

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université M'hamed Bougara Bumerdes

Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de Master

Département : Génie des procédés

Filière : Génie alimentaire

Option : Génie alimentaire

THEME : Evaluation des paramètres physico-chimique des huiles de friture

Présenté par : Bentarzi Lydia
Messaoudi Hayet

Soutenu le **20/07/2018-2019**

Jury :

Présidente: Bandou
Examineur: Smaili
Promoteur: Aksas
Co-Promotrice : Larid

UMBB
UMBB
UMBB
UMBB



Dédicace :

*Arrivé au terme de mes études par la grâce de DIEU,
J'ai le grand plaisir de dédier ce modeste travail aux personnes
Qui me sont les plus chères :*

*Ma très chère maman Fatima à qui je dois tous mes
Succès et que je ne remercierai jamais assez ainsi qu'à
Mon père Ahcen,*

*Ma chère grand-mère maternelle Yamina que dieu nous
la garde,*

Mes frères : Islam, Wassim

Toute la famille Bentarzi et Belakrouf

A mon binôme Hayet et sa famille

Toute mes amies, en particulier :

*Nadia, Samra, Katia, Lila, Imane, Amina, Hanene,
Fatma, Widad, Thoraya, Ibtissem, Manel, Sara, Houda*

A toute la promotion Génie Alimentaire 2018-2019

A tout ceux que j'aime et je respecte.

Lydia



Dédicace :

Grâce à ALLAH, le Tout-Puissant

Je dédie ce modeste travail :

Aux deux êtres qui me sont les plus chers au monde mon père

Et ma mère à qui je

dois le mérite d'être arrivée là, qu'ils trouvent

Ici l'expression de ma profonde

Gratitude et mon affection.

A mes très chers Frères:

Mohamed, Djamaï, Nourdine, Samir et sa femme

Et Djamila et leurs fils Adam

A mes très chères soeurs :

Aldjia, Zahia et son mari ,et leurs fils Mohamed Amine

Ainsi qu'à Djamila et son mari Omar et

leurs enfants

A mes très chères amies :Wahiba Hamdoun et Wassila,Dalia et Samra

A toutes la promotion de Génie Alimentaire 2018/2019

A mon chef département M Akças

Tous mes oncles et tantes et leurs enfants



Remerciements

Avant tout, nous remercions le bon dieu tout puissant de nous avoir donné la santé, la volonté, la patience

Nous présentons tous nos remerciement à notre co-promotrice Mme Larid Roza , d'avoir accepté de nous encadrer, pour toute son aide sa disponibilité, son suivie et sa confiance.

Nous tenons également à remercier M Aksas Hammouche notre promoteur chef de département de génie des procédés à l'UMBB de nous avoir fait l'honneur d'accepter de présider notre jury.

Nous tenons à remercier Mr. Bournisa chef de laboratoire, de nous avoir guidé durant notre stage pratique avec ses compétences et qui nous a donné un sens de travail toujours bien fait et les connaissances.

Nous tenons à remercier tous les responsables de l'entreprise (CRD) Boumerdes de nous avoir accepté de réaliser quelques analyses au niveau de leur laboratoire.

Nous ne manquerons pas de remercier tous les enseignants du département génie des procédés du faculté des sciences del' ingénieurs de Boumerdes et de nous avoir partagé leur savoir et leur expérience.

Nous remerciments vont aussi à tous ceux qui nous ont aidé et contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail

Lydia et Hayat



Liste des abréviations :

Ac : absorbance de contrôle

AGI : acide gras insaturé.

AGMI : acides gras mono-insaturés.

AGPI : acide gras polyinsaturé.

AGS : acide gras saturé

DO :densité optique

D20 :densité relative

E :Elio

F :Fleurial

IA : indice d'acide

Ie :indice d'ester

IP : indice de peroxyde.

IS : indice de saponification

DPPH :diphényl de pycriil Hydrazil

Sommaire :

Dédicace

Remerciement

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction :1

Synthèse bibliographique

I. Les corps gras :4

I.2. Composition des corps gras : 4

I.3. Différentes familles des acides gras : 5

II.2- Classification des huiles végétales : 7

II.3. Différentes huiles de consommation humaine7

II.4. Les huiles alimentaires : 7

II.5. Composition chimique des huiles végétales : 8

II.6. Production des huiles alimentaires 9

II.7. Huile de soja : 10

II.7.1 . Plante de soja :10

III .2.Définition : 13

III .3-Points critiques : 13

III.3 .2. La pomme de terre : 14

III.3.3-Cuisson : 14

III.4-Traitements post-friture (refroidissement) :15

IV - Dégradation des huiles de friture 15

IV .1- Réactions de dégradation des huiles de friture : 16

1-L'auto-oxydation : 17

1-1- Initiation17

1-2- Propagation18

1-3- Terminaison.....18

2-Photo-oxydation : 18

3- Oxydation enzymatique : 19

IV .1-3-Réactions d'hydrolyse	19
VI- Dangers des huiles de friture sur la santé et sur l'environnement	21

Partie expérimentale

I. Introduction :	24
II. Objectifs du travail :	24
2) Produits chimiques et réactifs :.....	24
VI. Détermination des caractéristiques physico-chimiques des huiles étudiées :	26
A. Caractéristiques physiques :	26
1. La densité relative :	26
2. Indice de réfraction :	27
3. Caractéristiques chimiques :	28
1. Indice d'acide	28
2. Indice de saponification :	29
3. Indice de peroxyde :	30
4. Indice d'ester :	31
6. Activité anti oxydante :	31

Résultats et discussion

I. Caractérisation physico-chimique des huiles avant friture :	34
II. Caractéristiques organoleptiques des deux huiles :	35
1. L'indice de réfraction :	35
2. La viscosité :	36
4. Indice de peroxyde :	38
6. Résultats d'analyses par spectroscopie infrarouge :	40
7. Activité antioxydante :	47
Conclusion	48

Liste des figures :

Figure N°1 :Exemple d'une molécule de graisse (Morin et Pages-Xatart-Pares, 2012).....	5
Figure N°2 : Composition panoramique des corps gras et importance relative des principales classes de composés. (Morin et Pages-Xatart-Pares, 2012)	6
Figure N°3: Classement de quelques huiles végétales par catégorie d'acides gras (saturés, mono insaturés polyinsaturés linoléique et alpha-linoléique) (Morin et Pages-Xatart-Pares, 2012)....	6
Figure N°5:la plante de soja © Jacques B. Boislève 2010 – <u>www.sante-vivante</u>	10
Figure N°6:composition de la graine de soja.....	10
Figure N°7 : Le tournesol (KARTIKA ,2005).....	12
Figure N°8 : réaction de transformation des huiles vierges lors de la friture (Kartika.2005) ...	16
Figure N°9 : les huiles de commerce étudiées (Fleurial et Elio)	25
Figure N°10 : huile de friture Fleurial.....	26
Figure N°11: Réfractomètre (Abde 1T/4T)	28
Figure N°12 : Evolution de l'indice de réfraction au cours de friture.....	35
Figure N°13 :Evolution de la viscosité au cours de friture	36
Figure N°14 : Evolution de la densité relative au cours de friture.....	37
Figure N°15 : Evolution de l'indice de peroxyde au cours de friture.....	38
Figure N°16:Evolution de l'indice d'acide au cours de friture.....	39
Figure N°17 : spectre Infra rouge d'huile Fleurial au cours de friture(F0,F6,F12)	40
FigureN°18:spectre Infra rouge d'huile Elio au cours de friture(F0,F6,F12).....	44
Figure N°19:Evolution de l'activité anti oxydante des deux huiles.....	47

Liste des tableaux :

Tableau N° 1: Composition en acides gras de quelques huiles végétales	8
Tableau N°2 : Les différentes compositions des huiles alimentaire fabriquées en Algérie.....	9
Tableau N°3 : Composition de l'huile de soja en acides gras	11
Tableau N° 4 : Composition de l'huile de tournesol en acide gras.....	13
Tableau N°5 : les produits chimiques utilisés.....	25
Tableau N°6 : Caractérisation physico-chimique des huiles avant friture.....	34
Tableau N°7: Caractéristiques organoleptiques des deux huiles.....	35

ملخص :

وقد لوحظت جهود كثيرة في السنوات الأخيرة في قطاع الأغذية الزراعية.
تركز دراستنا على اثنين من زيوت الطعام التي يتم تسويقها في الجزائر.

الهدف من ذلك هو تقييم تأثير القلي على اثنين من الزيوت (إيليو و فلو) (ريال من خلال مراقبة الخصائص الفيزيائية (الكثافة واللزوجة ومؤشر الانكسار) والكيميائية (رقم الحمض ، مؤشر الشوائب، مؤشر بيروكسيد). ، رقم اليود ، رقم استر ، الأشعة فوق البنفسجية والأشعة تحت الحمراء والغاز اللوني)

تتيح النتائج التي تم الحصول عليها استنتاج أن زيت فلوريال يفي بمعايير Codex Ali mentarius ، باستثناء زيت إيليو الذي يتجاوز قليلاً المعيار لمؤشر بيروكسيد المعلمة والذي يساوي 22.34 ملي ملي O2 / كغم من النفط.

زيوت الطعام التي تتعرض لدرجات حرارة عالية تعاني من أضرار. الجودة هي الجانب الأكثر أهمية التي تعتمد عليها الخصائص الفيزيائية والكيميائية.

التحليل النوعي للزيوت إيليو و فلوريال بعد 12 دورة من القلي ، يدل على ذلك تتحلل مكوناتها عن طريق تكوين مركبات جديدة ، ونتائج حالة الأكسدة ، وارتفاع الحمض حتى العينات ومعدل الشوائب على التوالي ، والاختلاف في الكل المؤشرات المحددة أثناء القلي.

الكلمات المفتاحية: زيوت الطعام ، القلي ، المؤشرات الفيزيائية والكيميائية.

Résumé :

De nombreux efforts sont observés ces dernières années dans le domaine agroalimentaire.

Notre étude porte sur deux huiles alimentaires commercialisées en Algérie.

L'objectif étant d'évaluer l'impact de la friture sur les deux huiles Elio et Fleurial par le suivi des paramètres physiques (densité, viscosité et indice de réfraction) et chimiques (indice d'acide, indice de saponification, indice de peroxyde, indice d'iode, indice d'ester, ultra violet, infra rouge et chromatographie a phase gazeuse)

Les résultats obtenus ont permis de déduire que l'huile Fleurial répondent à la norme du Codex Aliment Arius, à l'exception, de l'huile Elio qui dépasse légèrement la norme pour le paramètre indice de peroxyde et qui est égale à 22.34 milli équivalent d'O2/ Kg d'huile.

Les huiles alimentaires soumises à de fortes températures subissent des dégradations. La qualité est l'aspect le plus important dont dépendent leurs caractéristiques physico-chimiques.

L'analyse qualitative des deux huiles Elio et Fleurial après 12 cycles de friture, montre que Leurs composants se dégradent en formant de nouveaux composés, résultats de l'état d'oxydation, de l'élévation de l'acidité allant jusqu'à et respectivement pour les deux échantillons et du taux d'impuretés ainsi que la variation de tous les indices déterminés au cours de la friture.

Mots clés : huiles alimentaires, la friture , indices physico-chimiques

Abstract:

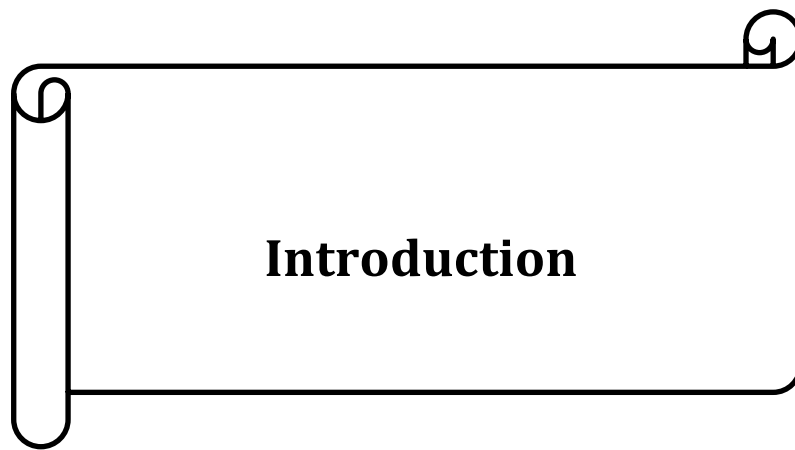
Many efforts have been observed in recent years in the agri-food sector. Our study focuses on two edible oils marketed in Algeria.

The objective is to evaluate the impact of frying on the two oils Elio and Fleurial by monitoring the physical parameters (density, viscosity and refractive index) and chemical (acid number, saponification index, peroxide index), iodine number, ester number, ultra violet, infrared and gas chromatography) The results obtained allow to deduce that the Fleurial oil meet the Codex Alimentarius standard, with the exception of Elio oil which slightly exceeds the standard for the parameter peroxide index and which is equal to 22.34 milli equivalent d O₂ / kg of oil.

Food oils subjected to high temperatures suffer damage. Quality is the most important aspect on which their physico-chemical characteristics depend. The qualitative analysis of the two oils Elio and Fleurial after 12 cycles of frying, shows that Their components degrade by forming new compounds, oxidation state results, acid rise up to and for both samples and impurity rate respectively, and the variation of all indices determined during frying.

Key words: edible oils, frying, physicochemical indices





Introduction :

Les huiles végétales jouent un rôle essentiel dans notre alimentation. Elles assurent tout d'abord une fonction nutritionnelle : elles contribuent à l'apport d'énergie, elles sont source d'acides gras indispensables, en particulier d'acide linoléique, et d'acide alpha linoléique.

Elles contribuent à la qualité organoleptique des produits, leur apportant une texture onctueuse, crémeuse, fondante, un aspect brillant et une saveur spécifique. Enfin, elles assurent des fonctions technologiques, en particulier comme moyens de transfert de chaleur en cuisson (exemple des huiles de friture), agents d'enrobage et de démoulage ou comme supports d'arômes et de colorants lipophiles (**Cuvelier et Maillard, 2002**).

La friture est l'un des plus anciens procédés d'élaboration des aliments. Elle peut être réalisée à la poêle en présence de peu de matières grasses (friture plate) ou dans un grand volume d'huile ou de matière grasse (friture profonde). Aujourd'hui, le procédé de friture absorbe la majorité des huiles alimentaires produites dans le monde et des produits frits sont consommés sur tous les continents. Ces dernières décennies, l'évolution de nos modes de vie (éloignement du lieu de travail, restauration hors du foyer, alimentation déstructurée...) a contribué à la diversification des produits frits tant dans la restauration collective ou rapide que dans l'industrie agroalimentaire (**Gornay, 2006**).

Au cours de la friture, non seulement la vapeur d'eau, mais aussi d'autres composés peuvent migrer de l'aliment à frire vers la matière grasse, à haute température de cuisson conduisant à une dégradation de l'huile de friture (**Mellema, 2003**). L'huile de friture ainsi produite dégrade des composés volatils et non volatils. La plupart de ces composés volatils s'évaporent dans l'atmosphère de vapeur d'eau et les composés non volatils qui restent dans l'huile peuvent subir d'autres réactions chimiques ou ils seront absorbés dans les aliments frits.

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

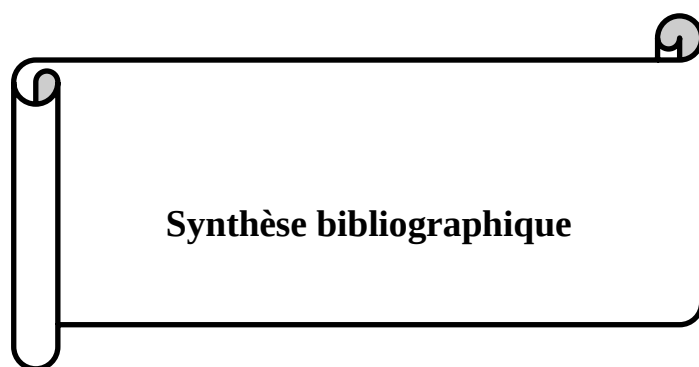
Cette étude repose sur la détermination de quelques caractéristiques physico-chimiques de deux huiles alimentaires Elio et Fleurial, ainsi que l'évolution de ces mêmes caractéristiques après plusieurs fritures (12 cycles) .

Dans cette optique ,ce présent travail est structuré comme suit :

Une première partie : Synthèse bibliographique dans laquelle nous rapportons des généralités sur les corps gras, sur les huiles végétales, la friture, les réactions de dégradation et d'altérations des huiles.

Une deuxième partie expérimentale où nous décrivons en premier lieu les modes opératoires réalisés pour la détermination des caractéristiques physico-chimiques des huiles et en deuxième lieu ,nous discuterons les résultats obtenus.

Nous terminons par une conclusion générale et perspectives



Synthèse bibliographique

I. Les corps gras :

I.1. Généralités :

Les corps gras, 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 corps gras alimentaires comprennent les huiles et les graisses d'origine végétale ou animale, les beurres et les margarines. **(GORNAY, 2006).**

Les huiles sont différenciées des graisses par leur point de fusion. Les huiles sont des corps gras liquides à la température de 15°C, tandis que les graisses sont plus ou moins solides à cette température (on dit aussi « concrètes »).

I.2. Composition des corps gras :

Un corps gras (huile ou graisse) est composé d'une grande variété de constituants, que la figure I présente de façon panoramique ; les triglycérides : sont très largement majoritaires (95-99 %) : ils sont composés de glycérol (3-5 %) et d'acides gras (90-95 %).

D'autres constituants sont naturellement présents en plus faible quantité : des lipides à caractère polaire tels que les phospholipides (0,1-0,2 %) et des composés dits insaponifiables appartenant à une fraction non glycéridique (0,1 à 3 %) principalement, représentés par les stéroïls et les tocophérols tocotriénols mais contenant également des caroténoïdes, des alcools terpéniques, du squalène, des composés phénoliques. **(Morin et Pages-Xatart-Pares, 2012).**

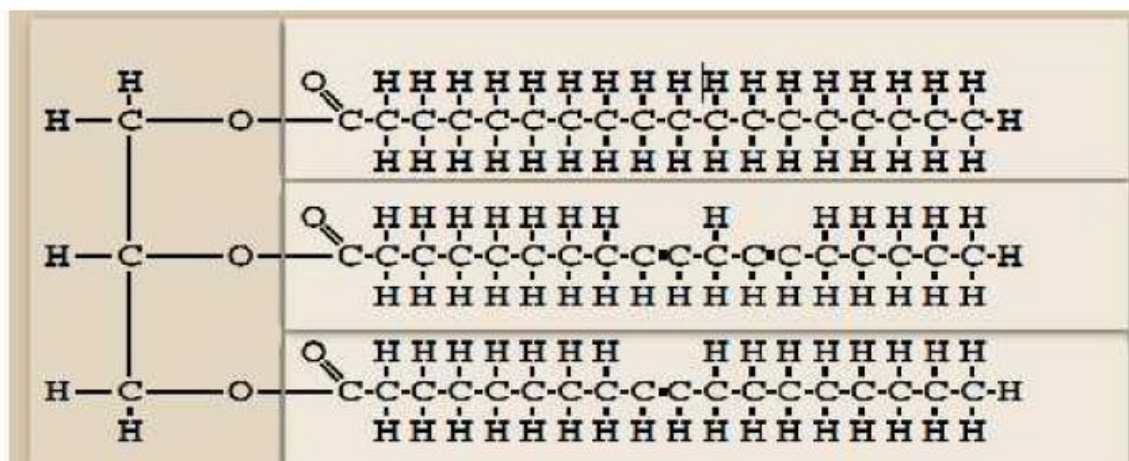


Figure N°1 :Exemple d'une molécule de graisse (Morin et Pages-Xatart-Pares, 2012)

I.3. Différentes familles des acides gras :

Les huiles par leur composition en acides gras se répartissent en différentes familles.

Selon les critères de caractérisation de ces familles, il existe quatre principales :

*** Famille oléique :**

Cet acide gras, principal représentant des acides gras mono-insaturés (AGMI), est majoritaire dans l'huile d'olive, d'arachide, de noisette, les variétés de tournesol et de colza riches en acide oléique et l'huile de colza elle-même (**OCL VOL 19 N8 2 mars-avril 2012**).

*** Famille linoléique :**

Cet acide gras (C18:2 oméga-6) acide gras polyinsaturé (AGPI), est majoritaire : huiles de soja, de tournesol, de germe de maïs et de pépins de raisin (**OCL VOL 19 N8 2 mars-avril 2012**).

*** Famille α -linoléique :**

Cet acide gras (C18:3 oméga-3/AGPI) est présent en quantité significative : huiles de colza, de soja, de noix et de lin ou cet acide gras est majoritaire (**OCL VOL 19 N8 2 mars-avril 2012**).

*** Famille des corps gras riches en acides gras saturés (AGS) :**

Leurs principaux représentants (C12:0, C16:0, C18:0) présents en quantité moyenne à forte : les huiles de palme, les huiles de palmiste et de coprah riches en acide laurique (C12:0), le beurre de cacao et pour comparaison la matière grasse de beurre (**OCL VOL 19 N8 mars-avril 2012**).

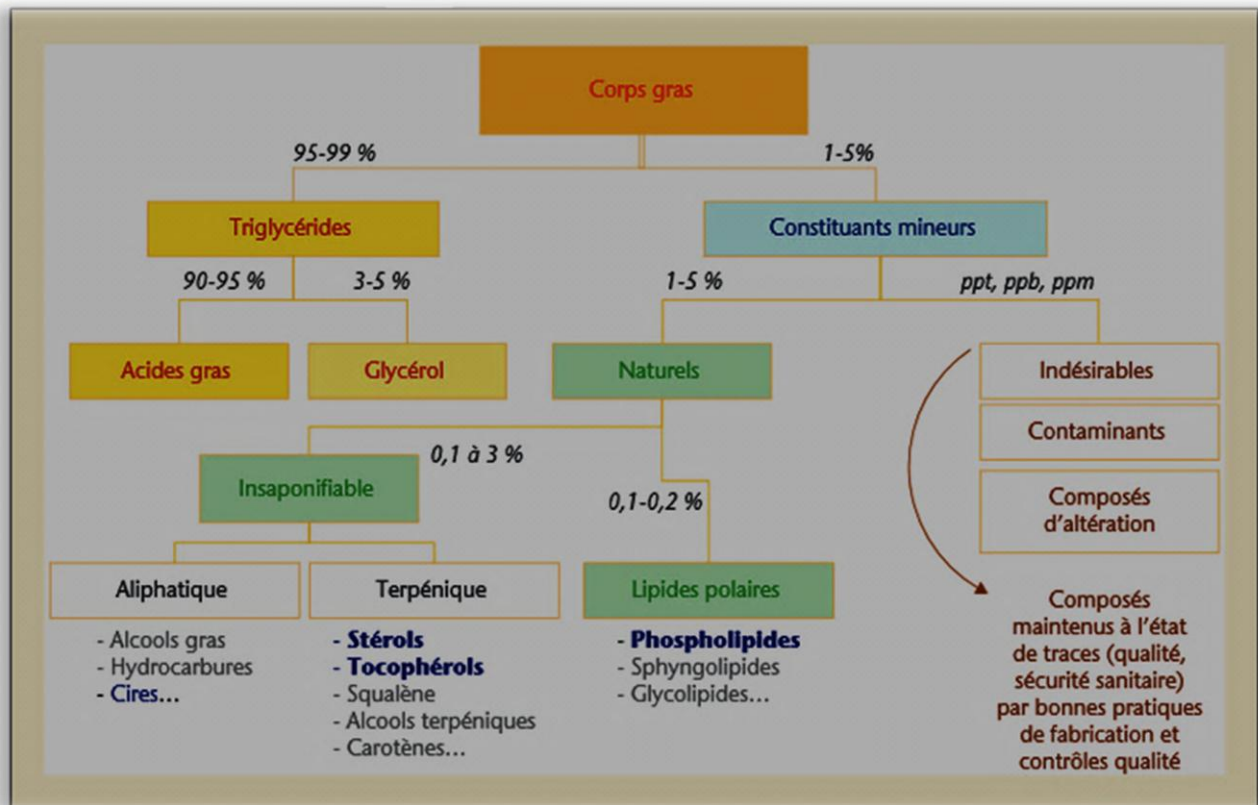


Figure N°2 : Composition panoramique des corps gras et importance relative des principales classes de composés. (Morin et Pages-Xatart-Pares, 2012)

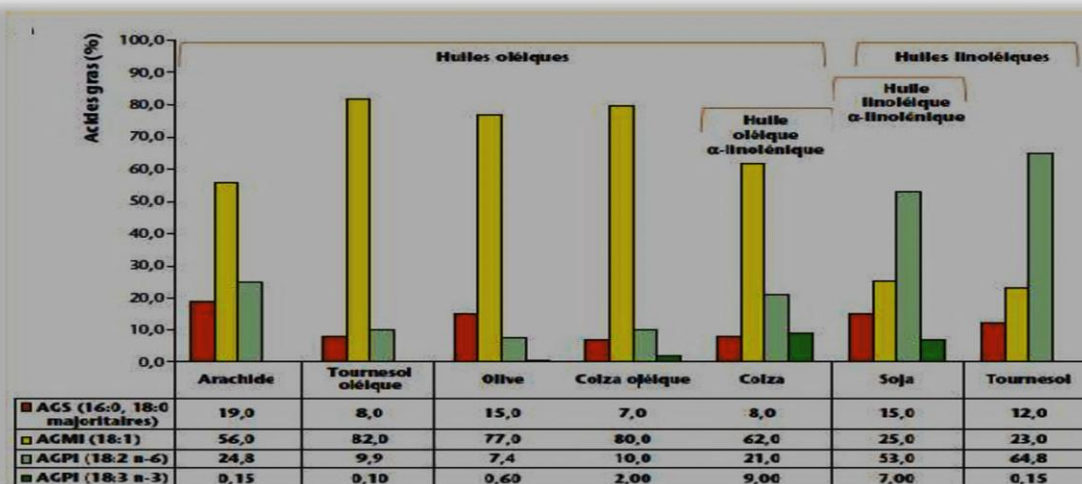


Figure N°3: Classement de quelques huiles végétales par catégorie d'acides gras (saturés, mono insaturés polyinsaturés linoléique et alpha-linoléique) (Morin et Pages-Xatart-Pares, 2012).

II. Les huiles végétales :

II.1. Définition :

Une huile est une substance organique insoluble dans l'eau; elle est formée essentiellement de TG, c'est-à-dire d'ester des AG (**KARLESKIND, 1992**). On les différencie généralement par leur point de fusion; les huiles sont liquides à 15°C, tandis que les MG sont plus ou moins solides à cette température (**LECERF, 2011**). Les huiles raffinées sont destinées à l'assaisonnement ou à la friture. Ces huiles sont d'origine végétale ; elles sont extraites, soit de fruits (olive, cornouille et noix), de graines oléagineuses (arachide, soja, tournesol, colza, sésame et coton) et de racines (souchet: rhizomes de plantes aquatiques comestibles)(**APFELBAUM, 2004**).

II.2- Classification des huiles végétales :

***Les huiles saturées :** dans lesquelles on trouve les huiles de Coprah, de Palme et de Palmiste.

***Les huiles semi-siccatives :** les plus nombreuses avec l'huile d'olive, d'arachide, de colza, moyennement visqueuses et les huiles de tournesol, soja, maïs, coton, carthame, plus fluides.

***les huiles siccatives :** comprenant les chaînes carbonées les plus longues telles que l'huile de lin et les huiles de poisson qui s'avèrent, à l'expérimentation, difficiles à assurer une combustion correcte dans moteur (**J LAMBERT, 10/12/05**).

II.3. Différentes huiles de consommation humaine :

***Les huiles végétales comestibles :** sont des denrées alimentaires qui se composent essentiellement de glycérides d'acides gras exclusivement d'origine végétale. Elles peuvent contenir en faible quantité d'autres lipides comme les phosphatides, des constituants insaponifiables et les acides gras libres naturellement présents dans la graisse ou l'huile.

***Les huiles vierges:** sont obtenues exclusivement au moyen des procédés mécaniques notamment des traitements thermiques. Elles peuvent être purifiées uniquement par lavage à l'eau, décantation, filtration et centrifugation.

***Les huiles pressées à froid :** sont obtenues, sans modification de l'huile, exclusivement par des procédés, mécanique, sans utilisation de procédés thermique. Elles peuvent avoir été purifiées uniquement par lavage à l'eau, décantation, filtration et centrifugation (**Codex aliment Arius. 1993**).

II.4. Les huiles alimentaires :

Les huiles et les graisses alimentaires sont préparées à partir de graines ou de fruits oléagineux, germes ou pépins de production végétale diverse et de tissus adipeux d'animaux terrestres ou marins.

On différencie généralement les huiles des graisses par leur point de fusion. Les huiles sont des corps gras liquides à la température de 15°C alors que les graisses sont plus ou moins solides à cette température, dans la catégorie des huiles, nous trouvons principalement l'huile d'olive, de noix, d'arachide, de tournesol, de soja, de colza, des germes de blé, de maïs et des pépins de raisin (M.NJUSSA, 1999).

Les huiles et les graisses alimentaires sont subdivisées en plusieurs classes :

* **Huiles végétales fluides** : huile d'arachide, de colza, de germes de maïs, de tournesol, de soja et d'olive (M.NUISSA, 1999).

* **Huiles végétales concrètes (graisses)** : coprah (provenant de la noix de coco), huile de Palme (M.NUISSA, 1999).

* **Huiles et graisses d'origine animale**: (animaux terrestres) : saindoux (graisse de porc), suif (graisse de bœuf ou de mouton), huile de cheval et graisse d'oie (M.NUISSA, 1999).

II.5. Composition chimique des huiles végétales :

La composition en acide gras de quelques huiles végétales est illustrée dans le tableau I.1 ci-dessous .

Le Tableau N° 1: Composition en acides gras de quelques huiles végétales (Harwoore J. et al, 2000)

Acides Gras		Hulle d'olive	Hulle colza	Hulle soja	Hulle maïs	Hulle tournesol	Hulle coton
Acide myristique	C14:0	≤ 0,05	0,1-0,2	0-0,1	0-0,3	0-0,1	0,6-1
Acide palmitique	C16 :0	7,5-20,0	3,0-5,0	8-13	9,1-16,8	5,5-7,7	21-26,8
Acide palmitoléique	C16 :1	0,3-3,5	0,2-0,6	0-0,2	0-0,3	0-0,3	0-1,3
Acide heptadécanoïque	C17 :0	≤ 0,3	-	-	-	-	-
Acide heptadécénoïque	C17 :1	≤ 0,3	-	-	-	-	-
Acide stéarique	C18 :0	0.5-5	1-2	2-5	1,4-3	2,8-6,5	2,0-3,3
Acide oléique	C18 :1	55-83	52-67	20-50	20-38	14-38	14-22
Acide linoléique	C18 :2	3,5-21	16-24,8	35-60	39,5-65	48,2-74,2	46,5-58
Acide linolénique	C18 :3	≤ 0,9	6,5-14	4-10	0,6-1,4	0-0,1	0-0,4
Acide arachidique	C20 :0	≤ 0,6	0,2-0,8	0.2-0.5	0,3-0,7	0,2-0,4	0,2-0,5
Acide eïcosénoïque	C20 :1	≤ 0,4	0,9-2,4	0-0,2	0,2-0,4	0-0,2	0-0,1
Acide béhénique	C22 :0	≤ 0,2	0,1-0,5	0.5-1.6	0-0,5	0,7-1,3	0-0,6
Acide lignocérique	C24 :0	≤ 0,2	0-0,2	0 -0.5	0-0,3	0-0,4	-

II.6. Production des huiles alimentaires :

Dans de nombreux pays, la culture des oléagineux est un secteur important de l'économie agricole. Sur le marché mondial, l'huile de soja représente la majorité de la production, tandis qu'en France, les huiles de colza et de tournesol ont pris un essor important (**GORNAY ,2006**).

En Algérie, Il existe sur le marché Algérien différentes marques d'huiles végétales alimentaires, quelles soient pures (huile de soja et de tournesol) ou mélangées, celles-ci sont utilisées pour l'assaisonnement, la cuisson ou la friture.

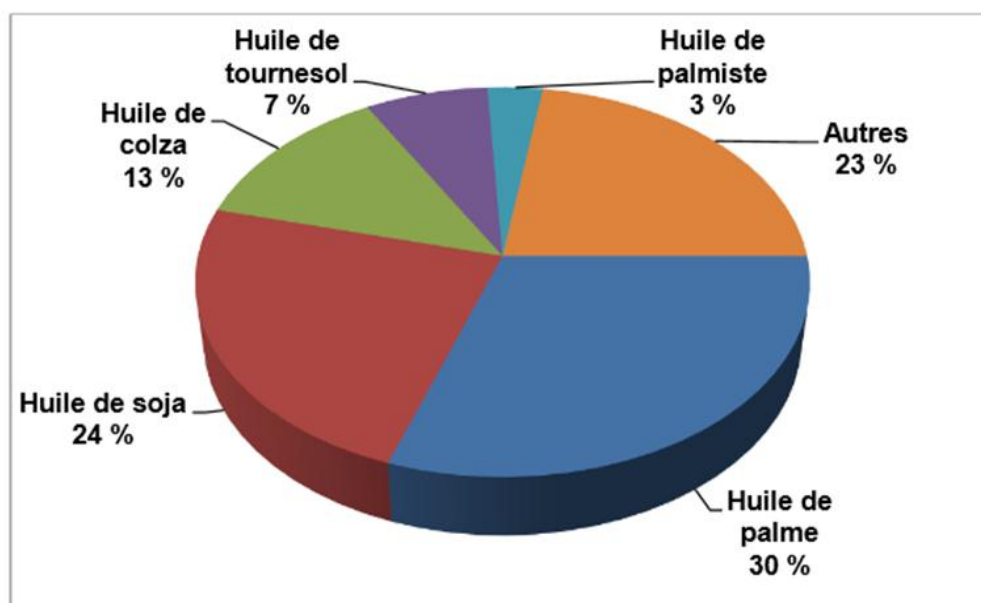


Figure N°4: production mondiales des principales huiles et graisses en 2015(codex alimentarius 1993)

Tableau N°2 : Les différentes compositions des huiles alimentaire fabriquées en Algérie sont représentées dans le tableau suivant :

MARQUE	NATURE DE L'HUILE
Huile ELIO	80% Soja, 20% Tournesol
Huile FLEURIAL	100% Tournesol
Huile AFIA	95% Soja, 5% Mais
Huile HUILOR	100% Soja
Huile BONAL	100% Soja
Huile LYNOR	90% Soja, 10% Palme
Huile SAFIA	100% Soja

II.7. Huile de soja :

II.7.1 . Plante de soja :

Le soja (*Glycine maxima*) est une plante annuelle de la famille des légumineuses. Les racines ressemblent à celles de l'arachide, elles portent de petites boules. Ces nodosités contiennent des bactéries qui fixent l'azote de l'air. Après la récolte, ces racines se décomposent et rendent le sol riche en azote. Le soja porte des gousses de 3 à 5 centimètres et chacune contient 2 à 4 graines (**Juvénal TURATSINZE**).



Figure N°5:la plante de soja © Jacques B. Boislève 2010 – www.sante-vivante.

II .7 .2- Composition de la graine de soja (boislève ,2010)

Le soja est une légumineuse dont les graines sont riches en protéines. Elles contiennent en moyenne :

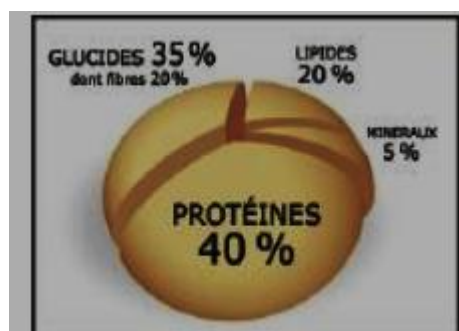


Figure N°6:composition de la graine de soja

II. 7.3. Composition de l'huile de soja :

L'huile de soja est fluide et d'une couleur jaune plus ou moins foncé suivant la nature des graines et les procédés d'extraction. Fraîche, elle a une saveur assez prononcée d'haricot qui s'atténue peu à peu. Elle est riche en acides gras poly-insaturés notamment en acide gras essentiel alpha linoléique. Elle est recommandée pour les assaisonnements. Sa richesse en lécithine la rend précieuse pour la reconstitution des cellules nerveuse et cérébrale sa bonne digestibilité en fait une bonne remplaçante de huile de soja pour ceux qui ne peuvent la tolérer (Cossut J. et al.,2002).

La composition moyenne en acides gras de l'huile de soja est donnée dans le tableau N°3.

Tableau N°3 : Composition de l'huile de soja en acides gras (Platon, 1988).

Types d'acide gras	Pourcentage%
acide palmitique (C16 :0)	11.5
acide stéarique (C18 :0)	4.0
acide oléique (C18 :1 ,cis)	25.0
Acidelinoléique (C18 :1,cis :cis)	51.5
Acide linoléique (C18 :3)	7.5
Acide arachidique (C20 :0)	0.5

II .8. Huile de Tournesol :

II .8.1 . La plante de Tournesol :

Le tournesol est une plante oléagineuse annuelle dont le nom scientifique est *Helianthus annuus* L. L'appellation tournesol provient de sa tendance à se tourner vers le soleil pendant la journée, alors que son nom Scientifique fait référence à la forme caractéristique de son inflorescence composée, ou capitule : en grec Hélios signifie soleil et anthos signifie fleur. L'appellation anglaise et allemande est quant à elle la traduction littérale du nom scientifique avec sunflower et sonenblume, alors que l'appellation espagnole girasol est la même que l'appellation française (KARTIKA ,2005).



Figure N°7 : Le tournesol (KARTIKA ,2005)

II .8.2. Composition d'huile de tournesol :

L'huile de tournesol est l'une des huiles les mieux équilibrées quant aux acides gras qui la composent, elle est riche en acide linoléique, acide gras essentiel pour l'alimentation animale.

L'acide oléique a des qualités nutritionnelles qui intéressent aujourd'hui quelques grands fabricants d'huile alimentaire. Des sélectionneurs ont mis au point des variétés de tournesol dont l'huile contient plus de 60% d'acide oléique. Un certain nombre de ces variétés sont inscrites au catalogue variétal.

À l'image des autres huiles végétales, l'huile de tournesol se compose essentiellement de triglycérides (98 - 99%) (**Kartika, 2005**) dont les teneurs en acides gras varient selon le climat : aux conditions tempérées, on trouve jusqu'à 70% d'acide linoléique et 20% d'acide oléique tandis que, sous climat plus chaud, il y a jusqu'à 80% d'acide oléique et seulement 13% d'acide gras polyinsaturés essentiellement l'acide linoléique, ils contiennent peu d'acide linolénique qui devient quand il est trop chauffé., c'est pourquoi cette composition permet de distinguer deux types d'huiles de tournesol : huile tournesol classique et huile de tournesol oléique récemment mis au point et elle est utilisée par l'industrie de la lipochimie pour multiples applications : cosmétique, pharmacie, plastifiants et lubrifiants et l'huile de tournesol classique est la plus souvent utilisée pour l'alimentation humaine (**Vander vossen et al., 2007**).

- Les variétés classiques de tournesol produisent des huiles riches en acide linoléique (C18:2, ≈ 60%), à faible teneur en acide oléique (C18:1, ≈ 20%) et pratiquement sans acide linolénique (C18:3, < 1%) (**N CHEKROUN,2013**).

Nature	Teneur totale (%)
C16:0	5-7
C16:1	≤0,4
C17:0	≤0,1
C18:0	4-6
C18:1	15-25
C18:2	62-70
C18:3	≤0,2
C20:0	<1
C20:1	<0,5
C22:0	<1

Tableau N° 4 :Composition de l'huile de tournesol en acide gras (J EVRARD,J BAUDET et P.BURGHART 1986).

III .Huile de friture :

III.1. Introduction :

La friture est une méthode de préparation des aliments très ancienne et très appréciée partout à travers le monde. La texture et la saveur unique des aliments frits sont des éléments importants qui expliquent son attrait.

Les tendances des consommateurs vers les produits santé et faibles en gras amènent à se pencher sur la réduction de la teneur en gras des aliments (**Bouchon, 2009**). Un des aliments frits les plus couramment consommés sont les frites. La teneur en matières grasses des frites constitue un des soucis santé associés à l'alimentation; au cours de ces travaux on s'est penché sur des variables pouvant avoir un impact sur l'absorption d'huile. Afin de réduire l'absorption d'huile des frites, il est essentiel de comprendre les mécanismes et facteurs d'une telle absorption au cours du procédé. La température de cuisson, la quantité de frites, le format de coupe, le contact de la frite avec l'huile sont tous des facteurs qui peuvent affecter l'absorption d'huile au cours de la friture de pommes de terre.

III 2.Définition :

La friture est un procédé de cuisson des aliments puisqu'il agit à des températures supérieures au point d'ébullition (entre 155 et 190 °C ou entre 338 et 375°F) (**Saguy, I.S., Dana D., 2003**). La friture permet donc une évaporation de l'eau à la surface des aliments qui permet de déshydrater la surface et former une croûte (**Bouchon, 2009**).

III 3-Points critiques :

III.3.1. L'huile :

➤ Vieillessement

Tant d'éléments principaux sont à l'origine du vieillissement de l'huile et mènent à sa dégradation :

- Au contact de l'huile, l'air (oxygène) provoque des réactions d'oxydation menant à la formation des composés polaires indésirables l'eau_rejetée par les aliments dégrade la qualité de l'huile en provoquant des réactions d'hydrolyse qui entraînent également la formation de composés polaires indésirables;
- À des températures supérieures à 200 °C (392 °F), la chaleur détériore elle aussi la qualité de l'huile en formant d'autres sortes de composés indésirables. (www.ithq.qc.ca/cer).

➤ **Type d'huile :**

Lorsque vient le temps de choisir une huile à friture, il est important de rechercher un équilibre entre stabilité thermique et propriétés nutritionnelles.

- Une huile à haute teneur en acides gras saturés est très stable à la chaleur mais d'un point de vue nutritionnel, ses effets sur la santé sont contestés.

- Une huile riche en acides gras insaturés, dont les effets bénéfiques pour la santé ont été maintes fois démontrés, s'oxydera plus rapidement et deviendra impropre à la consommation (www.ithq.qc.ca/cer).

III.3 .2. La pomme de terre :

➤ **Type de pomme de terre :**

Une pomme de terre contenant beaucoup de sucre (glucose, fructose, etc.) présente des conditions idéales pour former de l'acrylamide lors de la friture (grande chaleur). L'acrylamide provoque le cancer chez les animaux de laboratoire et sa présence dans les aliments est une source de préoccupations selon l'Organisation mondiale de la santé des consommateurs (**Sixty-fourth report of the Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives, Santé Canada 2011**). Afin de prévenir la formation d'acrylamide, un entreposage adéquat de la pomme de terre doit être effectué. Le froid et la lumière augmentent la teneur en sucre des pommes de terre, donc les pommes de terre ne doivent pas être conservées au frigo. Les conditions idéales de conservation se trouvent à des températures entre 8 et 10°C et à l'abri de la lumière (**Swisspatat, 2011**).

III.3.3-Cuisson :

➤ **Évaporation d'eau :**

La quantité d'huile absorbée augmente en fonction de la quantité d'humidité perdue en cours de friture, puisque l'huile va occuper en partie l'espace laissée par l'évaporation d'eau (**Bouchon, 2009; Rossell J.B., 2001**).

➤ **Texture :**

La cuisson modifie la texture et la porosité de la pomme de terre. Pour un même format de coupe, une pomme de terre crue absorbera moins d'huile qu'une pomme de terre précuite, peu importe le mode de pré-cuisson ou de blanchiment (à l'eau ou à l'huile). Ceci peut être expliqué par la porosité de la pomme de terre où plus la pomme de terre est poreuse, plus elle absorbe de l'huile (**Ziaifar, 2008**).

➤ **Température de friture :**

La température de friture recommandée se situe entre 155°C et 180°C (311°F et 356°F). À ces niveaux, la température de friture n'a aucune influence sur l'absorption de l'huile. Des températures supérieures à 200°C (400°F) doivent être évitées afin de réduire l'apparition d'acrylamide. Par exemple, une température de 215°C (419°F) pendant 6,5 minutes peut développer six fois plus d'acrylamide qu'une température de 180°C (356°F) pendant 12 minutes.

➤ **Ratio frite / huile :**

Le ratio frite/huile doit être maintenu inférieur à 1 poids de frite pour 6 poids d'huile (**Rossell J.B., 2001**). Ceci permet de maintenir la température de l'huile à des niveaux de friture (supérieur à 130°C ou 266°F) lors de l'immersion des aliments.

III.4-Traitements post-friture (refroidissement) :

L'absorption de la majorité de l'huile se produit au moment du refroidissement (20 premières secondes) lorsque la température se situe encore au-dessus de la température d'ébullition de l'eau (~100°C ou 212°F) (**Ziaifar, 2008**). Il a été démontré que la plupart de l'huile absorbée se situe en surface. La quantité d'huile absorbée dépend en grande partie de la quantité d'eau enlevée ou de l'humidité perdue en cours de friture (**Bouchon, 2009**). L'égouttage rapide et mécanique (secousses) de l'huile autour de l'aliment à la sortie du bain joue certainement un rôle important sur la teneur finale en gras puisqu'elle réduit la quantité d'huile qui pourrait être absorbée au cours du refroidissement (**Bouchon, 2009; Ziaifar, 2008**).

IV - Dégradation des huiles de friture :

La plupart des huiles végétales contiennent, des concentrations importantes en acides gras mono insaturés et polyinsaturés et sont habituellement liquides à température ambiante. Lorsque les huiles sont chauffées, celles-ci subissent des dégradations plus ou moins importantes. Les huiles riches en acides gras mono insaturés, comme l'huile d'olive et l'huile d'arachide, sont plus stables et résistent plus à la chaleur que les huiles riches en acides gras polyinsaturés telles que l'huile de maïs et l'huile de soja. Pour les fritures, il est important de ne pas surchauffer l'huile (ne pas dépasser 180°C) et de la remplacer fréquemment.

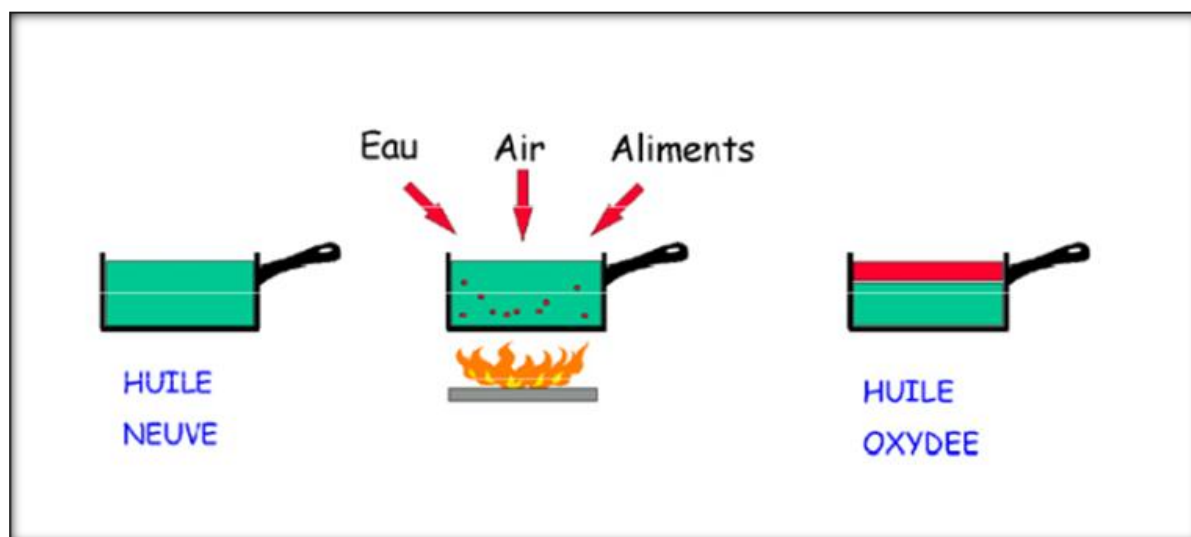


Figure N°8 : réaction de transformation des huiles vierges lors de la friture (Kartika.2005)

Sous l'effet de l'eau contenue dans les aliments, de l'air et des aliments eux-mêmes, l'huile chaude subit des transformations chimiques conduisant à la formation de composés polaires, la diminution de certains composés d'intérêt nutritionnel, l'apparition de composés volatils responsables d'odeurs désagréables et l'apparition de composés non volatils qui s'avèrent toxiques à fortes doses. Lors de la friture des huiles, vingt-six (26) composés chimiques nouveaux se forment .

D'autres paramètres, tels le mode de friture (continu ou discontinu), le temps de friture, la réutilisation de l'huile ou encore le type d'aliments frits (riches en sucres et en protéines), induisent la formation de composés polaires(KARTIKA.2005).

IV .1- Réactions de dégradation des huiles de friture :

A des températures élevées (entre 160 °C et 180 °C), en présence d'eau et d'oxygène, les triglycérides subissent un grand nombre de réactions complexes qui peuvent être classées en trois grandes familles : oxydation, polymérisation et hydrolyse

IV .1.1-Réactions d'oxydation :

Au contact de l'oxygène de l'air, elles provoquent l'apparition d'arômes et de changement de couleurs, souvent indésirables, dans les huiles de friture ou dans les produits frits. Ces composés d'oxydation dérivent des hydro peroxydes, composés primaires de l'oxydation.

Les réactions en chaînes responsables de leur formation sont autocatalysées, car initiées par l'apparition de composés radicalaires, issus eux-mêmes de l'oxydation des triglycérides.

➤ Mécanisme général de l'oxydation :

En fonction des agents initiateurs, on classe l'oxydation des lipides en 3 types (figure 9)

- 1- **L'auto-oxydation** catalysée par la température, les ions métalliques et les radicaux libres.
- 2- **La photo-oxydation**, initiée par la lumière en présence de photo-sensibilisateurs.
- 3- **L'oxydation enzymatique** initiée par la lipoxygénase.

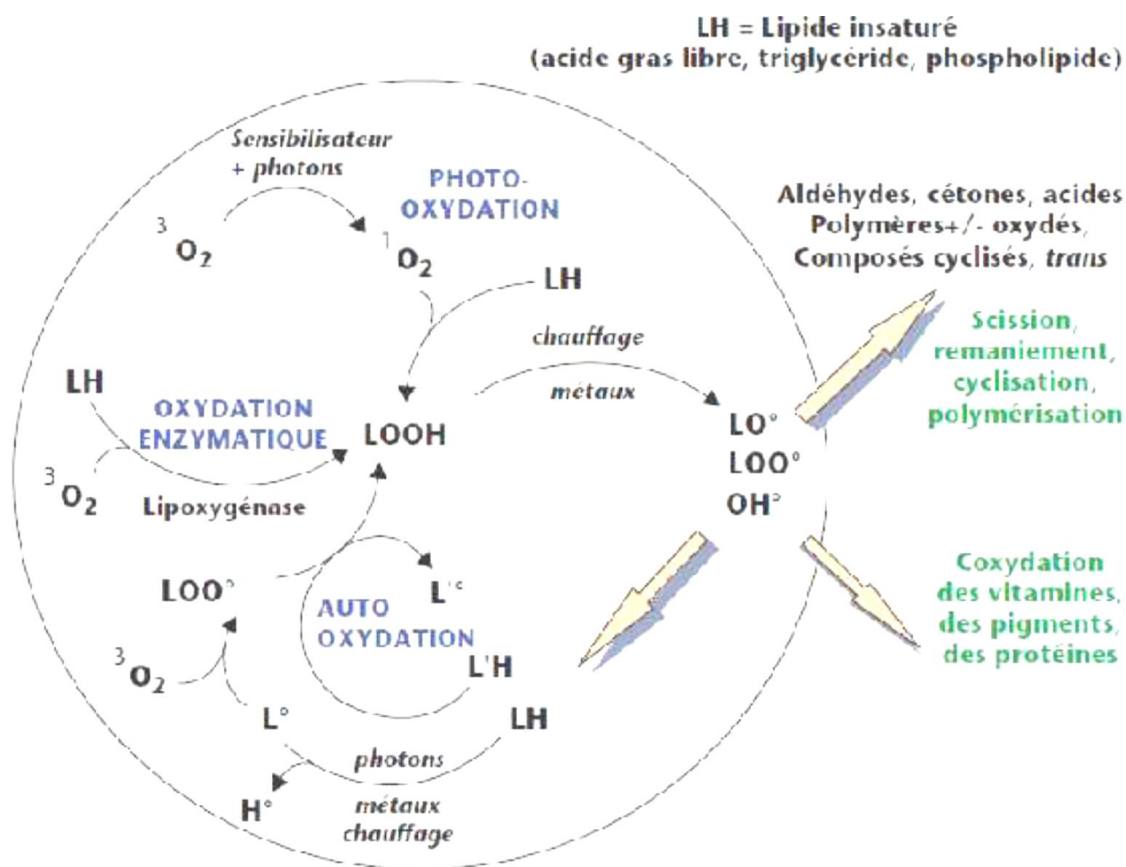
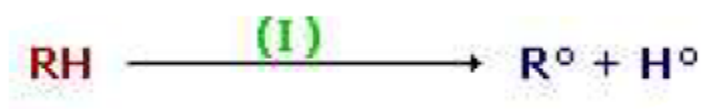


Figure N° 9 : Schéma des réactions d'oxydation des lipides (Berset et Cuvelier, 1996).

1-L'auto-oxydation :

L'oxydation des lipides est une réaction auto-catalytique. Il s'agit d'un enchainement de réactions radicalaires se déroulant en trois étapes. Une première réaction produit un radical libre par élimination d'un hydrogène de l'acide gras (initiation). Puis les réactions s'enchainent pour produire plusieurs radicaux libres (propagation) qui se combinent pour former des composés non radicalaires (terminaison).

1-1- Initiation: En présence d'un initiateur (I), les lipides insaturés (RH) perdent un proton (H°) pour former un radical libre de lipide (R°) par rupture homolitique d'une liaison Carbone-Hydrogène. L'arrachement du proton est facilité tant par la chaleur (agitation moléculaire) que par les rayonnements ou les catalyseurs (métaux tels que Cu, Fe, Ni...).



L'attaque se fera sur une liaison d'énergie la plus faible possible:

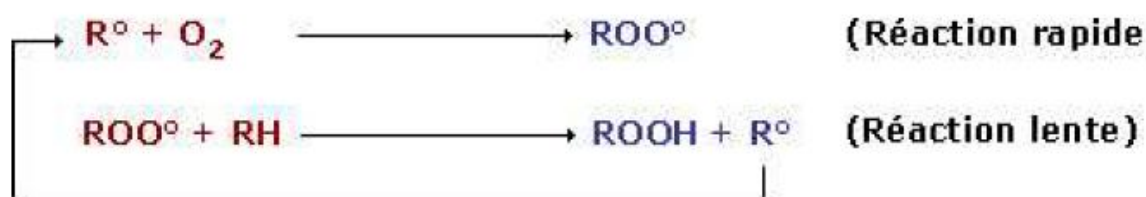
C = C - H (vinyle) 103 kcal/ mole

CH₂ - H (saturé) 100 kcal/ mole

C = C - CH₂ - H (allyle) 85 kcal/ mole

2(C = C) - C - H (2 allyle) 65 kcal/ mole

1-2- Propagation: Les radicaux libres formes (R°) fixent l'oxygène moléculaire et forment des radicaux libres peroxydes instables (ROO°) qui peuvent réagir avec une nouvelle molécule d'acide gras (RH) pour former des hydroperoxydes ($ROOH$).

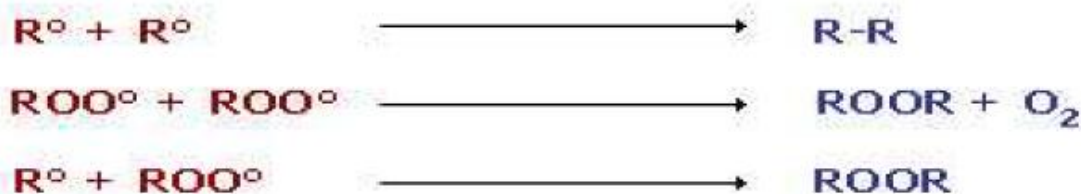


La phase de propagation peut elle-même être décomposée en deux étapes séquentielles :

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

2- La deuxième étape se traduit par l'évolution des hydro peroxydes (produits primaires) catalysée par les ions de métaux lourds en produits secondaires d'oxydation , essentiellement des aldéhydes, des cétones, des alcools, des acides carboxyliques et des alcanes responsables d'un spectre très large d'odeurs et, dans certains cas, d'une coloration jaunâtre.

1-3- Terminaison: Les radicaux formés réagissent entre eux pour conduire à un produit qui n'est pas un radical libre.



2-Photo-oxydation :

La photo-oxydation est une voie importante de production d'hydro peroxydes en présence d'oxygène, d'énergie lumineuse et de photo-sensibilisateurs tels que les chlorophylles (Noguchi, 2002).

3- Oxydation enzymatique :

Le phénomène d'oxydation des acides gras insaturés peut être d'origine enzymatique. Les enzymes principalement impliquées sont la lipoxygénase et la cyclo oxygénase(**Pereira et al.,2003**).

La lipoxygénase catalyse l'insertion d'une molécule d'oxygène sur un acide gras insaturée selon une réaction stéréospécifique et aboutit à la formation d'hydroperoxydes. La lipoxygénase catalyse l'insertion d'une molécule d'oxygène sur un acide gras insaturé selon une réaction stéréospécifique et aboutit à la formation d'hydroperoxydes. Elle agit spécifiquement sur les acides gras non estérifiés. Son activité est donc souvent couplée avec celle des lipases et phospholipases. La cyclooxygénase est une lipoxygénase qui incorpore deux molécules d'oxygène au niveau d'un acide gras pour former des hydroperoxydes spécifiques (**Josephson et Lindsay, 1986**).

IV .1-2-Réactions de polymérisation

Elles sont responsables de réarrangements inter et intramoléculaires qui sensibilisent l'huile de friture à l'oxydation et conduisent à l'augmentation de la viscosité apparente des huiles. Des composés semblables à des résines peuvent alors mousser à la surface du bain de friture et sur les parois.

IV .1-3-Réactions d'hydrolyse

Elles sont de loin les plus nombreuses dans les conditions normales de friture.

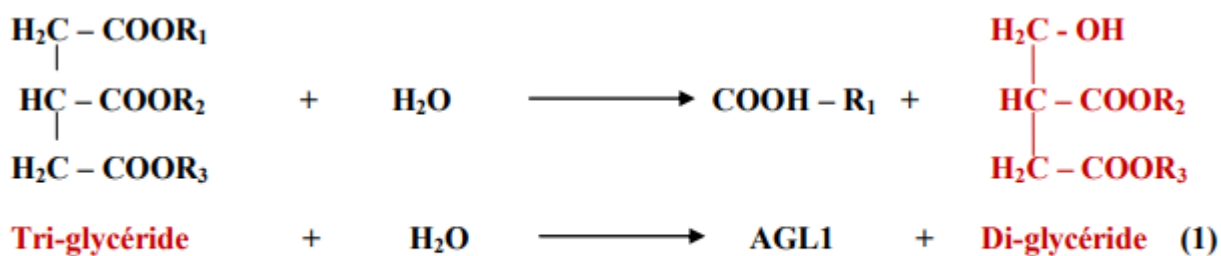
Elles conduisent, au contact de la vapeur d'eau, à la formation d'acides gras libres, de mono glycérides, de di glycérides, voire de glycérol. Ces composés sont alors très sensibles aux réactions précédemment citées (réactions d'oxydation et de polymérisation) et les produits qui en dérivent sont responsables des principaux défauts de goût ou d'odeur. (**Blumenthal, 1997**).

L'hydrolyse est une réaction chimique qui s'effectue en présence de la vapeur d'eau et les triglycérides selon cette réaction :

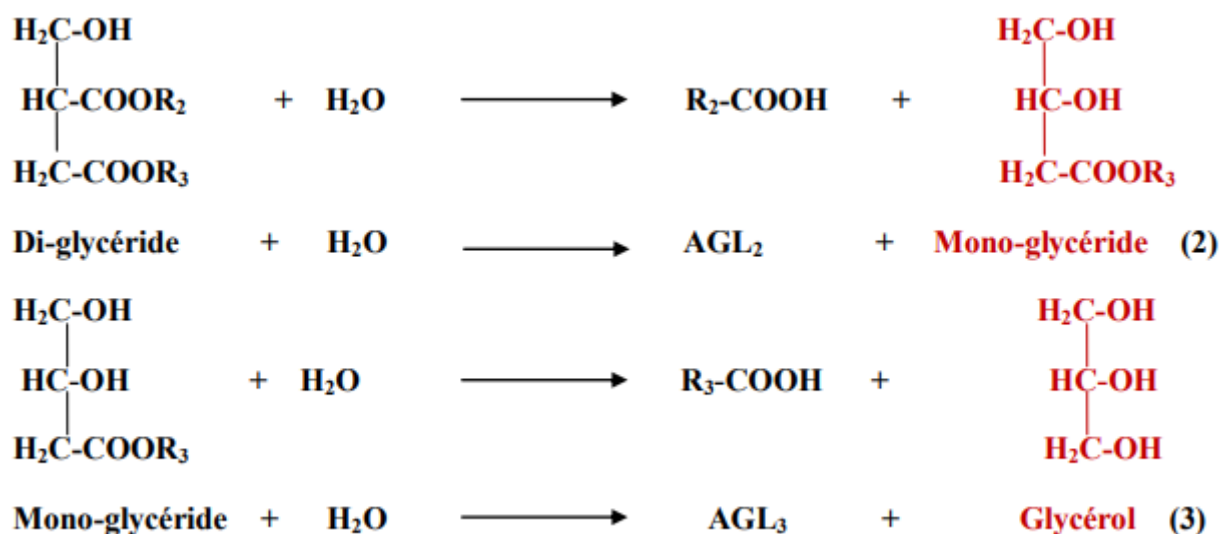


La vapeur d'eau se dégage du bain de friture durant la cuisson des aliments responsables de la formation des acides gras libres (AGL) et des glycérides partiels selon la qualité du corps gras (CG), ils sont les produits les plus volatils. Ce phénomène est très marqué dans le bain pendant la cuisson de pommes frites où l'eau conduit à une dégradation des propriétés de l'huile avec l'apparition d'une mousse et l'émission de fumées.

La réaction globale est suivante :



La réaction se déroule en trois étapes en donnant successivement un di-glycérade (1), une mono-glycérade (2) et enfin un glycérade (3), ce dernier peut générer de l'acroléine en suivant le chemin réactionnel suivant :



II

Existe deux types d'hydrolyse :

A- Hydrolyse par la voie chimique : (Gornay J,2006 CHEFTEL J-C, CHEFTEL H 1977 , PERRIN J-L)

C'est la réaction inverse de l'estérification, elle peut s'effectuer en milieu basique (la réaction est totale, dite saponification), acide et même en milieu neutre (la réaction est réversible). Elle résulte de l'hydrolyse d'une ou de deux des trois liaisons esters des triglycérides(TG). Phénomène qui nécessite la présence d'eau, ce dernier apporté par l'aliment frit se dégage sous forme de la vapeur d'eau, ne s'observe jamais sur les corps gras raffinés, il intervient que sur les corps gras (CG) brutes ou sur les huiles de friture.

B- Hydrolyse par la voie enzymatique : (UCCINI E., DEBAL A,1992)

L'hydrolyse des lipides est principalement le résultat de l'activité biologique des enzymes d'origine bactérienne ou fongiques, appeler lipases. Elles réagissent sur la surface huile – eau, dans des conditions de température (20 – 50°C) et de pH (5.5 – 7.5) précis, afin d'obtenir les acides gras libres en plus des glycérades partiels. L'hydrolyse enzymatique n'affecte que les huiles brutes, dans ce cas les enzymes vont se détruire lors du raffinage.

VI- Dangers des huiles de friture sur la santé et sur l'environnement

VI-1- Danger sur la santé :

- Les acides gras polyinsaturés oméga-3 sont reconnus pour les bienfaits qu'ils nous apportent. Ils contribueraient entre autre à l'abaissement des risques de maladies cardiovasculaires, au développement de certaines fonctions du cerveau et ils auraient un impact positif sur la santé oculaire. Toutefois, lors de traitement thermique intense, tel que la friture, diverses réactions de dégradations peuvent se produire sur les acides gras polyinsaturés oméga-3 contenu dans les huiles. Par exemple, lorsqu'ils sont en contact avec l'oxygène, ils formeront des produits polaires qui sont nocifs pour la santé. La chaleur formera entre autre des acides gras *trans*, des polymères et des monomères cycliques d'acides gras. Ces derniers peuvent être dommageables pour la santé. De plus, puisque ces produits se forment dans les huiles de friture, ils se retrouveront également dans les aliments frits et donc dans notre alimentation (**Vanessa, 2015**).
- L'hydrolyse des triglycérides produit des acides gras libres, des monoglycérides et des diglycérides identiques à ceux produits par les enzymes pancréatiques. Et une partie des produits de l'oxydation des lipides est volatile (aldéhydes, cétones, alcools...) et ne se retrouve qu'en quantité négligeable dans les aliments frits. Ces deux premières catégories de produits de la friture des aliments n'ont donc pas d'incidence sur la santé.

En revanche, l'oxydation produit également des composés non volatiles qui peuvent se retrouver dans des proportions variables et parfois importantes dans les aliments. L'oxydation altère les acides gras insaturés, via des réactions radicalaires en chaîne, et conduit à la formation de monomères de triacylglycérol dont au moins l'un des acides gras est modifié (triacylglycérols oxydés, cycliques ou *trans*) et à la formation de polymères de triacylglycérol (mono ou oligomères oxydés ou non).(**Dobarganes C, Marquez-Ruiz G (2015)**).

Les aliments consommés non frits contiennent rarement plus de 4 ou 5% de triacylglycérols oxydés car leur odeur rance est facilement détectable. Et dans certains pays, des recommandations de prévention de la santé établissent qu'il faut changer une huile de cuisson quand 25% de l'huile est constituée de triglycérides oxydés et de polymères de triglycérides. Malgré cela, dans les bains de friture des petits restaurants de rue et fast foods ces composés représentent parfois jusqu'à 60% de l'huile du bain de friture.

- La digestibilité médiocre des éléments polymérisés est le seul impact mis en évidence sur le plan digestif.
 - Des corrélations positives entre consommation de friture et certains cancers (prostate, sein, oro-pharyngé) ont été trouvées dans certaines études, mais ces associations ne sont pas attribuées aux produits issus de la cuisson des huiles de friture, mais plutôt aux amines

hétérocycliques et hydrocarbures aromatiques polycycliques formés à partir de la viande ou à l'acrylamide formée à partir des aliments glucidiques.

En revanche, une association significative entre la consommation d'aliments frits et des composantes du syndrome métabolique a été trouvée. Dans une étude récente parue en 2014, une consommation d'aliments frits 4 fois par semaine a été comparée à une consommation de 2 fois par semaine ou moins. Cette étude montre une association significative entre la consommation de fritures et la fréquence de l'obésité viscérale et de l'hypertension. **(Dobarganes C, Marquez-Ruiz G (2015).**

VI-2- Danger sur l'environnement :

Le principal problème lié à ces matières est qu'elles peuvent former de petites gouttelettes qui vont s'agglutiner (se rassembler pour former une masse) dans les ruisseaux et entraver l'écoulement de l'eau. Elles peuvent également empêcher la lumière de passer et capter tout l'oxygène nécessaire aux organismes vivant dans le cours d'eau. Elles peuvent asphyxier ainsi les cours d'eau. Malheureusement, il est encore courant que des gens se débarrassent des huiles et graisses dans les canalisations **(valorfrit ;2013)**



I. Introduction :

Dans ce chapitre, nous avons rapporté l'ensemble du matériel et réactifs ainsi que les différentes méthodes d'analyse relatives aux matières entrantes dans les analyses physico-chimique des deux huiles de fritures « Fleurial » et « Elio ».

Ce travail a été réalisé au niveau du laboratoire des corps gras, de l'université de Boumerdès. La caractérisation et l'ensemble des analyses ont été réalisés au niveau du même laboratoire, et dans d'autres laboratoires selon la disponibilité du matériel.

II. Objectifs du travail :

L'objectif de la présente étude est de :

- déterminer les caractéristiques physico-chimiques des deux huiles Elio et Fleurial avant la friture (Indice d'acide, indice d'ester, indice de saponification, indice de peroxyde, indice d'iode, indice de réfraction, densité relative).
- De suivre l'évolution de ces paramètre au cours de friture pendant douze cycles d'utilisation.
- Suivre l'état d'oxydation de ces huiles par mesure de l'indice de peroxyde et par spectrophotométrie IR.

III. Appareillages et produits chimiques utilisés :

1) Appareillages :

- agitateur ;
- balance de précision (OHAUS) ;
- bain Mari (MEMMERT) ;
- centrifugeuse réfrigérée (SIGMA) ;
- rota vapeur (HEIDOLPH) ;
- spectrophotomètre UV Visible (SHINADZU) ;
- étuve : ((MEMMERT).

2) Produits chimiques et réactifs :

Le tableau suivant représente les produits et réactifs qu'on a utilisées pendant notre travail.

Tableau N°5 : les produits chimiques utilisés.

Produit	Formule brute	Masse molaire (g/mol)	Densité	Pureté (%)	Firme
Ethanol	C ₂ H ₂ O	46,07	0,789	99,8	BIOCHEM chemopharma
Hydroxyde de potassium	KOH	56,1	/	95	PRS Panreac
Acide chlorédrique	HCL	36,46	1,18	36	ORGANICS
Phénolphtaléine	C ₂₀ H ₁₄ O ₄	318,32	/		
Chloroforme	CHCL ₃	119,38	119,4	99	BIOCHEM
Acide acétique	CH ₃ COOH	60,04	1,0480	99,5	BIOCHEM
Iodure de potassium	KI	166,01	/	99	LABOSI
Empois d'amidon	C ₆ H ₁₀ O ₅	162,141	/		PRO LABO
Thiosulfate de sodium	Na ₂ S ₂ O ₃ ·5H ₂ O	248,18	/	99	LABOSI

IV. Echantillons utilisés :

Les deux huiles ont été achetées chez des détaillants comme l'aurait fait n'importe quel consommateur puis soumises aux fritures.

Les huiles de commerce étudiées (Fleurial et Elio)

**Figure N°10 : les huiles de commerce étudiées (Fleurial et Elio)**

Les échantillons ayant fait l'objet de notre étude sont illustrés dans la figure suivante :



Figure N°11 : huile de friture Fleurial



figure N°12 : huile de friture Elio

V. Procédé de friture :

La friture a été réalisée dans une poêle d'une capacité de 2 litres.

Au cours de ce travail, douze friture ont été réalisées pour chaque type d'huile, après refroidissement de l'huile, des prélèvements ont été faits dans des bouteilles en verre, puis emballées avec du papier aluminiums, et stockées au réfrigérateur à température 4°C, pour des études ultérieures .

VI. Détermination des caractéristiques physico-chimiques des huiles étudiées :

A. Caractéristiques physiques :

1. La densité relative :

✓ Définition :

C'est le rapport de la masse d'un certain volume d'huile à 20°C, et la masse d'un volume égal d'eau distillée à la même température (**Lion, 1955**).

✓ Principe :

À l'aide d'une balance analytique, effectuer de pesées successives de volume égal d'huile et d'eau à la température de 20°C.

✓ Mode opératoire :

- Nettoyer soigneusement le pycnomètre et le sécher.
- Déterminer la masse m_0 du pycnomètre vide.
- Remplir le pycnomètre avec de l'eau distillée jusqu'à le trait de jauge et laisser 30 mn dans un bain marie à 20°C.

- Déterminer la masse m_1 de pycnomètre rempli d'eau distillée.
- Nettoyer et sécher le pycnomètre.
- Remplir le pycnomètre avec de l'huile jusqu'à le trait de jauge.
- Déterminer la masse m_1 de pycnomètre contenant l'huile.

✓ **Expression des résultats :**

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

$$d_{20} = (m_2 - m_0) / (m_1 - m_0)$$

m_0 : Masse (g) du pycnomètre vide.

m_1 : Masse (g) du pycnomètre rempli d'eau.

m_2 : Masse (g) du pycnomètre rempli d'huile.

2. Indice de réfraction :

✓ **Définition :**

L'indice de réfraction, souvent noté n , est une grandeur sans dimension caractéristique d'un milieu, décrivant le comportement de la lumière dans celui-ci ; il dépend de la longueur d'onde de mesure mais aussi des caractéristiques de l'environnement (notamment pression et température).

✓ **Principe :**

Suivant le réfractomètre utilisé, soit mesurer directement l'angle de réfraction, soit observer la limite de réflexion totale ; l'huile étant maintenue dans les conditions d'isotropisme et de transparence.

✓ **Mode opératoire :**

- Nettoyer la lame du réfractomètre en utilisant du papier absorbant.
- Étalonner l'appareil par l'eau distillée dont l'indice de réfraction est égale à 1,33.
- Nettoyer la lame du réfractomètre en utilisant du papier absorbant.
- Déposer quelques gouttes d'huile à analyser dans la lame de réfractomètre et régler le cercle de chambre sombre et claire dans la moitié, et effectuer la lecture des résultats en prenant compte de la température.
- Appareillage utilisé : Réfractomètre d'Abbe 1T/4T.



Figure N°13: Réfractomètre (Abbe 1T/4T)

✓ **Expression de calcul :**

$$n : n^{20} + 0.00035 (t-20) \quad (\text{wolf}, 1968)$$

Avec :

n : valeur de lecture à la température **t** à laquelle a été effectuée la détermination.

n²⁰ : indice de réfraction à la température 20

t : température à laquelle a été effectuée la détermination.

1) La viscosité :

La viscosité est définie comme étant le coefficient de frottement moléculaire interne, elle est déterminée par les forces de frottement d'un solide se mouvant dans un liquide selon les recommandations de l'Union internationale de la chimie pure et appliquée (I.U.P.A.C).

La mesure de la viscosité (donnée en centipoise) a été réalisée par un viscosimètre de torsion relié à un bain thermostaté à 20°C. La méthode utilisée est celle décrite par l'I.U.P.A.C (KARLSKIND, 1992).

3. Caractéristiques chimiques :

1. Indice d'acide (ISO 660 Deuxième édition 15-05-1996) :

✓ **Définition :**

L'acidité est le pourcentage d'acide gras libre dans la matière grasse (huile), elle est exprimée en pourcentage d'acide oléique. Il nous renseigne sur le degré d'hydrolyse. Mode opératoire utilisé par CEVITAL avec la norme (ISO 660 Deuxième édition 15-05-1996).

✓ **Principe :**

Consiste à la neutralisation uniquement des acides gras libres par une solution de KOH à chaud en présence de phénolphthaléine ces derniers se caractérisent par le virage de la couleur rose vers transparente. (Lion, 1995).

✓ **Mode opératoire :**

Dans un Erlenmeyer, on pèse 10g de l'huile à analyser puis on rajoute 75 ml de solution d'alcool neutralisée (éthanol) en ajoute quelques gouttes d'un indicateur coloré phénolphtaléine qui est. On titre la solution avec le KOH à 0.1N jusqu'à l'apparition d'une coloration rose persistante (10 secondes) et noter le volume de KOH pour neutralisation.



✓ **Expression de calcul :**

Indice d'acide = $V \times 5.61 / P$.

Acidité % = $(V \times 5.61) \times 0.5 / p$

Ou :

V : volume de KOH nécessaire au titrage

P : poids de la prise d'essai.

IA : indice d'acide

2. Indice de saponification :

✓ **Définition :**

L'indice de saponification correspond au nombre de milligrammes de potasse nécessaires pour saponifier les acides gras contenus dans un gramme de matière grasse. Cette valeur est d'autant plus élevée que les acides gras sont de faible poids moléculaire. **(Lion, 1995)**

✓ **Principe :**

Si l'on traite un ester par de la potasse suffisamment concentrée et chaude, on régénère suivant une réaction totale d'alcool et le sel de potassium de l'acide puis on forme un ester.



✓ **Mode opératoire :**

On Pèse 2g d'huile à analyser que l'on introduit dans un ballon à fond rond puis on ajoute 25 ml de solution KOH dans l'éthanol à 0.5 N avec trois pierres ponce, on porte le mélange à l'ébullition dans un chauffe ballon surmonté d'un réfrigérant à reflux pendant une heure.

-Après refroidissement on récupère le mélange sans les pierres ponce dans un bécher, avec ajoute quelque gouttes de l'indicateur coloré (phénolphtaléine) on titre la solution avec l'acide chlorhydrique HCl à 0.5 N jusqu'à la disparition de la couleur rose et réapparition de la couleur initiale du mélange (transparente), on note la chute de volume de HCl.

✓ **Expression de calcul :**

L'indice de saponification est donné par la formule établie ci-dessous :

$$I_s = (V_0 - V) \times N \times 56,11 / P$$

Ou :

V₀ : volume en ml de HCl utilisé pour l'essai à blanc.

V : volume en ml de HCl utilisé pour l'échantillon à analyser.

P : prise d'essai en grammes.

N : la normalité de l'acide chlorhydrique HCl 0.5N.

56.11 :masse moléculaire de KOH

3. Indice de peroxyde :

✓ Définition :

L'indice de peroxyde est une mesure permettant d'estimer la quantité de peroxydes présent dans une matière grasse. Les peroxydes sont des constituants caractéristiques de l'oxydation des acides gras insaturés sont déterminés en se basant sur leur propriété de libérer l'iode de l'iodure de potassium dans les milieux acides. L'iode libéré est mesuré par la réaction avec le thiosulfate, sachant que 1ml de thiosulfate 0,01 N correspond à une quantité de 80 mg d'oxygène fixé sur les acides gras (**Lion, 1955**).

✓ Principe :

Une prise d'essai est mise en solution dans un mélange d'acide acétique et de chloroforme qui sera traitée par la suite par une solution d'iodure de potassium. On titre l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon (indicateur coloré).ce paramètre nous renseigne sur le degré d'oxydation des huiles.

✓ Préparation des solutions

➤ **Préparation de la solution d'empois d'amidon** : on pèse environ 1 g d'amidon et on le dissout dans 100 ml d'eau tiède.

➤ **Préparation de la solution de thiosulfate de sodium (Na₂S₂O₃) à 0,01 N** : dissoudre 2,48g de Na₂S₂O₃ 5 (H₂O) dans un litre d'eau distillée

✓ Mode opératoire :

➤ peser 1 à 3 g d'huile dans une fiole conique de 250ml.

➤ Ajouter 10 ml d'alcool éthylique et dissoudre le corps gras (s'il se dissout mal chauffer légèrement).

➤ Ajouter 20 ml d'acide acétique glacial, puis 1ml de la solution d'iodure de potassium saturée.

➤ Boucher la fiole, agiter énergiquement et laisser à l'abri de la lumière pendant 5 min.

➤ rincer le bouchon avec des petites quantités d'eau distillée.

➤ Titrer la solution par de thiosulfate de sodium à 0.01 N jusqu'à apparition d'une coloration jaune paille.

- Ajouter 1 ml de solution d'amidon (la coloration devient bleue) et continuer le titrage jusqu'à décoloration totale.
- Faire un essai à blanc dans les mêmes conditions.

✓ **Méthode de calcul**

$$I_p = (V - V_1) \times 10 / p$$

Avec :

V : volume (ml) de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0,01 N) employé pour l'échantillon.

V_1 : volume (ml) de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0,01 N) employé pour l'essai à blanc.

P : prise d'essai (g) de l'échantillon.

4. Indice d'ester :

Indice d'ester d'un corps gras est la masse d'hydroxyde de potassium (KOH), exprimée en milligramme, nécessaire pour saponifier les acides gras estérifiés présents dans un gramme de corps gras. **A.BARKA .2016.**

Il permet aussi de déterminer la masse molaire (donc la structure) des glycérides, cet indice n'est pas mesuré.

L'indice d'ester est donné par la relation suivante :

$$I_E = I_S - I_A$$

Ou :

I_E : Indice d'ester.

I_S : Indice de saponification.

I_A : Indice d'acide.

5. Taux d'impuretés :

L'altération des corps gras peut être estimée par le calcul du pourcentage d'impuretés. **A .BARKA .2016**

Le taux d'impuretés est donné par la relation suivante :

$$\% \text{ d'impuretés} = (I_A / I_S) \times 100$$

Ou :

I_A : Indice d'acide.

I_S : Indice de saponification.

6. Activité anti oxydante :

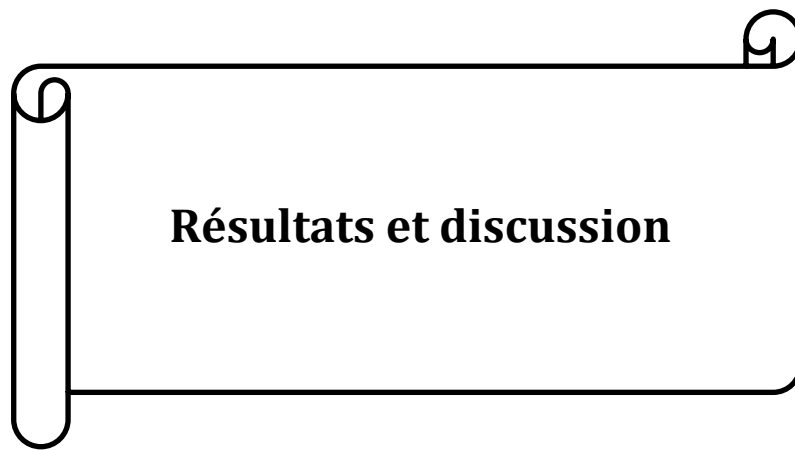
L'activité anti oxydante des huiles étudiées est mesurée par le test de DPPH. Les antioxydants présents dans l'huile neutralisent le DPPH· et la diminution de la concentration de ce radical est suivie par la diminution de l'absorbance à 517 nm. La solution initiale de couleur violette tourne vers le jaune lorsque toute la quantité de radical est neutralisée par les antioxydants.

La capacité anti oxydante des huiles est estimée suivant la méthode décrite par SALTA et *al.* (2009), qui consiste à ajouter à 1ml de la solution de l'huile (huile dans le chloroforme : 10%, p/v) 4ml de la solution de DPPH (DPPH dans le chloroforme, $6 \times 10^{-5} \text{M}$). Après incubation de 30 min à l'obscurité, l'absorbance est mesurée à 517 nm. Le pourcentage d'inhibition est donné par la formule suivante :

$$\% \text{ d'inhibition de DPPH} \cdot = [(A_c - A_t) / A_c] \times 100$$

A_c: absorbance de contrôle (solution de DPPH $\cdot$ dans le chloroforme, $6 \times 10^{-5} \text{M}$).

A_t: absorbance de l'échantillon.



Résultats et discussion

I. Caractérisation physico-chimique des huiles avant friture :

Les résultats d'analyses physico-chimiques des huiles (Fleurial et Elio) avant friture sont consignés dans le tableau suivant :

Tableau N°6 : Caractérisation physico-chimique des huiles avant friture

INDICES PHYSICO-CHIMIQUES	fleurial	ELIO	NORME CODEX ALIMENTAIRE (1983)
D ²⁰	0.925	0.9166	0,913-0,932
I R	1.47419	1.47419	1,463-1,478
I A	0.3	0.28	2,2-7,26
I E	161.3829	188.3973	186-187,94
I S	162	188.799	189-195,2
I P	2.5	5	5,2-7
% IMPURETES	0.173%	0.16%	1,16%3,71%

Il en ressort du **tableau** que tous les indices de qualité des deux huiles sont compris dans la norme établie par le **Codex Alimentarius (1983)**

La détermination de la densité d'une huile nous renseigne sur sa pureté. Elle est en fonction de la composition chimique des huiles et de la température (**Karleskind, 1992**). Dans notre étude nous avons déterminé ce critère de pureté à une température de 20°C.

La connaissance de l'indice de saponification d'un corps gras nous renseigne sur la longueur de la chaîne carbonée des acides gras constituant le corps gras.

L'huile est sensible au traitement thermique, les résultats obtenus, ont montré que le chauffage a causé des scissions au niveau des doubles liaisons des acides avec formation d'autres composés acides.

Les valeurs obtenues des deux huiles sont proches mais qui ne dépassent pas la norme alimentaire. Le taux d'impureté renseigne sur la pureté des huiles étudiées. En effet, les résultats obtenus montrent que les moyennes des valeurs trouvées pour ces deux paramètres de qualité sont conformes à la norme exigée. On peut confirmer que ces huiles de tables peuvent être employées dans le domaine culinaire,

soit dans l'assaisonnement, la cuisson et même la friture mais à des températures qui ne doivent pas atteindre leurs points de fumée.

II. Caractéristiques organoleptiques des deux huiles :

Tableau N°7: Caractéristiques organoleptiques des deux huiles

Huiles Aspect	Elio	Fleurial
Consistance	Liquide peu visqueux	Liquide
Couleur	Jaune	Jaune claire
Odeur	Peu prononcée	Prononcée

D'après le tableau N°7 On remarque que les caractéristiques organoleptiques des deux huiles (consistance, couleur, odeur) sont différentes.

III. Etude des caractéristiques physico-chimiques des huiles au cours de friture (12 cycles) :

1. L'indice de réfraction :

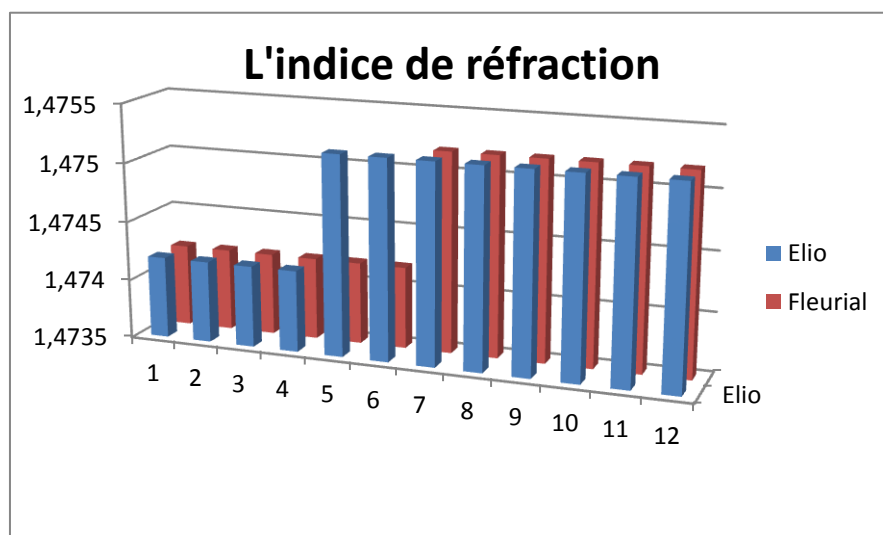


Figure N°14 : Evolution de l'indice de réfraction au cours de friture

D'après les résultats illustrés dans l'histogramme, nous remarquons que les moyennes des indices de réfraction pour les deux huiles sont comparables (1.475) pour Elio et 1.474 pour Fleurial.

L'évolution de l'indice de réfraction est stable jusqu'au 4^{ème} et 6^{ème} friture pour les huiles elio et fleurial respectivement. Donc, l'huile fleuriale résiste mieux au traitement thermique comparativement à l'huile Elio.

L'indice de réfraction nous renseigne sur la pureté et le groupe de l'huile. Il dépend de la composition chimique des huiles et de la température.

Lorsqu'une huile n'est pas soumise à de bonnes conditions de conservation, sa qualité peut se détériorer de diverses manières, mais le plus souvent par hydrolyse ou par oxydation. Dans ce cas, elle devient impropre à la consommation.

2. La viscosité :

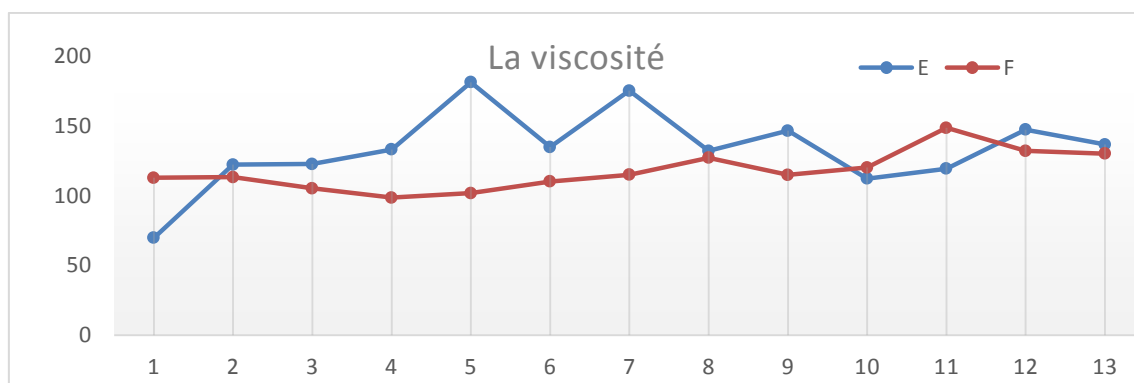


Figure N°15 :Evolution de la viscosité au cours de friture

D'après les résultats obtenus nous remarquons que la viscosité augmente au cours de friture. Elle passe de 69.8pas.s à 181.1pas.s pour Elio et de 98.5pas.s à 148.5pas.s. pour Fleurial.

L'évolution de la viscosité au cours de friture est plus remarquable (à partir de 5^{ème} friture) pour l'huile Elio (max est à 181 pa.s au cour de la 5^{ème} friture) , contrairement à l'huile fleurial qui a enregistré une augmentation modérée de la viscosité lors de friture, la viscosité a atteint le max au bout de la 11^{ème} friture (148,5) .

La viscosité des acides gras et des triglycérides est liée à leurs structures, à la longueur de la chaîne et à leur saturation. Elle augmente avec le poids moléculaire et diminue avec l'augmentation de l'insaturation. La viscosité des huiles est relativement très élevée.(K BENSEGHIER et O.KHAMED. 2014).

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

3. La densité :

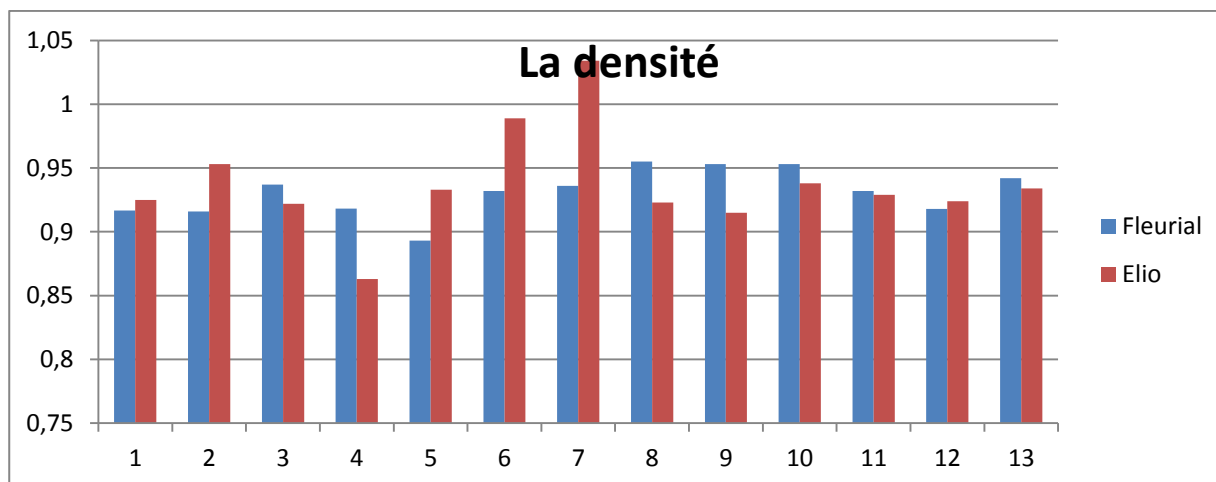


Figure N°16 : Evolution de la densité relative au cours de friture

D'après les résultats obtenus, nous avons enregistré un changement de densité pour les deux huiles au cours de 12 cycles de fritures.

Nous remarquons que les résultats des moyennes des densités relatives (d_{20}^{20}) des deux huiles sont pas stables. Pour l'huile de fleurial, la densité varie de 0.916 à 0.955 (max obtenue pour la 8^{ème}, 9^{ème} et 10^{ème} friture. Pour l'huile fleurial, d'après la **figure 16**, le densité évolue en dent de scie, où nous avons une augmentation remarquable vers la 7^{ème} friture (1.034).

Il en ressort de notre étude une diminution de la densité des deux huiles de fritures :fleurial et elio respectivement à partir de 11^{ème} (0.918)et 8^{ème} (0.915) friture.

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

La masse volumique, désignée souvent par l'appellation densité, dépend de la température et de la composition chimique de l'huile. La diminution de la densité des AG et des glycérides est proportionnelle à leur poids moléculaires et inversement proportionnelle à leurs degrés d'insaturation (ANONYME4, 2012). Par ailleurs, la densité d'une huile est fonction non seulement de son insaturation mais aussi de son état d'oxydation ou de polymérisation (ANONYME4, 2012). Selon GERTZ (2008), l'élévation de la densité au cours des fritures répétées est due à la polymérisation des TG.

Cependant, nos résultats sont plus élevés que ceux obtenus par **HAMRANI et NAIT AMER (2014)** ; ils ont noté des valeurs de 0.849 et 0.858 respectivement pour la 1ère et la 10ème friture .

La teneur élevée en AGI pour l'huile Elio, aurait favorisé sa sensibilité à la thermo- oxydation.

4. Indice de peroxyde :

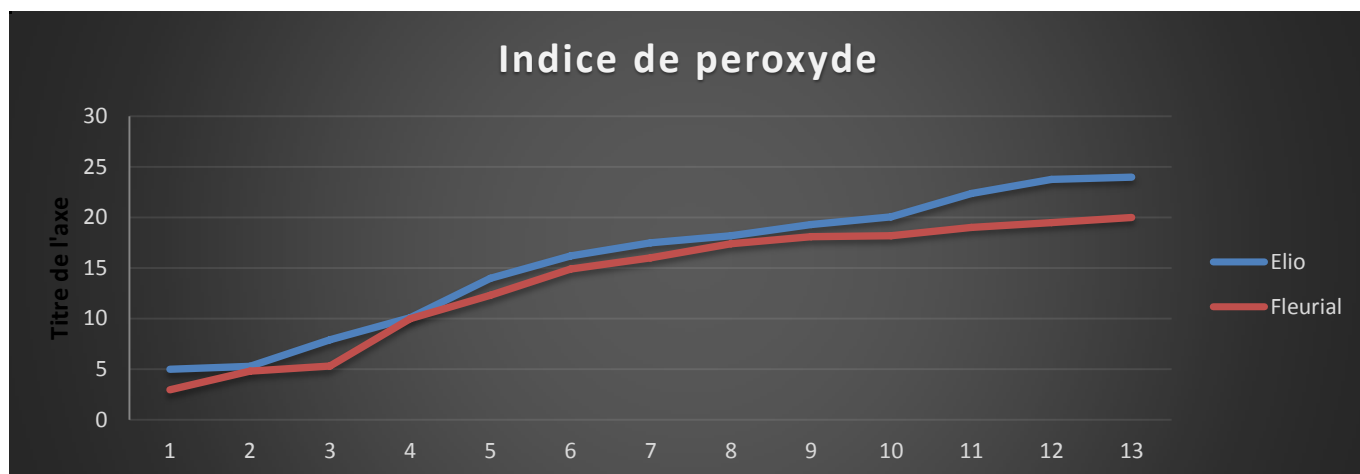


Figure N°17 : Evolution de l'indice de peroxyde au cours de friture

Le ministère de commerce algérien avait fixé le nombre d'indice de peroxyde sur les huiles de fritures à 20meq O₂ /kg . (DGCERF; 2012).

Les deux huiles (ELIO, FLEURIAL) présentent des d'indices de peroxyde comparables et qui sont conformes aux normes avant la friture.

Au départ les IP sont 4,98 et 2.96 meq O₂ / kg Elio et Fleurial respectivement , après les cycles de chauffage l'IP a augmenté vers 5,28 meq O₂ / kg pour ELIO et 4.81 méq O₂ / kg pour FLEURIAL au cours de la 1^{ère} friture.

Depuis la 1^{ère} friture jusqu'à 10^{ème} friture, nous avons enregistré des valeurs de l'IP qui sont toujours conformes aux normes.

Ces résultats illustré dans l'histogramme , montre une augmentation significative d'indice de peroxyde au cours de 12 cycle de friture pour les deux huiles, où nous avons enregistré des valeurs qui sont toujours dans la norme pour l'huile FLEURIAL, contrairement à l'huile de commerce ELIO, qui présente des valeurs qui dépassent la norme à partir de la 11^{ème} friture et 12^{ème} friture (22.37meqO₂ / kget 23.77meq O₂ / kg).

Au contact de l'oxygène de l'air, il ya apparition d'arômes et de changement de couleurs, souvent indésirables, dans les huiles de friture ou dans le produits frits. Ces composés d'oxydation indésirables dérivent des hydro peroxydes, composés primaires de l'oxydation. Les réactions en chaînes responsables de leur formation sont auto catalysées, car initiées par l'apparition de composés radicalaires, issus eux-mêmes de l'oxydation des triglycérides du bain. Les cations métalliques comme le fer ou le cuivre peuvent aussi initier et accélérer les réactions d'oxydation (**Melton et al. (1994), Perkins (1988), Stevenson et al. (1984))**).

L'eau relâchée par les aliments lors de la friture attaque l'huile et libère des composés polaires plus susceptibles à l'oxydation et à la détérioration thermique qui s'accumulent au fil du temps. Le mode d'utilisation affecte ainsi la qualité de l'huile. La température critique à ne jamais atteindre ou dépasser est de 200°C (392 °F). Pour chaque 10°C (50°F) supérieur à 200°C (392°F) atteint, l'huile vieillira jusqu'à deux fois plus vite (**Delagoutte, 2007**). Les variations de températures augmentent l'oxydation de l'huile (**Varela et al, 1988**).

En effet nos conditions de chauffage peuvent provoquer la polymérisation et la cyclisation soit par l'intervention de l'oxygène, soit par l'intermédiaire de la formation de peroxydes. Il faut donc tenir compte, non seulement de l'oxydation pendant le chauffage mais aussi de la teneur initiale en peroxyde de l'huile de friture (CUSTOT,1960).

Selon **Uzzan et Loury (1958)**, le chauffage et le refroidissement répétés alternativement favorisent l'altération des graisses car les peroxydes se forment au cours du refroidissement pour disparaître en partie au chauffage.

5. Indice d'acide :

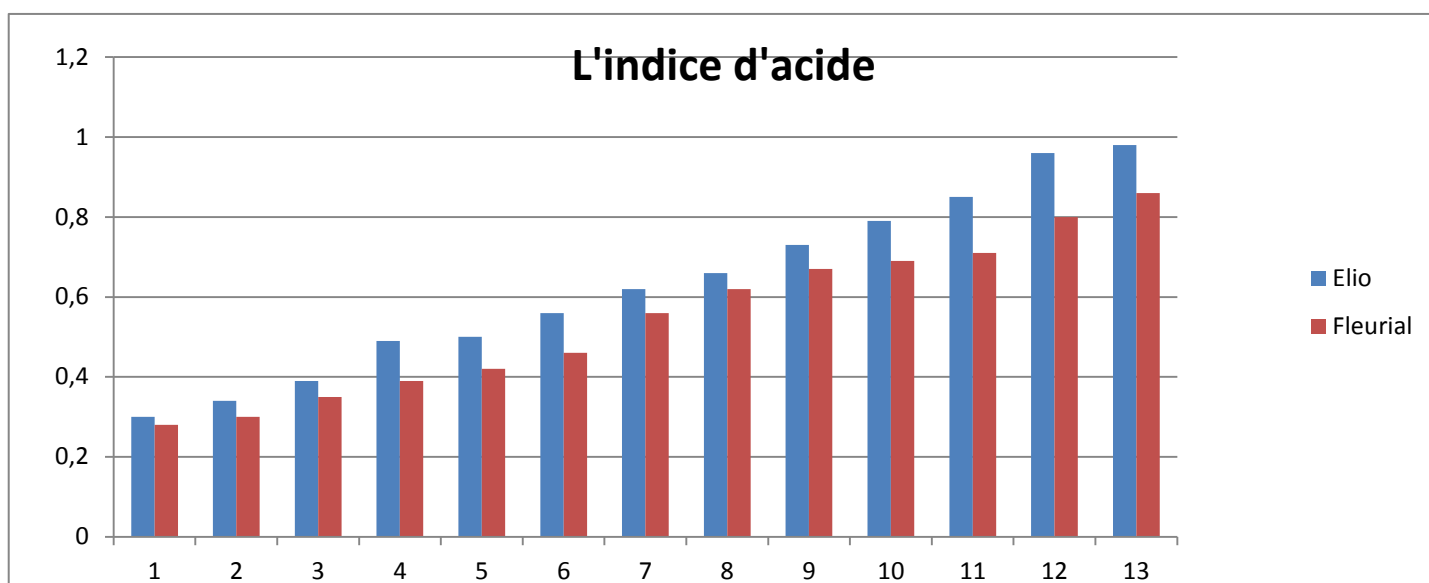


Figure N°18: Evolution de l'indice d'acide au cours de friture.

L'histogramme illustré dans la figure ci-dessus, révèle une augmentation graduelle de l'acidité pour les deux huiles au cours de 12 cycles de friture. En effet nous avons relevé les variations suivantes :

- ✓ L'acidité a doublé de 6 dernières fritures par rapport aux six premières fritures.
- ✓ Elio a montré une valeur double après 12 fritures.
- ✓ Fleurial présente la une plus grande valeur au bout de 12 fritures.

Cette augmentation peut se justifier par : l'huile peut s'altérer et son acidité augmente suite à la libération d'acides gras par hydrolyse des triglycérides.

6. Résultats d'analyses par spectroscopie infrarouge :

La Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (ou FTIR : Fourier Transformed Infra Red spectroscopy) est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet, via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le matériau. Lorsque la longueur d'onde (l'énergie) apportée par le faisceau lumineux est voisine de l'énergie de vibration de la molécule, cette dernière va absorber le rayonnement et une diminution de l'intensité réfléchiée ou transmise est enregistrée.

Les résultats d'analyse par spectroscopie IR sont représentés par les spectres et tableaux suivantes pour chaque types d'huile :

1- Huile Fleurial

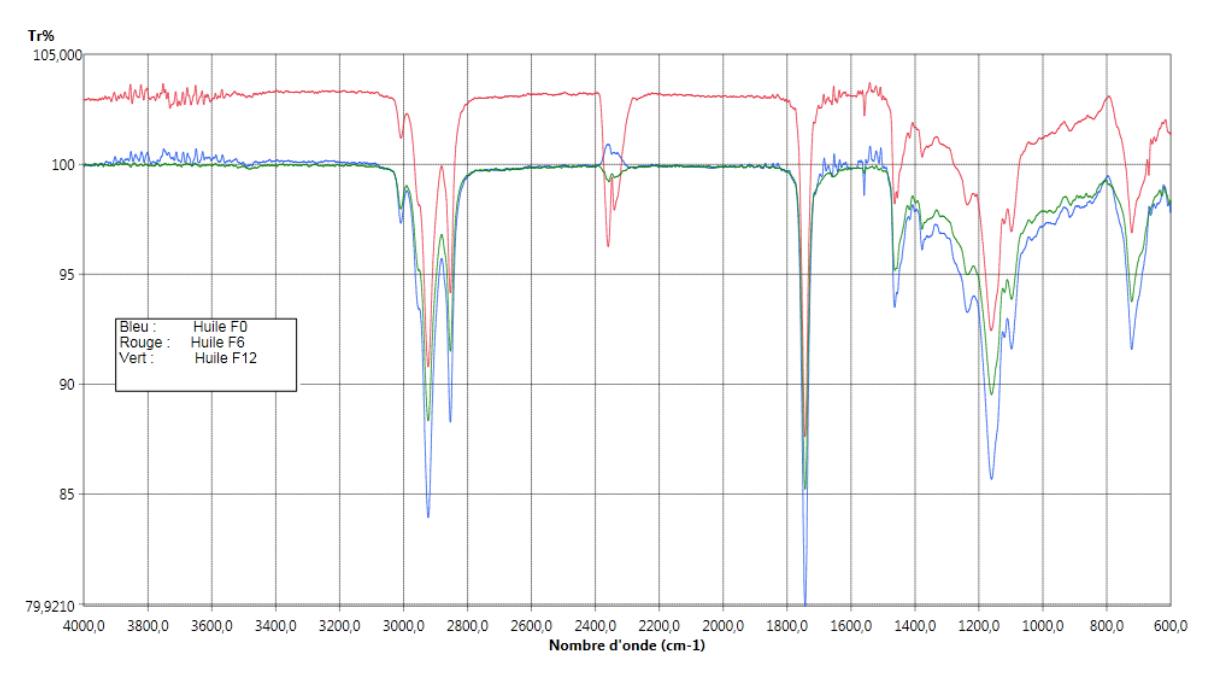


Figure N°19 : spectre Infra rouge d'huile Fleurial au cours de friture(F0,F6,F12)

• Huile Fleurial : (avant friture : F 0)

Groupe ment	Liaison	Nombre d'onde	%
-	-	5714	29,521
-	-	5644	29,869
-	-	5523	30,42
		4665	33,295
		4621	33,407
-		4338	34,547
-		4254	34,709
-		4048	34,72
-		3753	37,05

Amines primaires	NH	3448	34,562
Aromatiques	CH	3062	32,973
CH2(Alcènes)	Ch	3026	31,655
CH3(Alcanes)	CH	2921	26,041
CH2	CH	2852	30,534
CH2	CH	2340	45,156
Aromatiques	CH	1946	45,089
Aromatiques	CH	1874	46,153
Aromatiques	CH	1805	46,713
Acides	C=O	1745	47,335
Amides Primaires	C=O	1664	48,06
Aromatiques	C=C	1599	41,83
Amines secondaires	N-H	1544	48,966
Amines secondaires	NH	1491	40,984
CH3(Alcanes)	CH	1450	38,124
Acides	OH	1370	44,72
Acides	CO	1186	49,104
Esters	CO CO	1069	48,734
Amines	CN	1026	47,275
		974	52,087

D'après le tableau, nous constatons la présence des acides et des esters comme produits majoritaires avec des pourcentage respectifs (49.10 et 48.73%). D'autres composés sont identifiés dans cette huile (CH3 :Alcanes avec 26,04 % et AlcèneCH2 avec un taux de 30%).

- Huile Fleurial (:au cours de 6^{ème} friture :F6)

Groupe ment	Liaison	Nombre d'onde	%
CH2(Alcènes)	CH	3008	101,192
CH3(Alcanes)	CH	2923	90,795
CH2	CH	2854	94,161
		2360	96,266
		2341	97,926
Esters aliphatiques	C=O	1744	87,631
Aromatiques	C=C	1559	102,212
CH3(Alcanes)	C-H	1464	98,202
CH3(Alcanes)	C-H	1417	101,195
Acides	OH	1378	100,337
Amines aromatiques	CN	1359	100,773
Amines aromatiques	CN	1236	89,165
Acides	C-O	1162	92,444
Ether	C-O	1121	97,308
Ether	C-O	1099	96,944
Amines	C-N	1030	100,922
Amines	C-N	1005	101,153
		987	101,28
		963	101,391
	C-H	916	101,516
Aromatiques	C-H	841	102,049
Aromatiques	N-H	722	96,89
Amines primaires	N-H	669	99,502
Amines primaires		658	100,933
		647	101,057
		622	101,855

Une augmentation de pourcentage des composés aromatiques, des alcanes, les acides initialement présents dans l'huile avant friture. Un nouveau composé est apparu (ether avec un pourcentage de 97.30%).

• Huile Fleurial : (au cours de 12^{ème} friture : F12)

Groupement	Liaison	Nombre d'onde	%
CH2(Alcènes)	C-H	3009	97,979
CH3(Alcanes)	CH	2923	88,345
CH2	CH	2854	91,506
Aldéhydes	CH	2358	99,21
Aromatiques	CH	1744	85,233
Aromatiques	CH	1763	95,177
CH3(Alcanes)	CH	1417	97,938
Alcools	O-H	1398	98,254
Alcools	O-H	1378	97,052
Amines aromatiques	C-N	1320	97,62
Amines aromatiques	C-N	1236	94,997
Acides	C-O	1161	89,536
Acides	C-O	1120	94,182
Esters	C-O	1098	93,868
Acides	O-H	1035	97,326
		987	97,801
		968	97,797
		913	98,138
Aromatiques	C-H	888	98,474
Aromatiques	C-H	878	98,471
Aromatiques	C-H	858	98,509
Aromatiques	C-H	846	98,478
		722	93,753
		628	98,556

Au cours de la 12^{ème} friture, il y a apparition de nouveaux composés qui sont : les aldéhydes et les alcools avec des pourcentages de 99.2% et 97% respectivement.

Nous n'avons pas enregistré des variations importantes concernant les composés aromatiques et les acides.

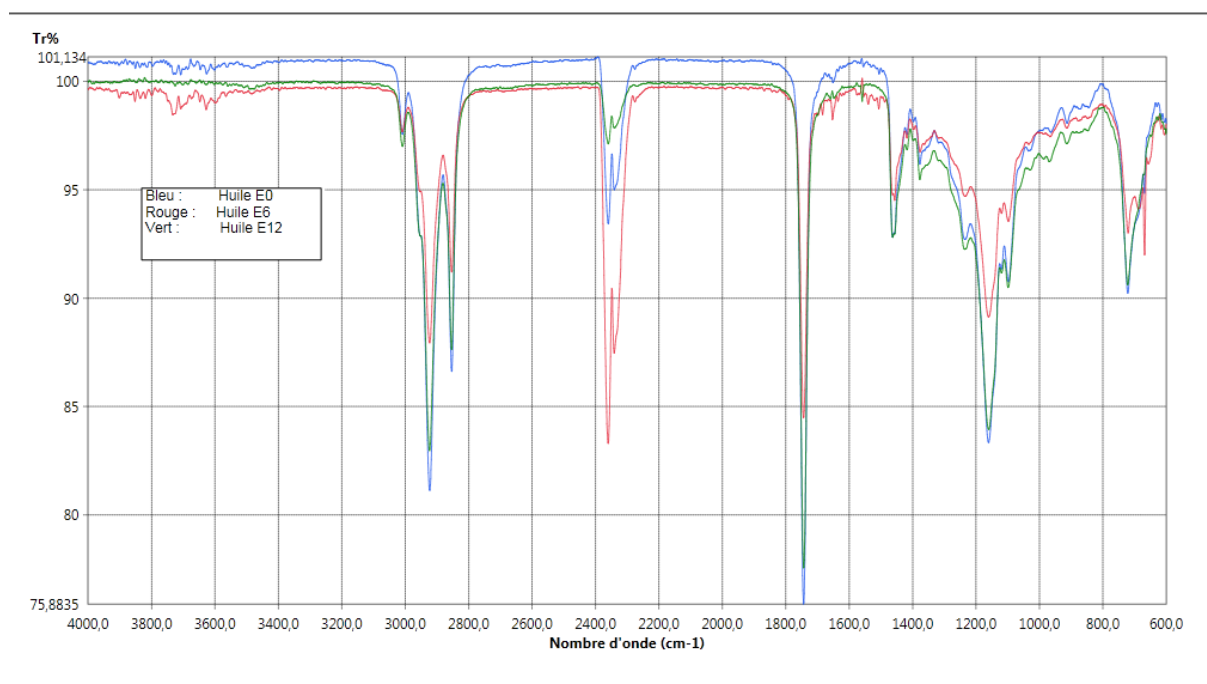


Figure N°20: spectre Infra rouge d'huile Elio au cours de friture (F0, F6, F12)

• **Huile Elio : (avant friture : E0)**

Nombre d'onde	%	Liaison
3009,0 cm-1	97,560	Alkenes C=CH ₂
2923,0 cm-1	81,122	Ctet H
2854,0 cm-1	86,618	Ctet H
2360,0 cm-1	93,438	P H phosphine
2341,0 cm-1	94,996	P H phosphine
1744,0 cm-1	75,883	Acide carboxyliques et dérivés C=O
1652,0 cm-1	99,953	Alcènes C=C
1418,0 cm-1	97,554	Alcools et phénols O H
1398,0 cm-1	98,151	Alcools et Phénols O H
1377,0 cm-1	96,189	Alcools et Phénols O H
1318,0 cm-1	97,166	Solfone S O
1235,0 cm-1	92,719	Alcools et Phénols C O
1161,0 cm-1	83,338	Acides carboxyliques et dérivés O C
1120,0 cm-1	91,343	Phosphate P OR

1098,0 cm-1	90,760	Acides carboxyliques et dérivés O C
1034,0 cm-1	96,794	Acides carboxyliques et dérivés O C
964,0 cm-19	97,656	Oxyde d'amine aliphatique
913,0 cm-1	98,073	Ester P OR
844,0 cm-19	98,803	Alcènes
844,0 cm-1	90,234	Alcènes
669,0 cm-1	94 ,841	Alcynes C H

- Huile ELIO : (au cours de 6^{ème} friture : E6)

Longor d'ondes	Tr	Liaison
3727,0 cm-1	98,983	
3010,0 cm-1	97,810	Ctri H
2923,0 cm-1	88,039	Alcanes CH ₃ ,CH ₂ et CH
2854,0 cm-1	91,280	Alcanes CH ₃ ,CH ₂ et CH
2360,0 cm-1	83,898	Phosphine P H
2341,0 cm-1	87,929	Phosphine P H
1744,0 cm-1	84,873	Acides carboxyliques et dérivés C O
1559,0 cm-1	98,810	Amines cisaillement (1°-amines)
1463,0 cm-1	95,113	Alcanes CH ₂ et CH ₃
1417,0 cm-1	97,857	Acools et Phénols O H
1378,0 cm-1	96,947	Alcools et phénols O H
1234,0 cm-1	94,778	Alcools et phénols C O
1161,0 cm-1	89,154	Acides carboxyliques et dérivés O-C (2-bandes)
1120,0 cm-1	94,034	Alcools et Phénols C O
1098,0 cm-1	93,562	Amines C N
1034,0 cm-1	97,216	Amines C N
988,0 cm-1	97,673	Alcanes =C-H & =CH ₂
967,0 cm-1	97,534	Esters P-OR
913,0 cm-1	97 ,934	EstrsP-OR
869,0 cm-1	98,414	Alcènes déformation hors du plan)
859,0 cm-1	98,414	Alcènes déformation hors plan
845,0 cm-1	98,349	Amines NH ₂ & N-H oscillation (déplacement sur les

		liaisons H)
721,0 cm⁻¹	93,230	Alcanes CH ₂ balancement
684,0 cm⁻¹	94,207	Alcènes cis- RCH=CHR
669,0 cm⁻¹	92,386	Alcynes C-H
655,0 cm⁻¹	96,359	Alcynes C H
607,0 cm⁻¹	97,804	Alcynes C-H

• **Huile ELIO : (au cours de 12^{ème} friture : E12)**

Nombre d'onde	Tr	Liaison
3009,0 cm⁻¹	97,008	Alcènes C=CH ₂
2923,0 cm⁻¹	82,966	Alcanes CH ₃ ,CH ₂ et CH
2854,0 cm⁻¹	87,627	Alcanes CH ₃ ,CH ₂ et CH
2360,0 cm⁻¹	97,122	Silane Si-H
2341,0 cm⁻¹	97,870	Silane Si-H
1744,0 cm⁻¹	77,555	Acides carboxyliques et dérivés C=O
1659,0 cm⁻¹	99,185	Alcènes C=C
1648,0 cm⁻¹	99,220	Alcènes C=C
1559,0 cm⁻¹	99,084	Amines NH ₂ (1° - amines)
1463,0 cm⁻¹	92,812	Alcanes CH ₂ et CH ₃
1418,0 cm⁻¹	96,844	Alcanes CH ₂ ET CH ₃
1398,0 cm⁻¹	97,278	Alcanes CH ₂ et CH ₃
1377,0 cm⁻¹	95,475	Alcanes CH ₂ et CH ₃
1236,0 cm⁻¹	92,259	Alcools et phénols C- O
1160,0 cm⁻¹	83,947	Amines C-N
1120,0 cm⁻¹	91,166	Alcools et Phénols C- O
1099,0 cm⁻¹	90,496	Amines C-N
1030,0 cm⁻¹	95,919	Amines C-N
987,0 cm⁻¹	96,429	Alcanes =C-H et =CH ₂
969,0 cm⁻¹	96,300	Alcanes =C-H et =CH ₂
914,0 cm⁻¹	97,127	Alcanes =C-H et =CH ₂
889,0 cm⁻¹	97,638	Alcanes =C-H et =CH ₂
876,0 cm⁻¹	97,621	Arènes déformation C-H
847,0 cm⁻¹	97,724	Arènes déformation C-H
809,0 cm⁻¹	98,733	Arènes déformation

		C-H
722,0 cm⁻¹	90,620	Alcanes CH ₂
626,0 cm⁻¹	98,212	balancement Alcynes C-H déformation

Avant friture, nous avons la présence des acides carboxyliques, des esters et des alcools et phénols, comme produits majoritaires.

Au cours de 6^{ème} et 12^{ème} friture, nous avons apparition de nouveaux composés (les alcanes, les amines, les sillenes, les solfones), avec diminution des pourcentages des acides carboxyliques, des alcools et phénols). Nous avons constaté la disparition du pic correspondant aux esters.

Le taux d'impureté renseigne sur la pureté des huiles étudiées. En effet, les résultats obtenus montrent que les moyennes des valeurs trouvées pour ces deux paramètres de qualité sont conformes à la norme exigée. On peut confirmer que ces huiles de tables peuvent être employées dans le domaine culinaire, soit dans l'assaisonnement, la cuisson et même la friture mais à des températures qui ne doivent pas atteindre leurs points de fumée.

7. Activité antioxydante :

La capacité anti oxydante des deux huiles à neutraliser le DPPH est donné par figure suivante :

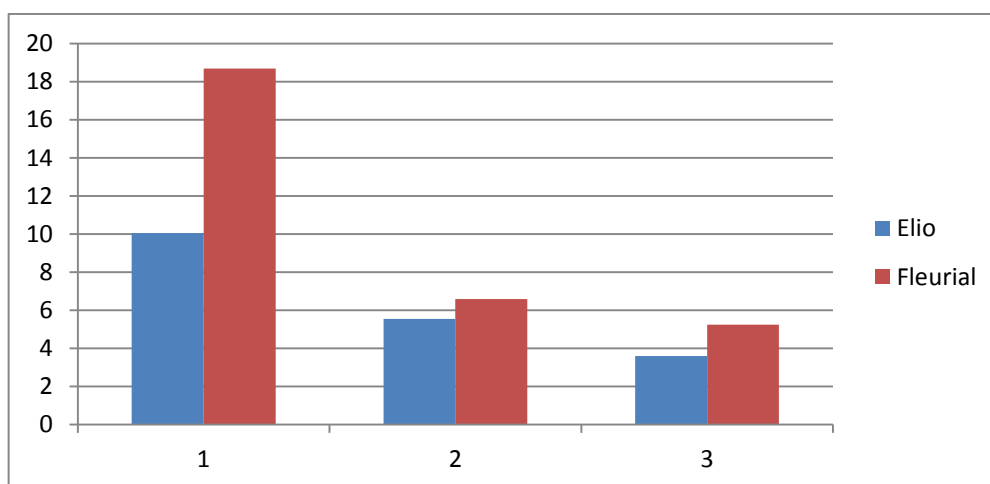


Figure N°:Evolution de l'activité anti oxydante des deux huiles

L'une des méthodes qui peut être utilisée pour retarder ou inhiber l'oxydation des acides gras est l'utilisation d'antioxydants.

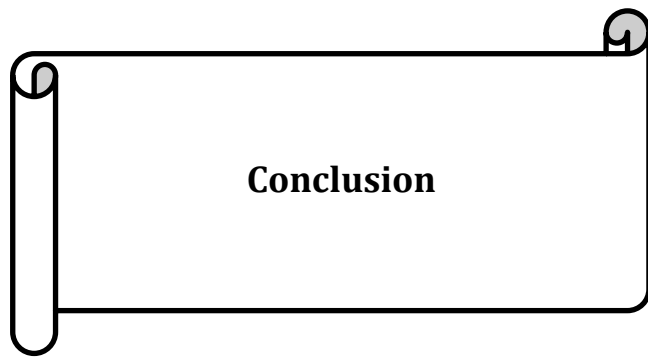
La méthode au DPPH est basée sur la réduction de ce radical en présence d'un antioxydant qui cède un proton ou un électron. La solution de DPPH de couleur violet montre une absorption maximale à 517

nm, en présence d'un antioxydant l'absorption diminue et la décoloration de la solution est stochiométrique. Donc, la capacité de réduction de DPPH· est estimée par la diminution de l'absorbance induite par les antioxydants présents dans les extraits phénoliques.

Au cours de la friture, l'activité antioxydante diminue pour les deux huiles. On remarque que l'huile Fleurial a capacité d'inhiber le DPPH plus importante que Elio.

Un antioxydant est une substance qui, lorsqu'elle se retrouve à faible concentration dans un substrat oxydable, peut retarder ou inhiber, de façon significative, l'oxydation de ce substrat (Gutteridge, 1994). En industrie alimentaire, les antioxydants sont utilisés pour prévenir la détérioration de la qualité des produits et maintenir leur valeur nutritive.

L'activité des antioxydants dépend des aliments dans lesquels ils sont ajoutés, de la concentration utilisée, de la quantité d'oxygène présent et de la présence de catalyseur d'oxydation (ions métalliques), ainsi que de la présence de molécules synergiques (McClements et Decker, 2007). Leur activité dans les huiles dépend également de leur stabilité thermique et de leur volatilité.



Conclusion :

Au cours de cette étude, le contrôle de qualité de différents échantillons d'huiles végétales Alimentaires Elio et Fleurial, de large consommation en Algérie, a été effectué.

Il repose sur la détermination des caractéristiques organoleptiques (consistance, couleur et odeur) et physico-chimiques de ces huiles avant et après friture .

Les analyses des indices de qualités (indice d'acide, indice de peroxyde, indice de saponification, indice d'ester et indice de réfraction) présentent des résultats qui répondent aux normes exigées par le "CODEX STAN 210-1999" pour les huiles alimentaires étudiées.

L'évaluation du caractère organoleptique pour les deux huiles étudiées présente une consistance liquide, une couleur allant de jaune à jaune clair et une odeur conformément prononcée à leur composition.

Les résultats obtenus ont révélé plusieurs modifications dans la composition des huiles des bains de fritures qui se traduit par la modification des critères de qualité de ces huiles au cours de douze cycle de friture . Ces modifications sont dues à l'action de la chaleur appliquée, de l'oxygène et l'effet de l'hydrolyse. Le niveau d'altération de ces huiles augmente avec le nombre de fritures.

La viscosité des huiles augmente; cela pourrait être due à la réaction de polymérisation catalysée par la température élevée appliquée (180°C) .), l'accroissement de la viscosité de l'huile au cours des fritures répétées serait due à la formation des composés secondaires non volatiles de haut poids moléculaire (les polymères) ; cette augmentation de la viscosité confère à l'huile une consistance sirupeuse.

L'augmentation de l'acidité sous l'effet des réactions d'hydrolyses traduit aussi la détérioration de ces huiles.

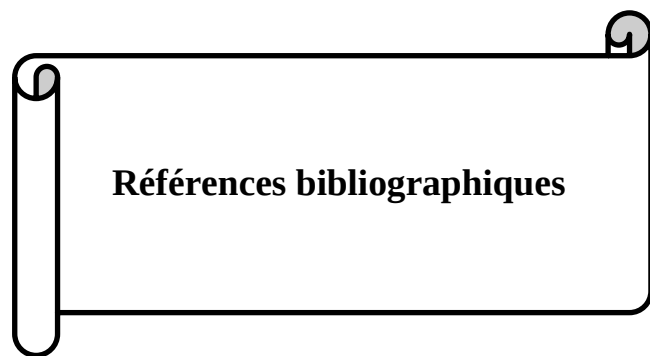
L'indice de peroxyde augmente au cours de 12 fritures, cela est due à la formation des produits secondaires d'oxydation . En effet nos conditions de chauffage peuvent provoquer la polymérisation et la cyclisation soit par l'intervention de l'oxygène, soit par l'intermédiaire de la formation de peroxydes. Il faut donc tenir compte, non seulement de l'oxydation pendant le chauffage mais aussi de la teneur initiale en peroxyde de l'huile de friture.

A la lumière des résultats obtenus, nous pouvons dire que la consommation des huiles fritures et des aliments frais est sans danger pour la santé à condition qu'elle reste modérée.

Toutefois, il est recommandé de:

- contrôler le nombre d'utilisation des bains de friture ;
- contrôler la température de cuisson ;

- changer régulièrement l'huile de friture ;
- préférer des huiles peu insaturées qui résiste mieux à une température de cuisson élevée .



Références bibliographiques

Références bibliographiques :

Anne-Virginie AVELLAN Carine ALFOS Institut des corps gras (Iterg), rue Monge, Parc Industriel, 33600 Pessac (France) c.alfos@iterg.com

Antolovich, M., Prenzler, P. D., Patsalides, E., McDonald, S., et Robards, K. (2002). Methods for testing antioxidant activity. *Analyst*, 127(1), 183-198.

BARKA.A .2016 Evaluation des indices de nature physico-chimique de quelques huiles alimentaires de friture et impact sur la santé du consommateur .Mémoire de fin d'étude université de Tlemcen

Benaissa A .thèse doctorat (Etude de la dégradation photocatalytique d'un colorant synthétique et d'un tensioactif) Université Mentouri Constantine 2011.

BENSEGHIER. K et KHAMED .O 2014. huiles alimentaires de graines pinus pinea extraction et caractérisation physicochimique mémoire fin d'étude université de Ouargla

Berset et Cuvelier, 1996. Méthodes d'évaluation du degré d'oxydation des lipides et de mesure du pouvoir antioxydant. *Science des Aliments*, 16: 219-45.

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

Bouchon P. 2009 Understanding Oil Absorption during Deep Fat Frying. *Advances in Food and Nutrition Research*, 37(5): 209-234.

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

Chekroune, 2013. Détermination de la capacité antioxydante des huiles végétales : Huile d'olive
Mémoire du master en Chimie Option : Chimie Physique et Analytique Académique
Faculté des Sciences Département de Chimie, Université Abou Bekr Belkaid-Tlemcen

Codex alimentarius, 1993. Annexe V, avant-projet de norme pour les huiles végétales portant un nom scientifique. Compréhension des mécanismes des maladies et potentiel thérapeutique.
Actualité en chimie n° 270: 108-115

Custot F ,1960 . quelques problèmes posés par le chauffage des graisses alimentaires le cas des fritures. *Acta.chim.Hang*, 23 :203-225

Cuvelier M.E et Maillard, M.N ,2012 Stabilité des huiles alimentaires au cours de leur stockage *Oil seeds Fats Crops and Lipids*, 19(2): 125-132.

Delagoutte C., 2007. Huiles de friture et dangers, *La Cuisine Collective*, n° 205.

DGCERF, 2012 Guide de contrôle des huiles de friture.

EVARD .J, BAUDET. J et BURGHART. P. Conditionnement transformation

Gutteridge, J. M. (1994). Biological origin of free radicals, and mechanisms of antioxidant protection. *Chemico-biological interactions*, 91(2-3), 133-140.

Harwoode J., et Aparicio R., 2000. Handbook of olive oil- Analysis and properties, An Aspen publication, Ed. Aspen Publishers Inc. Gaithersburg, Maryland, USA, 620p. **Josephson D.B. et Lindsay R.C., 1986.** Enzymic Generation of Volatile Aroma Compounds from Fresh Fish. *Biogenesis of Aromas*, 30: 201-219.

KARLESRIND ,1992 Manuel des corps gras Tome Ed.Tec et doc .paris,1992,p1-1565

Kartika, 2005. Nouveau procédé de fractionnement des graines de tournesol : Expression et extraction en extrudeur bi-vis, purification par ultrafiltration de l'huile de tournesol.
Thèse de Docteur Sciences des Agroressources de l'Institut National Polytechnique de Toulouse

Le Floch E., Acker P., Ramel P., Lanteaume M. T., Le Clerc A. M. 1968 Les effets d'un chauffage de type culinaire sur les principaux corps gras alimentaires. Ses incidences physiologiques et nutritionnelles. *Ann.Nut. Alim.*, 22: 249-265.

Mellema,2003, Mechanism and reduction of fat uptake in deep-fat fried food. *Trends in Food Science and Technology* 14: 364-373

Melton, S., Jafar, S., Sykes, D., et Trigiano, M. (1994). Review of stability measurements for frying oils and fried food flavor. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 71(12), 1301-1308.

Mémoire ,Maitrise en science et technologie des aliments ,université laval Québec ,canada

McClements, D., J., Decker, E., (2007). Lipids. In Fennema's Food Chemistry, Fourth ed.; Damodaran, S.; Parkin, K.; Fennema, O. R., Eds. CRC Press: New York, p58.

Morin O., Pages-Xatart-Pares X., 2012. Huiles et corps gras végétaux: ressources fonctionnelles et intérêt nutritionnel. *OCL*, 19(2): 63-75.

NJUSSA.M 1999 Étude des propriétés physico-chimiques des huiles végétales camerounaises. Mémoire de fin d'étude .

Noguchi N., 2002. The specificity of lipoxygenase-catalyzed lipid peroxidation and the effects of radical scavenging antioxidants. *Biol. Chem.*, 383: 619-626.

OCL VOL 19 N8 2 mars-avril 2012

Organisation mondiale de la santé, 2006, http://whqlibdoc.who.int/trs/WHO_TRS_930_eng.pdf

Pereira E.D.J., Panek A.D., Eleutherio E.C.A., 2003. Protection against oxidation during déshydratation of yeast. *Cell Stress Chaperone*, 8: 120-124.

Platon JF.(1988). Raffinage de l'huile de soja. American Soybean Association. p 3-30.

Rasolohery C. A., 2007. Etude des variations de la teneur en isoflavones et de leur composition dans le germe et le cotylédon de la graine de soja [*Glycine max* (L.)Merrill].
Thèse de doctorat de l'institut national polytechnique de Toulouse, pp13-43.

Rossell J.B.2001 Frying, improving quality. Boca Raton, FL: CRC Press, p 369.

Saguy I.S., Dana D., 2003. Integrated approach to deep fat frying: engineering, nutrition, health and consumer aspect *Journal of Food Engineering*, 56:143-152.

SALT et al 2009 oxydative stability of edible vegetable oils enriched in polyphenols with olive leaf extract .*Food science and technology international* ,13,413,421.

Santé Canada, 2011, http://www.hc-sc.gc.ca/fn-an/securit/chem-chim/food-aliment/acrylamide/acrylamide_and_food-acrylamide_et_aliment-fra.php produits : Cahier Technique Tournesol Ed.CETIOM. 1986.)

Swisspatat, 2011. Document sur l'acrylamide. <http://www.kartoffel.ch/index.php?id=40&L=1>.

SNIMA service de normalisation industrielle.(2003) corps gras d'origine animale Et végétale –huiles d'agran .spécification ,Norme Marocaine NM 08.5.090.Rabat(Morocco).

Uzzan F,Loury M,1958 .les matières grasses destinées aux produits de boulangerie revue française corps gras ,5(233):206

Valorfrit supplément au journal des enfants n°1050 - Du 20/09/2013

Vanessa P., 2015. Développement d'antioxydants pour les huiles de friture et contribution à l'étude du mécanisme de formation des monomères cycliques à partir d'acides gras omega-3.
Mémoire, Maîtrise en sciences et technologie des aliments, Université Laval Québec, Canada.

Varela G., Bender A.E., Morton I.D., 1988. Frying of principals, changes, new approaches. New York : VCH.(Morton, I. D., ed.).Ellis Horwood. Chichester, p 202.

Ziaifar Aman Mohammad, 2008, Oil absorption during deep-fat frying : mechanisms and important factors, Industries des Sciences et Industries du Vivant et de l'Environnement (Agro Paris Tech), Thèse doctorale,

Harris Benson, Physique:3, Ondes, Optique et physique modern ,De Boeck, coll.'De Boeck supérieur' juin 2009, 4^e éd.