

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie  
Département des Sciences Alimentaires  
Filière : Sciences Biologiques  
Option : Bioprocédés et Technologie Alimentaire



Réf :.....

Mémoire de Fin de Cycle  
En vue de l'obtention du diplôme

## **MASTER**

### *Thème*

**Etude de la stabilité d'une huile de friture  
(essais avec des antioxydants : Acide  
citrique, BHT et huile de noyau de datte)**

Présenté par :

**Benamara Chafia & Ferrah Siham**

Soutenu le : **21 Juin 2017**

Devant le jury composé de :

M<sup>f</sup> MOKRANI A/R.

M<sup>me</sup> MERZOUK H.

M<sup>me</sup> GUERFI F.

M<sup>me</sup> DJAFERI K.

MAA

MAA

MAA

Président

Examinatrice

Promotrice

Invitée

**Année universitaire : 2016 / 2017**

# DÉDICACES

*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 mon très cher frère :*

*Zahir*

*A mes très chères sœurs :*

*Zahira, Sabrina et ma petite Warda*

*A tous mes amis :*

*Sophie, Sako ,Dida, Latifa, Mima, Mira, Tassila ,*

*Fayza, Lamia.*

*A ma camarade, ma copine, Chafia et à toute sa famille.*

*A tous les étudiants de la promotion BTA 2017.*

## SIHAM



# DÉDICACES

*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 mon très cher frère :*

*Mohamed*

*A mes très chères sœurs :*

*Tatou, Nawel, Zineb, Konou et Tina.*

*A mes nièces :*

*Sirine, Manel, Farah et Marwa*

*A mes neveux :*

*Adam et Yahya*

*A tous mes amies : Salwa, Sylvia,  
Kahina, Tassadit, Sonia, Nawel, Hadjira, Dalida, Wissam,  
Dalila, Aicha, Lamia, Tina, Biba , Amina,*

*Samia , Thiziri.*

*A ma camarade, ma copine, Siham et à toute sa famille.*

*A tous les étudiants de la promotion BTA 2017.*



CHAFIA

## *Liste des abréviations*

**A:** Acidité.

**AC:** Acide citrique.

**AG:** Acide gras.

**AGL:** Acides gras libre.

**AGPI:** Acide gras poly insaturé.

**BHA:** Butyl-Hydroxy-Anisole.

**BHT:** Butyl-Hydroxy-Toluène.

**C.G:** Corps gras.

**CO.G.B:** Corps gras de Bejaia.

**DG:** Diglycéride.

**DPPH:** 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl.

**HAC :** Huile avec l'acide citrique.

**HBHT :** Huile avec Butyl-Hydroxy-Toluène.

**HND :** Huile avec l'huile de noyaux de dattes.

**HND :** Huile de noyau de datte

**HT :** Huile témoin.

**Ip:** Indice de peroxyde.

**J:** Jaune / **R:** Rouge.

**Meq:** Milliéquivalent.

**MG:** Monoglycéride

**NE:** Norme de l'entreprise.

**Ó<sub>2</sub>:** Oxygène singulet

**TBHQ:** Tertiaire-butyl-hydroquinone.

## *Liste des tableaux*

<b>Tableaux</b>	<b>Titre</b>	<b>Page</b>
<b>I</b>	Composition en acide gras de l'huile de soja	5
<b>II</b>	Caractéristiques de l'acide citrique et BHT	16
<b>III</b>	Le rapport huile/ pomme de terre pendant le procédé de friture	18
<b>IV</b>	Caractéristique de l'huile de soja	24
<b>V</b>	Résultats de l'évolution de l'indice d'acide	25
<b>VI</b>	Résultats de l'évolution de l'indice de peroxyde	28
<b>VII</b>	Résultats de l'évolution de l'extinction spécifique	31
<b>VIII</b>	Résultats de l'évolution de la couleur	34
<b>IX</b>	Résultats du taux des composés polaires	35
<b>X</b>	Résultats du pourcentage d'inhibition de trois échantillons	37

## *Tableaux des annexes*

<b>Tableaux</b>	<b>Titre</b>	<b>annexe</b>
<b>I</b>	<b>Les indices de qualité de l'huile de friture (soja).</b>	<b>III</b>
<b>II</b>	<b>Les indices de qualité de l'huile de friture (soja) avec acide citrique à 50ppm et 100ppm.</b>	<b>III</b>
<b>III</b>	<b>Les indices de qualité de l'huile de friture (soja) avec BHT à 50ppm et 100ppm.</b>	<b>III</b>
<b>IV</b>	<b>Les indices de qualité de l'huile de friture (soja) avec l'huile de noyaux de dattes à 50ppm et 100ppm.</b>	<b>III</b>

## *Liste des Figures*

<b>Figures</b>	<b>Titre</b>	<b>Page</b>
<b>1</b>	Huile labelle	15
<b>2</b>	Photographie de : A) Dattes entières, B)Noyaux de datte s, C) poudre de noyaux de dattes	17
<b>3</b>	L'acidité de l'huile de soja (témoin et huile +AC) au cours de friture	26
<b>4</b>	L'acidité de l'huile de soja (témoin et huile +BHT) au cours de friture	26
<b>5</b>	L'acidité de l'huile de soja (témoin et huile +HND) au cours de friture	27
<b>6</b>	L'indice de peroxyde de l'huile de soja (témoin et huile +AC) au cours de friture.	29
<b>7</b>	L'indice de peroxyde de l'huile de soja (témoin et huile +BHT) au cours de friture.	29
<b>8</b>	L'indice de peroxyde de l'huile de soja (témoin et huile +HND) au cours de friture.	30
<b>9</b>	L'extinction à 232nm et 270nm pour l'huile témoin enrichie d'acide citrique.	32
<b>10</b>	L'extinction à 232nm et 270nm pour l'huile témoin enrichie de BHT	32
<b>11</b>	L'extinction à 232nm et 270nm pour l'huile témoin enrichie de HND	33
<b>12</b>	Les composés polaires au cours de friture.	36



## *Figures des annexes*

<b>Titre</b>	<b>annexe</b>
Trituration des graines de soja	I
Les appareils utilisés	II
Les fiches techniques	IV

# Table des matières

Liste des abréviations	
Liste des tableaux	
Liste des figures	
Introduction.....	1

## *Partie Théorique*

### **CHAPITRE I : Généralités sur les Corps Gras**

I. Généralités sur les Corps Gras	
I.1 Définition .....	3
I.2 Sources des corps gras .....	3
I.3 Constituants des lipides.....	3
I.3.1 Constituants majeurs .....	3
I.3.1.1 Triglycérides .....	3
I.3.1.2 Les acides gras.....	4
I.3.2 Constituants mineurs .....	4
I.3.2.1 Les phospholipides .....	4
I.3.2.2 Les stérides .....	4
I.3.2.3 Les cires .....	4
I.3.2.4 Les insaponifiables .....	4
II. Huile de soja .....	5
II.1 Définition .....	4
II.2 Composition de l'huile de soja .....	4
II.3 Raffinage de l'huile de soja .....	5
II.3.1 Différentes étapes du raffinage .....	6
II.3.1.1 Démucilagination ou dégommege .....	6
II.3.1.2 Neutralisation .....	6

II.3.1.3 Lavage .....	6
II.3.1.4 Séchage .....	6
II.3.1.5 Décoloration .....	7
II.3.1.6 Désodorisation .....	7

## **CHAPITRE II : La Stabilité des huiles**

I. L'oxydation .....	8
I.2. Mécanisme d'oxydation .....	8
I.2.1 Initiation .....	8
I.2.2 Propagation .....	8
I.2.3 Terminaison .....	9
I.3 Conséquences de l'oxydation .....	9
II. La friture .....	9
II.1 Modification au cours des fritures .....	9
II.1.1 Modification sur l'aliment .....	9
II.1.2 Modifications des huiles .....	10

## **CHAPITRE III : Les antioxydants**

I. Les antioxydants .....	11
I.1 Définition .....	11
I.2 Les radicaux libres .....	11
I.2.1 Principaux radicaux libres.....	11
I.2.2 Rôle des radicaux libre. ....	12
II.3 Utilisation des antioxydants .....	12
II.4 Classification des antioxydants .....	12
II.4.1 Antioxydants naturels .....	12
II.4.2 Antioxydants synthétiques .....	13
II.4.2.1 Antioxydants synergiques .....	13

*Parte Pratique*

**MATERIEL ET METHODES**

I. Présentation de l'unité .....	14
I.1 Historique .....	14
I.2 Production de l'unité .....	14
I.3 Présentation du laboratoire .....	14
I.4 Département de production .....	14
II. Protocole expérimentale .....	15
II.1 Choix de l'huile .....	15
II.2 Choix de l'aliment .....	15
II.3 Choix des antioxydants .....	15
II.3.1 Huile de noyau de datte .....	16
II.3.1.1 Description de la variété .....	17
II.3.1.2 Extraction de l'huile .....	17
III. Procédé de friture .....	18
IV. Détermination des paramètres physico-chimiques de l'huile de soja.....	19
IV.1 Détermination de l'indice d'acide.....	19
IV.2 Détermination de l'indice de peroxyde.....	20
IV.3 Détermination de la couleur.....	21
IV.4 Détermination de l'extinction.....	21
IV.5 Mesure des composés polaires .....	22
IV.6 Mesure de l'activité anti-radicalaire de l'huile contre le radical DPPH .....	22
V. L'analyse statistique .....	23

**RESULTATS ET DISCUSSION**

I. Caractérisation de l'huile de soja .....	24
II. Incorporation des antioxydants .....	24

III. Etude de l'évolution de la qualité de l'huile de soja au cours des fritures .....	25
III.1 Acidité .....	25
III.2 Indice de peroxyde .....	27
III.3 Extinction spécifique .....	31
III.4 La Couleur .....	34
III.5 Composés polaires .....	35
III.6 Activité anti-radicalaire de l'huile contre le radical DPPH .....	37
Conclusion.....	39
Références bibliographiques	
Annexes	

# INTRODUCTION



## Introduction

Les huiles végétales jouent un rôle essentiel dans notre alimentation. Elles assurent tout d'abord une fonction nutritionnelle et énergétique. Elles sont des sources d'acides gras indispensables, en particulier d'acide linoléique (oméga 6), et d'acide alpha-linolénique (oméga 3), elles contribuent à la qualité organoleptique des produits, en leurs apportant une texture onctueuse, un aspect brillant et une flaveur spécifique. Enfin, elles assurent des fonctions technologiques, en particulier comme moyens de transfert de chaleur en cuisson (exemple des huiles de friture) (Cuvelier et Maillard, 2012). Leur devenir au cours des opérations de friture dépend des conditions de mise en œuvre en particulier la température au bain de friture qui est en moyen 180°C, la durée de chauffage, le nombre de cycles et le type d'aliment. Malheureusement, la plupart des huiles végétales sont instables en raison de leur susceptibilité d'altérations lipidiques. Tel que l'oxydation qui peut se produire sur les acides gras insaturés (Combe et Rossignol-Casterab, 2010 ; Alais et Linden, 2008). Il est donc parfois nécessaire de leurs adjoindre certains composés (antioxydants) (Cuvelier et Maillard, 2012).

Les antioxydants sont largement utilisés comme additifs dans les matières grasses et les huiles de l'industrie alimentaire, pour empêcher ou retarder l'altération des aliments d'un autre côté, Les antioxydants naturels et synthétiques tout comme n'importe quel autre constituant alimentaire, ne sont plus sains lorsqu'ils sont consommés en excès, il est donc nécessaire d'imposer des réglementations aux fabricants.

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).

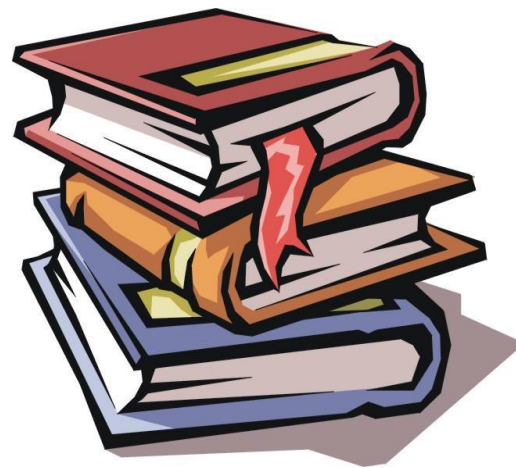
Parmi les antioxydants commerciaux à la fois des composés naturels et synthétiques sont utilisés. Les antioxydants synthétiques sont principalement des composés phénoliques comme les butylés hydroxytoluène (BHT), l'hydroxyanisole butylé (BHA), le tert-butyle l'hydroquinone (TBHQ). Et des antioxydants naturels tel que les tocophérols sont encore utilisés dans les industries alimentaires (Andjelkovic, 2006 ; Azzi et Stocker, 2000 ; Maeda et DellaPenna, 2007 ; Pattono et *al.*, 2009).

Le présent travail a pour objet d'étudier la stabilité d'une huile de friture en incorporant des composés qui jouent un rôle d'antioxydants (acide citrique, BHT, huile de noyau de datte). Ce mémoire est divisé en deux parties :

- Une partie théorique, traitant les corps gras, la friture et les propriétés antioxydantes et anti radicalaire.
- Une partie expérimentale, travail effectué au niveau du complexe « CO.G.B labelle » réalisé en deux parties :
  - ✓ L'incorporation des antioxydants dans une l'huile de table destinée à la friture ;
  - ✓ Détermination les paramètres physicochimiques afin d'évaluer la stabilité de cette huile au cours de plusieurs fritures.



# PARTE THEORIQUE



# **Chapitre I : Généralités sur les corps gras**

## I. Généralités sur les Corps Gras

### I.1 Définition

Les lipides (du grec *lipos*, graisse) correspondent à ce que le langage usuel désigne sous le nom de matière grasse ou corps gras en général.

Les lipides sont caractérisés par une propriété physique : la solubilité. Ce sont des composés à solubilité nulle ou faible dans l'eau mais par contre élevée dans les solvants organiques non polaires (méthanol, acétone).

### I.2 Sources des corps gras

Selon Couet (1997) et Gornay (2006), les corps gras pouvant avoir deux origines bien distinctes :

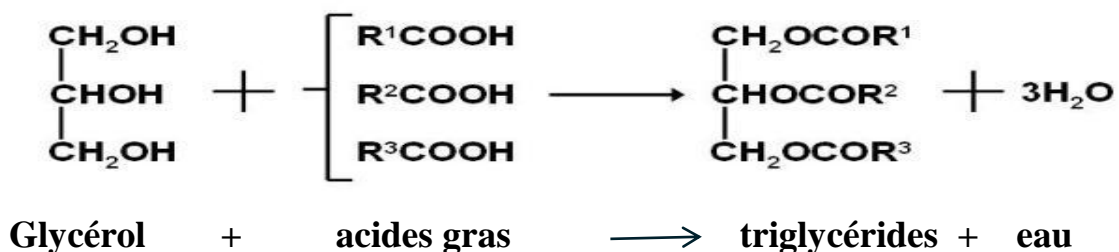
- Une origine animale : saindoux, suif, beurre, huiles de baleine, poissons (sardine, hareng, Morue.....)
- Une origine végétale : il s'agit des huiles fluides (huiles d'arachide, de colza, de coprah, de palme).

### I.3 Constituants des lipides

#### I.3.1 Constituants majeurs

##### I.3.1.1 Triglycérides

Ce sont les constituants les plus abondants des lipides, ils résultent de l'estérification des trois fonctions alcools du glycérol par trois acides gras. Si les trois molécules sont identiques, le triglycéride formé est homogène. Les triglycérides hétérogènes contiennent deux ou trois acides gras différents (Garrette, 2000).



### **I.3.1.2 Les acides gras**

Les acides gras sont des acides carboxyliques à chaîne aliphatique hydrophobe. Ils sont peu abondants à l'état libre. Chez les animaux et les végétaux, les acides gras à chaîne longue et à nombre pair d'atomes de carbone sont le plus souvent à 16 et 18 atomes de carbone. Ils sont saturés ou non selon qu'ils contiennent ou non des doubles liaisons (George, 2006).

### **I.3.2 Constituants mineurs**

#### **I.3.2.1 Les phospholipides**

Ce sont des esters d'acides gras et de glycérol dont la troisième fonction alcoolique est liée à un acide phosphorique qui lui-même peut être associé à une base alcoolique azotée ou un acide aminé. Ce sont les constituants principaux des membranes biologiques (Moussard, 2006).

#### **I.3.2.2 Les stérides**

Ce sont des esters d'acides gras et des stérols, ces derniers sont des alcools tetracycliques rattachés au groupe de stéroïdes. Les esters de cholestérol sont les seuls stérides des tissus animaux dans lesquels ils sont très répandus tandis que les tissus végétaux renferment des esters de nombreux stérols différents (Karleskind, 1992 ; Valentini, 2005).

#### **I.3.2.3 Les cires**

Esters d'acides gras et de mono-alcools aliphatiques (alcools gras), les cires sont présentes aussi bien dans les lipides animaux que dans les lipides végétaux (Karleskind, 1992).

#### **I.3.2.4 Les insaponifiables**

Ensemble des constituants qui ne réagissent pas avec une base (NaOH, KOH) pour donner des savons, et qui, après saponification restent solubles dans les solvants de matières grasses (éther, chloroforme). Les insaponifiables contiennent des alcools divers (stérols, alcool gras, cires) des colorants (caroténoïdes, chlorophylles) des vitamines liposolubles, des cétones et des aldéhydes (Graille, 2003).

## II. Huile de soja

### II.1 Définition

Soja (*Glycine max*) est une plante légumineuse, originaire de la Chine, semblable au haricot dont les graines se composent d'environ 38% de protéine 10 à 15% de glucides et 18 à 20% de lipides (Mohtadji et Lamballais, 1989).

Le traitement des graines de soja comprend les phases suivantes :  
Nettoyage, décorticage, broyage, laminage, cuisson, pression, et extraction (annexe I).

### II.2 Composition de l'huile de soja

La principale différence de l'huile de soja par rapport aux autres huiles végétales, se situe au niveau de la forme d'insaturation et de la présence d'acide linoléique (C18 :3) en quantité appréciable (tableau I). Cet acide gras étant très sensible à l'oxydation, il conviendrait d'éviter au maximum le contact de l'huile avec l'oxygène de l'air (Platon, 1988).

**Tableau I :** Composition en acide gras de l'huile de soja (Platon, 1988).

Types d'acides gras	Pourcentage (%)
Acide palmitique (C16:0)	11,5
Acide stéarique (C18:0)	4,0
Acide oléique (C18:1)	25,0
Acide linoléique (C18:2)	51,5
Acide linoléique(C 18:3)	7,5
Acide arachidique (C20:0)	0,5

### II.3 Raffinage de l'huile de soja

Le raffinage consiste à faire subir à l'huile un certain nombre de traitement pour la transformer en un produit commercial. Il doit garantir au consommateur un produit d'aspect clair, neutre de goût, résistant à l'oxydation et adapté à l'emploi désigné (Denise, 1992).

### **II.3.1 Différentes étapes du raffinage**

#### **II.3.1.1 Démucilagination ou dégomme**

Cette opération consiste à éliminer une faible quantité de produit dont l'ensemble désigne sous le nom « mucilage » et comprend surtout des phospholipides (phosphatides). L'huile brute est portée à une température de 80°C avec de l'eau (2 à 3%) additionnée de l'acide phosphorique (0,1 à 0,3%). Les deux phases ainsi obtenues sont séparées par centrifugation.

En pratique il est prouvé qu'une huile mal dégommée s'acidifie, s'oxyde et prend rapidement une saveur forte et amère (François, 1974).

#### **II.3.1.2 Neutralisation**

L'huile est portée à 80-90°C puis agitée avec la soude (NaOH). Les acides gras libres responsables de l'acidité et l'oxydabilité de l'huile, passent dans la phase aqueuse sous forme de savons et sont éliminés lors de la centrifugation qui suit. D'autres impuretés (phospholipides résiduels, une partie des colorants) sont enlevés également avec la partie aqueuse alcaline (François, 1974).

L'huile est ensuite lavée à l'eau pour éliminer les résidus d'alcali et de savon, puis déshydratée sous vide (Cheftel et Cheftel, 1977).

#### **II.3.1.3 Lavage**

Cette opération permet d'éliminer les savons résiduels et la soude en excès présent dans l'huile sortant de la centrifugeuse, ainsi que les traces de métaux et des phospholipides.

Le lavage est plus efficace lorsqu'il est effectué en deux stades, il est préférable d'utiliser de l'eau décalcifiée et la plus chaude possible à 90°C pour éviter l'encrassement des bols par dépôt de savon et phosphate de calcium (Denise, 1992).

#### **II.3.1.4 Séchage**

L'humidité présente dans l'huile lavée est éliminée avant l'opération de décoloration car elle peut provoquer le colmatage rapide des filtres.

L'huile neutralisée sortant du lavage à une température de 90°C est séchée sous vide par pulvérisation dans un tour vertical (Denise, 1992).

### **II.3.1.5 Décoloration**

Les huiles déémucilaginées, neutralisées ont également acquis une teinte plus ou moins foncée due à la présence de pigments colorés. Cette teinte peut être qui peuvent accentuée cette teinte au cours du stockage ultérieur (François, 1974).

La décoloration vise à éliminer ces pigments que la neutralisation n'a que très partiellement détruit, elle fait intervenir un phénomène physique d'adsorption sur la terre décolorante ou sur le charbon actif (Helme, 1984).

La terre est additionnée à l'huile, le mélange est chauffé à 90°C sous pression réduite après contact de quelques minutes, le mélange est séparé par filtration (Skriban, 1988).

### **II.3.1.6 Désodorisation**

Elle est destinée à éliminer les produits odorants présents dans les huiles brutes (Apfelbaum, Forra et Nillus, 1999). La désodorisation consiste à envoyer un courant de vapeur sèche à travers de l'huile portée à environ 200°C et maintenue sous vide afin que les produits volatils comme aldéhydes, cétones responsables du goût et d'odeurs désagréables de l'huile soient entraînés par la vapeur, après désodorisation l'huile doit être refroidie (Mohtadji et Lamballais, 1989).

# **Chapitre II : La stabilité des huiles**



Il est nécessaire de rappeler que la principale altération qui touche la stabilité des matières grasses est l'oxydation des acides gras insaturés qu'elles renferment. Le risque d'oxydation augmente avec le nombre d'insaturations (Adrian, *et al.*, 1998).

## **I. L'oxydation**

Les réactions d'oxydation des lipides entraînent la formation de composés volatils d'odeurs désagréables. Les principaux substrats de l'oxydation sont : les acides gras insaturés, ces derniers s'oxydent en général plus vite à l'état libre que lorsqu'ils font partie des molécules de triglycérides. D'autres substrats non saturés peuvent subir des réactions d'oxydation comme la vitamine A et E (Alais, Linden, 1997).

L'oxydation des constituants lipidiques qui aboutissent au rancissement, présente des inconvénients sur les plans nutritionnel, sensoriel et hygiénique (Bourgeois, 2003).

### **I.2 Mécanisme d'oxydation**

L'oxydation est une réaction en chaîne radicalaire, elle se déroule en trois étapes. Il y a tout d'abord la formation de radicaux lipidiques, soit l'initiation, suivie par la propagation de la formation des peroxydes et finalement la terminaison, soit la formation de produits non-radicalaires

#### **I.2.1 Initiation**

Cette étape implique la perte d'un radical afin de former un radical lipidique. Cela nécessite l'aide d'un agent externe afin de débiter la réaction. Généralement, il s'agit de lumière, de chaleur, de radiation ionisante ou d'une initiation chimique impliquant un ion métallique (Antolovich, *et al.*, 2002 ; Kamal-Eldin et Pokorny, 2005).

#### **I.2.2 Propagation**

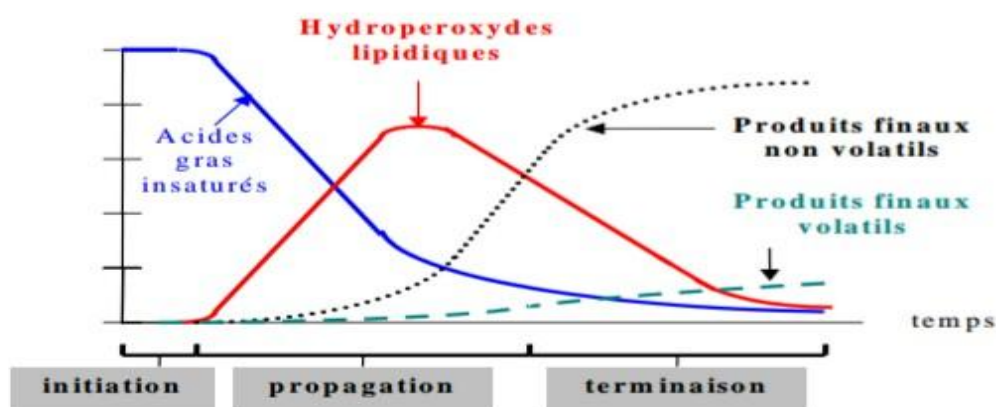
Elle consiste en une oxydation. L'oxygène va réagir avec le radical libre du lipide afin de former un radical peroxyde ( $\text{LOO}\cdot$ ). Ce radical possède une grande d'énergie, ce qui lui permet d'attirer un atome d'hydrogène d'une autre molécule d'AG.

Comme le lien C-H d'un AG insaturé est faible, il est donc facile pour un radical peroxyde d'en extraire un hydrogène. Le radical de peroxyde est alors transformé en une molécule d'hydroperoxydes lipidique ( $\text{LOOH}$ ), en plus de former un autre radical lipidique (Kamal-Eldin et Pokorny, 2005).

### I.2.3 Terminaison

La terminaison se produit lorsque les radicaux sont présents en abondance. Ils réagiront alors avec d'autres radicaux libres afin de former des espèces non radicalaires, tels que des dimères. Dans les conditions atmosphériques, cela se fera entre des radicaux de peroxyde et d'alkoxyde. Alors que dans un milieu où il y a une faible concentration en oxygène, la réaction peut se faire entre deux radicaux d'alkyle (McClements et Decker, 2007).

#### Mécanisme de la réaction d'oxydation :



### I.3 Conséquences de l'oxydation

L'oxydation des lipides peut entraîner :

- Perte de la valeur marchande : défaut de rance influe sur l'acceptabilité du produit par le consommateur.
- Perte de la valeur nutritive : perte d'activité vitaminique (A et E), acides gras polyinsaturés oxydés non bio-disponibles.
- Modification de l'aspect du produit : couleur, texture et arôme.

## II. La friture

La friture est une méthode de préparation des aliments très ancienne et très appréciée partout à travers le monde elle conduit à une évaporation de l'eau à la surface des aliments qui permet de déshydrater la surface et former une croûte (Bouchon, 2009).

## II.1 Modification au cours des fritures

### II.1.1 Modification sur l'aliment

Pendant la friture, l'aliment est soumis à des transformations chimiques et physiques à haute température, qui sont :

- Augmentation de la digestibilité de l'aliment ;
- Apparition des réactions de Maillard (développement de texture, couleur et flaveur et perte de la qualité nutritionnelle : AGPI, vitamines, minéraux et stabilité en abaissant la teneur en eau et en inactivant les micro-organismes ;
- Apparition de composés néoformés : acrylamide, acide gras trans, produits d'oxydation divers,...etc.

### II.1.2 Modifications des huiles

En présence d'eau, d'oxygène et des températures élevées (160°C-180°C), l'huile subit un grand nombre de réactions chimiques complexes (Vitrac, et *al.*2003, Bensal, et *al.*, 2010). Ces réactions sont :

#### a- Réaction d'hydrolyse

Les réactions d'hydrolyse sont moins importantes lors des conditions normales des fritures (Gornay, 2006). Au contact de la vapeur d'eau, ces réactions rompent les liaisons entre le glycérol et les AG conduisant à la formation d'AGL, MG, DG et le glycérol (composés sensibles aux réactions de polymérisation et d'oxydation) (Rojas Gonzales, 2007).

#### b- Réaction d'oxydation

Au contact de l'air, les AG ont tendance à s'oxyder. En effet, les doubles liaisons attirent les molécules d'oxygène (Bouras, 2004). Les réactions d'oxydations provoquent l'apparition d'arômes et des changements de couleur, souvent indésirables, dans les huiles de friture ou dans les produits frits. Les cations métalliques comme le fer ou le cuivre peuvent aussi initier et accélérer les réactions d'oxydations (Vitrac, et *al.*, 2003).

#### c- Réactions de polymérisation

Les réactions de polymérisation des acides gras insaturés et de leurs glycérides ne se produisent que sous l'effet de températures élevées. Ces réactions produisent des 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 et sur la paroi (Vitrac, *et al.*, 2003 ; Gornay, 2006).

#### **d- Réactions d'isomérisation**

D'autres produits de dégradation peuvent apparaître lorsque le corps gras est soumis à des conditions extrêmes, en particulier des températures élevées. En effet, au-dessus de 200°C, les doubles liaisons s'isomérisent et prennent généralement les formes conjuguées, ce qui aboutit à la formation des trans (Pokorny, 2003 ; Tsuzuki *et al.*, 2010).

# **Chapitre III :**

## **Les antioxydants**

L'oxygène est un élément essentiel pour les organismes multicellulaires parce qu'il permet de produire de l'énergie en oxydant de la matière organique mais nos cellules convertissent une partie de cet oxygène en métabolites toxiques.

## I. Les antioxydants

De nombreuses espèces oxydantes sont produites et bien qu'elles soient souvent indispensables à l'organisme.

Pour faire face à ces produits oxydants délétères, le corps humain possède tout un arsenal de défenses que l'on qualifie d'antioxydants. Mais bien que le terme « antioxydant » soit fréquemment utilisé, il est difficilement définissable car il couvre un large nombre de molécules et des domaines très divers comme l'alimentation, l'industrie chimique, l'industrie pharmaceutique (Halliwell et Gutteridge, 1999).

### I.1 Définition

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).

### I.2. Les radicaux libres

Pour les spécialistes, cette expression désigne une molécule ou un groupe d'atomes portant un électron célibataire sur sa périphérie et pouvant se former par la perte ou le gain d'un électron lors de la rupture d'une liaison. Les mouvements électroniques suivent des règles désormais bien connues qui régissent leur positionnement à distance du noyau. La plupart du temps, les deux électrons qui forment la liaison chimique se retrouvent, lors de la rupture, sur le même fragment de molécule, ce qui donne des ions, particules bien plus stables que les radicaux, dont les électrons non appariés ne demandent qu'à réagir.

#### I.2.1 Principaux radicaux libres

- ✓ L'ion superoxyde : la molécule d'oxygène, mise en présence d'une quantité d'énergie suffisante, peut acquérir un électron supplémentaire et former ainsi l'ion superoxyde. Cet ion intervient comme facteur oxydant dans de nombreuses réactions.
- ✓ Le radical libre hydroxyle  $\text{OH}^*$ : Il est très réactif vis-à-vis des structures organiques et joue un rôle initiateur dans l'auto-oxydation lipidique.

- ✓ Le radical peroxyde : **ROO\***
- ✓ L'oxygène singlet : forme « excitée » de l'oxygène moléculaire, est souvent assimilé à un radical libre en raison de sa forte réactivité (Turrens, et *al.*, 1985).

### **I.2.2 Rôle des radicaux libres**

Les radicaux libres sont principalement produits par des sources endogènes, telles que les chaînes de transport d'électron, peroxysomes et le système de cytochrome. Ces radicaux sont responsables de l'altération de l'ADN, du vieillissement cellulaire qui est à la base de certaines maladies comme l'athérosclérose, le cancer, maladie d'Alzheimer ou la maladie de Parkinson (Favier, 2003).

### **I.3 Utilisation des antioxydants**

- ✓ Les antioxydants sont des composés puissants qui peuvent neutraliser les radicaux libres impliqués dans la dégradation cellulaire, et nous aident ainsi à garder une vie active et saine. Quelques antioxydants sont fabriqués par le corps humain, d'autres telles les vitamines et poly phénols, doivent être apportés par notre alimentation (Lanigan et Yamalik, 2002).
- ✓ La plupart des études d'observation montrent un effet protecteur d'une alimentation riche en antioxydants sur le risque de maladies cardiovasculaires ou de cancers (Lanigan et Yamalik, 2002).
- ✓ Une autre vertu des antioxydants concerne la peau. En réduisant les effets nocifs des radicaux libres, les antioxydants limitent le vieillissement cutané (Lanigan et Yamalik, 2002).

### **I.4 Classification des antioxydants**

Les antioxydants sont classés selon leur origine en antioxydants naturels ou synthétiques.

#### **I.4.1 Antioxydants naturels**

Afin de remplacer les antioxydants synthétiques, différents composés naturels peuvent être utilisés comme antioxydants (Wanasundara et Shahidi, 2005). Ces derniers sont présents dans presque toutes les plantes et même dans les tissus animaux. Plusieurs chercheurs ont montré que les huiles extraites des noyaux de dattes, considérés comme une source assez riche en antioxydants+ naturels : polyphénols, stérols, tocophérols et caroténoïdes.

En plus ces substances ont une activité antioxydant supérieure à celle des antioxydants synthétiques (BHT, BHA), D'autre part, elles présentent un avantage émanant de leur origine naturelle ; de ce fait, leur utilisation rationnelle n'implique pas de risque sur la santé humaine contrairement aux antioxydants synthétiques.

#### **I.4.2 Antioxydants synthétiques**

Les antioxydants synthétiques comprennent très souvent un groupement phénolique. Les plus souvent utilisés dans les huiles de friture sont le BHT, le BHA, le TBHQ, ainsi que le gallate de propyle (Madhavi, *et al.*, 1996, McClements et Decker, 2007). Ils présentent tous un très bon effet antioxydant, mais plusieurs études ont démontré qu'ils pouvaient avoir un effet néfaste sur la santé s'ils sont ingérés à forte dose (Farag, *et al.*, 2003, Shahidi et Zhong, 2005, Wanasundara et Shahidi, 2005).

##### **I.4.2.1 Antioxydants synergiques**

Par définition, ce sont des substances qui ne sont guère actives en tant qu'antioxydants, et dont les propriétés apparaissent surtout en présence des autres antioxydants. Il en est ainsi de la lécithine, l'acide citrique et tartrique, des acides aminés.

L'acide citrique est un antioxydant efficace très largement utilisés dans l'alimentation humaine pour son effet acidulant, conservateur et antioxydant pour éviter le rancissement ou la dégradation de nombreux produits (De Hove, 1981).



# PARTE PRATIQUE



# MATERIEL ET METHODES



## **I. Présentation de l'unité**

### **I.1 Historique**

Le complexe des corps gras de Bejaia (CO.G.B)labelle est créé sous la tutelle du ministère des industries légères. Il a été installé en 1987 et a commencé la production en 1988. Ensuite, il est devenu la société de la S.P.A-CO.G.B dont la mission consiste en la transformation des matières grasses d'origine animale et végétale, la fabrication de produits de grande consommation, ainsi que des produits destinés à d'autres industries.

### **I.2 Production de l'unité**

Le complexe est conçu pour la :

- ✓ production de l'huile fini : 400T/j.
- ✓ Fabrication de savon de toilette : 50T/j.
- ✓ Fabrication de savon de ménage : 150T/j.
- ✓ Production de glycérine pharmaceutique : 20T/j.
- ✓ Production d'acides gras distillés : 20T/j.
- ✓ Production de margarine (en 1996) : 80T/j.

### **I.3 Présentation du laboratoire**

- ✓ Le laboratoire de l' E.N.C.G comprend quatre laboratoires :
- ✓ Laboratoire des huiles.
- ✓ Laboratoire des savons.
- ✓ Laboratoire de traitement des eaux.
- ✓ Laboratoire de margarine.

Le service laboratoire a pour objectif d'améliorer la qualité des produits fabriqués par l'analyse des matières premières, les auxiliaires, les produits en cours du traitement et les produits finis.

### **I.4 Département de production**

- ✓ Celui-ci est composé de cinq services :
- ✓ Service raffinage.
- ✓ Service savonnerie.
- ✓ Service utilité et environnement.
- ✓ Service conditionnement.
- ✓ Service margarine.

## II. Protocole expérimentale

### II.1 Choix de l'huile

Nous avons choisis une huile raffinée produite à CO.G.B labelle, l'huile de soja destinée à la friture et assaisonnement, fortement commercialisée et très consommée en Algérie.

Nous avons jugé nécessaire d'étudier cette huile pour mieux voir l'effet de l'ajout des antioxydants sur sa résistance et sa stabilité, car c'est une huile très sensible à l'oxydation vue sa richesse en acides gras insaturés et particulièrement la présence d'acide linoléique (C18 :3) en quantité appréciable (Platon, 1988).



Figure 1 : Huile Labelle

### II.2 Choix de l'aliment

Notre friture a été réalisée avec la pomme de terre pour les raisons suivantes :

- Grande utilisation domestique et collective.
- Composition simple riche en glucides (majoritaire en amidon) et faible teneur en protéines et lipides.

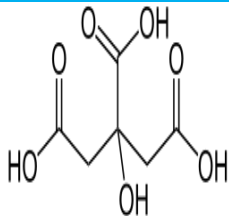
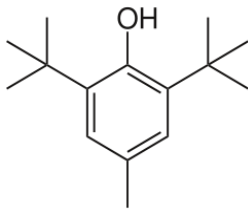
### II.3 Choix des antioxydants

Dans cette étude nous avons choisis différents antioxydants :

- ✓ l'acide citrique (E 330) cristaux incolore, inodore à saveur acide prononcée.
- ✓ BHT (E321) poudre cristalline blanche avec une légère odeur spécifique.

Les caractéristiques de ces deux antioxydants sont mentionnées dans le tableau II.

**Tableau II** : caractéristiques de l'acide citrique et BHT.

caractéristiques antioxydant	Formule	Masse molaire g/mol	Structure
Acide citrique	$C_6H_8O_7$	192,12	
BHT	$C_{15}H_{24}O$	220.4	

- ✓ l'huile de noyaux de dattes qui selon (Besbes et *al.*, 2004 ; Boussena et Khali, 2016) est riche en antioxydants naturels tels que les composés phénoliques et les tocophérols).

### II.3.1 Huile de noyau de datte

Les noyaux de datte ayant servi à l'étude sont des noyaux de datte de la variété *Mech-Degla* du palmier dattier localisé au sud-est Algérien de la wilaya d'Ouargla.

Notre échantillon global est constitué d'un lot de 1kg du fruit datte entier. A partir de cet échantillon global, soigneusement mélangé. Nous avons prélevé au hasard en différent endroits de petite quantité pour déterminé notre l'échantillon d'analyse.

Après dénoyautage les noyaux ont été séchés à 50 °C dans une étuve, pendant 48 heure, ces derniers ont été concassés à l'aide d'un mortier et d'un pilon, puis broyé à l'aide d'un broyeur électrique afin d'obtenir une poudre de granulométrie fine puis conservé au réfrigérateur (4°C) dans l'attente d'être analysés (Besbes et *al.*, 2005).



chargé en lipides. Après la durée nécessaire (pendant 6 heures), on récupère la cartouche, d'une part, et le solvant et l'extrait, d'autre part. La solution obtenue est passée dans le Rotavapor pour chasser par distillation la majeure partie du solvant, ce qui permet de récupérer les lipides seuls (la température d'ébullition des lipides est plus élevée que celle de l'hexane qui s'évapore le premier).

### III. Procédé de friture

Nous avons réalisé une friture au moyen d'une friteuse électrique de marque (Philips) ayant une capacité volumique de 4litres. Un volume de 2500ml d'huile ont été chauffés pendant 5minutes, jusqu'à l'obtention d'une température de 180C°.

Un échantillon de 120 ml d'huile est prélevé après chaque 4min. Les échantillons prélevés sont versés dans des préforme et met à l'obscurité et au froid (4C°) à l'attente de l'analyse (tableau III).

**Tableau III: Le rapport huile/ pomme de terre pendant le procédé de friture :**

Nombre de friture	Volume d'huile dans la friteuse en ml	Le rapport pomme de terre /huile est de 100g/l (1/10)
1	2500	250
2	2380	238
3	2260	226
4	2140	214
5	2020	202
6	1900	190
7	1780	178
8	1660	166
9	1540	154
10	1420	142
11	1300	130
12	1180	118
13	1060	106
14	940	94
15	820	82
16	700	70

## IV. Détermination des paramètres physico-chimiques

Les analyses sont réalisées selon les normes d'entreprise, CO.G.B Labelle.

### IV.1 Détermination de l'indice d'acide [NE.1.2.43, 1985]

#### ✓ Définition

L'acidité est l'expression conventionnelle en pourcentage d'acides gras libres selon la nature du corps gras, elle permet de mesurer le degré d'altération (hydrolyse des triglycérides) de la matière grasse.

#### ✓ Principe

Le principe consiste à neutraliser les acides gras libres à l'aide d'une solution de NaOH en présence de phénophtaléine comme indicateur coloré.



#### ✓ Mode opératoire

Peser 10g d'huile à analyser dans une fiole conique de 250ml, ajouter 75ml d'alcool neutralisé par une solution soude (0.365N) en présence de phénophtaléine. Chauffer et agiter jusqu'à dissolution de l'huile, puis titrer avec une solution de la soude (NaOH) (0.365N) jusqu'à coloration rose persistante une dizaine de secondes.

#### ✓ Expression des résultats

$$A(\%) = (V \cdot N \cdot M) / 10 \cdot m$$

A : acidité exprimée en pourcentage.

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

N : normalité de la solution NaOH qui égale à 0,0365N.

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

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



## IV.2 Détermination de l'indice de peroxyde [NE.1.2.50, 1985]

### ✓ Définition

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

Il donne une évaluation sur la quantité de peroxydes présents dans un corps gras.

### ✓ Principe

Traitement d'une prise d'essai en solution dans l'acide acétique et du chloroforme par une solution d'iodure de potassium, l'iode libéré est titré par une solution de thiosulfate de sodium.

### ✓ Mode opératoire

Peser 2g de l'huile à analyser, dans un flacon muni d'un bouchon, ajouter 15ml d'acide acétique et 10ml de chloroforme et 1ml de KI (iodure de potassium), boucher immédiatement et agiter pendant une minute, laisser le flacon durant 5 minutes à l'abri de la lumière, puis ajouter 75ml d'eau distillée en agitant vigoureusement et en présence de quelques gouttes d'empois d'amidon comme indicateur coloré, enfin titrer l'iode libéré avec la solution de thiosulfate de sodium à 0,002N jusqu'à décoloration complète (virage de bleu violacé vers l'incolore).

### ✓ Expression des résultats

$$I_p = [(V - V_0) \cdot N \cdot 1000] / m$$

$I_p$  : indice de peroxyde en milliéquivalent d'oxygène /Kg de CG.

$V$  : volume de la solution  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  utilisée pour le titrage.

$V_0$  : volume de la solution  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  utilisée pour l'essai à blanc.

$N$  : normalité de la solution de thiosulfate de sodium (0,002N).

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

### IV.3 Détermination de la couleur [NE.1.2.364, 1989]

#### ✓ Définition

La couleur d'un aliment, une des propriétés organoleptiques de celui-ci, joue un rôle important dans l'évaluation de sa qualité. La couleur d'un aliment est souvent liée à sa maturité, à la mise en œuvre appropriée ou défectueuse d'un traitement technologique ou à de mauvaise condition d'entreposage ou à un début de détérioration. On utilise pour cette détermination un colorimètre « LOVIBOND ».

#### ✓ Principe

Cette méthode consiste à faire une comparaison entre la couleur de la lumière transmise à travers une certaine couche d'huile et la couleur de la lumière provenant toujours de la même source transmise à travers les lames colorées standardisées.

#### ✓ Mode opératoire

Verser l'échantillon à analyser dans une cellule (1 pouce), déterminer la couleur correspondante en faisant la comparaison avec les lames de couleurs standard (réglage de deux faces observées jusqu'à obtention de la même couleur de deux côtés).

#### ✓ Expression des résultats

Détermination de la couleur de l'échantillon consiste à lire sur la planche les valeurs de rouge et jaune.

### IV.4 Extinction spécifique

#### ✓ Définition

La spectrophotométrie ultraviolette est basée sur les pouvoirs que possèdent certaines substances à absorber de l'énergie lumineuse, les méthodes UV reposent sur la détermination des coefficients d'extinctions à 232nm et 270nm, elles correspondent à l'absorption maximale des diènes et triènes conjugués qui résultent de la décomposition de l'huile.

#### ✓ Principe

La méthode est celle donnée par AFNOR T-60-223 est fondée sur le fait que les hydroperoxydes absorbent à 232nm. Les produits non volatils de décomposition des hydroperoxydes sont représentés essentiellement par des (acides oxydés). Ces derniers sont essentiellement des cétones insaturées absorbant à 270nm.

#### ✓ Mode opératoire

Les échantillons d'huile (1g) sont dissous dans l'hexane (10 ml). La lecture des absorbances des échantillons est effectuée dans une cuve en quartz, sur un spectrophotomètre de marque (Ray Leigh).

### ✓ Expression des résultats

Détermination des extinctions de l'échantillon consiste à lire les absorbance à  $\lambda$ 232nm et 270nm sur l'écran les valeurs.

#### IV.5 Mesure des composés polaires

La mesure des composés polaires de l'huile à été faite par l'utilisation d'un testeur type (Testeur OPTIFRY), cette appareil permet de donner une mesure précise des composés polaires présents dans une huile. Cette technique est une approche des polymères responsables de la dégradation des huiles de friture. La mesure des composés polaires a été réalisée par l'immersion de testeur dans l'échantillon de l'huile prélève de bain de friture, après une bonne homogénéisation environ 5 secondes, le résultat est affiché sur l'écran SARL développement durable- France, (2009).

#### IV.6 Activité anti-radicalaire de l'huile contre le radical DPPH

La méthode est basée sur la capacité d'une huile à réduire le radical DPPH qui est de couleur violette en solution vers une couleur jaunâtre (après réduction), lorsque son électron célibataire est apparié avec un hydrogène prouvent d'un antioxydant (BOSKOU et al. 2006). L'intensité de la couleur est inversement proportionnelle à la concentration d'antioxydant et au temps de la réaction (KROYER, 2003).

L'évaluation de l'activité antioxydante de l'huile est estimée selon la méthode décrite par (RAMADAN et MOERSEL, 2006). Un volume de 3.9 ml de la solution DPPH qui à été préparé dans le toluène ( $10^{-4}$ ) est additionné de 0,1 ml de solution diluée dans le toluène à une concentration de (0,6) .Le mélange est agité pendant 10 secondes au vortex, ensuite mis à l'obscurité pendant 60min. L'absorbance est mesurée à une longueur d'onde de 515 nm.

L'activité antioxydant est exprimée en pourcentage d'inhibition du radical DPPH selon la formule suivante :

$$I (\%) = (Ac - Ae / Ac).100$$

**I%** : pourcentage d'inhibition.

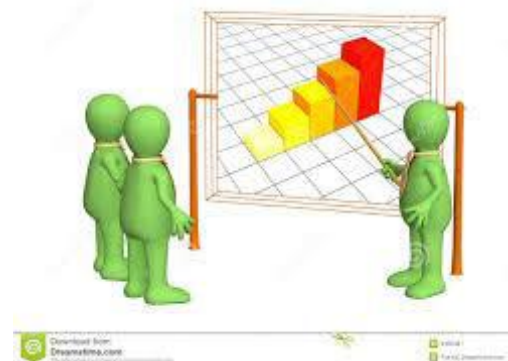
**Ac** : absorbance de contrôle.

**Ae** : absorbance de l'échantillon.

**V. L'analyse statistique**

Les résultats représentent la valeur moyenne plus ou moins un écart type (3 essais pour chaque analyse) une étude statistique été réalisée pour la comparaison des résultats. Le degré de signification des résultats est exprimé à une probabilité de  $p < 0.05$ .

# RESULTATS ET DISCUSSION



## I. Caractérisation de l'huile de soja

Des analyses de l'huile de soja récupérée à la fin de l'étape désodorisation du raffinage ont été effectuées au niveau du complexe agro-alimentaire CO.G.B. Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau (IV).

**Tableau IV:** Caractéristique de l'huile de soja.

Caractéristiques	Huile de soja	NE	NA
Indice d'acide %	0.05 ± 0.004	0.02-0.1	0.20 max (NA1169/1990)
Indice de peroxyde (m <sub>eq</sub> O <sub>2</sub> / kg)	0	10	5 max (NA1164/1990)
Couleur (R /J)	0.1 / 0.5	J+R < 5	J+R < 5 (NA1165/1990)

Les valeurs trouvées de la caractérisation physicochimique de l'huile de soja sont inférieures aux normes fixées par l'entreprise, et par les normes algériennes, ces résultats confirment que l'huile est conforme et que le procédé de raffinage de cette huile a été réalisé dans les bonnes conditions.

## II. Incorporation des antioxydants

Dans le but d'étudier la stabilité d'une huile de soja au cours de la friture nous avons ajouté deux types d'antioxydants à deux différentes concentrations 50 et 100 ppm.

✓ **Synthétique : BHT et Acide citrique** : fiche technique (annexe IV).

✓ **Naturel :**

**Huile de noyaux de dattes** : un antioxydant naturel, son rendement en matière grasse obtenu par extraction à chaud est de (7.5%) est légèrement supérieur à celui trouvé par (Boussena et Khali, 2016). Pour la même variété *Mech-Degla* Algérienne (6,02%).

### III. étude de l'évolution de la qualité de l'huile de soja au cours des fritures

L'étude de l'évolution de la qualité de l'huile de soja avec et sans ajout des antioxydants au cours de la friture a été réalisée par la détermination des paramètres suivant (indice d'acide, l'indice de peroxyde, les absorbances spécifiques, la couleur, et la mesure des composés polaires).

Les résultats de cette étude sont reportés en annexe (III). Nous nous sommes intéressés seulement à la 1<sup>ère</sup>, 6<sup>ème</sup>, 11<sup>ème</sup> et 16<sup>ème</sup> friture.

#### III.1 Acidité

L'acidité de l'huile de soja enrichie à 100ppm et à 50ppm augmente en fonction du nombre de friture, même cas avec l'huile de soja témoin. Les valeurs de l'acidité sont indiquées dans le tableau (V).

**Tableau V** : Résultats de l'évolution de l'indice d'acide

Paramètres		Nombre de friture*				
		F1	F6	F11	F13	F16
<b>Huile non enrichie</b>		0,06 ±0,005	0,07 ±0	0,09 ±0,005	ND	0,1 ±0,005
<b>Huile + AC</b>	50 ppm	0,06 ±0,005	0,07 ±0	0,08 ±0,005	ND	0,10 ±0,005
	100 ppm	0,06 ±0,005	0,07 ±0,005	0,09 ±0	ND	0,10 ±0,005
<b>Huile + BHT</b>	50 ppm	0,06 ±0,005	0,07 ±0,005	0,08 ±0,005	ND	0,1 ±0,005
	100 ppm	0,06 ±0,005	0,08 ±0	0,08 ±0,005	ND	0,1 ±0
<b>Huile + HND</b>	50 ppm	0,06 ±0	0,08 ±0	0,08 ±0,005	0,09 ±0,005	0,1 ±0,005
	100 ppm	0,06 ±0,005	0,07 ±0,005	0,08 ±0,005	0,09 ±0,005	0,09 ±0

\*F1 : Première friture

\*F6 : Sixième friture

\*F11 : Onzième friture

\*F16 : sixième friture

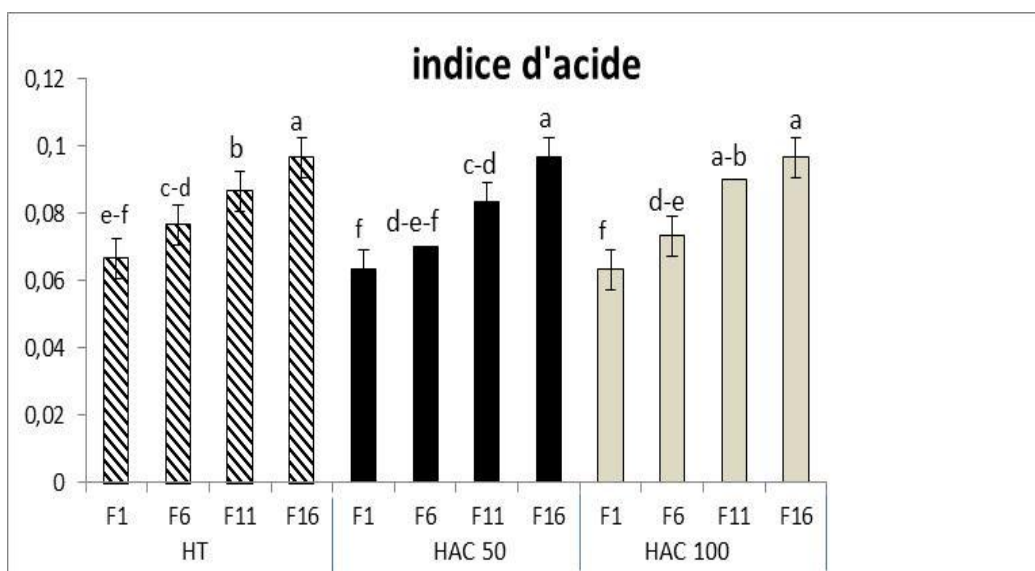
\*F13 : treizième friture.

ND : non déterminé

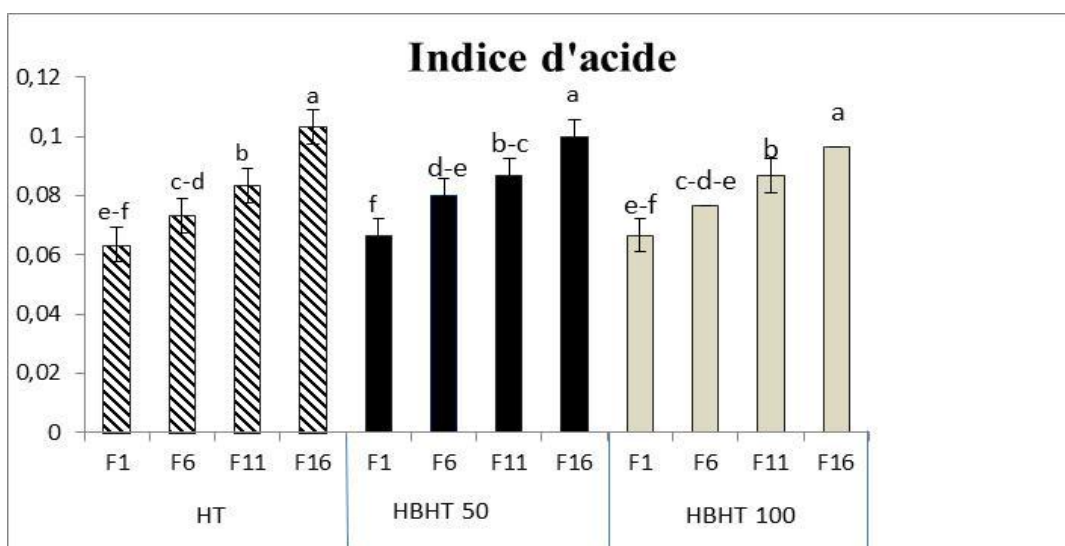
Les résultats obtenus pour l'acidité augmente linéairement pour atteindre une valeur maximale de 0.1% pour l'huile +BHT, l'huile +acide citrique et l'huile +50 ppm de l'huile de noyaux de dattes et une valeur optimale de 0.9% pour l'huile +100ppm d'huile de noyaux de dattes.

### ➤ Analyse statistique

Les résultats de l'analyse statistique obtenus pour l'indice d'acide sont illustrés dans les figures (N° 3,4et5)

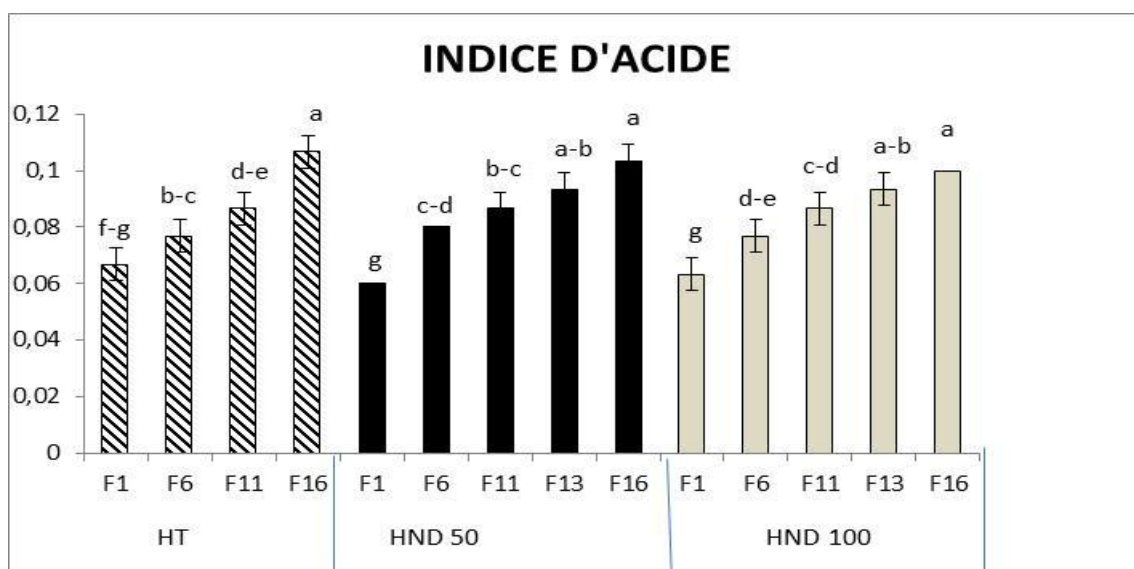


**Figure 3 :** L'acidité de l'huile de soja (témoin et huile +AC) au cours de friture.



**Figure 4 :** L'acidité de l'huile de soja (témoin et huile +BHT) au cours de friture.





**Figure 5:** L'acidité de l'huile de soja (témoin et huile +HND) au cours de friture.

L'analyse statistique de l'acidité à chaque stade de friture a montré qu'il y a une différence significative ( $p < 0.05$ ) entre l'huile témoin et l'huile enrichie avec les antioxydants et aucune différence significative ( $p < 0.05$ ) entre l'huile enrichie à des différentes concentrations pour chaque antioxydant [Fig (3, 4 et 5)].

Cette fluctuation de l'acidité est probablement due à une dégradation hydrolytique occasionnée par la friture (température élevée et présence d'eau dans l'aliment pomme de terre).et également en séparant la prise d'échantillon et la friture, aussi l'analyse proprement dite, engendrant ainsi la libération des acides gras libres (Vitrac et *al.*, 2003; Avellan et Alfós, 2005).

L'augmentation de l'acidité dans notre cas est faible et ne dépasse pas (0.1%) à la 16ème friture qui est inférieur à la norme fixée par ISO 660 (1996) (0.3% max).

### III.2 Indice de peroxyde

L'effet de la friture sur l'indice de peroxyde de l'huile de soja (enrichie ou non avec des antioxydants) a été étudié par un suivi de l'évolution qui est illustré dans le tableau (VI).

**Tableau VI** : Résultats de l'évolution de l'indice de peroxyde.

Paramètres		Nombre de friture*				
		F1	F6	F11	F13	F16
<b>Huile non enrichie</b>		2,9 ± 0,3	8,6 ±0,4	5,9 ±0,6	ND	5,43 ±0,6
<b>Huile + AC</b>	50 ppm	3,33 ±0,25	5,2 ±0,3	10,9 ±0,6	ND	5,7 ±0,3
	100 ppm	3,1 ±0,1	4,23 ±0,45	7,73 ±0,7	ND	6,76 ±0,45
<b>Huile + BHT</b>	50 ppm	3,23 ±0,15	3,83 ±0,15	7,43 ±0,35	ND	5,1 ±0,1
	100 ppm	2,83 ±0,15	5,53 ±0,35	8,2 ±0,4	ND	7,23 ±0,25
<b>Huile + HND</b>	50 ppm	3,1 ±0,65	3,53 ±0,5	4,93 ±0,05	8,73 ±0,37	5,8 ±0,2
	100 ppm	1,93 ±0,15	2,43 ±0,15	4,6 ±0,4	5,3 ±0,3	8,5 ±0,2

\*F1 : Première friture

\*F6 : Sixième friture

\*F11 : Onzième friture

\*F16 : sixième friture

\*F13 : treizième friture.

ND : non déterminé

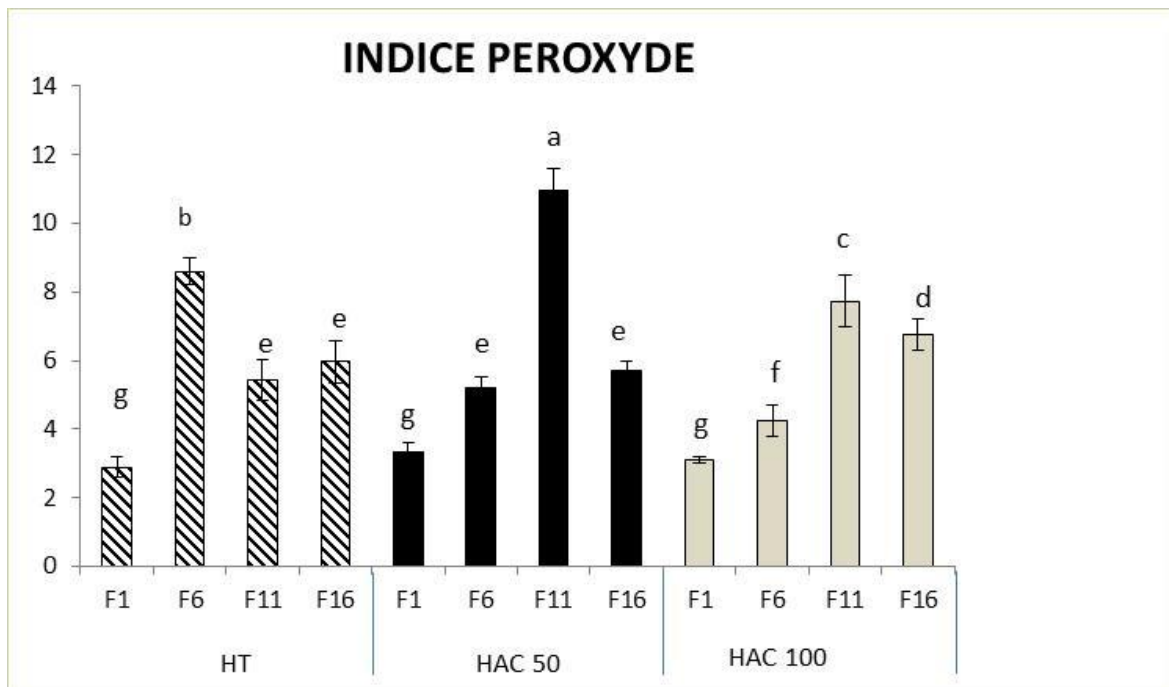
Les résultats de l'évolution de l'indice de peroxyde de l'huile de soja non enrichie augmente avec l'augmentation du nombre de friture pour atteindre une valeur maximale de 8.6 meq g O<sub>2</sub>/kg à la 6<sup>ème</sup> friture où elle s'oxyde, suivi d'une diminution linéaire jusqu'à la 16<sup>ème</sup> friture.

Les valeurs obtenues évoluent progressivement jusqu'à la 11<sup>ème</sup> friture pour l'acide citrique et BHT à 50 et 100ppm et donne des valeurs de 10.9 meq g O<sub>2</sub>/kg, 7.73 meq g O<sub>2</sub>/kg, 7.43 meq g O<sub>2</sub>/kg, 8.2 meq g O<sub>2</sub>/kg respectivement.

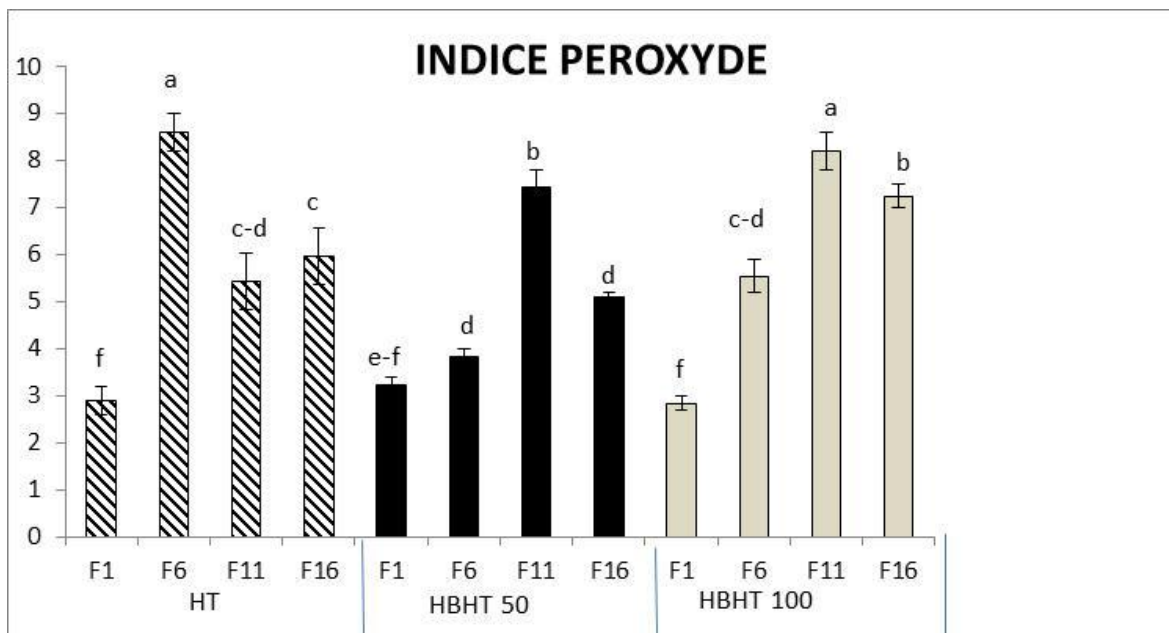
Par contre l'augmentation de l'indice de peroxyde de l'huile enrichie avec HND persiste jusqu'à la 13<sup>ème</sup> et la 16<sup>ème</sup> friture pour 50 et 100ppm respectivement.

➤ **Analyse statistique**

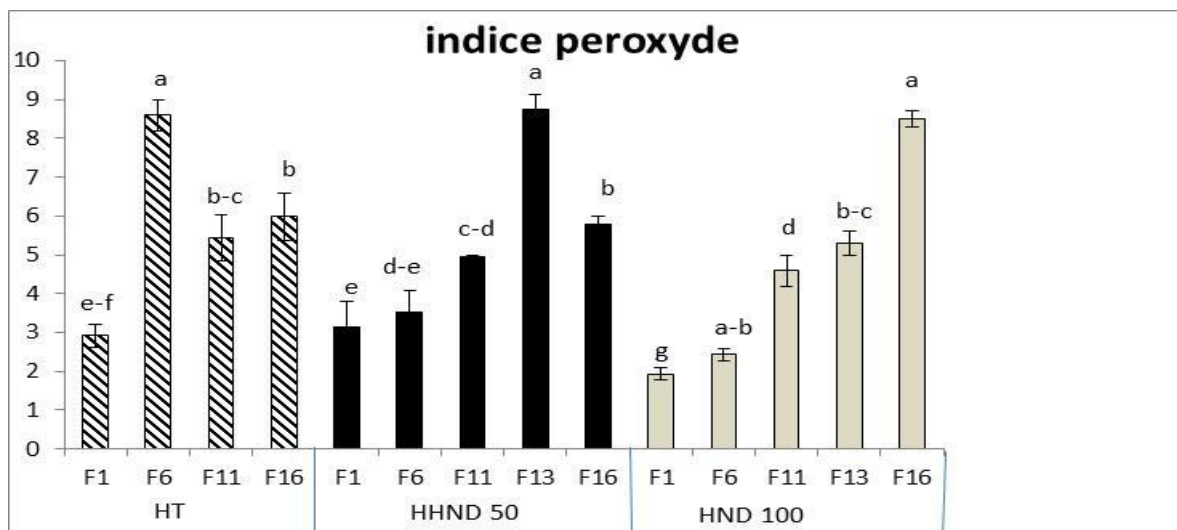
Les résultats de l'analyse statistique de l'indice de peroxyde sont représentés dans les figures (N°6,7 et 8).



**Figure 6** : l'indice de peroxyde de l'huile de soja (témoin et huile +AC) au cours de friture.



**Figure 7** : l'indice de peroxyde de l'huile de soja (témoin et huile +BHT) au cours de friture.



**Figure 8** : l'indice de peroxyde de l'huile de soja (témoin et huile +HND) au cours de friture.

L'analyse statistique de l'indice de peroxyde à chaque stade de friture a montré qu'il y a une différence significative ( $p < 0.05$ ) entre l'huile soja non enrichie et l'huile avec (l'acide citrique, BHT et huile de noyaux de dattes), et une différence significative ( $p < 0.05$ ) entre l'huile soja avec l'ajout de 50ppm et 100ppm de ces antioxydants [Fig (6 et7, 8)].

L'examen des résultats relatifs à l'évolution de l'indice de peroxyde au cours de friture montre une augmentation continue et significative ( $p < 0,05$ ) de l'IP avec l'augmentation de nombre de friture pour tous les échantillons d'huile, Cette augmentation de l'IP est attribuée à la formation des hydroperoxydes, produits primaires d'oxydation.

la formation des peroxyde (des composés primaires) pendant le procédé de friture est expliqué par l'exposition des huiles a des hautes températures en présence de l'air qui favorise les réactions d'oxydation (White et Miller, 1988, El-Shami et *al.*, 1992 ; Saguy et *al.*, 1998, Osawa et *al.*, 2012). Ces composés sont très instables à des températures élevées, ce qui donne naissances à des composés secondaires tels que les aldéhydes et les cétones (Vitrac et *al.*, 2003).

Des valeurs faibles de l'indice de peroxyde obtenues pour les huiles additionnées des antioxydants comparées aux témoins indiquent leur efficacité dans la prévention de l'oxydation des huiles (Sultana et *al.*, 2008).

### III.3 Extinction spécifique

La formation des peroxydes (des composés primaires) et les aldéhydes et les cétones (composés secondaires), pendant le procédé de friture est prouvé par le suivi de l'évolution de l'huile de soja (enrichie ou non avec des antioxydants) par l'analyse des extinctions spécifiques UV à 232 et 270nm dont les résultats sont illustrés dans le tableau VII.

**Tableau VII** : Résultats de l'évolution de l'extinction spécifique UV.

Paramètres		Nombre de friture*									
		F1		F6		F11		F13		F16	
		E232	E270	E232	E270	E232	E270	E232	E270	E232	E270
<b>Huile non enrichie</b>		2,633 ±0,00 2	2,11 ±0,002	2,718 ±0,00 7	2,150 ±0,009	2,764 ±0,00 3	2,20 ±0,00 1	ND	ND	2,77 ±0,00 4	2,222 ±0,001
<b>Huile + AC</b>	50 ppm	2,606 ±0,01 2	2,17 ±0,002	2,637 ±0,00 4	2,203 ±0,000 5	2,729 ±0,00 2	2,273 ±0,03	ND	ND	2,74 ±0,00 4	2,245 ±0,001
	100 ppm	2,609 ±0,00 2	2,149 ±0,002	2,640 ±0,00 1	2,169 ±0,001	2,720 ±0,00 2	2,224 ±0,00 1	ND	ND	2,73 ±0,00 5	2,234 ±0,001
<b>Huile + BHT</b>	50 ppm	2,634 ±0,00 4	2,175 ±0,00 2	2,68 ±0,00 3	2,203 ±0,000 5	2,616 ±0,00 9	2,239 ±0,00 1	ND	ND	2,72 ±0,00 6	2,45 ±0,001
	100 ppm	2,626 ±0,00 4	2,149 ±0,00 2	2,662 ±0,01	2,169 ±0,00 1	2,702 ±0,00 5	2,224 ±0,00 1	ND	ND	2,70 ±0,00 3	2,34 ±0,001
<b>Huile + HND</b>	50 ppm	2,598 ±0,00 2	2,187 ±0,05	2,605 ±0,01	2,162 ±0,001	2,602 ±0,00 1	2,188 ±0,00 1	2,617 ±0,00 1	2,191 ±0,00 1	2,61 ±0,00 7	2,197 ±0,003
	100 ppm	2,543 ±0,00 3	2,122 ±0,00 5	2,553 ±0,00 2	2,158 ±0,002	2,584 ±0,00 2	2,177 ±0,00 1	2,595 ±0,00 2	2,184 ±0,00 1	2,60 ±0,00 1	2,191 ±0,001

\*F1 : Première friture    \*F6 : Sixième friture    \*F11 : Onzième friture    \*F16 : sixième friture

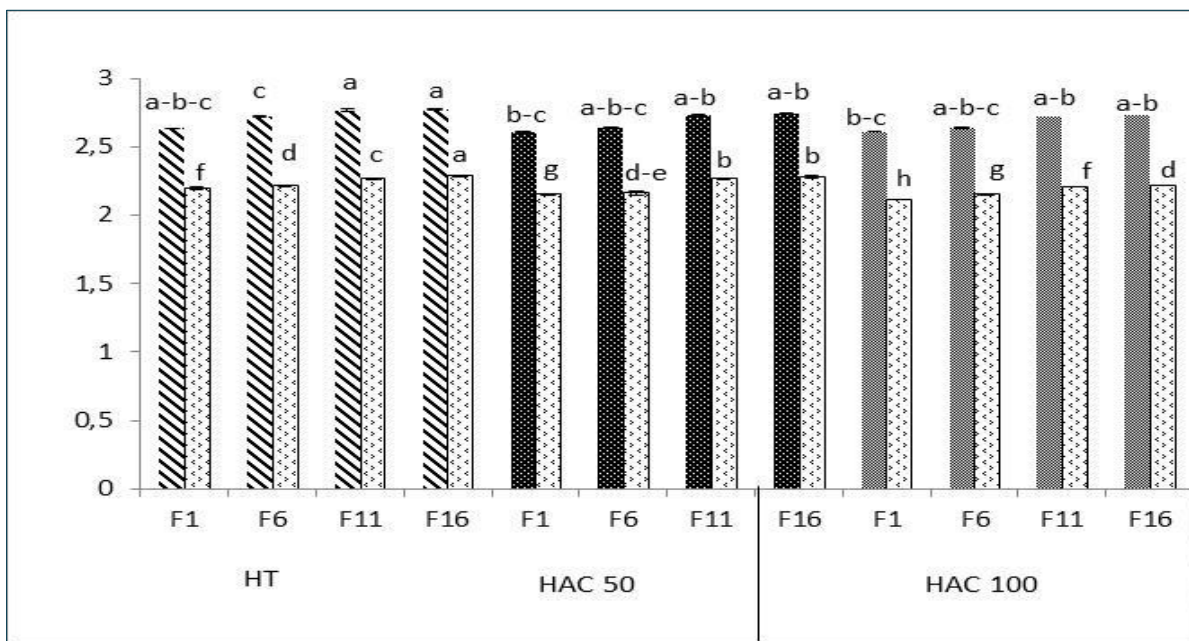
\*F13 : treizième friture.

ND : non déterminé

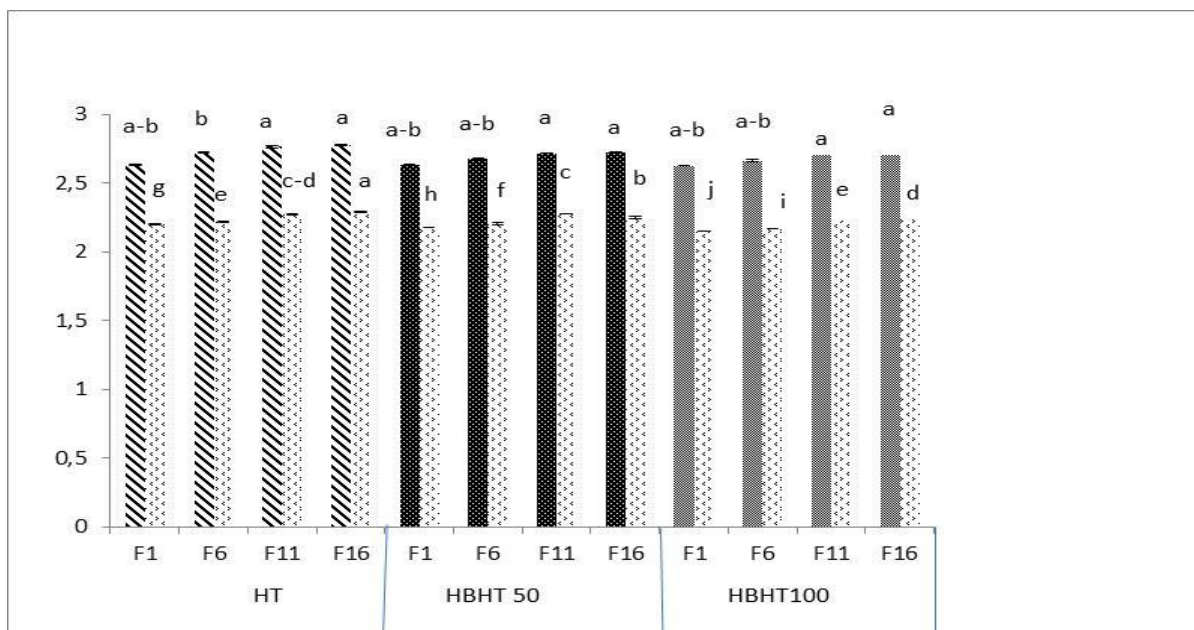
Les résultats de l'extinction spécifique à 232 et à 270 nm des échantillons sont dans le tableau VI. On note que les absorbances augmentent avec le nombre de friture.

### ➤ Analyse statistique

Les résultats de l'analyse statistique de l'extinction spécifique UV sont représentés dans les figures suivantes :

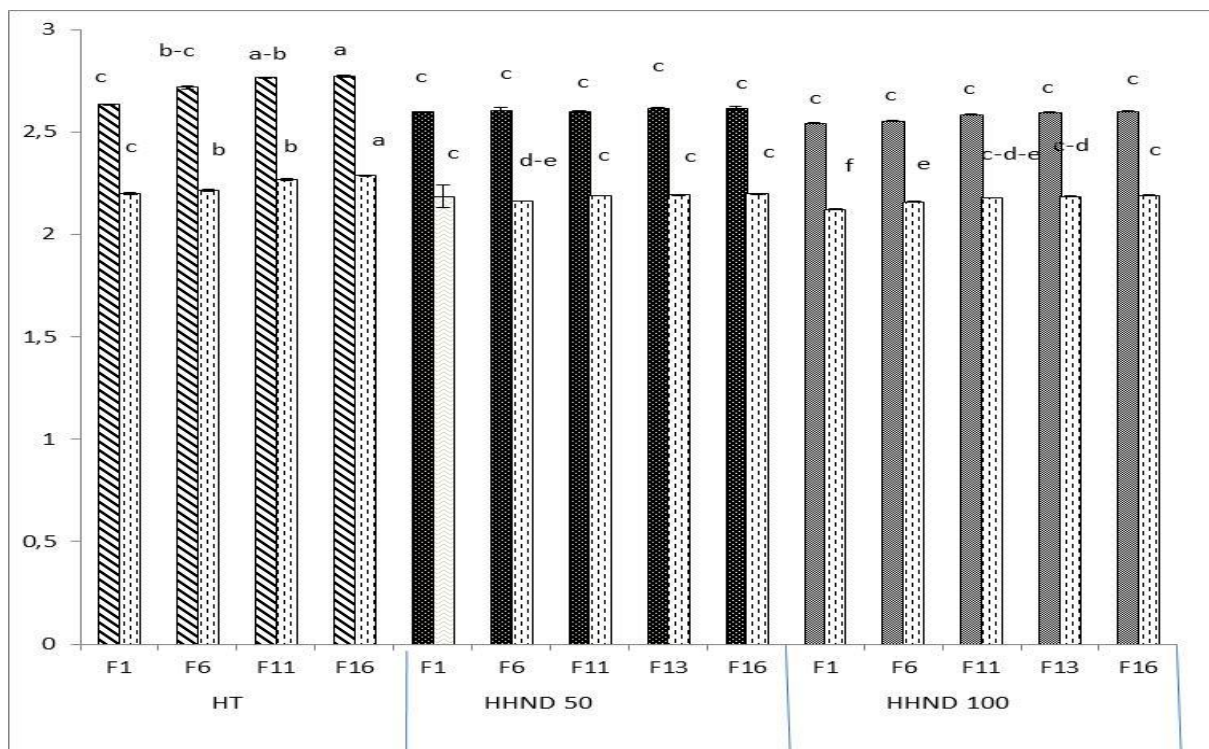


**Figure 9** : l'extinction à 232nm et 270nm pour l'huile soja (témoin et huile +AC).



**Figure 10** : l'extinction à 232nm et 270nm pour l'huile soja (témoin et huile +BHT).





**Figure 11** : l'extinction à 232nm et 270nm pour l'huile soja (témoin et huile +HND).

L'analyse statistique de l'extinction à 232nm à chaque stade de friture a montré qu'il y a aucune différence significative ( $p < 0.05$ ) entre l'huile témoin et huile additionné d'AC, BHT et une différence significative ( $p < 0.05$ ) entre l'huile non enrichie et l'huile enrichie de l'huile de noyaux de dattes, et aucune différence significative ( $p < 0.05$ ) à 50 ppm et 100 ppm pour chaque antioxydant.

À E270 il y a une différence significative ( $p < 0.05$ ) entre l'huile témoin et l'huile enrichie avec AC, BHT et l'huile de noyaux de datte. Et une différence significative aussi entre l'huile additionnée de 50ppm et celui avec 100ppm pour les différents antioxydants [Fig (9, 10, 11)].

Les absorbances spécifiques à l'UV déterminent les niveaux d'oxydation des huiles de friture. Les principaux produits de l'oxydation des lipides sont les hydroperoxydes, par conséquent, les quantités d'hydroperoxydes sont directement corrélées avec l'extinction spécifique à 232nm (Achir, 2006). En effet, les diènes conjugués et les produits primaires d'oxydation des acides gras se forment par réarrangement des doubles liaisons du radical alkyle des acides gras polyinsaturés, qui lorsqu'ils ont une structure diénique conjuguée tels que les hydroperoxydes linoléiques, absorbent la lumière au voisinage de 232 nm. Les triènes conjugués (dans le cas de la présence d'acides gras a trois doubles liaisons) et les

produits secondaires d'oxydation tels que les aldéhydes et cétones  $\alpha$ - insaturés, absorbent la lumière vers 270 nm. La détermination des absorbances au voisinage de 232 nm et au voisinage de 270 nm permet de détecter et d'évaluer les quantités des produits d'oxydation : plus l'extinction à  $\lambda=232$  nm est forte, plus l'huile est peroxydée. De même plus l'extinction à  $\lambda=270$ nm est forte, plus elle est riche en produits d'oxydation secondaires et traduit une faible aptitude à la conservation (Guillén et Ruiz, 2004).

### III.4 La couleur

L'altération des huiles de friture, se traduit par une intensification de la couleur d'origine, exprimé en unités de jaune et rouge nécessaires pour l'obtention de la couleur adéquate des échantillons analysés. Les résultats de l'évolution de la couleur sont portés dans le tableau VIII.

**Tableau VIII** : Résultats de l'évolution de la couleur.

Paramètres		Nombre de friture*				
		F1 J/R	F6 J/R	F11 J/R	F13 J/R	F16 J/R
<b>Huile non enrichie</b>		0.1/0.6	0.2/0.8	0.2/0.9	ND	0.2/0.9
<b>Huile + AC</b>	50 ppm	0.1/0.6	0.1/0.8	0.2/0.9	ND	0.2/0.9
	100 ppm	0.1/0.7	0.1/0.9	0.2/0.9	ND	0.2/0.9
<b>Huile + BHT</b>	50 ppm	0.1/0.7	0.1/0.8	0.2/0.9	ND	0.2/0.9
	100 ppm	0.1/0.7	0.1/0.8	0.2/0.9	ND	0.2/0.9
<b>Huile + HND</b>	50 ppm	0.1/0.7	0.1/0.8	0.1/0.9	0.2/0.9	0.2/0.9
	100 ppm	0.1/0.7	0.1/0.8	0.1/0.9	0.1/0.9	0.2/0.9

\*F1 : Première friture

\*F6 : Sixième friture

\*F11 : Onzième friture

\*F16 : sixième friture

\*F13 : treizième friture.

ND : non déterminé



Selon les résultats obtenus, nous avons constaté que le nombre des unités rouges et jaunes augmentent en fonction du nombre de friture. La couleur jaune augmente de 0.6 unités à la 1<sup>ère</sup> friture jusqu'à 0.9 à la 16<sup>ème</sup> friture. Et la couleur de rouge évolue de 0.1 à la 1<sup>ère</sup> friture pour atteindre 0.2 unités à la 16<sup>ème</sup> friture pour l'huile soja témoin, les valeurs évoluent de la même façon pour l'huile enrichie avec des antioxydants.

La couleur change en général au cours du temps et est très influencée par la nature de l'aliment à frire (Perrin, 1992). cette augmentation pourrait s'expliquer par la présence de polymères thermo-oxydés (Melton et al., 1994). Qui résultent du brunissement de l'huile de friture et aussi de la dégradation des substances colorantes naturelles dans l'huile d'origine (Pokorny, 2003).

L'évolution de la couleur ne dépasse pas les normes établies par ISO 15305 du 15-09-1998, qui sont 12 unités pour la couleur jaune et 1.2 unités pour la couleur rouge, et ne dépasse pas la norme fixée par l'entreprise, qui est  $R+J < 5$ .

### III.5 Composés polaires

La variation des teneurs de l'huile en composés polaires formés au cours des différentes fritures sont représentés dans le tableau (IX).

**Tableau IX** : Résultats du taux des composés polaires(%).

Huile		Nombre de friture*			
		F6	F11	F13	F16
<b>Huile non enrichie</b>		2.43 ±0,17	8,36 ±0,17	ND	ND
<b>Huile + AC</b>	50ppm	ND	6,6 ±0.26	ND	ND
	100ppm	ND	7,73 ±0.75	ND	ND
<b>Huile + BHT</b>	50ppm	ND	7,73 ±0.48	ND	ND
	100ppm	ND	8.26 ±0.31	ND	ND
<b>Huile + HND</b>	50ppm	ND	ND	6.6±0	ND
	100ppm	ND	ND	ND	8±0.13

\*F1 : Première friture

\*F6 : Sixième friture

\*F11 : Onzième friture

\*F16 : sixième friture

\*F13 : treizième friture.

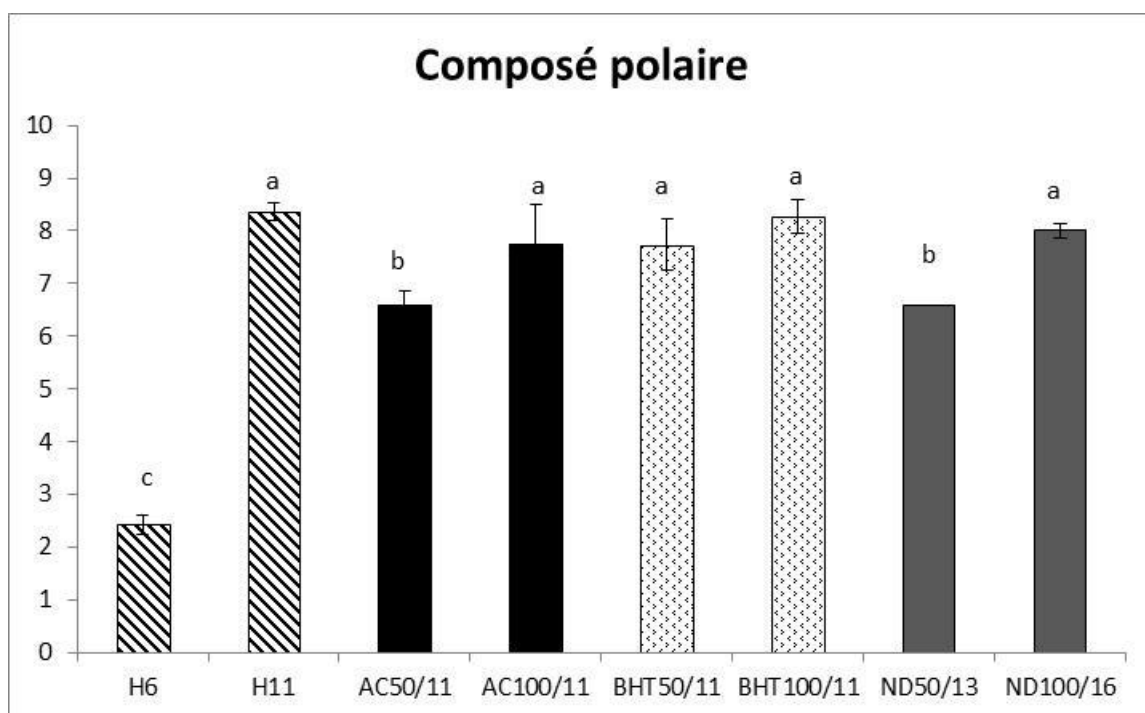
ND : non déterminé

Les composés polaires se forment au fur et à mesure qu'on augmente le nombre de friture ceci a été déjà constaté par Driss Izbaïm *et al.*, 2010, une valeur maximale de 8.36 % est notée pour l'huile non enrichie à la 11<sup>ème</sup> friture .

En effet la teneur en composés polaires pour l'huile avec acide citrique est de 6.6% pour 50ppm et de 7.73% pour 100ppm pour l'huile enrichie avec BHT elle est de 7.73% pour 50ppm et 8.26% pour 100ppm à la 11<sup>ème</sup> friture et de 6.6% pour l'huile enrichie de noyaux de dattes a 50ppm à la 13<sup>ème</sup> friture est de 8% à 100ppm à la 16<sup>ème</sup> friture,

### ➤ Analyse statistique

Les résultats de l'analyse statistique de taux de composés polaires sont représentés dans la figure suivante.



**Figure 12** : les composés polaires au cours de friture.

L'analyse statistique de taux de composés polaires à chaque stade de friture montre qu'il y a une différence significative ( $p < 0.05$ ) entre l'huile témoin et huile additionné avec des antioxydants et une différence significative ( $p < 0.05$ ) entre l'huile enrichie avec 50ppm et l'huile avec 100ppm des toute les antioxydants enrichie Fig(12).

plusieurs chercheurs considèrent la mesure des composés polaires comme l'un des indicateurs de l'état de l'huile les plus significatives, le taux des composés polaires

indiquent la dégradation de l'huile et la dissociation des triglycérides qui augmentent significativement avec le nombre de friture (Driss Izbaim et *al.*, 2010).

**Selon** (Farhoush et Tavassoli-Kafrani,2011) la recherche a montré que la fraction de composés polaires isolés des huiles oxydées est la plus toxique pour les animaux de laboratoire. Cependant, de nombreux pays ont autorisé une limite maximale de 25-27% de composés polaires, erniers dépasse la limite maximale autorisés, l'huile est considérée comme impropre à la consommation et doit être éliminée (Quaglia et *al.*, 1998 ; Osawa et *al.*, 2012).

Toutes les valeurs obtenues lors de la présente étude ne dépassent pas les limites maximales établies par les normes.

### III.6. Activité anti-radicalaire de l'huile contre le radical DPPH

Activité anti radicalaire des trois échantillons d'huile enrichie avec les différents antioxydants (acide citrique, BHT et l'huile de noyaux de dattes) à deux concentrations contre le radical DPPH est indiquée dans le tableau (X).

**Tableau X** : pourcentage d'inhibition de trois échantillons.

Echantillon	Pourcentage d'inhibition %
<b>H+AC 50</b>	11,46 % ±1,2
<b>H+AC 100</b>	13,30 % ±0,3
<b>H+BHT 50</b>	78,07 % ±0,7
<b>H+BHT 100</b>	82,50 % ±0,5
<b>H+HND 50</b>	30,05 % ±2,02
<b>H+HND 100</b>	44,14 % ±0,3

L'activité anti-radicalaire de l'huile enrichie avec des différents antioxydants utilisés dépend de la concentration car ce dernier est meilleur à la concentration de 100ppm qu'à celle de 50ppm.

Le pourcentage d'inhibition de BHT présente une forte activité antioxydante par rapport à celle de HND et AC respectivement.

Le pourcentage d'inhibition de ces antioxydants ne corrobore pas avec les résultats des analyses effectuées sur l'huile de friture avec BHT et celle avec l'huile de noyaux de dattes. Cela est probablement due selon Santos et al. 2012, à l'instabilité thermique de l'hydroxytoluène butylé (BHT) qui maintient sa stabilité à des températures inférieures à 100 ° C et se décompose complètement et s'évapore à 250 ° C ce qui lui permet d'offrir une faible résistance pour les huiles destinées à la cuisson contrairement aux tocophérols qui se trouvent dans l'huile de noyaux de dattes qui ont une très faible volatilité à la température de friture (Santos et *al.*, 2008 et Marmesat et *al.*, 2010).

# CONCLUSION



## Conclusion

Cette étude effectuée au niveau de la raffinerie « CO.G.B Labelle » a pour but d'évaluer la stabilité d'une huile au cours de la friture en incorporant des antioxydants : acide citrique, BHT et l'huile de noyaux de dattes.

L'huile de soja utilisée pour la friture présente des caractéristiques physicochimiques d'une huile conforme aux normes Algériennes et d'entreprise et bien raffinée .

Des analyses physico-chimiques réalisées sur les différents échantillons ont permis de mettre en évidence les points d'oxydation et de comparer la stabilité de l'huile de soja témoin et celle additionnée avec les différents antioxydants.

L'étude de la stabilité de l'huile de friture non enrichie a permis de révéler un point d'oxydation au niveau de la 6<sup>ème</sup> friture, par contre l'huile enrichie avec l'acide citrique et BHT à 50ppm et 100 ppm résiste jusqu'à la 11<sup>ème</sup> friture, et l'huile additionnée avec l'huile de noyaux de dattes a permis d'atteindre la 13<sup>ème</sup> et la 16<sup>ème</sup> friture pour 50 et 100 ppm respectivement.

Ce qui confirme une meilleure résistance de notre huile enrichie avec l'huile de noyaux de dattes au traitement thermique (180C°) par rapport aux autres, cela est probablement liée à la composition de cette huile et sa richesse en antioxydants naturels puissants.

En raison de l'intérêt de l'ajout d'huile de noyaux de dattes dans une huile de friture, il serait intéressant et judicieux de compléter ce travail par d'autres études :

- ✓ Trouver une méthode d'extraction adéquate (à froid) sans solvant ;
- ✓ Effectuer un test de toxicité (aigue et chronique) de cette huile ;
- ✓ Evaluer le pouvoir antioxydant et de quantifier ;
- ✓ Définir les effets réels de la consommation de cette huile sur la santé humaine
- ✓ Etude de l'influence des temps les plus longs de friture ;

REFERENCES

BIBLIOGRAPHIQUES



# A

**Achir, N., Kara, W., Chipeaux, C., Trezzani, I et Cuvelier, M.-E. (2006).** Effect of energy transfer conditions on the chemical degradation of frying oil. *European Journal of Lipid Science and Technology*, **108** (12): 999-1006.

**Adrian, J., Potus, J., Poiffat, A., et Dauvillier, P. (1998).** Introduction à l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaires, p38.

**Alais C, Linden G, 1997.** Lipides, vitamines in *Abrégé de biochimie alimentaire, Comportement au cours des traitements in introduction à la biochimie et alimentaires dans les industries des corps gras* : 33p, 35p, 40p, 42p, 125p.

**Alais, C., Linden, G et Miclo, R. (2008).** Lipides. In: *Biochimie alimentaire*. 6<sup>é</sup>dition. Dunod, 51-71.

**Andjelković, M., J. Van Camp, et al. (2006).** Iron-chelation properties of phenolic acids bearing catechol and galloyl groups. *Food chemistry*, 98(1). 23-31.

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

**Apfelbaum, M., Faivre, J., Forrat, C., et Nillus, P. (1982).** *Abrégé de diététique et de nutrition*: Masson, Paris, p336.

**Avellan, A.-V., et Alfos, C. (2005).** Valorisation non alimentaire des huiles de friture usagées en tant que lubrifiants biodégradables. *Oléagineux, Corps gras, Lipides*, 12(4), 290-294.

**Azzi A., Stocker A., (2000).** Vitamin E: Non-antioxidant Roles, *Progress in Lipid Research*, 39(3), 231-255



# B

**Bansal, G., Zhou, W., Barlow, P. J., Joshi, P., Neo, F. L., et Lo, H. L. (2010).** Evaluation of commercially available rapid test kits for the determination of oil quality in deep-frying operations. *Food chemistry*, 121(2), 621-626.

**Belguedj, M. (1996).** Caractéristiques des cultivars de dattiers du Sud-est du Sahara Algérien. Vol 1 conception et réalisation : filière (culture pérennes) de L'ITDAS, p67.

**Besbes, S., Blecker, C., Deroanne, C., Drira, N.-E., et Attia, H. (2004).** Date seeds: chemical composition and characteristic profiles of the lipid fraction. *Food chemistry*, 84(4), 577-584.

**Besbes, S., C. Blecker. (2005).** Heating effects on some quality characteristics of date seed oil. *Food chemistry* 91(3): 469-476.

**Bouchon, P. (2009).** Understanding oil absorption during deep-fat frying. *Advances in food and nutrition research*, 57, 209-234.

**Bouras, D.A. (2004).** Les constituants chimiques. In: *Biochimie alimentaire*. Ed. Office des publications universitaires, p36-72.

**Bourgeois, C. F. (2003).** Les vitamines dans les industries agroalimentaires: Tec et Doc Lavoisier. Paris, p41.

**BOUSKOU, D., BLEKAS, G., et TSIMIDOU, M. (2006).** Olive oil composition. Dans D. Boskou (Ed), *olive oil, chemistry and technology* (2<sup>nd</sup> edition). Champaign Illinois: American oil chemists, society. USA, p41-72.

**BOUSSENA, Z., et KHALI, M. (2016).** Extraction et composition chimique d'huile de noyaux de dattes algériennes. [Extraction and chemical composition of algerian date seeds oil]. *Nutrition & Santé*, 5(2), 100-106.

# C

**Cheftel, J.C et Cheftel, H. (1992).** Graisse et huiles .In: Introduction a la biochimie et a la technologie des aliments. Tome1. Ed Tec et Doc, Lavoisier, 243-266.

**Combe, N. et A. Rossignol-Castera. (2010).** Huiles végétales et friture. Cahiers de Nutrition et de Diététique 45(6), 44-51.

**Couet, C., J. Delarue. (1997).** Effect of dietary fish oil on body fat mass and basal fat oxidation in healthy adults. International journal of obesity 21(8), 637-643.

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

# D

**De Hove R. (1981).** La réglementation des produits alimentaires. 6<sup>ème</sup> éd., Paris, Commerce Editions.

**Denise, J. (1992).** Raffinage des corps gras. In: Manuel des corps gras. Tome 1. Ed. Tec et Doc, Lavoisier: 789-872.

# E

**El-SAFI, N., KOLLMANN, A., KHLIFI, S., DOCROT, P. H. (2007).** Antioxydative effect of comounds isolated from globularia alypum L.structure activity relationship. Ed Tec et Doc Lavoisier : 284p, 265p, 266p.

# F

**Farag, R., El-Baroty, G., et Basuny, A. M. (2003).** Safety evaluation of olive phenolic compounds as natural antioxidants. *International journal of food sciences and nutrition*, 54(3), 159-174.

**Farhoosh, R., et Tavassoli-Kafrani, M. H. (2011).** Simultaneous monitoring of the conventional qualitative indicators during frying of sunflower oil. *Food chemistry*, 125(1), 209-213.

**Favier, A. (2003).** Le stress oxydant intérêt conceptuel et expérimental dans la compréhension des mécanismes des maladies et potentiel thérapeutique, *L'actualité chimique*, 108-115

**François, R. (1974).** Industrie des corps gras, biochimie, extraction, raffinage et réglementation. Tec et doc, Ed Lavoisier, Paris, 32-138.

# G

**Garrette, G. (2000).** Les lipides, le métabolisme vue d'ensemble in *Biochimie*. Ed De boeck université : p241-607

**George, H. (2006).** Les matériaux biologiques de base in *Biochimie 4eme édition Dunod* : 9p. Groups, *Food Chemistry*, 98 (1), 23–31.

**Gornay, J. (2006).** Transformation par voie thermique de triglycérides et d'acides gras. Application à la valorisation chimique des déchets lipidiques. Thèse doctorat, institut national polytechnique, Nancy, p309.

**Graille, J. (2003).** Lipides et corps gras alimentaires: Lavoisier Tec et Doc, 231-267.

**Guillén, M. D. et Ruiz, A. (2004).** Formation of hydroperoxy and hydroxy alkenals during thermal oxidative degradation of sesame oil monitored by proton NMR. *European Journal of Lipid Science and Technology*, **106**, 680-687.

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

## *H*

**Hadi, M. (2004).** La quercétine et ses dérivés : molécules à caractère pro- oxydant ou capteur de radicaux libres : etudes et applications therapeutiques. These presentee en vue de l'obtention du grade de docteur en science de l'universite Louis Pasteur Domaine : Pharmacochimie, p155.

**Halliwell, B., et Gutteridge, J. M. (1999).** Free radicals in biology and medicine. City: Clarendon Press, Oxford. *J.Lipides et corps gras alimentaires*. Ed, Tec et Doc, Lavoisier, 231-267.

## *K*

**Kamal-Eldin, A., and Pokorný, J. (2005).** Analysis of lipid oxidation: AOCS Press: Urbana, Illinois, 2005.

**Karleskind, A. (1992).** Principaux constituants chimiques des corps gras. In: Manuel des corps gras. Tome1. Ed. Tec et Doc, Lavoisier, 65-111.

**KROYER, G., T. (2003).** Red clover extract as antioxidant active and functional food ingredient innovative. *Food Science and Emerging Technologies*, 5,101-105.

## L

**Lamigan, R. S. et yamarik, A. (2002).** Final report on the safety Assesment of BHT. International Journal of Toxicology, 21 (2), 19-94.

**Lecheb, F. (2010).** Extraction et caractérisation physico-chimique et biologique de la matière grasse du noyau des dattes: essai d'incorporation dans une crème cosmétique de soin.

## M

**Madhavi, D., Deshpande, S., et Salunkhe, D. (1996).** Food antioxidants: technological, toxicological, and health perspectives. Food science and technology,

**Maeda, H. et D. DellaPenna (2007).** Tocopherol functions in photosynthetic organisms. Current opinion in plant biology 10(3), 260-265.

**Marmesat, S., Morales A., Velasco J., Dobarganes M.C. (2010).** Action and Fate of Natural and Synthetic Antioxidants during Frying, Grasas y Aceites, 61 (4), 333-340.

**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.

**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.

**Mohtadji C- Lamballais, (1989).** Les aliments, Maloine, p96-99.

**Moussard, C. (2006).** Lipides. In: Biochimie structurale et métabolique. 3<sup>e</sup> édition. De boeck: 149-154.

# O

**Ollivier, D. (2003).** Recherche d'adultération dans les huiles végétales: application à la qualité des huiles vierges et notamment de l'huile d'olive. *Oléagineux, Corps gras, Lipides*, 10(4), 315-320.

**Osawa, C. C., Gonçalves, L. A. G., Gumerato, H. F., et Mendes, F. M. (2012).** Study of the effectiveness of quick tests based on physical properties for the evaluation of used frying oil. *Food Control*, 26(2), 525-530.

# P

**Pattono, D., Battaglini, L., Barberio, A., De Castelli, L., Valiani, A., Varisco, G., Scatassa, M., Davit, P., Pazzi, M., and Civera, T. (2009).** Presence of synthetic antioxidants in organic and conventional milk. *Food chemistry*, 115(1), 285-289.

**Platon, J. F. (1988).** Raffinage de l'huile de soja. *American Soybean Association* 19, p 3-30.

**Pokorny, J. (2003).** Problème de stabilité des produits alimentaires liés à la présence des lipides. *Lipides et corps gras alimentaires*, p60-63.

# Q

**Quaglia, G., Comendador, J., et Finotti, E. (1998).** Optimization of frying process in food safety. *Grasas y aceites*, 49(3-4), 275-281.

## R

**Ramadan, M. F. et J. T. Moersel (2006).** Screening of the antiradical action of vegetable oils. *Journal of Food Composition and Analysis* 19(8), 838-842.

**Rojas-Gonzalez, J. A. (2007).** Impact de l'opération de friture du plantain "barraganete" sur différents marqueurs nutritionnels: caractérisation et modélisation, *Agro Paris Tec et Doc*, p56.

## S

**Saguy, I.S., UF-Heil. G. et Livings, S. (1998).** Oil uptake fat frying. *Oléagineux-corp gras-lipides*, 1(5), p30-36.

**Santos, A. N., Cordeiro, A. M. T. M., Damasceno, S. S., Aguiar, R. T., Rosenhaim, R., Filho, J. R. C., Santos, I. M. G., Maia, A. S., Souza, A. G., (2012).** Commercial Antioxidants and Thermal Stability Evaluations, *Fuel* 97, p638-643.

**Scriban, R. (1988).** L'industrie des corps gras. In: *Les industries agricoles et alimentaires*. Ed. Tec et Doc, Lavoisier, p263-289.

**Shahidi, F., Zhong, Y. (2005).** Antioxydants, Regulatory Status. In *Bailey's Industrial Oil and Fats Products*, Vol. 1, 6th ed.; Shahidi, F., Ed. John Wiley and Sons, In, p 491-512.

## T

**Tsuzuki, W., Matsuoka, A., and Ushida, K. (2010).** Formation of trans fatty acids in edible oils during the frying and heating process. *Food chemistry*, 123(4), 976-982.

**Turrens, J. F., Alexander, A., Lehninger, D. (1985).** ubisemiquinone is the electron donor for superoxide formation by complex III of heart mitochondria. Arch BiochemBiophys, 237 : 408-414.

## V

**Valentini, F. (2005).** Les lipides. In: L'indispensable en biochimie. Ed. Bréal: 20-36.  
Transfer conditions on the chemical degradation of frying oil. European Journal of Lipid Science and Technology, **108**(12), 999-1006.

**Vitrac, O., Trystran, G., et Raoult-walk, A. L. (2003).** Procédé de fritures et produits frits. In Graille, lipides et corps gras alimentaires. Ed. Tec et Doc, Lavoisier, 231-267.

## W

**Wanasundara, P. K. J. P. D. Shahidi, F. (2005).** Antioxidants: Science, Technology, and Applications. In Bailey's Industrial Oil and Fat Products, Vol. 1, 6th ed.; Shahidi, F., Ed. John Wiley and Sons, Inc.: Hoboken, New Jersey, pp 431-489.

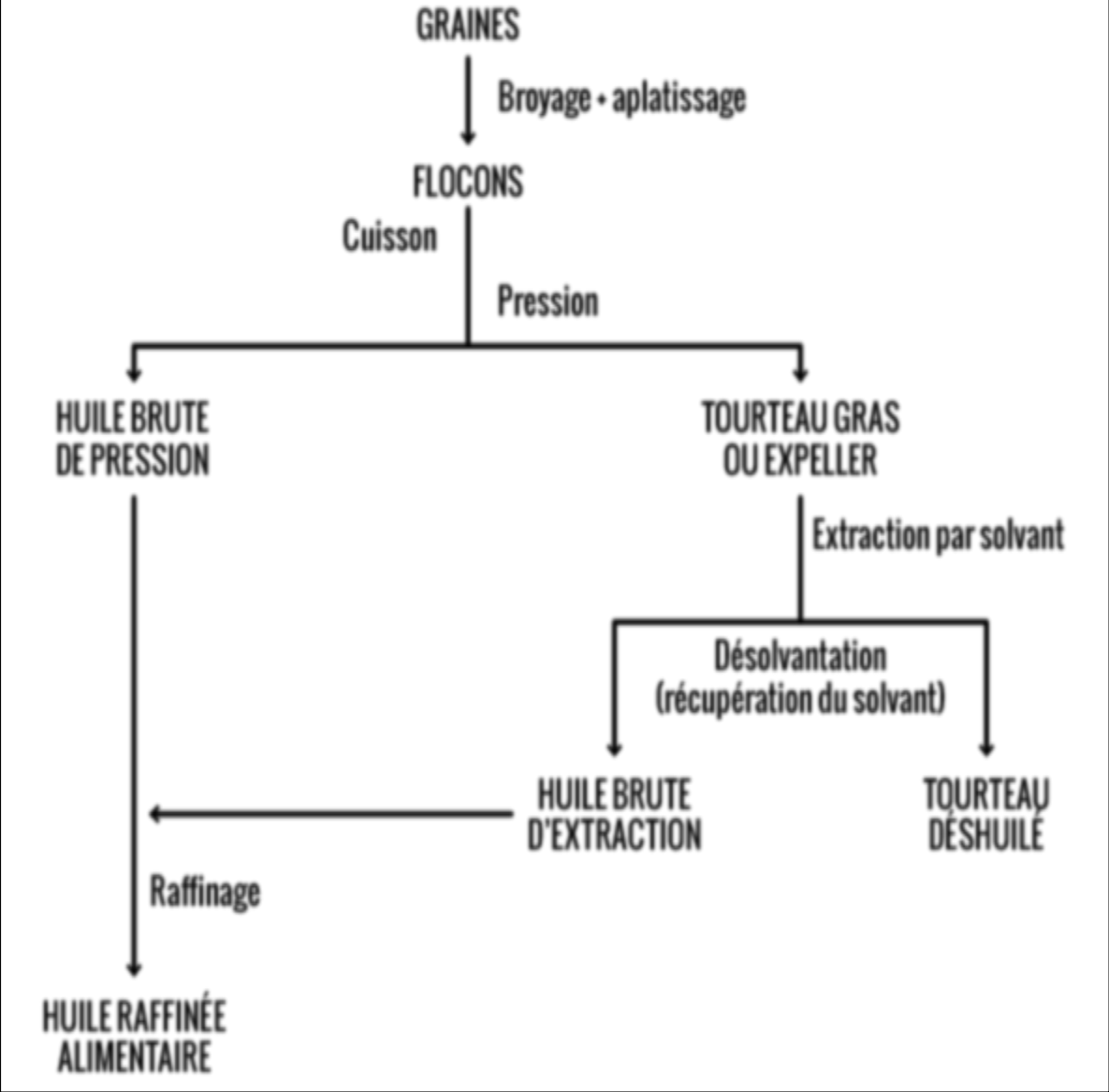
**White, P. J. et Miller, L. A. (1988).** High-temperature stabilities of low-linolenate, high-stearate and common soybean oils. Journal of the American Oil Chemists' Society, 65(8), 1324-1327.

**Wolff, J.P. (1968).** Methodes generales d'analyse ; dosage des produits d'oxydation.



# **Annexes**

**Annexe I :** Trituration des graines de soja



## Annexe II : Les appareils utilisés



Appareil Soxhlet



Rotavapor



Un spectrophotometre UV



Doseur de composés polaires



Lovibond



La friteuse électrique

### Annexe III : Les résultats de la détermination de la qualité de l'huile

Tableau I Les indices de qualité de l'huile de friture (soja).

Nombre de friture	Indice de peroxyde	acidité	Couleur (R/Y)
1 <sup>ère</sup>	2.9	0.06	0.1/0.6
2 <sup>ème</sup>	3.4	0.06	0.1/0.6
3 <sup>ème</sup>	3.9	0.07	0.1/0.6
4 <sup>ème</sup>	5.8	0.08	0.1/0.6
5 <sup>ème</sup>	7.3	0.07	0.1/0.7
6 <sup>ème</sup>	8.2	0.07	0.2/0.8
7 <sup>ème</sup>	7.7	0.09	0.2/0.8
8 <sup>ème</sup>	7.4	0.09	0.2/0.8
9 <sup>ème</sup>	7.2	0.09	0.2/0.8
10 <sup>ème</sup>	6.9	0.09	0.2/0.8
11 <sup>ème</sup>	5.9	0.09	0.2/0.9
12 <sup>ème</sup>	5.6	0.10	0.2/0.9
16 <sup>ème</sup>	5.4	0.10	0.2/0.9

Tableau II Les indices de qualité de l'huile de friture (soja) avec acide citrique à 50ppm et 100ppm.

Nombre de friture	50ppm			100ppm		
	Indice de peroxyde	Acidité %	Couleur (R/Y)	Indice de peroxyde	Acidité %	Couleur (R/Y)
1 <sup>ère</sup>	3.3	0.06	0.1/0.6	3.1	0.06	0.1/0.7
3 <sup>ème</sup>	3.8	0.07	0.1/0.7	3.8	0.07	0.1/0.7
5 <sup>ème</sup>	4.4	0.07	0.1/0.8	4.0	0.07	0.1/0.8
6 <sup>ème</sup>	5.2	0.07	0.1/0.8	4.2	0.07	0.1/0.9
7 <sup>ème</sup>	5.6	0.08	0.1/0.8	4.9	0.08	0.1/0.9
8 <sup>ème</sup>	6.3	0.08	0.1/0.8	5	0.08	0.1/0.9
9 <sup>ème</sup>	7.1	0.08	0.2/0.8	5.2	0.09	0.1/0.9
10 <sup>ème</sup>	8.7	0.08	0.2/0.8	5.4	0.09	0.1/0.9
11 <sup>ème</sup>	10.9	0.08	0.2/0.9	7.7	0.09	0.2/0.9
12 <sup>ème</sup>	10.5	0.09	0.2/0.9	7.3	0.09	0.2/0.9
14 <sup>ème</sup>	6	0.10	0.2/0.9	6.9	0.10	0.2/0.9
16 <sup>ème</sup>	5.7	0.10	0.2/0.9	6.7	0.10	0.2/0.9

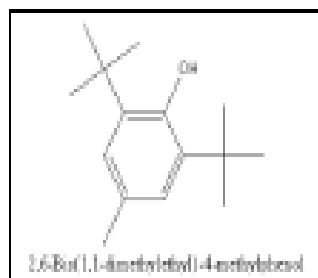
**Tableau III Les indices de qualité de l'huile de friture (soja) avec BHT à 50ppm et 100ppm.**

Nombre de friture	50ppm			100ppm		
	Indice de peroxyde	Acidité %	Couleur (R/Y)	Indice de peroxyde	Acidité %	Couleur (R/Y)
1 <sup>ère</sup>	3.2	0.06	0.1/0.7	2.8	0.06	0.1/0.7
3 <sup>ème</sup>	3.3	0.07	0.1/0.7	3.7	0.07	0.1/0.8
5 <sup>ème</sup>	3.6	0.07	0.1/0.7	4.0	0.08	0.1/0.8
6 <sup>ème</sup>	3.8	0.07	0.1/0.8	5.5	0.08	0.1/0.8
7 <sup>ème</sup>	4.2	0.07	0.1/0.8	6.3	0.08	0.1/0.8
8 <sup>ème</sup>	5.2	0.07	0.2/0.8	6.5	0.08	0.1/0.8
9 <sup>ème</sup>	6.0	0.08	0.2/0.8	7.3	0.08	0.1/0.8
10 <sup>ème</sup>	6.2	0.08	0.2/0.8	7.6	0.08	0.1/0.8
11 <sup>ème</sup>	7.4	0.08	0.2/0.9	8.2	0.08	0.2/0.9
12 <sup>ème</sup>	6.2	0.09	0.2/0.9	7.9	0.09	0.2/0.9
14 <sup>ème</sup>	5.6	0.10	0.2/0.9	7.5	0.09	0.2/0.9
16 <sup>ème</sup>	5.1	0.10	0.2/0.9	7.2	0.10	0.2/0.9

**Tableau IV Les indices de qualité de l'huile de friture (soja) avec l'huile de noyaux de dattes à 50ppm et 100ppm.**

Nombre de friture	50ppm			100ppm		
	Indice de peroxyde	Acidité %	Couleur (R/Y)	Indice de peroxyde	Acidité %	Couleur (R/Y)
1 <sup>ère</sup>	3.1	0.06	0.1/0.7	1.9	0.06	0.1/0.7
3 <sup>ème</sup>	3.2	0.07	0.1/0.7	2.1	0.07	0.1/0.7
5 <sup>ème</sup>	3.3	0.08	0.1/0.8	2.3	0.07	0.1/0.8
6 <sup>ème</sup>	3.5	0.08	0.1/0.8	2.4	0.07	0.1/0.8
7 <sup>ème</sup>	3.9	0.08	0.1/0.8	2.9	0.08	0.1/0.8
8 <sup>ème</sup>	4.3	0.08	0.1/0.8	3.2	0.08	0.1/0.8
9 <sup>ème</sup>	4.5	0.08	0.1/0.8	3.6	0.08	0.1/0.8
10 <sup>ème</sup>	4.7	0.08	0.1/0.8	4.4	0.08	0.1/0.8
11 <sup>ème</sup>	4.9	0.08	0.1/0.9	4.6	0.08	0.1/0.9
12 <sup>ème</sup>	6.4	0.09	0.2/0.9	5.2	0.09	0.1/0.9
13 <sup>ème</sup>	8.7	0.09	0.2/0.9	5.4	0.09	0.1/0.9
14 <sup>ème</sup>	7.3	0.09	0.2/0.9	6.7	0.09	0.2/0.8
16 <sup>ème</sup>	5.8	0.10	0.2/0.9	8.5	0.09	0.2/0.8
17 <sup>ème</sup>	5.3	0.11	0.2/0.9	7.2	0.10	0.2/0.9

## FICHE TECHNIQUE



### B. H. T.

INCI - BHT - N° CAS 128-37-0

N° EINECS/ELINCS 204-881-4

### DESCRIPTION :

Butyl Hydroxy Toluène (ou 2.6 Di-tert.-butyl-4-methyl-phenol) de qualité alimentaire.  
Poudre cristalline blanche.

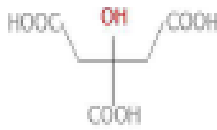
### CARACTERISTIQUES :

Aspect	Poudre cristalline blanche
Odeur	légère odeur spécifique
Pureté (%)	≥ 99.5
Teneur en eau (%)	≤ 0.12
Couleur (Hazen)	≤ 30
Masse moléculaire	220.4
Densité à 20 °C (g.cm <sup>-3</sup> )	~ 1.05
Point de fusion (°C)	69-71
Point d'ébullition sous 760 mm Hg (°C)	~ 265
Solubilité dans l'eau	Pratiquement insoluble
Cendres sulfuriques (%)	≤ 0.002
Arsenic (ppm)	≤ 2
Métaux lourds (ppm)	≤ 10

### APPLICATIONS :

Antioxydant. Cosmétique et pharmacie. Dose usuelle : 0.1 à 0.5 pour mille.

# FICHE TECHNIQUE



## **ACIDE CITRIQUE MONOHYDRATE CODEX**



INCI CITRIC ACID

N° CAS 5949-29-1 - N° EINECS 201-069-1

### **DESCRIPTION :**

Cristaux incolores ou poudre blanche granuleuse, fine, inodore, à saveur acide prononcée.  
Conforme aux exigences de l'USP, de la BP et E330.

### **CARACTERISTIQUES :**

Teneur (%)	99,5 - 101,0
Teneur en eau (%)	7.5 – 9.0
Métaux lourds (ppm)	≤ 5.0
Arsenic (ppm)	≤ 1.0
Plomb (ppm)	≤ 1.0
Cuivre (ppm)	≤ 1.0
Zinc (ppm)	≤ 1.0
Fer (ppm)	≤ 50.0
Baryum (ppm)	≤ 1.0
Magnésium (ppm)	≤ 10.0
Calcium (ppm)	≤ 200.0
Aluminium (ppm)	≤ 0.2
Chlorures (ppm)	≤ 50.0
Sulfates (ppm)	≤ 150.0
Oxalates (ppm)	≤ 100.0

### **APPLICATIONS :**

Industries alimentaire et pharmaceutique. Confiserie.  
Sels effervescents (boissons gazeuses). Oenologie (traitement des vins).  
Anti-oxydants pour corps gras. Séquestrant d'ions métalliques.