BENAYACHE F. (2013).** Change of physico-chemical properties of some local oils. *During frying. Nat Sci*; 11(11), p.88- 91.

**BOURICHA Y. et CHERIEF S. (2014).** Evaluation de la stabilité thermo-oxydative de l'huile « Fleurial » au cours des fritures répétées. Mémoire de Master. Inst. Université Mouloud Mammeri .Tizi-Ouzou.

**BRISSON G.J. (1982).** In : Corps gras alimentaires et autres composés lipidiques : la signification des mots. Lipides et nutrition humaine. Ed. Les presses de l'université Laval. p.10-12.

### C

**CAMPBELL E.J. (1983).** Sunflower oil, *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 60, p.387-392.

**CAUSERT J. (1982).** Chauffage des corps gras et risque de toxicité. *Cah. Nut. Diet*, N°1, Vol17, p.19-33.

**CHARBONNIER A. (1996).** Huile d'olive : Aliments-santé-cœur-vaisseaux-os-digestion. Ed. Frison Roche, Paris, p.28.

**CHEFTEL J.C. et CHEFTEL H. (1977).** Introduction à la biochimie et la technologie des aliments. Tec & Doc, Lavoisier, Paris, 381p.

**CHOE E. et MIN DB. (2006).** Mechanisms and factors for edible oil oxidation compr *Rev in food science and food safety*, 5, p.169-86.

**CLERGE T., MARTHE N.O, ALMECK A.D. et CESAR K. (2004).** Qualité et stabilité de l'huile extraite par pressage des amandes de Pierre ex Pax pendant la conservation à température ambiante. *Journal of Food Engineering* 62, p.69-77.

**CODEX ALIMENTARIUS. (1999).** Norme pour les huiles végétales portant un nom spécifique. FAO/OMS, Rome, p.41.

**CODEX ALIMENTARUS. (1992).** Normes codex pour les graisses et les huiles d'origine végétales. In : *Graisses, huiles et produits dérivés*. vol(8), FAO/OMS, Rome, p.9-71.

**COSSUT, J., DEFRENNE, B., DESMEDT, C., FERROUL, S., GARNET, S., ROELSTRAETE, L., VANUXEEM, M. et VIDAL, D. (2002).** Les Corps gras : Entre tradition et modernité. Gestion de la qualité nutritionnelle et marketing des produits alimentaires. Projet réalisé dans le cadre de DESS en QUALIMAPA. Université des sciences et technologies de Lille-Institut agroalimentaire de Lille, p.21-64.

**CRAPISTE G.H., BREVEDAN MIV., CARELLI A.A. (1999).** Oxidation of sunflower oil during storage. *JAOCS*, 76(12), p.1437-1443.

### **D**

**DAHMOUNE A. et BOUAOUD M. (2015).** Effet du mode de friture sans couvercle sur la stabilité de l'huile « elio ». Ing. Agro. Inst. Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou.

**DE GREYT W, KELLENS M. (2000).** Refining practice in : *Hamm W, Hamilton RJ, editors. Edible oil processing. Sheffield : Sheffield Academic Press; 2000, p.79-127.*

**DEBY-DUPONT G. (2005).** L'oxygène et la vie : Tome1-Initiation au metabolisme de l'oxygène. Université de Liège, Belgique.

**DELACHARLERIE M., BIOURGE S., SINDIC S., CHENE M. et DEROANNE C. (2008).** HACCP organoleptique. In : guide pratique. Presses agronomiques. Gembloux, p.59-62.

**DELAGOUTTE C. (2007).** Huiles de friture et dangers. La Cuisine Collective. Novembre 2007, n°205.

**DENIS J. (1998).** Manuel des corps gras. In : Raffinage des corps gras. Tome 2<sup>ème</sup> éd. Paris : éd. Lavoisier, 88p.

**DIEFFENBACHER A., BUXTORF U., DERUNGS R., FRIEDLI R., GROB K. et ZURCHER K. (2000).** Graisses comestibles, huiles comestibles et graisses émulsionnées. In : Manuel suisse des denrées alimentaires. Ed. Martin, Genève.

**DOBARGANES C. (1998).** Formation and analysis of high molecular-weight compounds in frying fats and oils. *OCL*, Vol. 5, n°1, p. 41-47.

**DRAPERON R. (1997).** Séparation et dosage des lipides. In : Guide pratique d'analyse dans les industries céréalières. 2<sup>ème</sup> édition : Tech & Doc, Lavoisier, Paris.

**DUBOIS., BARTHOMEUF., et BERGE. (2006).** Convenient preparation of picolinyl derivatives from fatty acid esters. *Journal of Lipid Science Technology*. Edition : Bulletin IBP. n°108, p. 28-32.

### **E**

**EL-SHAMI S.M., ZAZI S.I., EL-ANWAR I.M. et EL-MALLAH M.H. (1992).** Dielectric properties for monitoring the quality of heated oils. *AJOCS*. vol 69, N°9, p.872-875.

**EYMARD (2003).** Mise en évidence et suivi de l'oxydation des lipides au cours de la conservation et de la transformation du chinchard (*Trachurus trachurus*) : choix des procédés. Thèse de doctorat. Génie des Procédés, spécialité biochimie. Ecole Doctorale Mécanique, Thermique et Génie Civil de Nantes, 217p.

### **F**

**FAO/OMS. (1993).** Les graisses et huiles dans la nutrition humaine : Rapport d'une commission mixte d'experts, Rome 19-26 Oct 1993.

**FRANKEL E.N. (1991).** Recent advances in lipides oxidation. *Journal of sciences of food and agriculture*. Vol 54, p.495-500.

**FREDOT E. (2012).** Connaissance des aliments : base alimentaire et nutritionnelle de la diététique. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris, p.417-488.

**FRENOT M. et VIERLING E. (1997).** Biochimie des aliments : Diététique du sujet bien portant.1<sup>ère</sup> édition : Doin, 285p.

**FRENOT M. et VIERLING E. (2001).** Biochimie des aliments : diététique du sujet bien portant.2<sup>ème</sup> édition : Doin, p.79-97.

## **G**

**GERMAN J.B. et KINSELLA J.E. (1985).** Lipid oxidation in fish tissue, enzymatic initiation via lipoxygenase. *Journal of agricultural and food chemistry*, Vol 33, p.680-683.

**GERTZ C. (2008).** Optimum deep frying, from the Food Industries Association of Austria, F.I.A.A. from June, p.125-135.

**GERTZ C. et KOCHAAR P. (2001).** A new method to determine oxidative stability of vegetable fat and oil at simulated frying temperature. *OCL*. Vol 8. N° 1, p.82-91.

**GHAZALI H.M., TAN A., ABDULKARIM D. and ZULKLLY M.U. (2009).** Oxidative stability of virgin coconutoil compared with RBD palm olein in deep fat fring of fish craches.*Journal of food*, 7( 3 et 4 ), p.23-29.

**GORNAY J. (2006).** Transfert par voie thermique de triglycérides et d'acides gras Application à la valorisation chimique des déchets lipidiques. Thèse. Génie des procédés Institut nationale polytechnique de Lorraine. France, 309p.

**GRAILLE J. (1998).** Réactions chimiques induites par la friture. *OCL*, Vol. 5, n°1, p.36-40.

**GRAILLE J. (2003).** Lipides et corps gras alimentaires. Ed. Tech et Doc (Collection Sciences et Techniques agroalimentaires), 469p.

**GRANDGERARD A. et JULLIARD F. (1987).** Influence de divers paramètres sur la dégradation d'huiles végétales au cours du chauffage. *R.F.C.G*, N°4, vol 34, p.213-219.

**GUETTAR T. et HAMMOUNI Z. (2015).** Effet de l'augmentation de nombre de friture sur la stabilité de l'huile « elio » au cours des fritures répétées. Ing. Agro. Inst. Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou.

**GUITIERREZ G.R et DOBARGANES M.C. (1988).** Analytical procedure for the evaluation of used frying fats. *R.F.C.G*, p.141-154.

**GUPTA M.K. (2005).** Frying oils. Bailey's industrial oil and fat products. 6<sup>ème</sup> édition. John Wiley & Sons, Inc, p.1-23.

**GUPTA S., LEHMAN D.R., and STUART J.A. (2004).** Valuing customers. *Journal of Marketing Research* XLI, p.7-18.

**H**

**HARWOOD J. L. et APARACIOA R. (2000).** Handbook of olive oil : analysis and properties. Gaithersburg, Maryland, USA : Aspen publications, Inc, 620p.

**HICKS M., and GEBICHI M. (1979).** *Anal BIOCHEM.* 99, 249p.

**J**

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

**K**

**KALAPATHY U. et PROCTOR A. (2000).** A new method for free fatty acid reduction in frying oil using silicate films produced from rice hull ash, *J Am Oil Chem. Soc.* (77), p.593 - 598.

**KANAZAWA A., SAWA T., AKAIK T. (2000).** Formation of a basic sites in DNA by t-butyl peroxy radicals: implication for potent genotoxicity of lipid peroxy radicals. *Cancer Letters*,156, p.51-5.

**KARLESKIND A. (1992).** Principaux constituants chimiques des corps gras, propriétés chimiques des corps gras. In : Manuel des corps gras Tome 1. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris, p.95-358.

**KPROVIESSI D.S., GEORGE C., ACCROMBESSI, KOCHOOH C., MOHAMED M., SOUMANAU et MOUDACHIROU M. (2004).** Propriétés physico-chimiques et compositions de l'huile non conventionnelle de pourghère (jatropha-curca) de différentes régions du Benin, (7), p.1007-1012.

**L**

**LE FLOCH E., ACKER P., RAMEL P., LANTEAUME M-T., LE CLERC A.-M. (1968).** Les effets d'un chauffage de type culinaires sur les principaux corps gras alimentaires. Ses incidences physiologiques et nutritionnelles. In *Ann. Nut. Alim.* 22, p.249-265.

**M**

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

**MILLER L.A. et WHITE P.J. (1988).** High temperature stabilities of low linolenate, high stearate and common soybean oils. *J.A.O.C.S.* Vol 8, p.1324-1326.

**MORDRET F. (1992).** Analyse des corps gras. In : Manuel des corps gras. Ed. Tec & Doc, Lavoisier, Paris, p.1147-1182.

**MOREIRA G.R., CASTELL-PEREZ M.E., BARRUFET M.A. (1999).** Deep-fat frying fundamentals and applications. Aspen Publisher, Inc., Gaithersburg, 350p.

**N**

**NDEYE A. K. (2001).** Etude de la composition chimique et de la qualité d'huiles végétales artisanales consommées aux SENEGAL. Thèse pour l'obtention du grade de docteur en pharmacie.

**O**

**OLLE M. (2002).** Analyse des corps gras. Direction générale de la concurrence, de la consommation et la répression des fraudes. Laboratoire interrégionale de Montpellier. Techniques d'ingénieur. Traité analyse et caractérisation, p.2-15.

**P**

**PAGES-XATART-PARES X. (2008).** Technologies des corps gras (huiles et graisses végétales). Dans : Techniques de l'ingénieur, traité de Génie des procédés. F 6 070, p.18-19.

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

**PASCAUD A., BEN NASSER I., BRIDONNEAU P., PASCAUD M. (1985).** Acides gras polyinsaturés indispensables, éicosanoïdes et cancer. *Cah. Nutr. Diet*, 20, p.443-450.

**PERRIN J.L. (1992).** Analyse des corps gras, détermination de l'altération. In : Manuel des corps gras. KARLESKIND A. Tome II. Ed.Tec & Doc. Lavoisier.

**POKORNY J. (1981).** Influence des substances non lipidiques sur l'oxydation des corps gras .R.F.C.G n°4, vol 28, p.151-159.

**POKORNY J. (2003).** Problèmes de stabilité des produits alimentaires liés à la présence des lipides. In : *Lipides et Corps Gras Alimentaires*, Graille J. éd. Collection Sciences & Techniques Agroalimentaires, Editions Tec & Doc. Paris. France. 470p.

**PREVOT A. (1987).** L'huile de tournesol d'aujourd'hui. R.F.C.G n°4, vol 33, p.183-192.

**PRIOR E. (2003).** Usage des corps gras alimentaires dans les différents secteurs de la technologie alimentaire. In *Lipides et corps gras alimentaires*, Graille J (éd). Collection Sciences & Techniques Agroalimentaires, Editions Tec & Doc. Paris (France), 470p.

**R**

**RAFIK R. (1986).** The fatty acids indigenous resources for possible industrial application. *J.S.I.R.* Vol 29. N°3.Juin1986, p.193-5.

**RAMIREZ R.M., MORCUEN D., ESTEVEY M. and CAVA R. (2004).** Effect of the type of fring with culinary fat and refrigerated storage on lipid oxidation and color of fried porkloin, 88 : 85-94.

**RASTOIN J-L. et BENABDERRAZIK E. (2014).** Céréales et oléoprotéagineux au Magherb pour un co-développement de filière territorialisée. IPAMED. Institut De Prospective Economique Du Monde Méditerranien.134p.

**ROGER F. (1974).** Les industries des corps gras biochimie, extraction, raffinage et réglementation, IPE. Paris.

**ROLLAND Y. (2004).** Antioxydants naturels végétaux. *O.C.L.*, 11 N° 6, p.419-424.

**ROSSELL J.B. (2001).** Frying, Woodhead Publishing Limited, Cambridge. England. 369p.

### **S**

**SAGUY I.S., DANA D. (2003).** Integrated approach to deep fat frying : engineering, nutrition, health and consumer aspects, *Journal of Food Engineering*, 56, p.143-152.

**SANCHEZ-GIMENO A.C., NEGUERUELA A.I., BENITO M. et VECET R.O. (2008).** Some physical changes in Aragon extra virgin olive oil during frying process. *Food chemistry*, (110), p.654-658.

**SIRET C. (2004).** Les composants chimiques des produits alimentaires. Dans : Techniques de l'ingénieur, traité de Génie des procédés. F 1 010, 19p.

### **T**

**TREMOLIERE J., SEVILLE Y., JACQUOT R. et DUPIN H. (1984).** Manuel de l'alimentation humaine. Tome1. Edition : Esf, Paris, p.148.

### **U**

**USDA., FAOSTAT. (2011).** In : Impact de la volatilité des prix internationaux de produits agricoles sur les industries agroalimentaires en Algérie Cas de CEVITAL agroalimentaire (huiles alimentaires et sucre), p.180.

**UZZAN A. (1984).** Propriétés et emploi des huiles et graisses. In : Manuel d'alimentation humaine.

### **V**

**VARELA G., BENDER A.E. et MORTON I.D. (1988).** Frying of Food, Ellis Horwood Ltd., Chichester.England, p.202.

**VIERLING E. (2003).** Aliments et boissons : Filière et produits. 2<sup>ème</sup> édition : Doin éditeur, p.187-208.

**VIERLING E. (2008).** Aliments et boissons : Filières et produits. 3<sup>ème</sup> édition. Doin, Cedex, p.207-208.

### **W**

**WARNER K. (2002).** Produits d'huile de soja Composition. Qualité et stabilité. Vol 69, N° 9, p.872-875.

**WEIL J.H. (2001).** Biochimie générale 9<sup>ème</sup> édition Masson, p.274.

**WOLFF J.P. (1968).** Manuel des corps gras. Edition : Tec &Doc, Lavoisier, Paris, p.551.

**WOLFF J.P. (1991).** Analyses et dosage des lipides. In : techniques d'analyses et de contrôle dans les industries agro-alimentaires. MULTON.A. Edition : Tec et Doc, Lavoisier, Paris, 450p.

**Z**

**ZIAIFAR A.M. (2008).** Oil absorption during deep-fat frying : mechanisms and important factors, Industries des Sciences et Industries du Vivant et de l'Environnement. Agro, Paris Tech, Thèse doctorale, 155p.

*Références électroniques*

**ANONYME 1. (2011).** Direction Générale de Contrôle Economique et de la Répression des Fraudes. Guide de contrôle des huiles de friture. [www.mincommerce.gov.dz](http://www.mincommerce.gov.dz).

**Etude d'absorption d'huile sur les frites, PDF.** [en ligne]. Disponible sur : [www.ithq.qc.ca/.../CER-Rapport de recherche Etude d absorption d huile s](http://www.ithq.qc.ca/.../CER-Rapport_de_recherche_Etude_d_absorption_d_huile_s).

**ISO 3960. (1977).** Effet du temps et de la température de cuisson sur la formation de l'acrylamide dans les frites de banane plantain. [en ligne]. Disponible sur : [www.memoireonline.com](http://www.memoireonline.com).

**OIL WORDL. (2004).** Production mondiale d'huiles et graisses, Cultures et Marchés 2001-2004. [www.prolea.com](http://www.prolea.com).

**PROLEA. (2009).** La filière française des Huiles et Protéines Végétales : L'huile de tournesol huile de soja. [www.prolea.com](http://www.prolea.com).

**Santé Canada. (2011).** [en ligne]. Disponible sur : [http://www.hc-sc.gc.ca/fn-an/securit/chem-chim/food-aliment/acrylamide/acrylamide\\_and\\_food-acrylamide\\_et\\_aliment-fra.php](http://www.hc-sc.gc.ca/fn-an/securit/chem-chim/food-aliment/acrylamide/acrylamide_and_food-acrylamide_et_aliment-fra.php).

# *Annexes*

## **I. Indices chimiques**

### **Annexe 1 : Détermination de l'acidité**

#### **Réactifs**

- Ethanol 96%.
- Solution d'hydroxyde de potassium dans l'éthanol (0,1N).
- Phénolphtaléine : solution 10g/l dans l'éthanol à 96%.

#### **Mode opératoire**

- Dans un Erlen Meyer 1 ; mettre 25 ml + 0,5 ml de phénolphtaléine, porté à ébullition ;
- A température encore élevée, neutraliser avec précaution tout en agitant l'Erlen Meyer avec la solution à 0,1 mol/l de KOH jusqu'à apparition d'une coloration rose persistante pendant au moins 10 secondes ;
- Dans un Erlen Meyer 2 peser 2,5g d'huile ;
- Ajouter l'éthanol neutralisé (contenu de l'Erlen Meyer 1). Mélanger soigneusement.
- Porter le contenu à ébullition et titrer avec la solution de KOH, en agitant vigoureusement le contenu pendant le titrage ;
- Arrêter le titrage quand la coloration rose persiste pendant au moins 10 secondes ;
- Noter la chute de burette (volume de KOH).

### **Annexe 2 : Détermination de l'indice de peroxyde**

#### **Réactifs**

- Chloroforme ( $\text{CHCl}_3$ ) ;
- Acide acétique ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) ;
- Solution aqueuse saturée d'iodure de potassium (KI) ;
- Solution aqueuse à 0,01N de 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 10 ml de chloroforme et 15 ml d'acide acétique ;
- Puis 1 ml de la solution d'iodure de potassium (1 ml d'eau distillée  $\rightarrow$  0,5 ml 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 ;

- Titrer 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 3 : Détermination de l'indice d'iode**

#### **Réactifs**

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

#### **Mode opératoire**

- Peser 0,2g du corps gras dans un ballon
- Ajouter à cette dernière 10 ml d'éthanol ; puis 10 ml d'iode alcoolique (0,2N) ; et 30 ml d'eau distillée ;
- Agiter énergétiquement pendant 5mn et placer le ballon à l'abri de la lumière pendant 30 mn environ ;
- Titrer la solution par le thiosulfate de sodium jusqu'à l'apparition de la coloration jaune ;
- Ajouter à la solution 1ml d'amidon à 1% pour avoir une coloration bleue foncée.
- Continuer à titrer la solution par le thiosulfate de sodium jusqu'à la disparition de la coloration bleue.
- Effectuer de la même façon un essai à blanc.

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

#### **Réactifs**

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

#### **Mode opératoire**

- Peser 2g d'huile et les introduire dans un ballon à col rodé ;
- Ajouter 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 ;

- Titrer l'excès d'alcalis de KOH avec l'acide chlorhydrique 0,5N en présence de phénolphthaléine jusqu'à la décoloration complète ;
- Faire un essai à blanc dans les mêmes conditions.

## **II. Indices physiques**

### **Annexe 5 : Détermination de l'extinction spécifique dans l'ultraviolet**

#### **Appareillage**

- ◆ Spectrophotomètre UV/VIS-9200 avec possibilité de lecture pour chaque unité nanométrique.
- ◆ Cuve en quartz de 1cm d'épaisseur.
- ◆ Béchers.

#### **Réactifs**

- ◆ Hexane.

#### **Mode opératoire**

- ◆ Dissoudre 0,1g d'huile dans 10 ml d'hexane pur ;
- ◆ Réglage de spectrophotomètre à 232 nm et à 270 nm ;
- ◆ Introduire les cuves à spectrophotomètre remplies, le blanc (hexane pur) puis les échantillons préparés un par un.

### **Annexe 6 : Teneur en eau et en matières volatiles**

#### **Appareillage**

- ◆ Etuve isotherme réglée à  $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$  ;
- ◆ Bécher de 10 ml ;
- ◆ Dessiccateur ;
- ◆ Balance analytique avec précision de 0,0001g.

#### **Mode opératoire**

- ◆ Régler l'étuve à  $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$  ;
- ◆ Peser un bécher à vide après l'avoir lavé et séché ;
- ◆ Peser 5 à 10g d'huile dans ce bécher ;
- ◆ Introduire le bécher contenant l'huile dans l'étuve pendant 1 heure ;
- ◆ Refroidir l'ensemble (bécher + huile) dans un dessiccateur ;
- ◆ Peser l'ensemble (bécher + huile).

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

- ◆ Balance de précision.
- ◆ Bêcher de 40 ml.
- ◆ Pipette de 10 ml.

**Mode opératoire**

- ◆ Prélever à l'aide d'une pipette graduée 10 ml d'huile ;
- ◆ Les verser dans un bêcher de 50 ml de poids connu ;
- ◆ Mettre le bêcher sur balance de précision et noter le 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****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 traverse les deux traits indiqués sur le viscosimètre.

**III. Analyse statistique****Annexe 9 : Analyse de la variance de l'acidité.**

|                  | S.C.E | DDL | C.M.  | TEST F | PROBA          | E.T. | C.V.   |
|------------------|-------|-----|-------|--------|----------------|------|--------|
| VAR.TOTALE       | 0,276 | 35  | 0,008 |        |                |      |        |
| VAR.FACTEUR 1    | 0,009 | 1   | 0,009 | 3,571  | <b>0,06789</b> |      |        |
| VAR.FACTEUR 2    | 0,198 | 5   | 0,04  | 15,914 | <b>0</b>       |      |        |
| VAR.INTER F1*2   | 0,01  | 5   | 0,002 | 0,829  | <b>0,54342</b> |      |        |
| VAR.RESIDUELLE 1 | 0,06  | 24  | 0,002 |        |                | 0,05 | 20,18% |

**Annexe 10 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5% de l'acidité****FACTEUR 2 : Nombre de fritures**

| F2  | LIBELLES | MOYENNES | GROUPES HOMOGENES |   |   |
|-----|----------|----------|-------------------|---|---|
| 6.0 | F20      | 0,319    | A                 |   |   |
| 5.0 | F15      | 0,3      | A                 |   |   |
| 4.0 | F10      | 0,3      | A                 |   |   |
| 3.0 | F5       | 0,263    | A                 |   |   |
| 2.0 | F1       | 0,187    |                   | B |   |
| 1.0 | F0       | 0,112    |                   |   | C |

**Annexe 11 : Analyse de la variance de l'indice de peroxyde.**

|                       | S.C.E   | DDL | C.M.    | TEST F  | PROBA          | E.T.  | C.V.   |
|-----------------------|---------|-----|---------|---------|----------------|-------|--------|
| VAR.TOTALE            | 527,577 | 35  | 15,074  |         |                |       |        |
| <b>VAR.FACTEUR 1</b>  | 222,507 | 1   | 222,507 | 145,641 | <b>0</b>       |       |        |
| <b>VAR.FACTEUR 2</b>  | 172,118 | 5   | 34,424  | 22,532  | <b>0</b>       |       |        |
| <b>VAR.INTER F1*2</b> | 96,285  | 5   | 19,257  | 12,605  | <b>0,00001</b> |       |        |
| VAR.RESIDUELLE 1      | 36,667  | 24  | 1,528   |         |                | 1,236 | 21,76% |

**Annexe 12 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5% de l'indice de peroxyde**

**FACTEUR 1 : Température**

| F1  | LIBELLES | MOYENNES | GROUPES HOMOGENES |  |
|-----|----------|----------|-------------------|--|
| 2.0 | T2       | 8,167    | A                 |  |
| 1.0 | T1       | 3,194    | B                 |  |

**FACTEUR 2 : Nombre de fritures**

| F2  | LIBELLES | MOYENNES | GROUPES HOMOGENES |  |
|-----|----------|----------|-------------------|--|
| 3.0 | F5       | 8        | A                 |  |
| 4.0 | F10      | 7,417    | A                 |  |
| 5.0 | F15      | 6,917    | A                 |  |
| 6.0 | F20      | 6,167    | A                 |  |
| 2.0 | F1       | 3,75     | B                 |  |
| 1.0 | F0       | 1,833    | C                 |  |

**INTER F1\*2 : Température-Nombre de fritures**

| F1 F2   | LIBELLES | MOYENNES | GROUPES HOMOGENES |  |
|---------|----------|----------|-------------------|--|
| 2.0 3.0 | T2 F5    | 12,833   | A                 |  |
| 2.0 4.0 | T2 F10   | 11,667   | A                 |  |
| 2.0 5.0 | T2 F15   | 9,333    | B                 |  |
| 2.0 6.0 | T2 F20   | 8        | B                 |  |
| 2.0 2.0 | T2 F1    | 5,333    | C                 |  |
| 1.0 5.0 | T1 F15   | 4,5      | C                 |  |
| 1.0 6.0 | T1 F20   | 4,333    | C                 |  |
| 1.0 4.0 | T1 F10   | 3,167    | C                 |  |
| 1.0 3.0 | T1 F5    | 3,167    | C                 |  |
| 1.0 2.0 | T1 F1    | 2,167    | D                 |  |
| 1.0 1.0 | T1 F0    | 1,833    | D                 |  |
| 2.0 1.0 | T2 F0    | 1,833    | D                 |  |

**Annexe 13 : Analyse de la variance de l'indice d'iode.**

|                       | S.C.E    | DDL | C.M.    | TEST F | PROBA          | E.T. | C.V.  |
|-----------------------|----------|-----|---------|--------|----------------|------|-------|
| VAR.TOTALE            | 5289,784 | 35  | 151,137 |        |                |      |       |
| <b>VAR.FACTEUR 1</b>  | 761,68   | 1   | 761,68  | 49,322 | <b>0</b>       |      |       |
| <b>VAR.FACTEUR 2</b>  | 3909,203 | 5   | 781,841 | 50,627 | <b>0</b>       |      |       |
| <b>VAR.INTER F1*2</b> | 248,267  | 5   | 49,653  | 3,215  | <b>0,02311</b> |      |       |
| VAR.RESIDUELLE 1      | 370,634  | 24  | 15,443  |        |                | 3,93 | 3,34% |

**Annexe 14 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5% de l'indice d'iode****FACTEUR 1 : Température**

| F1  | LIBELLES | MOYENNES | GROUPES HOMOGENES |  |
|-----|----------|----------|-------------------|--|
| 1.0 | T1       | 122,423  | A                 |  |
| 2.0 | T2       | 113,224  | B                 |  |

**FACTEUR 2 : Nombre de fritures**

| F2  | LIBELLES | MOYENNES | GROUPES HOMOGENES |   |   |   |   |
|-----|----------|----------|-------------------|---|---|---|---|
| 1.0 | F0       | 134,302  | A                 |   |   |   |   |
| 2.0 | F1       | 123,73   |                   | B |   |   |   |
| 3.0 | F5       | 121,191  |                   | B | C |   |   |
| 4.0 | F10      | 116,747  |                   |   | C |   |   |
| 5.0 | F15      | 109,24   |                   |   |   | D |   |
| 6.0 | F20      | 101,733  |                   |   |   |   | E |

**Annexe 15 : Analyse de la variance de l'indice de saponification.**

|                       | S.C.E    | DDL | C.M.    | TEST F | PROBA          | E.T. | C.V.  |
|-----------------------|----------|-----|---------|--------|----------------|------|-------|
| VAR.TOTALE            | 3735,094 | 35  | 106,717 |        |                |      |       |
| <b>VAR.FACTEUR 1</b>  | 171,342  | 1   | 171,342 | 7,225  | <b>0,01239</b> |      |       |
| <b>VAR.FACTEUR 2</b>  | 2406,047 | 5   | 481,209 | 20,292 | <b>0</b>       |      |       |
| <b>VAR.INTER F1*2</b> | 588,563  | 5   | 117,713 | 4,964  | <b>0,00299</b> |      |       |
| VAR.RESIDUELLE 1      | 569,141  | 24  | 23,714  |        |                | 4,87 | 2,62% |

**Annexe 16 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5% de l'indice de saponification.****FACTEUR 1 : Température**

| F1  | LIBELLES | MOYENNES | GROUPES HOMOGENES |  |
|-----|----------|----------|-------------------|--|
| 1.0 | T1       | 187,935  | A                 |  |
| 2.0 | T2       | 183,572  | B                 |  |

**FACTEUR 2 : Nombre de fritures**

| F2  | LIBELLES | MOYENNES | GROUPES HOMOGENES |   |   |
|-----|----------|----------|-------------------|---|---|
| 1.0 | F0       | 194,012  | A                 |   |   |
| 2.0 | F1       | 192,61   | A                 |   |   |
| 3.0 | F5       | 190,039  | A                 |   |   |
| 4.0 | F10      | 187,468  | A                 |   |   |
| 5.0 | F15      | 179,754  |                   | B |   |
| 6.0 | F20      | 170,638  |                   |   | C |

**INTER F1\*2 : Température-Nombre de fritures**

| F1 F2   | LIBELLES | MOYENNES | GROUPES HOMOGENES |   |   |
|---------|----------|----------|-------------------|---|---|
| 1.0 1.0 | T1 F0    | 194,012  | A                 |   |   |
| 2.0 1.0 | T2 F0    | 194,012  | A                 |   |   |
| 2.0 2.0 | T2 F1    | 193,077  | A                 |   |   |
| 1.0 2.0 | T1 F1    | 192,143  | A                 |   |   |
| 2.0 3.0 | T2 F5    | 190,273  | A                 |   |   |
| 1.0 3.0 | T1 F5    | 189,805  | A                 |   |   |
| 2.0 4.0 | T2 F10   | 188,403  | A                 |   |   |
| 1.0 4.0 | T1 F10   | 186,533  | A                 |   |   |
| 1.0 5.0 | T1 F15   | 184,195  | A                 | B |   |
| 1.0 6.0 | T1 F20   | 180,923  | A                 | B |   |
| 2.0 5.0 | T2 F15   | 175,313  |                   | B |   |
| 2.0 6.0 | T2 F20   | 160,353  |                   |   | C |

**Annexe 17 :** Analyse de la variance de l'extinction spécifique à 232 nm.

|                       | S.C.E | DDL | C.M.  | TEST F  | PROBA    | E.T.  | C.V.  |
|-----------------------|-------|-----|-------|---------|----------|-------|-------|
| VAR.TOTALE            | 0,005 | 35  | 0     |         |          |       |       |
| <b>VAR.FACTEUR 1</b>  | 0,001 | 1   | 0,001 | 1034,42 | <b>0</b> |       |       |
| <b>VAR.FACTEUR 2</b>  | 0,002 | 5   | 0     | 676,01  | <b>0</b> |       |       |
| <b>VAR.INTER F1*2</b> | 0,001 | 5   | 0     | 377,318 | <b>0</b> |       |       |
| VAR.RESIDUELLE 1      | 0     | 24  | 0     |         |          | 0,001 | 0,13% |

**Annexe 18 :** Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5% de l'extinction à 232nm.

**FACTEUR 1 :** *Température*

| F1  | LIBELLES | MOYENNES | GROUPES HOMOGENES |  |   |  |
|-----|----------|----------|-------------------|--|---|--|
| 2.0 | T2       | 0,634    | A                 |  |   |  |
| 1.0 | T1       | 0,625    |                   |  | B |  |

**FACTEUR 2 :** *Nombre de fritures*

| F2  | LIBELLES | MOYENNES | GROUPES HOMOGENES |  |   |  |
|-----|----------|----------|-------------------|--|---|--|
| 3.0 | F5       | 0,642    | A                 |  |   |  |
| 2.0 | F1       | 0,638    | B                 |  |   |  |
| 4.0 | F10      | 0,628    |                   |  | C |  |
| 6.0 | F20      | 0,628    |                   |  | C |  |
| 5.0 | F15      | 0,628    |                   |  | C |  |
| 1.0 | F0       | 0,616    |                   |  | D |  |

**INTER F1\*2 :** *Température-Nombre de fritures*

| F1 F2   | LIBELLES | MOYENNES | GROUPES HOMOGENES |  |   |  |
|---------|----------|----------|-------------------|--|---|--|
| 2.0 3.0 | T2 F5    | 0,657    | A                 |  |   |  |
| 2.0 2.0 | T2 F1    | 0,648    | B                 |  |   |  |
| 2.0 4.0 | T2 F10   | 0,63     |                   |  | C |  |
| 1.0 5.0 | T1 F15   | 0,628    |                   |  | D |  |
| 1.0 6.0 | T1 F20   | 0,628    |                   |  | D |  |
| 2.0 6.0 | T2 F20   | 0,627    |                   |  | D |  |
| 2.0 5.0 | T2 F15   | 0,627    |                   |  | D |  |
| 1.0 2.0 | T1 F1    | 0,627    |                   |  | D |  |
| 1.0 3.0 | T1 F5    | 0,627    |                   |  | D |  |
| 1.0 4.0 | T1 F10   | 0,626    |                   |  | D |  |
| 1.0 1.0 | T1 F0    | 0,616    |                   |  | E |  |
| 2.0 1.0 | T2 F0    | 0,616    |                   |  | E |  |

**Annexe 19 :** Analyse de la variance de l'extinction spécifique à 270 nm.

|                       | S.C.E | DDL | C.M.  | TEST F   | PROBA    | E.T.  | C.V.  |
|-----------------------|-------|-----|-------|----------|----------|-------|-------|
| VAR.TOTALE            | 0,011 | 35  | 0     |          |          |       |       |
| <b>VAR.FACTEUR 1</b>  | 0,009 | 1   | 0,009 | 10267,39 | <b>0</b> |       |       |
| <b>VAR.FACTEUR 2</b>  | 0     | 5   | 0     | 65,965   | <b>0</b> |       |       |
| <b>VAR.INTER F1*2</b> | 0,002 | 5   | 0     | 411,904  | <b>0</b> |       |       |
| VAR.RESIDUELLE 1      | 0     | 24  | 0     |          |          | 0,001 | 0,11% |

**Annexe 20** : Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5% de l'extinction à 270 nm.

**FACTEUR 1** : *Température*

| F1  | LIBELLES | MOYENNES | GROUPES HOMOGENES |   |
|-----|----------|----------|-------------------|---|
| 2.0 | T2       | 0,84     | A                 |   |
| 1.0 | T1       | 0,809    |                   | B |

**FACTEUR 2** : *Nombre de fritures*

| F2  | LIBELLES | MOYENNES | GROUPES HOMOGENES |   |   |
|-----|----------|----------|-------------------|---|---|
| 3.0 | F5       | 0,827    | A                 |   |   |
| 2.0 | F1       | 0,827    | A                 |   |   |
| 4.0 | F10      | 0,826    | A                 | B |   |
| 6.0 | F20      | 0,825    |                   | B |   |
| 5.0 | F15      | 0,825    |                   | B |   |
| 1.0 | F0       | 0,819    |                   |   | C |

**INTER F1\*2** : *Température-Nombre de fritures*

| F1 F2   | LIBELLES | MOYENNES | GROUPES HOMOGENES |   |   |   |
|---------|----------|----------|-------------------|---|---|---|
| 2.0 3.0 | T2 F5    | 0,846    | A                 |   |   |   |
| 2.0 2.0 | T2 F1    | 0,846    | A                 |   |   |   |
| 2.0 4.0 | T2 F10   | 0,844    |                   | B |   |   |
| 2.0 6.0 | T2 F20   | 0,843    |                   | B |   |   |
| 2.0 5.0 | T2 F15   | 0,843    |                   | B |   |   |
| 1.0 1.0 | T1 F0    | 0,819    |                   |   | C |   |
| 2.0 1.0 | T2 F0    | 0,819    |                   |   | C |   |
| 1.0 3.0 | T1 F5    | 0,808    |                   |   |   | D |
| 1.0 2.0 | T1 F1    | 0,808    |                   |   |   | D |
| 1.0 4.0 | T1 F10   | 0,808    |                   |   |   | D |
| 1.0 5.0 | T1 F15   | 0,807    |                   |   |   | D |
| 1.0 6.0 | T1 F20   | 0,807    |                   |   |   | D |

**Annexe 21** : Analyse de la variance du rapport  $E_{232}/E_{270}$ .

|                       | S.C.E | DDL | C.M.  | TEST F   | PROBA    | E.T.  | C.V.  |
|-----------------------|-------|-----|-------|----------|----------|-------|-------|
| VAR.TOTALE            | 0,007 | 35  | 0     |          |          |       |       |
| <b>VAR.FACTEUR 1</b>  | 0,003 | 1   | 0,003 | 1444,643 | <b>0</b> |       |       |
| <b>VAR.FACTEUR 2</b>  | 0,002 | 5   | 0     | 215,786  | <b>0</b> |       |       |
| <b>VAR.INTER F1*2</b> | 0,002 | 5   | 0     | 219,362  | <b>0</b> |       |       |
| VAR.RESIDUELLE 1      | 0     | 24  | 0     |          |          | 0,001 | 0,18% |

**Annexe 22** : Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5% du rapport  $E_{232}/E_{270}$

**FACTEUR 1** : *Température*

| F1  | LIBELLES | MOYENNES | GROUPES HOMOGENES |   |
|-----|----------|----------|-------------------|---|
| 1.0 | T1       | 0,772    | A                 |   |
| 2.0 | T2       | 0,754    |                   | B |

**FACTEUR 2** : *Nombre de fritures*

| F2  | LIBELLES | MOYENNES | GROUPES HOMOGENES |   |   |   |
|-----|----------|----------|-------------------|---|---|---|
| 3.0 | F5       | 0,776    | A                 |   |   |   |
| 2.0 | F1       | 0,77     |                   | B |   |   |
| 6.0 | F20      | 0,761    |                   |   | C |   |
| 5.0 | F15      | 0,761    |                   |   | C |   |
| 4.0 | F10      | 0,76     |                   |   | C |   |
| 1.0 | F0       | 0,752    |                   |   |   | D |

**INTER F1\*2 : Température-Nombre de fritures**

| F1 F2   | LIBELLES | MOYENNES | GROUPES HOMOGENES |   |   |   |   |
|---------|----------|----------|-------------------|---|---|---|---|
| 1.0 6.0 | T1 F20   | 0,778    | A                 |   |   |   |   |
| 1.0 5.0 | T1 F15   | 0,778    | A                 |   |   |   |   |
| 2.0 3.0 | T2 F5    | 0,776    | A                 | B |   |   |   |
| 1.0 2.0 | T1 F1    | 0,775    | A                 | B |   |   |   |
| 1.0 3.0 | T1 F5    | 0,775    | A                 | B |   |   |   |
| 1.0 4.0 | T1 F10   | 0,774    |                   | B |   |   |   |
| 2.0 2.0 | T2 F1    | 0,766    |                   |   | C |   |   |
| 1.0 1.0 | T1 F0    | 0,752    |                   |   |   | D |   |
| 2.0 1.0 | T2 F0    | 0,752    |                   |   |   | D |   |
| 2.0 4.0 | T2 F10   | 0,746    |                   |   |   |   | E |
| 2.0 5.0 | T2 F15   | 0,743    |                   |   |   |   | E |
| 2.0 6.0 | T2 F20   | 0,743    |                   |   |   |   | E |

**Annexe 23 : Analyse de la variance de l'humidité.**

|                  | S.C.E | DDL | C.M.  | TEST F  | PROBA | E.T.  | C.V.   |
|------------------|-------|-----|-------|---------|-------|-------|--------|
| VAR.TOTALE       | 0,109 | 35  | 0,003 |         |       |       |        |
| VAR.FACTEUR 1    | 0,022 | 1   | 0,022 | 103,703 | 0     |       |        |
| VAR.FACTEUR 2    | 0,066 | 5   | 0,013 | 62,08   | 0     |       |        |
| VAR.INTER F1*2   | 0,016 | 5   | 0,003 | 14,836  | 0     |       |        |
| VAR.RESIDUELLE 1 | 0,005 | 24  | 0     |         |       | 0,015 | 21,56% |

**Annexe 24 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5% de l'humidité.****FACTEUR 1 : Température**

| F1  | LIBELLES | MOYENNES | GROUPES HOMOGENES |  |  |  |  |
|-----|----------|----------|-------------------|--|--|--|--|
| 2.0 | T2       | 0,092    | A                 |  |  |  |  |
| 1.0 | T1       | 0,043    | B                 |  |  |  |  |

**FACTEUR 2 : Nombre de fritures**

| F2  | LIBELLES | MOYENNES | GROUPES HOMOGENES |   |   |   |   |
|-----|----------|----------|-------------------|---|---|---|---|
| 6.0 | F20      | 0,14     | A                 |   |   |   |   |
| 5.0 | F15      | 0,107    |                   | B |   |   |   |
| 4.0 | F10      | 0,067    |                   |   | C |   |   |
| 3.0 | F5       | 0,045    |                   |   |   | D |   |
| 2.0 | F1       | 0,029    |                   |   |   | D | E |
| 1.0 | F0       | 0,02     |                   |   |   |   | E |

**INTER F1\*2 : Température-Nombre de fritures**

| F1 F2   | LIBELLES | MOYENNES | GROUPES HOMOGENES |   |   |   |   |
|---------|----------|----------|-------------------|---|---|---|---|
| 2.0 6.0 | T2 F20   | 0,196    | A                 |   |   |   |   |
| 2.0 5.0 | T2 F15   | 0,154    |                   | B |   |   |   |
| 2.0 4.0 | T2 F10   | 0,093    |                   |   | C |   |   |
| 1.0 6.0 | T1 F20   | 0,083    |                   |   | C | D |   |
| 1.0 5.0 | T1 F15   | 0,06     |                   |   |   | D | E |
| 2.0 3.0 | T2 F5    | 0,058    |                   |   |   | D | E |
| 1.0 4.0 | T1 F10   | 0,041    |                   |   |   |   | E |
| 2.0 2.0 | T2 F1    | 0,034    |                   |   |   |   | E |
| 1.0 3.0 | T1 F5    | 0,031    |                   |   |   |   | E |
| 1.0 2.0 | T1 F1    | 0,023    |                   |   |   |   | E |
| 1.0 1.0 | T1 F0    | 0,02     |                   |   |   |   | F |
| 2.0 1.0 | T2 F0    | 0,02     |                   |   |   |   | F |

**Annexe 25 : Analyse de la variance de la densité.**

|                  | S.C.E | DDL | C.M.  | TEST F | PROBA          | E.T.  | C.V.  |
|------------------|-------|-----|-------|--------|----------------|-------|-------|
| VAR.TOTALE       | 0,024 | 35  | 0,001 |        |                |       |       |
| VAR.FACTEUR 1    | 0,003 | 1   | 0,003 | 12,55  | <b>0,00174</b> |       |       |
| VAR.FACTEUR 2    | 0,014 | 5   | 0,003 | 10,743 | <b>0,00002</b> |       |       |
| VAR.INTER F1*2   | 0,001 | 5   | 0     | 0,858  | <b>0,52465</b> |       |       |
| VAR.RESIDUELLE 1 | 0,006 | 24  | 0     |        |                | 0,016 | 1,84% |

**Annexe 26 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5% de la densité.****FACTEUR 1 : Température**

| F1  | LIBELLES | MOYENNES | GROUPES HOMOGENES |  |   |  |
|-----|----------|----------|-------------------|--|---|--|
| 2.0 | T2       | 0,882    | A                 |  |   |  |
| 1.0 | T1       | 0,863    |                   |  | B |  |

**FACTEUR 2 : Nombre de fritures**

| F2  | LIBELLES | MOYENNES | GROUPES HOMOGENES |  |     |  |
|-----|----------|----------|-------------------|--|-----|--|
| 1.0 | F0       | 0,908    | A                 |  |     |  |
| 5.0 | F15      | 0,882    |                   |  | B   |  |
| 6.0 | F20      | 0,874    |                   |  | B C |  |
| 4.0 | F10      | 0,872    |                   |  | B C |  |
| 3.0 | F5       | 0,853    |                   |  | C D |  |
| 2.0 | F1       | 0,847    |                   |  | D   |  |

**Annexe 27 : Analyse de la variance de la viscosité.**

|                  | S.C.E  | DDL | C.M.  | TEST F | PROBA          | E.T.  | C.V.  |
|------------------|--------|-----|-------|--------|----------------|-------|-------|
| VAR.TOTALE       | 36,04  | 35  | 1,03  |        |                |       |       |
| VAR.FACTEUR 1    | 3,076  | 1   | 3,076 | 37,77  | <b>0</b>       |       |       |
| VAR.FACTEUR 2    | 25,902 | 5   | 5,18  | 63,6   | <b>0</b>       |       |       |
| VAR.INTER F1*2   | 5,107  | 5   | 1,021 | 12,54  | <b>0,00001</b> |       |       |
| VAR.RESIDUELLE 1 | 1,955  | 24  | 0,081 |        |                | 0,285 | 0,76% |

**Annexe 28 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5% de la viscosité.****FACTEUR 1 : Température**

| F1  | LIBELLES | MOYENNES | GROUPES HOMOGENES |  |   |  |
|-----|----------|----------|-------------------|--|---|--|
| 2.0 | T2       | 38,002   | A                 |  |   |  |
| 1.0 | T1       | 37,418   |                   |  | B |  |

**FACTEUR 2 : Nombre de fritures**

| F2  | LIBELLES | MOYENNES | GROUPES HOMOGENES |  |   |  |
|-----|----------|----------|-------------------|--|---|--|
| 6.0 | F20      | 39,175   | A                 |  |   |  |
| 5.0 | F15      | 38,479   |                   |  | B |  |
| 4.0 | F10      | 37,45    |                   |  | C |  |
| 3.0 | F5       | 37,283   |                   |  | C |  |
| 2.0 | F1       | 37,195   |                   |  | C |  |
| 1.0 | F0       | 36,679   |                   |  | D |  |

**INTER F1\*2 : Température-Nombre de fritures**

| F1 F2   | LIBELLES | MOYENNES | GROUPES HOMOGENES |   |   |   |   |   |
|---------|----------|----------|-------------------|---|---|---|---|---|
| 2.0 6.0 | T2 F20   | 40,164   | A                 |   |   |   |   |   |
| 2.0 5.0 | T2 F15   | 39,088   |                   | B |   |   |   |   |
| 1.0 6.0 | T1 F20   | 38,186   |                   |   | C |   |   |   |
| 1.0 5.0 | T1 F15   | 37,869   |                   |   | C | D |   |   |
| 2.0 4.0 | T2 F10   | 37,566   |                   |   |   | D |   |   |
| 1.0 4.0 | T1 F10   | 37,334   |                   |   |   | D | E |   |
| 2.0 3.0 | T2 F5    | 37,289   |                   |   |   | D | E |   |
| 1.0 3.0 | T1 F5    | 37,276   |                   |   |   | D | E |   |
| 2.0 2.0 | T2 F1    | 37,228   |                   |   |   | D | E |   |
| 1.0 2.0 | T1 F1    | 37,162   |                   |   |   | D | E |   |
| 1.0 1.0 | T1 F0    | 36,679   |                   |   |   |   |   | E |
| 2.0 1.0 | T2 F0    | 36,679   |                   |   |   |   |   | E |

---

## *Résumé*

Le présent travail traite la stabilité de l'huile végétale « elio » au cours des fritures répétées mené à deux températures 170°C et 190°C.

Les résultats obtenus montrent que le processus thermo-oxydatif appliqué a induit la modification de quelques paramètres physico-chimiques ; ce qui se traduit par une modification significative de la qualité de l'huile. Toutefois, il est important de signaler que la formation et l'accumulation des produits secondaires d'oxydation, jugés néfastes pour la santé, dans les bains de friture ne sont pas favorisées lors de la friture à température modérée (170°C).

**Mots clés :** Huile végétale, friture, température, altération, stabilité thermo-oxydative.

---

## *Summary*

This work deals with the stability of vegetable oil "elio" during the repeated frying conducted at two temperatures 170°C and 190°C.

The results obtained show that the thermo-oxidative process applied induced modification of some physico-chemical parameters ; which results in a significant change in the quality of the oil. However, it is important to note that the formation and accumulation of oxidation byproducts considered harmful to health, in the frying baths are not favored when moderate temperature frying (170°C).

**Keywords :** Vegetable oil, frying temperature, weathering, thermo-oxidative stability.