

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

*Faculté des Sciences biologiques et des Sciences Agronomiques*

*Département d'agronomie*



# Mémoire de fin d'études



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

*En Sciences de la nature et de la vie*

*Filière : science alimentaire*

*Option : Agro-alimentaire et contrôle de qualité*

## Thème

*Effet de rapport frites / volume sur la qualité de l'huile « LaBelle » pendant des fritures répétées*

*Proposé et dirigé par :*

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

*Présenté par :*

*M<sup>elle</sup> BOUHADAD Fatiha*

*M<sup>elle</sup> IMRAHENE Nadia*

*Devant le jury :*

*Président : Mme REMANE Y*

*Maître assistance à l'UMMTO*

*Examinatrice : Mme BENTAYEB S*

*Maître assistance à l'UMMTO*

*Promotion : 2017 – 2018*

## ***REMERCIEMENTS***

Nous tenons à remercier le bon dieu de nous avoir donnés le courage pour mener à terme ce modeste travail. .

Nous voudrions exprimer nos vives gratitudees et nos sincères remerciements à :

**Mme REMANE**, d'avoir accepté de présider notre jury.

**Mme BENTAYEB**, examinatrice d'avoir acceptés d'examiner notre travail.

**Mr SADOUDI R**, notre promoteur d'avoir accepter de nous encadré.

Tous les membres du laboratoire des analyses physico-chimiques de département biologie à l'UMMTO.

Nous voulons également remercier nos familles et nos amis pour leurs soutiens

Enfin, nous remercions particulièrement nos parents, pour leurs soutiens inconditionnels tout au long de ces longues années d'études.

# **D**édicaces

***Je dédie ce modeste travail à :***

***Mes chers parents***

***Mes frères***

***Mes sœurs***

***Mon binôme : Nadia et sa famille***

***Mes oncles et leurs femmes***

***Mes amis***

***Toute la promotion 5émeannée Sciences Alimentaires***

***Enfin, à toute personne qui m'aime.***



***Fatiha***

# **D**édicaces

***Je dédie ce modeste travail à :***

***Mes chers parents***

***Ma chère grande mère***

***La mémoire de mon oncle***

***Mes frères : Kamal, Ahmed et Hocine***

***Mes sœurs : Henia, Malika, Zohra, Samia, Djamila,***

***Kenza et Dyhia***

***Mon binôme : Fatiha et sa famille***

***Mes cousins et cousines***

***Mes oncles et leurs femmes***

***Mes amis : Zohir, Zina et Hania***

***Toute la promotion 5<sup>ème</sup> année Sciences***

***Alimentaires***

***Enfin, à toute personne qui m'aime.***

***Nadia***





## Liste des tableaux

N°	Titre du tableau	Pages
I	Les points du fumée et points d'éclaire des quelques huiles.	3
II	Composition en AG de l'huile de soja (% en poids)	3
III	Principales constantes physico-chimiques de l'huile de soja de l'huile brute.	4
IV	Production, consommation et exploitation des huiles végétales alimentaires dans le monde selon la FAO.	4
V	Les différentes marques des huiles alimentaires commercialisées en Algérie.	5
VI	Caractéristiques mentionnées sur l'étiquette de l'emballage de l'huile	17
VII	Composition chimique de la pomme de terre.	18
VIII	Conditions expérimentales des essais de fritures.	19
IX	Rapport quantité de frites sur volume d'huile.	20
X	Caractéristiques sensorielles des frites et des bains de fritures pour le rapport 1 / 4 et 1/7.	29
XI	Résultats des indices chimiques des bains de fritures pour le rapport 1 / 4 et 1/7.	32
XII	Analyse de variance d'indice d'acide	33
XIII	Analyse de variance d'indice d'iode	35
XIV	Analyse de variance d'indice de peroxyde	38
XV	Analyse de variance d'indice de saponification	40
XVI	Résultats des indices physiques des bains de fritures, rapport 1 / 4 et 1/7.	41
XVII	Extinctions spécifiques à E <sub>232</sub> nm et E <sub>270</sub> nm d'huile fraîche et des huiles de bains de fritures pour les rapports 1/4 et 1/7.	47
XVIII	Analyse de variance d'extinction à 232 nm	49
XIX	Analyse de variance d'extinction à 270 nm	51

## Liste des figures

N°	Titre de la figure	Page
1	Représentation graphique de la composition en acides gras de quelques huiles végétales.	1
2	Schématisation de la cinétique d'oxydation des acides gras insaturés	7
3	Schéma général des réactions d'auto-oxydation des AGI	9
4	Mécanisme d'initiation de la peroxydation des lipides par l'activité lipoxygénase	11
5	Différentes types de friteuses	16
6	Les bâtonnets de pomme de terre (photo originale)	18
7	Friteuse, huile et frites (photos originale)	19
8	Etuve extérieure et intérieure (photo originale)	24
9	Viscosimètre (photo originale)	25
10	Spectrophotomètre UV visible (photo originale)	27
11	Testo 270 (photos originale)	28
12	Les bains de friture pour les deux rapports 1/4 et 1/7 (photo originale)	31
13	La différence de la couleur des frites du rapport 1/4 (photos originale)	31
14	La différence de la couleur des frites du rapport 1/7 (photos originale)	31
15	Evolution de l'indice d'acide en fonction de nombre de friture	33
16	Evolution de l'indice d'iode en fonction du nombre de fritures	34
17	Evolution d'indice de peroxyde en fonction de nombre de fritures	36
18	Evolution d'indice de saponification en fonction de nombre de friture	38
19	Evolution de l'humidité en fonction du nombre de fritures	41
20	Evolution densité en fonction des fritures	42
21	Evolution de la viscosité en fonction de nombre de fritures	44
22	Evolution des composés polaires en fonction de nombre de fritures	46
23	Evolution de l'extinction spécifique à 232nm en fonction du nombre de fritures pour les deux rapports	48
24	Evolution de l'extinction spécifique à 232nm en fonction du nombre de fritures pour les deux rapports	49

## Liste des abréviations

**°C:** degré Celsius.

**°F:** Fahrenheit.

**AFNOR:** Association française de normalisation.

**AG :** Acide gras.

**AGE :** Acide gras essentiel.

**AGI :** Acide gras insaturé.

**AGL :** Acide gras libre.

**AGMI:** Acide gras mono insaturé.

**AGPI :** Acide gras polyinsaturé.

**AGS :** Acide gras saturé.

**AGT :** Acides gras totaux.

**CG :** Corps gras.

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

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

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

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

**ISO :** International Standards Organisation.

**MG :** Matière grasse.

**R° :** Radical libre d'acide gras.

**ROO°:** Radical peroxy.

**ROOH:** Hydroperoxydes.

**Sen :** Sensibilisateur.

**TG :** Triglycérides.

**TPC :** Taux des composés polaires.





# SOMMAIRE

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction ..... 1

## *SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE*

**I. Les huiles végétales..... 2**

I.1. Généralités ..... 2

I.2. Huile de soja ..... 3

I.3. Production des huiles dans le monde..... 4

I.4. Les différentes marques des huiles alimentaires commercialisées en Algérie ..... 4

**II. Oxydation des huiles..... 6**

II.1. Définition de l'oxydation des lipides ..... 6

II.2. Les facteurs déclenchant ou aggravants de l'oxydation..... 6

II.3. Composés formés..... 6

II.4. Mécanismes généraux de l'oxydation des lipides..... 7

II.4.1. Auto-oxydation..... 7

III.4.1.1. Mécanisme réactionnel de l'oxydation des lipides..... 8

II.4. 2. Photo-oxydation ..... 10

II.4. 3. Voie enzymatique..... 10

II.5. Contrôle de l'évolution de ces phénomènes ..... 11

**III. La friture ..... 13**

III.1. Définition de la friture ..... 13

III.2. Intérêts de friture ..... 13

III.3. Les huiles pour friture..... 13

III.4. Vieillessement ..... 14

III.5. Les friteuses ..... 15

III.5.1. Définition ..... 15

III.5.2. Les différents types de friteuses .....	15
III.5.2.1. Les friteuses classiques à l'ancienne .....	15
III.5.2.2. Les friteuses électriques à huile .....	15
III.6.3. Les friteuses sans huile ou à air chaud pulsé .....	15
III.6. L'opération de friture .....	16

## ***PARTIE EXPERIMENTALE***

I. Matériel et méthodes .....	17
I.1. Objectif de l'étude, choix d'huile et d'aliment .....	17
I.2. Réalisation des fritures .....	18
I.3. Méthodes d'analyses .....	21
I.3.1. Les analyses chimiques .....	21
I.3.1.1. Acidité .....	21
I.3.1.2. Indice de peroxyde .....	22
I.3.1.3. Indice d'iode .....	22
I.3.1.4. Indice de saponification .....	23
I.3.2. Les analyses physiques .....	24
I.3.2.1. Teneur en eau et matières volatils .....	24
I.3.2.2. Détermination de la viscosité .....	25
I.3.2.3. Détermination de la densité .....	26
I.3.2.4. Détermination de l'extinction spécifique dans l'ultraviolet .....	26
I.3.2.5. Mesure du taux des composés polaires .....	27

## ***Résultats et discussion***

I. Evolution des caractères organoleptiques .....	29
II. Evolution des indices chimiques .....	32
II.1. Indice d'acide .....	32
II.2. Indice d'iode.....	34
II.3. Indice peroxyde .....	36
II.4. Indice de saponification.....	38
III. Evolution des indices physiques .....	40
III.1. Evolution de l'humidité .....	40
III.2. Densité .....	42
III.3. Viscosité .....	43
III.4. Composés polaires .....	45
III.5. Extinction spécifique dans l'ultraviolet .....	47
III.5.1. Evolution de l'extinction à 232nm .....	47
III.5.2. Evolution de l'extinction à 270nm .....	49
Conclusion .....	52

### **Références bibliographiques**

### **Annexes**

### **Résumé**



## **Introduction**

## **Introduction**

Les huiles et graisses végétales jouent un rôle majeur dans notre alimentation ; nous les consommons directement sous forme d'huile raffinée ou vierge, ou bien indirectement via de nombreux produits de l'industrie agroalimentaire. Le consommateur que nous sommes, se montre de plus en plus exigeant en termes de qualité ; la sécurité alimentaire et les aspects nutritionnels sont au centre des préoccupations sociétales actuelles.

L'oxydation des lipides est l'une des principales causes de l'altération de la qualité des aliments ; cette réaction de détérioration diminue la valeur nutritionnelle, altère le goût, modifie la texture et l'aspect de la denrée alimentaire (*WARNER et al., 1989*). Ces réactions d'altération concernent essentiellement les huiles végétales raffinées riches en acides gras polyinsaturés (*GERTZ et al., 2000*)

Ces huiles sont susceptibles de subir des modifications lorsqu'elles sont soumises à un traitement thermo-oxydatif, comme dans le cas des fritures (*OLOGAN, 2002*). De nombreuses méthodes d'analyses sont couramment utilisées pour mesurer l'oxydation des lipides. (*SHAHIDI et WANASUNDARA, 2002*).

Le présent travail de mémoire de fin d'étude est consacré à l'étude de l'effet du rapport quantité d'aliment / volume d'huile sur les caractéristiques physico-chimiques de l'une des huiles de friture commercialisées dans notre pays durant des essais de fritures. Dans cette étude, on a opté pour une huile 100% soja, dénommée « *LaBelle* ».



**Partie bibliographique**

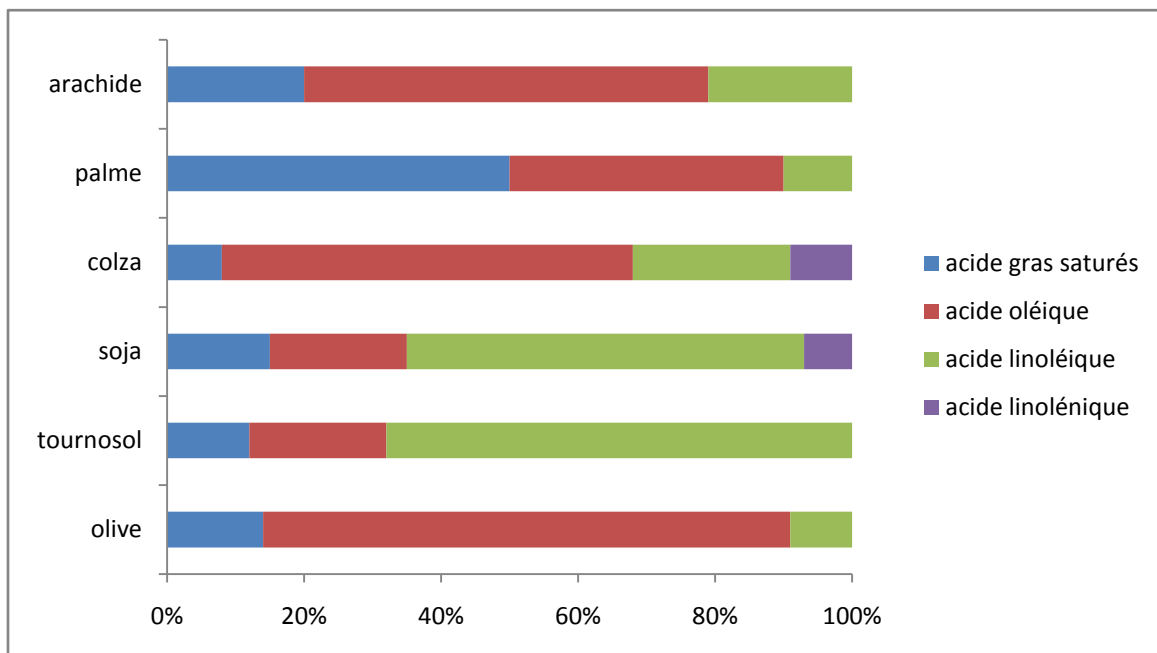
## ***I. Les huiles végétales***

## I. Les huiles végétales

### I.1. Généralités

L'huile est une matière grasse onctueuse, insoluble dans l'eau et généralement liquide à la température ambiante. Les huiles végétales alimentaires contiennent des molécules, appelées acides gras (AG), dans des proportions différentes selon leur origine (*LAMBERT, 2005*).

Une huile est composée de divers constituants. Les triglycérides (TG) sont très majoritaires (95-99%) : ils sont composés de glycérol (3-5%) et d'AG (90-95%). D'autres constituants sont naturellement présents en plus faible quantité : des lipides à caractère polaire, tels que les phospholipides (0,1-0,2%) et des composés dits insaponifiables appartenant à une fraction non glyceridique (0,1 - 3%) principalement représentés par les stérols et les tocophérols et tocotrienols ; mais contenant également des caroténoïdes, des alcools terpéniques, des composés phénoliques, etc. (*MORIN, 2012*). Au point de vue de leur composition en AG on peut différencier les huiles végétales comme suit :



**Figure 1:** Représentation graphique de la composition en acides gras de quelques huiles végétales (*GRAILLE, 2003*).

Le tableau suivant montre les points du fumée et points d'éclair des quelques huiles végétales :

**Tableau I** : Les points du fumée et points d'éclair des quelques huiles (*GRAILLE, 2003*).

Huile	Point du fumée (°C)	Point d'éclair (°C)
Colza	218	317
Arachide	207	315
Soja	213	317
Tournesol	209	316
Palme	223	314

## I.2. 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. Fraîche, elle a une saveur assez prononcée de haricot qui s'atténue peu à peu. Elle est riche en acides gras polyinsaturés (AGPI) et notamment en acide gras essentiel (AGE), tel l'acide  $\alpha$ -linoléique. Elle est recommandée pour les assaisonnements (*COSSUT et al, 2002*).

Cette huile est riche en acides gras insaturés (AGI), particulièrement en acide linoléique (50-62%) et  $\alpha$ -linoléique (4-10%) et donc pauvre en acide gras saturés (AGS). La présence d'acide  $\alpha$ -linoléique fait souvent l'huile de soja dans le groupe des huiles siccatives. Cette huile est caractérisée par une grande diversité d'espèces moléculaires de triacylglycérols.

**Tableau II** : composition en AG de l'huile de soja (% en poids) (*CLAUDE, 2012*).

Acide gras	%en poids
Acide palmitique 16 :0	8-13
Acide stéarique 18 :0	2-5
Acide oléique 18 :1 (n-9)	17-26
Acide linoléique 18 :2 (n-6)	50-62
Acide linoléique 18 :3 (n-3)	4-10
Acide arachidique 20 :0	< 1

## Partie bibliographique

L'huile de soja a des propriétés physico-chimiques et certaines de ces propriétés sont représentés dans le tableau III :

**Tableau III** : Principales constantes physico-chimiques de l'huile de soja de l'huile brute (Codex alimentarius, 1999).

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

### I.3. Production des huiles dans le monde

Selon la FAO, la production de soja a augmenté plus rapidement que celle de colza, de tournesol et d'arachide, entraînant une concentration accrue du secteur. Le tableau suivant donne la production, consommation et exploitation des huiles végétales dans le monde (millions tonne) :

**Tableau IV** : Production, consommation et exploitation des huiles végétales alimentaires dans le monde selon la FAO.

	Production	Consommation	Exploitation
2015	179.1	178.8	70.3
2016	183.1	183.1	71.7
2017	186.9	186.7	73.2

#### **I.4. Les différentes marques des huiles alimentaires commercialisées en Algérie**

Les différentes compositions des huiles alimentaires fabriquées en Algérie sont représentées dans le tableau V ci-dessous :

**Tableau V** : les différentes marques des huiles alimentaires commercialisées en Algérie

<b>Les marques</b>	<b>Nature d'huile</b>
La Belle	100% soja
Lynor	100% soja
Elio	80% soja ; 20% tournesol
Fleurial	100% tournesol
Afia	95% soja ; 5% maïs
Safia	100% soja

## *II. Oxydation des huiles*

## II. Oxydation des huiles

### II.1. Définition de l'oxydation des lipides

L'oxydation des lipides est une altération chimique entraînant la formation de peroxydes et d'hydroperoxydes puis la libération de petites molécules de type aldéhyde et cétone. Elle provient de l'effet de l'oxygène de l'air sur les doubles liaisons des acides gras insaturés. Il s'agit d'une réaction en chaîne complexe, évolutive et irréversible. (ANONYME, 2008).

Ces altérations se traduisent sur le plan organoleptique par une modification de l'odeur, du goût et même de la couleur : apparition d'une odeur de rance, d'un goût métallique, d'un goût de « suiffage », blanchiment de l'huile (oxydation des carotènes, pigments oranges). (ANONYME, 2008).

### II.2. Les facteurs déclenchant ou aggravants de l'oxydation

Les facteurs influençant et déclenchant l'oxydation des lipides sont :

- \*L'aération par renouvellement de l'oxygène disponible (ouverture des flacons ou pots).
- \*La lumière (les ultras violets), d'où l'intérêt des contenants opaques et de la conservation dans un lieu sombre.
- \*La température.
- \*La présence de certains métaux (fer et cuivre),
- \*La présence de certains photosensibilisateurs (chlorophylle, certains colorants, certaines vitamines).
- \* Composition en acides gras (plus il y aura de liaisons insaturées, plus fragile sera l'huile), présence de composés antioxydants (tocophérols, phytostérols, etc.), présence d'acides gras libres. (ANONYME, 2008).

### II.3. Composés formés

Les premiers produits formés suite à l'action de l'oxygène activé sur les doubles liaisons des chaînes d'acides gras, sont des composés peroxydés instables, les hydroperoxydes, dont la structure va dépendre de la nature des acides gras ciblés (acides mono-, di-, tri- ou polyinsaturés).

Les radicaux alcoxyles qui en dérivent par scission, conduisent à de multiples produits secondaires dont la nature et les proportions dépendent de différents paramètres. Parmi ces produits, apparaissent des molécules volatiles (principalement des aldéhydes, hydrocarbures, alcools, acides...) qui modifient la flaveur d'origine des corps gras. Le groupe de produits

volatils le plus important en quantité (quelques centaines de ppb ou g/kg) est celui des aldéhydes (de C5 à C12) d'où la notion de « rancissement aldéhydique » (par opposition au rancissement butyrique des produits laitiers fermentés). Le seuil de perception de ces produits dans les corps gras est très faible.

Les composés secondaires d'oxydation non volatils sont principalement des triglycérides oxydés monomères comportant au moins un acide gras altéré porteur d'un groupement fonctionnel de type hydroxyle, carbonyle ou époxyde. (ANONYME, 2016).

#### II.4. Mécanismes généraux de l'oxydation des lipides

L'oxydation des lipides peut résulter de plusieurs voies réactionnelles en fonction du milieu et des agents initiateurs :

- l'auto-oxydation catalysée par la température, les ions métalliques, les radicaux libres ;
- la photo-oxydation, initiée par la lumière en présence de photosensibilisateurs
- l'oxydation enzymatique initiée par la lipoxygénase.

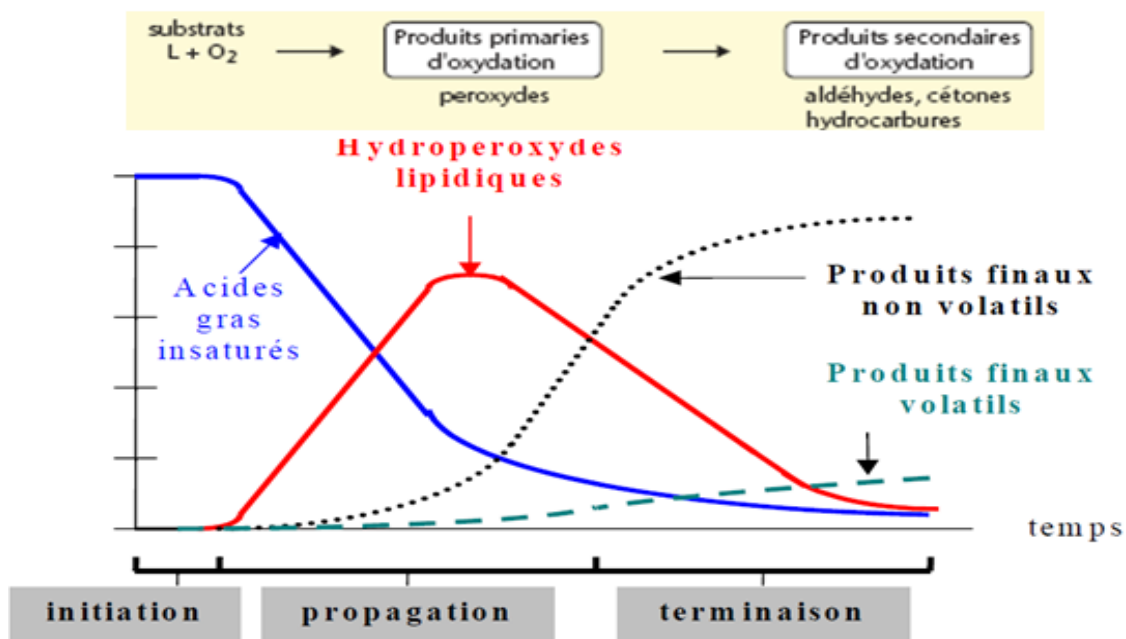


Figure 2 : Schématisation de la cinétique d'oxydation des acides gras insaturés (EYMARD, 2003).

##### II.4.1. Auto-oxydation

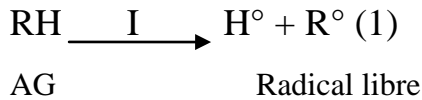
L'oxydation des lipides est une réaction auto-catalytique. Il s'agit d'un enchaînement de réactions radicalaires se déroulant en trois étapes. Une première réaction produit un radical libre par élimination d'un hydrogène de l'acide gras (initiation).

Puis les réactions s'enchaînent pour produire plusieurs radicaux libres (propagation) qui se combinent pour former des composés non radicalaires (terminaison).

### II.4.1.1. Mécanisme réactionnel de l'oxydation des lipides

#### Initiation

En présence d'un initiateur (I), les lipides insaturés (RH) perdent un atome d'hydrogène pour former un radical libre de lipide (R°)



Ce mode d'initiation, favorisé par une élévation de température, peut être produit par des radiations ionisantes, des générateurs chimiques, des systèmes enzymatiques ou chimiques produisant des espèces activées de l'oxygène, ou de traces métalliques.

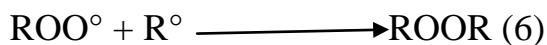
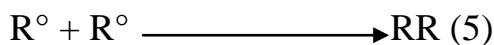
#### Propagation :

Les radicaux libres formés fixent l'oxygène moléculaire et forment des radicaux libres peroxy instables (2) qui peuvent réagir avec une nouvelle molécule d'acide gras pour former des hydroperoxydes (3).



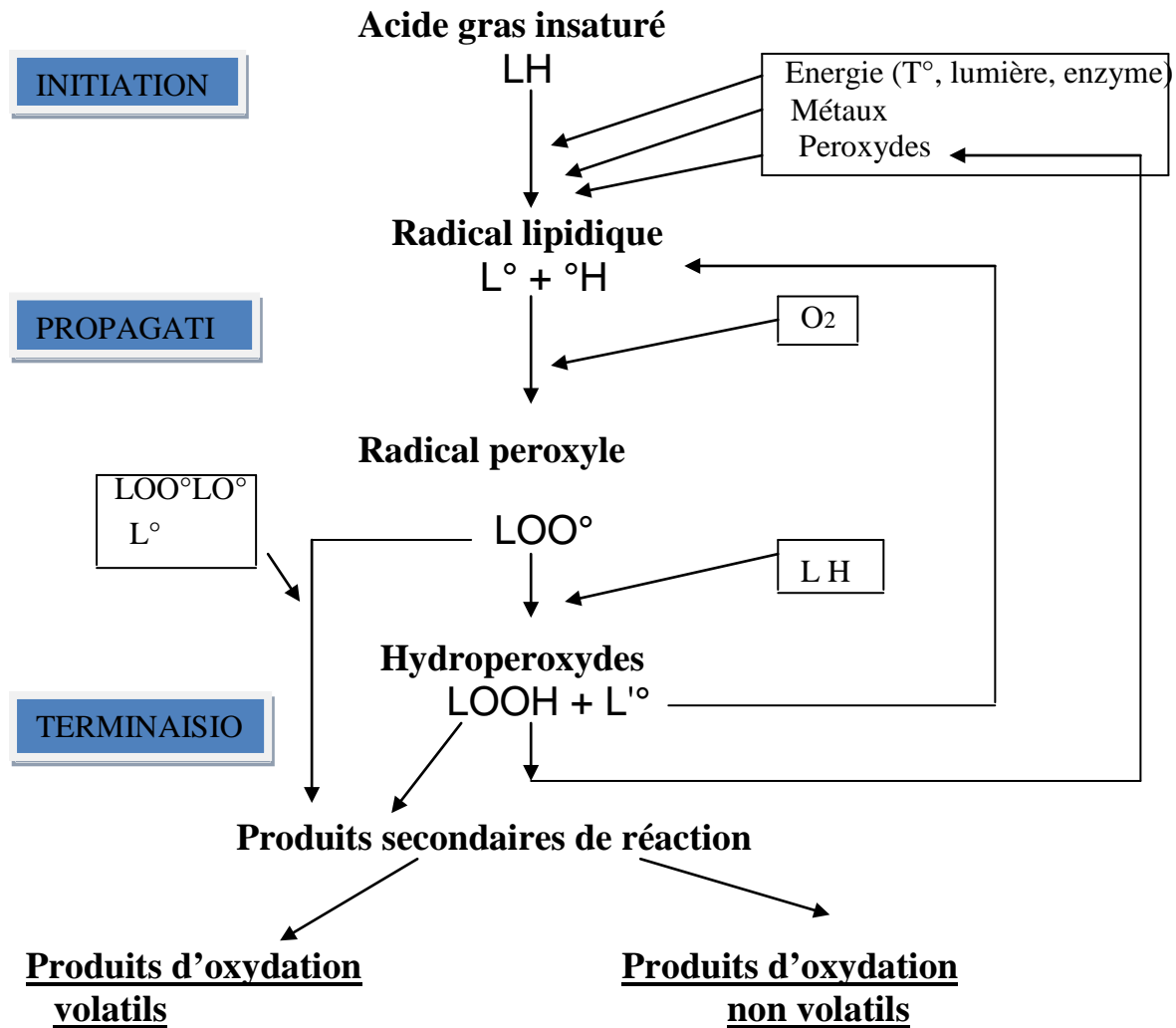
#### Terminaison :

Les radicaux formés réagissent entre eux pour conduire à un produit qui n'est pas un radical libre.



Les hydroperoxydes peuvent également se décomposer par scission homolytique de la liaison O-O pour former un radical alcoyl et un radical hydroxyle. Le radical alcoyl réagit avec d'autres substrats et propage la réaction en chaîne. Il peut également subir une scission carbone-carbone de part et d'autre du radical pour former un radical alkyl et un radical vinyloxy.

Le radical alkyl peut réagir avec un hydrogène, un radical hydroxyle ou une molécule d'oxygène générant ainsi des hydrocarbures, des alcools et d'autres hydroperoxydes. Le radical vinyle peut réagir avec un radical hydroxyle, un radical hydrogène ou l'oxygène moléculaire pour générer des aldéhydes et des hydrocarbures. (BOLLAND *et al*, 1946).



Aldéhydes  
Alcools  
Cétones  
Hydrocarbures  
Acides  
Esters

Oxy-monomères/-dimère  
Epoxydes  
Ether-oxydes (LOL')

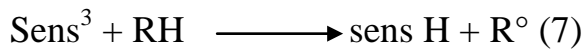
Figure 3 : Schéma général des réactions d'auto-oxydation des AGI (EYMARD, 2003).

#### II.4.2. Photo-oxydation

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

Les photosensibilisateurs (Sens) absorbent l'énergie lumineuse et passent à l'état triplet excité (Sens<sup>3</sup>) (*HULTIN, 1994*). Les photosensibilisateurs interviennent dans l'oxydation des lipides selon deux types de mécanismes (*FRANKEL, 1998*).

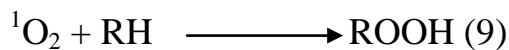
Les photosensibilisateurs de type I, telle que la riboflavine, agissent comme les radicaux libres initiateurs. Dans leur état triplet, elles arrachent un atome d'hydrogène ou un électron aux molécules lipidiques pour former un radical capable de réagir avec l'oxygène (7).



Selon le second mécanisme, les molécules photosensibles de type II, telles que la chlorophylle et l'érythrosine, réagissent dans leur état excité (Sens<sup>3</sup>) avec l'oxygène triplet (8) auquel elles transfèrent leur énergie pour donner de l'oxygène singulet (<sup>1</sup>O<sub>2</sub>).



L'oxygène singulet ainsi formé est très électrophile et peut réagir directement sur un acide gras insaturé (RH) formant ainsi un hydroperoxyde ROOH (9).



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 (*FRANKEL, 1998*).

#### II.4.3. Voie enzymatique

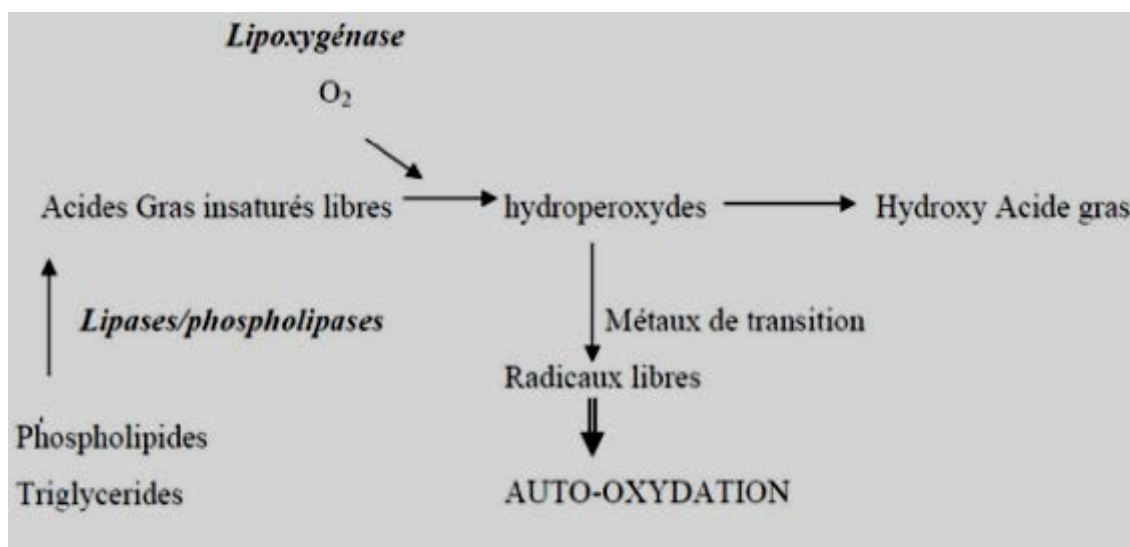
Le phénomène d'oxydation des acides gras insaturés peut être d'origine enzymatique. Les deux enzymes principalement impliquées sont la lipoxygénase et la cyclooxygénase (*HULTIN, 1994*).

La lipoxygénase catalyse l'insertion d'une molécule d'oxygène sur un acide gras insaturé selon une réaction stéréospécifique et aboutit à la formation d'hydroperoxydes. Elle agit spécifiquement sur les acides gras non estérifiés. Son activité est donc souvent couplée avec celle des lipases et phospholipases. La cyclooxygénase est une lipoxygénase qui incorpore

deux molécules d'oxygène au niveau d'un acide gras pour former des hydroperoxydes spécifiques.

L'oxydation enzymatique se produit même à basse température. Durant le stockage à l'état congelé l'activité enzymatique est très faible. Cependant, une fois la décongélation amorcée et des températures de 0°C à 4°C atteintes, il semblerait que cette activité reprenne et s'accroisse (*FRANKEL, 1998*).

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



**Figure 4 :** Mécanisme d'initiation de la peroxydation des lipides par l'activité lipoxygénasique (*GERMAN et KINSELLA, 1985*)

## II.5. Contrôle de l'évolution de ces phénomènes

Les méthodes analytiques mises en œuvre pour suivre ces réactions sont généralement physico-chimiques et permettent de doser les produits de dégradations formés dans le cas de l'auto-oxydation, l'indice de peroxyde est une mesure sensible, utile pour évaluer l'état d'oxydation (en phase d'initiation) d'une huile raffinée ou pour suivre le comportement d'un corps gras stocké à température peu élevée (phase de propagation).

Cependant, cet indice ne peut rendre compte du passé oxydatif du corps gras. Un corps gras fraîchement raffiné a un indice de peroxyde inférieur à 1 milliéquivalent d'O<sub>2</sub> par kg, peut atteindre 2 ou 3 meq/kg après conditionnement et transport, 5 ou 10 meq/kg en fin d'un stockage de 12 mois dans son emballage d'origine, sans pour autant présenter de défaut inacceptable sur le plan sensoriel.

Précisons ici que les hydroperoxydes sont présents à des teneurs de l'ordre de la ppm et qu'ils ne présentent aucun caractère toxique à ce niveau.

En ce qui concerne les composés secondaires d'oxydation, de nombreux indices chimiques permettent de doser les aldéhydes (indices de paranisidine, test TBA, indice de carbonyle...) mais avec une sensibilité et un domaine d'application parfois réduits. L'analyse des composés volatils par espace de tête dynamique et chromatographie en phase gazeuse permet de rechercher et de doser les traceurs du rancissement (aldéhydes, hydrocarbures) et constitue de ce fait, une méthode intéressante et sensible. (*ITERG 2016*).

### *III. La friture*

### **III. La friture**

#### **III.1. Définition de la friture**

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). C'est une méthode de préparation des aliments très ancienne et des plus appréciées, partout à travers le monde. Elle permet une évaporation de l'eau à la surface des aliments, les déshydrate en surface pour en former une croûte (*SAGUY et DANA, 2003*).

#### **III.2. Intérêts de friture**

La friture est principalement utilisée pour réaliser des transformations qui augmentent : la digestibilité des aliments en facilitant leur trituration et leur assimilation dans le tractus (coagulation des protéines et de l'amidon), la palatabilité des aliments par le développement de textures, couleurs et saveurs, la stabilisation de matières premières ou aliments par l'abaissement de la teneur en eau du matériau et l'inactivation des micro-organismes. (*GRAILLE, 2003*)

Suivant l'application envisagée, le procédé de la friture pourra être intégré dans : les de opération de cuisson (terme générique utilisé ici pour les opérations de transformation des aliments par la chaleur), les opérations de séchage non conventionnel et enfin dans les opérations de stabilisation des aliments (pasteurisation, déshydratation, formation) (*GRAILLE, 2003*)

#### **III.3. Les huiles pour friture**

Toutes les huiles ne conviennent pas en friture, car elles ne supportent pas la chaleur. Il convient donc d'utiliser une huile thermorésistante. En général, les huiles foncées, comme l'huile d'olive extra vierge ou l'huile de sésame sont à éviter. Les huiles claires avec un point de fumée élevé sont recommandées.

Une huile de friture doit être la moins polyinsaturée possible, afin de prolonger sa qualité. En revanche, les huiles riches en acides gras saturés sont les plus stables à la friture, donc possèdent une durée de réutilisation plus longue (*ANONYME, 2017*).

Il est possible de réutiliser une huile deux ou trois fois pour la friture mais il est recommandé de la filtrer pour éliminer les petites particules. (*ANONYME, 2017*).

### **III.4. Vieillessement**

Par ailleurs, 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 foncée, épaisse ou visqueuse, peut contenir des dépôts et peut avoir une saveur âcre (ROSSELL, 2001).

L'eau libérée par les aliments lors de la friture, réagit avec les constituants de l'huile et libère des composés polaires, plus susceptibles à l'oxydation et à la détérioration thermique induisant leur accumulation dans les bains de friture. Il importe de préciser que le mode de conduite de la friture affecte la qualité de l'huile ; les variations de températures augmentent son degré d'oxydation (VARELA *et al*, 1988).

Selon la législation de différents pays, une huile contenant entre 24% et 30% de composés polaires est impropre à la consommation (ROSSELL, 2001).

L'huile vieillie est moins fluide, donc plus visqueuse ; elle s'égoutte moins, ce qui facilite son adsorption sur l'aliment frit, qui devient plus gras (ZIAIFAR, 2008).

La filtration permet d'enlever les éléments carbonisés, mais pas les composés polaires (d'où l'importance d'échanger l'huile régulièrement puisque la filtration seule n'est pas toujours suffisante) (FRIEDMAN, 2000).

### **III.5. Les friteuses**

#### **III.5.1. Définition**

La friteuse est un ustensile de cuisine utilisé pour frire les aliments. Depuis son invention au milieu du 19<sup>ème</sup> siècle, elle a connu d'importantes évolutions, notamment lorsque sont apparus les premiers modèles électriques au 20<sup>ème</sup> siècle et que s'est répandu l'usage du thermostat. Les thermostats oscillent entre 150° et 190°, ce qui permet de couvrir la température de cuisson de toutes les variétés de fritures.

#### **III.5.2. Les différents types de friteuses**

Au fur et à mesure des avancées technologiques, sont apparus différents types de friteuses présentant des caractéristiques diverses.

##### **III.5.2.1. Les friteuses classiques à l'ancienne**

Composée d'une marmite, d'un panier et parfois d'un couvercle, la friteuse classique s'utilise sur la plaque de cuisson. Il suffit de la remplir d'huile, de la chauffer et d'y plonger les aliments une fois que l'huile est chaude.

### **III.5.2.2. Les friteuses électriques à huile**

Elles permettent de frire une grande variété d'aliments. Elles présentent le même principe de fonctionnement que celui des friteuses traditionnelles, mais l'huile est chauffée par des résistances situées dans la friteuse.

### **III.6.3. Les friteuses sans huile ou à air chaud pulsé**

Des friteuses sans huile sont apparues depuis une dizaine d'années. Elles permettent de réduire la quantité de matière grasse dans la préparation des fritures. Ces modèles à air chaud pulsé cuisent les frites avec peu d'huile.



**Figure 5:** Différentes types de friteuses

### III.6. L'opération de friture

La friture consiste à tremper un aliment dans un bain d'huile chaude. La température idéale est d'environ 175-190°C (350-375°F). A cette température, la surface de l'aliment est cuite presque instantanément ; il s'y forme une croûte empêchant l'huile du bain de pénétrer au cœur de l'aliment à frire. En même temps, l'humidité de cet aliment est transformée en vapeur, ce qui empêche l'absorption de l'huile, ce qui permet de préparer des aliments moins riches en lipides. Les extrêmes de températures engendrent des anomalies ; ainsi, une température de friture trop basse favorise l'infiltration de l'huile à l'intérieure de l'aliment, tandis que les températures de friture trop élevées assèchent les aliments et oxydent l'huile. Il importe de signaler que l'absorption d'huile par l'aliment se déroule après son retrait de la friteuse (après la cuisson), pendant son refroidissement notamment (UFHEIL et ESHER, 1996).

De plus, pendant la friture, l'huile est soumise à des transformations chimiques et physiques à haute température. La friture combine déshydratation et cuisson, avec la gélatinisation de l'amidon, la dénaturation des protéines, l'aromatisation et la coloration via les réactions de Maillard et l'entrée d'huile. Ces réactions sont fortement liées, mais une transformation peut être privilégiée en adaptant et optimisant les paramètres de ce procédé de cuisson (FAO, 2002).



## **Partie expérimentale**

## **Matériels et méthodes**

## I. Matériel et méthodes

### I.1. Objectif de l'étude, choix d'huile et d'aliment

L'objectif de cette étude consiste à évaluer l'effet de la quantité d'aliment utilisé par rapport à volume d'huile sur la stabilité d'une huile durant les fritures répétées. A cet effet, deux rapports frites fraîches / volume d'huile ont été retenus : un rapport 1 / 4 et un rapport 1 / 7.

Dans cette étude, notre choix a porté sur une huile 100% soja, dénommée « *LaBelle* ». Cette huile raffinée est produite par l'entreprise SPA COGB *LaBelle* de Bejaia.

La Belle est une huile au prix adorable et largement employée dans la cuisson, les fritures et l'assaisonnement. Cette huile est riche en AGPI, elle apporte en quantité importante l'acide linoléique et l'acide  $\alpha$  linoléique. Les caractéristiques mentionnées sur l'étiquette de l'emballage de cette huile sont portées dans le tableau VI.

**Tableau VI:** Caractéristiques mentionnées sur l'étiquette de l'emballage de l'huile

Caractéristique	Huile « <i>LaBelle</i> »
Dénomination	<i>LaBelle</i> 100% Soja
Composition	100% Soja
Valeurs énergétiques	AGS (13%) AGMI (22%) AGPI (65%)
Conseils d'utilisation	Utiliser pour cuisson, friture et assaisonnement. Ne pas chauffer l'huile au delà de 180°C. Conserver à l'abri de la lumière et source de chaleur.

L'aliment employé dans la friture est la pomme de terre. Cet aliment est de composition relativement simple, il est glucidique et carencé en matière grasse. Le choix de celui-ci est lié au fait qu'il est de grande consommation et de large utilisation en friture ; il est facile à découper en formes géométriques simples. La composition chimique de la pomme de terre est portée dans le tableau VII.

**Tableau VII :** Composition chimique de la pomme de terre (*MIGNOLET, 1968*).

Élément	Teneur (%)
Eau	77
Glucides	20
Cellulose	0,4
Protides	2
Lipides	0,1
Sels minéraux et vitamines	0,5 (beaucoup de potassium, peu de calcium, vitamine C en quantité importante)

## I.2.Réalisation des fritures

Les tubercules de pomme de terre sont épluchés et découpés manuellement à l'aide d'un coupe-frites, ce qui permet l'obtention de frites de dimensions identiques, afin de maintenir stable leur surface de contact avec l'huile de friture. Les bâtonnets obtenus sont rincés avec de l'eau et bien essuyés à l'aide du papier absorbant.



**Figure 6 :** les bâtonnets de pomme de terre (photo originale).

Les fritures sont réalisées selon un mode de chauffage électrique pour garder la même température au cours des 08 fritures ; on a choisi une friteuse de marque «TRISTAR », d'une contenance de 3 litres ; cette friteuse comporte un couvercle amovible, un disjoncteur thermique, un thermostat réglable et un panier de capacité de 1 Kg de frite fraîche



**Figure 7:** Friteuse, huile et frites (photos originale).

On a réalisé deux séries de friture, une pour le rapport quantité de frite fraîche /volume d'huile de 1/4 et une pour un rapport de 1/7. Les fritures sont réalisées en continue sans ajout d'huile fraîche pour chaque rapport .La quantité de la pomme de terre introduite dans le bain est réduite graduellement le long des cycles de fritures. Les conditions expérimentales fixées durant toute notre expérimentation et le rapport quantité de pomme de terre/volume d'huile du bain sont portées dans les tableaux VIII et IX.

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

Type de friture	Friture sans incorporation d'huile fraîche, et avec fermeture du couvercle.
Nombres de fritures	08 pour chaque rapport
Température	180°C
Volume initiale d'huile utilisé	3litres
Rapports quantité d'aliment/volume d'huile	1/4 et 1/7
Dimensions des frites	7.8cmx 1cm
Volume de l'huile prélevé pour l'analyse	200 ml
Nombre d'échantillons analysés	07

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

<b>Nombre de fritures</b>	<b>Volume d'huile (ml)</b>	<b>Quantité de frites (rapport 1/4) En g</b>	<b>Quantité de frites (rapport 1/7) En g</b>
1	3000	690	394.28
2	2800	644	368
3	2600	598	341.71
4	2400	552	315.42
5	2200	506	289.14
6	2000	460	262.85
7	1800	414	236.57
8	1600	368	210.28

Après chaque friture, un volume d'huile de 200ml est prélevé après homogénéisation du bain. Un échantillon d'huile fraîche est également prélevé. L'huile prélevée des différents bains est introduite dans des flacons en verre étiquetée et recouverts de papier aluminium. Après refroidissement à la température ambiante, ces échantillons sont entreposés au réfrigérateur réglé à +4°C.

Les échantillons ainsi obtenus ont fait l'objet de plusieurs analyses pour suivre l'évolution de l'altération du bain de friture de huile de soja « *LaBelle* » lors de ce traitement thermique.

Les essais de friture, les analyses physiques et chimiques sont réalisés au laboratoire commun de la faculté ; et la mesure du taux des composés polaires a été effectuée au laboratoire de la direction de commerce de la wilaya de Tizi-Ouzou.

### I.3.Méthodes d'analyses

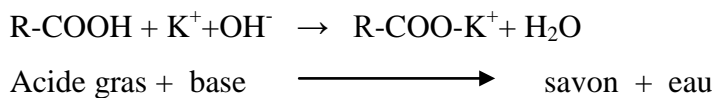
Des analyses physico-chimiques (densité, humidité, viscosité, indice d'iode, indice de peroxyde ...) ont été effectuées sur six bains de friture [trois (1<sup>ère</sup>, 3<sup>ème</sup>, 8<sup>ème</sup>) bains de premier rapport 1/4 et trois (1<sup>ère</sup>, 3<sup>ème</sup>, 8<sup>ème</sup>) bains de deuxième rapport 1/7] et l'huile fraîche ; dont le but d'évaluer le niveau d'oxydation de l'huile « LaBelle ».

#### I.3.1. Les analyses chimiques

##### I.3.1.1. Indice d'acide (AFNOR-NF T60-204, 1988).

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

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



- ❖ **Expression des résultants**

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

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

Soit :

**A:** indice d'acide exprimé en pourcentage.

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

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

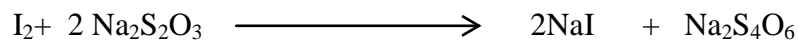
**m:** masse en (g) de la prise d'essai.

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

### I.3.1.2. Indice de peroxyde (AFNOR-NFT60-22)

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

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



- ❖ **Expression des résultants :**

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

$$I_{p(\text{meqO}_2/\text{Kg})} = \frac{N(V_1 - V_0) \times 1000}{P}$$

**IP :** indice de peroxyde exprimé en milliéquivalent gramme par kilogramme ;

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

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

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

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

### I.3.1.3. Indice d'iode (AFNOR-NFT60-203,1990)

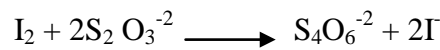
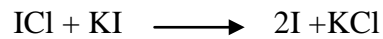
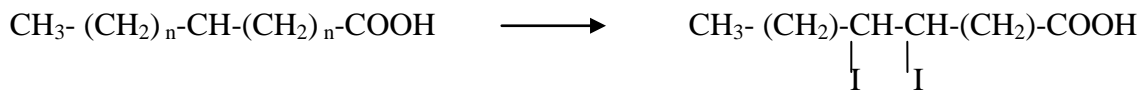
L'indice d'iode ( $I_i$ ) est la quantité de l'iode en gramme fixée par 100g de corps gras.

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

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

Les réactions se passent sont les suivantes :

## Partie expérimentale



### ❖ Expression des résultants :

L'indice d'iode est exprimé par:

$$Ii(\text{gI}_2|\text{100g}) = N(V_0 - V) \times 12.69/P$$

Soit:

**Ii** : indice d'iode ;

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

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

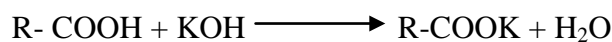
**N** : normalité de thiosulfate de sodium ;

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

### I.3.1.4. Indice de saponification (AFNOR-NFT60-206)

C'est la quantité d'hydroxyde de potassium (potasse caustique KOH) en mg nécessaire pour saponifier un gramme de corps gras.

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



### ❖ Expression des résultants :

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

$$I_s(\text{mgKOH}|g) = N \times Eq \times (V_0 - V_1)/P$$

Où :

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

## Partie expérimentale

V : volume d'HCL pour l'essai à blanc en ml ;  
V : volume d'HCL pour l'échantillon pris en ml ;  
P : prise d'essai en gramme ;  
N : normalité d'HCL (0.5N) ;  
Eq : Equivalent gramme de KOH (56.1 g/mol).

### I.3.2. Les analyses physiques

#### I.3.2.1. Teneur en eau et matières volatils (AFNOR NF T606-201 d'octobre 1984).

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

- ❖ **Le principe** : consiste à chauffer une prise d'essai à  $103\pm 2^{\circ}\text{C}$  dans une étuve pendant 1 heure de temps (l'élimination complète de l'eau).



Figure 8 : Etuve extérieure et intérieure (photo originale).

#### ❖ Expression des résultants :

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

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

**m<sub>0</sub>**: masse en gramme du bécher;

## Partie expérimentale

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

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

### I.3.2.2. Détermination de la viscosité

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

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

❖ **Expression des résultants** :

$$\mu(C.p0) = K(\rho_f - \rho)t$$

Sachant :

$\mu$  : La viscosité en Centpoise ;

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

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

$t$  : Le temps de chute en minutes;

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



**Figure 9:** viscosimètre (photo originale).

### I.3.2.3. Détermination de la densité

La densité relative à 20°C ( $D_{20}$ ) d'une huile ou d'une graisse est le quotient de la masse dans l'atmosphère d'un certain volume de cette huile ou de graisse à une température 20°C par la masse de même volume d'eau distillée.

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

❖ **Expression des résultats :**

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

$m$  : poids de l'éprouvette vide;

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

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

### I.3.2.4. Détermination de l'extinction spécifique dans l'ultraviolet (AFNOR T60-223. 1968).

La spectrométrie ultraviolette (*Figure 9*) est basée sur le pouvoir que possèdent certaines substances d'absorber l'énergie lumineuse. Les produits d'oxydation des huiles ont des spectres caractéristiques dans l'UV.

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

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

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

❖ **Expression des résultats :**

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

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

$A(\lambda)$ : densité optique à la longueur d'onde  $\lambda$ .

**c**: concentration de la solution à analyser.

**d**: épaisseur de la cuve.



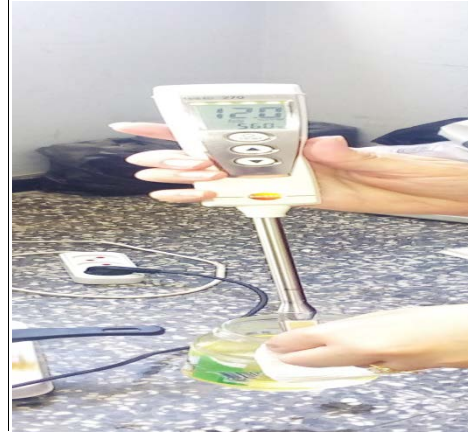
**Figure 10** : Spectrophotomètre UV visible (photo originale).

**I.3.2.5. Mesure du taux des composés polaires**

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

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

*Partie expérimentale*



**Figure 11** : testo 270 (photos originale).

## **Résultats et discussions**

## I. Evolution des caractères organoleptiques

Les premiers critères retenus lors des fritures répétées ont trait aux caractéristiques sensorielles des bains de fritures et des frites préparées. Les résultats obtenus en fonction des rapports quantité de frites fraîches / volume d'huile de bain sont portés dans le tableau X.

**Tableau X** : Caractéristiques sensorielles des frites et des bains de fritures pour le rapport 1 / 4 et 1/7.

Nombre de Fritures	Observations							
	Couleur du bain 1/4	Couleur du bain 1/7	Couleur de la frite 1/4	Couleur de la frite 1/7	Gout de La frite 1/4	Gout de La frite 1/7	Odeur perçue 1/4	Odeur perçue 1/7
0	Claire	Claire	Dorée	Dorée	Agréable	Agréable	Caractéristique	Caractéristique
1	Claire	Claire	Dorée	Dorée	Agréable	Agréable	Caractéristique	Caractéristique
2	Claire	Claire	Dorée	Dorée	Agréable	Agréable	Caractéristique	Caractéristique
3	Claire	Claire	Dorée	Dorée	Agréable	Agréable	Caractéristique	Caractéristique
4	Claire	Claire	Dorée	Brune	Agréable	Piquant	Caractéristique	Désagréable
5	Claire	Claire	Dorée	Brune	Agréable	Piquant	Caractéristique	Désagréable
6	Brune	Claire	Brune	Brune	Piquant	Piquant	Désagréable	Désagréable
7	Brune	Brune	Brune	Brune+	piquant	Piquant+	Désagréable	Désagréable
8	Brune	Brune	Brune	Brune+	piquant	Piquant+	Désagréable	Désagréable

(-): absence

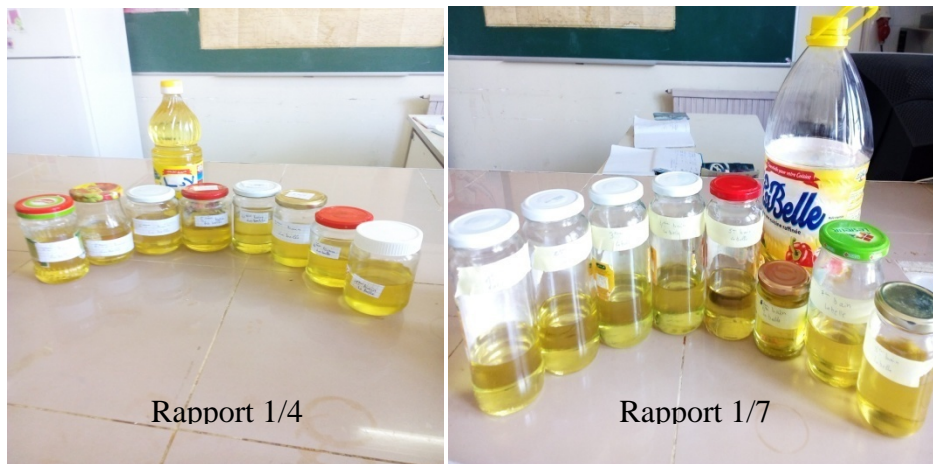
(+): présence et caractère foncé

## *Partie expérimentale*

L'altération de l'huile au cours des fritures répétées se manifeste par la détérioration de sa qualité organoleptique, telles que la couleur, l'odeur, le goût, etc. Les résultats obtenus ont montré une différence du temps de cuisson en fonction du rapport frites / huile ; les temps enregistrés sont de 8 min et 4 min respectivement pour les rapports 1/4 et 1/7. Ainsi, le temps de cuisson augmente avec l'augmentation de la quantité de frites fraîches introduites dans la friteuse pour un même volume d'huile de bain. Cependant, *KEBAIL et NEDIL (2015)* ayant utilisé la même marque d'huile ont noté un temps de 4 min pour un rapport 1/12. *HIMED et MEZIANI (2015)* ont travaillé sur huile « Fleurial » et noté un temps de 4 min pour un rapport de 1/12. *TASSADIT (2015)* travaillé sur « Elio » a noté un temps de cuisson de 4 min pour un rapport 1/23. *DOUDJEDID et AUCHARKI (2018)* utilisant l'huile « Elio » ont noté un temps de 8 min et 5 min respectivement pour les rapports 1/4 et 1/7.

Une différence de quatre minutes a été calculée entre les deux conditions de friture. Un temps de séjour plus prolongé dans une huile portée à 180°C pourrait induire plus d'altération sur la frite et sur l'huile du bain. La différence existante entre ces résultats et les nôtres peut être expliquée par la différence de la composition des huiles, sachant que « Elio » est une huile mixte de 80% soja et 20% tournesol par contre huile « Fleurial » est une huile 100% tournesol tandis que notre huile « *LaBelle* » est 100% soja, donc l'huile tournesol s'altère rapidement.

La couleur de l'huile fraîche est claire durant les essais de fritures, cette couleur est restée la même pendant les cinq premiers bains pour le rapport 1/4 et les six premiers bains pour le rapport 1/7. La couleur s'assombrit plus tôt dans ce rapport 1/4 que dans le rapport 1/7. *HIMED et MEZIANI (2015)* et *KEBAIL et NEDIL (2015)* ont notés un changement de la couleur de bain à partir de dixième cycle de friture pour un rapport de 1/12. *TASSADIT (2015)* a noté le changement de la couleur de bain à la dixième friture pour un rapport 1/23.



**Figure 12** : les bains de friture pour les deux rapports 1/4 et 1/7 (photo originale).

Par contre, la couleur de la frite devient brune à partir de la sixième friture pour rapport 1/4 et quatrième friture pour rapport 1/7 ; Par ailleurs, le goût de la frite devient piquant à partir de sixième friture pour rapport 1/4 et de quatrième friture pour rapport 1/7.



**Figure 13** : la différence de la couleur des frites du rapport 1/4 (photos originale).



**Figure 14**: la différence de la couleur des frites du rapport 1/7 (photos originale).

Cependant, l'odeur désagréable de frites apparaît à partir de sixième bain de friture pour rapport 1/4 et de quatrième pour rapport 1/7. De plus, on n'a noté ni une formation de la fumée ni de la mousse.

## Partie expérimentale

Selon les résultats présentés dans le tableaux X , on a remarqué que la détérioration de la qualité organoleptique est plus intensif au rapport 1/4 qu'au rapport 1/7 et ça due a la quantité d'aliment utilisée pour les deux rapports ( quantité de pomme de terre utilisé au rapport 1/4 > a la quantité de pomme de terre utilisé au rapport 1/7) et aussi le temps de cuisson (temps de friture au rapport 1/4 > au temps de friture de rapport 1/7) au conséquence les réactions d'altérations ( contacte huile-aliment) sont plus intensif au rapport 1/4.

## II. Evolution des indices chimiques :

Le tableau XI englobe les résultats d'analyses chimiques effectuées sur les différents échantillons d'huile prélevés des baigns de friture menée avec deux rapports frites / huiles, 1 / 4 et 1 / 7.

**Tableau XI** : Résultats des indices chimiques des baigns de fritures, rapport 1 / 4 et 1/7.

Nombre de fritures	Indices chimiques mesurés							
	Acidité (%) rapport 1/4	Acidité (%) 1/7	IP (meq O <sub>2</sub> /kg huile) 1/4	IP (meq O <sub>2</sub> /kg huile) 1/7	li (gI <sub>2</sub> /100g huile) 1/4	li (gI <sub>2</sub> /100g huile) 1/7	IS (mg KOH /g huile) 1/4	IS (mg KOH /g huile) 1/7
0	0.16±0,017	0.18±0,012	3,16±0,577	2,66±0,289	121,553± 0,968	120,34±3,718	191,893±0,905	190,273±0,905
1	0.29±0,133	0.22±0,0	4,5±0,5	3,8±1,289	121377 ±0,847	115,923±11,112	190,96±1,157	188,62±4,245
5	0.45±0,0	0.38±0,012	6,83±0,289	6.16±0,577	116,893±0,906	112,023±7,446	189 ,373±2,805	185,67±2,1
8	0.59±0,127	0.45±0,0	8.16±0,289	7,66±1,041	114,51± 1,449	109,197±0,905	185,427±1,815	181,36±0,4

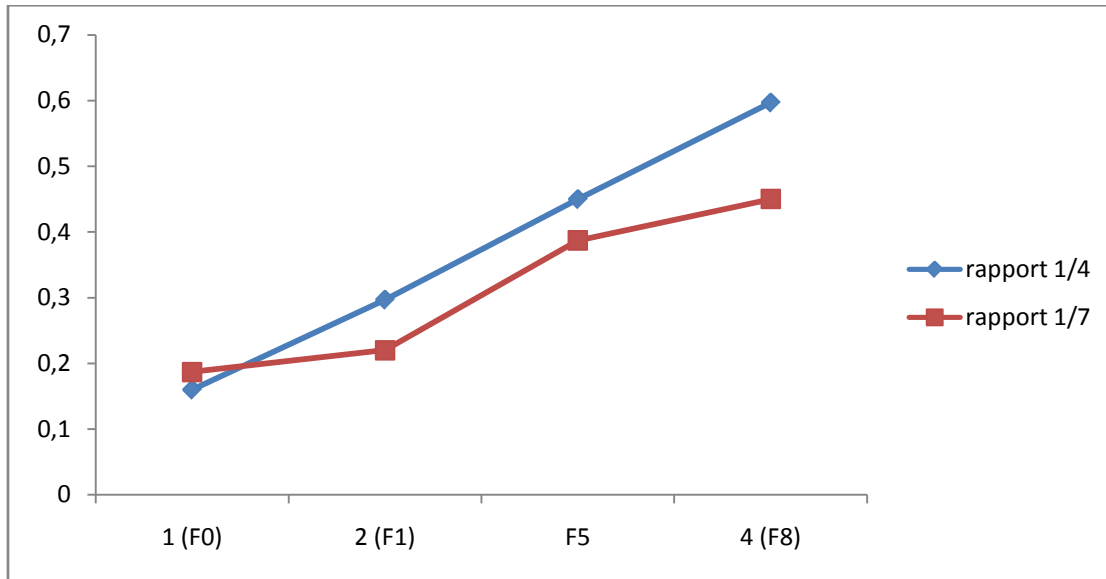
*Ces valeurs sont une moyenne de deux (indice de saponification) et trois répétitions.*

### II.1.Indice d'acide

L'indice d'acide est le nombre de milligramme d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser les acides gras libres présents dans un gramme de corps gras (NJUSSA, 1999). Cet indice permet de mesurer la quantité d'acides gras libres résultant des réactions d'hydrolyse et d'oxydation des triglycérides (NDEYE, 2001).

Dans notre étude l'indice d'acide d'huile fraiche utilisée est 0.16% pour le rapport 1/4 et 0,18 pour le rapport 1/7; ces valeurs sont conformes à la norme algérienne (NA 1169-199) qui exige une valeur inférieure à 0.2%. Mais, ces valeurs sont inférieures à celle obtenue par KEBAIL et NADIL (2015) ayant travaillé sur la même marque et avec le rapport 1/8, ils ont trouvés 0,09%. Cette différence entre les trois huiles pourrait être due à la durée et conditions de stockage d'huile, transport de l'huile brute.

Les valeurs d'indice d'acide obtenu dans notre étude sont présentées dans la *figure 15*:



**Figure 15** : Evolution de l'acidité en fonction de nombre de friture.

D'après la *figure 15*, durant les fritures l'intensité de l'acidification diffère entre les deux rapports ; les huiles des bains de fritures menée avec le rapport 1/4 s'hydrolysent plus rapidement que celles des bains de fritures menée avec le rapport 1/7, les valeurs obtenus sont : le rapport 1/4 sont 0,29, 0,45 et 0,59 pour respectivement pour 1<sup>ère</sup>, 5<sup>ème</sup> et 8<sup>ème</sup> friture, et pour le rapport 1/7 les valeurs sont 0,22, 0,38 et 0,45 pour 1<sup>ère</sup>, 5<sup>ème</sup> et 8<sup>ème</sup> friture. Cette augmentation peut être due à la scission des TG sous l'effet de l'eau apportée par l'aliment frit (pomme de terre fraîche).

Nos résultats sont supérieurs à celle obtenus par *KEBAIL* et *NADIL* (2015), ils ont trouvés des valeurs 0,036 ; 0,06 et 0,083 pour la 1<sup>ère</sup>, 5<sup>ème</sup> et 10<sup>ème</sup> friture. Et supérieure à celle obtenus par *HIMED* et *MEZIANI* (2015) ayant travaillé sur la marque « Fleurial » et avec le rapport 1/16, qu'ont trouvés des valeurs allant de 0,05 à 0,056 pour la 1<sup>ère</sup> et 10<sup>ème</sup> friture. On remarque que plus le rapport est grand, plus l'hydrolyse est intensive.

**Tableau XII** : analyse de variance d'indice d'acide.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,562	23	0,024				
VAR.FACTEUR 1	0,445	3	0,148	34,555	0		
VAR.FACTEUR 2	0,025	1	0,025	5,907	0,02605		
VAR.INTER F1*2	0,023	3	0,008	1,772	0,19208		
VAR.RESIDUELLE 1	0,069	16	0,004			0,066	19,08%

L'analyse de la variance (annexe 10) à deux facteurs (fritures et rapport) montre une probabilité inférieure à 5% ( $p\text{-value}=0<0,001$ ) pour facteur fritures se qui signifie des différences très hautement significatives, et une autre de ( $p\text{-value}=0,02605<0,05$ ) pour le facteur rapport se qui signifie des différences très significatives. Ce qui implique l'existence d'une influence sur d'huile de bain de friture par les deux facteurs.

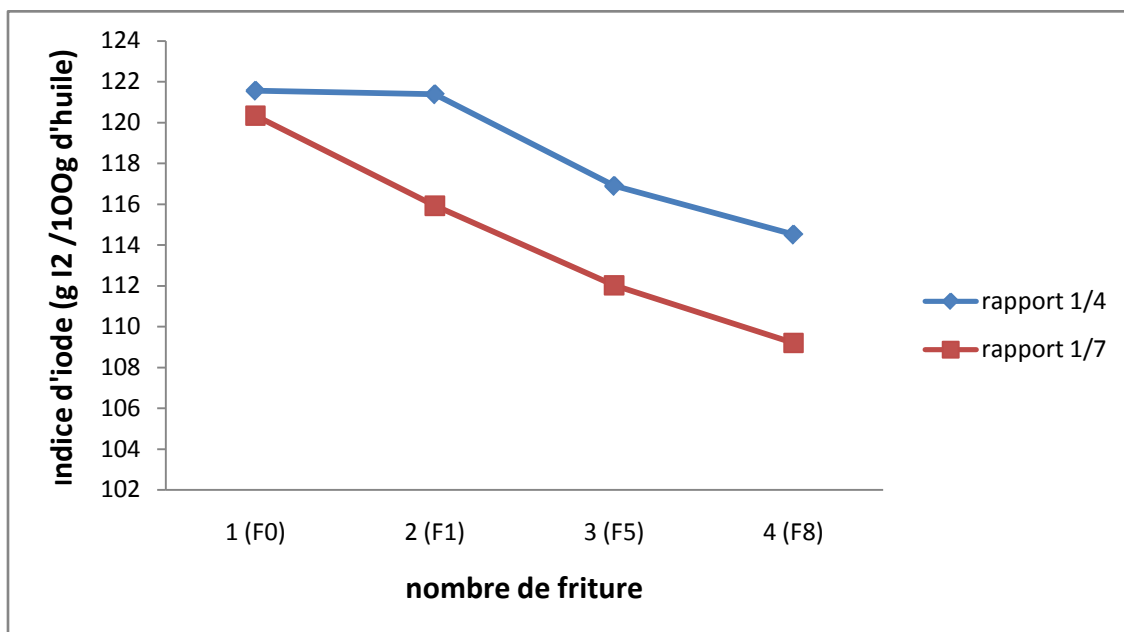
Le teste de NEWMAAN-KEULS au seuil de signification de 5% fait apparaitre quatre (A, B, C, D) groupes homogènes pour le facteur fritures et deux groupes (A, B) homogènes pour le facteur rapport.

## II.2. Indice d'iode

L'indice d'iode est le nombre de grammes d'iode fixé sur les doubles liaisons de 100 grammes de matières grasses. Il exprime le degré d'insaturation d'un corps gras et par suite sa prédisposition à l'oxydation (DJOM, 1993).

D'après notre résultat, l'indice d'iode dosé dans l'huile fraiche est 121,55 g d'I<sub>2</sub>/100g d'huile pour le rapport 1/4 et 120.34g d'I<sub>2</sub>/100g d'huile pour le rapport 1/7. Ces valeurs sont conforme à la norme *codex alimentarius* (1999) qui exige une valeur compris entre 124-139g d'I<sub>2</sub>/100g d'huile; mais elles sont inférieure à celle trouvée par KABAIL et NADIL (2015) ayant trouvés 129.691 d'I<sub>2</sub>/100g. Cette différence entre les trois huiles peut être due à la durée de stockage.

Les valeurs d'indice d'iode obtenu dans notre étude sont présentées dans la *figure 16* :



**Figure 16** : Evolution de l'indice d'iode en fonction du nombre de fritures.

## Partie expérimentale

Les résultats représentés par la *figure 16*, montrent que l'indice d'iode diminue plus rapide dans le cas de rapport 1/4 que le rapport 1/7, les valeurs obtenus sont: il passe de 121,377 I<sub>2</sub>/ 100g ; 116.893g I<sub>2</sub>/ 100g et 114.51 g I<sub>2</sub>/100g respectivement 1<sup>ère</sup>, 5<sup>ème</sup> et 8<sup>ème</sup> friture pour le rapport 1/4 ; et 115,923 I<sub>2</sub>/ 100g ; 112,023 I<sub>2</sub>/ 100g et 109,197 I<sub>2</sub>/ 100g pour le rapport 1/7.

La diminution de l'indice d'iode est liée à la perte des liaisons éthyléniques des AGI suite à l'oxydation. Selon *MILLER et WHITE (1988)*, cette diminution est attribuée à des réactions de polymérisation se produisant au cours du chauffage de l'huile. D'après *GERTEZ, (2008)*, l'indice d'iode est inversement proportionnel au nombre de friture, par la formation des produits oxydés tout en diminuant le nombre de double liaison des chaînes grasses et degré d'insaturation d'huile.

La diminution d'indice d'iode dans le rapport 1/4, est plus élevée que le rapport 1/7. Cette différence s'explique par la grande perte des doubles liaisons des AGI des bains de rapport 1/4, sous l'effet d'oxydation. La quantité de l'air apportée par les frites fraîche détermine le degré d'oxydation et polymérisation des AGPI, dans le rapport 1 / 4, le nombre de moles d'oxygène apportées en est plus important, ce qui justifie le résultat obtenu.

Les résultats qui nous obtenus sont inférieure à celle de *KEBAIL et NDIL (2015)*, leurs valeurs notées sont de : 128,697 I<sub>2</sub>/ 100g ; 125,728 I<sub>2</sub>/ 100g et 120,13 I<sub>2</sub>/ 100g respectivement pour 1<sup>ère</sup>, 5<sup>ème</sup> et 10<sup>ème</sup> friture. L'huile fraîche utilisés par ces deux auteurs est plus riche en AGI, ce qui explique cette différence. Mais nos résultats sont supérieurs à celle trouvées par *TASSADIT (2015)* qu'a travaillé sur l'huile « Fleurial » et avec le rapport 1/23 qu'a trouvée 105,57 et 102,15 pour la 1<sup>ère</sup> et 10<sup>ème</sup> friture. Cette différence est due au rapport utiliser.

**Tableau XIII** : analyse de variance d'indice d'iode.

	SS	DF	MS	F	PROB	Sdt	C.V.
VAR.TOTAL	821,937	23	35,736				
VAR.FACTOR 1	300,919	3	100,306	4,05	0,0254		
VAR.FACTOR 2	106,47	1	106,47	4,299	0,05235		
VAR.BETWEEN F1*2	18,269	3	6,09	0,246	0,86376		
RESIDUAL 1	396,279	16	24,767			4,977	4,27%

L'analyse de la variance (annexe 11) à deux facteurs (fritures et rapport) montre une probabilité inférieure à 5% ( $p\text{-value}=0,025 < 0,05$ ) pour facteur fritures se qui signifier des différences significatives, et une autre de ( $p\text{-value}=0,05$ ) pour le facteur rapport se qui signifie

des différences significatives. Ce qui implique l'existence d'une influence sur l'indice d'iode d'huile de bain de friture par le facteur fritures et rapport.

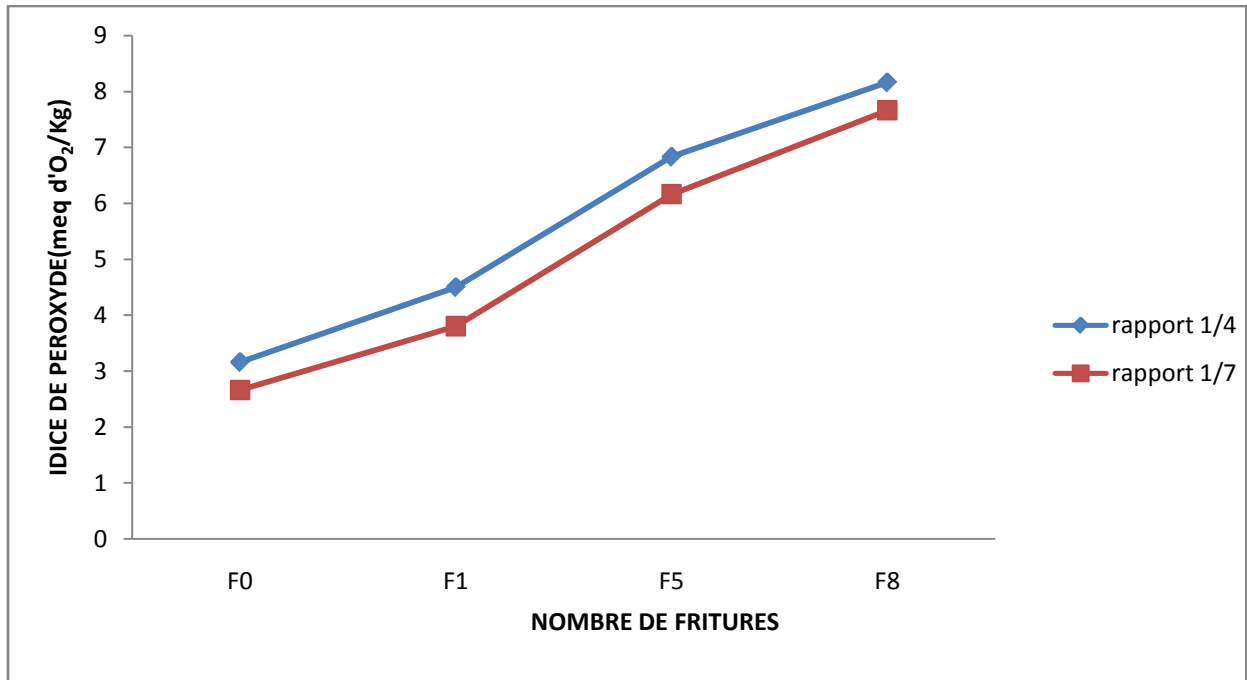
Le teste de NEWMAAN-KEULS au seuil de signification de 5% fait apparaitre trois groupes homogènes (A, AB, B) pour le facteur fritures.

### **II.3. Indice peroxyde**

Indice de peroxyde d'un CG est le nombre de microgrammes d'oxygène actif contenu dans un gramme de CG capable d'oxyder l'iodure de potassium avec libération d'iode. Il reflète l'état d'oxydation de l'huile (JUDDE, 2004).

La valeur de l'IP est l'un des paramètres de la qualité souvent déterminé au cours de l'élaboration, stockage et commercialisation des CG. Cet indice chimique indique le degré d'oxydation et mesure la quantité de peroxydes, produits primaires d'oxydation d'une huile (SAAD et al. 2006)

Notre étude expérimentale sur huile « *LaBelle* » fraiche a donné une valeur d'indice de peroxyde de 3,167 meq O<sub>2</sub>/Kg huile pour rapport 1/4 et une valeur de 2,667 meq O<sub>2</sub>/Kg huile au rapport 1/7. Cette valeur est inférieure à la norme fixée par le *Codex alimentarius* (10 meq O<sub>2</sub>/Kg huile). Notre huile est plus peroxydée que celle utilisée par *KEBAIL et NEDIL(2015)* de même marque, ont noté une valeur de 2 meq O<sub>2</sub>/Kg huile pour le rapport 1/12. *TASSADIT (2015)* a travaillé sur huile « *Fleurial* » 100% tournesol, a enregistré une valeur de 1,833 pour un rapport 1/23, inférieure à notre valeur. Certains facteurs comme l'extraction, conditionnement et le transport peuvent êtres la cause de production des peroxydes des huiles fraiches.



**Figure 17 :** Evolution d'indice de peroxyde en fonction de nombre de fritures.

D'après la *figure 17*, on constate que l'IP augmente d'une façon continue avec le déroulement du processus de fritures ; les valeurs sont comprises entre 4,5 et 8,167 meq O<sub>2</sub>/Kg huile pour première et huitième friture de rapport 1/4, 3,833 meq O<sub>2</sub>/Kg huile à la première friture et 7,667 meq O<sub>2</sub>/Kg huile de huitième friture pour rapport 1/7. Nos résultats sont supérieures à celles notées par *KEBAIL et NEDIL (2015)* sur la même marque d'huile, leurs résultats sont de 5 meq O<sub>2</sub>/Kg huile à la première friture et 4,16 meq O<sub>2</sub>/Kg huile à la huitième friture pour un rapport 1/23. *TASSADIT (2015)* a enregistré une valeur d'IP de 6,33 meq O<sub>2</sub>/Kg huile et 11,5 meq O<sub>2</sub>/Kg huile respectivement pour la première et huitième friture pour rapport 1/23 ; ces valeurs obtenues sur une huile « Fleurial » 100% tournesol. *DOUDJEDID et AUCHARKI (2018)* ont noté une valeur d'IP très faible aux nôtres, 1,33 meq O<sub>2</sub>/Kg huile à la première friture et 4,5 meq O<sub>2</sub>/Kg huile à la huitième friture pour une huile 80% soja et 20% tournesol. Cette augmentation s'explique par la formation des produits primaires : peroxydes et des AGPI par hydrolyse des triglycérides.

## Partie expérimentale

Aussi la *figure 17* montre que les valeurs de l'IP obtenues sont nettement plus élevées dans le cas du rapport frites / huile de 1/4 que dans le cas du rapport 1/7 ; cette différence serait liée à quantité de frites fraîches introduite dans la friteuse, ce qui a induit une plus forte oxydation par l'oxygène apporté et inclus dans la frite fraîche, ceci a généré un taux de radicaux de peroxyde plus élevé.

**Tableau XIV** : analyse de variance d'indice de peroxyde.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	98,125	23	4,266				
VAR.FACTEUR 1	91,375	3	30,458	104,429	0		
VAR.FACTEUR 2	2,042	1	2,042	7	0,01694		
VAR.INTER F1*2	0,042	3	0,014	0,048	0,98516		
VAR.RESIDUELLE 1	4,667	16	0,292			0,54	10,05%

L'analyse de la variance (annexe 12) à deux facteurs (fritures et rapport) montre une probabilité inférieure à 5% ( $p\text{-value}=0<0,001$ ) pour facteur fritures se qui signifie des différences très hautement significatives, et une autre de ( $p\text{-value}=0,01694$ ) pour le facteur rapport se qui signifie des différences très significatives. Ce qui implique l'existence d'une influence sur huile de bain de friture par les deux facteurs.

Le teste de NEWMAAN-KEULS au seuil de signification de 5% fait apparaitre quatre groupes homogènes (A, B, C, D) pour le facteur fritures et deux groupes homogènes (A, B) pour le facteur rapport.

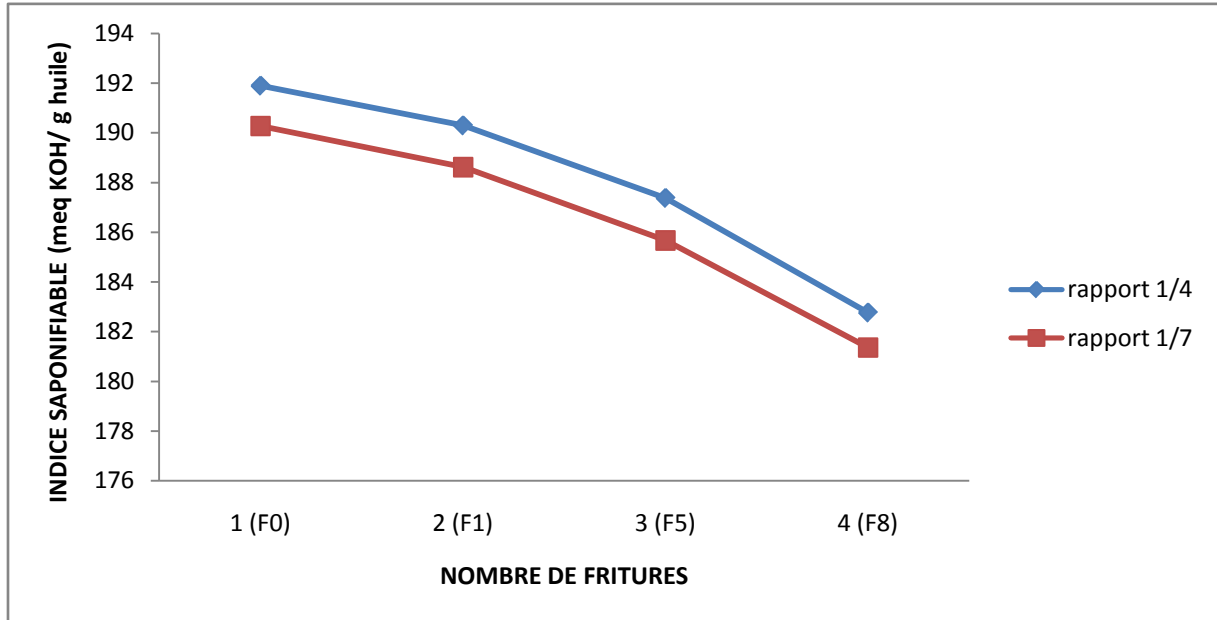
### II.4. Indice de saponification

L'indice de saponification est par définition la quantité en milligramme de potasse nécessaire pour saponifier un gramme de CG. Pour un poids donné de TAG, la quantité de potasse nécessaire à la saponification augmente avec la diminution de la longueur de chaînes d'AG.

Ce paramètre renseigne sur la masse moléculaire moyenne d'AG ; la valeur de cet indice est inversement proportionnelle à la longueur de la chaîne hydrocarbonée d'un AG (*MORDERET, 1992*).

L'indice de saponification de l'huile « *LaBelle* » utilisée dans notre étude a une valeur de 191,893 meg KOH/ g huile et 190,273 meg KOH/g huile respectivement pour rapport 1/4 et 1/7, cette différence peu être due a la durée de stockage d'huile entre les fritures des rapports 1/4 et 1/7, mais les deux valeurs sont conforme à la norme de *Codex alimentarius*

de 1999, soit 188-195 mg KOH / g huile. *KEBAIL et NEDIL (2015)* ont travaillé sur la même huile 100% soja, la valeur est similaire a la notre. L'IS de huile fraiche « Fleurial » 100% tournesol, donné par *TASSADIT (2015)* est supérieur a la notre et celle de *KEBAIL et NEDIL (2015)*. Cette différence peut être due a la composition des huiles.



**Figure 18:** Evolution d'indice de saponification en fonction de nombre de friture

Le graphe présenté par la figure 18 montre une diminution continue de l'IS au fur et à mesure que le nombre de friture avance, et ce pour les deux rapports. La valeur d'IS diminue de 190,96 mg KOH/ g huile de la première friture jusqu'à une valeur de 185,427 mg KOH / g huile de la huitième friture pour rapport 1/4. Ces valeurs sont supérieures a celles de rapport 1/7, les valeurs de se dernier sont d'ordre 188,62 meg KOH/ g huile et 181,36 meg KOH/ g huile pour la première et huitième friture. *KEBAIL et NADIL (2015)* ont noté des valeurs d'IS de 191,117 meg KOH/g huile de première friture jusqu'à 175,554 meg KOH/ g huile de dixième friture sur la même huile (100% soja) pour le rapport 1/12. *TASSADIT (2015)* a travaillé sur huile « Fleurial » 100% tournesol, a noté une valeur de 192,583 meg KOH/ g huile de première friture diminue jusqu'à 180,108 meg KOH/ g huile de huitième friture pour un rapport de 1/23. Nos résultats sont supérieurs a celle des auteurs cités ; cette différence peut être due à la composition de chaque marque huile et aussi la différence des rapports frites fraîches / volume d'huile. Cette diminution d'IS s'explique par la polymérisation des AG et TG d'huile de friture. Selon *RAFIK, (1986)*, cette diminution est due à l'augmentation des chaînes hydrocarbonées des AG.

## Partie expérimentale

La *figure 18* montre aussi que le rapport 1/4 a donné des résultats supérieurs à ceux du rapport de 1/7. Ceci indique un degré de polymérisation élevé des chaînes hydrocarbonées des AG estérifiant la molécule de glycérol pour former les TAG.

**Tableau XV** : analyse de variance d'indice de peroxyde.

	SS	DF	MS	F	PROB	Sdt	C.V.
VAR.TOTAL	335,88	23	14,603				
VAR.FACTOR 1	204,899	3	68,3	14,878	0,00008		
VAR.FACTOR 2	51,596	1	51,596	11,239	0,00404		
VAR.BETWEEN F1*2	5,933	3	1,978	0,431	0,73662		
RESIDUAL 1	73,452	16	4,591			2,143	1,14%

L'analyse de la variance (annexe 13) à deux facteurs (fritures et rapport) montre une probabilité inférieure à 5% ( $p\text{-value}=0<0,001$ ) pour facteur fritures se qui signifie des différences très hautement significatives, et une autre de ( $p\text{-value}>0,00404$ ) pour le facteur rapport se qui signifie des différences hautement significatives. Ce qui implique l'existence d'une influence sur huile de bain de friture par les deux facteurs.

Le teste de NEWMAAN-KEULS au seuil de signification de 5% fait apparaitre quatre groupes homogènes (A, AB, B, C) pour le facteur fritures et deux groupes homogènes (A, B) pour le facteur rapport.

### III. Evolution des indices physiques

Le tableau XVI présent les résultats d'analyses physiques effectuées sur les différents échantillons d'huile prélevés des baigns de friture menée avec deux rapports frites / huiles, 1 / 4 et 1 / 7.

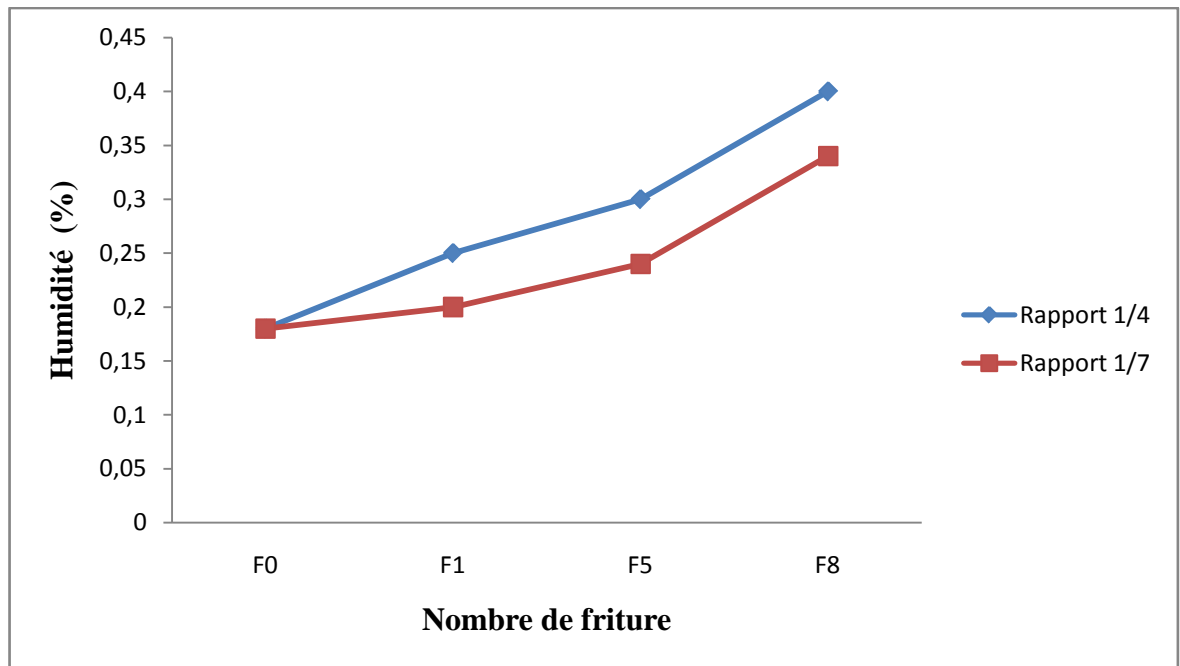
**Tableau XVI :** Résultats des indices physiques des baigns de fritures, rapport 1 / 4 et 1/7.

Indices physiques mesurés								
Nombre De fritures	Humidité % 1/4	Humidité % 1/7	Densité 1/4	Densité 1/7	Viscosité C po 1/4	Viscosité C po 1/7	CPT % 1/4	CPT % 1/7
F0	0,18	0,18	0,918	0,918	32,31	32,31	11	11
F1	0,25	0,2	0,939	0,92	37,27	37,27	12,5	11,5
F5	0,3	0,24	0,946	0,931	42,25	37,2	13	12
F8	0,4	0,34	0,958	0,939	44,73	42,25	13,5	13

#### III.1. Evolution de l'humidité

Selon les normes fixées par le *codex alimentarius de 1999*, les huiles raffinées fraîches ne doivent pas contenir de l'eau, même sous forme de trace. Lors du traitement technologique, notamment à l'étape de désodorisation, l'humidité contenue dans l'huile brute est éliminée.

L'huile raffinée fraîche utilisée dans notre étude expérimentale est caractérisée par une humidité de 0.18%, cette valeur est supérieure à celle obtenu par *KEBAIL* et *NADIL (2015)*, ayant travaillé sur la même marque « *LaBelle* » et rapport 1/8, qu'ont trouvés 0,023%. Cette différence d'humidité peut être liée à la présence d'eau dans l'huile fraîche qui liée au mode de traitement thermique appliqué lors de la désodorisation industrielle. Les valeurs d'humidité obtenue dans notre étude sont présentées dans le la *figure 19* :



**Figure 19:** Evolution de l'humidité en fonction du nombre de fritures.

La *figure 19* montre que l'humidité augmente au fur et à mesure que le nombre de fritures augmente, et aussi plus élevée dans le cas de rapport 1/4. Les taux d'humidification de différents bains de deux rapports se présentent comme suit : pour rapport 1/4 sont 0,25 ; 0,3 et 0,4 respectivement pour 1<sup>ère</sup>, 5<sup>ème</sup> et 8<sup>ème</sup> friture ; et pour le rapport 1/7 sont 0,2 ; 0,24 et 0,34 respectivement pour 1<sup>ère</sup>, 5<sup>ème</sup> et 8<sup>ème</sup> friture.

Nos résultats sont supérieurs à ceux obtenus par *KEBAIL* et *NADIL (2015)*, ils ont trouvés des valeurs 0,036 ; 0,06 et 0,083 pour la 1<sup>ère</sup>, 5<sup>ème</sup> et 10<sup>ème</sup> friture. Et supérieure à celle obtenus par *HIMED* et *MEZIANI (2015)* ayant travaillé par le rapport 1/16, qu'ils ont trouvés des valeurs allant de 0,05 à 0,056 pour la 1<sup>ère</sup> et 10<sup>ème</sup> friture.

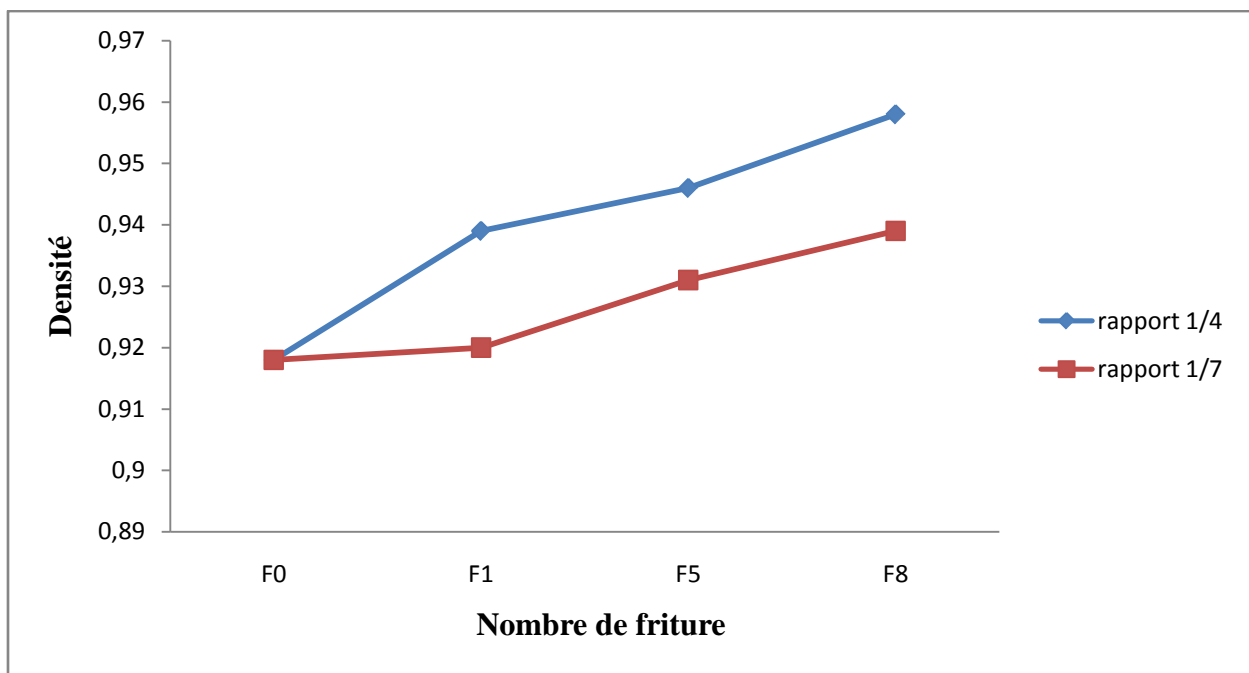
Cette humidification qui augmente avec l'augmentation de rapport peut s'expliquer de deux manières. La première est la quantité d'eau élevée apportée par les bâtonnets des frites fraîches lors de la friture par le rapport 1/4. La deuxième manière est la formation d'eau et des matières volatiles au cours du processus de friture mené à 180°C, sachant que l'eau et le CO<sub>2</sub> constituent les produits terminaux de la décomposition des hydroperoxydes issus de l'altération thermo-oxydative des huiles.

### III.2.Densité

La densité d'une huile est influencée par sa composition, la longueur de la chaîne hydrocarbonée de ses AG et leurs insaturations. Ce paramètre physique diminue au fur et à mesure que le poids moléculaire diminue et que le degré d'insaturation augmente (KARLESKIND, 1992).

Durant les essais de fritures, les valeurs de la densité des huiles des bains de fritures augmentent au fur et à mesure que le nombre de fritures augmente, une valeur de 0,918 a été enregistrée pour huile fraîche « Labelle » ; et ce pour les deux rapports fixés, voir si le cas.

Elle augmente jusqu'à une valeur de 0,985 pour le huitième bain de friture, tandis que pour le rapport 1/4, la densité du huitième bain est de 0,939 pour le rapport 1/7. *KEBAIL et NADIL (2015)* ont noté une valeur de 0,888 pour huile fraîche de même marque pour un rapport de 1/12. Cette différence peut être due à la présence d'eau dans notre huile.



**Figure 20** : Evolution densité en fonction des fritures.

Les valeurs obtenues dans notre étude, sur l'huile 100% soja (huile de marque *LaBelle*), sont nettement supérieures à celles obtenues par *DOUDJEDID et AUCHARKI (2018)* sur une huile mixte (80% soja et 20% tournesol, de marque Elio), ont noté une valeur de 0,877 et 0,87 respectivement pour l'huile fraîche et le huitième bain pour le rapport 1/4 et 1/7. *KEBAIL et NADIL (2015)* ont obtenus des valeurs de la densité inférieures pour une huile

## *Partie expérimentale*

de même marque que la notre, 0,888 pour premier bain et 0,916 pour le dixième bain pour rapport 1/12. *HIMED et MEZIANI (2015)* ont travaillé sur l'huile « Fleurial » 100% tournesol, mentionné une valeur de 0,892 pour huile fraîche et 0,901 pour dixième bain de rapport 1/12; leur valeurs sont inférieurs à la nôtre. *THASSADIT (2015)* a noté une diminution de densité de 0,889 pour huile fraîche « Elio » et 0,882 pour dixième friture de rapport 1/23, nos résultats sont supérieures à les siennes. Cette différence peut être due à la présence d'eau dans notre huile que celle « Elio et Fleurial » et même huile « *LaBelle* » utilisé en (2015).

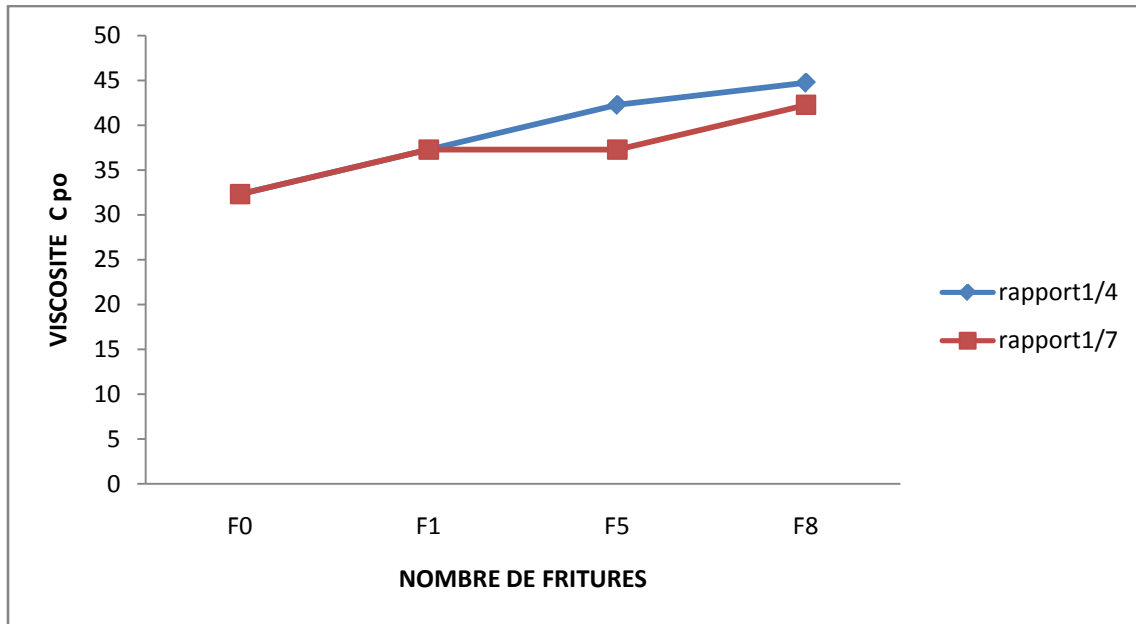
Il semble que la densité des AG et des glycérides augmente en présence de fonctions secondaires (alcool, cétones, etc.) sur les chaînes hydrocarbonées. Ainsi, en s'appuyant sur cette affirmation, l'huile utilisée dans notre étude aurait subi plus d'altération. Des composés non volatiles se sont formés et insérés sur les chaînes hydrocarbonées de fonction (alcools, cétones), ce qui est la conséquence du déroulement de la réaction de polymérisation.

### **III.3. Viscosité**

La viscosité d'une huile est sa résistance à l'écoulement ; la mesure de la viscosité pourrait être un bon test pour apprécier l'état d'altération des CG (*PERRIN, 1992*). La formation de polymères peut provoquer l'augmentation de la viscosité et la solidification de l'huile chauffée de façon prolongée (*NOLEN, 1973*).

La viscosité (ou frottement interne) des AG et leurs esters est relativement élevée en raison de l'attraction entre les longues chaînes hydrocarbonées. La viscosité augmente, donc, avec la longueur de la chaîne et diminue légèrement avec l'insaturation.

Comme pour la densité, la viscosité des huiles des bains augmente au fur et à mesure que le processus de fritures avance. La viscosité d'huile fraîche est de 32,31Cpo ; elle augmente jusqu'au 44,73 et 44,25 C po pour huitième bain de friture respectivement pour rapport 1/4 et 1/7.



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

Nos résultats sont inférieurs à ceux obtenus par *KEBAIL et NADIL (2015)* sur la même marque d'huile, ont noté une augmentation de 40,206 C po pour huile fraîche et 58,661 C po pour dixième friture pour un rapport de 1/12. Nos valeurs sont, également inférieurs à celles enregistrées par *HIMED et MEZIANI (2015)* sur huile « Fleurial » 46 C po et 47 C po respectivement pour huile fraîche et dixième friture de rapport 1/12. Cependant, *TASSADIT (2015)* a utilisé huile « Elio » noté des valeurs moins élevés aux nôtres 38,04 pour huile fraîche et 42,096 pour dixième friture pour rapport 1/23. Cette différence est de peut être due à la nature d'huile utilisée et le rapport frites/huile, en effet la polymérisation est favorisée dans les huiles plus insaturées (tournesol).

L'augmentation de la viscosité de l'huile des bains de fritures est due à la formation composés de haut poids moléculaire, appelés polymères ; ceux-ci se forment à partir des radicaux libres ou des TAG. L'accumulation de ces produits polymérisés augmente la viscosité d'huile de fritures. La viscosité d'une huile est relativement élevée, en raison de la diminution de l'angle de contact à cause de la formation de composés polaires et l'attraction entre les longues chaînes hydrocarbonées, donc la viscosité augmente avec la longueur des chaînes.

Cette différence pourrait être due à la forte intensité de la réaction de polymérisation dans le cas du 1/4 par rapport au rapport 1 / 7. Ainsi, l'augmentation de la quantité de frites fraîches introduites dans la friteuse aurait entraîné une forte formation de composés de haut poids moléculaire.

### III.4. Composés polaires

Les composés polaires sont souvent toxiques, ils affectent l'état nutritionnel du consommateur. Ils sont représentés principalement par les monomères de triacylglycerols oxydés et des polymères de triacylglycerols (GUILLÈNE et URIARTE, 2011).

La détérioration d'une huile de friture se traduit généralement par une augmentation de sa polarité ; la teneur en composés polaires est un indicateur de la qualité des huiles de friture (JUÁREZ, 2011).

L'huile fraîche utilisée dans notre étude a un taux de composés polaires de 11%. Cette valeur est conforme aux normes établies, par la réglementation européenne, soit inférieure à 25%. IGHIL et MANI (2016) a rapporté que huile « Afia » (95% soja et 5% maïs) à un taux en CPT de 6% à l'état fraîche ; un taux en CPT de 7,5% est noté par LOUNI (2016), ces valeurs sont inférieures aux nôtres. Un taux de 11,5% enregistré par DOUDJEDID et AUCHARKI (2018) sur huile « Elio » cette valeur est supérieure à la notre. Cette différence est peut être due à la présence d'oxygène, la chaleur élevée et la présence d'eau dans notre huile.

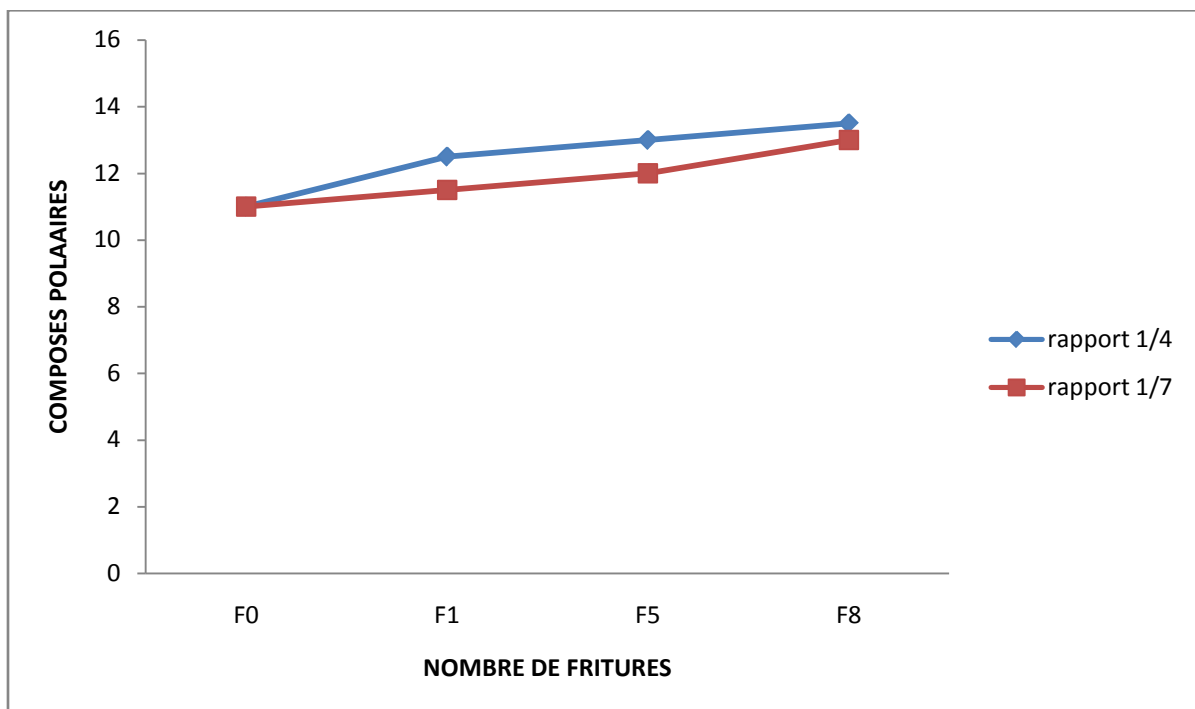


Figure 22: Evolution des composés polaires en fonction de nombre de fritures.

Durant les essais de fritures, on remarque une augmentation des taux des CPT avec l'augmentation du nombre de fritures. IGHIL et MANI (2015) ont notés un taux des CPT pour huile (95% soja et 5% maïs) de 6% et 8% respectivement de la première et huitième friture pour un rapport 1/12. DOUDJEDID et AUCHARKI (2018) ont travaillé sur huile (80% soja

et 20% tournesol), ont noté un taux CPT de 12% à la première friture et 13,5% à la huitième friture du rapport 1/4 ; un taux de 11,5% et 12,5% respectivement à la première et huitième friture du rapport 1/7. En comparant nos résultats avec ceux des auteurs cités, on constate que une formation accrue en composés polaires pour les deux rapports fixés, on a enregistré un taux de CPT de 12,5% et 13,5 % respectivement à la première et huitième friture au rapport 1/4 ; et 11,5%, 13% respectivement à la première et la huitième friture au rapport 1/7.

Par ailleurs, les résultats ont montré que le taux de CPT est plus élevé dans le cas du rapport 1/4 par rapport au rapport 1/7. Ainsi, les degrés d'oxydation et de polymérisation en sont plus importants, ce qui aurait induit une formation accrue de composés de polarité.

### III.5. Extinction spécifique dans l'ultraviolet

La détermination des coefficients d'absorption spécifique (extinction spécifique) dans le domaine de l'ultraviolet est nécessaire pour l'estimation de la phase d'oxydation de l'huile. L'absorption à des longueurs d'onde spécifiées à 232 nm et 270 nm dans la région ultraviolette est liée à la formation de diènes conjugués et triène dans le système de l'huile, du fait des procédés d'oxydation ou de raffinage. Les composés de l'oxydation des diènes conjugués correspondent à  $E_{232}$ , alors que les composés d'oxydation secondaire (aldéhydes, cétones, etc.) correspondent à  $E_{270}$  (KIRITSAKIS *et al*, 2002).

Les résultats de l'analyse de l'extinction à  $E_{232}$  nm et  $E_{270}$  nm des bains de fritures pour les deux rapports sont donnés dans le tableau XVII.

**Tableau XVII :** Extinctions spécifiques à  $E_{232}$ nm et  $E_{270}$  nm d'huile fraîche et des huiles de bains de fritures pour les deux rapports.

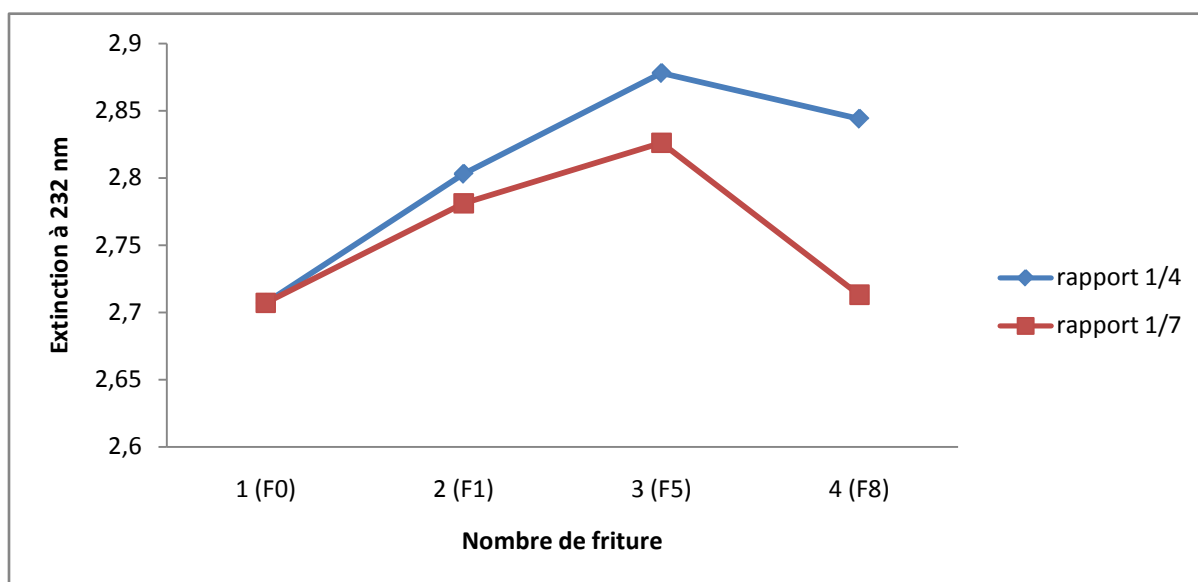
Rapport	Rapport 1/4		Rapport 1/7	
UV Nombre de friture	$E_{232}$	$E_{270}$	$E_{232}$	$E_{270}$
0	2.707±0.059	1.921±0.08	2.707±0.059	1.921±0.08
1	2.803±0.009	2.168±0.171	2.781±0.021	2.05±0.209
5	2.878±0.021	2.415±0.189	2.826±0.034	2.2±0.089
8	2.844±0.031	2.512±0.078	2.713±0.001	2.238±0.05

### III.5.1. Evolution de l'extinction à 232nm

L'extinction spécifique à 232nm est corrélée à la présence de formes diènes conjuguées qui apparaissent sur les AG comportant au moins deux doubles liaisons, comme l'acide linoléique et l'acide  $\alpha$ -linoléique (C18: 2,  $\omega$ 6 et C18: 3,  $\omega$ 3).

L'huile fraîche utilisée dans notre étude a une valeur de 2,707 nm. En effet, dans les huiles raffinées, le taux des AG à doubles liaisons conjuguées est très faible, mais le raffinage industriel est susceptible de générer des hydroperoxydes qui s'accumulent dans l'huile fraîche élaborée.

Les résultats obtenus dans notre étude sur l'extinction à 232nm durant le processus de friture sont présentés dans la *figure 23*.



**Figure 23:** Evolution de l'extinction spécifique à 232nm en fonction du nombre de fritures pour les deux rapports.

La *figure 23* indique que les valeurs de l'extinction à 232nm pour les deux rapports augmentent de la 1<sup>ère</sup> à 5<sup>ème</sup> friture, et puis diminuent à la 8<sup>ème</sup> friture. L'extinction pour 1<sup>ère</sup>, 5<sup>ème</sup> et 8<sup>ème</sup> friture sont plus élevés pour le rapport 1/4 que le rapport 1/7, les valeurs trouvés sont : pour rapport 1/4 sont 2.803, 2.878 et 2.844 respectivement pour 1<sup>ère</sup>, 5<sup>ème</sup> et 8<sup>ème</sup> friture ; et pour rapport 1/7 sont 2.781, 2.826 et 2.713 pour 1<sup>ère</sup>, 5<sup>ème</sup> et 8<sup>ème</sup> friture.

L'effet de la chaleur et de l'action de l'oxygène catalysent l'isomérisation des AGPI, ce qui augmente la formation de ces isomères. Les hydroperoxydes d'AGPI ont une forte absorbance à la longueur d'onde 232 nm. En effet, l'augmentation de l'extinction à 232nm

peut s'expliquer par la formation des hydroperoxydes durant la phase de propagation (2<sup>ème</sup> étape de l'auto-oxydation). (POKORNY, 2003).

La diminution de l'extinction observée dans notre étude à la 8<sup>ème</sup> friture est en concordance avec la diminution de l'indice de peroxyde ; ceci correspondrait à la transformation des hydroperoxydes en divers produits secondaires.

Selon WOLFF, (1968), la détermination des absorbances au voisinage de 232 nm et au voisinage de 270 nm permet de détecter et d'évaluer les quantités des produits d'oxydation : plus l'extinction à 232 nm est forte, plus l'huile est peroxydée (plus l'absorbance à 232nm est élevé plus la MG est riche en produits primaires d'oxydation).

**Tableau XVIII** : analyse de variance d'extinction à 232nm

	SS	DF	MS	F	PROB	Sdt	C.V.
VAR.TOTAL	0,113	23	0,005				
VAR.FACTOR 1	0,064	3	0,021	17,621	0,00003		
VAR.FACTOR 2	0,016	1	0,016	13,03	0,0024		
VAR.BETWEEN F1*2	0,015	3	0,005	4,156	0,02336		
RESIDUAL 1	0,019	16	0,001			0,035	1,25%

L'analyse de la variance (*annexe 14*) à deux facteurs (fritures et rapport) montre une probabilité inférieure à 5% ( $p\text{-value}=0,00003 < 0,001$ ) pour facteur fritures se qui signifie des différences très hautement significatives, et une autre de ( $p\text{-value}=0,0024 < 0,01$ ) pour le facteur rapport se qui signifie des différences hautement significatives. Ce qui implique l'existence d'une influence sur d'huile de bain de friture par le facteur fritures.

Le teste de NEWMAAN-KEULS au seuil de signification de 5% fait apparaitre trois groupes homogènes (A, B, C) pour le facteur fritures et deux groupes homogènes (A, B) pour le facteur rapport.

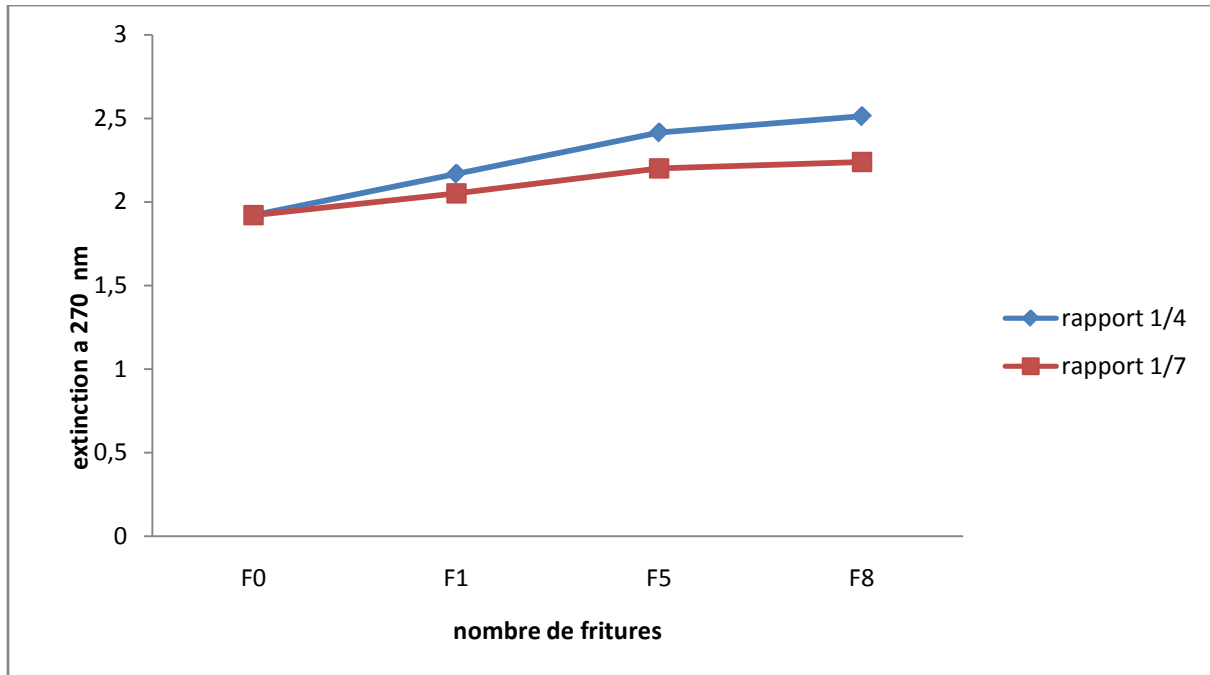
### III.5.2 Evolution de l'extinction à 270nm

Les triènes conjugués (dans le cas de la présence d'acides gras a trois doubles liaisons) et les produits secondaires d'oxydation, tels que les aldéhydes et cétones  $\alpha$ -insaturés, absorbent la lumière vers 270 nm. Plus l'extinction à 270nm est forte, plus l'huile est riche en produits d'oxydation secondaires et traduit sa faible aptitude à la conservation (WOLFF, 1968).

## Partie expérimentale

D'après nos résultats, l'huile fraîche utilisé à une valeur 1,921 nm. Cette valeur peut expliquer par le raffinage industriel susceptible de générer les produits primaires et secondaires d'oxydation.

Les résultats obtenus dans notre étude de l'extinction à 270nm durant le processus de friture pour les deux rapports sont présentées dans la figure 24.



**Figure 24:** Evolution de l'extinction spécifique à 270nm en fonction du nombre de fritures pour les deux rapports.

La figure 24 montre une augmentation de l'extinction à 270 nm dans le rapport 1/4 par rapport au rapport 1/7 pour tout le nombre de friture. On a enregistré des valeurs allant de 2.168 pour l'huile de la 1<sup>ère</sup> friture à 2.512 pour l'huile de la 8<sup>ème</sup> friture pour le rapport 1/4, et allant de 2.05 à 2.238 pour le rapport 1/7. Cette augmentation peut s'expliquer par la décomposition des hydroperoxydes en produits secondaires d'oxydation, tels que les aldéhydes et cétones.

L'oxydation est intensive dans l'huile de rapport 1/4, et la formation des produits primaire et secondaire d'oxydation est plus grande. Donc plus le rapport est élève plus l'oxydation est grande.

Nos résultats sont inférieurs à ceux obtenus par DOUDJEDID et AUCHARKI (2018). En comparant nos résultats, on suggère l'huile 100% soja utilisée dans notre étude (marque La Belle) est plus résistante que l'huile mixte (Elio, 80% soja et 20% tournesol).

**Tableau XIX** : analyse de variance d'extinction à 270 nm

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	1,235	23	0,054				
VAR.FACTEUR 1	0,756	3	0,252	14,641	0,00009		
VAR.FACTEUR 2	0,138	1	0,138	8,018	0,01164		
VAR.INTER F1*2	0,065	3	0,022	1,259	0,322		
VAR.RESIDUELLE 1	0,275	16	0,017			0,131	6,02%

L'analyse de la variance (*annexe 15*) à deux facteurs (fritures et rapport) montre une probabilité inférieure à 5% ( $p\text{-value}=0,00009 < 0,001$ ) pour facteur fritures se qui signifie des différences très hautement significatives, et une autre de ( $p\text{-value}=0,01164 < 0,05$ ) pour le facteur rapport se qui signifie des différences très significatives. Ce qui implique l'existence d'une influence sur d'huile de bain de friture par le facteur fritures.

Le teste de NEWMAAN-KEULS au seuil de signification de 5% fait apparaitre trois groupes homogènes (A, B, C) pour le facteur fritures et deux groupes homogènes (A, B) pour le facteur rapport.



## **Conclusion**

## Conclusion

L'objectif de cette thématique consiste à évaluer l'effet du niveau d'altération d'une huile végétale raffinée 100% soja (La Belle) en fonction de la quantité de frites fraîches introduites dans une friteuse électrique. A cet effet, pour un même volume d'huile, deux quantités différentes de pommes de terre ont été fixées, donnant des rapports quantité de frites fraîches / volume d'huile différents. Le premier ratio est de 1 / 4 et le second est de 1 / 7.

Le nombre de fritures retenu est de huit ; des échantillons du 1<sup>er</sup>, 5<sup>ème</sup> et 8<sup>ème</sup> bain de friture ont été prélevés et ont fait l'objet de diverses analyses afin d'évaluer leurs degrés d'altération physico-chimique et organoleptique.

Il ressort de la lecture des résultats obtenus, une altération plus poussée de ces échantillons dans le cas du rapport frites / huile de 1 / 4. La couleur des bains de fritures commence à s'assombrir plus tôt, soit au 5<sup>ème</sup> cycle, alors que pour le rapport 1 / 7, le changement de la couleur n'a été observée qu'à partir de 6<sup>ème</sup> cycle.

Sous l'effet de la chaleur et de l'eau apportée par la pomme de terre, les réactions d'oxydation lors des friture sont intenses dans le cas du rapport 1/4, ce qui a fait augmenter l'acidité des bains de fritures (de 0.29% à 0.59% pour le rapport 1/4 et de 0.22% à 0.45% pour rapport 1/7), l'indice de peroxyde (de 4.5 à 8.167 pour le 1/4 et de 3.803 à 7.667 pour le 1/7) et l'humidité (de 0.25% à 0.4% pour le 1/4 et de 0.2% à 0.34% pour le rapport 1/7).

La diminution de l'indice de saponification lors des fritures sa été de 190.96 à 185.427 pour le rapport 1/4 et de 188.62 à 181.36 pour le 1/7, ce qui indique une polymérisation des AG et TG oxydés par pontage intermoléculaire et par conséquence allongement des chaînes hydrocarbonées des AG. Le déroulement de cette réaction s'est traduite par une augmentation de la densité des huiles de bains de fritures, de 0.939 à 0.958 pour le rapport 1/4 et de 0.92 à 0.939 pour le rapport 1/7 ; la viscosité des huiles de ces bains aussi augmenté, de 37.314 à 37.343 pour le rapport 1/4 et de 37.311 à 39.83 pour le rapport 1/7. Enfin, les taux de composés polaire sont augmentés de 12.5 à 13.5 pour le 1/4 et de 11.5 à 13 pour le rapport 1/7.

D'après l'ensemble des résultats obtenus, nous suggérons de n'introduire qu'une faible quantité de frites fraîche dans un grand volume d'huile afin de limiter au maximum le temps de cuisson et par voie de conséquence limiter fortement la vitesse de détérioration de l'huile pendant le processus de fritures, ce qui permet de préserver la santé du consommateur, enclin à consommer des aliments frits.

## **Références bibliographiques**

## Références bibliographie

### **A**

- **ANONYME (2006)**. Norme commerciale applicable à l'huile d'olive et à l'huile de grignons d'olive, COI/T.15/NC n° 2/Rév. 10, 2001.
- **ANONYME (2008)**. Bluetansy, oxydation des huiles.  
<https://www.paperblag.fr/1260096/-oxydation-des-huile/> .
- **ANONYME (2016)**. ITERG, L'oxydation : UN PHENOMENE NATUREL INCOMPTOURNABLE. [iterg.com/spip.php?page=intergCont&id\\_article=38](http://iterg.com/spip.php?page=intergCont&id_article=38)
- **ANONYME (2017)** Les huiles pour friture : Les huiles.  
[www.Les huiles.com/conseils/huile-pour-friture/](http://www.Les huiles.com/conseils/huile-pour-friture/)
- **ANONYME (2018)** : Top 10 des friteuses pas chères pour des frites croustillantes et peu grasses. [Http://meilleur-info/friteuse/](http://meilleur-info/friteuse/).

### **B**

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

### **C**

- **CLAUDE. L, (2013)**. Les lipides, Nutrition et santé. Edition Tec & Doc. Paris, p : 25.
- **CODEX ALIMENTARIUS (1999)**. Norme pour les huiles végétales portant un nom spécifique. CODEX STAN 210-1999.
- **COSSUT et al, (2002)**. Les Corps Gras: entre tradition et modernité, p :35.

### **D**

- **DELAGOUTTE. C, (2007)**. Huiles de friture et dangers. La Cuisine Collective, numéro 205.
- **DJOM J. H, (1993)**. Suivi de la palmisterie du processus de fabrication de l'huile de palme et contrôle de qualité des produits finis. Mémoire de fin d'étude. ENSIAAAC. Université de Ngaoundere, p :52.

## **E**

- **EYMARD.S,(2003)**. Mise en évidence et suivi de l'oxydation des lipides au cours conservation et transformation du chinchard (*trachurus trachurus*) : choix des procédés. Thèse de doctorant. Génie des procédés, spécialité biochimie. Ecole Doctorale Mécanique, Thermique et Génie Civil de Nantes, p :29.

## **F**

- **FAO**: The developing world's new burden: obesity.  
<http://www.fao.org/FOCUS/E/obesity/obes1.htm>. 2002
- **FRANKEL. E.N, (1998)**. Lipid oxidation. *The Oily Press (vol. 10)*. Dundee, Scotland. 10.
- **FRIEDMAN. B, (2000)**: Adsorbent antioxidant provides optimum frying in restaurant and fast food fryers, *European Journal of Lipid Science and Technology*, vol. 102, No. 8-9, pp: 560-565

## **G**

- **GERMAN. J.B. and KINSELLA, J.E, (1985)**: Lipid oxidation in fish tissue. Enzymatic initiation via lipoxygenase. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, pp:680-683.
- **GERTZ. C, (2008)**: Optimum deep frying, from the Food Industries Association of Austria, F.I.A.A. from June. pp: 125 – 135.
- **GRAILLE. J, (2003)**. Lipides et corps gras alimentaires. Edition: Tec& Doc, Lavoisier, Paris.
- **GRAY. J, (1978)**. Measurement of lipid oxidation. *Journal of the American oil chemist's Society*. Vol. 55 (6), pp: 539 – 546.
- **GUILLEN. M.D. et URIARTE P.S, (2011)**. A very simple, fast, and non-destructive approach to predict the time at which edible submitted to high temperature reach the established limits of safety. *Food Chemistry*, vol. 127, pp: 802-806.

## **H**

- **HULTIN. H.O, (1992).** Lipid Oxidation in Fish Muscle. In Advances in seafood biochemistry Composition and quality, Technomic Publishing Company Inc, Lancaster, pp: 99-122
- **HULTIN, H.O. (1994):** Oxidation of lipids in seafoods. In Seafoods: Chemistry, Processing Technology and Quality. Blackie Academic & Professional. New York, pp : 49-74.

## **J**

- **Jean, M. (2005).** Les bons usages de l'huile de cuisson usagée, conso Globe.
- **JUAREZ. M.D, (2011).** Degradation in soybean oil, sunflower oil and partially hydrogenated fats after food frying, monitored by conventional and unconventional methods. Food Control, vol.22, pp: 1920 – 1927
- **JUDDE. A, (2004).** Prévention de l'oxydation des acides gras dans un produit cosmétique : mécaniques, conséquences, moyens de mesure, quels antioxydants pour quelles applications, OCL, 11. pp : 415-418

## **K**

- **KARLESKIND, A, (1992).** Propriétés des corps gras. In « Manuel des corps gras » Ed Tec et Doc, Lavoisier. Paris. Lavoisier.
- **Kiritsakis, A.K et Christie.W.W, (2000).** Analysis of Edible Oils. An Aspen Publication. Maryland, USA. pp: 129-158.
- **KLEIN. R.A, (1970).** The detection of oxidation in liposome preparations. Biochemistry and Biophysic Acta.210, pp: 486– 489.

## **L**

- **LAMBERT(2005).** Les huiles végétales:2000 plantes oléagineuses répertoriées .Institut français des huiles végétales, p: 17.

## ***M***

- **MILLER. L.A. et WHITE P.J, (1988).**High temperature stabilities of low linolenate, high stearate and common soybean oils. *J.A.O.C.S. VOL 8.* pp: 1324-1326.
- **MIGNOLET.G, (1968).** Technologie des aliments. Ed : Pantyn, Bruxelles, pp : 78-79.
- **MORDERET. F, (1992).** Analyse des corps gras. In Manuel des corps gras. Tec & Doc. Lavoisier (Ed). Paris, pp: 1147-1182.
- **Morin. O, (2012).**Huiles et corps gras végétaux : ressources fonctionnelles et intérêt nutritionnel institut des corps gras. Dossier fonctionnalités des huiles. France, pp : 63-75.

## ***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
- **NJUSSA. M, (1999).**Etude des propriétés physico-chimiques des huiles végétales camerounaises. Mémoire de fin d'étude en vue de l'obtention du D.I.P.E.S.II. pp: 50.
- **NOLEN. G.A, (1973).** A feeding study of used partially hydrogenated soybean oil, frying fat in dogs. *J. Nutr. 103:* 1248–1255.

## ***O***

- **OCDE/FAO, (2015):** « Oléagineux et produits oléagineux ».
- **OROSZVARI. BK et al, (2005).** The mechanisms controlling heat and mass transfer on frying of beef burgers. The influence of the pan temperature and patty diameter, pp: 18–27

## ***P***

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

- **POKORNY. J, (2003).** Problème de stabilité des produits alimentaires liés à la présence des lipides. In : Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 51.74.

## **R**

- **ROSSELL. J.B, (2001).** Frying, Wood head Publishing Limited, Cambridge. England, p: 369.

## **S**

- **SAAD. B et al, (2006).** Flow Injection Determination of Peroxide Value in Edible Oils Using Triiodide Detector. AnalyticaChimicaActa., 565, pp: 261–270.
- **SAGUY. I.S. et DANA. D, (2003).** Integrated approach to deep fat frying: engineering, nutrition, health and consumer aspects, Journal of Food Engineering, 56; pp. 143-152
- **SAGUY. I.S, PINTHUS.E.J, (1995).** Oil uptake during deep-fat frying: factors and mechanism. Food Technology 1995; 49, pp: 142–145.

## **U**

- **UFHEIL. G et ESCHER.F, (1996).**Dynamics of oil uptake during deep-fat frying of potato slices. Lebensmittel-WissenschaftundTechnologie 1996; 29: 640–644.

## **V**

- **VARELA. G et al,(1988).** Frying of Food, Ellis Harwood Ltd, Chichester, England, p: 202.

## **W**

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

## **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), Thèsedoctorale, p :155.



## **Annexes**

## **Modes opératoires**

### **✓ Les indices physiques**

#### **Annexes 01 : Détermination de l'humidité (AFNOR NF T606-201 d'octobre 1984).**

##### **❖ Matériel**

- Balance analytique avec précision de 0,0001g.
- Bêchers.
- Etuve isotherme réglée à  $103 \pm 2$  °C.
- Dessiccateur contenant un déshydratant (le gel de silice).

##### **❖ Mode opératoire**

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

#### **Annexes 02 : Détermination de la densité**

##### **❖ Matériel**

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

##### **❖ Mode opératoire**

- Prélever à l'aide d'une pipette graduée 10ml d'huile;
- Les verser dans un bécher de 50 ml de poids connu ;
- Mettre le bécher sur balance de précision et noter le poids de l'échantillon d'huile ;
- Prélever le même volume de l'eau distillée et le peser.
- La densité est le quotient de poids de l'huile et de poids de l'eau distillée.

#### **Annexe 03 : Détermination de la viscosité**

##### **❖ Matériels et réactifs**

- Viscosimètre à bille Chronomètre.

##### **❖ Mode opératoire**

- Rincer le viscosimètre à l'éthanol pur avec précaution ;
- Le laisser sécher quelques minutes sur du papier absorbant déposé sur la paille ;
- Utiliser la bille métallique au lieu de la bille plastique ;
- L'introduire dans le tube du viscosimètre, le remplir d'huile de tournesol et éviter la formation de bulles d'air ;
- Refermer le bouchon et mettre le tube en position horizontale ;
- Redresser le viscosimètre en position verticale doucement en faisant attention à la bille ;
- Mettre le chronomètre en position de démarrage. Dès que la bille atteint le trait supérieur dans le viscosimètre, déclencher le chronomètre. Suivre la chute de la bille et dès qu'elle atteint le trait inférieur du viscosimètre, arrêter le chronomètre. Et noter le temps en secondes (t).

#### **Annexe 04 : Mesure des composés polaires totaux**

##### **❖ Matériel**

- Plaque chauffante
- Bain marine
- Testo 270

##### **❖ Mode opératoire**

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

#### **Annexe 05 : 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 1 cm d'épaisseur.

- Béchiers.

❖ **Réactifs**

- Hexane

❖ **Mode opératoire**

- Dissoudre 0,1 g d'huile dans 10 ml d'hexane.
- 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.

✓ **Les indices chimiques**

**Annexes 06 : Détermination de l'acidité**

❖ **Matériel**

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

❖ **Réactifs**

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

❖ **Mode opératoire**

- Dissoudre une prise d'essai (1,25g) dans 12,5 ml d'éthanol ;
- Ajouter quelques gouttes de la solution de phénolphtaléine ;
- Titrer en agitant avec la solution d'hydroxyde de potassium jusqu'à l'apparition de la couleur rose persistante pendant 10 secondes ;
- Déterminer le volume (V) de la solution titrée d'hydroxyde de potassium utilisée.

**Annexes 07 : Détermination de l'indice de peroxyde (AFNOR NF T60-220, 1988)**

❖ **Matériel**

- Erlenmeyers
- Pipette graduée
- Béchers
- Balance analytique
- Burette

❖ **Réactifs**

- Chloroforme.
- Acide acétique.
- Solution aqueuse d'iodure de potassium saturée.
- Thiosulfate de sodium 0.01 N.
- Empois d'amidon : solution aqueuse à 1% récemment préparée à partir d'amidon natif.

❖ **Mode opératoire**

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

**Annexes 08 : Détermination de l'indice d'iode (AFNOR NFT60-203)**

❖ **Matériel**

- Erlenmeyer
- Béchers
- Balance analytique
- Pipette
- Agitateur magnétique

- Burette

❖ **Réactifs**

- Thiosulfate de sodium (0.1 N)
- Empois d'amidon 1%
- Iode alcoolique (0.2N)
- Ethanol à 96%

❖ **Mode opératoire**

- Peser 0.2g de l'huile dans un erlenmeyer ;
- Ajouter à cette dernière 10ml d'éthanol ; puis 10ml d'iode alcoolique (0.2N) ; et 30ml d'eau distillée ;
- Agiter énergiquement pendant 5mn et placer l'erlenmeyer 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 de la solution d'amidon à 1% pour avoir une coloration bleu foncé ;
- Continuer à titrer la solution par le thiosulfate de sodium jusqu'à la disparition de la couleur bleue ;
- Effectuer de la même façon un essai à blanc.

**Annexes 09 : détermination de l'indice de saponification**

❖ **Matériel**

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

❖ **Réactifs**

- Acide chlorhydrique en solution 0.5N.
- Potasse en solution 0.5N dans l'alcool à 95%
- Phénolphtaléine en solution à 1% dans l'alcool éthylique.

### ❖ Mode opératoire

- Peser 2g d'huile et les introduire dans un ballon à col rodé ;
- Ajouter 25ml de potasse alcoolique (KOH) à 0.5N ;
- Porter à ébullition sous réfrigérant à reflux (avec 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 phénolphaléine jusqu'à la décoloration complète ;
- Faire un essai à blanc dans les mêmes conditions.

### ✓ Analyses statistiques

#### Annexe 10: analyse de variance d'indice d'acide

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,562	23	0,024				
VAR.FACTEUR 1	0,445	3	0,148	34,555	0		
VAR.FACTEUR 2	0,025	1	0,025	5,907	0,02605		
VAR.INTER F1*2	0,023	3	0,008	1,772	0,19208		
VAR.RESIDUELLE 1	0,069	16	0,004			0,066	19,08%

#### Groupes homogènes

##### Facteur friture

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES			
4.0	F8	0,523	A			
3.0	F5	0,418		B		
2.0	F1	0,258			C	
1.0	F0	0,173				D

##### Facteur rapport

F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
1.0	RPR1	0,376	A	
2.0	RPR2	0,311		B

### Annexe 11: analyse de variance de peroxyde

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	98,125	23	4,266				
VAR.FACTEUR 1	91,375	3	30,458	104,429	0		
VAR.FACTEUR 2	2,042	1	2,042	7	0,01694		
VAR.INTER F1*2	0,042	3	0,014	0,048	0,98516		
VAR.RESIDUELLE 1	4,667	16	0,292			0,54	10,05%

### Groupes homogènes

#### Facteur friture

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES			
4.0	F8	7,917	A			
3.0	F5	6,5		B		
2.0	F1	4,167			C	
1.0	F0	2,917				D

#### Facteur rapport

F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
1.0	RPR1	5,667	A	
2.0	RPR2	5,083		B

### Annexe 12: analyse de variance d'indice d'iode

	SS	DF	MS	F	PROB	Sdt	C.V.
VAR.TOTAL	821,937	23	35,736				
VAR.FACTOR 1	300,919	3	100,306	4,05	0,0254		
VAR.FACTOR 2	106,47	1	106,47	4,299	0,05235		
VAR.BETWEEN F1*2	18,269	3	6,09	0,246	0,86376		
RESIDUAL 1	396,279	16	24,767			4,977	4,27%

### Groupes homogènes

#### Facteur friture

F1	HEADINGS	MEANS	Homogeneous Groups	
1.0	F0	120,947	A	
2.0	F1	118,65	A	B
3.0	F5	114,458	A	B
4.0	F8	111,853		B

### Annexe 1 3: analyse de variance de saponification

	SS	DF	MS	F	PROB	Sdt	C.V.
VAR.TOTAL	335,88	23	14,603				
VAR.FACTOR 1	204,899	3	68,3	14,878	0,00008		
VAR.FACTOR 2	51,596	1	51,596	11,239	0,00404		
VAR.BETWEEN F1*2	5,933	3	1,978	0,431	0,73662		
RESIDUAL 1	73,452	16	4,591			2,143	1,14%

### Groupes homogènes

#### Facteur friture

F1	HEADINGS	MEANS	Homogeneous Groups		
1.0	F0	191,083	A		
2.0	F1	189,79	A	B	
3.0	F5	187,522		B	
4.0	F8	183,393			C

#### Facteur rapport

F2	HEADINGS	MEANS	Homogeneous Groups	
1.0	RPR 1	189,413	A	
2.0	RPR 2	186,481		B

### Annexe 14: analyse de variance UV 232NM

	SS	DF	MS	F	PROB	Sdt	C.V.
VAR.TOTAL	0,113	23	0,005				
VAR.FACTOR 1	0,064	3	0,021	17,621	0,00003		
VAR.FACTOR 2	0,016	1	0,016	13,03	0,0024		
VAR.BETWEEN F1*2	0,015	3	0,005	4,156	0,02336		
RESIDUAL 1	0,019	16	0,001			0,035	1,25%

## Groupes homogènes

### Facteur friture

F1	HEADINGS	MEANS	Homogeneous Groups		
3.0	F5	2,852	A		
2.0	F1	2,792		B	
4.0	F8	2,779		B	
1.0	F0	2,707			C

### Facteur rapport

F2	HEADINGS	MEANS	Homogeneous Groups	
1.0	RPR 1	2,808	A	
2.0	RPR 2	2,757		B

### Interaction

F1 F2	HEADINGS	MEANS	Homogeneous Groups		
3.0 1.0	F5 RPR 1	2,878	A		
4.0 1.0	F8 RPR 1	2,844	A	B	
3.0 2.0	F5 RPR 2	2,826	A	B	
2.0 1.0	F1 RPR 1	2,803	A	B	
2.0 2.0	F1 RPR 2	2,781		B	C
4.0 2.0	F8 RPR 2	2,713			C
1.0 1.0	F0 RPR 1	2,707			C
1.0 2.0	F0 RPR 2	2,707			C

### Annexe 15: analyse de variance UV 270 NM

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	1,235	23	0,054				
VAR.FACTEUR 1	0,756	3	0,252	14,641	0,00009		
VAR.FACTEUR 2	0,138	1	0,138	8,018	0,01164		
VAR.INTER F1*2	0,065	3	0,022	1,259	0,322		
VAR.RESIDUELLE 1	0,275	16	0,017			0,131	6,02%

## Groupes homogènes

### Facteur friture

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES		
4.0	F8	2,375	A		
3.0	F5	2,308	A		
2.0	F1	2,109		B	
1.0	F0	1,921			C

## Résumé

Les huiles végétales contenant des AGPI sont susceptibles de subir des réactions d'oxydation lorsqu'elles sont soumises à un traitement thermo-oxydatif comme dans le cas des fritures. Cette détérioration peut être accentuée en modifiant le rapport quantité de pomme de terre et le volume d'huile utilisé en cuisson.

L'objectif visé par ce mémoire est l'étude de l'effet de deux rapports quantité d'aliment/volume d'huile sur les caractéristiques physico-chimiques de l'huile des bains de friture et la qualité organoleptique des frites préparées en utilisant l'huile « La Belle », 100% soja.

Les résultats obtenus ont montré clairement l'effet significatif de ce facteur (rapport frites / volume d'huile). Le rapport 1 / 4 a induit une plus forte altération des critères physico-chimiques et organoleptique que le rapport 1 / 7.

**Mots clés :** huile soja, rapport quantité frites / volume d'huile, altération.

## Summary

Vegetable oils containing PUFAs are susceptible to oxidation reactions when subjected to a heat-oxidative treatment as in the case of fried foods. This deterioration can be accentuated by modifying the ratio of potato quantity and the volume of oil used in cooking.

The objective of this thesis is the study of the effect of two ratios of feed quantity / volume of oil on the physicochemical characteristics of frying bath oil and the organoleptic quality of fries prepared using "La Belle" oil, 100% soya.

The results obtained clearly showed the significant effect of this factor (fries ratio / oil volume). The ratio 1/4 induced a stronger alteration of the physicochemical and organoleptic criteria than the ratio 1/7.

**Key words:** soya oil, ratio of French fries / volume of oil, alteration