

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de L'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
Université Abderrahmane MIRA de BEJAIA  
Faculté des Sciences de la nature et de la vie  
Département des sciences alimentaires



## Mémoire de fin de cycle

En vue de l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en sciences alimentaires



### *Thème*

**Application de l'huile essentielle de romarin et son effet sur l'oxydation de l'huile de tournesol raffinée**



**Présenté par :**

M<sup>elle</sup> Babouri Zohra

M<sup>elle</sup> Bensadia Djazia

**Les membres de jury :**

Promotrice : M<sup>me</sup> Bouali N.

Présidente : M<sup>me</sup> Oukil N.

Examinateurs : M<sup>me</sup> Guerfi F,

Mr Aliane K.

**2011-2012**

# REMERCIEMENTS

Au terme de ce travail, nous tenons à remercier en premier lieu le bon Dieu le seul miséricordieux, qui nous a donné le courage, la force et la volonté pour l'accomplir.

Nous remercions très vivement notre promotrice M<sup>me</sup> Bouali N d'avoir accepté de nous guider et de nous aider pour réaliser ce modeste travail.

Nous voudrions exprimer nos sincères remerciements à :

M<sup>me</sup> Oukil N, d'avoir accepté de présider notre jury

M<sup>me</sup> Guerfi F et M<sup>f</sup> Aliane K (ingénieur chargé de développement produit à « **Cevital Spa** »), d'avoir accepté d'examiner notre travail.

Nous souhaitons exprimer nos reconnaissances envers le personnel de la direction des recherches et développement au sein de « **Cevital Spa** », nous remercions en particulier

Mr Hadjal Samir pour nous avoir proposé ce sujet et de nous avoir encadré et surtout pour sa disponibilité et ses conseils.

Nous remercions également Mr Aliane Khellaf de nous avoir suivis et d'avoir participé au bon déroulement de notre travail ainsi que Hocine, Karim, Samia et Mourad pour leurs conseils et leurs diverses orientations.

**Djazia & Zohra**



# DÉDICACES

*J'ai l'honneur de dédier ce modeste travail*



Mes très chers parents pour leurs conseils, leurs sacrifices et surtout pour leurs soutiens tout au long de ma vie et auxquels je ne rendrai jamais assez et que le Bon Dieu me les gardes.

Mes grands parents papi Smail et mamy Koukou.

Mon frère Wahib, sa femme Karine et à ses deux fiertés Mathias et Julian.  
Mon deuxième frère M'hand à qui je souhaite la réussite et une très belle vie en France.

Ma sœur Souhila, son mari Madjid et leurs deux anges Mayssa et Yani.

Ma sœur Fadila, son mari Samy et leurs ange Aya.

Mes sœurs Hassina et Wahiba que j'adore tellement à qui je souhaite beaucoup de santé.

Ma tante Ghenima et son mari Djamel et leurs deux enfants Karim et Laura.

Mon oncle M'henni, tata Nadia, tata Randja, tonton M<sup>d</sup> Azzine et à Massinissa.

Les familles Bensadia, Yassa, Ikni, Aoudjehout, Hadjar.

Mes chères copines : Dadou, Linda, Salima, Samira, Zahra, Loubna, Sabrina.

Mes amis : Moussa, Youba, Belhak.

À celle avec qui j'ai partagé mon travail « Zouzou » et sa famille.

**Djazia**

# DÉDICACES

Je dédie ce travail à tous ceux qui me sont chères :

À mes très chers parents, merci pour vos sacrifices et vos soutiens.

À ma très chère grand mère, que dieu te donne une longue vie.

À mon frère : Youcef.

À ma petite sœur : Zoulikha.

À mes oncles et tantes sans exception.

À mes cousins et cousines.

À ma binôme Djazia et toute sa famille.

À tous mes amis et à tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin à réaliser ce modeste travail.

**Zohra**

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Glossaire

## Partie théorique

**Introduction**.....1

### **Chapitre I : L'huile de tournesol**

I-L'huile de tournesol.....2

I-1-La graine de tournesol.....3

I-2-Production et extraction de l'huile de tournesol.....3

I-2-1-Extraction physique .....3

I-2-2-Extraction chimique.....3

I-3-Composition de l'huile de tournesol.....4

I-4-Caractéristiques physico-chimiques.....5

I-5-Utilisation de l'huile de tournesol.....6

I-5-1-Domaine alimentaire.....6

I-5-2- Domaine non alimentaire.....6

I-6-Raffinage.....7

I-6-1-La démulagination .....8

I-6-2-La neutralisation .....9

I-6-3-Le décirage.....9

I-6-4-Lavage et séchage .....9

I-6-5-La décoloration.....9

I-6-6-La désodorisation .....9

### **Chapitre II : Oxydation des lipides et intérêt des antioxydants**

II-Oxydation des lipides et intérêt des antioxydants.....10

II-1-Oxydation des lipides .....10

II-1-1-Mécanismes d'oxydation.....	10
II-1-1-1-Auto-oxydation.....	10
II-1-1-2-Photo-oxydation.....	12
II-1-1-3-Oxydation enzymatique.....	13
II-1-2-Les produits de la thermo-oxydation .....	13
II-1-3-Facteurs influençant l'oxydation.....	13
II-1-4-Effet sur l'organisme.....	14
II-2- Antioxydants .....	15
II-2-1-Classification.....	15
II-2-2-Rôle.....	16
 <b>Chapitre III : Les huiles essentielles</b>	
III-Les huiles essentielles.....	17
III-1-Utilisation.....	17
III-2-Modes d'extraction.....	18
III-3-Propriétés physico- chimiques et fonctions biologiques.....	19
III-4-Toxicité .....	20
III-5-Monographie de la plante étudiée.....	21
III-5-1-Dénomination.....	21
III-5-2-Description .....	21
III-5-3-Systématique.....	22
III-5-4-Composition biochimique de romarin.....	22

### Partie pratique

#### Chapitre I : Matériels et méthodes

I- Matériels et méthodes.....	23
I-1-Matériel végétal.....	23
I-1-1-Extraction de l'huile essentielle du <i>rosmarinus officinalis</i> .....	23
I-1-2-Description de l'huile essentielle du <i>rosmarinus officinalis</i> .....	23
I-2-Méthodes.....	23

I-2-1-Test d'accélération d'oxydation.....	23
I-2-2-Test de friture.....	24
I-2-2-1-Principe.....	24
I-2-2-2-Échantillonnage.....	25
I-3-Analyses physico-chimiques .....	26
I-3-1-Analyses physiques.....	26
I-3-2-Analyses chimiques.....	27
<b>Chapitre II : Résultats et discussions</b>	
II-Résultats et discussions.....	30
II-1-Test d'accélération d'oxydation .....	30
II-2-Test de friture.....	31
II-2-1-Évolution des indices physico-chimiques pour l'huile de tournesol.....	31
II-2-1-1-Indice de peroxyde.....	31
II-2-1-2-Humidité.....	32
II-2-1-3-La couleur.....	33
II-2-1-4-Composés polaires.....	34
II-2-1-5-Acidité.....	35
II-2-1-6-Indice de réfraction .....	36
II-2-1-7-Indice de saponification.....	37
II-2-2-Évolution des indices physico-chimiques pour l'huile de tournesol enrichie.....	38
II-2-3-Comparaison.....	38
<b>Conclusion.....</b>	<b>40</b>
<b>Liste des références</b>	
<b>Annexes</b>	





## LISTE DES FIGURES

<b>Figure N° 1</b> : Les étapes de raffinage de l'huile de tournesol.....	8
<b>Figure N° 2</b> : Peroxydation d'une portion chaîne d'AGPI.....	12
<b>Figure N°3</b> : Représentation d'un alambic.....	19
<b>Figure N°4</b> : Parties aériennes du <i>Rosmarinus officinalis L.</i> .....	22
<b>Figure N°5</b> : Évolution de l'indice de peroxyde en fonction des échantillons .....	31
<b>Figure N°6</b> : Évolution de l'humidité en fonction des échantillons.....	32
<b>Figure N°7</b> : Évolution de la couleur en fonction des échantillons .....	33
<b>Figure N°8</b> : Évolution des composés polaires en fonction des échantillons .....	34
<b>Figure N°9</b> : Évolution de l'acidité en fonction des échantillons .....	35
<b>Figure N°10</b> : Évolution de l'indice de réfraction en fonction des échantillons .....	36
<b>Figure N°11</b> : Évolution de l'indice de saponification en fonction des échantillons .....	37

---

---

## LISTE DES TABLEAUX

<b>Tableau N° I:</b> Composition en AG et en insaponifiables de l'huile de tournesol.....	5
<b>Tableau N° II:</b> Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de tournesol.....	5
<b>Tableau N° III :</b> Mécanismes d'oxydation des lipides.....	10
<b>Tableau N° IV :</b> Les facteurs favorisant l'oxydation.....	14
<b>Tableau N° V :</b> Exemples d'antioxydants naturels et de synthèse.....	16
<b>Tableau N° VI :</b> Propriétés physico-chimiques des HE.....	19
<b>Tableau N° VII :</b> Rôle biologique des HE.....	20
<b>Tableau N° VIII :</b> Rapport quantité frites sur l'huile dans la friteuse.....	25
<b>Tableau N° IX :</b> Échantillons prélevés.....	25
<b>Tableau N° X :</b> Temps d'induction au Rancimat (huile de tournesol+ HE).....	30
<b>Tableau N° XI :</b> Évolution des indices physico-chimiques de l'huile de tournesol.....	31
<b>Tableau N° XII:</b> Évolution des indices physico-chimiques de l'huile de tournesol enrichie..	38

## **LISTE DES ABRÉVIATIONS**

**AFNOR** : Association française de **n**ormalisation.

**AGL** : Acide **g**ras **l**ibre.

**AG** : Acide **g**ras.

**AGPI** : Acide **g**ras **p**olyinsaturé.

**BHA** : **B**utyl **h**ydroxy **a**nisol.

**BHT** : **B**utyl **h**ydroxy **t**oluene.

**CG** : **C**orps **g**ras.

**CTA** : **C**entre **t**echnique de coopération **a**gricole et rurale.

**DL<sub>50</sub>** : **D**ose létale 50 %.

**FFA** : **F**at **f**ree **a**cid (Acides gras libres).

**HE** : **H**uiles essentielles.

**ISO** : **I**nternational **s**tandard **o**rganisation.

**LDL** : **L**ipid **l**ow **d**ensity (lipoprotéines de basse densité).

**NE** : **N**orme d'entreprise.

**ST** : **S**térol **t**otaux.

# GLOSSAIRE

**Allopathique : (allopathie)** traitement des maladies avec des remèdes produisant des effets contraires à ceux de ces maladies.

**Cyclooxygénase :** La cyclo-oxygénase est une enzyme qui permet la formation de prostaglandines à partir de l'acide arachidonique .

**Diurétiques :** Se dit d'une substance qui augmente la diurèse.

**Homolytique :** Rupture symétrique d'une liaison covalente qui donne deux ions de charge identique

**Lipoxygénases :** ce sont des métalloenzymes à fer non hémique qui catalysent l'hydroperoxydation d'acides gras polyinsaturés.

**Singulet :** Un état excité de l'oxygène moléculaire produit photochimiquement ou chimiquement.

**Vasodilatation :** Augmentation du calibre des vaisseaux sanguins.

# Partie théorique

## Partie théorique

# Introduction

### Introduction

Les lipides, l'une des trois classes principales de nutriments et en tant que source d'énergie, d'acides gras essentiels et de vitamines, ont un rôle important dans notre alimentation, dont les acides gras insaturés qui présentent des actions préventives dans de nombreuses maladies cardiovasculaires et dans certaines formes de cancer.

L'oxydation est une série de réactions en chaînes qui touche tous les lipides et qui résulte de l'interaction des acides gras insaturés avec l'oxygène (**choe et al., 2009**).

L'huile de tournesol est une huile végétale jaune pâle, pratiquement dépourvue de saveur, sa teneur en acide linoléique est très élevée (70%), ce qui en fait l'une des meilleurs sources d'acides gras essentiels fortement insaturés (**Rogis, 2002**).

L'utilisation des molécules naturelles pour remédier au phénomène d'oxydation des corps gras et ses conséquences sur la santé ont fait l'objet de plusieurs études. Ainsi, les huiles essentielles (HE) commencent à avoir beaucoup d'intérêts comme source potentielle de molécules naturelles bioactives, de nombreuses variétés de plantes aromatiques ont été appliquées dans ce contexte.

C'est dans ces perspectives et face à ce que « **Cevital spa** » a déjà développé comme recherches sur les extraits de plantes et leurs effets sur ses produits, qu'on a pensé d'inscrire une étude par un travail réalisé au sein de cet organisme dans le but de voir l'effet antioxydant de l'huile essentielle extraite du romarin sur l'huile de tournesol raffinée.

Notre présent travail est organisé en deux parties :

Une partie bibliographique, traitant l'huile de tournesol, l'oxydation des lipides, les antioxydants et les huiles essentielles.

Une partie expérimentale où on a essayé de suivre la stabilité de l'huile de tournesol raffinée avant et après enrichissement par l'huile essentielle de romarin, des paramètres sont identifiés tels que : l'indice de peroxyde, l'indice de réfraction, l'acidité et la teneur en composés polaires ; une discussion et une interprétation des résultats obtenus sont ensuite effectuées.



# Chapitre I

## Chapitre I

## I-L'huile de tournesol

Les huiles végétales sont très employées dans l'alimentation, l'huile de tournesol en particulier, qui fait partie de celles riches en acides gras polyinsaturés (AGPI) (66%).

Le tournesol est une plante *Hélianthus annuus L.*, appartient au règne de Plantae, division de Magnoliophyta, classe de Magnoliopsida, ordre des Astéales et à la famille des Astéracées, il est originaire d'Amérique du nord.

C'est au XVIe siècle que les Espagnols le ramenèrent en Europe où son huile ne commença à être utilisée dans l'alimentation humaine qu'au XIXe siècle, particulièrement en Russie. Depuis les années 60, le tournesol a conquis bien d'autres pays dont ceux d'Europe de l'Ouest (**Rogis, 2002**).

Le tournesol avant sa maturité est utilisé comme fourrage. Les graines de tournesol se croquent quand elles sont torréfiées. Nature, elles nourrissent les perroquets et autres oiseaux de volière, sa richesse en acide linoléique (70%) lui confère une très bonne stabilité (résistance à l'oxydation).

Parmi les principaux pays producteurs de graine de tournesol au monde se trouve par ordre décroissant : la Russie (7,3million de tonnes), l'UE (6,9 million de tonnes), l'Ukraine (6,3 million de tonnes) et l'Argentine avec 2,9 million de tonnes (**Anonyme1b, 2010**).

En plus de l'huile standard ou classique, des variétés spéciales de tournesol enrichies en différents acides gras (AG) telles les variétés oléiques se développent dans le but de conquérir de nouveaux marchés.

On distingue deux classes de tournesol ; standard et oléique :

✓ **Tournesol standard** : Les huiles obtenues à partir de tournesol standard ont comme caractéristique essentielle la richesse en acide linoléique 60 à 70 % et 15 à 20% d'acide oléique (**Del-Planque, 2000**).

✓ **Tournesol oléique** : L'apparition de ce type de tournesol fut mentionnée pour la première fois en Russie dans les années 70. Il est riche en acide oléique (83 %) (**Karleskind, 1992**).

## I-1-La graine de tournesol

La graine de tournesol est sous forme d'akène allongé et légèrement aplatie, elle est constituée d'eau (9%), de protéines (18%), de lipides (44%), de cellulose (15%) et d'autres matières (14%).

L'huile de tournesol est extraite des graines dont la teneur dans les variétés améliorées varie de 44% à 50% (**Rogis, 2002**).

## I-2-Production et extraction de l'huile de tournesol

La production de l'huile est précédée par une préparation des graines qui joue un rôle très important dans la qualité de l'huile, les graines sont triées, puis subissent un dépoussiérage par un courant d'air (15-90 minutes à 90-100 °C), un tamisage, broyage, puis elles sont décortiquées et sont broyées pour réduire les graines entières en fractions de granulométrie optimale (**Mohtadji et al., 1989**).

L'huile brute désigne l'huile non raffinée, elle peut être obtenue selon deux procédés, l'un physique (la pression), et l'autre chimique (l'extraction par solvant) (**Alais et al., 2004**).

### I-2-1-Extraction physique

C'est une extraction mécanique par pressage à froid ou à chaud (**Scriban, 1988**).

✓ **Pressage à froid** : Ils s'effectue à l'aide de presses hydrauliques à une température maximale de 60 °C, puis une cuisson à 80°C.

✓ **Pressage à chaud** : Il s'effectue uniquement par le passage de la pâte dans des presses à une température de 80° à 120°C, l'huile s'écoule tandis que « les écailles de presse » sont recueillies à la sortie. L'huile obtenue « l'huile de pression » est tamisée et séchée par pulvérisation sous vide pour conserver ses qualités au cours du stockage .

### I-2-2-Extraction chimique

Les écailles de presse contiennent 12 à 15 % d'huile. Elles sont appelées « tourteau gras » ou « ex peller ». La récupération de cette huile résiduelle contenue dans le tourteau se fait par un solvant de qualité alimentaire (hexane), celui-ci est pulvérisé sur le tourteau qui se déplace à contre-courant sur un tapis, au cours de ce déplacement, le solvant percole dans le tourteau puis recyclé plusieurs fois. Il s'enrichit progressivement en l'huile tandis que le tourteau s'appauvrit en matières grasses (**Le Goff, 1998**).

À la sortie de l'extracteur, le solvant qui se trouve d'une part de façon résiduelle dans le tourteau et d'autre part dans le miscella (mélange de solvant et de l'huile), doit être récupéré.

✓ **La distillation du miscella** : Elle permet de récupérer une huile pure dite « huile d'extraction », elle consiste en une succession de chauffages sous vide suivie d'une condensation pour séparer les deux fluides. L'huile brute d'extraction est ensuite séchée par pulvérisation sous vide (**Canstantin, 2001**).

✓ **La désolvantisation** : Elle se fait à la vapeur dans une tour à étages appelée «désolvantateur». Le tourteau en grande partie déshuilé, il reste environs 2% de matière grasse et généralement mise sous la forme de granules ou «pellets». Le solvant est récupéré pour être réutilisé (**Uzzan, 1992**).

### I-3- Composition de l'huile du tournesol

L'huile de tournesol se compose essentiellement de triglycérides (97% à 98%) et de composés mineurs (insaponifiables) (1%) tels les tocophérols dont l'alpha tocophérol détient l'activité vitaminique E. Elle est classée dans les huiles hautement polyinsaturées, constitue une excellente source d'acide linoléique et riche en phytostérol (**Merrien, 1992**).

Les principaux composés de l'huile de tournesol sont donnés dans le tableau N°I.

**Tableau N°I :** Composition en acides gras et en insaponifiables de l'huile de tournesol

(Merrien, 1992).

<b>Teneur en AG</b>	<b>AG saturés (%)</b>	C <sub>16</sub> :0	5-7
		C <sub>18</sub> :0	4-6
		C <sub>20</sub> :0	<1
		C <sub>22</sub> :0	<1
	<b>AG insaturés (%)</b>	C <sub>16</sub> :1	≤ 0,4
		C <sub>18</sub> :1	15-25
		C <sub>18</sub> :2	62-70
		C <sub>20</sub> :1	<0,5
<b>Teneur en insaponifiables</b>	<b>Cholestérol (en % de ST)</b>	< 0,4	
	<b>Stérol (mg/100g de CG)</b>	15-20	
	<b>α-tocophérol(en % de tocophérol totaux)</b>	91-97	

#### **I-4-Caractéristiques physico-chimique**

Les principales caractéristiques physico-chimiques de l'huile de tournesol sont représentées dans le tableau N°II.

**Tableau N°II:** Caractéristiques physico- chimique de l'huile de tournesol (Merrien, 1992).

<b>Caractéristiques</b>	
Densité à 20° C	0.920 à 0.925
Viscosité à 20°C (Pas)	51 à 57
L'indice de réfraction à 40°C	1,474 à 1,476
L'indice d'iode (g d'iode/100g de CG)	120 à 134
L'indice de saponification (mg/Kg de CG)	188 à 193

## I-5-Utilisation de l'huile de tournesol

### I-5-1-Domaine alimentaire

Bien que la production de l'huile de tournesol soit principalement destinée à une valorisation alimentaire, son utilisation pour des applications industrielles s'accroît.

Dans le secteur alimentaire, l'huile de tournesol, seule ou combinée à d'autres, permet de répondre à des exigences technologiques (stabilité à la cuisson) et nutritionnelles (effets bénéfiques sur la santé).

✓ **Le tournesol pour les huiles :** L'huile de tournesol est appréciée pour son équilibre en AG, elle contient des AG saturés et beaucoup d'AG mono ou polyinsaturés, acide oléique et surtout l'acide linoléique qui est un AG essentiel. Cette huile a d'excellentes qualités diététiques, par exemple pour combattre le diabète, c'est également une bonne source en vitamine E.

En alimentation humaine, l'huile de tournesol réduit le taux de cholestérol sanguin et l'apparition des maladies cardio-vasculaires, elle est utilisée seule ou mélangée avec l'huile de tournesol oléique, elle est capable de répondre à bien aux exigences de l'industrie agroalimentaire, neutre du point de vue gustatif, elle respecte et révèle le goût des aliments. C'est une huile utilisée comme huile de table, grâce à sa richesse en AG essentiels de type  $\omega_6$ .

L'huile de tournesol (classique ou oléique) est utilisée dans l'industrie alimentaire pour la fabrication des sauces et des assaisonnements, ainsi que pour les fritures et de nombreuses autres préparations, sa richesse en acides oléiques est particulièrement recherchée pour la friture. Elle confère en effet une bonne stabilité de l'huile à la cuisson et de bonnes aptitudes technologiques pour la friture industrielle.

✓ **Le tournesol pour la margarine :** La margarine est une émulsion essentiellement composée d'un mélange d'huile, d'eau et de lait écrémé.

L'huile de tournesol est utilisée depuis de nombreuses années pour la fabrication de la margarine. Là aussi les margarineries apprécient les qualités technologiques de l'huile de tournesol ainsi que son bénéfice nutritionnel en tant que source en AG essentiels et en vitamine E (Rogis, 2002).

### I-5-2-Domaine non alimentaire

L'huile est aussi utilisée dans des usages non alimentaires tels que le domaine de la peinture comme lubrifiant et comme biocarburant, les tourteaux issus de la pression des

graines de tournesol fournissent de l'alimentation pour le bétail et les domaines pharmaceutique et cosmétique.

L'huile de tournesol à une très bonne action sur la peau, les muqueuses, système nerveux et endocrinien, elle est importante à l'activité en cas d'hypercholestérolémie, d'athérosclérose, et d'une manière générale dans toutes les maladies cardio-vasculaires (Cossut, 2002).

### **I-6-Raffinage de l'huile de tournesol**

Le raffinage est un traitement destiné à éliminer les phospholipides, pratiquement tout les acides gras libres (AGL), les traces métalliques, les pigments colorés (carotène, chlorophylle, les produits volatils (aldéhydes, cétones...) et à améliorer la qualité et la stabilité de l'huile.

Le procédé de raffinage est donné dans la figure N°1.

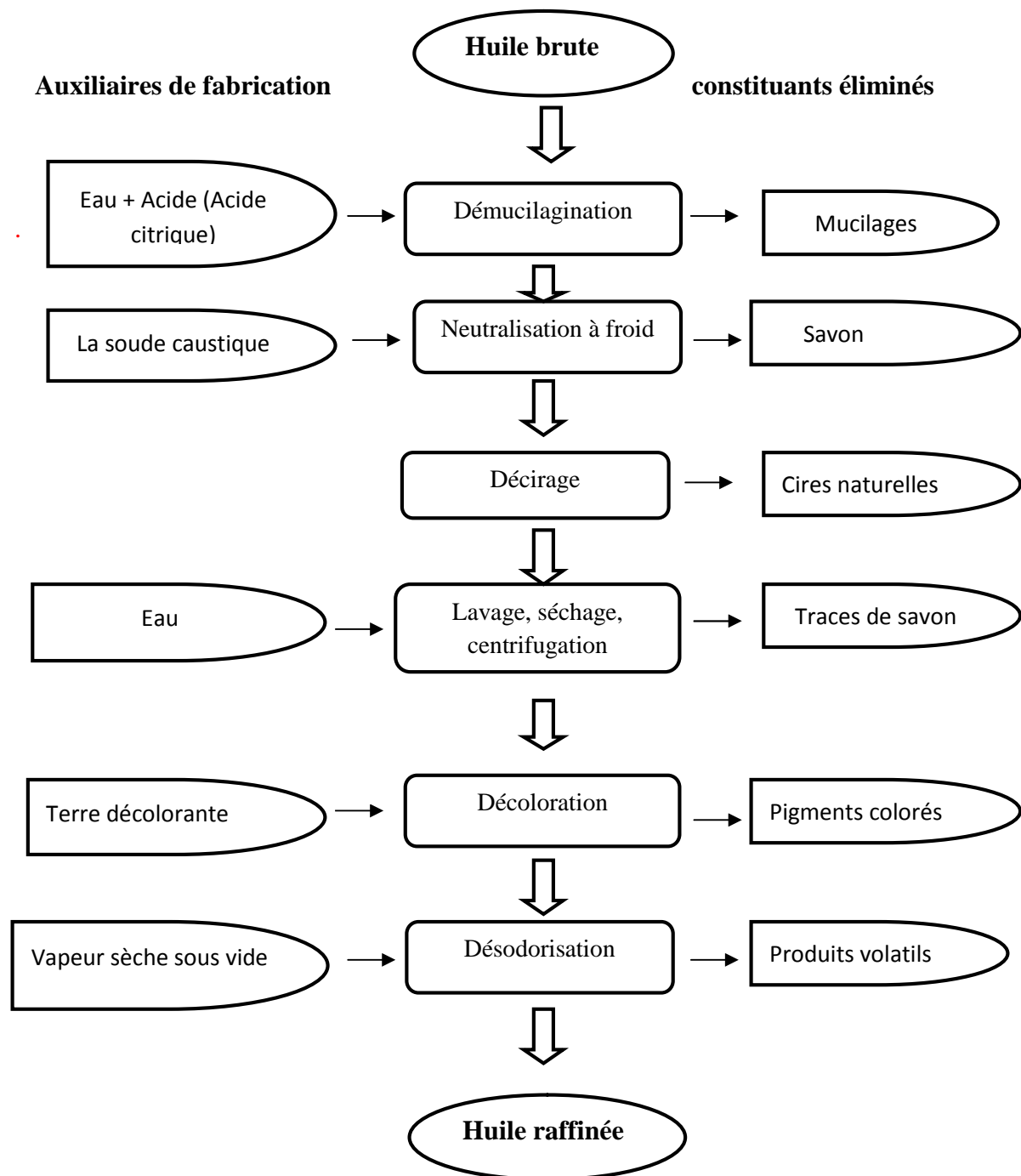


Figure N°1 : Les étapes de raffinage de l'huile de tournesol

### I-6-1-La démucilagination

C'est une étape importante qui permet d'éliminer les phospholipides présents naturellement dans l'huile brute pour que cette dernière devienne limpide.



De l'eau et de l'acide sont ajoutés à l'huile brute créant la précipitation des phospholipides avec formation de mucilage, substances présentes chez de nombreux végétaux qui gonflent au contact de l'eau donnant naissance à une solution visqueuse plus lourde que l'huile et les mucilages sont éliminés par centrifugation.

### **I-6-2-La neutralisation**

Les AGL qui donnent à l'huile un mauvais goût et nuisent à sa conservation sont transformés en savon insoluble suite à l'ajout de la soude caustique qui permet de débarrasser l'huile de la quasi-totalité des phospholipides restants et d'éliminer les traces métalliques qui sont des catalyseurs d'oxydation.

### **I-6-3-Le décirage**

C'est l'élimination des cires naturelles, solubles à 40°C mais peu solubles à température ambiante où un refroidissement de l'huile au environ de 5°C est nécessaire pour assurer la cristallisation complète des cires qui seront séparées de l'huile par centrifugation et filtration.

### **1-6-4-Lavage et séchage**

Un à deux lavages à l'eau chaude permet d'éliminer la quasi-totalité des traces du savon résiduelles entraînées dans l'huile neutralisée et certains métaux et impuretés. Puis l'huile est séchée par pulvérisation sous vide à 90°C.

### **1-6-5-La décoloration**

Appelée aussi blanchiment, obtenue par absorption des pigments par une terre décolorante activée (argile) maintenue en contact de l'huile 30 mn, sous vide et à 90°C. La terre chargée en pigments est séparée de l'huile par filtration, elle, permet également l'élimination parfaite des dernières traces de métaux, de savon et de mucilage.

### **I-6-6-La désodorisation**

Elle se fait par entraînement à la vapeur d'eau des flaveurs indésirables à 200°C-220°C à l'abri de l'air et sous vide, permettant ainsi d'éliminer les traces des produits volatils qui donneraient à l'huile un goût de rance.

# Chapitre II

## Chapitre II

## II-Oxydation des lipides et intérêt des antioxydants

### II-1-Oxydation des lipides

L'oxydation des lipides est considérée comme étant l'attaque des insaturations des AG par l'oxygène atmosphérique : c'est le rancissement oxydatif, phénomène chimique, spontané, évolutif, irréversible et altératif.

L'oxydation des lipides se traduit par une perte de la valeur nutritionnelle des produits et par la détérioration de leurs qualités sensorielles. L'oxydation rend non seulement la nourriture moins acceptable ou inacceptable par le consommateur mais aussi cause de grandes pertes économiques à l'industrie alimentaire (Kim *et al.*, 2007).

#### II-1-1-Mécanisme d'oxydation

L'oxydation peut résulter de plusieurs voies réactionnelles en fonction du milieu et des agents initiateurs (Eymard, 2003).

Le mécanisme d'oxydation est montré dans le tableau N°III.

**Tableau III : Mécanisme d'oxydation des lipides (Pokorny, 2003).**

Type d'oxydation	Lipides oxydés	Catalyseurs	Agent oxydant	Prévention
Auto-oxydation	Touts les lipides insaturés	métaux lourds, radicaux libres	Oxygène triplet	antioxydants
Photo-oxydation	Touts les lipides insaturés	Molécules photosensibles	Oxygène singulet	Piégeurs d'oxygène singulet
Oxydation enzymatique	Touts les lipides poly- insaturés	Lipoxygénases	Oxygène triplet	Inactivation des enzymes

##### II-1-1-1- L'auto-oxydation

L'auto-oxydation d'un corps gras (CG) est un phénomène purement chimique mettant en jeu des réactions radicalaires qui donnent en présence d'oxygène des hydroperoxydes (produits instables) et des composés volatils (aldéhydes, cétones...), elle se déroule en trois phases : l'initiation, propagation et terminaison (Judde, 2004).

✓ **Initiation** : Elle consiste en la rupture homolytique, occasionnée par un initiateur radicalaire, d'une liaison C-H de la chaîne d'un AG, ce qui en fait un composé radicalaire très réactif vis-à-vis de l'oxygène.

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

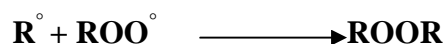
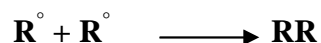


✓ **Propagation** : C'est là où il y'a formation de peroxydes suite à la fixation de l'oxygene et l'appartion consécutive des composés secondaires .



La vitesse de propagation est accélérée avec l'augmentation de la température et avec l'augmentation du degré d'insaturation des huiles (Jude, 2004) .

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



Ce sont les hydroperoxydes formés lors de l'auto-oxydation qui se transforment ultérieurement en aldéhydes, cétones et acides .Ces produits de scission sont effectivement des indicateurs d'altération. L'auto-oxydation des acides gras insaturés(AGI) procède par un ensemble de réactions en chaine au quel ils participent surtout des radicaux libres.

Le mécanisme qui suit met en évidence le découpage de cette réaction en deux sous parties : l'oxydation primaire et l'oxydation secondaire (Figure N° 2).

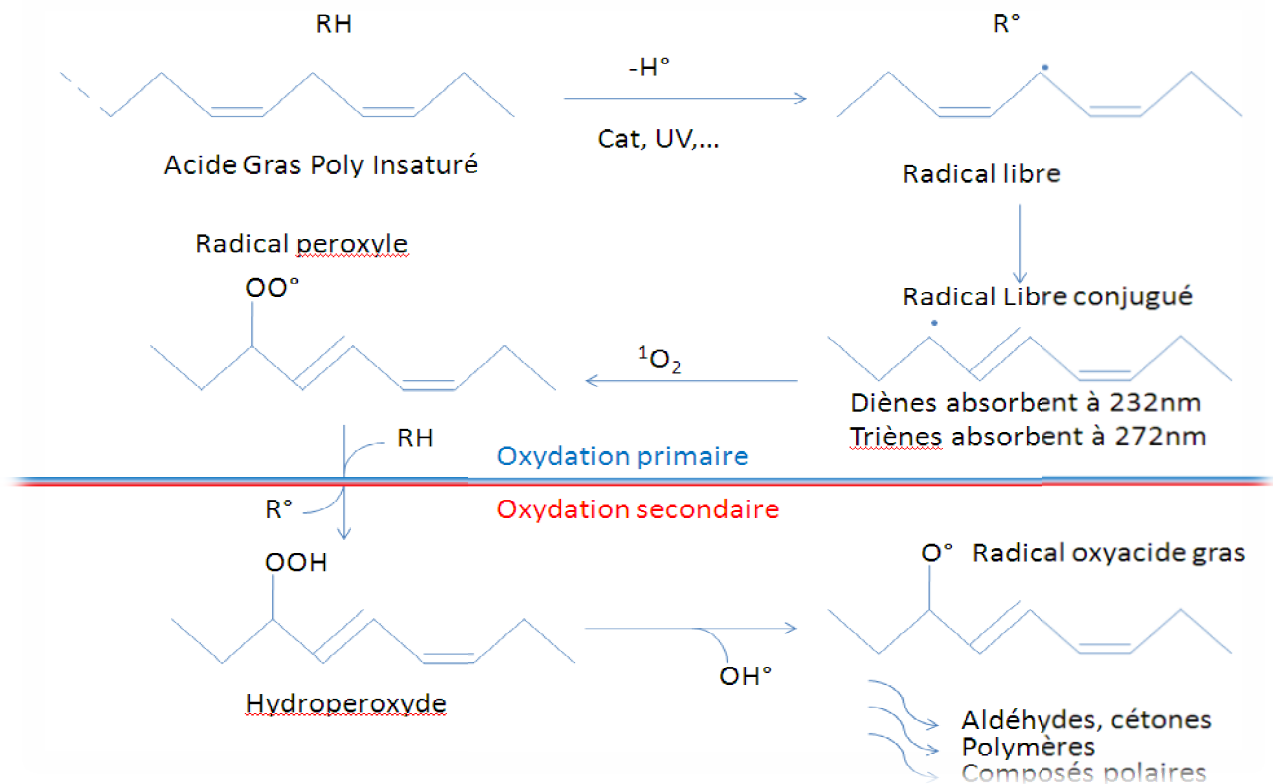


Figure N°2 : Peroxydation d'une portion chaîne d'AGPI (Karleskind, 1992).

### II-1-1-2-Photo-oxydation

C'est une voie importante de production d'hydroperoxydes en présence d'oxygène, d'énergie lumineuse et de photosensibilisateurs tels que les hémoprotéines ou la riboflavine (Riahi et Marzouki, 2000).

Il y'a présence de deux cas :

✓ **Photo-oxydation directe** : La lumière joue le rôle d'accélérateur des cinétiques des réactions d'oxydation, les mécanismes chimiques restent les mêmes.

✓ **Oxydation photo-sensibilisée** : En présence nécessaire d'un agent photosensibilisateur (pigments de type chlorophylle, certains colorants, certaines vitamines), l'oxygène de l'air est activé, passant de son état fondamental dit «triplet» à un état excité dit «singulet», état dans lequel l'oxygène a suffisamment d'énergie pour se fixer directement sur l'AG, sans passer par l'étape radicalaire. Les mécanismes réactionnels sont donc différents, les produits formés sont différents (Judde, 2004).

### II-1-1-3- Oxydation enzymatique

Il s'agit généralement d'une oxydation limitée qui peut se dérouler simultanément à l'auto-oxydation (Fuhrer *et al.*, 2005), elle fait intervenir deux enzymes dans l'oxydation des AGI: la lipoxygénase et la cyclooxygénase.

La lipoxygénase catalyse l'insertion d'une molécule d'oxygène sur un AGI et aboutit à la formation d'hydroperoxydes. Son activité est souvent couplée avec celle des lipases et des phospholipases pour agir spécifiquement sur les AG non estérifiés.

La cyclooxygénase est une lipoxygénase qui incorpore deux molécules d'oxygène au niveau d'un AG pour former des hydroperoxydes spécifiques (Eymard, 2003).

Ce type d'oxydation peut se produire à des basses températures, durant le stockage et même à l'état congelé. Son activité enzymatique est très faible, et une fois la décongélation amorcée et des températures de 0°C à 4°C atteintes, cette activité reprenne et s'accroît (Frankel, 1998).

### II-1-2-les produits de la thermo-oxydation

Lors des fritures, une multitude de réactions cause une série de changements physiques et chimiques. En présence de l'oxygène, de l'humidité de l'aliment et des hautes températures, l'huile subit des réactions d'altérations : l'hydrolyse provoquée par l'eau et l'oxydation provoquée par l'oxygène et la chaleur. Toutes ces réactions extrêmement complexes provoquent la formation de nombreux produits (Chiavaro *et al.*, 2010).

✓ **Les produits primaires** : Ce sont des produits très instables et très réactifs, ils se forment à partir de la réaction d'auto-oxydation, se sont donc des radicaux peroxydes, des hydroperoxydes et des radicaux libres (Eymard, 2003).

✓ **Les produits secondaires** : La scission des produits primaires de l'oxydation conduit à la formation des composés secondaires souvent volatils tels les aldéhydes et des composés non volatiles y compris les composés polaires et non polaires (Eymard, 2003).

### II-1-3- Facteurs influençant l'oxydation

Le rancissement oxydatif est un phénomène purement chimique et spontané dès lors que des AGI sont en présence d'oxygène atmosphérique ; notons à ce stade que la lumière ou la température sont des facteurs accélérateurs mais ne sont pas des éléments nécessaires et

suffisants pour déclencher des phénomènes d'oxydation (Judde, 2004). Le tableau N°IV montre les différents facteurs qui favorisent l'oxydation.

**Tableau N°IV:** Les facteurs favorisant l'oxydation (Multon, 2002).

<i>Facteurs internes</i>	<i>Facteurs externes</i>
Nature et/ou la qualité de la matière grasse (AGL)	Oxygène
Insaturation (nombre et position)	Température
Dispersion (augmentant la surface d'échange avec O <sub>2</sub> )	L'aération
Activité de l'eau > 0,3 (favorisant l'oxydation enzymatique et l'activité des métaux)	Lumière (radiation UV ou ionisation)
Enzymes (lipases, lipoxygénases)	
Pigments (catalysant la photo-oxydation)	
Métaux de transition (fer, cuivre)	
Les traces de photosensibilisateurs	
Absence d'antioxydants naturels	

#### II-1-4-Effets sur l'organisme

Les réactions d'altération des huiles végétales telle l'oxydation, diminuent la qualité organoleptique et nutritionnelle des huiles et des graisses et peuvent jouer un rôle dans le développement des maladies par leurs toxicités

(Perrin, 1992 ; Judde, 2004 ; Muik *et al.*, 2005).

Aujourd'hui, il est universellement admis que la lipo-peroxydation des lipides insaturés (AG et cholestérol) est à l'origine de nombreuses maladies chez l'homme. En effet, par le stockage et le mode de préparation (friture, grillade, rôtisserie) de certains aliments (viandes ou poissons), nous apportons chaque jour à notre organisme un cocktail de radicaux libres, de lipo-peroxydes et de divers métabolites issus de la lipo-peroxydation, particulièrement nocif pour notre santé. Il s'agit d'une alimentation dite oxydative (Morelle-lauzanne, 2006).

✓ **Effets sur les maladies cardiovasculaires**

L'utilisation répétée des huiles de fritures peut augmenter la concentration des AG trans. Certaines études montrent qu'il existe une corrélation positive entre la consommation d'AG trans d'origine végétale et l'apparition des maladies cardiovasculaires (**Saguy et Dana, 2003**).

✓ **Effet sur l'apparition de cancer**

Plusieurs études indiquent que les produits d'oxydation des huiles peuvent être cancérigènes : cancer de poumons apparaît chez les femmes exposées à la vapeur libérée pendant la friture en chaîne de poisson (**Saguy et Dana, 2003**).

✓ **Effet sur la croissance corporelle**

L'alimentation à long terme des animaux par des huiles et graisses des fritures a donné des résultats clairement apparents dans le retardement de croissance et la diminution du poids des animaux (**Mansouri et Oura-hmoune, 2000**).

## II-2- Les antioxydants

Ce sont des substances qui sont capables de supprimer, retarder ou empêcher les processus d'oxydation. Ce sont des molécules qui peuvent interagir sans danger avec les radicaux libres et de mettre fin à la réaction en chaîne avant que les molécules vitales ne soient endommagées (**Multon, 2002**).

### II-2-1 Classification

Les antioxydants sont classés en fonction de leur origine en antioxydants naturels et synthétiques (Tableau N° V).

✓ **Antioxydants naturels** : Ils sont de plus en plus préférés aux produits de synthèse. De nombreuses études portent sur la recherche de molécules naturelles ayant des propriétés antioxydantes.

✓ **Les antioxydants de synthèse** : Ce sont des molécules stériquement encombrées, utilisés dans l'industrie alimentaire pour la conservation des aliments.



Tableau N°V : Exemples d'antioxydants naturels et de synthèse (El-Agamy et al., 2004).

<i>Antioxydants naturels</i>	<i>Antioxydants synthétiques</i>
Vitamine E	La vitamine A
les extraits de romarin, la sauge et l'origan	La vitamine C
Les caroténoïdes (l' $\alpha$ - et le $\beta$ - carotènes, lycopène,..)	Le BHT
La vitamine C	Le BHA

### II-2-2-Rôle

Il existe deux types d'antioxydants :

✓ Les antioxydants primaires ou radicalaires dont leur rôle réside dans leur capacité d'inactivation des radicaux libres ainsi d'interruption de la chaîne auto-catalytique (Rolland, 2004).

✓ Les antioxydants secondaires ou préventifs, assurent l'inhibition de la production des radicaux libres. Ce sont des substances décomposant les hydroperoxydes en alcool, des thiols (glutathion, acides aminés soufrés) ou les disulfures, des protecteurs vis-à-vis des UV, comme les carotènes, des chélatants des métaux promoteurs d'oxydation type fer et cuivre, comme l'acide citrique et les lécithines ou enfin de séquestrant d'oxygène comme l'acide ascorbique (Rolland, 2004).



# Chapitre III

## Chapitre III

**III-Les huiles essentielles**

Les huiles essentielles (HE) ou encore appelées « essences » sont des mélanges de substances aromatiques volatiles et odoriférantes qui sont présentes dans le végétal, elles sont extraites par entraînement à la vapeur d'eau, soit par des procédés mécaniques, soit par distillation à sec. Cette définition est restrictive car elle exclut aussi bien les produits extraits à l'aide de solvants que ceux obtenus par tout autre procédé (**Anonyme 1a, 2000**).

Il s'agit de mélange de composés lipophiles et souvent liquides, synthétisés et stockés dans certains tissus de végétaux spécialisés tels que les Rutacées (Zeste de citron), les Myrtacées (Feuilles d'Eucalyptus), les Composées ( Feuilles de l'Inule visqueuse) ....etc.

(**Teuscher et al., 2005**).

Les huiles essentielles sont des huiles volatiles et des mélanges complexes de composants. Les constituants sont des composants oxygénés et des hydrocarbures de formule générale  $(C_5H_8)_n$  : des monoterpènes et des sesquiterpènes (**Bouaoun et al., 2007**).

**III-1-Utilisation des HE**

Les domaines d'application des HE diffèrent selon la plante dont elles proviennent mais surtout de la partie du végétal dont elles sont extraites, telle la fleur, la feuille, les racines et la graine, car :

- ✓ Les essences extraites des racines sont reconnues pour leur action sur le système nerveux.
- ✓ Celles extraites des graines et des fleurs sont reconnues pour leur impact sur l'ensemble du système digestif.
- ✓ Celles issues des feuilles sont reconnues pour leur bienfait sur les systèmes respiratoire et cardiaque (**Richard, 1992**).

- **En industrie agro-alimentaire :** Les HE présentent différentes compositions chimiques, elles sont utilisées comme agents naturels de conservation des aliments à cause de la présence de certains composés ayant des propriétés antimicrobiennes et antioxydantes et comme agents aromatisants naturels (**Comner, 1993**).

- **Aromathérapie :** A l'heure actuelle, la médecine courante, d'orientation allopathique, se trouve confrontée à des problèmes majeurs, l'aromathérapie propose des

solutions alternatives à ces problèmes. Alors que les microbes deviennent de plus en plus résistants aux structures moléculaires de synthèse des antibiotiques, ils se heurtent plus difficilement à l'infinie diversité et à la complexité des HE (**Richard, 1992**).

### **III-2-Modes d'extraction**

Le procédé d'obtention des HE intervient d'une façon déterminante dans sa composition chimique. Dans ce contexte différentes méthodes sont mises en œuvre pour l'extraction des essences végétales dont on peut citer :

✓ **La distillation** : C'est une méthode ancienne et très répandue pour l'extraction des HE à partir des plantes aromatiques. Elle est simple dans son principe, et utilise un équipement peu coûteux. Elle se présente sous trois variantes (**Roldan et al., 2008**).

• **L'hydrodistillation** : C'est la méthode la plus utilisée pour extraire les HE et pouvoir les séparer à l'état pur mais aussi de fournir de meilleurs rendements. Son principe consiste à immerger directement la matière végétale à traiter dans un ballon rempli d'eau qui est ensuite porté à ébullition, les vapeurs hétérogènes vont se condenser sur une surface froide et l'HE sera alors séparée par différence de densité.

• **L'entraînement à la vapeur d'eau** : Utilisée pour éviter certains phénomènes d'hydrolyse des composants de l'HE ou des réactions chimiques pouvant altérer les résultats d'extraction, il consiste à récupérer l'HE des plantes en faisant passer à travers ces dernières un courant de vapeur d'eau, ces vapeurs saturées en composés organiques volatils sont condensées et récupérées par décantation.

• **L'hydrodiffusion** : Méthode qui consiste à pulser de la vapeur d'eau à très faible pression (0,02-0,15bar) à travers la masse végétale, du haut vers le bas. La composition des produits obtenus est quantitativement différente de celle des produits obtenus par les méthodes précédentes.

✓ **La distillation avec un alambic** : L'alambic est un appareil destiné à la séparation des produits par chauffage puis refroidissement (distillation).

Son principe est simple à expliquer car tout alambic, quel que soit son type de construction, fonctionne finalement de la même manière : il s'agit de séparer, autrement dit de fractionner des liquides à divers points d'ébullition.

Le produit destiné à être distillé est chauffé dans la chaudière jusqu'à ébullition. La vapeur s'élève de là à travers le chapiteau puis passe par le bec montant avant de pénétrer dans le col-

de-cygne pour se condenser finalement dans le réfrigérant (en partie même avant). L'opération consiste à modifier l'état substantiel du liquide au gazeux puis de nouveau au liquide de manière à transporter des substances essentielles ou évanescents du produit initial jusqu'au condenseur, l'installation est représentée dans la figure N°3.

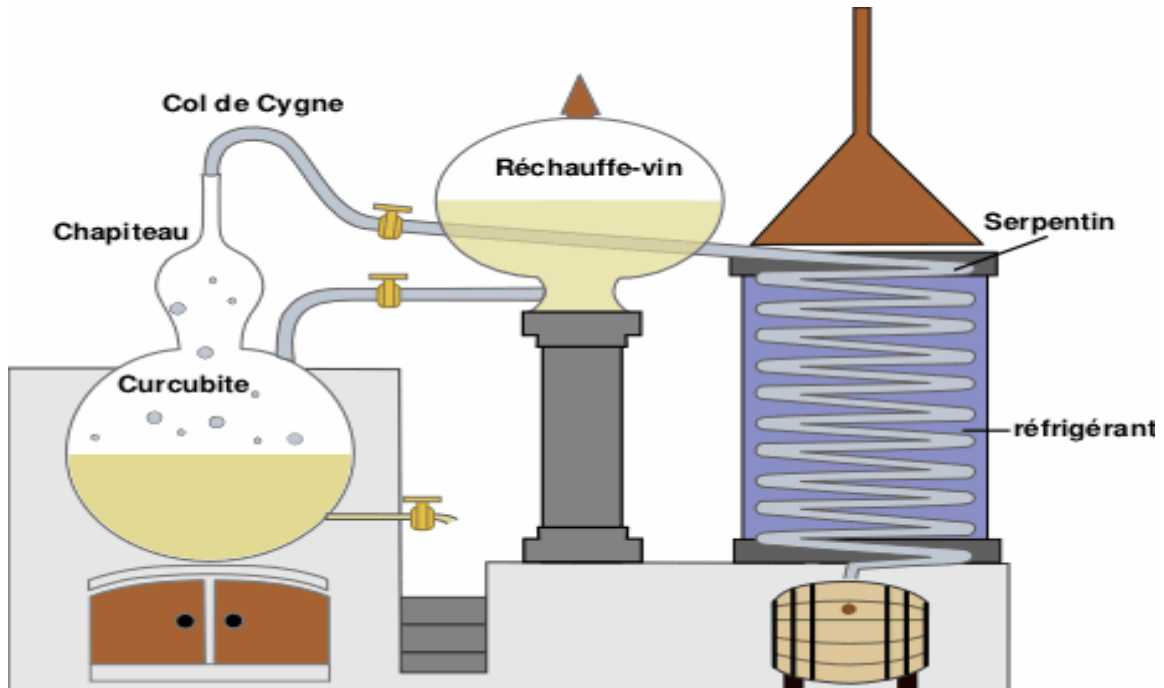


Figure N°3 : Représentation d'un alambic.

### III-3- Propriétés physico-chimiques et fonctions biologiques

#### ✓ Propriétés physico-chimiques

Les principales caractéristiques des HE sont illustrées dans le tableau N°VI.

Tableau N°VI : Propriétés physico-chimiques des HE (Bruneton, 1993).

<i>Propriétés physiques</i>	<i>Propriétés chimiques</i>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Liquides à température ordinaire</li> <li>• Densité inférieure à celle de l'eau</li> <li>• Volatiles et rarement colorées</li> <li>• Une forte teneur en monoterpènes</li> <li>• Pouvoir rotatoire important</li> <li>• Liposolubles et solubles dans les solvants organiques</li> <li>• L'indice de réfraction élevé</li> <li>• Sensibles à l'oxydation</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Nombre d'atomes de carbone entre 5 et 22.</li> <li>• Les HE sont souvent composés d'essences et d'une résine dissoute dans l'essence</li> <li>• Présence de deux familles, les composés terpéniques et les composés aromatiques.</li> <li>• Présence de squelette hydrocarboné qui constitue la structure des composés des HE</li> <li>• Présence de trois groupes des HE : les HE hydrocarbonées, les HE oxygénées et les HE sulfurées.</li> </ul>

✓ **Rôle biologique des HE**

Les différents rôles et fonctions des HE sont donnés dans le tableau N°VII (Bruneton, 1987).

Tableau N°VII : Rôles biologiques des HE (Bruneton, 1993).

<i>Fonction</i>	<i>Rôle</i>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Pouvoir antiseptique</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Il s'exerce sur les bactéries pathogènes, les champignons et sur les levures.</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Source énergétique</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Certains terpènes linéaires interviennent dans le métabolisme de la plante.</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Propriétés irritantes</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Au niveau rénal, elles peuvent engendrer une vasodilatation,</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Propriétés spasmolytiques, sédatives.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• diminuer ou supprimer les spasmes gastro-intestinaux</li> </ul>

### III-4- Toxicité

Sous le terme de toxicité, sont décrites les données expérimentales accumulées en raison d'évaluer les risques que représentent différents produits pour l'alimentation humaine. Cependant la toxicité des HE est moins investiguée (**Pibiri, 2005**).

✓ **Toxicité par ingestion** : les HE ont une toxicité faible ou très faible avec des  $DL_{50}$  supérieures à 5 g/kg. Chez l'homme des intoxications aiguës sont possibles. Les accidents graves, observés chez les petits enfants, sont provoqués par l'ingestion en quantité importante d'HE : girofle (eugénol), eucalyptus, gaulthérie (salicylate de méthyl).

✓ **Toxicité selon la composition** : Certains auteurs se basent sur la composition des HE et les toxicités relatives des familles biochimiques auxquelles elles appartiennent. Une utilisation prolongée des HE à thuyones (thuya, absinthe, sauge officinale) est neurotoxique (**Pibiri, 2005**).

✓ **Toxicité dermique** : L'utilisation des HE a suscité de nombreux travaux sur leur éventuelle toxicité par application locale. Le thym, l'origan, la sarriette sont connues pour leur pouvoir irritant, l'angélique et la bergamote sont photosensibilisantes, la cannelle est dermocaustique et allergisante pour les peaux sensibles (**Pibiri, 2005**).

### III-5-Monographie de la plante étudiée

Le romarin ou romarin officinal (*Rosmarinus officinalis L*), plante vivace arbustive originaire du bassin méditerranéen, aujourd'hui répandue un peu partout sous les climats tempérés qui connaissent des hivers doux. La plante aime le plein soleil et tolère modérément la sécheresse. Sous les climats plus nordiques, on la traite comme une annuelle que l'on cultive par semis ou par bouturage, car elle ne résiste pas aux hivers rigoureux.

Elle appartient à la famille des Labiées ou lamiacées. C'est l'une des plantes les plus populaires en Algérie, puisqu'on le trouve dans tous les jardins et les parcs en bordure odorante (**Atik bekkara et al., 2007**).

L'HE du romarin est largement utilisée comme composant aromatique dans l'industrie des cosmétiques (savons, parfums, crèmes...etc.), mais aussi dans l'industrie alimentaire (boissons alcoolisées, desserts, bonbons, conservation des lipides...etc.).



### III-5-1- Dénomination

Les différents noms attribués au romarin sont (Hilan et al.,2005):

**Nom botanique** : *Rosmarinus officinalis L*

**Nom français** : Romarin

**Nom anglais** : Rosemary

**Nom arabe** : إكليل الجبل

**Nom tamazight** : amzzir

### III-5-2 -Description

Sous arbrisseau toujours vert touffu, et ligneux, atteignant 2m de haut en culture, dont l'écorce s'écaille sur les branches les plus âgées portant des tiges ligneuses feuillées.

La floraison commence dès le mois de Février, parfois en Janvier, et se poursuit jusqu'en Avril-Mai. Certaines variétés peuvent fleurir une deuxième fois en début d'automne.

Les fleurs sont le plus souvent de couleur bleu pale maculées intérieurement de violet, elles se présentent en grappes assez semblables à des épis. Les fruits sont des tétrakènes bruns (Lacoste, 2006).



Agrandir

**Figure N° 4** : Parties aériennes du *Rosmarinus officinalis L* (Mahmoudi, 1988).

### III-5-3 Systématique

La classification de *Rosmarinus officinalis* est la suivante (Crété, 1965 ):

<b>Règne</b>	: Plantae
<b>Embranchement</b>	: Spermaphytes
<b>S/embranchement</b>	: Angiospermes
<b>Classe</b>	: Eudicotylédones
<b>S/classe</b>	: Astéridée
<b>Classe</b>	: Magnoliopsida

<b>Ordre</b>	: Lamiales
<b>Famille</b>	: Lamiaceae
<b>Genre</b>	: Rosmarinus
<b>Espèce</b>	: <i>Rosmarinus officinalis.L.</i>

#### III-5-4- Composition biochimique de romarin

Le romarin est constitué essentiellement de : (Derwich et al., 2011).

✓ **Composés phénoliques** : Acides phénols (acide rosmarinique, acide cafeique), diterpènes phénoliques (acide carnosique, le carnosol, rosmaridiphénols) et flavonoïdes (lutéoline, ériocitrine, diosmine).

✓ **Huiles essentielles** : Appelées encore huiles volatiles. Elles sont obtenues à partir de différentes parties de plantes. La composition de l'huile essentielle peut varier selon la phase de développement et l'origine de la plante. Les principales huiles essentielles de romarin sont: le camphre 21%, Camphène 20%,  $\beta$ -pinène 7,7%, Limonène 4,7%, 1,8-cinéol 7,8%.

✓ **Acides organiques** : Acide citrique, acide glycolique et acide glycérique.

✓ **Minéraux** : Ca: 7791,80 mg/kg ; Mg : 1634,55 mg/kg ; P : 1474,60 mg/kg ; Fe: 330,16 mg/kg; Al : 146,48mg/kg.

# Partie pratique

## Partie pratique

## I-Matériels et méthodes

Notre travail a porté sur l'extraction de l'HE de romarin et l'enrichissement de l'huile de tournesol raffinée au niveau de « **Cevital Spa** » par cette dernière dans le but de définir son effet antioxydant.

### I-1- Matériel végétal

L'HE étudiée a été extraite du *Rosmarinus officinalis camphoriferum* (romarin à camphre), provenant de la région Aftis, commune de Boudjlil, Daira de Tazmalt (Bejaia).

Il est à signaler que l'extraction est réalisée au niveau d'un laboratoire d'analyse des produits agricoles de la région d'Ouzellaguen, Ighzer Amoukran, Bejaia.

#### I-1-1- Extraction de l'HE de romarin

On a fait appel à un laboratoire spécialisé dans l'extraction des HE de différentes plantes y compris le romarin.

L'obtention de l'HE du romarin est réalisée par une distillation avec un alambic.

#### I-1-2- Description de l'HE de romarin

D'après la fiche technique de romarin utilisée pour extraire l'HE (Annexe5), plusieurs espèces moléculaires peuvent être présentes dans cette HE telle tricyclène (1,7%),  $\alpha$ -pinène (20%),  $\beta$ -pinène (7,7%) et le camphre comme composant majoritaire avec 21%.

## I-2-Méthodes

### I-2-1- Test d'accélération d'oxydation

Ce test est très utilisé pour évaluer la qualité des huiles et graisses alimentaires en évaluant de façon rapide et simple, la stabilité et la durabilité des produits, cela s'effectue de façon entièrement automatique.

L'appareil utilisé est le « **Rancimat** », la spécification du temps d'induction au test « **Rancimat** », exprimé en heure (h), correspond au temps pendant lequel la matière grasse a résisté à un stress oxydatif.

Le principe du test consiste à vieillir prématurément les matières grasses par décomposition thermique à une température bien déterminée, sous un bullage intensif d'air.

Les produits de dégradation de cette oxydation poussée, sont entraînés par un courant d'air et recueillis dans une cellule de mesure remplie d'eau distillée (**Rahmani, 2007**).

Le test au « **Rancimat** » est déterminé selon la norme **ISO: 6886**. Une prise d'essai de 3g d'huile est placée dans un bloc de chauffage de « **Rancimat** », la température est maintenue à 98°C, le débit d'air est réglé à 10 l/h et les composés volatils libérés pendant le processus de dégradation sont rassemblés dans une cellule contenant 60 ml d'eau distillée dans laquelle est immergée une électrode de la mesure de la conductivité électrique.

La fin de la période d'induction est indiquée lorsque la conductivité se met à augmenter rapidement.

### **I-2-2-Test de friture**

Notre travail a porté sur l'évaluation du degré d'altération de l'huile de tournesol raffinée au sein de « **Cevital spa** » et préalablement enrichie par une HE extraite du romarin pour ensuite comparer les résultats obtenus avec ceux de l'huile de tournesol non enrichie.

#### **I-2-2-1-Principe**

Pour réaliser ce travail, on a pris un volume de 2,5 l d'huile de tournesol et on la enrichi avec 65,2 mg (26.08 ppm) de l'HE extraite du romarin, compte tenu des résultats obtenus par le test d'accélération d'oxydation.

On a fait appel dans le test à une friteuse électrique à :

- ✓ Couvercle amovible.
- ✓ Thermostat.
- ✓ Chronomètre.
- ✓ Capacité d'un Kg de produit à frire.
- ✓ Contenance de 2,5 l en huile.

Le produit utilisé est la pomme de terre en raison de sa composition simple, elle est la plus utilisée en friture en plus qu'elle est dépourvue de graisses. Les pommes de terre sont découpées en frites de tailles plus au moins égales, puis séchées par du papier absorbant.

Après chauffage du bain d'huile à 180°C, la friture est entamée en introduisant la première pesée de frites tout en fixant le temps de friture à 4mn, ensuite la deuxième pesée est introduite en chronométrant à nouveau et cela est répété jusqu'à la dixième pesée.

Le rapport quantité frites /quantité huile dans la friteuse est illustré dans le tableau N° VIII.

Tableau N° VIII : Rapport quantité frites sur huile dans la friteuse.

<i>Friture</i>	<i>Quantité huile (g)</i>	<i>Quantité pomme de terre (g)</i> <i>(pomme de terre /huile <math>\equiv</math>100g/kg)</i>
<i>1<sup>ère</sup></i>	2500	250
<i>2<sup>ème</sup></i>	2370	237
<i>3<sup>ème</sup></i>	2370	237
<i>4<sup>ème</sup></i>	2370	237
<i>5<sup>ème</sup></i>	2370	237
<i>6<sup>ème</sup></i>	2240	224
<i>7<sup>ème</sup></i>	2240	224
<i>8<sup>ème</sup></i>	2240	224
<i>9<sup>ème</sup></i>	2240	224
<i>10<sup>ème</sup></i>	2240	224

### I-2-2-2-Échantillonnage

Un échantillon témoin est prélevé de l'huile de tournesol enrichie avant friture, trois autres de la première, cinquième et dixième friture respectivement, filtrés, refroidis puis mis dans des préformes de bouteilles d'huile(130ml) .

L'ensemble des échantillons prélevés est résumé dans le tableau N°IX.

Tableau N° IX : Échantillons prélevés.

<b>Échantillon témoin (E<sub>0</sub>)</b>	Huile de tournesol enrichie
<b>Premier échantillon(E<sub>1</sub>)</b>	Huile de tournesol prélevée de la première friture
<b>Deuxième échantillon (E<sub>2</sub>)</b>	Huile de tournesol prélevée de la cinquième friture
<b>Troisième échantillon (E<sub>3</sub>)</b>	Huile de tournesol prélevée dixième friture

Des paramètres physico-chimiques sont déterminés pour ces échantillons afin de suivre l'altération de l'huile de tournesol au cours des fritures.

### I-3- Analyses physico-chimiques

#### I-3-1-Analyses physiques

✓ **la couleur (ISO 15305 1<sup>ère</sup> édition, 1998)** : Elle joue un rôle important dans l'évaluation de la qualité d'un aliment. La mesure de la couleur de l'huile se fait par l'utilisation d'un colorimètre électronique « **Lovibond** ».

Cette méthode consiste à comparer la couleur de la lumière transmise à travers une certaine couche de l'huile contenue dans une cuve à face parallèle à la couleur de la lumière provenant toujours de la même source transmise à travers des lames colorées standardisées à l'aide d'un monoculaire. Les verres et l'échantillon sont éclairés par réflexion sur un bloc de carbonate de magnésium.

On verse l'échantillon à analyser dans une cellule de 5pouces et 1/4. La valeur est lue sur « **Lovibond** », puis on détermine la couleur en la comparant avec les lames de la cellule standard. Les valeurs de la couleur sont données comme suit : **X<sub>J</sub>**, **Y<sub>R</sub>**, Où :

**J** : la couleur jaune ;

**R** : la couleur rouge ;

**X, Y** : les valeurs déterminés par « **Lovibond** ».

✓ **Indice de réfraction (ISO 6320 4<sup>ème</sup> édition, 2000)** : « **I<sub>r</sub>** », C'est le rapport entre la vitesse de la lumière à une longueur d'onde définie dans l'air et la vitesse de cette même lumière dans cette substance (**Adrian et al., 1998**).

Les mesures sont effectuées à l'aide d'un réfractomètre approprié à l'indice de réfraction de la matière grasse à une température de 40°C. Après filtration sur papier filtre d'une quantité d'huile à analyser, on dépose quelques gouttes entre prismes d'un réfractomètre de façon à remplir complètement l'espace entre ces prismes, attendre quelques minutes pour permettre à la matière grasse d'atteindre la température des prismes puis effectuer la mesure. La valeur de l'indice de réfraction est lue directement sur le réfractomètre. L'indice de réfraction est déterminé selon la formule suivante :

$$I_r = (T - T_1) * F + I_r$$

**I<sub>r</sub>** : Indice de réfraction;

**I<sub>r</sub>'** : Indice de réfraction lu sur le réfractomètre ;

**T** : Température de référence : 40 °C pour l'huiles de Tournesol et Soja ;

**T<sub>1</sub>** : Température de mesure ;

**F** : Facteur de correction = 0,00035 pour T= 20°C.

✓ **Acidité (FFA) (ISO 660 2<sup>ème</sup> édition, 1996) : « A »**, C'est le pourcentage d'AGL exprimé conventionnellement selon la nature du CG, en acide oléique pour la grande majorité des CG.

Après dissolution de 10g d'huile dans 75 ml d'alcool éthylique neutralisé en présence de phénolphthaléine (indicateur coloré) jusqu'à coloration rose, puis chauffer le mélange tout en l'agitant pendant quelques secondes afin d'améliorer la réaction, les AG sont titrés à l'aide d'une solution de soude à 0,1N.

L'acidité est déterminée selon la formule suivante :

$$A = N \cdot (V_1 - V_0) \cdot M / 10 \cdot m$$

**A** : Acidité de l'huile (%) ;

**N** : Normalité de NaOH (0,1N) ;

**V<sub>1</sub>** : Volume de la chute de Burette NaOH (ml) ;

**V<sub>0</sub>** : Volume de NaOH pour l'essai à blanc (ml) ;

**M** : Masse molaire de l'acide adapté pour l'expression =282g/mol pour l'acide oléique ;

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

### I-3-2-Analyses chimiques

✓ **Indice de peroxyde (ISO 3960 4<sup>ere</sup> édition, 2007) : « I<sub>p</sub> »**, C'est le nombre de milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme de CG oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode (**Adrian et al., 1998**).

Le principe consiste à un traitement d'une quantité d'huile en solution dans l'acide acétique et le chloroforme, par une solution d'iodure de potassium (KI). Le titrage d'iode libéré se fait par une solution de thiosulfate de sodium (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) à 0,01N en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré.

Peser 5g d'huile dans un flacon, ajouter 12 ml de chloroforme et 18 ml d'acide acétique puis 1ml de la solution d'iodure de potassium saturé, boucher le flacon et agiter la solution durant 1 mn et mettre à l'abri de la lumière pendant 1 mn à une température comprise entre 15 et 25°C. Après, ajouter 75 ml d'eau distillée et agiter vigoureusement en présence de quelques gouttes d'empois d'amidon comme indicateur coloré. Titrer l'iode libéré avec la solution de thiosulfate de sodium (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) à 0,01N .En parallèle, un essai à blanc doit être effectué.

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



$$I_p = (V_1 - V_0) * N * 1000 / P$$

**I<sub>p</sub>**: Indice de peroxyde exprimé en (meq O<sub>2</sub> / kg) ;

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

**V<sub>1</sub>**: Volume en ml de la solution de thiosulfate de sodium utilisée dans le titrage;

**N**: Normalité de la solution de thiosulfate de sodium 0,01N ;

**P**: Poids de la prise d'essai(g).

✓ **Indice de saponification** : « I<sub>s</sub> », C'est la quantité d'hydroxyde de potassium en mg nécessaire pour saponifier les AGL. Cet indice nous renseigne sur la longueur de la chaîne et nous permet de déterminer la masse moléculaire moyenne de l'AG (**Adrian et al., 1998**).

Dans une fiole de 250 ml, introduire 2g d'huile. Ajouter 25 ml de potasse alcoolique à 0,5 N, agiter pour dissoudre et porter à l'ébullition pendant 30 à 45 mn puis titrer l'excès d'alcali dans la solution savonneuse chaude avec l'acide chlorhydrique à 0,5N en présence de phénophtaléine en solution à 1% dans l'alcool éthylique et faire un essai à blanc dans les mêmes conditions. L'indice de saponification est exprimé par la relation suivante :

$$I_s \text{ (mg/g)} = \frac{56,1 \times T \times (V_0 - V)}{M}$$

**V<sub>0</sub>**: volume de la solution d'HCl 0,5 N utilisée pour l'essai à blanc (ml) ;

**V**: volume de la solution d'HCl 0,5 N utilisé pour l'essai avec le corps gras (ml) ;

**T**: normalité exacte de la solution d'HCl utilisée = 0,5 N ;

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

✓ **Humidité (ISO 662 2ème édition, 1998)** : « H », Elle est basée sur la détermination du poids de l'huile avant et après séchage à l'étuve.

Toute diminution du poids après séchage indique la présence d'humidité .on pèse environ 20g d'huile dans un cristalliseur bien séché, puis le placer dans l'étuve pendant une heure à température de 103±2°C et laisser refroidir dans le dessiccateur pendant 30mn et peser à nouveau, répéter l'opération de chauffage ,de refroidissement et de pesée jusqu'à ce que la perte de masse entre deux pesées successives ne dépasse pas 2 à 4 mg.

L'humidité est déterminée selon la formule suivante :

$$H \% = (P_e - P_f / P_e - P_0) \times 100$$

**H** : La teneur en eau (%) ;

**P<sub>e</sub>** : la masse de cristalliseur et de la prise d'essai avant le chauffage (g) ;

**P<sub>f</sub>** : la masse de cristalliseur et de la prise d'essai après le chauffage (g) ;

**P<sub>0</sub>** : la masse de cristalliseur vide (g).

✓ **Mesure des composés polaires** : La mesure des composés polaires de l'huile se fait par un «**Testeur OPTIFRY**».

Cet appareil permet une mesure précise des composés polaires présents dans l'huile et une approche des polymères responsables de la dégradation des huiles de friture. Le principe consiste à :

- Contrôler les différents paramètres d'appareil ;
- Tremper la sonde d'appareil dans l'huile de telle façon que les trous d'aération soient complètement couverts ;
- Tenir le testeur dans l'huile à un angle d'environ 45°C afin l'air puisse s'échapper ;
- Le résultat est affiché après environs 5secondes (Mode d'emploi OPTIFRY).



# Chapitre I

## Chapitre I

## II-Résultats et discussions

### II-1-Test d'accélération d'oxydation

Les résultats du test d'accélération d'oxydation pour l'huile de tournesol enrichie par l'HE du romarin sont illustrés dans l'annexe N°1.

Les temps d'induction obtenus pour l'huile de tournesol avec les différents dosages effectués en HE sont donnés dans le tableau N°X.

**Tableau N°X :** Temps d'induction au Rancimat (huile de tournesol+ HE).

<b>Dosage en HE (ppm)</b>	291,80	26,08	117,24	939,92	1459,82	5	10	15,01
<b>Temps d'induction</b>	4h 39mn	<b>7h 06mn</b>	6h 52mn et 48s	3h 30mn	4h 39mn	5h 29mn et 24s	6h 30mn et 36s	3h 43mn et 12s.

D'après ce tableau, on constate que la valeur optimale en HE pour une meilleure résistance de l'huile de tournesol à l'oxydation est de 26,08 ppm (3,5 mg) avec un temps d'induction de 7h et 06 mn.

La stabilité de l'huile de tournesol pure quant à elle, elle est exprimée par un temps d'induction de 4h 28mn et 12s (4,47h) (Annexe N°2), il est plus court en comparaison avec celui obtenu après fortification et c'est là qu'on marque l'effet antioxydant de l'HE qui s'est traduit par une augmentation de la résistance de l'huile de tournesol, et donc de sa stabilité. .

## II-2-Test de friture

### II-2-1-Évolution des indices physico-chimiques pour l'huile de tournesol

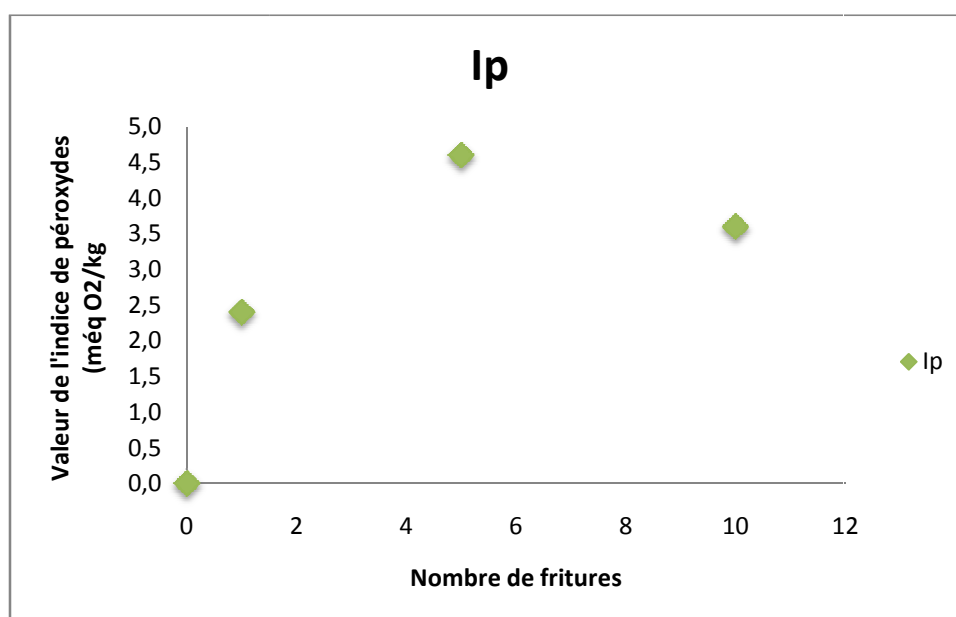
Les résultats des analyses physico-chimiques effectuées pour l'huile de tournesol sont donnés dans les tableaux N°XI.

**Tableau N°XI : Évolution des indices physico-chimiques de l'huile de tournesol**

	<b>I<sub>p</sub></b> (méqO <sub>2</sub> /Kg)	<b>H</b> (%)	<b>Couleur</b> <b>J/R</b> <b>5p&amp;1/4</b>	<b>Composés</b> <b>polaires</b> (%)	<b>FFA</b> (A) (%)	<b>I<sub>r</sub></b>	<b>Is</b> (mg/g)
<b>Échantillon</b> <b>témoin(E<sub>0</sub>)</b>	0,2	0.000	07 /0,9	00	0,08	1,4669	188,9
<b>1<sup>ère</sup></b> <b>Friture</b> <b>(E<sub>1</sub>)</b>	2,4	0,040	10 / 01	0,3	0,08	1,4669	188,8
<b>5<sup>ème</sup></b> <b>Friture</b> <b>(E<sub>2</sub>)</b>	4.6	0,050	11/ 1,2	0,7	0,11	1,4669	187,3
<b>10<sup>ème</sup></b> <b>Friture</b> <b>(E<sub>3</sub>)</b>	3.6	0,016	17/ 1,8	1,1	0,13	1,4670	194,8

#### II-2-1-1-L'indice de peroxyde

L'évolution de l'I<sub>p</sub> en fonction du nombre de fritures réalisés est représentée dans la figure N°5.



**Figure N°5 : Évolution de l'indice de peroxyde en fonction du nombre de fritures.**

D'après la figure N°5, on remarque que l' $I_p$  de l'échantillon témoin qui est de 0,2 méqO<sub>2</sub>/Kg est conforme à la norme d'entreprise (10 max), il s'augmente progressivement avec le nombre de fritures pour atteindre une valeur maximale de 4,6 méq/Kg lors de la cinquième friture puis il diminue au cours de la dixième friture à la valeur de 3,6méq/Kg.

L'augmentation de l' $I_p$  en premier lieu est expliquée par une oxydation primaire qui s'est déroulée au cours des fritures aboutissant à la formation de composés primaires de type peroxydes et radicaux libres, les peroxydes sont sans couleur ni odeur et ils n'ont pas de goût particulier (**Abdulkarim et al., 2007**).

Au cours des fritures, les réactions d'oxydation vont s'accroître donnant naissance à des produits secondaires (oxydation secondaire) tels que les aldéhydes et les cétones qui sont responsables du goût de rance (**Vitrac et al., 2003**), ce qui se traduit dans nos résultats par une diminution de l' $I_p$  (3,4méq/Kg).

La formation des peroxydes selon **Ohshima, 2003**, affecte la valeur nutritionnelle des huiles car leurs AG essentiels sont pareillement détruits.

### II-2-1-2-L'humidité

La variation de l'humidité en fonction du nombre de fritures réalisés est présentée dans la figure N°6.

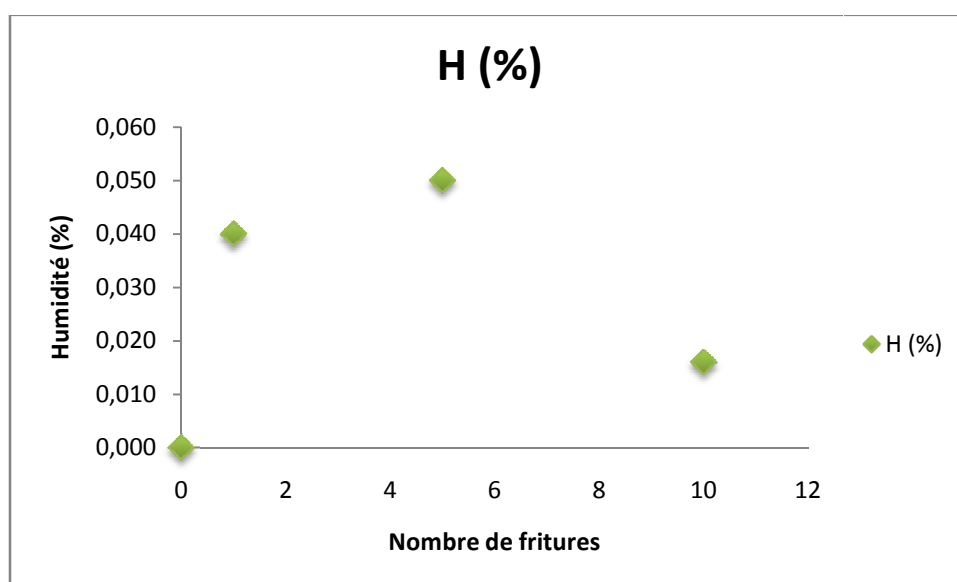
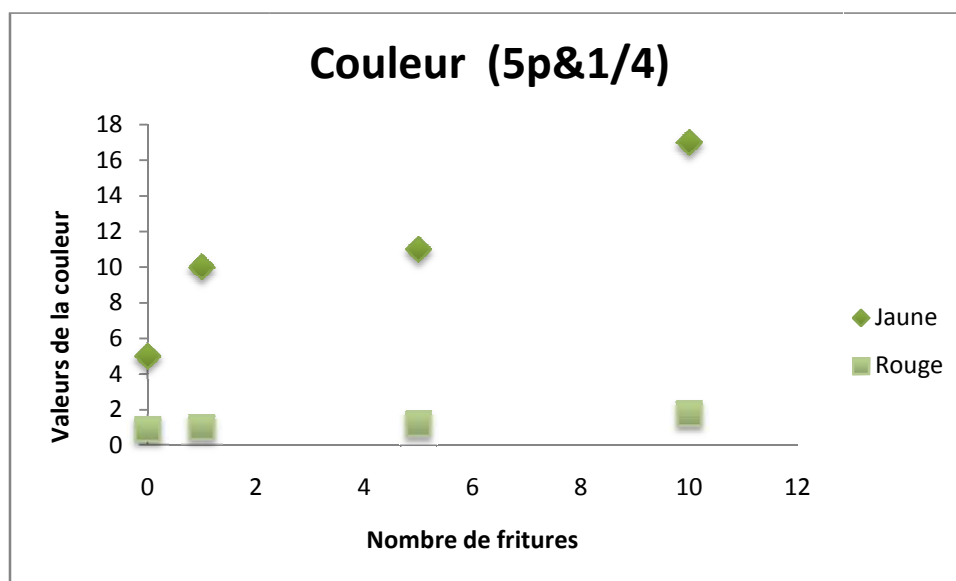


Figure N°6 : Évolution de l'humidité en fonction du nombre de fritures

Ces résultats montrent que l'humidité s'est augmentée légèrement avec une valeur maximale de 0,05 % sans atteindre la norme d'entreprise (0,2%) et cela ne peut être expliqué que par la quantité minimale d'eau apportée par le produit de friture.

### II-2-1-3-La couleur avec 5p&1/4

La figure N°7 nous donne l'évolution des couleurs jaune et rouge de l'huile de tournesol en fonction du nombre de fritures.



**Figure N°7 :** Évolution de la couleur en fonction du nombre de fritures.

D'après la figure N°7, la couleur de l'échantillon témoin de l'huile de tournesol reste conforme à la norme de l'entreprise (11/1,4).

La couleur jaune augmente au fur et à mesure que le nombre de fritures augmente dont une valeur maximale de 17 est atteinte à la dixième friture ( $E_3$ ).

La couleur rouge de l'huile de tournesol s'évolue progressivement avec l'évolution du nombre de fritures, c'est à la dixième friture qu'on marque la valeur maximale (1,8).

L'intensification de la couleur des huiles alimentaires s'explique généralement par l'altération de ces dernières et tout changement de leur couleur (jaune ou rouge) ne s'explique aussi que par un changement de leur composition soit par formation de polymères lors des réactions de polymérisation des produits d'oxydation ou encore par co-oxydation des pigments tel le  $\beta$ -carotène et les vitamines, des réactions étroitement liées à la variation de la température

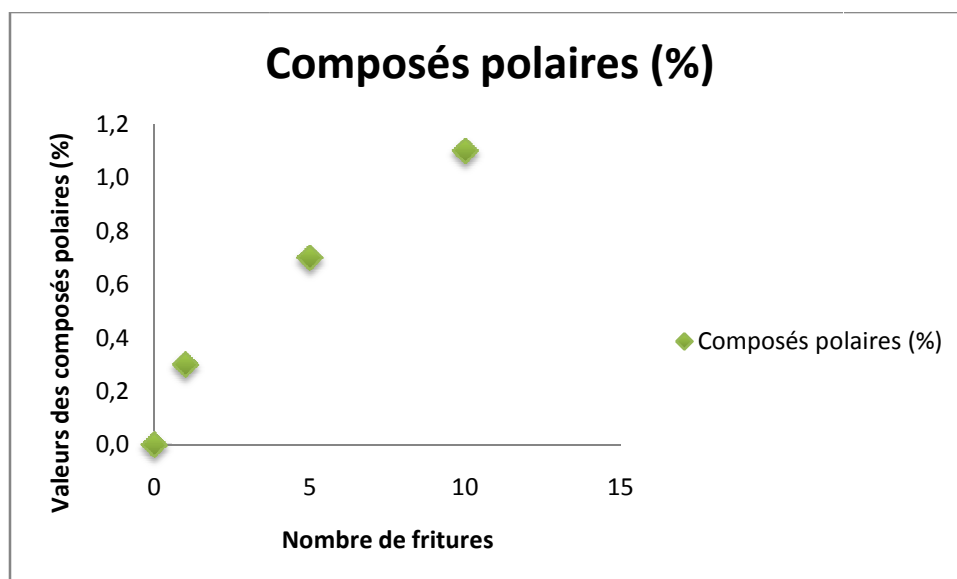


(Barrera-Arellano et al., 1997).

En plus de l'oxydation, le changement de la couleur d'une huile de friture serait directement lié à la composition de produit de friture, certains de ses composés peuvent être introduits dans l'huile tels les hydrates de carbone (amidon, protéines...) ces derniers réagissent avec l'huile en changeant sa couleur (Ghazali et al., 2009) et selon Pokorny, 2003, le brunissement des huiles de fritures peut être dû à la formation des substances appelées « mélanoides » générées par la réaction de Maillard mais aussi de la décomposition des substances colorantes naturelles présentes dans l'huile.

#### II-2-1-4-Les composés polaires

La teneur en composés polaires de l'huile de tournesol varie en fonction du nombre de fritures réalisées comme s'est montré dans la figure N°8.



**Figure N°8 :** Évolution des composés polaires en fonction du nombre de fritures.

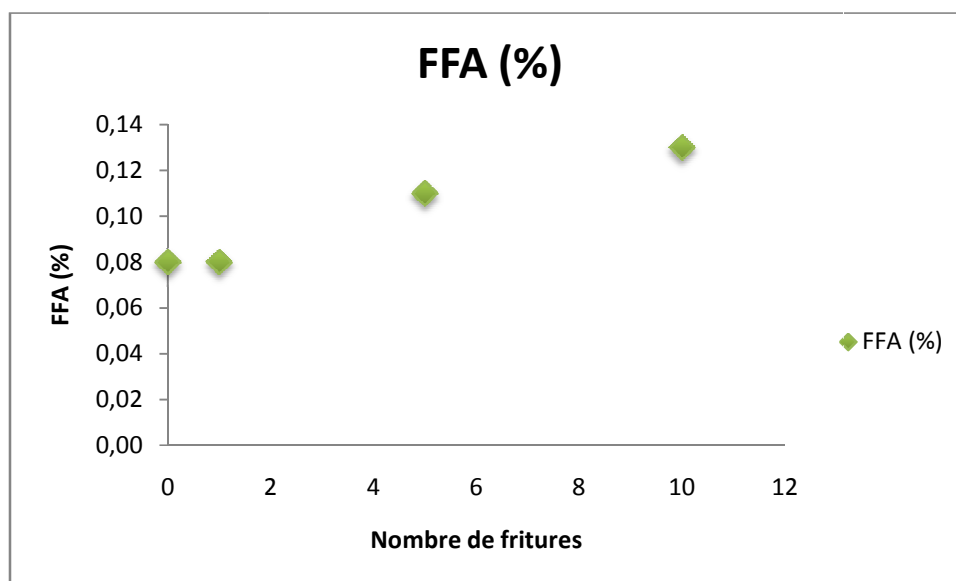
D'après nos résultats, la teneur en composés polaires pour l'échantillon témoin est de 0% où elle s'accroît à partir de la première friture avec 0,3% pour atteindre une valeur de 1,1% à la dixième friture.

La mesure des composés polaires est l'un des plus importants indicateurs de l'état de dégradation de l'huile, de ce fait, le taux de composés polaires dans l'huile traduit son taux de dégradation et de dissociation des triglycérides (Sanchez-Gimeno et al., 2008 ; Tsuzuki et al., 2008).

Selon **Masson et al. ,1999**, dans la législation européenne, le pourcentage maximal autorisé en composés polaires varie de 25% à 27% et c'est au delà que l'huile est considérée impropre à la consommation voir toxique. De ce fait ,on peut considéré notre huile de friture conforme à la norme internationale.

### II-2-1-5-L'acidité (FFA)

L'évolution de l'acidité de l'huile de tournesol est donnée dans la figure N°9.



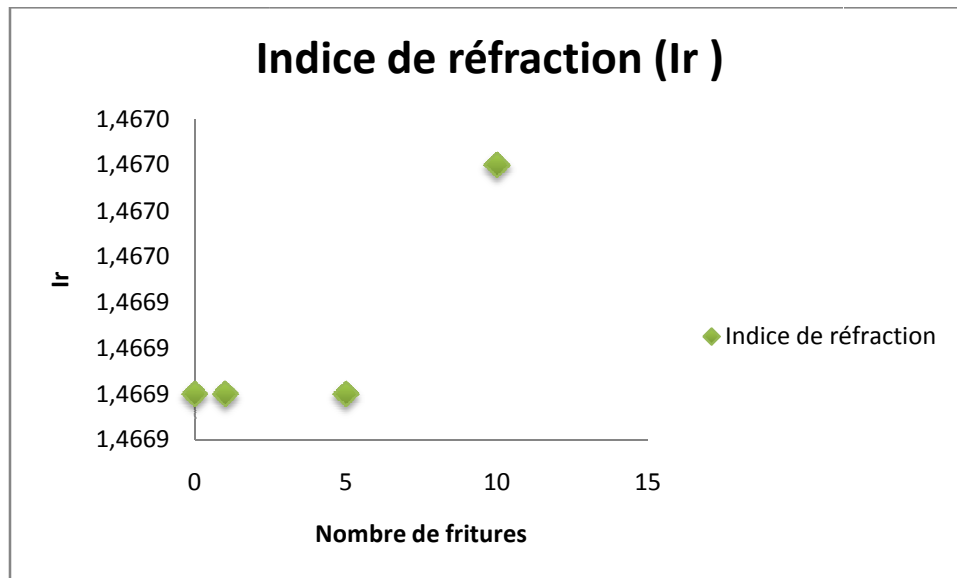
**Figure N°9** : Évolution de l'acidité en fonction du nombre de fritures.

D'après ces résultats, l'huile de tournesol sans friture est conforme à la norme de l'entreprise (0,3max). La variation de l'acidité est proportionnelle au nombre de fritures, on' a enregistré des valeurs de 0,08% et 0,11% à la première et la cinquième friture respectivement tandis que la plus importante est de 0,13% (dixième friture).

L'augmentation de l'acidité de l'huile est à l'origine des AG libérés suite à une oxydation hydrolytique et l'augmentation de la teneur d'une huile en AGL conduit à la dégradation de ses propriétés (**Gertz et Kochlor, 2001**).

### II-2-1-6-Indice de réfraction

L'évolution de l' $I_r$  en fonction du nombre de fritures est présentée dans la figure N°10.



**Figure N°10 :** Évolution de l'indice en fonction du nombre de fritures.

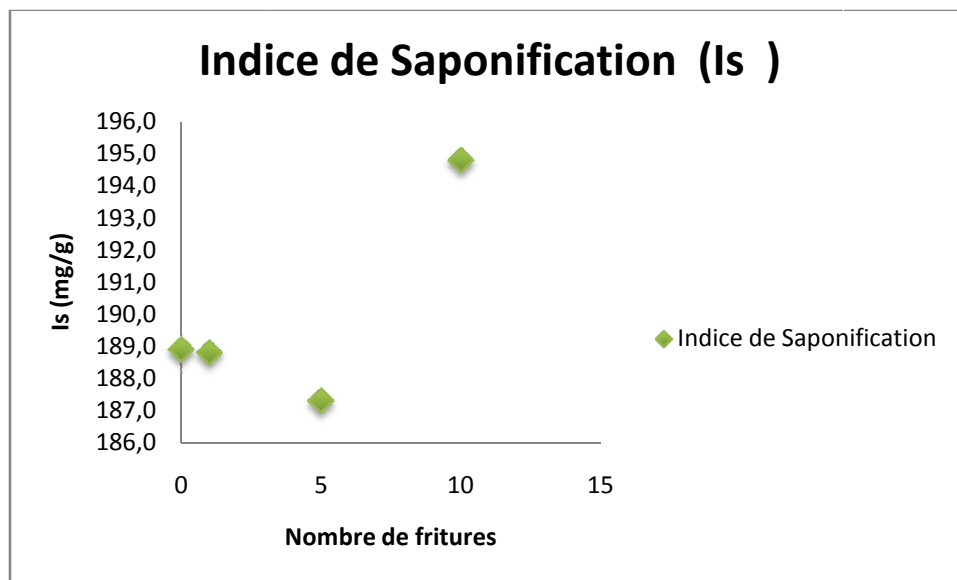
À partir de la figure N°10, la valeur de l' $I_r$  est stable durant les fritures à part une très légère augmentation à la 10<sup>ème</sup> friture.

Cette très légère augmentation peut être expliquée par l'état d'altération de l'huile, les réactions d'oxydation et de polymérisation et l'accumulation des AG conjugués dans le bain de friture (Perrin, 1992 ; Gertz, 2008).

L' $I_r$  dépend de la composition chimique de l'huile et de la température, car il augmente avec le degré d'insaturation et il est affecté par l'acidité libre de l'huile (Anonyme 2).

### II-2-1-7-L'indice de saponification

La variation de l'Is en fonction du nombre de fritures est présentée dans la figure N°11.



**Figure N°11** : Évolution de l'indice de saponification en fonction du nombre de fritures.

D'après la figure N°11, on remarque une diminution de l'Is au cours de la première et la cinquième friture ( $E_1$  et  $E_2$ ) qui est expliqué par le rallongement des chaînes d'AG qui est due au phénomène de polymérisation (**Grandgirard et Julliard, 1983**).

À partir de la dixième friture ( $E_3$ ), on observe une augmentation de l'Is jusqu'à une valeur maximale de 194,8 mg/g qui peut être expliqué par une rupture des chaînes des AG sous l'action de la chaleur. Au cours de chauffage et l'augmentation de l'acidité, il ya libération des substances volatiles.

## II-2-2-Évolution des indices physico-chimiques pour l'huile de tournesol enrichie en HE de romarin

**Tableau N°XII** : Évolution des indices physico-chimiques de l'huile de tournesol enrichie.

	« I <sub>p</sub> » (méq /Kg)	« H » (%)	Couleur J/R 5'1/4	Composés polaires (%)	FFA « A » (%)	« I <sub>r</sub> »	« I <sub>s</sub> » (mg/g)
<b>Échantillon témoin(E<sub>0</sub>)</b>	00,8	0,000 0	09 01	<b>0</b>	0,06	1,4669	189
<b>1<sup>ère</sup> friture (E<sub>1</sub>)</b>	05,0	0,005 8	10 1,1	<b>0</b>	0,08	1,4670	190
<b>5<sup>ème</sup> friture (E<sub>2</sub>)</b>	10,3	0,008 9	12 1,3	<b>0</b>	0,09	1,4671	190,6
<b>10<sup>ème</sup> friture (E<sub>3</sub>)</b>	17,0	0,016 0	15 1,6	<b>0</b>	0,08	1,4671	188,6

## II-2-3--Comparaison

Par comparaison des résultats du tableau N°XI avec ceux de tableau N°XII, on constate que :

✓ L'indice de réfraction, l'indice de saponification et l'acidité ne présentent pas de changements significatifs dans l'huile de tournesol fortifiée ni avant ni au cours des fritures répétées.

✓ Pour La couleur , l'effet de notre HE dans l'huile de tournesol au cours des fritures est beaucoup plus remarquable pour la couleur jaune, après la cinquième friture(12) cette couleur est augmentée de trois unités (15) par opposition à l'écart enregistré dans le cas de l'huile de tournesol sans enrichissement qui est de six unités et c'est là qu'on peut supposer que l'HE a exercé une action antioxydante en empêchant la formation de polymères et donc la dégradation de l'huile .

✓ Pour l'indice de peroxyde, nos résultats traduisent l'action importante de l'HE sur l'I<sub>p</sub> qu'on marque sous forme d'un écart de 4,2 méq /Kg entre l'échantillon témoin et la première friture contrairement à celui enregistré pour l'huile sans enrichissement. Au de là, l'I<sub>p</sub> continu à augmenter sans diminuer à nouveau et c'est là qu'on peut dire que l'oxydation secondaire n'a pas eu lieu et donc les composés secondaires ne sont pas formés.

✓ Pour les composés polaires, on remarque une stabilité pure de notre huile de tournesol fortifiée au cours des fritures avec 0 % composés polaires tout au long des fritures et ça peut être expliqué par l'absence de l'oxydation secondaire qui est en général à l'origine de la formation des composés secondaires en suite des composés polaires.

# Chapitre II

## Chapitre II

# Conclusion



### Conclusion

L'huile de tournesol reste sujette à l'oxydation en raison de sa richesse en acides gras polyinsaturés et différents conservateurs et antioxydants synthétiques sont considérés au niveau industriel pour prévenir ce phénomène.

Les produits naturels contribuent à apporter une meilleure qualité des aliments sur les plans technologiques et particulièrement sur le plan nutritionnel et sanitaire, ils ne s'accumulent généralement pas dans l'organisme et leurs effets néfastes sont limités. Pour cela et pour mieux approfondir dans la connaissance des composés antioxydants naturels on s'est référé dans notre travail à une huile essentielle extraite du romarin.

Les résultats obtenus dans notre travail montrent que :

✓ L'huile essentielle de romarin a bien pu retarder l'oxydation de l'huile de tournesol raffinée avec un temps d'induction au test au « **Rancimat** » de 7h 6mn (26,08ppm) par opposition à celui obtenu pour l'huile non enrichie ( 4h 28mn et 12s).

✓ À la suite d'une série de fritures, l'huile essentielle a exercé une action antioxydante sur l'huile de tournesol qui s'est traduite par une stabilité en composés polaires lors de la première, cinquième et dixième friture(0%) alors qu'on a remarqué une évolution de la teneur en ces derniers pour l'huile non enrichie avec une valeur maximale de 1,1%.

✓ L'huile essentielle de romarin a inhibé la formation des produits secondaires d'oxydation (aldéhydes,cétones,...) qui s'est traduit par une augmentation de l'indice de peroxyde même après la cinquième friture alors qu'il s'est diminué à ce niveau pour l'huile de tournesol non enrichie .

Ces résultats confirment la bonne action d'huile essentielle de romarin qui manifeste une protection de l'huile de tournesol contre l'oxydation à une concentration de 26,08 ppm.

D'après cette étude , on constate que l'huile essentielle de romarin a un bon effet sur l'huile de tournesol en tant qu'antioxydant , qu'aromatisant ,surtout pour les huiles de friture, mais une question à poser, serait-il possible qu'un jour cette unité ou d'autres penseront à remplacer les substances chimiques antioxydantes ou conservatrices par des substances naturelles ?



# Références bibliographiques

---

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

### A

**1-Abdulkarim S.M., Long K., O.M.Lai O.,S.K.S.Muhammad S.K.S., and Ghazali H.M, 2007.** Frying quality and stability of high-oleic *Moringa oleifera* seed oil in comparison with other vegetable oils. *Food Chemistry*, 105:1382-1389.

**2-Adrian J., Dauvillier P., Poiffait A., et Potus J, 1998.** Introduction a l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaires. Lavoisier, éd .Tec et doc.100-110.

**3-Alais C., Linden G.et Miclo L, 2004.** Biochimie alimentaire. 5<sup>ème</sup> éd de l'abrégé. Paris : DUNOD.

**4-Anonyme1a, Afnor, 2000.** Association française de normalisation. Normes française : huile essentielle. Ed. Afnor, Paris.

**5-Aonyme 2, Afnor, 1993.**Recueil des normes françaises, corps gras, graines oléagineuses, produits dérivés. 5<sup>ème</sup> éd.

**6-Atik bekkara F., Bousmaha L., Taleb bendiab S.A., Boti J.B., et Casanova J, 2007.** Composition chimique de l'huile essentielle de *Rosmarinus officinalis L* poussant à l'état spontané et cultivé de la région de Tlemcen (Algérie). *Biologie et Santé*, 7(1), 6-11.

### B

**7-Bouaoun D., Hilan C. Garabeth F. et Sfeir R.** Étude de l'activité antimicrobienne de l'huile essentielle d'une plante sauvage *Prangos asperula* Boiss, *Phytothérapie*, 2007, 5 : 129-134.

**8-Bruneton J, 1987.** Mono et sesquiterpènes. In éléments de phytochimie et de pharmacognosie. éd technique et documentation, Lavoisier, Paris. 223-234.

**9-Bruneton J, 1993.** Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales, 2<sup>ème</sup> éd. Lavoisier, Paris.385-623.

**10- Barrera-Arellanoi D. Marquez-Ruiz G. and Dobarganes M.O, 1997.** A simple procedure to evaluate the performance of fats and oils at frying temperatures. *Grasas y Aceites*.vol.48, n°4,231-235.

*e*

**11-Canstantin B, 2001.** Les lipides (science alimentaire).École polytechnique fédérale : Lausanne.65-80.

**12-Chiavaro E., Rodriguez-Estrada M.T., Vittadini E. and Pellegrini N, 2010.** Microwave heating of different vegetable oils: Relation between chemical and thermal parameters. *Food Science and Technology*, 43:1104-1112.

**13- Choe E., Lee J. and Min D.B, 2009.** Chemistry for oxidative stability of edible oils. In: *Healthful lipids* .AOCSPress.2009, 558-590.

**14-Conner D. E, 1993.** Naturally occurring compounds, 441-468. In Davidson P. M. and Branen A. L. *Antimicrobials in foods*, 2<sup>ème</sup> éd. Marcel Dekker, Inc., New York, N.Y.

**15-Cossut J, 2002.** Les corps gras entre tradition et modernité. Projet réalisé dans le cadre du dess. Qualimapa institut agroalimentaire de Lille (France). 30-31.

**16-Crete P, 1965.** Précis de botanique : systématique des angiospermes. Tome 1. 2<sup>ème</sup> éd. Paris : Masson. 429p.

*D*

**17-Del-planque, 2000.** "The nutritional value of sunflower oils: linoleic sunflower seeds and seeds with high oleic content". *OCL-Oleagineux Corps Gras Lipides* **7** (6): 467-472.

**18-Derwich E., Benziane Z. and Chabir R, 2011.** Aromatic and medicinal plants of morocco: chemical composition of essential oils of *Rosmarinus officinalis* and *Juniperus Phoenicea*. *International journal of applied biology and pharmaceutical technology*. **2**, 145-153.

### ε

**19-Eymard S, 2003.** Mise en évidence et suivi de l'oxydation des lipides au cours de la conservation et de la transformation du chinchard (*Trachurus trachurus*) : choix des procédés. 126p. Thèse de doctorat : Nantes : université de Nantes (France) : École Doctorale Mécanique, Thermique et Génie Civil ; Laboratoire : IFREMER.

**20-El-Agamy et al., 2004.** Carotenoid radical chemistry and antioxidant /Pro-oxidant properties .Archives of biochemistry and biophysics.430:37-48.

### ζ

**21-Frankel E.N, 1998.** Lipid oxidation. The Oily Press. 10. Dundee, Scotland.

**22-Fuhrer, et al, .2005.** Graisses comestibles, huiles comestibles et graisses émulsionnées. Manuel suisse des denrées alimentaires, 7.1-27.

### η

**23-Gertz C., 2008.** Optimum deep frying, from the Food Industries Association of Australia, F.I.A.A. from June. 125-135.

**24-Gertz C., and Kochlor P, 2001.** A new method to determine oxidative stability of vegetable fats and oils at simulated frying temperature .Oléagineux des corps gras –lipide. 82-91.

**25-Ghazali H.M.,Tan A .,Abdulkarim D .and Zulkilly M.U,2009.** Oxydative stability of virgin coconut oil compared with RBD palm olein in deep fat frying of fish crackers. Journal of food. 7(3et4):23-29.

**26-Grandgirard A. et Julliarde F, 1983.** Étude critique des méthodes de dosage des monomères cyclique dans les huiles chauffées. R.F.C.G, 3:123-138.

### θ

**27-Hilan C., Sfeir R.,Jawish D. et Aitour S, 2005.** Huiles essentielles de certaines plantes médicinales libanaises de la famille des lamiaceae, *Lebanese Science Journal.* 7(2), 13-22.

9

**28-Isikber A.A., Alma M.H., Kanat M. and Karci A, 2006.** Fumigant Toxicity of Essential Oils from *Laurus nobilis* and *Rosmarinus officinalis* against All Life Stages of *Tribolium confusum*. *Phytoparasitica.*34 :167-177.

9

**29-Judde A, 2004.** Prévention de l'oxydation des acides gras dans un produit cosmétique. *Oléagineux Corps gras Lipides.*11: 414-418.

κ

**30-Karleskind A, 1992.** Manuel des corps gras.Tome2. Éd tec et doc, Lavoisier : Paris. 1571-1578.

**31-Kim H. J., Hahm, T. S. and Min, D. B, 2007.** Hydroperoxide as a Prooxidant in the Oxidative Stability of Soybean Oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society,* 84: 349-355.

ℓ

**32-Lacoste S, 2006.** Les plantes qui guérissent: les secrets de la phytothérapie. Paris: LEDUC, 399.

ℓ

**33-Mahmoudi Y, 1988.** La thérapeutique par les plantes les plus communes en Algérie. éd : Palais du livre,Blida-Algerie.128 p.

**34-Mansouri A. et Oura-hmoune F, 2000.** Effet des huiles de tournesol thermo-oxydée sur le foie et les lipides sériques chez le rat en croissance. Mémoire de fin de cycle d'ingénieur d'état en Technologie alimentaire INASA (Institut national d'aragonique

El-Harrach).

**35-Masson L., Robert P., Lgourieta M., Romero N. and Ortiz J,1999.**Fat deterioration in deep fat frying of “French fries” potatoes at restaurant and food shop sector,50:460-468.

**36-Merrien A, 1992.**Tournesol In: “Manuel des corps gras”. Tom 1.éd. Tec et Doc-Lavoisier, Paris.116-123.

**37-Mohtadji, Lambollais.et Corine, 1989.** : Les corps gras. In : Les aliments. Paris : Moloine, 93p.

**38-Morelle-Lauzanne E, 2006.** L'alimentation, le stress oxydatif : sources de lipoperoxydation, comment s'en protéger. Phytothérapie, 4: 234-240.

**39-Muik B., Lendl B., Molina-Diaz A. and Ayora-Canada M.J., 2005.** Direct monitoring of lipid oxidation in edible oils by Fourier transform Raman spectroscopy . Food chemistry, 104:173-182.

**40-Multon J.L, 2002.** Additifs et auxiliaires de fabrication dans les industries agroalimentaires. 3<sup>ème</sup> éd, collection sciences et techniques agroalimentaires. Paris : Tec et Doc : Lavoisier, 2002. 747p.

### O

**41-Ohshima T, 2003.** Quel avenir pour les antioxydants naturels. In : Lipides et corps gras alimentaires. 379-389.

### P

**42-Perrin J, 1992.** Détermination de l'altération. In: Manuel des corps gras. Lavoisier Tom2, éd .Tec et Doc. 1198-1218.

**43-Pibiri M.C, 2005.** Assainissement microbiologique de l'air et des systèmes de ventilation au moyen d'huiles essentielles. Thèse Doctorat, Lausanne, Canada, 177.

**44-Pokorny J, 2003.** Problèmes de stabilité des produits alimentaires liés à la présence des lipides. In : « Lipides et corps gras alimentaires ». Éd Tec et Doc .51-80.

### R



**45-Rahmani M, 2007.** Méthode d'évaluation de la stabilité oxydative des lipides. Oléagineux des Cors gras-Lipide, 2: 18-21.

**46-Riahi J.and Marzouki B, 2000.** Effects of light on some vegetal oils quality and stability. Preliminary note. Rivista Italiana delle Sostanze Grasse.**77** : 25-30.

**47-Richard H, 1992.** Epices et aromates. Éd. Technique et Documentation - Lavoisier, Paris, 339.

**48-Rolland Y, 2004.**Antioxydants naturels végétaux.OCL.vol.11, n°6,419-424.

**49-Roldan-Gutiérrez J.M., Ruiz-Jiménez J. and Luque de Castro M.D, 2008.** Ultrasound-assisted dynamic extraction of valuable compounds from aromatic plants and flowers as compared with steam distillation and superheated liquid extraction. Talanta, 75: 1369-1375.

### S

**50-Saguy I. S. and Dana D, 2003.** Integrated approach to deep fat frying: engineering, nutrition, health and consumer aspects. Food Chemistry, 50: 143-152.

**51-Sanchez-Gimeno A.C., Negueruela A .I., Benito M and Vecet R.O., 2008.** Some physical changes in Aragon extra virgin olive oil during frying process. Food chemistry.110:654-658.

**52-Scriban R, 1988.** Les industries agricoles et alimentaires, progrès des sciences et technique. Éd tec et doc : Lavoisier.

### T

**53-Teuscher , Ebehard ,Anton, Robert, Lobstein et Annelise, 2005 .** Les plantes aromatiques : Epices, aromates, condiments et huiles essentielles. Paris : Lavoisier. 522p.

**54-Tsuzuki W., Nagata R., Yunoki R.,Yunoki R.,Nakajima M.and Nagata T, 2008.** Cis/trans-isomirisation of triolein, trilimolein and trilinoliennin induced by heat treatment. In food chemistry, 108:75-80.

### U

**55-Uzzan A. et al, 1992.** In manuel d'alimentation humaine.Tome2. éd DUNOD.216-220.

v

**56-Vitrac O . , Trystran G.et Raoult-Wack A.L., 2003.**Procédé de friture et produits frits.  
In: lipides et corps gras alimentaires. Lavoisier, éd. Tec et Doc. 231-269.

### **RÉFÉRENCES ÉLECTRONIQUES**

**1-Anonyme 1b, 2010.** CTA (Agritrade), enjeu du commerce dans le secteur des oléagineux pour les pays ACP, secteur des oléagineux. Mars 2010.<http://agritard.cta.int>.

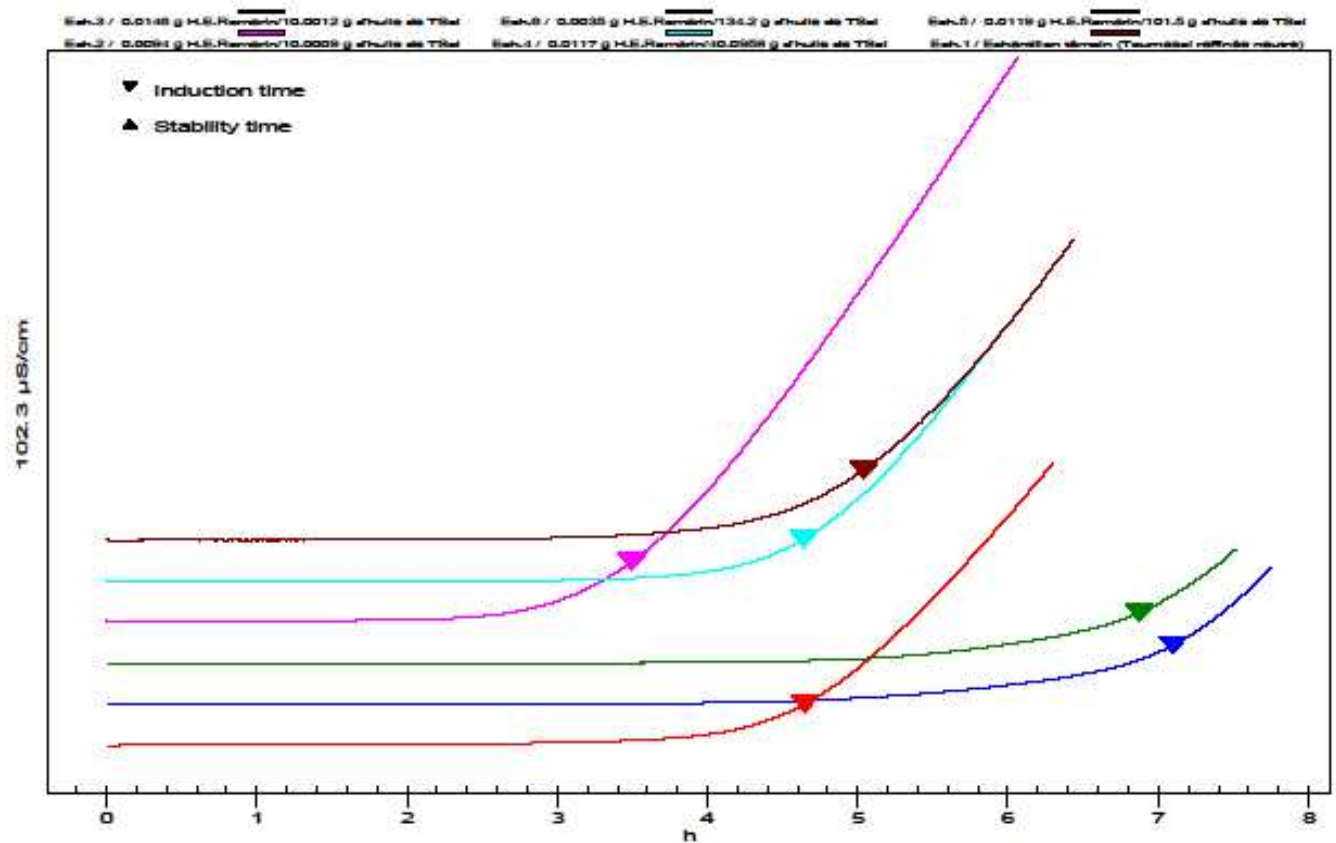
**2-Rogis Fournier, 2002** Huile de tournesol [en ligne].  
(<http://www.prolea.com/tournesol.htm>). (Page consultée en février 2012).

# Annexes

## Annexes



03.04.2012 09:19:38



Metrohm 743 Rancimat

- Échantillon témoin (tournesol raffinée neutre). ■ 0,0017g HE romarin/40,0958g d'huile de tournesol.
- 0,0094g HE romarin/10,0009g d'huile de tournesol. ■ 0,0119 HE romarin/101,5g d'huile de tournesol.
- 0,0035g HE/134,2g d'huile de tournesol. ■ 0,0146g HE romarin/10,0012g d'huile de tournesol.

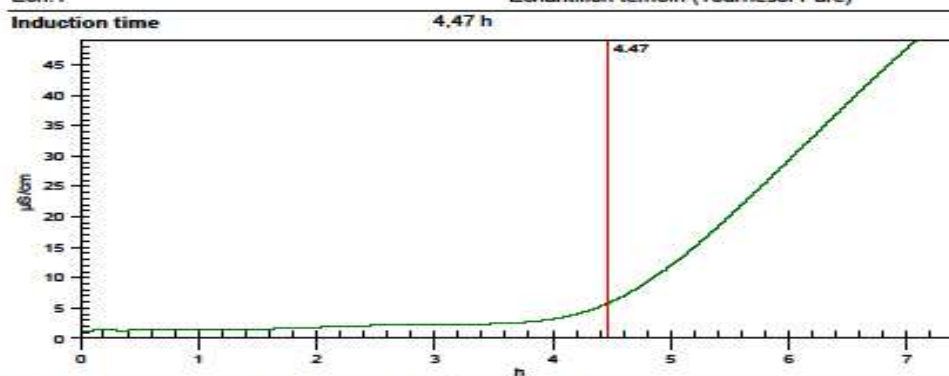
### Annexe N°1 : Courbe globale du test au Rancimat (huile de tournesol+HE)



Printing date 08.03.2012 15:02:01  
 Determination date 07.03.2012 13:56:16

Channel 1 User Administrator

ID 1 ID 2  
 Ech. 1 Echantillon témoin (Tournesol Pure)




Method name	huile de tournesol + extrait écorces grenade		
Creator	Administrator	Creation date	07.03.2012 13:16:00
Temperature	98 °C	Stop time	0,00 h
Delta T	1,60 °C	Stop at conductivity	0 µS/cm
Gas flow	10 L/h	Stop at endpoint	<input checked="" type="checkbox"/>
Start delay	0 min	Delta Kappa	0 µS/cm
Start mode	<input checked="" type="radio"/> per channel	Evaluation delay	0,00 h
	<input type="radio"/> per 2 channels	Evaluation suppression start	0,00 h
	<input type="radio"/> per block	Evaluation suppression end	0,00 h
		Evaluation sensitivity	1,00

Send to file

Metrohm 743 Rancimat

Annexe N°2 : Test au Rancimat de l'huile de tournesol pure.

	BULLETIN D'ANALYSE	N° Réf :	F-QHSE-053
		Date de révision :	09/05/2009
		Version :	2

Bejaia le 24/03/2012

Identification de l'échantillon: Huile végétale (Huile de Friture)

Provenance : Direction R&amp;D

Analyse demandé :

	I.Peroxyde még/kg	Humidité %	Couleur J/R	FFA %	I.Réfraction	I.Sapo mg/g
Echant N°0	0.8	0	9 1	0.06	1.4669	189
Echant N°1	5	0.0058	10 1.1	0.08	1.4670	190
Echant N°2	10.3	0.0089	12 1.3	0.09	1.4671	190.6
Echant N°3	17	0.016	15 1.6	0.08	1.4671	188.5

Annexe N°3 : Bulletin d'analyse de l'huile de tournesol de fritures enrichie.



COMPLEXE AGROALIMENTAIRE DE BEJAIA  
Nouveau Quai Port de Béjaia, Béjaia 06000 - Algérie. Tél : + 213 (0)34 20 20 00 Fax : +213 (0)34 22 07 22

## DIRECTION RECHERCHE ET DEVELOPPEMENT

N° 02/12/R&D/Cevital/Béjaia

Béjaia le : 24/03/2012

### Bulletin D'Analyse

Analyses physico-chimiques de l'huile de tournesol de fritures sans enrichissement

	I <sub>p</sub> (méq /Kg)	H (%)	Couleur J/R 5'1/4	Composés polaires (%)	FFA (A) (%)	I <sub>r</sub>	Is (mg/g)
Échantillon témoin(E <sub>0</sub> )	0,2	0,000	07 /0,9	00	0,08	1,4669	188,9
1 <sup>ère</sup> Friture (E <sub>1</sub> )	2,4	0,040	10 / 01	0,3	0,08	1,4669	188,8
5 <sup>ème</sup> Friture (E <sub>2</sub> )	4,6	0,050	11/ 1,2	0,7	0,11	1,4669	187,3
10 <sup>ème</sup> Friture (E <sub>3</sub> )	3,6	0,016	17/ 1,8	1,1	0,13	1,4670	194,8

Annexe N°4 : Bulletin d'analyses de l'huile de tournesol de fritures sans enrichissement.

**Méthodes d'analyse**

**Profil chromatographique**—Selon la norme NFT75-401 (1985). Le pourcentage de chacun des constituants est indiqué par l'intégrateur suivant la méthode de normalisation interne. L'appareil utilisé est une chromatographie en phase gazeuse couplée à une spectrométrie de masse (GC-MS). Les modèles GC et MS utilisés sont le 6890N et 5973N, respectivement, de marque *Agilent Technologies*. L'appareil est sous contrat de maintenance *Agilent Technologies* n° 1-1985443317 Rev 2. (Colonne HP1-MS, L 30 m, d 0,25 mm x 0,25 µm, phase apolaire, injecteur « *on-column* »). L'identification formelle des composés par spectrométrie de masse se fait par comparaison à des standards et par interrogation de la base de donnée NIST. Le nombre de répliques est trois. Le résultat est présenté par la moyenne de trois analyses et son écart type.

**Indice de peroxyde**—Selon la méthode décrite par le *International Fragrance Association* ([www.ifra.org](http://www.ifra.org)), mise à jour le 17 octobre 2011 (*22291 Analytical Guidelines 2011 10 17 IFRA Analytical Method – Determination of the Peroxide Value – 2*). Le résultat est présenté suivant deux unités possibles : mEq O<sub>2</sub> actif / Kg d'huile essentielle ou en mmol d'hydroperoxyde / L d'huile essentielle. Présentation de la moyenne de trois analyses et son écart type.

**Densité**—Selon norme NFISO 279 (Mars 1999). Le résultat est présenté par la moyenne de trois analyses et son écart type.

**Réfractométrie**—Selon norme NFISO 280 (Mars 1999). Le résultat est présenté par la moyenne de trois analyses et son écart type.

**Point éclair**—Selon ISO/TR 11018. La mesure du point éclair n'est pas normalisée. Il s'agit de la moyenne selon l'annexe B de la norme NF ISO 1342 pour l'huile essentielle de romarin.

**Résultats****Profil chromatographique :**

Composants	%
tricyclene	1,7 ± 0,11
α-pinene	20,0 ± 0,15
camphene	20,0 ± 0,15
β-pinene	7,7 ± 0,12
β-myrcene	1,0 ± 0,10
α-phellandrene	0,9 ± 0,11
α-terpinene	0,8 ± 0,11
β-cymene	2,3 ± 0,10
1,8-cinéole	7,8 ± 0,8
<b>limonene</b>	<b>4,7 ± 0,5</b>
γ-terpinene	1,2 ± 0,10
terpinolene	0,6 ± 0,10
<b>camphre</b>	<b>21,0 ± 0,13</b>
borneol	1,4 ± 0,10
acétate de bornyl	1,1 ± 0,12
copaène	1,2 ± 0,12
Verbenone	non-déecté
caryophyllene	3,0 ± 0,12
γ-murolene	1,3 ± 0,10
β-cadinene	1,7 ± 0,10

En gras: composant majoritaire.  
En fond gris: composants allergéniques selon réglementation 2003/15/CE.





Paramètres physico-chimiques	
Indice de peroxide	$4,7 \pm 0,05 \text{ mEq O}_2/\text{Kg}$
Indice de peroxide	$2,09 \pm 0,02 \text{ mmol/L}$
Densité	$0,890 \pm 0,001$
Indice refraction	$1,465 \pm 0,001$
Point éclair	$+43 \text{ }^\circ\text{C}$

**Conclusion** : les caractéristiques physico-chimiques de cette huile essentielle de romarin à camphre démontrent une origine 100% pure et naturelle.

N.B. Ce rapport d'analyse ne s'applique qu'à l'échantillon reçu par le laboratoire et correspondant au lot 001/AF/11.

Dr Denis RONTEIN

## Résumé

Notre travail au sein de l'unité de « **Cevital Spa** » a porté sur l'introduction d'une huile essentielle extraite à partir du *Rosmarinus officinalis* dans l'huile de tournesol raffinée pour voir son effet antioxydant sur cette dernière.

Nous avons effectué deux tests, un test d'accélération d'oxydation qui a pour objectif de déterminer la stabilité de l'huile de tournesol, et un test de friture où plusieurs paramètres sont mesurés tels que l'indice de peroxyde, l'indice de réfraction, l'indice de saponification ainsi que la teneur en composés polaires.

Les résultats obtenus ont montré une action antioxydante de cette huile essentielle sur l'huile de tournesol tout en ayant un temps d'induction de 7h 06mn qui est supérieur à celui obtenu pour l'huile de tournesol non fortifiée (4h 28mn et 12s) ainsi qu'une stabilité pure en composés polaires lors des fritures répétées (0%).

## ملخص

تتمثل مهمتنا في مجمع " سيفتال " في استخلاص زيت أساسي من نبتة إكليل الجبل ودمجها مع زيت عباد الشمس المصفى.

قمنا بفحصين: فحص لمراقبة ثبات زيت عباد الشمس و فحص القلي أين غيرنا مختلف علامات الجودة مثل علامة التصبن و علامة فوق الأوكسدة .

نتائجنا أظهرت مفعول الزيت الأساسي ضد أكسدة زيت عباد الشمس من حيث وقت التأثير لفحص الثبات المقدر ب 7سا و 6د الذي هو أكبر مقارنة بالمتحصل عليه مع زيت عباد الشمس غير

المضاف إليه الزيت الأساسي (4سا 28د و 12ثا ) إلى جانب أننا سجلنا استقرار تام لزيت عباد الشمس من حيث المركبات القطبية أثناء القلي المتكرر.

## Abstract

Our work within the unit « **Cevital Spa** » was conducted about the introduction of an essential oil extracted from rosemary in refined sunflower oil to check its antioxidant effect on that last one.

We did into tests, the first one was done at « **Rancimat** », its aim is to determine the stability of sunflower oil. The second, is a frying test where many quality indicators were measured as instance; the peroxide indicator the one of refraction and of saponifying.

The results which were reached showed an oxidative action of that essential oil on the sunflower oil. The time of induction is of 7h 60mn which is superior compared with the one of sunflower no fortified which is (4h 28mn and 12s) and the edible stability in terms of polar components during the repeated frying tests is 0%.

