

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITÉ MOULOUD MAMMERI TIZI-OUZOU

Faculté des Sciences Biologiques et des Sciences Agronomiques

Département Agronomie

Mémoire de fin d'études



*En vue de l'obtention du diplôme de Master
en Sciences Agronomique*

Option : Transformation et conservation des produits agricole

Thème

**EVALUATION DE L'ALTERATION DE L'HUILE
DE SOJA AU COUR DE FRITURE DE POISSON DANS
LES RESTAURANTS UNIVERSITAIRES TAMDA**

Proposé et dirigé par :

M^r SADOUDI R.

Présenté par :

M^{elle} AIT AHMED AMEZIANE NAIMA

M^{elle} AIT DJEBBARA SORIA

Devant le jury :

Président : M^r AMROUCHE T

Examineurs : M^r AMIR Y

M^r BENGANA M

Maître de conférences.

Professeur.

Maître de conférences B.

Année universitaire : 2016/2017

Remerciements

« Merci Dieu tout puissant »

*Celui qui nous a protégé, aidé et surtout soutenu jusqu'à pouvoir
«mener la graine au fruit » pour son soutien providentiel.*

*Nous tenons à remercier et à exprimer nos profonde gratitude à notre promoteur monsieur **SADOUDI.R** maitre-assistant chargé de cours au département sciences Agronomiques à UMMTO d'avoir accepté de nous encadrer, il nous a bien orientés et nous avons à maintes reprises pris de son temps pour les corrections et les explications. Nous le remercierons jamais assez pour tous les enseignements qu'ils nous à donner avec énormément de patience et de dévouement.*

*Nos remerciements s'adressent également à **M' AMROUCHE.T** maitre de conférences à UMMTO, c'est un très grand honneur de l'avoir comme président de jury et c'est aussi un grand honneur de l'avoir comme enseignant, le savoir qui nous transmis est d'une valeur inestimable.*

*Nous voulons également exprimer nos sincères remerciements à **M' AMIR.Y** professeur à l'UMMTO. d'avoir accepté d'examiner notre travail.*

*Nous tenons à remercier **M' METNA** enseignant au département Agronomie à UMMTO, pour l'aide qui nous a apportée dans l'étude statistique.*

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



Dédicace

Je dédie ce modeste travail à :

*Mes précieux parents «Ouiza et Abd el Wahab» pour leur
exprimer tout le respect et l'amour que j'ai pour eux et pour leurs
témoigner ma reconnaissance pour tous les efforts et sacrifices
qu'ils ont entrepris à de me voir ce que je suis.*

Mon cher mari « Samir»

*Mes très chères frères « Sofian» et « Houcine » et« Mourad » à qui je
souhaite le bonheur et la réussite dans leurs vie.*

*Ma sœurs « Lamia » et son marie Sid Ali et leurs petites familles
« Imilie Syrine».*

Mes sœurs « Kafia »et son marie Rabeh

*La mémoire de mon beau père « khaled » puisse Dieu le tout puissantlui
accorde sa clémence, sa miséricorde et l'accueille dans son vaste paradis.*

Ma belle-mère « Horia».

Mes belles sœurs et mes beaux frères

Tous les membres de mes deux familles « Ait Djebbara» et « Sadoun ».

Toute la promotion technologie alimentaire.

Tous mes amis qui me connaissent de loin et de près.

Soria



Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

Mon grand père et a mes très chers parents pour leurs soutiens et leurs sacrifices tout au long de ma vie et auxquels je ne rendrais jamais assez.

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

Mes chères sœurs Nouria et Samira.

Mes amies et a tout ceux qui me sont chers.

A votre bénédiction la plus sainte.

Je présente mon travail.

Naima.

SOMMAIRE

Liste des abréviations

Liste des tableaux

Liste des figures

Introduction générale 1

SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

I. Les huiles végétales 2

I.1. Historique 2

I.2. Les huiles alimentaires 2

I.3. Huile de soja 3

I.3.1. Définition 3

I.3.2. Composition 3

I. 3.2.1. Propriétés physicochimiques 3

I.4. Production des huiles végétales dans le monde et en Algérie 4

I.4.1. Marché mondial des oléagineux 4

I.4.2. Les différentes huiles commercialisées en Algérie et leur composition 5

II. Altération des corps gras 6

II.1. Mécanismes de l'oxydation des huiles 6

II.1.1. Auto-oxydation 6

II.1.2. Photo-oxydation 9

II.1.3. Oxydation enzymatique 10

II.1.4. Acidification 10

II.1.5. Isomérisation 11

II.1.6. Altérations biologiques 11

II.2. Facteurs influençant l'oxydation des lipides 11

II.2.1. Teneur en oxygène.....	11
II.2.2. Température.....	11
II.2.3. Présence d'agents antioxydants	11
II.2.4. Présence d'agents pro-oxydants.....	11
II.2.5. Teneur en acides gras libres.....	12
II.2.6. Activité de l'eau (A _w).....	12
III. Poisson	
III.1. Généralités sur les sardines	13
III.1 .1 Le poisson et l'alimentation humaine	13
III.1.1.1. Les protéines.....	14
III.1.1.2 Les lipides.....	14
III.1.1.3 Les acides gras dans le poisson	14
III.1.1.4. Vitamines et minéraux du poisson	15
IV. Procédé technologique de friture.....	16
IV.1. Généralités.....	16
IV.2. Utilisation des huiles	16
IV.2.1. Assaisonnement.....	16
IV.2.2.Friture	17
IV.3. Types de fritures.....	17
IV.3.1. Friture plate	17
IV.3.2. Friture profonde.....	17
IV.3.3. Friture en restauration collective.....	17
IV.3.4. Friture industrielle	17
IV.4. Etude des conséquences des fritures sur les propriétés du corps gras.....	18
IV.4.1. Modification au sein de l'aliment.....	18
IV.4.2. Modification au sein de l'huile.....	18
IV.5. Différents types d'altération des huiles au cours de chauffage.....	19

IV.5.1. Réactions d'oxydation.....	19
IV.5 .2. Réactions de polymérisation et cyclisation	19
IV.5.3. Réactions d'hydrolyse	19
IV.5.4. Thermo-oxydation	20

PARTIE EXPÉRIMENTALE

Matériel et méthodes	21
I.1. Objectif et protocole expérimental de l'étude	21
II.. Analyses physiques.....	24
II.1. Viscosité.....	24
II.2. La Densité	24
II.3: teneur en eau et en matières volatiles	25
II.4: Mesure des composés polaires totaux.....	25
III. Analyses chimiques	26
III.1. Acidité	26
III.2. Indice de peroxyde	26
III.3. Indice d'iode	27
III.4. Indice de saponification.....	28
III. Analyse statistique	29
Résultats et discussion	
I. Evolution des indices physiques	30
I.1. Evolution de l'humidité.....	30
I.2.Evolution de la densité	32
I.3. Evolution de la viscosité	34
I.4 : Evaluation du composé polaire	35
II. Evolution des indices chimiques.....	38
II.1 Acidité.....	38
II.2. Indice de peroxyde.....	40

II.3. Indice d'iode	42
II.4. Indice de saponification	44
Conclusion générale.....	46
Références bibliographiques	
Annexes	

Liste des abréviations

°C: degré Celsius.

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.

ECN : Espèce chimique nouvelle.

I_i : Indice d'iode.

I_s : Indice de saponification.

M.C.V : Maladies cardio-vasculaires.

MG : Matière grasse.

R° : Radical libre d'acide gras.

ROO°: Radical peroxy.

ROOH: Hydroperoxydes.

TG : Triglycérides.

LISTE DES FIGURES

Figure N° 1 : Schématisation de la cinétique d'oxydation des acides gras insaturés	7
Figure N° 2 : Schéma générale des réactions d'auto-oxydation des AGI (<i>EYMARD, 2003</i>).....	8
Figure N° 3: Mécanisme d'initiation de la peroxydation des lipides par l'activité lipoxygénasique (GERMAN et KINSELLA, 1985).....	10
Figure N° 5: Vitesse d'oxydation et activité de l'eau (FRENOT et VIERLING, 2001)	12
Figure N° 9 : Photo des sardines	13
Figure N° 6: Les échantillons de l'huile.....	23
Figure N° 7 : La friteuse utilisée au niveau des restos	23
Figure N° 8 : Viscosimètre (photo originale).....	24
Figure N° 9 : chauffe ballon sous réfrigérant à reflux (photo originale).....	28
Figure N° 10 : Evolution de l'humidité en fonction de fritures	31
Figure N° 11: Evolution de la densité eu niveau des restos universitaires.....	33
Figure N° 12 : Evolution de la viscosité en fonction du nombre de répétitions.....	35
Figure N° 13 : Evolution du composé polaire en fonction du nombre de répétitions.....	36
Figure N° 14 : valeurs de l'acidité comparées entre les prélèvements.....	39
Figure N° 15 : valeurs de l'indice de peroxyde comparées entre les prélèvements.....	41
Figure N° 16 : valeurs de l'indice diode comparées entre les prélèvements.....	43
Figure N° 17: valeurs de l'indice de saponifications en fonction du nombre de répétitions	45

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I: Principales constantes physico-chimiques de l'huile de Soja (CODEX ALIMENTARIUS, 1992).....	3
Tableau II : La production mondiale des oléagineux en millions de tonnes (MT) selon les données de l'USDA et la FAOSTAT	5
Tableaux III : Les différentes marques des huiles alimentaires fabriquées en Algérie	5
Tableau. IV : principaux composants (en pourcentage) des muscles de poisson	21
Tableau V : Origine et conseils d'utilisation d'huile étudiée.....	22
Tableau VI : Conditions expérimentales des essais de fritures.....	23
Tableau VII : les résultats d'analyse de l'indice de l'humidité	30
Tableau VIII : Résultats de la mesure de la densité	34
Tableau IX : Résultats de la mesure de la viscosité.....	36
Tableau X: Résultats de la mesure de l'acidité (%)	38
Tableau XI : Résultats de la mesure de peroxyde.....	40
Tableau XII : Résultats de la mesure d'iode.....	42
Tableau XIII : Résultats de la mesure de saponifications	44

Introduction générale

Introduction générale

La consommation d'huile végétale est en perpétuelle évolution ; cet intérêt s'est fait au détriment des corps gras (CG) d'origine animale ; ce style de vie est surtout lié à la demande des consommateurs qui surveillent de plus en plus leur régime alimentaire (*ERICKSSON et WERDERMANN, 1980*).

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

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

Cependant, sous l'influence d'une élévation importante de la température, les corps gras se dégradent suivant des processus parfois mal connus qui aboutissent à la formation de composés d'oxydation, de polymérisation, d'isomérisation et d'hydrolyse susceptibles d'être toxiques pour l'Homme (*LE FLOCH et al., 1968*).

Notre étude se veut une contribution à l'évaluation du degré de sensibilité d'une huile végétale raffinée lors de son utilisation en friture de poisson dans quatre restaurants universitaires à Tamda.

Des échantillons de bains de fritures de la sardine ont été prélevés régulièrement à la fin du dernier cycle de friture (vers 12h); des analyses ont été effectuées pour suivre l'évolution de certains indices physico-chimiques indicateurs d'altération ; les résultats obtenus sont comparés entre eux et à ceux obtenus dans d'autres restaurants universitaires par d'autres étudiants.

Partie
Bibliographique

Généralités sur les huiles végétales

I. Les huiles végétales**I.1. Historique**

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

L'huile est une matière grasse, onctueuse et épaisse, souvent liquide à température ambiante.

Une huile végétale renferme en général plus de 99% de lipides, ni glucides, ni protéides et très peu ou pas de cholestérol. Quelques vitamines et antioxydants liposolubles complètent le pourcentage restant (1%).

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

I.2. Les huiles alimentaires

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

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

Dans la catégorie des huiles, nous trouvons principalement l'huile d'olive, de noix, d'arachide, de tournesol, de soja, de colza, des germes de blé, de maïs et des pépins de raisin. *UZZAN A. (1992)* a subdivisé les huiles et les graisses alimentaires en plusieurs classes : huiles végétales fluides : huile d'arachide, de colza, de germes de maïs, de tournesol, de soja et d'olive. Les huiles végétales concrètes (graisses) : coprah (provenant de la noix de coco), huile de palme.

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

I.3. Huile de soja

I.3.1. Définition

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

L'huile de soja est fluide et d'un jaune plus ou moins foncé suivant la nature des graines et les procédés d'extraction. A l'état frais, elle a une saveur assez prononcée d'haricot qui s'atténue peu à peu. Elle est riche en acides gras poly-insaturés et notamment en acide alpha-linolénique. Elle est recommandée pour les assaisonnements

I.3.2. Composition

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

I. 3.2.1. Propriétés physicochimiques

L'huile du soja possède certaines propriétés physico-chimiques qui sont représentées dans le tableau I.

Tableau I: Principales constantes physico-chimiques de l'huile de Soja (*CODEX ALIMENTARIUS, 1992*).

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

I.4. Production des huiles végétales dans le monde et en Algérie**I.4.1. Marché mondial des oléagineux**

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

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

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

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

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

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

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

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

I.4.2. Les différentes huiles commercialisées en Algérie et leur composition

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

Tableaux III : Les différentes marques des huiles alimentaires fabriquées en Algérie

La marque	Nature de l'huile
La Belle	100%Soja
LYNOR	100%Soja
ELIO	80%Soja ; 20%Tournesol
FLORIAL	100%Tournesol
AFIA	95%Soja ; 5%Tournesol

Altérations des huiles végétales

II. Altérations des huiles végétales

Les lipides présents dans les aliments sont instables à la chaleur ; ils s'altèrent facilement lors de leur stockage à la température ambiante, voire même à des températures plus basses à cause de leur sensibilité à l'oxydation.

II.1. Mécanismes de l'oxydation des huiles

L'oxydation lipidique des aliments est un problème qui se pose de plus en plus en agroalimentaire. Elle tend notamment à réduire la durée de conservation du produit, affecte sa palatabilité, fonctionnalité et sa qualité nutritionnelle (HIDALGO et al, 2006).

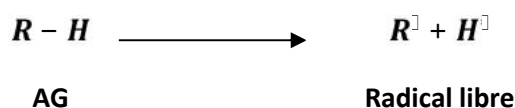
Elle a lieu sous l'action de l'oxygène qui est le principal facteur de détérioration des corps gras. Elle est accélérée par la chaleur et la lumière. L'oxydation atteint facilement les acides gras insaturés (FREDOT, 2012).

II.1.1. Auto-oxydation

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

*Initiation

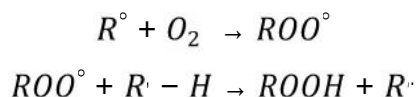
La réaction d'initiation conduit à la formation d'un radical libre par arrachement d'un atome d'hydrogène d'une chaîne d'acides gras insaturés selon la réaction :



La réaction d'initiation augmente avec l'insaturation des lipides, le chauffage, la lumière, des radiations ionisantes, la présence d'ions métalliques polyvalents et des lipoxygénases (JEANTET et al, 2006).

*Propagation

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



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

*Terminaison

La réaction en chaîne peut s'arrêter lorsque la concentration en radicaux libres devient importante, cette dernière correspond à l'interaction entre deux radicaux libres pour terminer la réaction d'auto-oxydation selon les réactions suivantes :

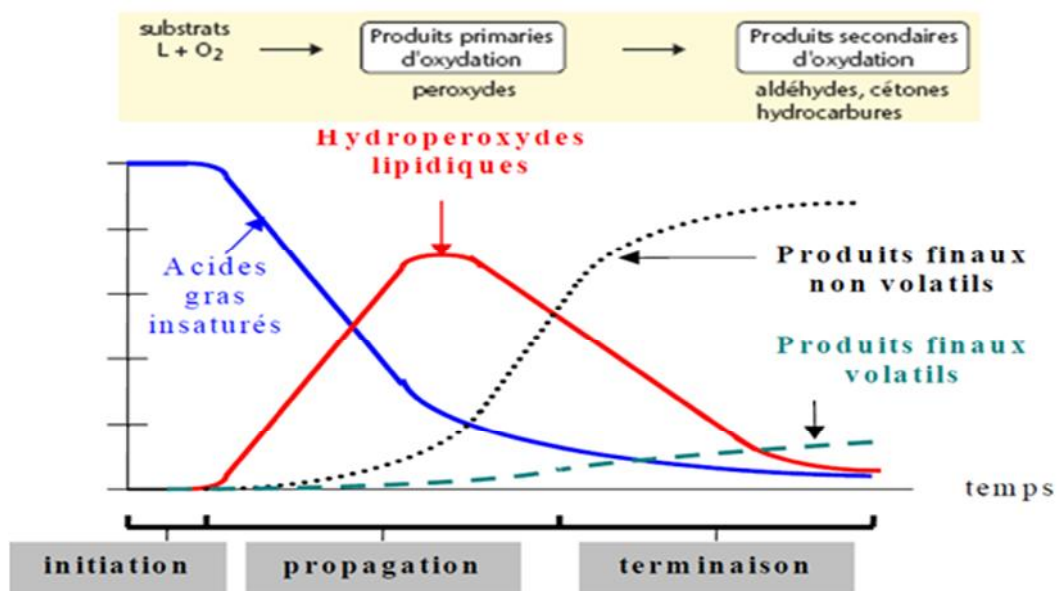


Figure N° 1 : Schématisation de la cinétique d'oxydation des acides gras insaturés

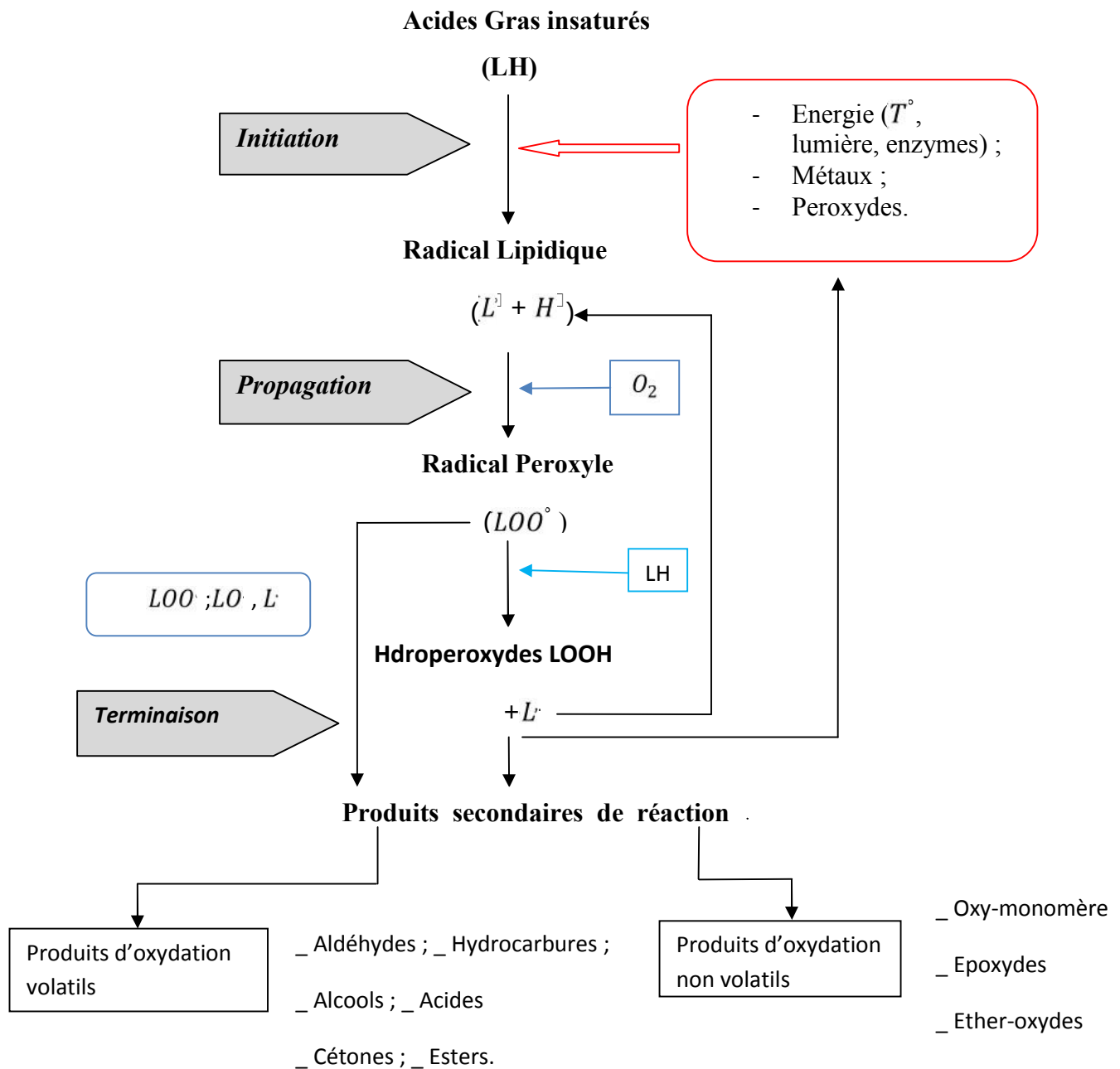


Figure N°2 : Schéma générale des réactions d'auto-oxydation des AGI (EYMARD, 2003).

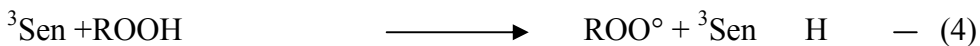
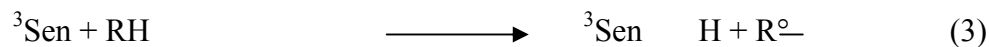
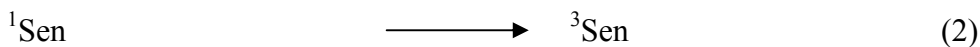
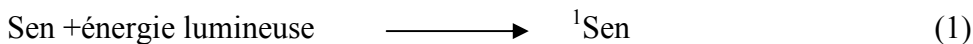
II.1.2. Photo-oxydation :

La photo-oxydation est une voie importante de production d'hydroperoxydes en présence d'oxygène, d'énergie lumineuse et de photo-sensibilisateurs, tels que les hémoprotéines ou la riboflavine (RIAHI et MARZOUKI, 2000).

Selon (PRIOR, 2003), La photo-oxydation est basée sur le fait que l'oxygène peut se retrouver dans un état singulet par suite d'une photo-excitation. La photo-oxydation s'effectue suivant deux mécanismes : type I et type II.

➤ Type I

Dans le type I, l'énergie de la lumière est absorbée par un photo-sensibilisateur (ex : chlorophylle), ce qui l'élève à l'état singulet (1). Ensuite, un croisement inter systématique forme l'état triplet (2). Le sensibilisateur excité réagit directement avec une autre molécule en capturant un atome d'hydrogène (3 et 4). Ce mécanisme donne des R° qui peuvent initier l'auto-oxydation.



➤ Type II

La photo-oxydation du type II implique aussi des photo-sensibilisateurs. Après avoir absorbé l'énergie lumineuse (1'), ils transfèrent le photon à l'oxygène dans son état triplet et ce dernier passe à l'état singulet (2'). L'oxygène singulet réagit facilement avec les AGI, mais suivant un mécanisme différent de l'auto-oxydation : la cyclo-addition d'oxygène à un AGI mène directement aux hydroperoxydes.



II.1.3. Oxydation enzymatique :

C'est une réaction radicalaire en chaîne qui se déroule de façon similaire à l'auto-oxydation. Elle est catalysée le plus souvent par les lipoxygénases (lipoxydases), qui sont très répandues dans les tissus animaux et végétaux. Ces enzymes exigent des acides gras libres comme substrat et actives même à des concentrations très basses d'humidité et à des températures basses.

Les lipoxygénases catalysent l'addition directe de l'oxygène (Figure 2), et les mono-hydroperoxydes produits se décomposent de la même manière que les produits de l'auto-oxydation ou la photo-oxydation (GRAILLE, 2003).

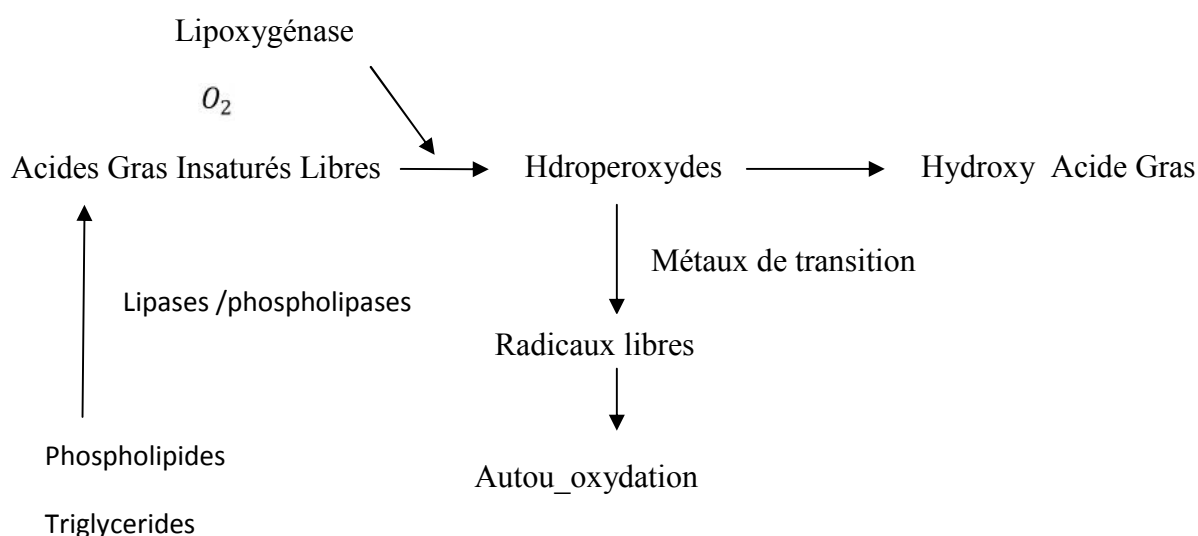


Figure N°3 : Mécanisme d'initiation de la peroxydation des lipides par l'activité lipoxygénasique (GERMAN et KINSELLA, 1985).

II.1.4. Acidification

L'acidification correspond à la libération d'acides gras libres, diacylglycérols et monoacylglycérols à partir des acides gras contenus dans les corps gras suite à des réactions d'hydrolyse. Elle se produit dans les corps gras renfermant de l'eau, et se réalise sous l'action de micro-organismes lipolytiques. Les acides gras libres formés confèrent aux corps gras un goût et une odeur désagréables caractéristique de rance (FREDOT, 2012).

II.1.5. Isomérisation

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

II.1.6. Altérations biologiques

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

II.2. Facteurs influençant l'oxydation des lipides**II.2.1. Teneur en oxygène**

La teneur en oxygène est le facteur prépondérant car la molécule initie les réactions (FRENOT et VIERLING, 2001).

II.2.2. Température

Une élévation de la température favorise l'oxydation des lipides. Cette dernière est d'autant plus rapide que la température est importante: l'abstraction des hydrogènes allyliques et la décomposition des hydroperoxydes en produits secondaires sont favorisés.

L'effet de la température sur l'oxydation des lipides est complexe et dépend toutefois de la concentration en oxygène dans le milieu (FRENOT et VIERLING, 2001).

II.2.3. Présence d'agents antioxydants

Les aliments contiennent naturellement ou sous forme d'additif des molécules plus Oxydables que les lipides : ce sont les tocophérols, l'acide ascorbique... Ces molécules permettent de stopper la phase de propagation de l'auto-oxydation et augmentent les cinétiques de réaction de terminaison pour protéger les acides gras de l'oxydation (GRAILLE, 2003).

II.2.4. Présence d'agents pro-oxydants

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

II.2.5. Teneur en acides gras libres

Du fait de leur dispersion, les acides gras libres sont plus sensibles à l'oxydation qui est accélérée par les lipases (FRENOT et VIERLING, 2001).

II.2.6. Activité de l'eau (A_w)

On peut suivre la vitesse d'oxydation des acides gras en fonction de l'activité de l'eau (Figure 4) :

* $A_w < 0,1$: l'oxydation est très élevée parce que l'oxygène insoluble dans l'eau est réactif en phase hydrophobe ;

*Entre 0,2 et 0,3 : l' A_w a une faible influence. La monocouche d'eau s'oppose au passage de l'oxygène jusqu'aux lipides et bloque l'oxydation ;

* $0,2 < A_w < 0,5$: les peroxydes actifs réagissent avec l'eau et peu avec les lipides. Les antioxydants solubles ont une action protectrice efficace ;

* $A_w > 0,5$: les catalyseurs métalliques diffusent vers les sites d'oxydation et la catalyse minérale exerce son plein effet ;

* $A_w > 0,9$: l'oxydation ralentit par effet de dilution (FRENOT et VIERLING, 2001).

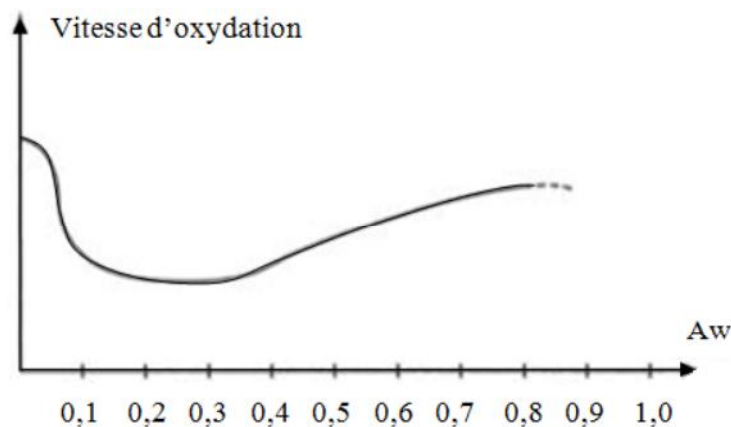


Figure N° 4: Vitesse d'oxydation et activité de l'eau (FRENOT et VIERLING, 2001).

Généralités sur les sardines

III. Généralités :

La sardine appartient à la famille des Cuplédés. Son corps est couvert d'écailles qui se détachent très facilement. Elle possède un dos arrondi, vert olive ou bleu vert, avec un ventre et des flancs argentés (*figure 5*).

La sardine, de taille commune de 10-20cm, se concentre à l'ouest de la Méditerranée et le Nord-Est Atlantique. Sur le plan nutritionnel, 100 g de sardine apportent 163 Kcal, dont 20,4g de protéines et 9 g de lipides (M.VILIMOVSKÝ (FR) 2015). Elle contient, aussi, de nombreuses vitamines (A, D, B2, PP, et B12) ainsi que des sels minéraux (phosphore, magnésium, calcium et fer) (M. Vilimovský (FR) 2015).



Figure N° 5: Photo des sardines.

III.1 : Le poisson et l'alimentation humaine

Le poisson est réputé pour être un aliment santé. Ses apports nutritionnels pour notre alimentation sont reconnus : lipides, acides gras, protéines, acides aminés, vitamines et minéraux.

Les poissons apportent une bonne quantité de protéines sans apporter de la matière grasse en excès. Les matières grasses apportées sont de bonnes qualités et nécessaires à l'organisme vivant, ce sont des acides gras à longue chaîne poly-insaturés (AGLPI) de la série des omégas 3, comme l'acide eicosapentaénoïque (EPA, C20: 5, w3) et le docosahexaénoïque (DHA, C22: 6, w3). L'effet bénéfique d'un apport régulier en ces AGLPI de la série w3 sur la santé humaine commence à être bien démontré (Gissi, 1999 ; Bucher *et al.*, 2002).

Ces AGLPI sont impliqués dans diverses actions connues:

- Amélioration de la fluidité membranaire,
- Diminution de l'agrégation plaquettaire et, par conséquent, diminution des maladies cardiovasculaires,
- Bon développement du cerveau et de la rétine,
- Augmentation de la résistance immunitaire et à la cancérogenèse.

(Simopoulos, 2001).

Ces acides gras sont importants aussi pour la vision et le développement cérébral (Broadhurst et *al.*, 1998 ; Crawford et *al.*, 1999).

III.1.1. Les protéines :

Les protéines des tissus musculaires du poisson peuvent être réparties en trois groupes :

Les protéines structurelles : actine, myosine, tropomyosine et actomyosine ; elles constituent de 70 à 80% de la teneur totale en protéines (comparée à 40% chez les mammifères). Elles constituent le système contractile responsable du mouvement des muscles.

****Les protéines sarcoplasmiques:*** myoalbumine, globuline et enzymes ; elles représentent de 25 à 30% des protéines et sont des enzymes participant au métabolisme de la cellule comme la transformation anaérobie de l'énergie du glycogène en ATP.

****Les protéines du tissu conjonctif (collagène)*** : constituent environ 3% des protéines chez les téléostéens et environ 10% chez les élasmobranches, comparé à 17% chez les mammifères. Les propriétés chimiques et physiques des protéines du collagène sont différentes dans les tissus, tels que la peau, la vessie natatoire et dans le muscle (Mohr, 1971), (ANONYME, 1994).

III.1.2. Les lipides

Les lipides présents peuvent être divisés en deux groupes : les phospholipides et les triglycérides. Les phospholipides constituent la structure intégrale des membranes des cellules et sont appelés structuraux ; les triglycérides sont utilisés pour entreposer l'énergie à l'intérieur de cellules grasses spéciales, ce sont des graisses de dépôt. Dans les muscles des poissons maigres, le cholestérol (rigidité des membranes) peut représenter jusqu'à 6% des lipides totaux, comme dans les muscles des mammifères (FAO, 1994).

III.1.3. Les acides gras dans le poisson

Les lipides des poissons diffèrent des lipides des mammifères et incluent jusqu'à 40% d'acides gras insaturés à longue chaîne (14 à 22 atomes de carbone). Le pourcentage

d'acides gras polyinsaturés est légèrement plus faible dans les poissons d'eau douce (environ 70%) que dans les poissons d'eau de mer (environ 88%) (*Stansby et Hall, 1967*).

Dans l'alimentation humaine, certains acides gras, tels que les acides linoléiques et linolénique sont considérés essentiels. De plus, les huiles de poisson contiennent d'autres acides gras polyinsaturés «essentiels » pour prévenir les maladies de peau comme les acides linoléique et arachidonique ; l'acide linoléique a des effets neurologiques favorables à la croissance des enfants.

III.1.4. Vitamines et minéraux du poisson

La teneur en vitamines et sels minéraux est spécifique aux espèces et peut, de plus, varier selon la saison. En général, la chair du poisson est une bonne source de vitamines B et également, dans le cas des espèces grasses, de vitamines A et D. Quelques espèces d'eau douce comme la carpe ont une grande activité thiaminase.

En ce qui concerne les éléments minéraux, la chair du poisson est considérée comme une source appréciable de calcium et de phosphore en particulier mais également de fer, cuivre et sélénium. Les poissons d'eau de mer ont une forte teneur en iode.

La teneur en vitamines est comparable à celle des mammifères exceptions faite pour les vitamines A et D que l'on trouve en grandes quantités dans la chair des espèces grasses et en abondance dans le foie de certaines espèces. Il faut noter que la teneur en sodium dans la chair du poisson est relativement basse, ce qui le rend compatible avec un régime hyposodé. Enfin, il a été démontré que le niveau de vitamine E dans les tissus du poisson correspondait à sa concentration dans son alimentation (*WaagboetaL, 1991*).

Les Fritures

IV. Procédé technologique de friture**IV.1. Généralités**

La friture est l'un des procédés, les plus anciens, d'élaboration des aliments. Elle a été probablement inventée puis développée autour du bassin méditerranéen où l'huile d'olive était largement utilisée (VARELA, 1998). Cette technique était connue des Egyptiens il y a près de quatre mille ans. Des morceaux de viandes étaient jetés dans une marmite d'huile d'olive chauffée au-dessus d'un feu de bois. La viande ainsi séchée et grillée était appréciée pour son goût, sa texture et sa longue conservation (GERTZ, 2000).

La friture est une méthode de préparation des aliments très ancienne et très appréciée partout à travers le monde. La texture et la saveur unique des aliments frits sont des éléments importants qui expliquent son attrait. Par contre, les tendances des consommateurs vers les produits santé et faibles en gras amènent à se pencher sur la réduction de la teneur en gras des aliments (PERRIN, 1992).

La friture est utilisée dans le but de 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 et enfin la stabilisation de matières premières ou aliments par l'abaissement de la teneur en eau et l'inactivation des micro-organismes (VITRAC *et al.*, 2003).

Durant ces dernières décennies, l'évolution de nos modes de vie (éloignement du milieu de travail, restauration hors foyer...) a contribué à la diversification des produits frits (pommes de terre frites, poissons ou poulets frits, chips, produits soufflés...) (VITRAC *et al.*, 2003).

IV.2. Utilisation des huiles**IV.2.1. Assaisonnement**

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

IV.2.2.Friture

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

IV.3. Types de fritures

On distingue quatre types de fritures ;

IV.3.1. Friture plate

Elle consiste à préparer certains aliments par cuisson à la poêle en présence d'une petite quantité de matière grasse. Elle se caractérise par le fait que la matière grasse n'est utilisée qu'une seule fois (VITRAC *et al.*, 2003).

IV.3.2. Friture profonde

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

IV.3.3. Friture en restauration collective

La quantité d'huile placée dans la friteuse peut aller de quelques litres à une centaine de litres (friteuse en cuisine collective). Une particularité est que, bien souvent, ces huiles sont chauffées pendant plusieurs heures par jour (FREDOT, 2005).

IV.3.4. Friture industrielle :

Compte tenu du fait que les repas sont de plus en plus pris hors du foyer familial, une part grandissante des produits alimentaires est cuite, frite ou précuite dans l'industrie. Les friteuses industrielles fonctionnent dans la plupart des cas en continu. Les quantités d'huiles mises en œuvre peuvent aller jusqu'à une dizaine de tonnes (KARLESKINDE, 1992).

Le chauffage de l'huile est souvent réalisé de manière indirecte, en utilisant des échangeurs de chaleur avec un fluide thermique. L'installation des filtres dans le système de circulation de l'huile permet l'élimination des débris. Un système d'aspiration des émanations est installé de manière à ce que la vapeur produite pendant l'opération de friture forme une couverture inerte au-dessus de la surface de l'huile et ne soit évacuée qu'aux extrémités de la friteuse. (KARLESKIND, 1992).

IV.4. Etude des conséquences des fritures sur les propriétés du corps gras

L'immersion des aliments dans le bain de friture provoque des transformations physico-chimiques qui sont à l'origine de la formation d'une croûte dorée et croustillante à leur surface (GRAILLE, 2003).

IV.4.1. Modification au sein de l'aliment

Les changements qui se produisent dans l'alimentation sont :

- L'aliment perd de l'eau : l'eau de l'aliment s'évapore et libère des composés colorés dans le bain de friture. Et permet de cuire l'aliment à l'intérieur (FREDOT, 2012).
- L'aliment retient une grande quantité de matières grasses responsable d'une augmentation de sa valeur énergétique. La teneur en lipides dépend de la nature de corps gras utilisé et la température du bain de friture (FREDOT, 2012).
- L'aliment cède des lipides dans le bain de friture : le passage est important s'il s'agit de frites précuites surgelées qui contiennent 6% de lipides au départ, on retrouve des acides gras libres qui seront sensibles à l'altération (VIERLING, 2003).
- L'aliment développe à sa surface une couleur plus foncée et une texture plus ferme (ou croûte), et développe aussi la saveur et un arôme (GUPTA, 2005).

IV.4.2. Modification au sein de l'huile

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

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

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

- Des modifications organoleptiques : la couleur du bain devient brune et son acidité augmente ;
- Des modifications physico-chimiques : la densité, la viscosité et l'indice de réfraction s'élèvent. Le poids diminue et même le volume.

IV.5. Différents types d'altération des huiles au cours de chauffage

Diverses réactions se produisent dans le bain d'huile au cours de chauffage à des températures élevées, en présence d'eau et d'oxygène.

IV.5.1. Réactions d'oxydation

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

IV.5.2. Réactions de polymérisation et cyclisation

La polymérisation des huiles riches en AGPI peut se produire lors de chauffage à des températures élevées. Certains polymères formés sont des corps cycliques nocifs pour la santé (TREMOLIERE *et al.*, 1984). Dans les huiles de friture, deux types de polymères se forment : des polymères oxydatifs résultant de la combinaison des radicaux libres formés par l'auto-oxydation et des polymères thermiques qui sont des longues molécules issues des interactions entre les composés formés au cours de décomposition de l'huile à une température élevée.

La polymérisation est un critère pertinent pour suivre la détérioration des huiles de friture ; elle peut être inhibée par les antioxydants (GRAILLE, 2003).

IV.5.3. Réactions d'hydrolyse

Elles conduisent au contact de la vapeur d'eau, à la formation d'acides gras libres, mono-glycérides, di-glycérides et glycérol. Ces dernières sont très sensibles aux réactions d'altération et seront responsables des défauts de goût ou d'odeur des matières gras (GRAILLE, 2003).

IV.5.4. Thermo-oxydation

Lors de la friture à température élevée, les réactions d'oxydation vont s'accélérer et donner des réactions secondaires plus variées, telles que des isomérisations, des polymérisations, des cyclisations et des hydrolyses (FRENOT et VIERLING, 2001).

Partie
Expérimentale

Matériel et méthodes

I. Matériel et méthodes

I.1. Objectif et protocole expérimental de l'étude

L'objectif de cette étude consiste à évaluer la stabilité ou la sensibilité d'une huile 100 % Soja durant des essais de friture. L'huile utilisée est commercialisée sous l'appellation « LYNOR ». Cette huile raffinée est produite par PROLIPOS siège social : Zone industrielle BP.811 AIN M'LILA, 004301 ALGERIE. Cette huile est largement employée dans la cuisson ; les fritures et l'assaisonnement ; Ne pas chauffer au-delà de 170°C. Cette huile doit être conservée à l'abri de chaleur et de la lumière après chaque utilisation. À renouveler après 4 fritures.

L'aliment employé dans la friture est le poisson. Cet aliment est de composition relativement simple, il est riche en matière grasse. Le choix de celui-ci est lié au fait qu'il est de grande consommation et de large utilisation en friture. Les entrailles des la sardine sont retirées manuellement sans ôter les têtes ; gratter pour bien enlever les écailles transparentes ; les laver à grand eau ; ajouter de sel ; farine et quelques épices. Le rapport quantité de sardine / volume d'huile est varié selon les friteuses utilisées au niveau des restaurants universitaires.

Tableau. IV : principaux composants (en pourcentage) des muscles de poisson

Constituents	Poisson(filet)		
	Minimum	Interval normal	Maximum
Protéines	6	16-21	20
Lipides	0.1	0.2-25	3
Hydrates de Carbone		<0.5	1
Cendres	0.4	1.2-1.5	1
Eau	28	66.81	75

Il importe de souligner que les analyses physico-chimiques sont réalisées au laboratoire commun de la faculté Biologie et Agronomie.

Le tableau V représente l'origine et les conseils d'utilisation des huiles étudiées.

Tableau V : Origine et conseils d'utilisation d'huile étudiée.

Origine et conseils d'utilisation	Huile de soja
Dénomination	Lynor 100% soja
Origine	Produit par« PROLIPOS » AIN M'LILA ; ALGERIE
Composition	100%soja
Conseils d'utilisation	Friture ; cuisson et l'assaisonnement

L'organisation des essais de fritures au niveaux des restaurants universitaire de TAMDA (1 ;2 ;3 ;4)se présente comme suit : les fritures sont réalisées selon un mode de chauffage électrique par l'utilisation des friteuses du déférentes marques ,de diamètres, et de profondeurs

Il importe de souligner que ces fritures sont réalisées en continue sans ajout d'huile fraîche ; la quantité de la sardine introduite dans le bain est réduite graduellement le long des cycles de fritures suite au prélèvement d'un échantillon d'huile, et ce pour maintenir constant le rapport poids de sardine/volume d'huile de bain.

A la fin du la friture, un volume d'huile (200 ml) est prélevé après homogénéisation du bain de friture. L'huile de bain de friture est filtrée et introduite aussitôt dans des flacons recouverts de papier aluminium. L'huile de bain prélevée est refroidie à température ambiante ; elle est, ensuite, stockée à +4°C. C'est ainsi que sont prélevés des échantillons d'huiles de bain de fritures réalisées avec l'huile de soja « Lynor » et sans incorporation de l'huile fraîche.

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 « Lynor » lors de ce traitement thermo-oxydatif.



Figure N°6: Les échantillons de l'huile



Figure N°7 : La friteuse utilisée ou niveau des restos

Les conditions expérimentales fixées durant notre expérimentation sont portées dans le tableau VI.

Tableau VI : Conditions expérimentales des essais de fritures.

	TAMDA1	TAMDA2	TAMDA3	TAMDA4
La quantité de sardine achetée (Kg)	200 à 220 kg	220	200 à 210	200 à 220
Dimension (longueur/largueur)	120/80	130/80	120/78	110/73
Volume d'huile introduit	20 litre	25 litre	20 litre	12,5 litre
La quantité de sardine par cycle	5 kg	6 à 7 kg	5 kg	4 à 5kg
La marque de friteuse	FAGOR	—	—	Algerimax

II. Analyses physiques

II.1. Viscosité

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

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

Sachant :

μ : La viscosité en Centipoise ;

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

ρ : Densité de l'huile ;

t : Le temps de descente en minute ;

K : Constante du viscosimètre qui est égale à 35.



Figure N°8 : Viscosimètre (photo originale).

II.2. 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 T°C par la masse de même volume d'eau distillée à 20°C.

❖ 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.

La densité est exprimée par la relation suivante :

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

m : poids de l'éprouvette vide ;

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

m'' : poids de l'éprouvette pleine de l'huile ;

II.3. Teneur en eau et en métiers volatiles (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 une heure de temps.

La teneur en eau est exprimée en pourcentage en masse par la formule suivante

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

m0 : masse en gramme de bécher ;

m1 : masse de la prise d'essai avec la masse de bécher ;

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

II.4. 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).

III. Analyses chimiques

III.1. Acidité (AFNOR-NF T60-204)

L'acidité est le pourcentage d'acides gras libres dans une matière grasse (huile) ; elle est exprimée en pourcentage d'acide oléique. Le principe consiste à la mise en solution une prise d'essai dans l'alcool en présence de phénolphthaléine, puis titrage à chaud des acides gras libres présents par une solution de NaOH selon la réaction suivante :



L'acidité est exprimée par la formule suivante :

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

Soit :

M : Masse molaire d'acide oléique ;

N : Normalité de NaOH à 0.1 N ;

P : Poids de la prise d'essai en g ;

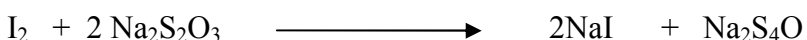
V : Volume de NaOH utilisé pour le titrage.

III.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 :



L'indice de peroxyde est donné par la formule suivante

$$I_{p(meq\ O_2/kg)} = \frac{N(V_1 - V_0) \times 1000}{P}$$

I_p : indice de peroxyde exprimé en milliéquivalent gramme par kilogramme ;

V_0 : volume de la solution thiosulfate de sodium pour l'essai à blanc en ml ;

V_1 : volume de thiosulfate de sodium utilisé en ml ;

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

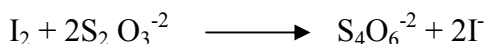
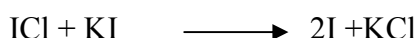
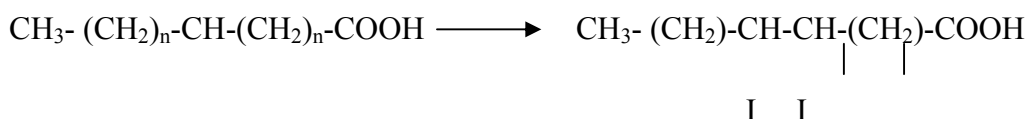
P : prise d'essai en gramme.

III.3. Indice d'iode (AFNOR-NFT60-203)

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 mono chlorure 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 :



L'indice d'iode est exprimé par:

$$I_i(gI_2/100g) = \frac{N(V_0 - V) \times 12.69}{P}$$

Soit:

I_i : indice d'iode ;

V_0 : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc en ml ;

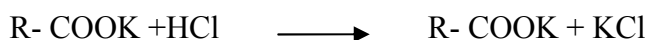
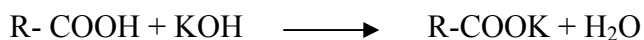
V : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour titrer l'excès d'iode en ml ;

N : normalité de thiosulfate de sodium ;

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

III.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 phénolphthaléine.



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

$$\text{Is}(\text{mgKOH/g}) = \text{NxEg} \times (\text{V}_0 - \text{V}_1) / \text{p}$$

Is : indice de saponification exprimé en milligramme par gramme

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) ;

Eg : Equivalent gramme de KOH (56.1 g/mol).



Figure N° 9 : chauffe ballon sous réfrigérant à reflux (photo originale).

III. Analyse statistique

Le traitement statistique des résultats des analyses physiques et chimiques obtenus est réalisé à l'aide d'un logiciel qui est le STATBOX, c'est une analyse de variance (ANOVA à un facteur) pour la variable étudiée (nombre de friture).

Résultats et discussions

I. Evolution des indices physiques :

I.1. Evolution de l'humidité :

Selon le *Codex alimentarius* (1992), les huiles raffinées ne doivent pas contenir des traces d'eau.

Tableau VII : les résultats d'analyse de l'indice de l'humidité

	Prelevement1 (Mois de Mars)		Prelevement2 (Mois d'Avril)		Prélèvement 3 (mois de Mai)	
	H.F	H.B	H.F	H.B	H.F	H.B
Restaurant						
Tamda1	0.02	0.199±0.020	0.03	0.195±0.026	0.04	0.21±0.021
Tamda2	0.02	0.188±0.024	0.03	0.185±0.022	0.04	0.196±0.023
Tamda3	0.02	0.187±0.021	0.03	0.186±0.025	0.04	0.198±0.020
Tamda4	0.02	0.194±0.027	0.03	0.195±0.026	0.04	0.197±0.026

Ces valeurs ont une moyenne de 3 répétitions.

L'huile utilisée dans notre étude à l'état frais est caractérisée par une humidité de 0.03% ; cette valeur est identique à celle enregistrée par *BOUDIA et BOUDJELIL* (2017) sur la même marque d'huile (Lynor) utilisée dans les restaurants universitaires de Hasnaoua et Bastos .Cette humidité peut être due au mode de traitement thermique appliqué lors de la désodorisation industrielle.

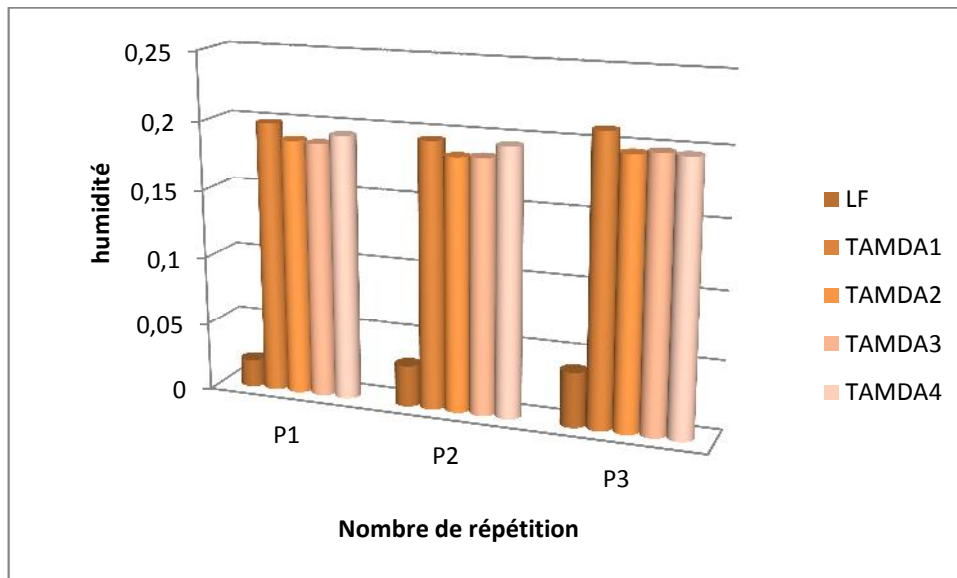


Figure N°9 : Evolution de l'humidité en fonction de fritures.

La figure n°9 illustre les humidités des différents échantillons d'huiles prélevés dans les restaurants universitaires sis à Tamda ; les taux d'humidification se présentent comme suit : 0,96%, 0,97%, 0,98% et 0,21% respectivement pour les restaurants universitaires TAMDA (2,4,3,1).

Cette humidification, qui varie d'un prélèvement à l'autre, peut être expliquée par la formation d'eau et des matières volatiles au cours du processus de friture mené à des températures supérieures à 130°, l'eau et le CO₂ constituent les produits terminaux de la décomposition des hydroperoxydes issus de l'altération thermo-oxydative de l'huile.

Nos résultats sont supérieurs à ceux obtenus par BOUDIA et BOUDJELIL (2017) ayant enregistré des valeurs de 0,181% et 0,20% respectivement pour les restaurants sis à Hasnaoua et Bastos.

L'analyse de la variance (*Annexe 08*) à deux facteurs (lot d'huile et restaurant) montre une probabilité inférieure à 5% pour les deux facteurs ainsi que leur interaction ($p\text{-value}=0<0,05$). Ce qui implique l'existence d'une différence très hautement significative entre les facteurs, donc le taux d'humidité est influencé par ces deux facteurs. Le test de *NEWMAN-KEUILS* au seuil de signification de 5% fait apparaître : 1 groupe homogènes pour le facteur l'huile (A), et 5 groupes homogènes pour l'interaction l'huile – restos (A, B, C, D) (*Annexe 09*).

II.2.Evolution de la densité :

La densité d'une huile est influencée par sa composition intrinsèque ; la longueur de la chaîne hydrocarbonée ainsi que l'insaturation de ses AG constitutifs (KARLESKIND, 1992). Elle est fonction non seulement de l'insaturation, mais aussi de son état d'oxydation ou de polymérisation. Elle dépend de sa température et de sa composition chimique. La densité des AG et des glycérides diminue au fur et à mesure que leur poids moléculaire diminue et le degré de l'insaturation augmente (WOLFF, 1968).

La densité d'une l'huile est influencée par sa composition intrinsèque, la longueur de la chaine hydrocarbonée ainsi que l'insaturation de ses AG constitutifs. La densité des AG et de glycéride augmente en présence de fonctions secondaires (alcool, cétones,...etc.). Sur les chaines grasses, et elle diminue au fur et à mesure que le poids moléculaire diminue et que le degré d'insaturation augmente (KARLESKIND, 1992).

Tableau VI : Résultats de la mesure de la densité

	Prelevement1 (mois de Mars)		Prelevement2 mois d'Avril)		Prélèvement 3 Mois de Mai)	
	H.F	H.B	H.F	H.B	H.F	H.B
Restaurant						
Tamda1	0.925	0.895±0.001	0.921	0.899±0.006	0.928	0.897±0.003
Tamda2	0.925	0.904±0.002	0.921	0.901±0.001	0.928	0.899±0.001
Tamda3	0.925	0.903±0.001	0.921	0.898±0.002	0.928	0.902±0.007
Tamda4	0.925	0.859±0.004	0.921	0.902±0.003	0.928	0.897±0.002

Ces valeurs ont une moyenne de 3 répétitions.

Selon le *Codex alimentarius* (1999), la densité des huiles raffinées se situe entre 0.909 et 0.916. La densité de l'huile « Lynor » utilisée aux restaurants universitaires de Tamda pour la friture a une valeur de 0,924, supérieure à la norme. Nos résultat son supérieure a celle obtenu par BOUDIA et BOUDJELIL (2017) Cette valeur peut être due à une teneur élevée en insaponifiable et que l'huile a subit un raffinage.

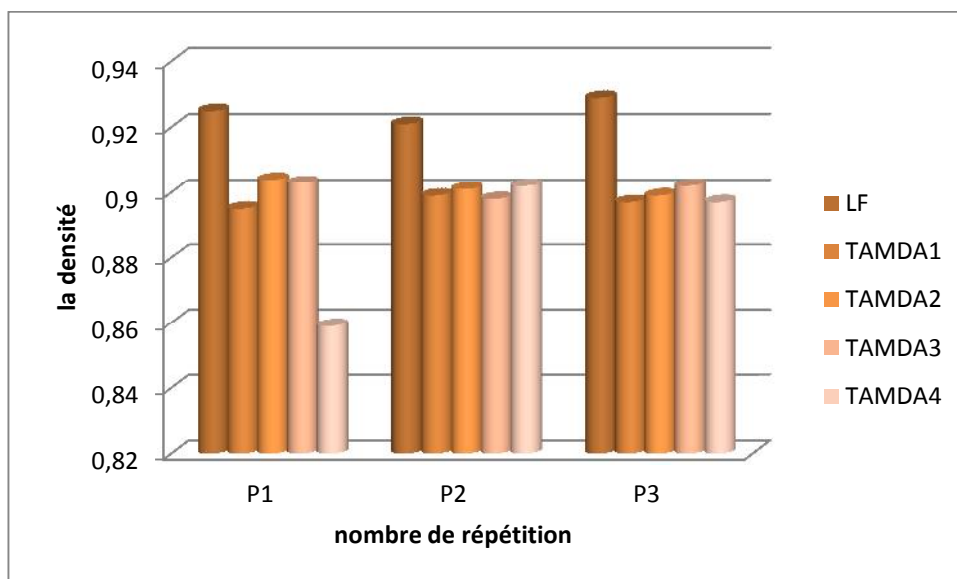


Figure N° 10: Evolution de la densité eu niveau des restos universitaires :

D'après la *figure 10*, on constate une diminution de la densité pour tous les prélèvements effectués dans ces restaurants par rapport à la valeur affichée par l'huile à l'état frais. Cette diminution peut être due à l'accumulation des produits de faibles poids moléculaire formés lors du chauffage de l'huile.

Selon *EL SHAMI et al (1992)*, la diminution de la densité serait due à la formation d'AGL de faible poids moléculaire par hydrolyse suite à l'augmentation de la teneur en eau, elle serait aussi due à la formation des composés primaires d'oxydation aux chaînes plus au moins courtes.

Nos résultats sont proches de ceux trouvés par *BOUDIA et BOUDJELIL (2017)* ayant réalisé leurs mémoires au campus de Hasnaoua et Bastos où cette même marque d'huile est utilisée en friture.

La particularité de l'huile « Lynor » est sa richesse en AGPI ; ainsi, l'apport de ces derniers ont contribué à diminuer la densité des huiles de bains de friture. On remarque aussi que nos résultats sont les mêmes à celles obtenus par *NEDIL et KEBAILI (2015)*, ayant utilisé l'huile « LaBelle », 100% soja, la densité enregistrée pour ces deux auteurs sont 0.891, 0.916 et 0.929 bain de friture.

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

L'analyse de la variance à deux facteurs pour la variable densité (*Annexe 10*) montre une probabilité inférieure à 5% pour les deux facteurs ainsi que leur interaction entre eux ($p\text{-value}=0 < 0,05$). Ce qui explique l'existence d'une différence très hautement significative entre les différents restaurants universitaires choisis (TAMDA 1 - 4). Le test de *NEWMAN-KEUILS* au seuil de signification de 5% fait apparaître : 2 groupes homogènes pour le facteur l'huile (*Annexe 11*).

II.2. Evolution de la viscosité

La viscosité pourrait être un bon test pour apprécier son état d'altération. Au cours des fritures, l'augmentation de la viscosité peut atteindre 20 à 70% de la valeur initiale selon le type d'huile examinée (*PERRIN, 1992*)

Tableau VII : Résultats de la mesure de la viscosité

	Prelevement1		Prelevement2		Prelevement 3	
	date		date		date	
Restaurant	H.F	H.B	H.F	H.B	H.F	H.B
Tamda1	33.56	37.82±0.003	33.86	40±0.003	33.54	38.68±0.003
Tamda2	33.56	40.16±0.003	33.86	39.97±0.003	33.54	38.99±0.003
Tamda3	33.56	40.18±0.003	33.86	39.95±0.003	33.54	39.81±0.003
Tamda4	33.56	40.22±0.003	33.86	40.09±0.003	33.54	39.88±0.003

Ces valeurs ont une moyenne de 3 répétitions.

La viscosité de l'huile « Lynor » analysée dans notre étude est inférieure à celle de l'huile utilisée dans les restaurants universitaires Hasnaoua et analysée par BOUDIA et BOUDJELIL ; les valeurs trouvées sont respectivement de 33.56 C.po et de 48.22 C.po.

Selon *GRAILLE (2003)*, l'accroissement de la viscosité de l'huile au cours des fritures répétées serait dû à la formation des composés secondaires non volatils de haut poids moléculaire (polymères). Cette augmentation confère à l'huile une consistance sirupeuse, ce qui engendre un taux de cisaillement élevé (*KALOGIANNI et al., 2011*).

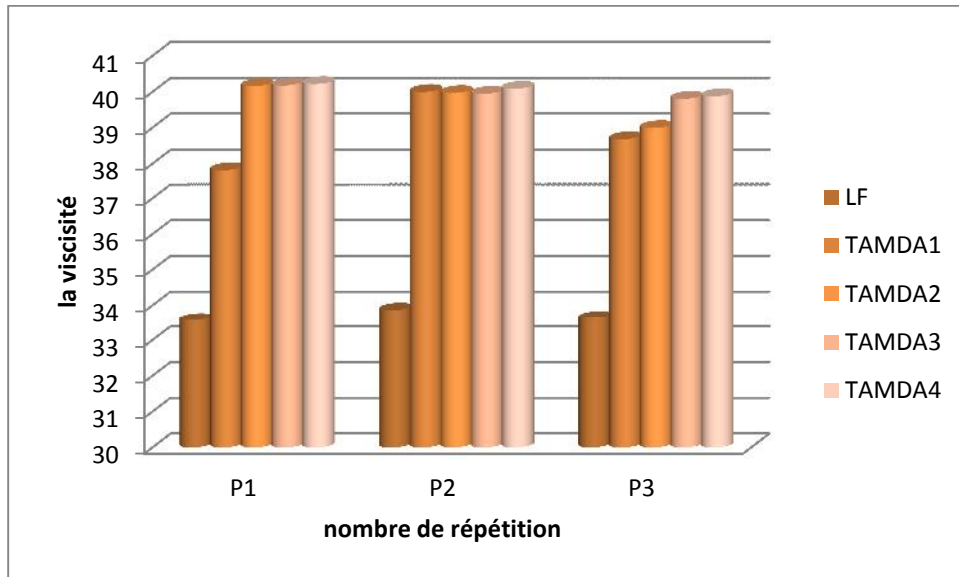


Figure N°11 : Evolution de la viscosité en fonction du nombre d répétitions.

Les valeurs enregistrées sont de 40, 40.16, 40.18 et 40,22 C.PO respectivement dans les restaurants TAMDA 1-4 ; ces résultats sont inférieurs à ceux trouvés par (2017), une moyenne de 53,02C po dans les restaurants de BASTOS où la même marque d'huile «Lynor » est utilisée dans la friture de la sardine ; ainsi, le nombre de polymères formés dans les restaurants de Tamda pourrait être nettement inférieure.

L'analyse de la variance (Annexe 12), donne une probabilité inférieure à 5% p value = 0,08 pour le facteur restaurant une valeur de p-value=0,011 pour le facteur lot d'huile, cela signifie l'existence des différences très hautement significatives entre les niveaux des facteurs. Le test de *NEWMAN-KEUILS* au seuil de signification de 5% fait apparaître deux groupes homogène pour le facteur huile (A, B) (Annexe 13).

II.4 : Evaluation du composé polaire :

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

Tableau X : Résultats de la mesure de l'indice de compose polaire

	Prelevement1		Prelevement2		Prelevement 3	
	date		date		date	
Restaurant	H.F	H.B	H.F	H.B	H.F	H.B
Tamda1	5	16±0.252	6	15.5±0.252	5.5	16.6±0.252
Tamda2	5	16.7±0.252	6	15.8±0.252	5.5	15.9±0.252
Tamda3	5	16.9±0.252	6	17±0.252	5.5	16.6±0.252
Tamda4	5	17.2±0.252	6	16.8±0.252	5.5	16.4±0.252

Ces valeurs ont une moyenne de 3 répétitions.

La détérioration d'une huile de friture se traduit généralement par une augmentation de sa polarité (JUAREZ, 2011). On distingue deux groupes de CPT : les composés initialement présents dans MG avant usage et les produits d'altération thermo-oxydative. D'après (GUILLENE et URIARTE, 2011) une huile de friture est considérée dangereuse une fois le pourcentage de CPT atteint 25% en poids.

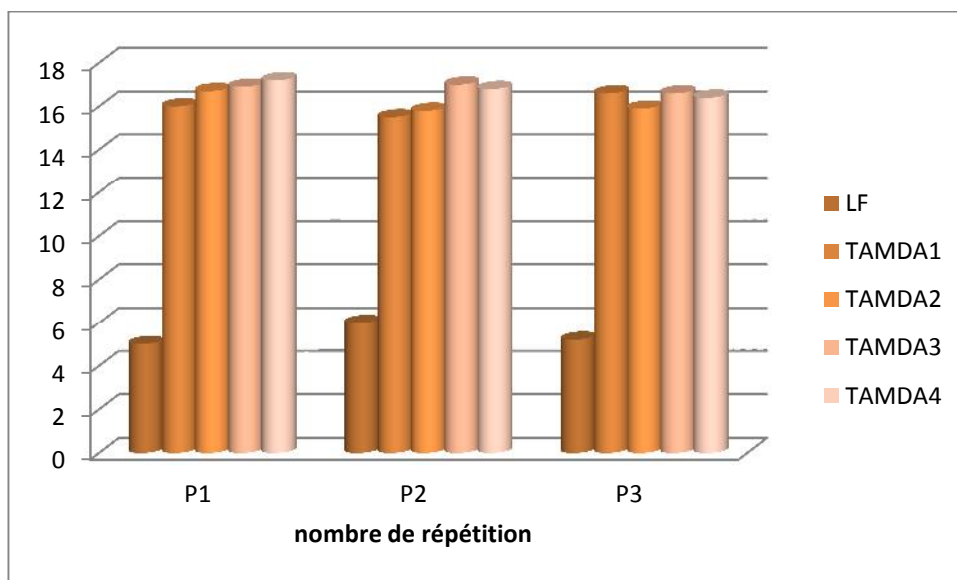


Figure N°12 : Evolution des composés polaires en fonction du nombre d répétitions.

La figure montre que les CPT des huiles frites sont augmentés dans tout les restos de Tamda (1, 2, 3, 4) ; 15 ; 16,7 ; 17 ; 16,6, ces résultats sont identique a celle obtenus par *BOUDIA et BOUDJELIL (2017)*. De ce fait on peut considérer notre huile de friture propre à la consommation (% de CPT<25%).

L'analyse de la variance à deux facteurs pour la variable densité (*Annexe 14*) montre une probabilité inférieure à 5% pour les deux facteurs ainsi que leur interaction entre eux (p-value=0 <0,05). Ce qui explique l'existence d'une différence très hautement significative entre les différents restaurants universitaires Tamda.

Le test de *NEWMAN-KEUILS* au seuil de signification de 5% fait apparaître : 2 groupes homogènes pour le facteur l'huile et le facteur restaurants (A,B). (*Annexe 15*).

II. Analyses physico-chimiques

II.1. Evolution des indices chimiques

II.1.1. Acidité

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

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

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

	Prelevement1		Prelevement2		Prelevement3	
	Mois de mars		Mois d'avril		Mois d mai	
Restaurant	H.F	H.B	H.F	H.B	H.F	H.B
Tamda1	0.113	0.588±0.786	0.180	0.623±0.786	0.22	0.562±0.786
Tamda2	0.113	0.522±0.786	0.18	0.609±0.786	0.22	0.545±0.786
Tamda3	0.113	0.48±0.786	0.18	0.516±0.786	0.22	0.499±0.786
Tamda4	0.113	0.564±0.786	0.18	0.679±0.786	0.22	0.58±0.786

Ces valeurs sont une moyenne de 3 répétitions.

L'huile fraîche utilisée dans cette étude a une acidité de 0,17% ; cette valeur est en concordance avec la norme (*NA 1169-1990*) requise (max 0,20%) ; mais inférieur à celle obtenue par *BOUDIA et BOUDJELIL (2017)* ayant analysé la même marque d'huile ; la valeur enregistrée est de 0,19%. Cette différence pourrait être due au type de raffinage utilisé et aux conditions d'échantillonnage. Elle dépend aussi de plusieurs facteurs : la qualité des graines, conditions de stockage et mode d'extraction.

D'après les résultats portés dans le tableau XI, on remarque que les valeurs de l'acidité des différentes huiles de bords de friture prélevées de tous les restaurants augmentent significativement par rapport à celle de l'huile fraîche. Néanmoins, l'intensité de l'acidification

diffère selon les restaurants universitaires ; les valeurs oscillent entre 0,608% pour TAMDA 4 et 0,498% pour TAMDA3.

La figure 14 montre que l'acidité augmente au fur et à mesure que le processus de friture avance ; l'acidité augmente de 0.17 pour l'huile fraîche jusqu'à 0.608, 0.559, 0,591, 0,559 et 0,498 respectivement pour TAMDA 4, 1, 2 et 3. Cette augmentation peut être due à l'hydrolyse des TG sous l'effet de l'eau apportée par l'aliment frit. Ces réactions d'hydrolyse font augmenter la teneur de l'huile en AGL, diacylglycérol, monoacylglycérol, et en glycérol. (GERTZ et KOCHAAR)

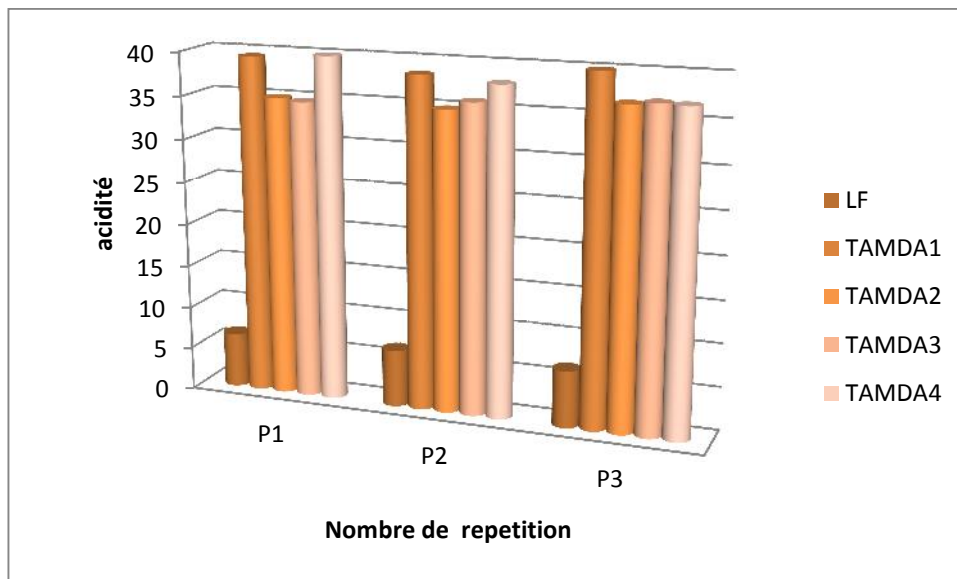


Figure13 : Valeurs de l'acidité comparées entre les prélèvements.

Les valeurs de l'acidité obtenues dans notre étude expérimentale sont inférieures à celles obtenues par BOUDIA et BOUDJELIL (2017) ; ils ont noté des valeurs de 0.827% et de 0.732% respectivement pour Hasnaoua et Bastos. En effet, cette différence peut être due à la diffusion de l'oxygène de l'air dans le bain de friture.

L'analyse de la variance (*Annexe 16*) à deux facteurs (lot d'huile et restaurant) montre une probabilité inférieure à 5% pour les deux facteurs ainsi que leur interaction ($p\text{-value}=0<0,05$). Ce qui implique l'existence d'une différence très hautement significative entre les facteurs. Le test de *NEWMAN-KEUILS* au seuil de signification de 5% fait apparaître 2 groupes homogènes pour le facteur restaurant et 4 groupes homogènes pour le facteur lot d'huile (A ,B,C, et D) (*Annexe 17*).

II.1.2. Indice de peroxyde

D'après (ROLLAND, 2004), la mesure de l'oxydation d'un corps gras en temps réel se fait par la mesure de l'indice de peroxydes. L'indice de peroxyde correspond au nombre de milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme de lipide susceptible d'oxyder l'iodure de potassium avec libération d'iode.

Par ailleurs et selon (BONNEFIS, 2005), les peroxydes, représentant les premiers produits d'oxydation, sont des composés chimiquement instables; ces groupes d'atomes visent à stabiliser leur énergie par l'arrachement d'un proton d'une molécule d'AG.

Tableau XII : Résultats de la mesure de peroxyde(%).

	Prélèvement 1		Prélèvement 2		Prélèvement 3	
	Mois de mars		Mois d'avril		Mois de mai	
Restaurant	H.F	H.B	H.F	H.B	H.F	H.B
Tamda1	6.33	39.45±0.829	6.6	38.5±0.829	6.9	40±0.829
Tamda2	6.33	35±0.829	6.6	34.9±0.829	6.9	36.7±0.829
Tamda3	6.33	34.7±0.829	6.6	35.9±0.829	6.9	37±0.829
Tamda4	6.3	40±0.829	6.6	38±0.829	6.9	36.9±0.829

Ces valeurs sont une moyenne de 3 répétitions

L'huile raffinée fraîche « Lynor » utilisée dans notre étude expérimentale a un indice de peroxyde de 6,71 meq d'O₂/Kg d'huile. Cette valeur est conforme aux normes fixées par le *Codex alimentarius* (IP=10meq d'O₂/Kg d'huile raffinée) et proche à celle trouvée par BOUDIA et BOUDJELIL (2017) sur la même marque d'huile « Lynor».

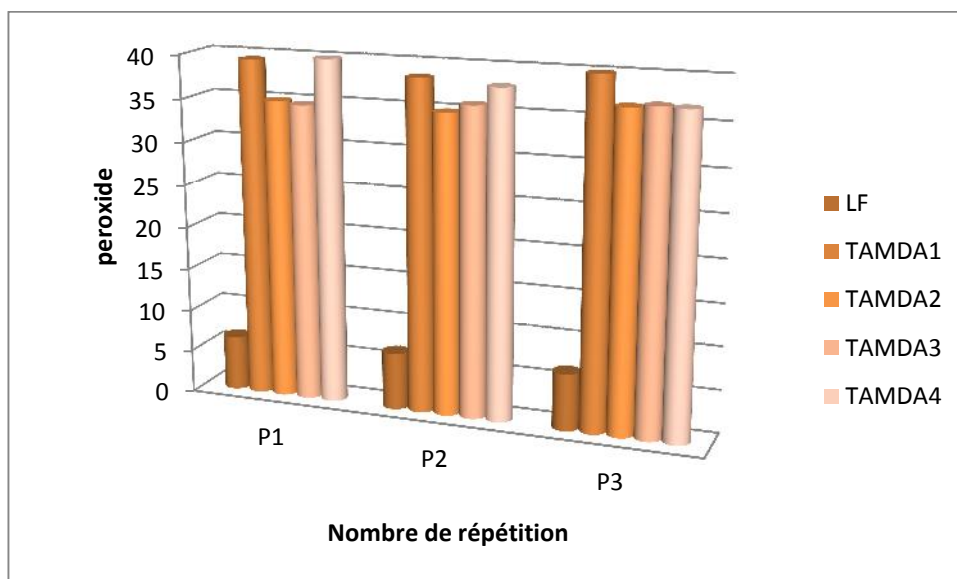


Figure15 : Valeurs de l'indice de peroxyde comparées entre les prélèvements.

L'histogramme obtenu indique une augmentation continue de l'Ip pour tous les essais de friture de l'huile thermo-oxydée à une valeur maximale est atteinte 39,32 méq /Kg pour Tamda 1. Alors que pour Tamda (2, 3,4) les résultats obtenus sont respectivement de 35.53, 35.86 et 38.3méq ; ces valeurs sont inférieures à celles obtenues par BOUDIA et BOUDJELIL (2017) au niveau des universitaires Hasnaoua 33,16méq et supérieure à celle obtenue à Bastos, soit une valeur de 37,42méq

Compte tenu de son instabilité, l'indice de peroxyde à lui seul ne reflète, toutefois pas l'état d'oxydation des huiles de friture, car il n'y a pas de corrélation entre cet indice et la détérioration des matières grasses (FRANKEL, 1991).

En aucun cas, l'indice de peroxyde ne traduit non plus le passé oxydatif ; un corps gras peut être rance sans avoir un Ip élevé. Cet indice est peu pertinent pour les CG chauffés car dans ces conditions, les peroxydes se décomposent plus vite qu'ils ne se forment.

L'analyse de la variance (*Annexe 18*) à deux facteurs lot d'huile et restaurant montre une probabilité inférieure à 5% pour les deux facteurs ainsi que leur interaction ($p\text{-value}=0<0,05$). Ce qui implique l'existence d'une différence très hautement significative entre les facteurs.

VI.1.3. Indice d'iode

L'indice d'iode permet de mesurer le degré d'insaturation globale d'une matière grasse. Il pourra donc nous renseigner sur le degré d'oxydation des huiles de friture (*ADRIAN et al, 1998*) Selon *KPOVIESSI et al, (2004)*, les valeurs élevées de l'indice d'iode indiquent que ces huiles sont riches en AGI. Les valeurs de l'indice d'iode obtenues dans notre étude sont intégrées dans le tableau ci-dessous :

Tableau XIII: Résultats de la mesure d'iode (%).

	Prelevement1		Prelevement2		Prélèvement 3	
	Mois de mars		Mois d'avril		Mois mai	
Restaurant	H.F	H.B	H.F	H.B	H.F	H.B
Tamda1	121.82	112.94±0.291	122.45	114.21±0.291	121.82	113.99±0.291
Tamda2	121.82	113.58±0.291	122.45	112.55±0.291	121.82	112.94±0.291
Tamda3	121.82	114.21±0.291	122.45	113.67±0.291	121.82	114.05±0.291
Tamda4	121.82	112.31±0.291	122.45	112.84±0.291	121.82	113.09±0.291

Ces valeurs sont une moyenne de 3 répétitions

D'après les valeurs enregistrées dans le tableau ci-dessus, l'indice d'iode dosé dans l'huile fraîche est de 121,69g d'I₂/100g d'huile ; cette valeur est conforme à la norme du *CODEX ALIMENTARIUS (1999)* comprise entre 124-139g d'I₂/100g d'huile ; elle est inférieure à la valeur trouvée par BOUDIA et BOUDJELIL (2017) ayant travaillé sur la même marque d'huile « Lynor » qui est de 123,70g d'I₂/100g. Selon *KPOVIESSI et al., (2004)*, les valeurs élevées de l'indice d'iode indiquent que ces huiles sont riches en AGI.

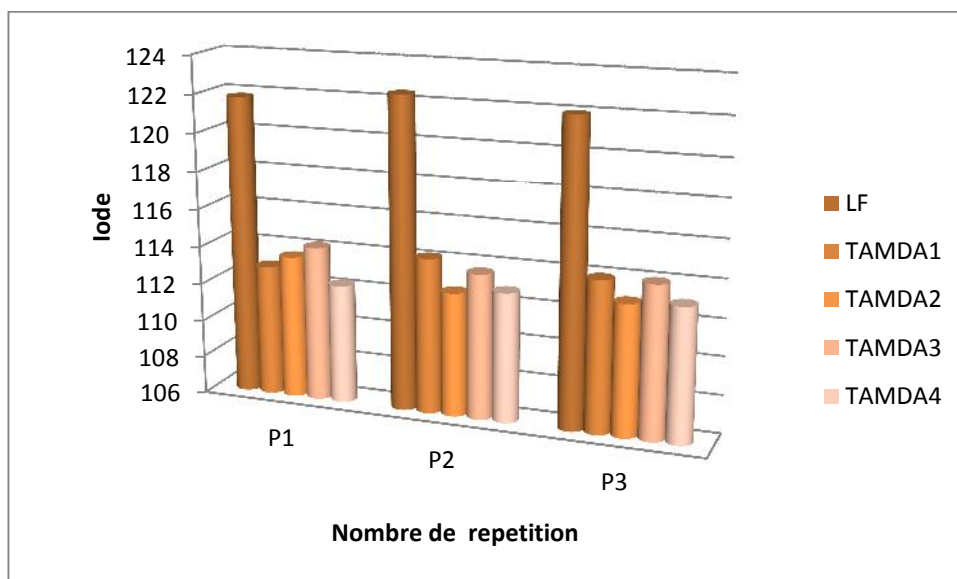


Figure16 : Valeurs de l'indice diode comparées entre les prélèvements.

Les résultats représentés par la figure 16 montrent que l'indice d'iode diminue progressivement jusqu'à une valeur minimale enregistré dans le restaurant Tamda 4, soit 112,75g d'I₂/100g huile ; alors que pour Tamda 1, 2 et 3, les résultats sont respectivement de 113.71, 113.03 et 113.98g d'I₂/100g d'huile.

Nos résultats sont inférieurs à ceux obtenus par BOUDIA et BOUDJELIL (2017) ayant analysé la même marque « Lynor », leurs valeurs notées sont de 115,66 et 114,54g d'I₂/100g d'huile pour les restos Hasnaoua et Bastos.

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

L'analyse de la variance (*Annexe 20*) à deux facteurs lot d'huile et restaurant montre une probabilité inférieure à 5% pour les deux facteurs ainsi que leur interaction ($p\text{-value}=0<0,05$). Ceci qui implique l'existence d'une différence très hautement significative entre les facteurs. Le test de *NEWMAN-KEUILS* au seuil de signification de 5% fait apparaître 2 groupes homogènes pour le facteur restos et 3 groupes homogènes pour le facteur lot d'huile (A, B et C).

II.1.4. Indice de saponification

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

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

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

Tableau XIV : Résultats de la mesure de saponifications (%).

	Prelevement1		Prelevement2		Prélèvement 3	
	Mois de mars		Mois d'avril		Mois de mai	
Restaurant	H.F	H.B	H.F	H.B	H.F	H.B
Tamda1	192.14	183.72±0.214	193.54	189.33±0.214	193.21	186.32±0.214
Tamda2	192.14	173.91±0.214	193.54	178.19±0.214	193.21	175.56±0.214
Tamda3	192.14	180.92±0.214	193.54	186.53±0.214	193.21	179.52±0.214
Tamda4	192.14	175.31±0.214	193.54	185.13±0.214	193.21	175.65±0.214

Ces valeurs sont une moyenne de 3 répétitions

La valeur de l'indice de saponification de l'huile fraîche étudiée est de 192,75mg de KOH/g d'huile ; cette valeur est conforme à la norme fixée par le *CODEX ALIMENTARIUS* (1999) soit 188-195mg de KOH/g d'huile. Cependant, cette valeur est inférieure à celle trouvée par BOUDIA et BOUDJELIL (2017), ayant travaillé sur la même marque d'huile, soit une valeur de 197,47mg de KOH / g d'huile.

A travers les résultats de cette analyse, on constate une diminution de l'indice de saponification de l'huile des bains de fritures les valeurs étant comprises entre 186,12 ; 175,89 ; 182,32 et 178,7mg de KOH/g d'huile pour les restos de TAMDA (1 ;2 ;3 ;4).

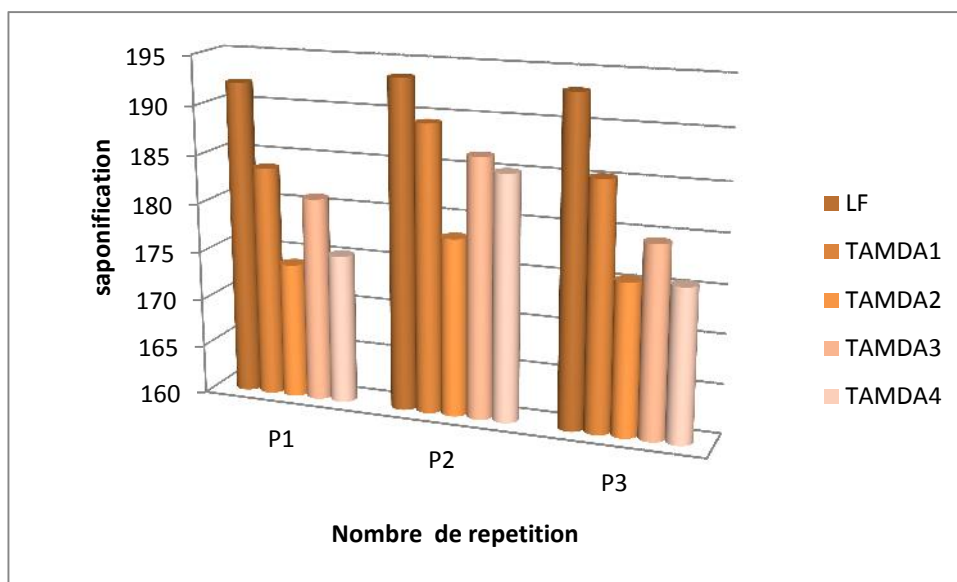


Figure 17 : Valeurs de l'indice de saponifications comparées entre les prélèvements.

La représentation graphique des résultats obtenus montre que l'indice de saponification diminue pour tous les bains de fritures dans les restos TAMDA 1, 2, 3 et 4 ; cette diminution est due à la formation des polymères par le pontage intermoléculaire des triglycérides oxydés (*PERRIN, 1992*). Donc, la diminution de l'Is dans l'huile oxydée indique un degré de polymérisation des AG signalé antérieurement par *MILLER et WHITE en 1988*. Néanmoins, il ressort de notre étude que le degré de polymérisation est plus grand lorsque la friture est menée à une température plus élevée.

L'analyse de la variance étudiée (*Annexe 22*) montre une probabilité inférieure à 5% ($p\text{-value}=0,06338<0,05$) pour le facteur restos et une autre de ($p\text{-value}=0<0,05$) pour le facteur l'huile. Ce qui implique l'existence d'une différence significative entre les bains de fritures donc l'humidité est influencée par ces deux facteurs. L'interaction révèle une différence très hautement significative ($p=0,00899$). Le test de *NEWMAN-KEUILS* au seuil de signification de 5% fait apparaître 3 groupes homogènes (A, B et C).

Conclusion générale

L'objectif de ce travail consisté à évaluer la stabilité thermo-oxydative de l'huile végétale « Lynor » disponible sur le marché algérien. Cette huile est utilisée dans la cuisson et les fritures notamment que ce soit dans les ménages ou dans les industries alimentaires.

Dans notre étude, trois échantillons de huile de friture de la sardine ont été prélevé respectivement au niveau de la restauration universitaire des quatre cite de Tamda, et réalisés dans la perspective d'évaluer son niveau de résistance ou son degré d'altération sous ces traitements thermo-oxydatifs en continue.

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

Sous l'effet de la température établis sur l'huile on a enregistré une augmentation de l'acidité, l'indice de peroxyde renseignant sur la formation et l'accumulation des produits primaires d'oxydation ce qui confirmant l'instabilité des hydro peroxydes aux températures et leur transformation en produits secondaires. On a également noté la présence de l'humidité dans l'huile issue de la friture de la sardine para port au huile fraiche ceci pourrait être dû à la formation d'eau et des matières volatiles au cours des réactions thermo-oxydatives.

L'instabilité de l'indice de saponification au cours de la friture de la sardine est peut-être due à la formation des polymères par le pontage intermoléculaire des TAG oxydés. Ceci explique en partie l'augmentation de la densité d'huile de fritures. On a constaté que durant la friture de la sardine, des réactions d'oxydation, d'isomérisation et d'hydrolyse se produisent. Toutes ces réactions se déroulent au niveau des instauration des chaines hydrocarbonées de l'acide linoléique principal acide gras polyinsaturé de cette huile. Ceci s'est traduit par une diminution de l'indice d'iode para port à l'huile fraiche ainsi renseignant sur la diminution du nombre de doubles liaisons des chaines hydrocarbonées.

Ainsi, on note la formation des composes polaire dans les analyses des huiles de friture de la sardine dans la restauration des quatre cites universitaire est non remarquable.

Par ailleurs une étude comparative a été réalisée entre nos résultats et ceux obtenus au niveau des restaurations universitaires HASNAOUA et BASTOS, cette étude nous a montré une légère différence non remarquable dans les critères physico-chimiques.

Néanmoins et afin de veiller à la santé du consommateur, il est plus que nécessaire de respecter vigoureusement les recommandations pratiques de friture de la sardine citées dans divers manuels des corps gras, comme par exemple, bien nettoyer la sardine afin d'éviter l'accumulation des produits secondaires d'oxydation, jugés néfastes pour la Santé, la bien sécher et ne pas mettre du sel avant la cuisson ce qui favorise la déshydratation et augmente l'absorption de la matière grasse.

Ce travail nous ouvre de nouvelles perspectives comme :

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

Références
Bibliographiques

A

- ❖ **ADRIAN et al., (1998)** : Introduction à l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaires. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 47 –171.
- ❖ **APFELBAUM et al., (2009)** : Diététique et nutrition. 7^{ème} édition. Masson, Paris. pp : 321 – 334.

B

- ❖ **BUCHER et al., (2002)** : *N-3 polyunsaturated fatty acids in coronary heart disease: ameta-analysis of randomized controlled trials. Am. J.Medicine, 112, 298-304*
- ❖ **BROADHURST et al., (1998)** : *Rift Valley lake fish and shellfish provided brain-specific nutrition for early Homo.*
- ❖ **BONNEFIS (2005)** : Effets biologiques des peroxydes et approche de la participation des Paul-Sabatier de Toulouse, France.

C

- ❖ **CODEX ALIMENTARIUS (1999)** : Norme pour les huiles végétales portant un nom spécifique. CODEX STAN 210-1999.
- ❖ **CRAWFORD et al., (1999)** : *Evidence for the unique function of docosahexaenoic acid during the evolution of themodem hominid brain.Lipids, 34 Suppl., S39-47*

D

- ❖ **DOBARGANES et MARQUEZ-RUIZ (1996)** : Dimeric and higher oligomeric triglycerides. In: Perkins, E.G., Erickson, M.D. (Eds.), Deep frying. Chemistry, Nutrition and Practical Applications. AOCS Press, Illinois, pp : 89 – 111

E

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

F

- ❖ **FAO (1994).** *Quality and quality changes in fresh fish. FAO Fish. Tech. Pap. 348.*
- ❖ **FREDOT (2012):** Connaissance des aliments: base alimentaire et nutritionnelle de la diététique. Edition: Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 417–488.
- ❖ **FREDOT (2005) :** Connaissance des aliments : base alimentaire et nutritionnelle de la diététique. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 296-320.
- ❖ **FRENOT et VIERLING (2001) :** Biochimie des aliments : diététique du sujet bien portant. 2^{ème} édition : Doin, p.79-97.
- ❖ **FRANKEL (1991) :** Recent advances in lipides oxidation. *Journal of sciences of food and agriculture*. Vol 54, p.495-500.

G

- ❖ **GERTZ (2008):** Optimum deep frying, from the Food Industries Association of Austria, F.I.A.A. from June. pp : 125 – 135.
- ❖ **GERMAN et KINSELLA (1985) :** Lipid oxidation in fish tissue, enzymatic initiation via lipoxygenase. *Journal of agricultural and food chemistry*, Vol.33, pp: 680 – 683.
- ❖ **GUIRAUD (2003) :** Abrégé de biochimie végétale. Ed.: MASSON ; Paris ; p321.ISBN 222545009.µ447-455.
- ❖ **GUPTA (2005):** Frying oils. Bailey's industrial oil and fat products. 6^{ème} édition. John Wiley & Sons, Inc. pp : 1 – 23.
- ❖ **GISSI (1999):** *Dietary supplementation with n-3 polyunsaturated fatty acids and vitamin E after myocardial infarction: results of the GISSI-Prevenzione trial. The Lancet*, 354(9 177),
- ❖ **GRAILLE (2003) :** Lipides et corps gras alimentaires. Ed. Tec et Doc (Collection Sciences et Techniques agroalimentaires), 469p.

H

- ❖ **HIDALGO et al., (2006) :** Antioxidative activity of amino phospholipids and phospholipid/ amino acid mixtures in edible oils as determined by the Rancimat method. *Food Chemistry*, (54), pp: 541-5467.

J

- ❖ **JEANTET *et al.*, (2006)** : Science des aliments : Biochimie- Microbiologie- Procédés-Produits. Tome 1. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 95-120.

K

- ❖ **KARLESKINDE (1992)** : T1. Principaux constituants chimiques des corps gras. Ed Lavoisier : 95p, 358p.
- ❖ **KAUFMANN et PYSER (2000)** : Comparaison of different methods to determine polar compounds frying oils. Food technologie. 377-380.
- ❖ **KPOVIESSI *et al.*, (2004)** : Propriétés physicochimiques et compositions de l'huile non conventionnelle de pourghère (jatropha-curca) de différentes régions du Benin, (7). pp : 1007 – 1012.

L

- ❖ **LINDEN et LORIENT (1994)** : Biochimie agro-industrielle. Edition : Masson, Paris. pp : 90 – 100.

M

- ❖ **M. VILIMOVSKY** : 2 mars 2015 .les bienfait de la sardine sur la sante. Université charles prague

O

- ❖ **OIL WORLD (2004)** : Production mondiale d'huiles et graisses, Cultures et Marchés 2001-2004. www.prolea.com.

P

- ❖ **PERRIN (1992)** : Analyse des corps gras, détermination de l'altération. In : Manuel des corps gras. KARLESKIND A. Tome II. Ed. Tec & Doc. Lavoisier.
- ❖ **POKORNY (2003)** : Problèmes de stabilité des produits alimentaires liés à la présence des lipides. In : *Lipides et Corps Gras Alimentaires*, Graille J. éd. Collection Sciences & Techniques Agroalimentaires, Editions Tec & Doc. Paris. France. 470p.

R

- ❖ **RIAHY et MARZOUKI (2000)** : Effets of light on some vegetal oils quality and stability. Preliminary note. Rivista Italiana delle sostanze 36+9
- ❖ **ROLLAND (2004)** : Antioxydants naturels végétaux, OCL VOL. 11 N° 6.
- ❖ aliments composés à leur apport chez le chien et le chat. Thèse de doctorat. Université

S

- ❖ **SIMOPOULOS (2001)** : *Evolutionary aspects of diet and essential fatty acids. World Review of Nutrition & Dietetics*, 88, 18-27.
- ❖ **STANSBY ET HALL (1967)** : *Chemical composition of commercially important fish of the USA. Fish. Ind. Res.*, 3, 29-34.

T

- ❖ **TREMOLIERE et al., (1984)**: Manuel de l'alimentation humaine. Tome1. Edition : Esf, Paris, p.148.

U

- ❖ **UZZAN (1984)** : Propriétés et emploi des huiles et graisses. In : Manuel d'alimentation humaine.
- ❖ **UZZAN A. (1992)** : Olive et huile d'olive. In : Manuel des corps gras. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 221 – 228.

V

- ❖ **VARELA (1998)** : Frying of Food, Ellis Horwood Ltd., Chichester. England, p.202.
- ❖ **VIERLING (2003)** : Frying of Food, Ellis Horwood Ltd., Chichester. England, p.202.
- ❖ **VITRAC et al., (2003)** : Procédé de friture et produits frits. In : Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 231-269.

W

- ❖ **WAAGBO ET AL (1991)** : *Feeding three levels of n-3 polyunsaturated fatty acids at two levels of vitamin E to Atlantic salmon (Salmo salar). Growth and chemical composition. Fiskeridir. Skr., Ser.*

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.
- Béchers.
- Etuve isotherme réglée à 103 ± 2 °C.
- Dessiccateur contenant un déshydratant (le gel de silice).

❖ Mode opératoire

- Régler l'étuve à 103 ± 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.
- Béchers 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.

Annexes 03 : Détermination de la viscosité**❖ Matériel**

- Viscosimètre à bille
- Chronomètre

❖ Mode opératoire

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

✓ Les indices chimiques**Annexes 04 : 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 (10g) dans 50 ml d'éthanol ;
- Ajouter quelques gouttes de la solution de phénolphthaléine ;
- 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 05 : 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 apparaît ;
- 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 06 : 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 07 : 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%
- Phénolphthaléine 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 phénolphthaléine jusqu'à la décoloration complète ;
- Faire un essai à blanc dans les mêmes conditions.

III. Analyse statistique

Annexe 8 : Analyse de la variance de l'humidité.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,163	23	0,007				
VAR.FACTEUR 1	0	3	0	1,942	0,16251		
VAR.FACTEUR 2	0,162	1	0,162	9284,45	0		
VAR.INTER F1*2	0,001	3	0	14,574	0,00009		
VAR.RESIDUELLE 1	0	16	0			0,004	3,72%

Annexe 9: Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5% de l'humidité.

FACTEUR 2 : huile

F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES
1.0	H FRT	0,194	A

INTER F1*2 : huiles et restos universitaires

F1 F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES				
1.0 1.0	TAM 1 H FRT	0,201	A				
4.0 1.0	TAM 4 H FRT	0,195	A	B			
3.0 1.0	TAM 3 H FRT	0,19		B			
2.0 1.0	TAM 2 H FRT	0,19		B			
3.0 2.0	TAM 3 HF	0,04			C		
2.0 2.0	TAM 2 HF	0,03				D	
4.0 2.0	TAM 4 HF	0,03				D	
1.0 2.0	TAM 1 HF	0,02					E

Annexe 10 : Analyse de la variance de la densité.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,007	23	0				
VAR.FACTEUR 1	0	3	0	0,898	0		
VAR.FACTEUR 2	0,005	1	0,005	72,828	0		
VAR.INTER F1*2	0	3	0	1,805	0		
VAR.RESIDUELLE 1	0,001	16	0			0,008	0,93%

Annexe 11 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5% de la densité**FACTEUR 2 : huile**

F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
2.0	HF	0,926	A	
1.0	H FRT	0,896		B

Annexe 12 : Analyse de la variance de la viscosité.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	222,433	23	9,671				
VAR.FACTEUR 1	1,632	3	0,544	2,615	0,08608		
VAR.FACTEUR 2	216,059	1	216,059	1038,589	0		
VAR.INTER F1*2	1,413	3	0,471	2,264	0,11938		
VAR.RESIDUELLE 1	3,329	16	0,208			0,456	1,24%

Annexe 13 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5% de la viscosité.**FACTEUR 2 : huile**

F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
1.0	H FRT	39,646	A	
2.0	HF	33,645		B

Annexe 14 : Analyse de la variance des composés polaires

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	734,136	23	31,919				
VAR.FACTEUR 1	1,501	3	0,5	5,337	0,00974		
VAR.FACTEUR 2	729,304	1	729,304	7779,24	0		
VAR.INTER F1*2	1,831	3	0,61	6,512	0,00445		
VAR.RESIDUELLE 1	1,5	16	0,094			0,306	2,80%

Annexe 15 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5% des composés polaires

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
3.0	TAM 3	11,167	A	
2.0	TAM 2	11,067	A	
4.0	TAM 4	11	A	
1.0	TAM 1	10,517		B

Annexe 16 : Analyse de la variance de l'acidité

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,958	23	0,042				
VAR.FACTEUR 1	0,008	3	0,003	2,835	0,07055		
VAR.FACTEUR 2	0,904	1	0,904	1007,473	0		
VAR.INTER F1*2	0,032	3	0,011	11,753	0,00028		
VAR.RESIDUELLE 1	0,014	16	0,001			0,03	8,10%

Annexe 17: Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5% de l'acidité

F1 F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES			
4.0 1.0	TAM 4 H FRT	0,608	A			
1.0 1.0	TAM 1 H FRT	0,591	A			
2.0 1.0	TAM 2 H FRT	0,559	A			
3.0 1.0	TAM 3 H FRT	0,498		B		
3.0 2.0	TAM 3 HF	0,22			C	
4.0 2.0	TAM 4 HF	0,19			C	
2.0 2.0	TAM 2 HF	0,18			C	
1.0 2.0	TAM 1 HF	0,113				D

Annexe 18 : Analyse de la variance de l'indice de peroxyde.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	5640,911	23	245,257				
VAR.FACTEUR 1	14,102	3	4,701	6,973	0,00334		
VAR.FACTEUR 2	5598,593	1	5598,593	8305,628	0		
VAR.INTER F1*2	17,431	3	5,81	8,62	0,0013		
VAR.RESIDUELLE 1	10,785	16	0,674			0,821	3,74%

Annexe 19 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5% de l'indice de peroxyde

FACTEUR 1 : Restos

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
1.0	TAM 1	22,823	A	
4.0	TAM 4	22,65	A	
3.0	TAM 3	21,383		B
2.0	TAM 2	21,067		B

FACTEUR 2 : huiles

F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
1.0	H FRT	37,254	A	
2.0	HF	6,708		B

INTER F1*2 : Restos et huiles

F1 F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES		
1.0 1.0	TAM 1 H FRT	39,317	A		
4.0 1.0	TAM 4 H FRT	38,3	A		
3.0 1.0	TAM 3 H FRT	35,867		B	
2.0 1.0	TAM 2 H FRT	35,533		B	
4.0 2.0	TAM 4 HF	7			C
3.0 2.0	TAM 3 HF	6,9			C
2.0 2.0	TAM 2 HF	6,6			C
1.0 2.0	TAM 1 HF	6,33			C

Annexe 20 : Analyse de la variance de l'indice d'iode.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	455,169	23	19,79				
VAR.FACTEUR 1	0,93	3	0,31	2,566	0,09009		
VAR.FACTEUR 2	449,455	1	449,455	3719,71	0		
VAR.INTER F1*2	2,851	3	0,95	7,865	0,00198		
VAR.RESIDUELLE 1	1,933	16	0,121			0,348	0,30%

Annexe 21 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5% de l'indice d'iode

FACTEUR 2 : HUILE

F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
2.0	HF	122,02	A	
1.0	H FRT	113,365		B

INTER F1*2 : Restos_ huiles

F1 F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES		
2.0 2.0	TAM 2 HF	122,45	A		
4.0 2.0	TAM 4 HF	121,99	A		
1.0 2.0	TAM 1 HF	121,82	A		
3.0 2.0	TAM 3 HF	121,82	A		
3.0 1.0	TAM 3 H FRT	113,977		B	
1.0 1.0	TAM 1 H FRT	113,713		B	
2.0 1.0	TAM 2 H FRT	113,023			C
4.0 1.0	TAM 4 H FRT	112,747			C

Annexe 22: Analyse de la variance de l'indice de saponification.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	1162,068	23	50,525				
VAR.FACTEUR 1	64,119	3	21,373	2,956	0,06338		
VAR.FACTEUR 2	863,993	1	863,993	119,494	0		
VAR.INTER F1*2	118,269	3	39,423	5,452	0,00899		
VAR.RESIDUELLE 1	115,687	16	7,23			2,689	1,44%

Annexe 23 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5% de l'indice de saponification.**FACTEUR 2 : huile**

F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
2.0	HF	192,757	A	
1.0	H FRT	180,758		B

INTER F1*2 : Restos- huile

F1 F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES			
2.0 2.0	TAM 2 HF	193,54	A			
4.0 2.0	TAM 4 HF	193,21	A			
1.0 2.0	TAM 1 HF	192,14	A			
3.0 2.0	TAM 3 HF	192,14	A			
1.0 1.0	TAM 1 H FRT	186,123		B		
3.0 1.0	TAM 3 H FRT	182,323		B	C	
4.0 1.0	TAM 4 H FRT	178,697			C	D
2.0 1.0	TAM 2 H FRT	175,887				D