

**République Algérienne Démocratique et Populaire**

**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**

**Université « Mouloud Mammeri » de Tizi-Ouzou**

**Faculté des Sciences Biologiques et des Sciences Agronomiques**



**Département d'Agronomie**

**Mémoire de fin de cycle**

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

**Option : Sécurité Agro-alimentaire et Assurance Qualité**

**Thème**

**EFFETS DU TRAITEMENT THERMO-OXYDATIF SUR LES  
CARACTERISTIQUES PHYSICO-CHIMIQUES DE L'HUILE DE SOJA  
« LaBelle»**

**Réalisé par**

**M<sup>elle</sup> AKLIL Fatima**

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

**Devant le jury**

**M. AMIR Y.**

**Président**

**Professeur à UMMTO**

**M. SADOUDI R.**

**Prometteur**

**Maître de conférences classe A à 'UMMTO**

**M. BENGANA M.**

**Examineur**

**Maître de conférences classe B à l'UMMTO**

**Promotion : 2020/2021**

## ***Dédicaces***

*Du profond de mon cœur, je dédie ce travail à tous ceux qui me sont chers :*

*Mes chers parents*

*Aucune dédicace ne saurait exprimer mon respect, mon amour éternel et ma considération pour les sacrifices que vous avez consenti pour mon instruction et mon bien être. Je vous remercie pour tout le soutien et l'amour que vous me portez depuis mon enfance et j'espère que votre bénédiction m'accompagnera toujours. Que ce modeste travail soit l'exaucement de vos vœux tant formulés, le fruit de vos innombrables sacrifices .Puisse Dieu, le très Haut, vous accorder santé, bonheur et longue vie.*

*A la mémoire de mon grand-père, décédé trop tôt. Puisse Dieu, le tout puissant, l'avoir en sa sainte miséricorde.*

*A mon cher frère, qui n'a pas cessé de me conseiller, m'encourager tout au long de mes études, que Dieu le protège.*

*A mes adorables sœurs KAISSA, SAMIA et NADIA, qui m'ont toujours soutenu, que Dieu les protège.*

*A mes chers grands parents maternelle que Dieu les protège.*

*A mes oncles : ALI et MEHENA*

*A mes adorables : M'HEMED, MAHMI, INES, LILIA.*

*A mon cher IDIR, qui m'a toujours offrir le soutien et le réconfort, j'exprime envers lui un profond amour, reconnaissance et attachement inconditionnels.*

*A mes amies : FARIDA, LYDIA, DJIDJI, OUIZA, SYLIA, HASSINA, SORAYA, KATIA.*

*Sans oublier ma camarade LYDIA pour son soutien moral, sa patience et sa compréhension tout au long de ce projet.*

***Fatty***

## *Dédicaces*

Du profond de mon cœur, je dédie ce travail à tous ceux qui me sont chers :

Mes chers parents

Je vous remercie pour tout le soutien et l'amour que vous me portez depuis mon enfance et j'espère que votre bénédiction m'accompagnera toujours. Que ce modeste travail soit l'exaucement de vos vœux tant formulés, le fruit de vos innombrables sacrifices .Puisse Dieu, le très Haut, vous accorder santé, bonheur et longue vie.

A mes frères BACHIR, SMAIL et KADER pour leurs soutient et encouragement un grand merci.

A ma sœur SALIMA et ses enfants LEA et WILAM également son mari BOUALEM pour leurs encouragement et soutien matériel et moral.

A mes âmes sœurs LIZA et MELINA ainsi mes amies SARAH et HADIA pour leurs amitié inconditionnelle, leur soutien, leur présences dans les moments les plus difficiles et pour leur amour. Merci beaucoup !

A mes chers grands-parents maternels, mes oncles, mes tentes et leurs enfants pour leur aide et encouragement.

A OUARDIA et AMEZIANE pour leurs aide dans les moments les plus difficiles et leurs précieux conseils.

A la famille OUDJOURDI du plus grand au plus petit.

A la mémoire de HAKIM AOUANE et à MEHAMI NOURDINE et leur société TIZI EPICES pour leur encouragement, respect, soutien et aide.

A mes collègues de travail FARIZA, HAMID, GHANIA, SAMIA, ROSA pour leur aide, soutien moral et encouragements.

Sans oublier ma camarade FATIMA et sa famille pour son soutien, sa patience et sa compréhension tout au long de ce projet.

*Lydia*

# Remerciements

*A l'issue de ce travail, nous remercions avant tout DIEU, le tout puissant, maître des cieux et des terres, de nous avoir donné la volonté, le courage, et la santé pour réaliser ce travail.*

*Nos remerciements les plus sincères vont à M. SADOUDI R. notre promoteur qui nous a fait l'honneur d'avoir veillé et dirigé avec beaucoup d'attention et de soins notre mémoire. Nous sommes très reconnaissantes pour sa bienveillance, ses précieux conseils, patience et disponibilité. Nous espérons qu'il trouve ici l'expression de notre profonde gratitude.*

*Nous remercions vivement, M AMIR Y. d'avoir accepté de nous honorer en présidant le jury. Ainsi que M BENGANA M. pour l'honneur qu'il nous a fait de bien vouloir examiner notre travail.*

*Nous tenons à remercier Mme CHAOUCHI ingénieure du labo d'analyses physico-chimique, ainsi l'ingénieure du labo commun de biologie pour leur accueil, et d'avoir mis tous les moyens à notre disposition.*

*Nous plus vifs remerciements sont destinés Mr METNA B. de nous avoir aidés à réaliser l'analyse statistique de notre mémoire.*

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

# *Sommaire*

**Liste des tableaux**

**Liste des abréviations**

**Listes des figures**

**Introduction générale..... 1**

## ***PARTIE BIBLIOGRAPHIQUES***

### **I. Généralités sur les plantes oléagineuses**

**I.1. Définition..... 2**

**I.2. Plantes à graines oléagineuses..... 2**

**I.2.1. Soja..... 2**

**I.2.2. Historique ..... 2**

**I.2.1.2. Taxonomie ..... 3**

**I.2.1.3. Classification ..... 3**

**I.2.1.4. Composés majeurs de la graine de soja ..... 3**

**I.2.5. Utilisation..... 4**

### **II. Corps gras alimentaires**

**II.1. Définition..... 5**

**II.2. Composition ..... 5**

**II.2.1. Acides gras ..... 5**

**II.2.1.1. Acides gras saturés ..... 6**

**II.2.1.1.1. Acides gras à nombre paire d'atomes de carbone..... 6**

**II.2.1.1.2. Acides gras à nombre impaire d'atomes de carbone ..... 7**

**II.2.1.1.3. Acides gras ramifiés ..... 7**

**II.2.2. Acides gras insaturés ..... 7**

**II.2.2.1. Acides gras monoéniques ..... 7**

**II.2.2.2. Acides gras polyinsaturés..... 8**

**II.2.3. Triglycérides ..... 8**

**II.3. Classification des lipides ..... 9**

<b>II.3.1.</b> Selon leurs origines .....	9
<b>II.3.2.</b> Selon leurs consistances à température ambiante .....	9
<b>II.3.3.</b> Longueurs de la chaîne carboné .....	10
<b>II.4.</b> Principales sources de lipides .....	10

### **III. Généralités sur les huiles végétales**

<b>III.1.</b> Introduction .....	11
<b>III.2.</b> Définition.....	11
<b>III.3.</b> Composition des huiles végétales.....	11
<b>III.3.1.</b> Acides gras.....	11
<b>III.3.2.</b> Composés mineurs .....	12
<b>III.3.2.1.</b> Tocophérols.....	12
<b>III.3.2.2.</b> Phytostérols .....	12
<b>III.3.2.3.</b> Composés phénoliques .....	12
<b>III.3.2.4.</b> Caroténoïdes .....	12
<b>III.4.</b> Classification des huiles végétales .....	13
<b>III.4.1.</b> En fonction du mode d'utilisation .....	13
<b>III.4.1.1.</b> Huiles végétales pour friture et assaisonnements .....	13
<b>III.4.1.2.</b> Huiles végétales pour assaisonnements .....	13
<b>III.5.</b> Huiles de soja .....	13
<b>III.5.1.</b> Définition .....	13
<b>III.5.2.</b> Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de soja.....	13
<b>III.5.3.</b> Composition.....	14
<b>III.5.3.1.</b> Composition en acides gras .....	14
<b>III.5.3.2.</b> Constituants mineurs de l'huile de soja .....	14
<b>III.5.4.</b> Production .....	15
<b>III.5.5.</b> Intérêts nutritionnels de l'huile de soja .....	15

## **IV. Oxydation de l'huile végétale**

<b>IV.1.</b> Introduction .....	16
<b>IV.2.</b> Définition de l'oxydation.....	16
<b>IV.3.</b> Mécanismes de l'oxydation des lipides .....	17
<b>IV.3.1.</b> Mécanismes de l'auto-oxydation .....	17
<b>IV.3.1.1.</b> Initiation .....	18
<b>IV.3.1.2.</b> Propagation.....	18
<b>IV.3.1.3.</b> Terminaison .....	18
<b>IV.3.2.</b> Mécanisme de la photo-oxydation .....	19
<b>IV.3.3.</b> Oxydation enzymatiques des lipides.....	19
<b>IV.4.</b> Facteurs influençant l'oxydation .....	20
<b>IV.5.</b> Mécanisme antioxydant des composés phénoliques .....	21
<b>IV.6.</b> Différents types d'antioxydants .....	22
<b>IV.6.1.</b> Antioxydants de type I.....	22
<b>IV.6.2.</b> Antioxydants de type II .....	22
<b>IV.6.2.1.</b> Antioxydants secondaires synergistes .....	23
<b>IV.6.2.2.</b> Antioxydants secondaires « chélateurs de métal ».....	23
<b>IV.6.2.3.</b> Antioxydants secondaires « piègeurs spécifiques d'oxygène » .....	23
<b>IV.6.1.3.</b> Antioxydants de type III.....	23

## ***PARTIE EXPERIMENTALE***

### **I. Matériel et méthodes**

<b>I.1.</b> Protocole expérimental.....	25
<b>I.2.</b> Détermination des caractéristiques physico-chimiques .....	26
<b>I.2.1.</b> Analyses chimiques .....	26
<b>I.2.1.1.</b> Acidité.....	26
<b>I.2.1.2.</b> Indice de peroxyde .....	26
<b>I.2.1.3.</b> Indice d'iode.....	27
<b>I.2.2.</b> Analyses physiques .....	27

<b>I.2.2.1. Viscosité</b> .....	27
<b>I.2.2.2. Densité</b> .....	28
<b>I.2.2.3. Humidité</b> .....	28

## **II. Résultats et discussion**

<b>II.1. Objectif de l'étude</b> .....	30
<b>II.2. Evolution des paramètres chimiques</b> .....	30
<b>II.2.1. Acidité</b> .....	30
<b>II.2.2. Indice de peroxyde</b> .....	32
<b>II.2.3. Indice d'iode</b> .....	35
<b>II.3. Evolution des paramètres physiques</b> .....	37
<b>II.3.1. Viscosité</b> .....	37
<b>II.3.2. Densité</b> .....	39
<b>II.3.3. Humidité</b> .....	41

<b>Conclusion</b> .....	44
-------------------------	----

## **Références bibliographiques**

### **Annexes**

### **Résumé**

## Liste des abréviations

**AG** : acides gras

**AGPI**: Acides gras polyinsaturés

**AGMI** : Acides gras mono insaturés

**AGE**: Acide gras essentiels

**AGS** : Acide gras saturés

**Aw**: Activité de l'eau/water activity

**AGL**: Acides gras libre

**BHT** : Butylhydroxytoluène

**BHA** : Hydroxyanisol butyle

**CG** : Les corps gras

**I<sub>2</sub>**: iode

**ISO**: International organisation for standardization /organisation internationale de normalisation.

**MS**: Matière sèche

**NA**: Norme algérienne

**PL** : Phospholipides

**IP** : Indice de peroxyde

**TG** : Triglycérides

**TBHQ** : Tert-Butylhydroquinone

**TAG**: Triaglycérade

**UV** : Ultra-Violet

## Liste des tableaux

N°	Liste des tableaux	Pages
<b>I</b>	Classification de la plante de soja.	<b>3</b>
<b>II</b>	Composition en acides gras de quelques huiles végétale.	<b>12</b>
<b>III</b>	Principales constantes physico-chimiques de l'huile de soja.	<b>13</b>
<b>IV</b>	Composition en acides gras de l'huile de soja (% en poids).	<b>14</b>
<b>V</b>	Constituants mineurs de l'huile de soja.	<b>15</b>
<b>VI</b>	Facteurs d'oxydation, leurs produits et conséquences.	<b>20</b>
<b>VII</b>	Acidité des échantillons d'huile « LaBelle ».	<b>30</b>
<b>VIII</b>	Indice de peroxyde des échantillons d'huile « LaBelle ».	<b>33</b>
<b>IX</b>	Indice d'iode des échantillons d'huile « LaBelle ».	<b>35</b>
<b>X</b>	Densité des échantillons d'huile « LaBelle ».	<b>37</b>
<b>XI</b>	Viscosité des échantillons d'huile « LaBelle ».	<b>39</b>
<b>XII</b>	Humidité des échantillons d'huile « LaBelle ».	<b>41</b>
<b>XIII</b>	Résultat de l'ANOVA de la variable acide.	
<b>XIV</b>	Résultat de l'ANOVA de la variable d'indice de peroxyde.	
<b>XV</b>	L'ANOVA des groupes homogènes du paramètre d'indice de peroxyde.	
<b>XVI</b>	Résultat de l'ANOVA de la variable d'indice d'iode	
<b>XVII</b>	Résultats de l'ANOVA du paramètre de la densité.	
<b>XVIII</b>	Résultats de l'ANOVA pour le paramètre d'humidité.	
<b>XIX</b>	L'ANOVA des groupes homogènes du paramètre d'humidité.	

## Liste des figures

<b>N°</b>	<b>Liste des figures</b>	<b>Pages</b>
<b>1</b>	Graine de soja.	<b>2</b>
<b>2</b>	Formule d'un TG.	<b>9</b>
<b>3</b>	Différentes étapes de l'auto-oxydation.	<b>17</b>
<b>4</b>	Huile « LaBelle ».	<b>25</b>
<b>5</b>	Friteuse électrique « BROTEHRS ».	<b>25</b>
<b>6</b>	Viscosimètre.	<b>27</b>
<b>7</b>	Echantillons pour l'analyse de l'humidité.	<b>28</b>
<b>8</b>	Evolution de l'acidité de l'huile en fonction du temps thermo-oxydation.	<b>31</b>
<b>9</b>	Evolution de l'indice de peroxyde en fonction du temps thermo-oxydation.	<b>34</b>
<b>10</b>	Evolution de l'indice d'iode en fonction du temps thermo-oxydation.	<b>36</b>
<b>11</b>	Evolution de taux de densité l'huile en fonction du temps thermo-oxydation.	<b>38</b>
<b>12</b>	Evolution de la viscosité de l'huile en fonction du temps thermo-oxydation.	<b>40</b>
<b>13</b>	Evolution de taux d'humidité en fonction du temps thermo-oxydation.	<b>42</b>

## **Introduction générale**

Les lipides sont des produits naturels largement répandus dans le règne animal et végétal. Ils regroupent les huiles et les graisses issues de ces deux règnes. Ils assurent plusieurs fonctions dans l'organisme vivant de l'Homme : un rôle structural, une fonction de réserve énergétique et métabolique, etc.

Les huiles végétales offrent un large choix tant au niveau du goût, de l'utilisation, du prix, que de la qualité. La différence entre les diverses huiles réside dans la proportion des acides gras qui les composent. Selon leur nature, elles sont plus ou moins riches en certains acides gras polyinsaturés qui sont dits «essentiels » car l'organisme vivant ne peut pas les synthétiser. Elles constituent, également, la meilleure source de vitamine E, connue pour ses propriétés anti-oxydantes.

L'oxydation des lipides est une cause majeure de dégradation des huiles alimentaires lors de leur conditionnement, leur conservation et leur stockage. Cette réaction d'altération affecte surtout les huiles à forte teneur en acides gras polyinsaturés (*MARTIN, 2001*). Les huiles végétales riches en acides gras polyinsaturés de la série des omégas 3 et 6 ont des avantages nutritionnels. Mais, ces huiles peuvent s'avérer toxiques et compromettre la santé du consommateur lorsqu'elles subissent des réactions d'oxydation à grande ampleur.

Les causes d'altération par oxydation peuvent être nombreuses et variables. La conséquence la plus perceptible de l'oxydation des lipides est l'apparition de l'odeur et de saveurs désagréables souvent qualifiées de rance. Ces odeurs conduisent souvent au rejet de l'aliment par le consommateur, elles peuvent être perçues très précocement. Elles sont liées à la formation des composés volatils au seuil de détection olfactif très bas (*PRIOR, 2003*).

C'est dans cette optique que s'inscrit la présente étude dont l'objectif principal est de déterminer l'effet du traitement thermo-oxydatif sur les caractéristiques physico-chimiques de l'huile 100% soja de marque « LaBelle ». Cette huile est largement utilisée dans la cuisson et la friture notamment.

## **I. Généralités sur les plantes oléagineuses**

### **I.1. Définition**

Les plantes oléagineuses sont des plantes cultivées spécifiquement pour leurs graines ou leurs fruits riches en lipides dont on extrait les huiles alimentaires. Le terme « oléagineux » désigne un ensemble de produits agricoles qui sont, une fois transformés ou triturés donnent des huiles. Parmi ces plantes, on trouve celles qui produisent des graines et celles qui produisent des fruits ; ce sont les graines et les fruits qui donnent de l'huile.

### **I.2. Plantes à graines oléagineuses**

#### **I.2.1. Soja**

##### **I.2.1.1. Historique**

Le soja (*Glycine max* L. Merrill) (figure 1) est considéré comme une des plus anciennes plantes cultivées. Il est originaire du nord et du centre de la Chine (HYMOWITZ, 1970). La première mention de la plante provient d'une série de livres décrivant les plantes de la Chine en *Ts'aokong Mu* écrit par l'empereur *Sheng Nung* en 2038 av. J.C. D'après les indices historiques et géographiques, la plante a été mise en culture pour la première fois dans la moitié Est de la Chine entre XVI<sup>ème</sup> et XVII<sup>ème</sup> siècles av. J-C (SIMON, 2005 ; MOUHOUCHE, 2007).



**Figure 1 : graines de soja**

Au premier siècle av J-C, la culture de la plante fut introduite en Corée, au Japon et aux autres pays du sud-est de l'Asie. La plante fut ensuite cultivée en Europe au 18<sup>ème</sup> siècle. Elle fût introduite en France par les missionnaires en 1740 et plantée au jardin des plantes de Paris et, par la suite en 1790 au jardin Botanique de Kew(Angleterre).La plante ne fût cultivée qu'à petite échelle dans le sud de la France qu'à partir de 1908 (SIMON, 2005).

Le soja fut introduit pour la première fois aux États-Unis par DAVID BOWEN en 1765, mais c'est seulement à partir de 1890 que l'on commence à s'intéresser à cette plante comme source alimentaire pour ses protéines et son huile (HYMOWITZ et HARLAN, 1983). L'introduction du soja au Canada fut réaliser en 1893 où il a d'abord été cultivé en Ontario, comme fourrage. Les pays de l'Amérique du sud n'ont connu la culture du soja qu'à partir de la moitié du 19<sup>ème</sup> siècle.

Le soja est actuellement cultivé dans toutes les régions subtropicales et tempérées du monde. Sa culture a permis d'améliorer les régimes alimentaires de nombreuses populations rurales dans les régions défavorisées de tous les continents. En Algérie, et à l'instar de beaucoup de pays dans le monde, des tentatives de production dans quelques régions du pays ont été enregistrées (*MOUHOUCHE, 2007*).

#### **I.2.1.2. Taxonomie de soja**

Le soja, soya ou soybean a pour nom scientifique *Glycine max*. Il appartient à l'ordre des Fabales, famille des Fabacées, à la sous famille des papilionaceae, la tribu des Phaseolae et au genre *Glycine* (*DEMOL et al, 2008 ; HYMOWITZ, 2004*).

#### **I.2.1.3. Classification**

**Tableau I :** Classification botanique du soja.

<b>Classification</b>	
<b>Règne</b>	Viridiplantae
<b>Division</b>	Tracheophyta
<b>Sous-classe</b>	Magnoliophyta
<b>Classe</b>	Rosidae
<b>Ordre</b>	Fabales
<b>Famille</b>	Fabaceae
<b>Sous famille</b>	Papilionoideae
<b>Tribu</b>	Phaseoleae
<b>Genre</b>	<i>Glycine</i>

#### **I.2.1.4. Composés majeurs de la graine de soja**

La composition chimique en pourcentage de la matière sèche (MS) de la graine de soja est la suivante : 40% de protides, 35% de glucides, 20% de lipides et 5% de minéraux. Il s'agit donc d'une graine protéagineuse, comme le pois ou le haricot, mais ayant une teneur élevée en huile, d'où un double intérêt pour une éventuelle exploitation industrielle (*SNYDER et KWON, 1987*).

#### **I.2.1.5. Utilisation**

La plus grande partie de la production est destinée à l'alimentation des animaux d'élevage, sous forme de farine, et de tourteaux. Selon les analyses de *Lester BROWN, en 2005*, sur les 220 millions de tonnes de soja produits dans le monde entier, 15 millions de tonnes sont consommées « directement » par l'Homme sous forme de tofu, yaourt, lait de soja, etc. Le reste est transformé en :

- huile avec une production de 33 millions de tonnes dont 7% servent d'agro-carburant ;
- farine de tourteau de soja, riche en protéines destinée à l'alimentation des animaux d'élevage (bœuf, porc, volailles et poissons d'élevage), soit 144 millions de tonnes. Le sous-produit de la fabrication de l'huile, le tourteau de soja, avec des teneurs en protéines brutes de l'ordre de 45%, trouve un intérêt évident dans l'alimentation des vaches laitières, en particulier celles nourries à partir d'ensilage de maïs (naturellement pauvre en protéines). Le tourteau de soja est également la principale source de protéines dans les aliments des porcs ou des volailles, surtout sur les continents américains et asiatiques. En France, le soja représente 70% des tourteaux consommés (*BROWN, 2005*).

## **II. Corps gras alimentaires**

### **II.1. Définition**

Les corps gras (CG) qui correspondent à la partie « graisses neutres » de la fraction lipidique totale sous forme de microgouttelettes dans certains tissus animaux et végétaux ont surtout un rôle nutritionnel sur les plans énergétique et métabolique. La partie grasse des aliments est également appelée lipides (du grec lipos, « gras »). Les CG alimentaires comprennent les huiles et les graisses d'origine végétale ou animale, les beurres et les margarines (*GORNAY, 2006*).

Ce sont de longues chaînes hydrocarbonées de leurs acides gras (AG) constitutifs qui représentent la majeure partie des lipides alimentaires dont la composition en ces AG est une donnée caractéristique que les triacylglycérols doivent leurs propriétés principales : apolaire et hydrophobie (*POISSON et MICHEL, 2003*).

Les CG font partie d'un ensemble complexe de composés organiques, les lipides présents dans les tissus animaux et végétaux. Ce sont des esters naturels, formés à partir d'acides gras et d'alcool ou d'amine. Ces biomolécules sont caractérisées par leurs insolubilités dans l'eau, solubilité dans les solvants organiques (éther, benzène, chloroforme) et le toucher onctueux (huileux) (*PERCHERON et PERLES, 1981; WELL, 2001*).

### **II.2. Composition**

Les CG sont essentiellement constitués de composés majeurs (99%). Ce sont les triglycérides et les AG.

#### **II.2.1. Acides gras**

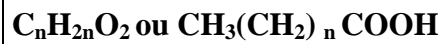
Ce sont des acides organiques faibles qui ne possèdent qu'une seule fonction acide organique (carboxyle) par molécule et sont formés de carbone à nombre presque toujours pair. Généralement compris entre 4 et 30 en raison du mode de synthèse des acides gras qui se forment par combinaison des radicaux acétiques en C<sub>2</sub> d'oxygène et d'hydrogène. L'autre extrémité de la chaîne se termine par un groupe méthyle CH<sub>3</sub>.

Ils représentent 90 à 96% de la masse molaire de triacylglycérols. Plusieurs acides gras différents sont présents dans un même corps gras et des acides identiques se retrouvent dans de nombreux corps gras. La composition en acides gras est souvent caractéristique de leurs sources, en particulier végétale ; cependant, on observe des variations d'origine climatique ou encore liées aux saisons, à l'état physiologique et alimentaire.

La structure de la chaîne carbonée, qui peut comporter entre les atomes de carbone soit des liaisons simples, soit des liaisons éthyléniques (doubles liaisons), permet de les classer en dérivés isologues reliées entre elles par des caractéristiques communes, séries auxquelles appartiennent les acides gras majeurs et mineurs : acides gras saturés ; acides gras insaturés à chaîne mono éthylénique (une seule double liaisons) ou polyénique (deux ou plusieurs doubles liaisons) (*POISSON et al, 2003*).

### **II.2.1.1. Acides gras saturés**

Le mécanisme de biosynthèse des acides gras saturé, par fixation de chaînons élongateurs à deux atomes de carbone, permet de distinguer parmi ces acides gras de formules générales :



(n étant un nombre pair, variable de 4 à 3)

- des AG à nombre pair d'atomes des carbones, avec comme accepteur un chaînon acétyle ;
- des AG à nombre impair d'atomes de carbone, avec comme accepteur un chaînon propionyle ;
- des AG ramifiés à nombre pair ou impair d'atome de carbone, avec comme accepteur un chaînon à ramification méthyle et condensation en carbone paire ou impaire.

Le point de fusion de ces acides s'élève quand le nombre d'atomes de carbone s'accroît, le point de fusion des tricylglycérols étant également lié à la nature de ses acides gras constitutifs.

#### **II.2.1.1.1. Acides gras saturés à nombre pair d'atomes de carbone**

Les corps gras ne fermentent que peu d'acides gras à plus de 24 atomes de carbone ; les acides majeurs étant les termes comportant 12 à 18 carbones :

- acides gras courts, caractéristiques des matières grasses laitières et de quelques règnes, relativement volatils, peuvent être entraînés par la vapeur d'eau ;
- acides gras moyens, constituent principaux des huiles « « lauriques » » ;
- acides gras longs, acides palmitiques : poisson, lait et graisses de réserve des animaux d'élevages, prédominants dans les huiles végétales et stéariques ;

- Acides gras long, en faibles proportions dans les corps gras végétaux : acides arachidique, béhénique, etc.

#### **II.2.1.1.2. Acides gras saturés à nombre impair d'atomes de carbone**

Seuls quelques-uns ont été trouvés dans les graisses d'origine animale : les acides pentadécyclique et margarique ; d'autres sont obtenus à partir de produits de scission d'acides gras insaturés : les acides heptylique, etc. (*POISSON et NARC, 2003*).

#### **II.2.1.1.3. Acides gras saturés ramifiés**

On les trouve en particulier dans certaines graisses de ruminants, mais également dans certaines huiles marines et dans les lipides de micro-organismes (en particulier des bactéries Gram +) ; ils sont très rares chez les plantes. Ils sont caractérisés par la présence d'un groupement méthyle fixé sur l'avant dernier atome de carbone de la chaîne principale ; on les désigne par le préfixe iso (n-1) ou (n-2) précédant le nom usuel de l'acide à même nombre total de carbones (*POISSON et NARC, 2003*).

### **II.2.2. Acides gras insaturés**

Ils comportent un peu moins d'atomes d'hydrogène que de double de nombre de leur carbone. Dans la formule la plus simple et la plus fréquente, deux carbones voisins ont perdu chacun un atome d'hydrogène. Ainsi, deux des forces de liaisons interne de la molécule ne sont pas saturées. Il y'a des doubles liaisons et l'acide est dit insaturé. Certains acides comportent une seule double liaison (ils sont les acides mono-insaturés), d'autres en comptent 2, 3, 4,5 ou même 6 (ce sont les acides gras polyinsaturés) (*POISSON, 2003*).

L'hydrogénation consiste à saturer les doubles liaisons par des atomes d'hydrogène ; elle transforme un acide gras insaturé en acide gras saturé ; le point de fusion s'élève (ainsi une huile liquide se transforme en graisse solide) ; d'autre part, le produit rancit moins puisqu'il ne peut plus se former d'aldéhydes (*NARC, 2003*).

#### **II.2.2.1. Acides gras monoéniques**

Ce sont des acides gras ne contenant qu'une seule double liaison (insaturation). Ils comportent deux familles, n-7 et n-9 ; le représentant principal très répandu est l'acide oléique (C18:1,  $\omega$ 9) que l'on trouve dans les huiles végétales (olive, colza, etc.) et dans les produits animaux.

### **II.2.2.2. Acides gras polyinsaturés**

Ils contiennent deux, trois (ou plus) doubles liaisons (insaturations). Les acides linoléiques (oméga 6) et  $\alpha$ -linoléique (oméga 3) sont essentiellement apportés par les huiles végétales. Il est indispensable que l'homme se procure ces acides gras par son alimentation car son organisme est incapable de les synthétiser. Ils constituent à ce titre des acides gras essentiels (AGE) (*POISSON et NARC, 2003*).

L'acide linoléique (oméga 6) est l'acide gras principal dans l'huile de pépins de raisin, de tournesol, de soja, de noix, de maïs et de germe de blé. L'alimentation habituelle les apporte suffisamment. En effet, en plus des huiles, on en trouve dans tous les produits animaux terrestres et dans le lait maternel (*POISSON et NARC, 2003*).

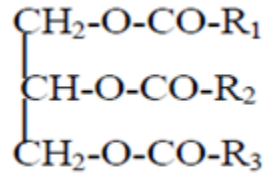
L'acide  $\alpha$ -linoléique (oméga 3) est moins répandu ; on le trouve dans certains fruits oléagineux (noix) et dans les huiles de colza, de noix, de soja et de lin. Contrairement à l'acide linoléique ( $\omega 6$ ), l'alimentation actuelle apparaît déficitaire en acide  $\alpha$ -linoléique (*POISSON et NARC, 2003*). .

### **II.2.3. Triglycérides**

Les lipides sont constitués principalement de triglycérides (TG, ou triacylglycérols), c'est-à-dire de triesters du glycérol et d'acides gras, ainsi que de cholestérol, d'alcools gras libres ou estérifiés par des acides gras (*KARLESKIND, 1992*).

Les TG (ou triesters d'acides gras) sont des triesters résultant de la combinaison de trois molécules d'acides gras par leur fonction carboxyle avec les fonctions alcooliques du glycérol. La synthèse des lipides par estérification des acides gras se fait sur différents alcools : glycérol (glycérides), cholestérol (stérides) On peut obtenir des monoglycérides, des diglycérides, ou des triglycérides qui sont les plus répandus. C'est la forme de réserve d'énergie chez l'homme. Lorsque le glycérol est lié à trois molécules d'un même acide gras, le triglycéride est dit homogène, dans le cas contraire, le triglycéride est dit hétérogène. Selon la combinaison et l'assemblage des acides gras sur le glycérol. La glycéride aura une structure différente et pourra être monoacide, symétrique ou asymétrique (*POISSON et NARC, 2003*).

Les TG (*figure 2*) sont constituées d'une molécule de glycérol sur laquelle chacune des trois fonctions alcool est estérifiée par un AG (*CHENE, 2002*). Ils contiennent environ 99% des CG. Parfois, les triglycérides sont de types mixtes et renferment au moins deux molécules d'acides gras différents (*JOUILLIER et al., 1969*).



**Figure 2 :** Formule d'un triglycéride

En raison de leur densité énergétique beaucoup plus élevée que celle du glycogène, les triglycérides constituent la plus grande réserve énergétique des animaux (BLAVY, 2010).

### II.3. Classification des lipides

Les corps gras peuvent être classés selon plusieurs critères.

#### II.3.1. Selon leurs origines

Une matière grasse « comestible » ou « alimentaire » est un mélange de graisses animales et /ou végétales. Les MG animales concernent le beurre (crème, graisse de bœufs et canard), les Shortening (graisse raffinées et hydrogénées) et le saindoux (huiles des animaux marins). Les huiles végétales sont essentiellement les huiles pour assaisonnement, les huiles pour friture et assaisonnement, les margarines végétales, la végétalienne (huile de coprah hydrogénée). Les mixtes sont représentées par les margarines standards à base d'huiles végétales et de graisses de poisson et les margarines et shortening pour pâtisseries (ALAIS *et al*, 2008).

#### II.3.2. Selon leur consistance à température ambiante

Les propriétés physiques des CG dépendent directement de leur composition chimique en AG qui influence donc leur consistance. Ainsi, le point de fusion est la température à partir de laquelle un corps gras se liquéfie. Par conséquent plus le nombre de doubles liaisons est important, plus le CG est liquide ou fluide à température ambiante ; plus les AG saturés ne sont en quantité importante, plus le CG n'est solide ou concret à température ambiante (FRIDOT, 2006).

#### II.3.3. Analyse élémentaire

Les lipides peuvent être divisés en deux classes : les lipides simples et les lipides complexes. Les lipides simples ont été définis comme « lipides qui, une fois hydrolysés, libèrent tout au plus de deux types de produits primaires par mole ». Quant aux lipides complexes : « leur hydrolyse libère trois produits ou plus par mole » (FRENOT *et VIERLING*, 2001).

### **II.3.4. Longueurs de la chaîne carbonée**

Les longueurs des chaînes couvrent un large éventail, depuis un acide gras à 4 atomes de carbone contenu dans le lait jusqu'aux acides gras à 30 atomes de carbone de certaines huiles de poissons (*POISSON, 2003*).

### **II.4. Principales sources des lipides**

Les principales sources des lipides sont : les huiles végétales (arachide, olive, tournesol, maïs, etc.) qui contiennent des AGS et des AGI à chaîne moyenne ou longue, en proportion variable selon l'origine. Les graisses végétales (palme, palmiste, coco, karité) qui contiennent surtout des AGS à chaîne courte ou moyenne. Enfin, les graisses animales qui sont soit apparentes ou visibles (beurre, saindoux, suif), soit cachées ou invisibles (car faisant partie intégrante de la viande). Ces graisses animales contiennent surtout des AGS sous forme complexe (*RENET, 1979*).

Il existe d'autres types de lipides dont les plus connus sont: le cholestérol présent dans les graisses d'origine animale et, que le foie est capable de synthétiser, les lécithines présentes en particulier dans le jaune d'œufs très utilisées dans l'industrie alimentaire (*RENET, 1979*).

### III. Généralités sur les huiles végétales

#### III.1. Introduction

Les huiles végétales représentent un vaste ensemble très varié de corps gras d'origine, de composition, de qualité et de goûts différents. Celles-ci sont présentées selon leurs caractéristiques physico-chimiques, leur mode de fabrication, leur composition en acides gras, en vitamines, en composés mineurs, leur intérêt nutritionnel et leurs usages. Toutes les huiles ont un intérêt différent (*LECERF, 2011*).

Les huiles végétales jouent un rôle essentiel dans l'alimentation de l'Homme. Elles contribuent à assurer des fonctions nutritionnelles, énergétiques et des fonctions technologiques. La transformation des graines oléagineuses en huile commerciale met en œuvre une succession d'étapes de trituration des graines (broyage, décorticage, aplatissage, cuisson, séchage, pressage et extraction par l'hexane) et de raffinage des huiles brutes (dégommage, neutralisation, décoloration, désodorisation, décirage) réalisées dans des appareillages spécifiques conçus pour chacune d'entre elles (*CUVLIER et MAILLARD, 2012*).

#### III.2. Définition

Les huiles végétales sont des composants d'AG avec des structures chimiques différentes l'une de l'autre ; elles sont composées de TG saturés (AGS) ou insaturés (AGMI et AGPI) (*ANONYME, 1992*).

Les huiles sont liquides à température ordinaire et insolubles dans l'eau ; elles sont destinées à de nombreux usages (assaisonnement et fritures).

#### III.3. Composition des huiles végétales

Les huiles végétales et les corps gras d'origine animale appartiennent à la classe des lipides et sont essentiellement constitués de triglycérides et de constituants mineurs (*ANONYME, 2002*).

##### III.3.1. Acides gras

La composition en AG saturés et insaturés de quelques huiles végétales sont mentionnés dans le *tableau II*.

**Tableau II.** Compositions en acides gras de quelques huiles végétales (en% du total des acides gras) (*MORIN et PAGES, 2012*).

	Arachide	Colza	Mais	Olive	Tournesol	Soja
AGS	19	8	13	15	12	16,5
AGMI	56	62	29	77	23	25,5
AGPI	24,8	21	57,5	7,4	64,8	58

### **III.3.2. Autres composés**

Les composés mineurs d'une huile sont de nature diverse et représentent environ 1%.

#### **III.3.2.1. Tocophérols**

La vitamine E est le terme générique utilisé habituellement pour désigner les différents tocophérols (EVRARD, 2007). Les tocophérols de forme alpha est la plus active (100%), les formes beta et gamma présentent des activités plus faibles (respectivement 50% et 10%) et la forme delta ne possède qu'un très faible pouvoir vitaminique E. Elles jouent un rôle d'antioxydant biologique, protecteur des acides gras polyinsaturés au niveau des membranes cellulaires et des lipoprotéines (MORIN et PAGES, 2012).

#### **III.3.2.2. Phytostérols**

Toutes les huiles végétales contiennent des phytotrons (en moyenne de 0,1 à 0,5%) qui présentent une analogie de structure avec le cholestérol (EVRARD, 2007).

#### **III.3.2.3. Composés phénoliques**

Ces constituants, encore appelés « bisphénols » sont des substances naturelles aux importantes propriétés anti-oxydantes, présentes dans les huiles d'olive vierges (EVRARD, 2007).

#### **III.3.2.4. Caroténoïdes**

Les caroténoïdes sont des pigments lipophiles sensibles à la lumière (rayonnement ultraviolet) et à la chaleur (MORIN et PARES, 2012). Les caroténoïdes et plus particulièrement la bêta-carotène, sont des précurseurs de la vitamine A. Les huiles végétales non raffinées en contiennent en général de faibles quantités. Les caroténoïdes sont en partie éliminés au cours du raffinage (EVRARD, 2007).

### **III.4. Classification des huiles végétales**

#### **III.4.1. En fonction du mode d'utilisation**

Il en existe deux catégories d'huiles (EMILIE, 2009)

##### **III.4.1.1. Huiles végétale pour friture et assaisonnement**

Ce sont des huiles dont la teneur en acide alpha-est inférieure ou égale à 2%, ce qui leur permet de supporter les cuissons. Exemples : huiles d'arachide, de tournesol.

##### **III.4.1.2. Huiles végétales pour assaisonnement**

La teneur en acide alpha-linoléique est supérieure à 2%. Exemples : huiles de colza, de soja.

### III.4.2. En fonction de la composition en acides gras

Les corps gras d'origine végétale (huiles, graisses, beurres végétaux) se répartissent entre différentes familles selon les critères de caractérisation de ces familles.

### III.5. Huile de soja

#### III.5.1. Définition

L'huile de soja est fluide et de couleur jaune plus moins foncé suivant la nature des graines et les procédés d'extraction ; elle a une saveur assez prononcée d'haricot qui s'atténue peu à peu. Elle est riche en AGPI et notamment en AGE  $\alpha$ -linoléique, que l'organisme de l'Homme est incapable de synthétiser (COSSUT *et al.*, 2002).

#### III.5.2. Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de soja

Les caractéristiques physico-chimiques de l'huile de soja sont regroupées dans le *tableau III*.

**Tableau III:** Principales constantes physico-chimiques de l'huile de Soja (*Codex-Alimentarius*, 1992).

Caractéristiques	Valeurs
Densité relative (20°C /eau à 20°C)	0,919-0,925
Indice de réfraction à 20°C	1,466-1,470
Indice d'iode (g d'I <sub>2</sub> /100g huile)	12-143
Indice de saponification (mg KOH/g huile)	189-195
Insaponifiable (g/Kg d'huile)	Max 15

#### III.5.3. Composition

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

L'huile brute contient également des phospholipides (22g/kg), qui doivent être isolé avant commercialisation et utilisation comme complément alimentaire dans l'industrie pharmaceutique, lubrifiant ou émulsifiant dans les industries agroalimentaire ou pharmaceutiques. La teneur en tocophérols est de l'ordre de 1.4 g/kg, 60% étant du  $\Omega$ -tocophérol, la teneur en stérols peut atteindre 3g/kg, la moitié étant du  $\beta$ -sitostérol (CLAUDE, 2013).

La principale différence de l'huile de soja par rapport aux autres huiles végétales, c'est qu'elle se situe au niveau de la forme d'insaturation et de la présence d'acide linoléique (C18:3)

en quantité appréciable (*tableau VI*). Cet acide gras étant très sensible à l'oxydation, il conviendrait d'éviter au maximum le contact de l'huile avec l'oxygène de l'air. L'huile brute de soja est définie en termes d'humidité, impuretés, teneur en phosphatines, en acides gras libres et aussi en termes de couleur, caractéristiques d'oxydation et de traces métalliques (*PLATON, 1988*).

### III.5.3.1. Composition en acides gras

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

Acide gras	16 :0	18 :0	18 :1 , ω9	18 :2 ω6	18 :3, ω3	20 :0	20 :1	22 :0
% en poids	8-13	2-5	17-26	50-62	4-10	<1	<0 ,4	<0,5

### III.5.3.2. Constituants mineurs de l'huile de soja

Les constituants mineurs de l'huile de soja, dont certains doivent être obligatoirement éliminés durant le raffinage, sont regroupés dans le *tableau. V*.

**Tableau V:** Constituants mineurs de l'huile de soja.

Nature de composant	Composés
<b>Lipidiques</b>	Phosphatides hydratables et non hydratables – glycérides partiels – acides gras libres
<b>Glucidiques</b>	Sucres libres et glycolipides
<b>Ions métalliques</b>	Fer – cuivre – calcium – magnésium.
<b>Pigments colorants</b>	Aldéhydes – cétones – peroxyde.
<b>Produits oxydés</b>	Aldéhydes – cétones – peroxyde.
<b>Autres</b>	Composés odorants. Matières insaponifiables (hydrocarbonés, alcools, stérols)

### **III.5.4. Production**

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

### **III.5.5. Intérêt nutritionnel de l'huile de soja**

Comme toutes les huiles végétales, l'huile de soja est sans cholestérol, pauvre en graisses saturées et riche en AGI dont l'organisme a besoin. Elle est adoucissante, anti-Eczémateuse et protège l'épiderme. Elle a un intérêt nutritif par l'apport en vitamine E qui est excellente pour la peau et ses irritations (LABOURET, 2005). L'huile de soja offre une combinaison unique de deux AG, en l'occurrence les  $\omega 3$  et  $\omega 6$  qui ont un effet bénéfique sur la santé cardiovasculaire (JOTTERAND *et al*, 2007).

## **IV. Oxydation des huiles végétales**

### **IV.1. Introduction**

L'oxydation d'une huile végétale est une réaction chimique entre l'O<sub>2</sub> présent dans l'air et les acides gras qui composent l'huile (au niveau d'une insaturation). Le potentiel oxydatif d'une huile végétale et d'un beurre dépend de la nature et de la concentration des acides gras les ou les composants.

De manière générale, plus l'acide gras possède de doubles liaisons plus sa vitesse d'oxydation est élevée. L'oxydation des acides gras entraîne leur transformation en molécules qui peuvent s'avérer toxiques pour l'organisme.

En pratique, ce phénomène d'oxydation est facilement repérable car il est responsable d'un changement d'aspect de l'huile végétale (odeur de rance, changement de couleur). Certains facteurs accélèrent cette oxydation mais ne sont pas des éléments nécessaires et suffisants à déclencher le phénomène d'oxydation : l'oxygène, la lumière (UV), le contact avec des métaux pro-oxydants (Fer ou Cuivre de l'emballage), la présence de pigments comme la chlorophylle, la présence d'enzymes (lipases, etc.), et aussi et surtout la chaleur qui va agir comme un catalyseur sur ces réactions. C'est-à-dire qu'elle va accélérer les réactions chimiques. D'autres facteurs vont ralentir ce phénomène, notamment l'apport ou la richesse naturelle de l'huile en vitamine E.

### **IV.2. Définition de l'oxydation**

Lors d'une réaction d'oxydation, l'O<sub>2</sub> présent dans l'air interagit avec la double liaison de l'acide gras et forme un « radical » peroxyde. On mesure l'oxydation d'une huile grâce à son indice peroxyde (IP). Cette espèce chimique (le radical) très oxydante va ensuite se transformer en d'autres molécules comme l'hydro-peroxyde, les cétones, les aldéhydes responsables du « rancissement », les alcools, etc. (ANONYME, 2008).

Une fois que l'oxydation a été « initiée » au niveau d'une ou plusieurs doubles liaisons, elle va se propager aux autres acides gras environnants, entraînant une réaction en chaîne qui s'auto-entretient.

Ces mécanismes sont l'auto-oxydation, la photo-oxydation, l'oxydation enzymatique et l'hydrolyse. Dans les aliments, l'auto-oxydation est le phénomène le plus important suivi par la photo-oxydation. L'oxydation enzymatique et l'hydrolyse sont, de façon générale, moins importantes, bien que ces mécanismes puissent être critiques dans des circonstances particulières (PERRIN, 1989).

### IV.3. Mécanisme de l'oxydation des lipides

L'oxydation des lipides peut s'effectuer suivant différents mécanismes. Cependant les compositions des produits de la réaction sont quasiment les mêmes et indépendantes du mécanisme (PERRIN, 1992).

Sauf dans les conditions extrêmes, l'oxygène attaque les doubles liaisons ou les groupements méthylène adjacents à ces dernières. En produisant des radicaux libres dans la plupart des cas les liaisons carbone-hydrogène appartenant à des systèmes saturés sont beaucoup plus stables à la température de chauffe inférieure à 200°C. A la température supérieure à 200°C, on observe l'isomérisation des doubles liaisons et des réactions des polymérisations qui sont aussi initiées par les radicaux libres (POKORNEY, 2003).

#### VI.3.1. Mécanisme de l'auto-oxydation

L'auto-oxydation des lipides est une réaction auto-catalytique. Il s'agit d'un enchaînement de réactions radicalaires se déroulant en trois étapes comme la figure les montre (EYMARD, 2003)

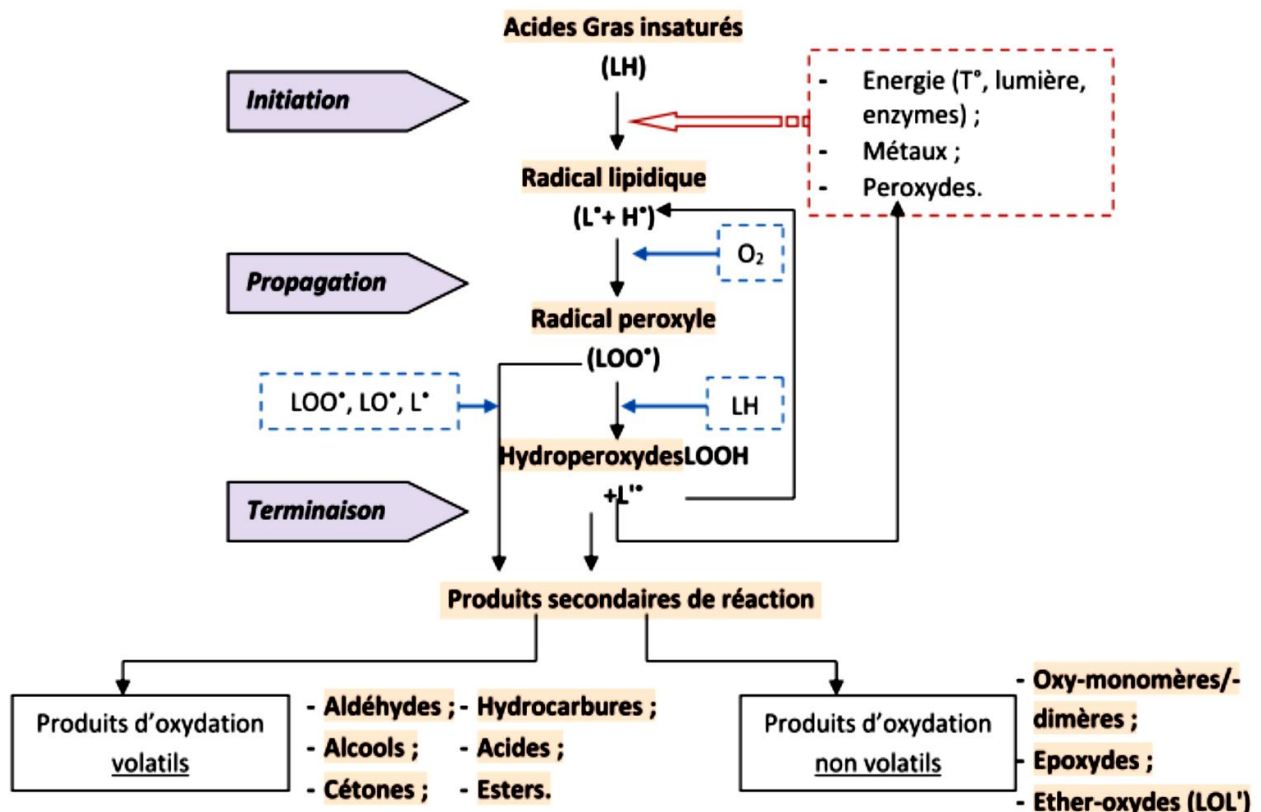
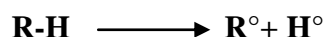


Figure 3 : Différentes étapes de l'auto-oxydation

#### IV.3.1.1. Initiation

Dans la phase d'initiation ou d'induction, aucun changement apparent ne peut être détecté. Avec le temps, de plus en plus de produits de décomposition des AGI sont formés et peuvent être détectés.

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

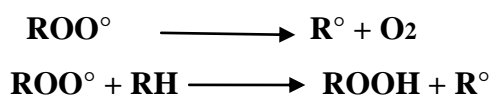


La vitesse de la réaction d'initiation augmente avec l'insaturation des lipides, la température et l'énergie des radiations ionisantes ou solaires (*PRIOR, 2003*).

#### IV.3.1.2. Propagation

Elle est caractérisée par une accélération forte de la production des acides gras libres. Ce n'est que pendant cette période que des quantités importantes de peroxydes s'accumulent.

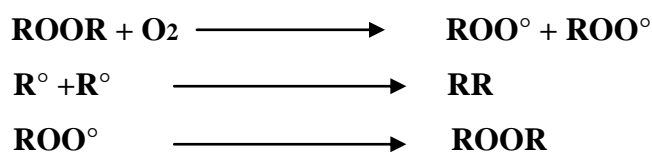
La propagation est une réaction radicalaire en chaîne. Les  $R^\circ$  formés fixent l'oxygène moléculaire et forment des radicaux peroxyde ( $ROO^\circ$ ). Ces derniers peuvent réagir avec une nouvelle molécule d'AG pour former des hydro peroxydes ( $ROOH$ ) et un autre  $R^\circ$  selon les réactions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



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

#### IV.3.1.3. Terminaison

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



### **IV.3.2. Mécanisme de la photo-oxydation**

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

L'oxydation par l'oxygène singulet (forme excitée de l'oxygène) est très intense dans les aliments exposés à la lumière visible et UV. En présence d'un photo-sensibilisateur, l'énergie irradiante convertit l'oxygène normal à l'état triplet en oxygène singulet, qui est mille fois plus actifs que l'oxygène dans son état triplet.

Les photo-sensibilisateurs les plus connus sont les chlorophylles, les phéophytines, les métallo-porphyrines et les riboflavines. Ainsi, les huiles alimentaires conservées dans des bouteilles incolores où elles ne sont pas protégées de la lumière, doivent être exemptes de produits chlorophylliens.

L'oxygène à l'état singulet s'additionne très rapidement sur les doubles liaisons, forment des intermédiaires instables transformés à leur tour en hydro-peroxydes plus stables. Aucun intermédiaire radicalaire n'est formé. Les ratios des vitesses d'oxydation des acides oléique, linoléique et linoléique sont plus sensibles à l'oxygène singulet qu'à l'auto-oxydation (*POKORNY, 2003*).

L'irradiation des aliments est souvent utilisée en tant que procédé de stérilisation. Comme les agents ionisants véhiculent une énergie intense, ils favorisent sensiblement la formation de radicaux libres de système récepteur. La formation de radicaux est inhibée par les antioxydants. L'irradiation cause l'oxydation des acides gras polyinsaturés et des caroténoïdes, mais les changements après l'irradiation sont très complexes (*POKORNY, 2003*).

### **IV.3.3. Oxydation enzymatique des lipides**

Un autre mécanisme important d'oxydation est l'oxydation enzymatique. Elle est catalysée le plus souvent par les lipoxygénase, qui sont présentes à la fois dans les tissus animaux et végétaux (*GRAILLE, 2003*).

Les lipoxygénases de soja sont les enzymes les plus connues et servent souvent de substances de référence. Elles contiennent du fer dans leurs sites actifs et peuvent être désactivées par les substances capables de convertir le fer en complexes indissociables. Elles attaquent les acides gras polyinsaturés possédant un système malonique (appelés acides gras n-6 ou w6). Les lipoxygénases catalysent aussi l'oxydation des acides gras de la série n-3. La lipoxygénase de soja, dont l'activité optimale est à pH 9 oxyde l'acide linoléique environ 30 fois plus vite que le trilinoléoyl glycérol (*POKORNY, 2003*).

Les chaînes sont converties en radicaux libres, puis en hydro-péroxydes conjugués suivant un processus analogue à celui de l'auto-oxydation. Cependant, on observe quelques différences dans le processus enzymatique, les hydro-péroxydes sont optiquement actifs (*POKORNEY, 2003*)

#### **IV.4. Facteurs influençant l'oxydation**

De nombreux facteurs sont susceptibles d'influer sur la réaction, soit en la prévenant, soit en la favorisant. Il s'agit de facteurs intrinsèques aux produits tels que la structure des lipides, la présence de molécules pro-oxydantes (ions métalliques, enzymes) ou d'antioxydants (tocophérols, caroténoïdes, composés phénoliques,) et des facteurs externes tels que la température, la lumière, la pression partielle en oxygène, l'activité de l'eau, les conditions de stockage et de transformation (*GENOT et al. 2004*). Le *tableau VI* ci-après regroupe les principaux facteurs d'oxydation, leurs produits, et conséquences.

**Tableau VI :** Facteurs d'oxydation, leurs produits et conséquences.

<b>Facteurs</b>	<b>Produits</b>	<b>Conséquences</b>
-chaleur ; -lumière ; -oxygène ; -traces métalliques ; -enzymes, -activité de l'eau ; -photo-sensibilisateurs ; -déficit en antioxydants ( <i>PRIOR, 2003</i> ).	Produits primaires -péroxydes ; -hydroperoxydes. Produits secondaires : -alcool ; -acides ; -aldéhydes ; -cétones ( <i>SOHN ET OHSHIMA, 2010</i> ).	-altération de l'odeur ; -altération de la couleur ; -altération du goût ; -toxicité des molécules ( <i>DILIM-BOURAS, 2004</i> ).

La réaction d'oxydation peut être accélérée par divers facteurs : la lumière ; la présence d'oxygène ; le degré d'insaturations : plus l'insaturations globale est importante, plus les transformations notées sont nombreuses ; la présence des radicaux libres ; la présence d'acides gras insaturés libres : ces acides gras, selon *MULTON (1982)*, s'oxydent plus vite quand ils sont sous forme libres qu'estérifiés au glycérol ; les traces métalliques : telles qu'elle soit, ils sont toujours des catalyseurs d'oxydation selon *CHEFTEL (1976)*, le fer et surtout le cuivre

accélèrent particulièrement le phénomène d'oxydation ; la température : les hautes températures provoquent une auto-oxydation rapide des matières grasses. la température élevée favorise la réaction de propagation : formation d'un peroxyde et d'un radicale libre. La température varie aussi le type d'oxydation (*MARCUS, 1973*).

#### **IV.5. Mécanisme antioxydant des composés phénoliques**

Un antioxydant est défini comme "toute substance capable de retarder ou de ralentir l'action de ( $l'O_2$  sur des AGI) rancissement et décoloration ou apparition de saveurs indésirables dues à l'oxydation". Ainsi, l'antioxydant augmente la durée de vie d'un aliment et réduit les pertes en vitamines ou en AGE.

La vitesse de détérioration de l'acide linoléique diminue avec l'augmentation de la concentration en anti-oxygènes dans la matrice alimentaire. Néanmoins, l'ajout de fortes concentrations induit l'effet inverse, c'est-à-dire l'effet pro-oxydant, comme dans le cas de fortes doses d' $\alpha$ -tocophérol. Il importe de souligner l'effet temporaire des vertus des antioxydants ; ces molécules, sous leurs formes actives, disparaissent, en effet, progressivement du milieu (*CILLARD, 1980*).

Les antioxydants peuvent être classés, selon leurs modes d'action, en antioxydants primaires et en antioxydants secondaires. Ils peuvent intervenir à toutes les étapes du processus oxydatif radicalaire.

L'effet des antioxydants provient de deux mécanismes : ils neutralisent les radicaux libres et empêchent les réactions en chaîne initialisées par ces derniers ; les antioxydants détruisent les hydro-péroxydes (composés intermédiaires formant des radicaux libres en interrompant la liaison O-O), diminuant ainsi la vitesse de formations des radicaux libres (*RIBERIO et al, 2001*).

L'oxydation des lipides constitue un problème important pour certaines industries puisque cette réaction d'altération est responsable de la baisse de qualité et la diminution de la durée de conservation des produits alimentaires (*YEPEZ et al, 2002*). Ce phénomène génère l'odeur de rance des aliments en putréfaction. L'addition des antioxydants est une solution pour protéger de tels produits de l'oxydation (*KOSAR et a, 2003*).

Les antioxydants synthétiques sont utilisés depuis de nombreuses années. Mais, récemment, beaucoup d'études ont confirmé la toxicité élevée de ces molécules chimiques utilisées dans l'industrie alimentaire, comme par exemple, le butylhydroxytoluène (BHT), l'hydroxyanisole butyle (BHA), le tert-butylhydroquinone (TBHQ) (*RIBEIRO et al, 2001 ; MARONGIU et al, 2004*).

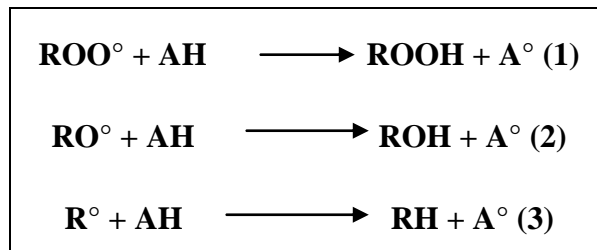
Le besoin de réduire l'utilisation des antioxydants synthétiques (limitée dans plusieurs pays en raison de leurs possibles effets indésirables sur la santé humaine) impose d'orienter le marché vers des antioxydants d'origine naturelle et stimule la recherche dans ce domaine (*HERODEZ et al, 2003*).

Le mécanisme d'anti-oxydation le plus largement admis comprend l'arrêt de la réaction en chaîne par un antioxydant dans les aliments complexes ; d'autres mécanismes d'anti-oxydation ont été suggérés (*TOSHIYAKI, 2003*).

#### **IV.6. Différents types d'antioxydants**

##### **IV.6.1.1. Antioxydants de type I**

Les antioxydants de type I (ou antioxydants de la rupture de la chaîne d'oxydation) agissent particulièrement sur les radicaux lipidiques pour les inactiver en les stabilisant). Ils retardent ou inhibent l'étape d'initiation en séquestrant les radicaux libres ou interrompent la phase de propagation en fournissant des hydrogènes aux radicaux libres présents (*SHAHIDI et al, 1992*).



Les radicaux issus (abrévés  $\text{A}^\circ$ ) après action des antioxydants sont relativement stables et ne possèdent pas d'énergie suffisante pour arracher un hydrogène aux lipides. Ils subissent une réaction d'arrêt aboutissant à la formation de produits non radicalaires (*PINCEMAIL et al, 1998*).

En effet, l'antioxydant réagit avec le  $\text{R}^\circ$  en convertissant ce dernier en ROOH ou en dérivées hydroxyliques de type R-OH. En règle générale, les formes radicalaires de l'antioxydant peuvent soit réagir entre elles pour donner des dimères, soit réagir avec un second radical lipidique (*DENISOV et DEMISAVA, 2000 cités par POKORNY, 2003*).

##### **IV.6.1.2. Antioxydants de type II**

Les antioxydants de type II préviennent la formation des radicaux libres selon différents mécanismes. Les acides phosphorique et citrique réduisent l'effet pro-oxydant des ions métalliques en les chélatant. L'association de ces deux types d'antioxydants I et II permet

l'inhibition des phases d'initiation et de propagation de l'oxydation des lipides (*FRANKEL, 1998*).

Les antioxydants de cette catégorie sont les composés qui agissent en empêchant ou en diminuant la formation de radicaux libres (*ROLLAND, 2004*). Les plus utilisés sont des agents complexant les ions métalliques réduisant l'effet pro-oxydant des ions ; c'est le cas d'acide phosphorique, citrique et les ascorbates. Ils agissent en stabilisant la forme bivalente du métal dont l'action catalysant est plus faible que celle de la forme trivalente. La classification de ces antioxydants se présente comme suit :

#### **IV.6.1.2.1. Antioxydants secondaires synergistes**

Ce sont des substances qui prolongent la durée de vie des antioxydants primaires, et améliorent l'action de certains antioxydants ce qui se traduit souvent par un accroissement de la période de protection. Parmi eux se trouvent : l'acide ascorbique et son homologue palmitate d'ascorbyle, les acides lactiques, tartriques et orthophosphoriques et leurs sels de sodium, potassium ou calcium. L'efficacité des antioxydants peut être augmentée par l'utilisation d'un mélange d'antioxydants de type I et II. L'association de ces deux types d'antioxydants permet d'inhiber les phases d'initiation et de propagation de l'oxydation des lipides (*FRANKEL, 1998*).

#### **IV.6.1.2.2. Antioxydants secondaires « chélateurs de métal »**

Ils piègent les métaux pro-oxydants (fer et cuivre) ; c'est le cas d'acide citrique et des lécithines qui présentent une efficacité pour des doses d'incorporation faibles, à partir de 50 ppm (*FRANKEL, 1998*).

#### **IV.6.1.2.3. Antioxydants secondaires « piègeurs spécifiques d'oxygène »**

Le  $\beta$ -carotène est capable de piéger l'oxygène sous sa forme singulet et peut donc intervenir dans le cas d'une oxydation photo-sensibilisée. Il est important également de signaler l'effet antioxydants des phospholipides (lécithines) utilisés en synergie avec les tocophérols naturellement présents dans les huiles végétales (*JUIDDE, 2004*).

De manière générale, il est pertinent de combiner les antioxydants entre eux, en associant par exemple, l'efficacité d'un antioxydant primaire avec un antioxydant secondaire synergiste, prolongeant la durée de vie du premier, et un antioxydant secondaire chélateur de métaux (*JUIDDE, 2004*).

#### **IV.6.1.3. Antioxydants de type III**

Ils regroupent les facteurs de l'environnement qui ont une action anti-oxydante, en agissant sur le potentiel d'oxydoréduction du milieu, la température, la pression en oxygène, la lumière. La mise sous vide permet de limiter les réactions d'oxydation et de prolonger la

durée de vie des produits. Le conditionnement (mise sous emballage) peut également être réalisé sous atmosphère modifiée ( $N_2O_2CO_2$ ) (*JUIDDE, 2004*).

Les antioxydants de type III intègrent les facteurs de l'environnement susceptibles d'agir sur le potentiel redox du milieu, la température, la pression en oxygène et la lumière ; on en cite l'effet de l'emballage imperméable à l'oxygène et filtrant la lumière, le remplissage sous vide et l'introduction de gaz inerte) azote et le  $CO_2$  avant la fermeture des boîtes de conserve (*FRANKEL, 1998*).

## **I. Matériel et méthodes**

### **I.1. Protocole expérimental**

Dans notre étude, l'huile raffinée de soja de marque « LaBelle » est analysée. Elle a été achetée le 03 juin 2021 chez l'un des marchands de gros (grossistes des produits alimentaires) sis à *Anar Amellal*, Tizi-Ouzou. Cet échantillon d'huile (*figure 4*) a été prélevé le jour de sa réception ; cette huile est conditionnée dans un emballage en matière plastique de 5 litres.



**Figure 4:** Echantillon d'huile "LaBelle"

Un volume de 3 litres de cette huile a été transvasé dans une friteuse de marque « BROTHERS » (*figure 5*) réglée à une température de 170C° tout en maintenant son couvercle ouvert ; le traitement thermo-oxydatif de cette huile dure 8 heures en continue ; des échantillons de 200 ml de cette huile en chauffe sont prélevés à des temps réguliers : après 0.5, 2, 4,6 et 8heures ; ces prélèvements sont introduits dans des flacons en verre opaques propres puis conservés au réfrigérateur après refroidissement à la température de laboratoire.



**Figure 5:** Friteuse électrique « BROTEHRS »

L'effet du traitement oxydatif sur la qualité de cette huile est déterminé en suivant l'évolution de divers indices physiques, comme l'humidité, la densité et les paramètres chimiques tels que l'acidité, l'indice d'iode et l'indice de peroxyde. Ces analyses ont, également, été réalisées sur l'huile de départ. Les analyses physico-chimiques ont été faites selon la disponibilité du matériel et des produits chimiques.

## **I.2. Détermination des caractéristiques physico-chimiques**

### **I.2.1. Analyses chimiques**

#### **I.2.1.1. Acidité**

La mesure de la quantité des AGL d'un corps gras est l'un des meilleurs moyens de déterminer son altération par hydrolyse. La teneur en AGL d'une matière grasse s'explique de cette manière : l'acidité (A%) d'une huile est le pourcentage d'AGL exprimé habituellement selon la nature des CG ; généralement, l'acidité est estimée selon le taux d'acide oléique pour l'ensemble des corps gras.

Le principe consiste en une mise en solution d'une prise d'essai dans l'éthanol (jusqu'à la dissolution de corps gras), puis un titrage des acides gras libres avec une solution d'hydroxyde de potassium(KOH). L'indice d'acide est donné par la formule suivante :

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

N : normalité de KOH ;

V : volume en ml de la chute de la burette ;

Eq : équivalent gramme de KOH= 56,1g ;

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

N : normalité de KOH ;

V : volume en ml de la chute dans la burette ;

M : poids moléculaire de l'acidité pour l'expression des résultats (M=282,5g) ;

m: est la masse de la prise d'essai.

#### **I.2.1.2. Indice de peroxyde**

C'est le nombre de milliéquivalents d'oxygène actif de peroxyde contenu dans un kilogramme de produit et oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode. Il est exprimé en meq d'O<sub>2</sub>/kg d'huile.

En présence d'oxygène, les acides gras libres insaturés des corps gras s'oxydent en donnant des peroxydes. Ce phénomène a lieu au cours d'un long stockage. Les corps gras sont traités en solution, dans de l'acide acétique et le chloroforme, par une solution d'iodure de potassium (KI). Par la suite l'iode libéré est titré par une solution de thiosulfate de sodium(Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) à 0.01 N en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré.

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

$$I_p = \frac{(v - v_0) \cdot N}{m}$$

Avec :

$I_p$  : indice de peroxyde ;

$v$  : volume de ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) utilisé pour la prise d'essai ;

$v_0$ : volume de ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) utilisé pour l'essai à blanc ;

$N$  : normalité de ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) à (0.01N) ;

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

### I.2.1.3. Indice d'iode

L'indice iode ( $I_i$ ), permet de déterminer le degré d'insaturation d'un CG. Il correspond au nombre de gramme d'iode ( $nI$ ) fixé sur les doubles liaisons présentes dans 100 g de CG. Le principe consiste à la fixation des halogènes sur les liaisons éthyléniques des acides gras insaturés.

$$I_i = \frac{N(v_0 - v)}{p} \cdot 12.69$$

Avec :

$N$  : normalité de thiosulfate de sodium ;

$I_i$  : indice d'iode ;

$V_0$  : volume en ml, de la solution de ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) utilisé pour l'essai à blanc ;

$V$  : en ml, de la solution de ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) utilisé pour le titrage ;

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

## I.2.2. Analyses physiques

### I.2.2.1. Viscosité

La viscosité est une propriété importante des fluides qui décrit une résistance des liquides à l'écoulement et qui est liée à la friction interne qui a lieu dans le fluide.



Figure 6: Viscosimètre

$$\mu(C, \rho_o) = K (\rho_f - \rho) t$$

Avec :

$\mu$ : la viscosité ;

$K$  : une constante du viscosimètre qui égale a 35 ;

$\rho_f$  : la densité de la balle de métal qui est égale a 8.02g/ml ;

$\rho$  : densité de l'huile ;

$t$  : le temps de descente en minute.

### **I.2.2.2. Densité**

La densité d'une huile est le quotient de la masse dans l'atmosphère d'un certain volume de cette huile à une température donnée par la masse de même volume d'eau distillée. La densité est déterminée en pesant dans une éprouvette de 5ml le même volume d'eau et de huile prises à la même température.

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

Avec :

$M$ : poids de l'éprouvette vide ;

$m_0$  : poids de l'éprouvette pleine d'eau ;

$m_1$  : poids de l'éprouvette pleine de l'huile.

### **I.2.2.3. Humidité**

La teneur en eau et en matières volatiles d'un corps gras est définie comme étant la perte de masse subie par ces huiles après son chauffage à 103°C pendant un temps suffisamment court pour éviter l'oxydation, mais suffisamment long pour permettre l'élimination totale de l'eau.



**Figure 7:** Echantillons préparés pour l'analyse de l'humidité (étuve et dessiccateur)

Le principe de cette méthode consiste à chauffer une prise d'essai à 103°C dans une étuve pendant 1 heure de temps (l'élimination complète de l'eau).

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

Avec :

m0 : masse en gramme du bécher ;

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

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

## II. Résultats et discussion

### II.1. Objectif de l'étude

L'objectif de la présente étude est de suivre l'évolution des caractéristiques physico-chimiques de l'huile de soja de marque « LaBelle » pendant le chauffage à une température de 170°C dans une friteuse électrique à couvercle ouvert. L'effet de ce traitement thermo-oxydatif est étudié en suivant quelques critères physiques et chimiques, indicateur de la qualité des corps gras.

### II.2. Evolution des paramètres chimiques de l'huile « LaBelle »

#### II.2.1. Acidité

L'acidité est un critère de qualité d'une huile ; sa valeur dépend essentiellement des conditions de stockage (lumière, humidité, température et oxygène) (WOLF, 1991). Ce critère chimique détermine le degré d'altération hydrolytique de l'huile ; l'acidité est souvent exprimée en pourcentage d'acide oléique libéré dans l'huile. Elle renseigne principalement sur l'altération des TG suite à l'hydrolyse chimique ou enzymatique dans des conditions propices (ADRIAN *et al*, 1998).

L'huile de marque « LaBelle », 100% soja utilisée dans la présente étude a un indice d'acidité de 0.07% (tableau VII); cette valeur est inférieure à la norme de *codex Alimentarius*, qui est établie à un maximum de 0.3% maximum.

**Tableau VII :** Acidité des échantillons d'huile « LaBelle »

Temps du traitement thermo-oxydatif (h)	Valeurs de l'acidité (%)
0	0.07%
0,5	0.10%
2	0.098%
4	0.136%
6	0.16%
8	0.33%
% augmentation	78%

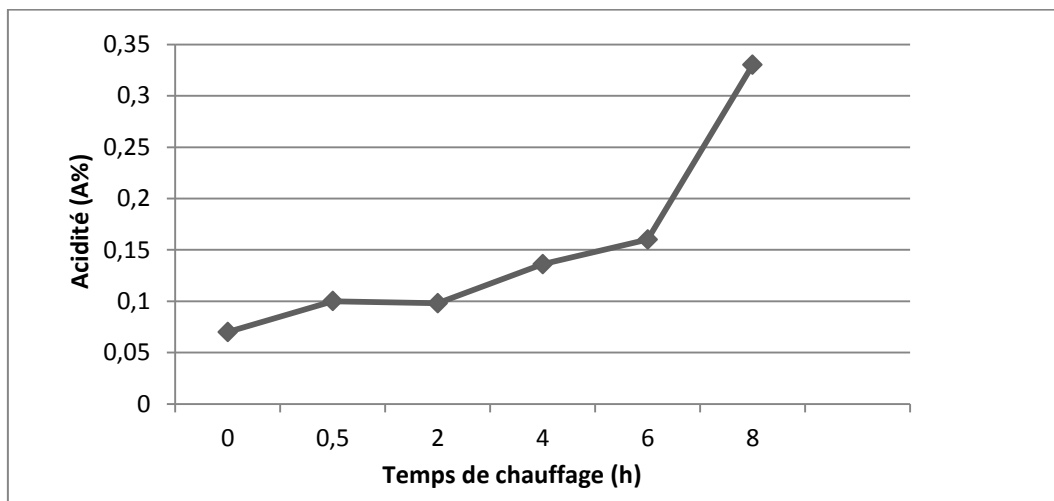
*Ces valeurs sont une moyenne de deux répétitions*

L'acidité de l'huile fraîche utilisée dans cette étude est inférieure à celles des huiles de la même marque dans les mêmes conditions mais à une température différente qui est 180°C analysées par CHEKROUNE *et* MOKRANI (2021) et à couvercle fermé analysés AMARI *et* KHELIFA (2017); BOUHDAD *et* IMRAHENE (2018). Les résultats obtenus sont respectivement de 0.226%, 0.396 et 0.16%. Cette valeur est, cependant, supérieure à celle trouvée par HAMOUCHE *et* SANAT (2014) ayant travaillé sur la marque « Elio » dont la valeur

trouvée est estimée à 0,11%. Cette différence entre les trois huiles fraîches analysées pourrait être due à la différence de qualité des huiles brutes traitées, la durée et les conditions de stockage des huiles raffinées chez les grossistes.

L'acidité faible de l'huile fraîche utilisée dans cette étude ainsi que les autres huiles analysées dans d'autres études antérieures indiquent une bonne maîtrise du processus de raffinage et des conditions de stockage de ces huiles. Ces échantillons d'huile ont été achetés le jour de leur réception chez les vendeurs de gros.

Pendant le traitement thermo-oxydatif, l'acidité des échantillons d'huile de soja de la marque « LaBelle » augmente jusqu'à la fin du traitement, à la 8<sup>ème</sup> heure de chauffage avec une acidité maximale de 0,33% (*figure 8*). Cette cinétique a, également, été signalée par *HAMOUCHE et SANAT (2014)* avec un maximum de 0.30% sur l'huile de marque « Elio », et par *BOUHADAD et IMRAHENE(2018)* sur la même marque d'huile après la huitième friture avec une valeur maximale de 0.59%.



**Figure 9** : Evolution de l'acidité de l'huile en fonction du temps de chauffage

Cependant, les pourcentages d'augmentation après 8 heures de traitement est supérieurs dans notre cas. En effet, dans la présente, le pourcentage d'augmentation est de 78%, contre un pourcentage de 50.84% enregistré par *BOUHADAD et IMRAHENE(2018)* et enfin 63% par *HAMOUCHE et SNAT(2014)*.

Les valeurs de l'acidité trouvées dans notre étude sont inférieures à celles trouvées par *CHEKROUN et MOKRANI (2021)* ayant travaillé sur la même marque mais dans ont noté une valeur de 0.846% à le 8<sup>ème</sup> chauffage cette est due à différence de température de 10°C. Ainsi, le traitement thermique accentue l'hydrolyse des TG que le traitement thermo-oxydatif. *AMARI et*

*KHELIFA (2017)* ont noté une valeur élevée de 0.904% lors de la friture de la pomme de terre avec la même marque d'huile.

Par ailleurs, le pourcentage d'augmentation de l'acidité des huiles chauffées est plus élevé lors du chauffage sans présence de l'aliment. Dans notre étude on a enregistré un pourcentage d'augmentation de 78% et 73% noté par *CHEKROUN et MOKRANI (2021)*. *KHELIFA et AMARI (2017)* n'ont noté que 56% lors des essais de friture.

L'acidification significative de l'huile pendant le traitement thermo-oxydatif pourrait être due à la présence d'une certaine quantité d'eau dans l'huile à l'état frais. Cette eau aurait favorisé l'hydrolyse des TAG de l'huile en thermo-oxydation, ce qui a induit une accumulation des AGL.

L'action catalytique de l'eau est accentuée par le chauffage. Ces deux facteurs hydrolysent les TAG en produisant des mono, diglycérides, AGL et éventuellement du glycérol. Le glycérol s'évapore au-dessus de 150°C et l'équilibre de la réaction se déplace vers la libération d'autres produits d'hydrolyse (*POKORNY, 1989*). Les AGL s'accumulent dans l'huile augmentant ainsi son acidité (*GUILLAUMIN, 1969*).

Nos résultats sont soumis à une analyse de la variance à un seul facteur, la durée du traitement thermo-oxydatif. Il ressort de ce traitement que le facteur « temps » montre un effet non significatif ( $p=0.5232$ ) sur l'acidité de l'huile « LaBelle ». Cela est vérifié par le test de *NEWMEN-KEULS* au seuil de 5%.

### **II.2.2. Indice de peroxyde**

L'indice de peroxyde est le nombre en milliéquivalents d'O<sub>2</sub> actif de peroxydes contenus dans un kilogramme d'huile et oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode (*M'BAYE et al, 2012*).

Les peroxydes se forment par fixation d'oxygène sur les doubles liaisons des acides gras insaturés sous l'action de certains facteurs favorisant (UV, eau, enzymes, traces de métaux...). C'est le processus majeur de dégradation des huiles ; il aboutit au stade final à la rupture des chaînes d'acides gras (*POUYET et OLLIVIER, 2014*).

Un corps gras s'oxyde plus vite s'il est riche en AGPI et si le nombre de doubles liaisons est élevé (*UZZAN, 1992*). Pour apprécier les premières étapes de la détérioration oxydative, il est recommandé de déterminer la quantité des peroxydes dans l'huile raffinée. Selon les normes internationales (1981), l'huile végétale raffinée ne doit pas contenir des peroxydes lipidiques.

Cependant, l'huile peut naturellement contenir des antioxydants comme la vitamine E (aussi appelés tocophérols) ou les polyphénols. Ces molécules captent les produits réactifs

émis par l'oxydation pour stopper sa prolongation dans le reste du milieu. La composition de l'huile (acides gras, pigments végétaux, antioxydants...) joue donc un rôle décisif sur le potentiel oxydatif des huiles végétales, ce qui induit la formation des peroxydes.

L'huile de marque « LaBelle » 100% soja analysée dans notre étude a un indice de peroxyde de 2.75 meq.d'O<sub>2</sub>/kg (*tableau VIII*) ; cette valeur est inférieure à la norme fixée par *ISO 3960*, soit une valeur maximale de 10 meq.d'O<sub>2</sub>/kg.

**Tableau VIII** : Valeurs de l'indice de peroxyde des échantillons d'huile « LaBelle »

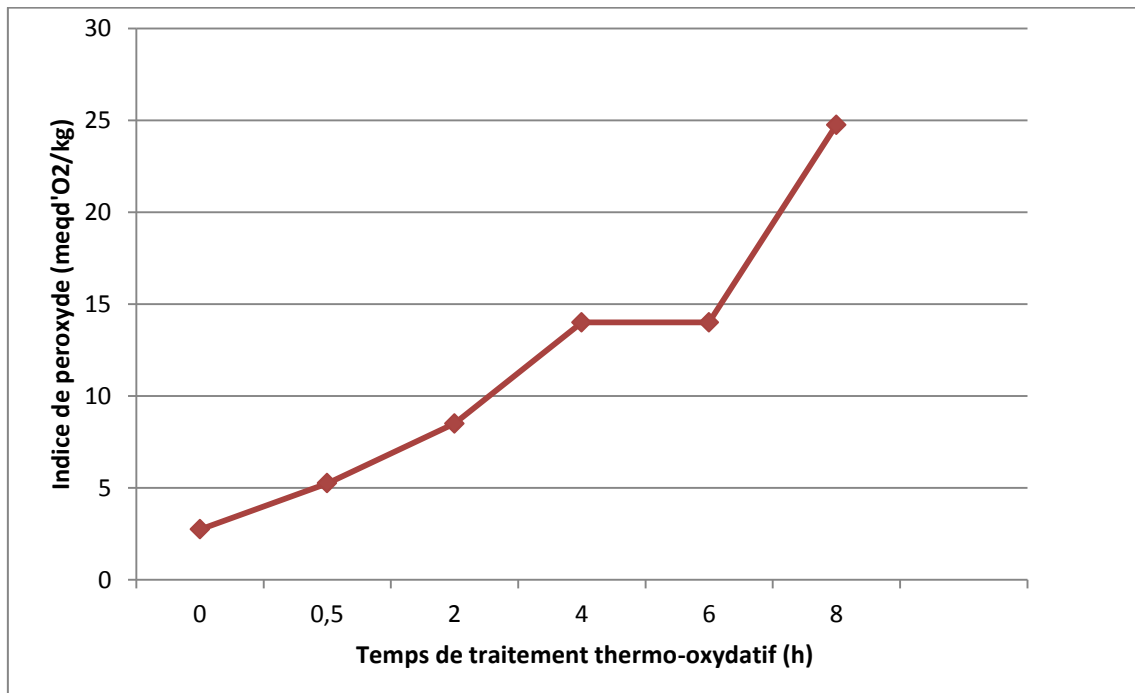
Temps de traitement thermo-oxydatif(h)	Valeurs de l'indice de peroxyde (meq.d'O <sub>2</sub> /kg)
0	2.75
0.5	5.25
2	8.5
4	14
6	14
8	24.75
% d'augmentation	88.8%

*Ces valeurs sont une moyenne de deux répétitions*

L'indice de peroxyde de l'huile fraîche utilisée dans notre étude est supérieur à celui des huiles de la même marque analysées par *CHEKROUN et MOKRANI (2021)* dans les mêmes conditions mais a une température de 180°C. *LARDJANE et HAFAB (2018)* ont trouvé une valeur de 1.833 meq.d'O<sub>2</sub>/kg de l'huile de marque « Fleurial » 100% tournesol. *AUCHARKI et DOUDJID(2017)* ont noté une valeur de 0.83 meq.d'O<sub>2</sub>/kg sur une huile mixte de marque « Elio » composée de 80% soja et 20% tournesol. Les écarts constatés dans ces huiles raffinées issues de graines oléagineuses pourraient être expliqués par l'action de certains facteurs comme les conditions d'extraction, de conditionnement et le transport ; ces facteurs causent la production des peroxydes dans ces huiles même à l'état frais.

Pendant le traitement thermo-oxydatif, l'indice de peroxyde des échantillons d'huiles « LaBelle » prélevés à des temps réguliers augmentent jusqu'à la fin du traitement thermo-oxydatif, soit 8 heures avec une valeur maximale de 24.75 meq.d'O<sub>2</sub>/kg (figure 9). Cette cinétique a, également, été signalée par *KHELIFA et AMARI (2017)* ; *BOUHDAD et IMRAHENE (2018)* qui ont travaillé sur la même marque d'huile ; les valeurs maximales notées sont respectivement de 11 et 8.167 meq.d'O<sub>2</sub>/kg après 8 heures successive de friture , dans ce cas notre huiles est plus peroxydées, cela en raison de la non fermeture de couvercle se qui implique un effet oxydatif très remarquable de l'air sur la dégradation d'huile chauffée

contrairement aux résultats mentionnés en haut qui ont travaillé sur une friteuse à couvercle fermé et en présence d'aliment.



**Figure 9:** Evolution de l'indice de peroxyde en fonction de temps de chauffage

*KHELIFA et AMARI* ont enregistré une valeur de 11 meqd'O<sub>2</sub>/kg d'huile de la même marque ainsi 7.5 meqd'O<sub>2</sub>/kg pour « Elio » 80% soja et 20% tournesol après 8 heures de traitement à une température de 180°C et à couvercle fermé ces conditions d'expérimentation peuvent être à l'origine de la différenciation avec nos résultats.

Cependant, les pourcentages d'augmentation de cet indice après 8 heures de traitement thermo-oxydatif sont supérieurs dans notre cas. En effet, le pourcentage noté dans notre étude est de 88.88% contre seulement 44.9% noté par *BOUHDAD et IMRAHENE (2018)* et 95.45% trouvé par *CHEKROUN et MOKRANI (2021)* ayant analysé une huile de la même marque mais à 180°C, pour rappel que les conditions expérimentales de ces études sont différentes, la différence principale est que notre traitement a été effectué à 170°C donc une différence de 10°C cela peut expliquer la peroxydation rapide de leur huile.

Cette variation dans les pourcentages d'augmentation peut être expliquée, en partie, par la facilité de diffusion de l'oxygène de l'air ambiant dans l'huile en chauffe, ce qui favorise le déroulement de la réaction d'oxydation avec formation des peroxydes (ROO°) à partir des AGPI libres issus de l'hydrolyse des TG.

Selon *OBRIEN(2009)*, plusieurs paramètres comme l'oxygène de l'air, la chaleur et la quantité des tocophérols présents dans l'huile peuvent influencer la formation des peroxydes. Il a été admis que plus l'indice de peroxyde est élevé, plus la matière grasse est oxydée. Mais, cet indice n'est qu'un indicateur de début d'oxydation ; celui-ci augmente pour atteindre un pic.

Nos résultats sont soumis à une analyse de la variance à un facteur qui est la durée de traitement thermo-oxydatif. Il ressort de ce traitement que le facteur « temps » montre un effet très hautement significatif ( $p=0.0005$ ) (Annexe 8) sur l'huile étudiée et donc sur l'indice de peroxyde. Cela est vérifié par le test de *NEWMAN-KEULS* au seuil de 5% qui a regroupé les échantillons dans trois groupes homogènes (A, B, et C) (Annexe 9).

### **II.2.3. Indice d'iode**

L'indice d'iode est le nombre de grammes d'iode fixé sur les doubles liaisons d'une prise d'essai de 100 grammes de matière grasse. Il exprime le degré d'insaturations d'un corps gras et par suite sa prédisposition à l'oxydation (*DJOM, 1993*). Un corps gras est plus sensible à l'oxygène lorsqu'il est constitué d'un nombre élevé de doubles liaisons.

L'huile de marque « LaBelle » 100% soja utilisée dans la présente étude a un indice d'iode de  $17.25 \text{ gI}_2/100 \text{ g d'huile}$  (*tableau IX*). Cette valeur est très faible par rapport à la norme du *Codex Alimentarius* de (1999) qui est établie entre 124-139  $\text{gI}_2/100 \text{ g d'huile}$ .

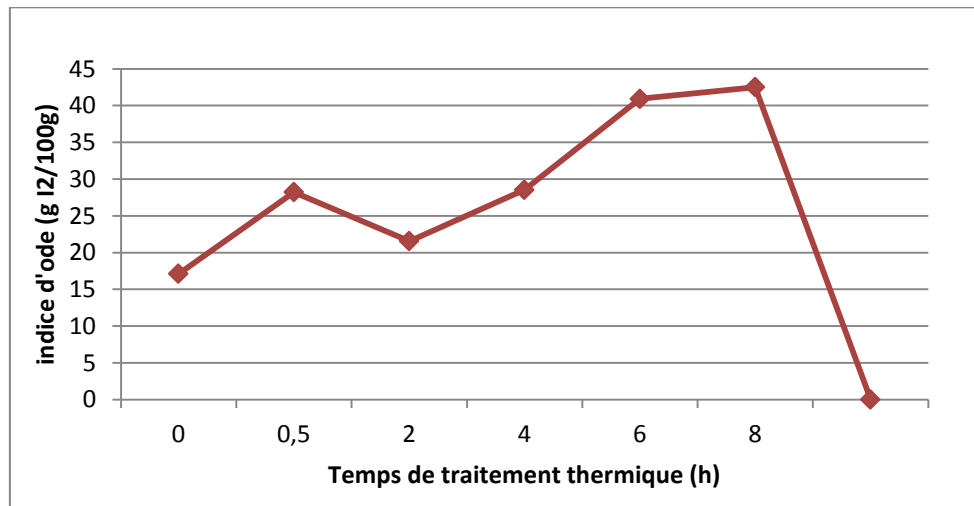
**Tableau IX :** Valeurs de l'indice d'iode des échantillons d'huile « LaBelle »

Temps de traitement thermo-oxydatif (h)	Valeurs de l'indice d'iode ( $\text{gI}_2/100 \text{ g d'huile}$ )
0	17.25
0.5	28.28
2	21.56
4	28.55
6	40.92
8	42.50
Pourcentage d'augmentation	59.41%

*Ces valeurs sont une moyenne de deux répétitions*

L'indice d'iode de cette huile fraîche 100% soja est inférieur à celui des huiles de même marque analysée par *CHAKROUN et MOKRANI(2021)* ; *BOUHDAD et IMERAHENE (2018)* ayant enregistré les valeurs suivantes, 123.55 et  $121.55 \text{ gI}_2/100 \text{ g d'huile}$ . Cette différence est peut être due à la méthode utilisée et les erreurs de manipulation. *BOURIAH et BOUSLENE (2018)* ont noté un indice de  $95.87 \text{ gI}_2/100 \text{ g d'huile}$  « Elio » (coupage de 80% soja et 20% tournesol).

Notre résultat est également inférieur à celui enregistré par *BELMILOUD et BOUDALI (2015)* ayant noté une valeur de  $83.75 \text{gI}_2/100\text{g}$  d'huile « Fleurial » conforme à la norme établie. L'évolution de cet indice durant le traitement thermo-oxydatif est illustrée par la (figure 10)



**Figure 10** : évolution de l'indice d'iode en fonction de temps de chauffage

Pendant le traitement thermo-oxydatif, l'indice d'iode des échantillons d'huile de soja « LaBelle » augmente après 30 minutes de chauffage. Cet indice diminue après 2 heures ; l'indice repart à la hausse après 3 heures de traitement pour atteindre un maximum après 8 heures de chauffage. La cinétique de l'évolution de cet indice obtenue dans la présente est en contradiction avec le mécanisme d'altération des corps gras. Ces derniers subissent une peroxydation vérifiée par l'élévation de l'indice de peroxyde observé dans notre étude, ceci se traduit logiquement par une diminution de la valeur de l'indice de peroxydes dans la mesure où les insaturations des AGPI abondants dans les huiles issues de graines oléagineuses.

L'augmentation de cet indice remarquée dans la présente étude serait due à l'état de validité des produits chimiques utilisés dans les expérimentations.

Dans les travaux antérieurs menés au département sur la même thématique, tous les résultats obtenus ont révélé des diminutions significatives de cet indice durant le chauffage et le traitement thermo-oxydatif des huiles commercialisées. *BOUHDAD et IMRAHENE (2018)* ont enregistré une valeur minimale de  $114.51 \text{gI}_2/100\text{g}$  d'huile « LaBelle » utilisée dans des essais de friture. *LARDJENE et HAF AF (2018)* ont obtenu chute de cet indice pour atteindre un minimum de  $102.15 \text{gI}_2/100\text{g}$  d'huile de marque « Fleurial »

### II.3. Evolution des paramètres physiques

#### II.3.1. Densité

Selon *KARLESKIND (1992)*, la masse volumique est désignée souvent par l'appellation « densité ». La densité d'une huile renseigne sur le groupe systématique auquel elle appartient. La densité d'une huile est influencée par sa composition intrinsèque, la longueur de la chaîne hydrocarbonée ainsi que l'insaturation de ses AG constitutifs.

La densité de l'huile est fonction non seulement de l'insaturation, mais aussi de son état d'oxydation ou de polymérisation. Elle dépend de sa température et sa composition chimique.

La densité des AG et des glycérides diminue au fur et à mesure que leur poids moléculaire diminue et que le degré d'insaturation augmente (*WOLFF, 1968*).

L'huile de la marque « LaBelle » 100% soja utilisée dans la présente étude a un taux de densité de 0.920 (*tableau X*) ; cette valeur est supérieure à la norme du *Codex Alimentarius (1999)* fixée entre 0.909 et 0.916.

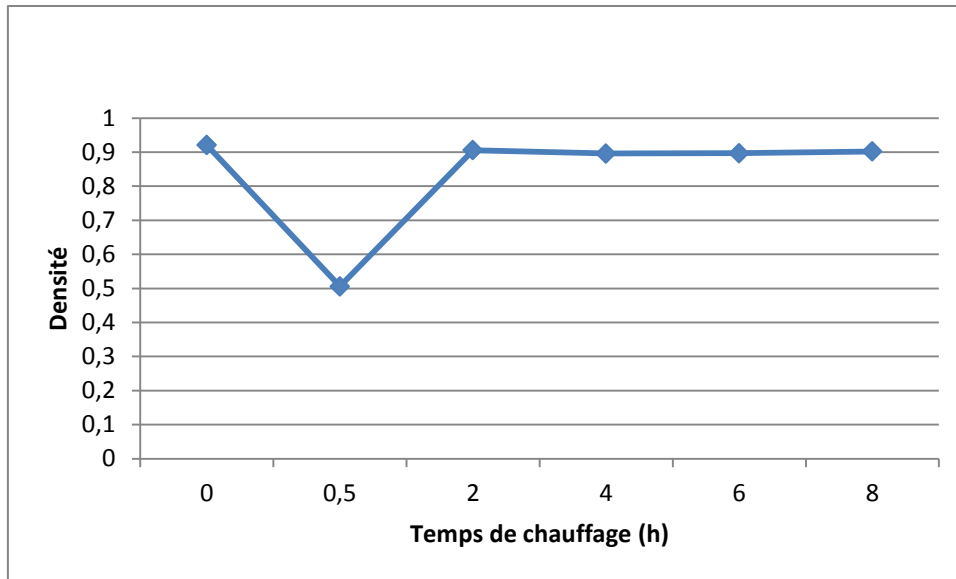
**Tableau X** : Valeurs de la densité des échantillons d'huile « LaBelle »

Temps de traitement thermo-oxydatif (h)	Valeurs de la densité
0	0.920
0.5	0.506
2	0.906
4	0.896
6	0.897
8	0.902
% d'augmentation	2%

*Ces valeurs sont une moyenne de deux répétitions*

La densité de l'huile analysée dans le présent est supérieur à celles des huiles de la même marque analysées par *BOUHDAD et IMRAHENE (2018)* ont enregistré 0.918. Notre résultat est également supérieur à celui noté par *AMEUR et AMARA (2021)* qui est de 0.90 pour l'huile 100% tournesol de marque « Fleurial », inférieur à celui de l'huile de marque « Elio » analysée par *BOURIAH et BOUSLEN (2018)* pour laquelle la densité est de 0.926. Cette différence de densité entre ces différentes huiles testées pourrait être due à la présence d'eau même en très faible quantité et à d'autres composants.

Les résultats de l'évolution de ce critère physique des échantillons prélevés à différents temps sont illustrés par la (*figure 11*).



**Figure 11:** évolution de taux de densité en fonction de temps de friture

Pendant le traitement thermo-oxydatif, la densité des échantillons d'huile 100% soja de la marque « LaBelle » diminue très significativement après 30 minutes de chauffage, puis retrouve la valeur initiale avant le chauffage et se stabilise jusqu'à la fin du traitement thermo-oxydatif.

La diminution de la densité d'une huile serait due à la formation et accumulation des composés primaires d'oxydation de chaînes plus au moins courtes. Elle peut aussi être due à l'augmentation de la teneur en eau qui provoque la formation des AGL de faible poids moléculaire.

Cette cinétique a, également été signalée par; *BOUHDAD et IMRAHENE (2018)* ayant travaillé sur la même marque d'huile pour lesquelles les valeurs notées sont de et 0,916 après la huitième friture et en présence d'aliment; ces résultats sont supérieurs aux notre. Ainsi, la présence lors de friture d'un aliment induit une augmentation du poids de l'huile qui prend une texture visqueuse.

L'augmentation de la densité d'une huile pendant la friture est due à la formation des composés de hauts poids moléculaires lors du processus thermo-oxydatif sous l'effet de la chaleur (température et durée de chauffage), avec formation des ponts de type éther C-O-C et peroxyde C-O-O-C en présence de l'oxygène.

Cette élévation peut être expliquée par le prolongement des réactions d'oxydation en présence de fonction secondaire (alcool, cétones) sur les chaînes hydrocarbonées puis des composés non volatiles se sont formés et insérés sur les chaînes hydrocarbonées de fonction, conduisant à la formation des polymères qui s'accumulent dans le bain de friture qui prend une

texture sirupeuse. Ce phénomène est favorisé dans les bains profonds et à des températures élevées au cours des fritures répétées (KALOGIANNI *et al*, 2011).

Nos résultats sont soumis à une analyse de la variance à un seul facteur qui est la durée du traitement thermo-oxydatif. Il ressort de ce traitement que le facteur « temps » montre un effet très hautement significatif ( $p=0.00025$ ) sur l'huile est donc sur la densité. Cela est vérifié par le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% (Annexe 10).

### **II.3.2. Viscosité**

La viscosité d'une huile est sa résistance à son écoulement. La mesure de la viscosité pourrait être un bon test pour apprécier l'état d'altération des cours des fritures, l'augmentation de la viscosité peut atteindre 20 à 70% de la valeur initiale selon le type d'huile utilisée (PERRIN, 1992).

Lorsque différentes couches de fluide se déplacent à différentes vitesses, des forces visqueuses se produisent, ce qui entraîne alors un ralentissement des couches les plus rapides et une accélération des couches lentes. Ces processus obéissent à des lois physiques ; ils sont définis par des équations où la vitesse de cisaillement et la contrainte de cisaillement jouent un rôle essentiel

La viscosité d'un fluide varie toujours en fonction de sa température. Des mesures de viscosité sont par exemple réalisées pour optimiser la consistance d'une substance pâteuse ou encore pour l'adapter idéalement à la chaîne de la production.

Selon KALUME (2008), la viscosité est la résultante de l'action des forces de frottement entre les différentes couches d'un fluide qui glissent les unes sur les autres ; ces forces de cohésion prennent naissance au niveau moléculaire.

L'huile de soja de marque « LaBelle » utilisée dans la présente étude a une viscosité de 19.87 (tableau XI) ; cette valeur est inférieure à la norme du *Codex Alimentarius* de 1983 avec un taux de viscosité compris entre 51 et 57 centpoise.

**Tableau XI.** Viscosité des échantillons d'huile « LaBelle »

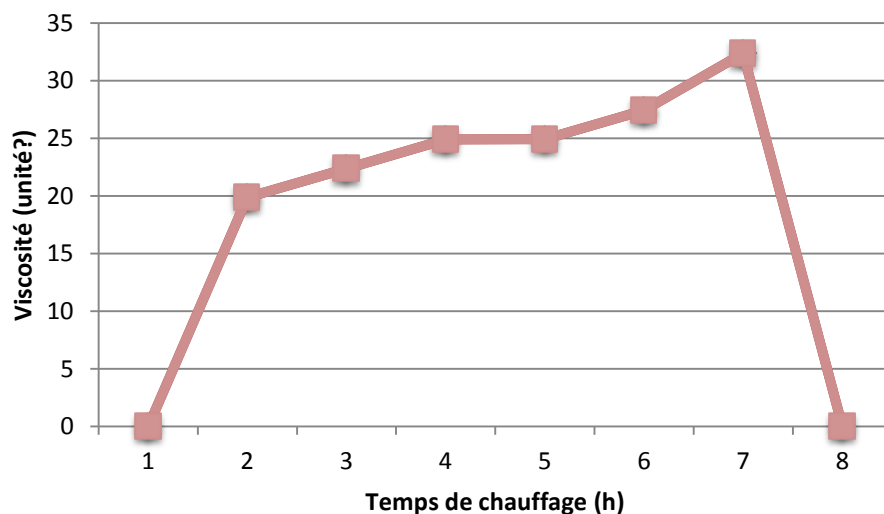
<b>Temps de traitement thermo-oxydatif (h)</b>	<b>Valeurs de la viscosité (centpoise)</b>
0	19.87
0.5	22.37
2	24.84
4	24.93
6	27.42
8	32.38
% d'augmentation	38.63%

*Ces valeurs sont une moyenne de deux répétitions*

La viscosité de l'huile analysée dans la présente est inférieure à celles des huiles de la même marque analysées par *BOUHDAD et IMRAHENE (2018)* ; ayant noté les valeurs suivantes 32.31C. La viscosité de « notre » huile est également inférieure à celles trouvées par *HIMED et MEZIANI (2015)* ; *AMEUR et AMARA(2021)* sur l'huile de tournesol de marque « Fleurial » avec des valeurs respectives de 47 et 30.24 C. Cependant *LARDJENE et HAFAF (2018)* a noté une valeur de 38.04 C sur l'huile de marque « Elio ». Cette différence dans cet indice physique pourrait être liée la méthode expérimentale adopté et aussi aux valeurs intrinsèques des huiles.

Pendant le traitement thermo-oxydatif, la viscosité des échantillons d'huiles de soja de la marque « LaBelle » augmente significativement jusqu'à la fin du traitement appliqué à cette huile ; une viscosité maximale de 32.38 C est obtenue pour l'huile après un temps de 8 heures (*figure 12*).

Cette cinétique a, également été signalée dans les analyses menées par *AMARI et KHELIFA (2017)* ayant noté les valeurs suivantes 54.31C. Cependant, *HIMED et MEZIANI (2015)* et *AMEUR et AMARA(2021)* ayant analysé la viscosité de l'huile « Fleurial » après 8 heures de friture ont noté 47 et 52.38C. Le pourcentage d'augmentation de la viscosité de « notre » huile après 8 heures de traitement est supérieur. En effet, dans la présente, le pourcentage d'augmentation est 38.63% contre des pourcentages de et 2.12 notés par *HIMED et MEZIANI (2015)* pour l'huile de tournesol de marque « Fleurial », ainsi un taux d'augmentation de 27.7% est constaté par *BOUHDAD et IMRAHENE (2018)* pour la même marque « LaBelle » mais en présence d'aliment (friture). Cette différence est due aux temps et la composition des différentes huiles analysées.



**Figure 12:** Evolution de la viscosité de l'huile en fonction du temps de chauffage

L'augmentation de la viscosité des échantillons d'huile prélevés à différents intervalles est due à la formation des composés secondaires non volatils de haut poids moléculaire. Cette polymérisation est plus thermique qu'oxydative dans le cas d'un chauffage mené dans une friteuse électrique fermée (*GERTZ et KOCHAAR, 2001*). Cette augmentation est due à la formation des composés de haut poids moléculaire, appelés polymères ; ceux-ci se forment à partir des radicaux libres ou TG.

L'accumulation de ces produits polymères augmente la viscosité d'huile de friture. La viscosité d'une huile est élevée en raison de la diminution de l'angle de contact liée à la formation de composés polaires et l'attraction entre les longues chaînes hydrocarbonées ; ainsi, la viscosité augmente avec la longueur des chaînes hydrocarbonées des AG de l'huile chauffée. La viscosité (ou frottement interne) des AG et leurs esters est relativement élevée en raison de l'attraction entre les longues chaînes hydrocarbonées.

### **II.3.3. Humidité**

La présence d'humidité signifie présence d'une A $\omega$  importante, ce qui favorise l'hydrolyse des TG et par conséquent la dégradation de l'huile (*BORDIN et al, 2013*). Selon le *Codex Alimentarius* de 1999, l'huile fraîchement raffinée ne doit pas contenir des traces d'eau.

L'humidité est basée sur la détermination du poids de l'huile avant et après séchage à l'étuve ; toute diminution du poids après séchage indique la présence d'humidité.

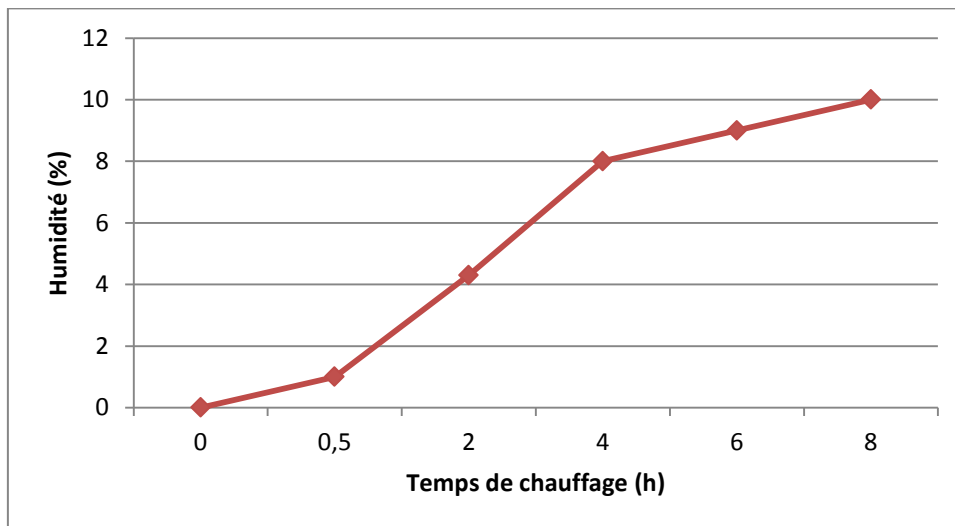
L'huile de la marque « LaBelle » 100% soja utilisée dans la présente étude a un taux d'humidité de 0.005% (*tableau XII*) ; cette valeur est inférieure à la norme du *Codex Alimentarius* 1999.

**Tableau XII :** Valeurs de l'humidité des échantillons d'huile « LaBelle »

<b>Temps de traitement thermo-oxydatif (h)</b>	<b>Valeurs de l'humidité(%)</b>
0	0.005
0.5	1
2	4.3
4	8
6	9
8	10
% d'augmentation	99.95%

*Ces valeurs sont une moyenne de deux répétitions*

L'humidité de cette huile est inférieure à celles des huiles de la même marque analysées par *BOUHDAD et IMRAHENE (2018)* ayant travaillé sur la même marque « LaBelle » avec des valeurs notées de 0.18%. Ce résultat est également inférieur à ceux enregistrés par *AMARA et AMEUR(2021)* ; *HIMED et MEZIANI (2015)* qui ont enregistré des taux de 0.03% et 0.05% pour l'huile 100% tournesol de marque « Fleurial ». *KHELIFA et AMARI (2017)* ; *MOKRANI et CHEKROUNE (2021)* ; *AMEUR et AMARA (2021)* ont noté des valeurs supérieures à la nôtre, soit des taux de 0.05%, 0.5% et 0.03% respectivement. Ces différences sont dues probablement aux conditions de stockage (durée et température) de l'huile chez les vendeurs de gros et de détail et les conditions de traitement thermo-oxydatif tel que la différence de température.



**Figure 13:** Evolution de taux d'humidité en fonction de temps de friture

Pendant le traitement thermo-oxydatif, l'humidité des échantillons d'huile de soja de la marque « LaBelle » augmente significativement jusqu'à la fin du traitement à la 8<sup>ème</sup> heure du chauffage avec un maximum de 10% *figure 13*).

Par ailleurs, *KHELIFA et AMARI (2017)* ; *BOUHDAD et IMRAHENE (2018)* ont noté une augmentation de 0.4% pour la même marque d'huile utilisée en friture de pomme de terre. Cependant, le pourcentage d'augmentation de l'humidité après 8 heures de traitement thermo-oxydatif est supérieur dans notre cas.

En effet, dans la présente, le pourcentage d'augmentation est 99.9% contre des pourcentages de 10.71 donné par *HIMED et MEZIANI (2015)* pour l'huile « Fleurial ». Enfin, une augmentation remarquable de 37.5% est notée par *BOUHDAD et IMRAHENE (2018)* sur

l'huile de soja de la même marque utilisée dans la friture de la pomme de terre, ceci signifie que lors d'un processus de traitement thermique, l'aliment peut augmenter l'humidité de l'huile de bain.

Ces résultats peuvent être expliqués par le déroulement de la réaction d'oxydation produisant des hydro-péroxydes de l'acide linoléique de l'huile de soja, qui donne naissance à des produits terminaux qui sont : l'eau et les composés volatils lorsque les conditions sont favorables, comme le maintien de la friteuse ouverte tout au long de l'expérimentation.

On constate que l'évolution de l'humidité est proportionnelle à la durée du traitement thermo-oxydatif. Une humidification excessive de l'huile pourrait être due à la formation de mono-et di-glycéride et d'acides gras libres, conséquents au déroulement des réactions simultanées d'hydrolyses et d'oxydation.

Nos résultats sont soumis à une analyse de la variance à un facteur qui est la durée du traitement thermo-oxydatif. Il ressort de ce traitement que le facteur « temps » montre un effet hautement significatif ( $p=0.0442$ ) (*Annexe12*) sur l'huile et donc sur l'humidité. Cela est vérifié par le test de *NEWMAN-KEULS* au seuil de 5% regroupant les échantillons d'huiles chauffées dans deux groupes homogènes (A et B) (*Annexe13*).

## **Conclusion**

L'objectif de notre étude est de déterminer l'effet du traitement thermo-oxydatif sur les caractéristiques physico-chimiques de l'huile de soja de marque « LaBelle ». Cette huile raffinée est introduite dans une friteuse ouverte, portée à une température de 170°C pendant 8 heures en continuant.

L'effet du traitement thermo-oxydatif a induit une augmentation de l'acidité de l'huile sans pour autant dépasser la norme établie pour une huile fraîche. Ainsi, un chauffage à 170°C n'induit pas l'acidification de l'huile de la même intensité que lorsque la température est de 180°C comme a été noté dans d'autres travaux.

Cependant, l'indice de peroxydes a augmenté très significativement pour atteindre une valeur nettement supérieure à la norme établie à 10 meq.O<sub>2</sub>/kg d'huile fraîche et 20 meq.O<sub>2</sub>/kg d'huile usagée après utilisation en friture. La diffusion de l'oxygène de l'air ambiant aurait favorisé la peroxydation des acides gras polyinsaturés de l'huile.

Ainsi, les résultats obtenus dans la présente confirment la sensibilité des huiles raffinées aux traitements thermiques élevés à cause de leurs richesses en acides gras polyinsaturés et leur carence en molécules anti-oxydantes éliminées presque entièrement lors du raffinage. Ainsi, l'utilisation de ces huiles en cuisson et dans des fritures notamment doit être contrôlée rigoureusement pour éviter une formation et accumulation excessive des composés néoformés, appelés espèces chimiques nouvelles toxiques. La meilleure utilisation de ces huiles est à l'état cru, comme huiles d'assaisonnement pour tirer profit de leurs acides gras essentiels.

## Références bibliographiques

- ADRIAN J., POTUS J., POIFFAIT A. et DAUVILLE P. (1998).** Introduction à l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaires. Ed : Tec & Doc. Lavoisier, paris. Pp : 49-59.
- ALAIS C., LINDEN G. et MICLO L. (2003).** Biochimie alimentaire. 5<sup>ème</sup> Edition de l'abrégé. Edition : DUNOD, paris. pp : 56-60.
- ANONYME. (2008).** Huile de friture, service de protection de la consommation. Département de l'action sociale et de la santé, Genève.
- ANONYME 2. (2002).** Rôle biologique et nutritionnel des lipides et leur principal constituant
- AJANA H, PERRIN JL, PREVOT A. (1986).** Essais de séparation des phospholipides des huiles végétales par HPLC, Comparaison avec CCM, Revue Française des corps gras, 1.
- AMARA K et AMEUR F, (2021).** Effet du traitement thermo-oxydatif sur la stabilité de l'huile de tournesol. Mémoire de Master. Sécurité alimentaire et assurance qualité. Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, Algérie.
- BORDIN K, KUNITAKE M.T, ARACAVA K, 2013 .** Trindade Changes in food caused by deep fat frying--a review Arch. Latinoam. Nutr., 63 (2013), pp. 5-13.
- BOUHDAD et IMRAHENE (2018).** effet de rapport frites/volume sur la qualité de l'huile « LaBelle » pendant des fritures répétées. Master 2 Agro-alimentaire et contrôle qualité. Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, Algérie.
- BRETON C, MEDAIL F, PINTALE C, BERVILLE A. 2006.** De l'olivier à l'oléastre : origine et domestication de *Olea europaea* L dans le bassin méditerranéen. Cahier agricultures vol.15,n°4,juillet-aout 2006.
- BOURIAH S et BOUSLEN T. (2018).** Impact des conditions de stockage sur les indices physico-chimiques de l'huile végétale « Elio ». Master Agro-alimentaire et contrôle qualité. Mouloud Mammeri. Tizi-Ouzou. Algérie.
- BLAVY P. (2010).** Identification des éléments clefs du métabolisme des lipides et de leurs régulateurs, Thèse de Doctorat, Université Rennes 1.
- BROWN, L. (2005).** The Food Security challenge in an Age of falling water tables and rising temperatures.
- CILLARD P, 1980.** Alpha tocopherol prooxidant effect in aqueous media: increased autoxidation rate of linoleic acid. Am Oil Chem Soc 1980; 57 : 252-5.
- CHENE C. (2002).** les matières grasses. 1<sup>ère</sup> partie. [www.scribd.com/doc/76121235](http://www.scribd.com/doc/76121235). P-P : 1-14.

**CUVELIER, M.-E., et MAILLARD, M.-N. (2012).** Stabilité des huiles alimentaires au cours de leur stockage. *Oléagineux, Corps gras, Lipides*, 19(2):125-132.

**CAVAILLES H., 1938.** L'olivier dans le bassin méditerranéen. In: *Annales de Géographie.*, t. 47, n°270. pp. 617-620)

**COSSUT J., DEFRENNE B., DESMEDT C., FERROUL S., GARNET S., HUMBERI S., ROELSTRAETE L., VANUXEEM M. et VIDAL D. (2002).** Projet réalisé dans le cadre du DESS QUALIMAPA (gestion de la qualité nutritionnelle et marketing des produits alimentaire). Institut Agro-alimentaire de LILLI.

**CHAFTTEL. J-C, (1977).** Introduction a la biochimie et a la technologie des aliments. Edition: Lavoisier, Paris, pp: 252-254.

**CODEX ALIMENTARUS, (1993).** Avant-projet de norme pour les huiles végétales portant un nom scientifique. Compréhension des mécanismes des maladies et potentiel thérapeutiques.

**CLAUDE, L. (2013).** Les lipides – nutrition et santé: Ed Lavoisier. 3.

**DILMI-BOURAS A. (2004).** Biochimie alimentaire. Ed. Office des publications universitaires. 1, place centrale de ben-Aknoun, Alger. 69.

**DJOM J H. (1993).** Suivi de la palmisterie du processus de fabrication de l'huile de palme et contrôle de qualité des produits finis. Mémoire de fin d'étude. ENSIAAAC .Université de Ngaoundéré. 52 P.

**DEMOL J., BAUDOIN J.P. ET LOUANT B.P. (2008).** Amélioration des plantes: application aux principales espèces cultivées en régions tropicales, Ed presse agronomique de Gembloux, la Belgique, p 581.

**EMILIE P, 2008.** Dietary vitamin E associated with plant polyphenols effectively protect from lipoperoxidation in processed meats in the finishing bovine given an n-3 PUFA-rich diet. In the Proceedings of the 54th International Congress of Meat Science and Technology, 10-15th August 2008, Cape Town, South Africa, 3A4, 2008.

**EVARD, (2007).** Procédés d'obtention et compositions nutritionnelles des huiles de tournesol, olive et colza. Responsable du service transformation et valorisation des graines, CETIOM, 11 rue Monge, Parc industriel, 33600 Pessac, France

**EYMAR S. (2003).** Mise en évidence et suivie de l'oxydation des lipides au cours de la conservation et de la transformation de chinchard (*Trachurus trachurus*) : choix des procédés. Thèse de doctorat. Université de Nantes, France.

- FRENOT. M et VIERLING. E. (2001).** Les lipides .In : biochimie des aliments : diététique du sujet bien portant. 2<sup>ème</sup> Ed. France : CRDP d'aquitaine.
- FRANKEL, E.N., WARNER, K. and .MOULTON, K.L. (1998).**Effect of hydrogenation and additives on cooking oil performance of soybean oil.
- FRANKEL, E.N. (2005).** Lipidoxidation *The Oily Press, vol. 10.*Dundee, Scotland.Pp:10.
- FREDOT E. (2006).**Connaissance des aliments; base alimentaire et nutritionnelle de la diététique ; Edition Tec et DOC ; 2<sup>ème</sup> édition ; Lavoisier, Paris.
- GORNAY. J. (2006).** Transformation par voie thermique de triglycérides et d'acides gras. Application à la valorisation chimique des déchets lipidiques. Thèse 2006.
- GRAILLE J. (2003).** Lipides et corps gras alimentaires-Paris : Tec et Doc, pp : 1-35. ISBN 2674306059467
- GENOT C, EYMARD S, VIAU M. (2004).** Comment protéger les acides gras polyinsaturés à longues chaînes oméga 3 (AGPI--LC  $\omega$ 3) vis-à-vis de l'oxydation? Oléagineux, Corps gras, Lipides, 11(2):133-141.
- GUILLAUMIN, P. (1977).** Revue française des corps gras. P211-218.
- GERTZ, C et KOCHAAR S.P, (2001).** A new method to determine oxidative stability of vegetable fats and oils at simulated frying temperature.OCL-OI Corps Gras Li., 8 (1), 82-88 (7 pages).
- HYMOWITZ T et HARLAN J, (1983).** Introduction of the soybean to Illinois. Economic Botany 41:28-32.
- HULTIN J, (1994).** Oxidation of lipids in sea foods. In Sea foods: Chemistry, Processing Technology and Quality. Shahidi, F. &Botta, J.R. (Eds), Blackie Academic & Professional, New York, pp: 49-74.
- HERODEŽ S. S., HADOLIN M., ŠKERGET M. et KNEZ Z. (2003).** Solvent extraction study of antioxidants from Balm (*Melissa officinalis* L.) leaves; Journal of Food Chemistry, Vol. 80(2), pp275–282.
- HIMED S. et MEZIANI K. (2015).** Effet du mode de friture sans couvercle sur laStabilité de l'huile « Fleurial ». Mémoire de master en alimentation humaine et qualité des produits. Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, Algérie.
- HYMOWITZ, T. (2004).** ‘‘Speciation and cytogenetics’’ .In soybean : Improvement, Production, and Use, 3rd ed. Agronomy monograph no.16.pp.97-136.ASA-CSSA-SSSA. Madisson, WI.

- HAMOUCHE, T et SNAT, T. (2014).** Evaluation de la stabilité. L'huile « Elio » au cours des fritures répétées avec incorporation de l'huile fraîche. Université de Mouloud Mammeri. Tizi-Ouzou
- JULIEN TAP. (2005).** Article de Wikipédia encyclopédie libre.
- JUDDE A. (2004).** Prévention de l'oxydation des acides gras dans un produit cosmétique : mécanismes, conséquences, moyens de mesure, quels antioxydants pour quelles applications ; OCL VOL. 11N°6, NOVEMBRE –DECEMBRE, 415-418.
- JOUILLIER M., LONOLSKI M.P. (1969).** Biochimie générale. Tome 3, Ed : MASSON, Paris.
- KARLSKIND.A. (1992).** « Manuel des corps gras » Ed Tec et Doc, Lavoisier. Paris.
- KOSAR, M., DORMAN, H.J.D., HILTUNNER, R. (2005).** An improved on-line HPLC-DPPH method for the screening of free radical scavenging compounds in water extracts of Lamiaceae plants. Chemistry of Natural Compounds, 39, 161-166.
- KHELIFA C et AMARI S, (2017).** Effet du traitement thermique sur la stabilité de trois huiles raffinées : « Elio », « LaBelle » et « Oléor ». Université Mouloud Mammeri.
- KALOGIANNI, a, BEZEGIANNI, S., DIMITRIADIS, a, and PILAVACHI, P.A., (2010).** Effect of potato presence on the degradation of extra virgin olive oil during frying. International Journal of Food Science and Technology 45, 765–775.
- KALUME (2008).** Note de cours de physique générale (mécanique générale), premier diplômé agronomie/Unikin.
- LAMBERT. T (2005).** Les végétaux: 2000 plantes oléagineuses répertoriées. Institut français des huiles végétales. p: 17.
- LECERF, J.M. (2011).** Vegetable oils: Particularities and usefulness. Médecine des maladies Métaboliques, 5(3): 257-262.
- LOUSSERT R et BROUSSE E., (1978).** L'olivier. Ed. Maisonneuve et Larose, Paris. 464 p.
- LABOURET P. (2005).** Les huiles alimentaires. végétal oil : the different advantages of different oils in Health, pp : 1-6.
- MULLON. J. (1982).** Conservation et stockage des graines et produits dérivés-céréales, oléagineux proléagineux, aliments pour animaux. Ed. Lavoisier, Paris, 576 p.
- MASSON O. (2002).** Biochimie : les bases biochimiques de la diététique. Edition : Tec&Doc, Lavoisier, Paris. pp : 81-83.
- MORIN, O., ET PAGES-XATART-PARES, X. (2012).** Huiles et corps gras végétaux: ressources fonctionnelles et intérêt nutritionnel. Oléagineux, Corps gras, Lipides, 19(2):63-75.

- M'BAYE, B. K., DIOP, A., LO, B., BASSENE, E. (2012).** Étude de l'effet de la température sur les huiles alimentaires en Mauritanie: dosage des indices de peroxyde. *Rev. Ivoir. Sci. Technol*, 19:26-33.
- MULTON J.L. (2002).** Industrie des corps gras. In : additifs et auxiliaires de fabrication dans l'industrie agroalimentaire. 3<sup>ème</sup> éd. Paris : Lavoisier, 627p (collection science & techniques agroalimentaires). ISBN 2-7430-0436-3.
- MARTIN A. (2001).** Apports nutritionnels conseillés pour la population française : TEC & DOC. Lavoisier, Paris.
- MARONGIU, B.PIRAS, A.PORCEDDA, S. (2004).** Comparative analysis of the oil and supercritical CO2 extract of *shinusmolle L.* *Flave. Frag.J.*, 19:554-558.
- MOKRANI T et CHEKROUNE F, (2021).** Effet thermo-oxydatif sur les caractéristiques physico chimiques su l'huile « LaBelle » a 180°C. Mémoire de master 2 sécurité alimentaire et assurance qualité. Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, Algérie.
- MENDIL M et SEBAI A., (2006).** Catalogue national des variétés de l'olivier.100P).
- MARTIN. A. (2001).** The « apport nutritionnels conseillés (ANC) » for the french population. *Reproduction nutrition Développement*, EDP sciences, 2007, 41, pp, 119-118.
- MOUHOUCHE. B. (2007).** Manuelle sur la conduite de la culture de sojaG.max L, réalise pour la société Agro Industriel ALGERIE
- NACRE. M. (2003).** Corps gras alimentaires : aspect chimique, biochimie et nutritionnel. In : lipides et corps gras alimentaires. Ed Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp 1-40.
- O'OBRIEN R.D. (2009).** Fat and oils : formulating and processing for applications.3<sup>ème</sup> Edition. CRC press, USA. pp : 43-47.
- PRIOR. E. (2003).** Usage des corps gras alimentaires. In : lipides et corps gras alimentaires. Edition Tec & Doc, Lavoisier, Paris pp. 147-179.
- PERROT E et PARIS R. (1971).** Les plantes médicinales.133p, el Harrach. Alger.
- POISSON J.P., NARCE M. (2003).** Corps gras alimentaires : aspects chimiques, biochimiques et nutritionnels. *Lipides et corps gras alimentaires*. Edition Tec & Doc, Lavoisier, Paris. ISBN : 2-7-430-0594-7. PP : 1-47.
- POUYET. B et OLLIVIER. V. (2014).** Réglementations sur l'étiquetage et la présentation des huiles d'olive. *OCL*, 21(5), D508.
- PINCEMAIL J, (1998).** L'évaluation du stress oxydatif d'un individu: une réalité pour le médecin. *Vaisseaux, Cœur, Poumons*, 4(5).
- PERRIN J.L. (1989).** Altération thermo-oxydative des corps gras. *R. F. C. G*, 3(4), p 119-125.

- PERRIN J.L. (1992).** Evolution des corps gras au cours de leurs utilisations alimentaires. In : KARLSKIND A. « manuel des corps gras ». ED : Tec & Doc, Lavoisier. Paris.
- POKORNY J. (2003).** Problème de stabilité des produits alimentaires liés à la présence des lipides. In : Lipides et corps gras alimentaires. Edition: Tec & Doc, Lavoisier paris. pp:51-74.
- PERRIN J.L. (1989).** Altération thermo-oxydative des corps gras. R. F. C. G, 3(4), p 119-125.
- PERCHRON R, PERLES F, FOGLIETTI M.J. (1992).** Biochimie structurale et métabolique, chromoprotéines, glucides glycoprotéines lipides oxydations biologiques interrelation métaboliques, 3<sup>ème</sup> édition, Masson, paris.
- PRIOR E. (2003).** In lipides et corps gras alimentaires, GRAILLE et al., Ed Tec & Doc. Lavoisier
- RIBEIRO AL, MORAES RS, RIBEIRO JP, FERLIN EL, TORES RM, OLIVIERA E. (2001).** Parasympathic dysautonomia precedes left ventricular systolic dysfunction in chagas disease. Am Heart J 141: 260-265.
- PAGNOL J. (1975).** L'olivier. Ed. Aubbanel, 95p. ) Reconstruction de l'histoire de l'olivier (*Olea europaea subsp. europaea*) et de son processus de domestication en région méditerranéenne étudiés sur des bases moléculaires, thèse Doctorat INRA, Montpellier, 329 p).
- PLATON J. F., (1988).** Raffinage de l'huile de soja. American Soybean Association, 19: 3-30 AMERICAN SOYBEAN ASSOCIATION. Ed, 1988. 30p. / Rohani Binti, M. Z: process design in degumming and bleaching of palm oil. Centre of lipids engineering and applied research, 2006: 9-45 p.
- ROLLAND Y. (2004).** Antioxydants naturels végétaux. O.C.L., 11, pp: 419-424.
- RIBEREAU-GAYON P. (1968).** Les composés phénoliques des végétaux, Gauthier-Villars, Paris.
- RIBEIRO F.P. BRIAN K. AYSAN A. YILU L. (2001).**
- RENE O. et PATRICE J. (1979).** L'équilibre alimentaire : le document de la croix rouge française Paris, Flammarion, 245P.
- SNYDER. H. E et KWON. T. W. (1987).** Soybean Utilization. Van Nostrand Reinhold company INC, NEW-YORK.
- SOHN, J. H., ET OHSHIMA, T. (2010).** Lipid oxidation, odour, and colour of fish flesh. Handbook of Seafood Quality, Safety and Health Applications: 96-108.
- SIMON. C. (1997).** Le jardin des plantes. Ed de Minuit.
- SHAHIDI F, JANITHA P. K, WANASUNDARA P. D. (1992).** Phenolic antioxidants. Critical Reviews in Food Science and Nutrition, 32(1), p: 67-103.

**SOHN. J et OHSHIMA. T, (2010).** Control of Lipid oxidation and meat color deterioration in skipjack tuna muscle during ice Storage

**UZZAN A. (1992).** Olive et huile d'olive. In : Manuel des corps gras. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 221-228.

**WOLF JP. (1968).** Manuel d'Analyse des Corps gras, édition AZOULAY, Paris.

**WOLFF J.P. (1991).** Analyses et dosage des lipides. In : technique d'analyse et de contrôle dans les industries agroalimentaire. MULTON.A. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris.

**YEPEZ B, ESPINOSA M, LOPEZ S. and BOLANOS G., (2002).** Producing antioxidant fractions from herbaceous matrices by supercritical fluid extraction, Fluid Phase Equilibria 194R197, 879R884.

## **Les modes opératoires**

### **Les analyses chimiques**

#### **Annexe 01 : Détermination de l'acidité et indice d'acidité (A.F.N.O.R NF. T 60-204, 1988)**

##### **Appareillages**

- Erlen Meyer
- Burette de 25 ml
- Balance analytique
- Agitateur

##### **Réactifs**

- Alcool éthylique ;
- Solution d'hydroxyde de potassium (KOH) à 0.1 N ;
- Phénolphtaléine.

##### **Mode opératoire**

- Peser 10g d'huile dans un erlen Meyer ;
- Ajouter 50ml d'éthanol à 96% ;
- Agiter énergiquement jusqu'à dissolution du corps gras ;
- Ajouter 0.3ml de phénolphtaléine ;
- Titrer par une solution de KOH à 0.1N jusqu'à l'apparition de la couleur rose persistante pendant 10 secondes. Détermine le volume.

#### **Annexe 02 : Détermination de l'indice de peroxyde (A.F.N.O.R ; NF T60-220,1988)**

##### **Appareillages**

- Fiole conique
- Burette de 25ml
- Balance analytique

### **Réactifs**

- Chloroforme ( $\text{CHCl}_3$ ) ;
- Acide acétique ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) ;
- Solution aqueuse saturée d'iodure de potassium (KI) ;
- Solution aqueuse à 0.01N de thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) ;
- Solution d'empois d'amidon à 1%.

### **Mode opératoire**

- Peser 2g d'huile dans une fiole conique ;
- Ajouter 10ml de chloroforme et 15ml d'acide acétique ;
- Puis 1ml de la solution d'iodure de potassium ;
- Boucher aussitôt la fiole ;
- Agiter pendant 1 minute et laisser à l'abri de lumière pendant 5 minutes ;
- Ajouter 75ml d'eau distillée, et quelques gouttes d'empois d'amidon ;
- Titrer l'iode libéré jusqu'à décoloration complète avec la solution de thiosulfate de sodium à 0.01N. Soit V ce volume ;
- Faire parallèlement un essai à blanc (sans matière grasse). Soit  $V_0$  le volume de thiosulfate de sodium à 0.01N.

### **Annexe 03 : Détermination de l'indice d'iode (A.F.N.O.R NF T60-203, 1990)**

#### **Appareillages**

- Erlen Meyer
- Burette de 50ml
- Eprouvette de 25ml

#### **Réactifs**

- Thiosulfate de sodium à 0.1N ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) ;
- Empois d'amidon ;
- Iode alcoolique (0.2N).

### **Mode opératoire**

- Peser 0.2g d'huile introduite dans un ballon ;
- Ajouter 10ml d'éthanol agiter jusqu'à la dissolution de CG, puis 10ml d'iode alcoolique ; et 30ml d'eau distillée ;
- Fermer le bouchon, agiter énergiquement pendant 5 mn ;
- Titrer l'iode libéré par la solution de thiosulfate de sodium ( $N_2S_2O_3$ ) à 0.1N jusqu'à l'apparition de la coloration jaune ;
- Ajouter 1ml de solution d'amidon à 1% pour avoir une coloration bleu foncée ;
- Poursuivre le titrage avec la solution de thiosulfate de sodium jusqu'à la disparition de la couleur bleu ;
- Noter le volume de titrage ;
- Effectuer un essai à blanc, au même temps et dans les mêmes conditions (sans matière grasse).

### **Les analyses physiques**

#### **Annexe 04 : Détermination de la densité**

##### **Appareillages**

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

##### **Mode opératoire**

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

## **Annexe 05 : Détermination de la viscosité**

### **Appareillages**

- Viscosimètre à bille Chronomètre.

### **Mode opératoire**

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

## **Annexe 06 : Détermination de l'humidité**

### **Appareillages**

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

### **Mode opératoire**

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

**Annexe 07: Résultats de l'ANOVA pour le paramètre de l'acidité**

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,609	11	0,055				
VAR.FACTEUR 1	0,265	5	0,053	0,928	0,52324		
VAR.RESIDUELLE 1	0,343	6	0,057			0,239	28,55%

**Annexe 08 : Résultats de l'ANOVA de la variable d'indice de peroxyde**

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	648,729	11	58,975				
VAR.FACTEUR 1	625,354	5	125,071	32,104	0,00057		
VAR.RESIDUELLE 1	23,375	6	3,896			1,974	17,10%

**Annexe 09 : Résultats de l'ANOVA des groupes homogène de paramètre d'indice de peroxyde**

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES		
6.0	T8H	24,75	A		
4.0	T4H	14		B	
5.0	T6H	14		B	
3.0	T2H	8,5		B	C
2.0	T30	5,25			C
1.0	T0	2,75			C

**Annexe 10 : Résultat de l'ANOVA pour le paramètre d'indice d'iode**

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	1860,658	11	169,151				
VAR.FACTEUR 1	1035,134	5	207,027	1,505	0,3139		
VAR.RESIDUELLE1	825,524	6	137,587			11,73	39,34%

**Annexe 11: Résultat de l'ANOVA du paramètre de la densité.**

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,609	11	0,055				
VAR.FACTEUR 1	0,265	5	0,053	0,928	0,52324		
VAR.RESIDUELLE1	0,343	6	0,057			0,239	28,55%

**Annexe 12: Résultats de l'ANOVA pour le paramètre d'humidité.**

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	231,347	11	21,032				
VAR.FACTEUR 1	112,187	5	22,437	5,46	0,04427		
VAR.FACTEUR 2	98,613	1	98,613	23,997	0,00507		
VAR.RESIDUELLE 1	20,547	5	4,109			2,027	31,84%

**Annexe 13 : Résultat de l'ANOVA des groupes homogènes du paramètre d'humidité.**

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
6.0	T8H	10	A	
5.0	T6H	9	A	B
4.0	T4H	8	A	B
1.0	T0	5,9	A	B
3.0	T2H	4,3	A	B
2.0	T30	1		B

## **Résumé**

L'objectif de cette étude est de suivre l'évolution des critères physiques et chimiques indicateurs de la qualité d'une huile soumise à un traitement thermo-oxydatif. L'huile raffinée de soja de la marque « LaBelle » est chauffée dans une friteuse électrique maintenue ouverte à une température de 170°C pendant 8 heures en continue. Cette huile est utilisée dans la cuisson et les fritures notamment.

Il ressort des résultats une altération oxydative avancée de l'huile probablement à cause de l'action combinée de la chaleur et de la diffusion de l'oxygène de l'air ambiant dans le bain d'huile. En effet, l'indice de peroxyde a atteint une valeur de 24,75 meq.d'O<sub>2</sub>/kg d'huile chauffée pendant 8 heures, tandis que l'acidité de l'huile est maintenue presque à la même valeur de l'huile de départ. Ainsi, dans les conditions expérimentations retenues dans cette étude, le processus d'oxydation prime sur le processus d'hydrolyse.

**Mots clés :** Huile de soja raffinée, traitement thermo-oxydatif, altération.

## **Abstract**

The objective of this study is to follow the evolution of physical and chemical criteria Indicators of the quality of oil subjected to a thermo-oxidative treatment. Refined soybean oil. Soybean oil of the "LaBelle" brand is heated in an electric fryer kept open at a temperature of 170°C for 8 hours continuously. This oil is used in cooking and frying

The results show an advanced oxidative alteration of the oil probably due to the combined action of heat and diffusion of oxygen from the ambient air in the oil bath. In fact, the peroxide value reached 24.75 meq. O<sub>2</sub> /kg of oil heated for 8 hours, while the acidity of the oil is maintained almost at the same value of the value of the starting oil. Thus, under the experimental conditions used in this study, the oxidation process study, takes precedence over the hydrolysis process.

**Key words:** Refined soybean oil, thermo-oxidative treatment, alteration.