

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université A. Mira de Bejaia



Faculté de Technologie
Département de Génie des procédés



Mémoire de fin de cycle
En vue de l'obtention du diplôme
Master
Filière : Génie des Procédés
Spécialité : Génie chimique

Thème

Étude de l'enrichissement de l'huile de soja avec l'extrait phénolique de l'écorce de grenade et de sa stabilité oxydative au niveau du complexe CEVITAL spa de Béjaïa

Présenté par :

TOUATI Houda et TERKI Rynad

Soutenues le : 06 juillet 2022 devant le jury composé de :

Prénom et Nom	Grade		
Mme N. Cherchour	MCA	Université de Béjaia	Présidente
Mme F. Guerfi	MCA	Université de Béjaia	Examinatrice
Mme W. Belkhiri	MCB	Université de Béjaia	Promotrice
Mme A. Aidli	MAA	Université de Béjaia	Co- Promotrice

Année Universitaire : 2021/2022

Remerciements

En cette mémorable occasion de notre soutenance, nous tenons à remercier dieu de nous avoir donné la force et le courage pour que ce travail arrive à son terme.

Nous remercions nos familles Touati et Terki d'avoir prié et contribué à ce que nous puissions continuer à accomplir ce travail.

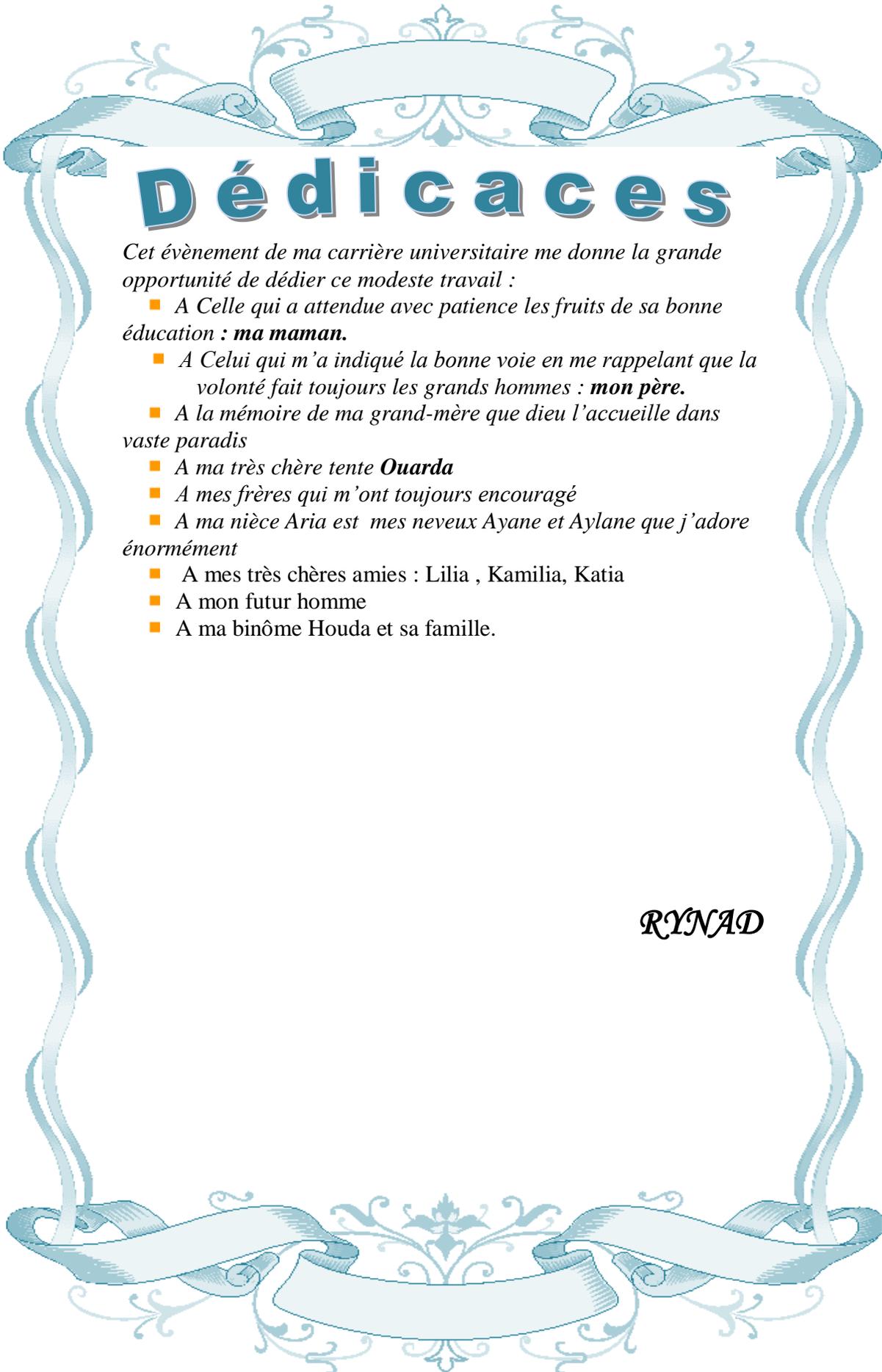
Nous remercions notre promotrice Mme Belkhirri de nous avoir proposé ce thème qui est d'actualité et de son aide qui a été d'un grand apport. Nous tenons à remercier vivement notre Co-promotrice Mme Aidli pour sa disponibilité et son grand soutien.

Nous remercions Mr Hadjal et Mr Aliane de nous avoir accueillies et soutenues tout au long de notre période de stage.

Nos sincères remerciements vont également aux membres de jury qui ont accepté d'examiner et de juger ce travail.

Nos remerciements vont à tous les enseignants du département de Génie des Procédés qui ont contribué à notre formation.

Dans le souci de n'oublier personne, que tous ceux qui nous ont aidé de près ou de loin trouvent dans ces quelques lignes l'expression d'une profonde gratitude.



Dédicaces

Cet évènement de ma carrière universitaire me donne la grande opportunité de dédier ce modeste travail :

- *A Celle qui a attendue avec patience les fruits de sa bonne éducation : **ma maman.***
- *A Celui qui m'a indiqué la bonne voie en me rappelant que la volonté fait toujours les grands hommes : **mon père.***
- *A la mémoire de ma grand-mère que dieu l'accueille dans vaste paradis*
- *A ma très chère tante **Ouarda***
- *A mes frères qui m'ont toujours encouragé*
- *A ma nièce Aria est mes neveux Ayane et Aylane que j'adore énormément*
- *A mes très chères amies : Lilia , Kamilia, Katia*
- *A mon futur homme*
- *A ma binôme Houda et sa famille.*

RYNAD

Dédicace

Je dédie le fruit de mes 17 ans d'études :

A mes parents pour les encouragements qu'ils n'ont cessé de m'apporter tout au long de ma scolarité.

A mon frère Houssam.

A mes chers cousins Sayer et Ania et à leur maman.

A la mémoire de : Yacine, ma grand-mère, Hamza et oncle Mokhtar que dieu les accueille dans son vaste paradis.

A tous ceux qui ont été présents le jour de ma soutenance : mes oncles, mes tantes, cousins, cousines et amies. Je tiens à les remercier profondément pour leur présence.

A toute personne qui a attribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Je ne pourrais terminer sans évoquer la présence et le soutien permanent de Mme Belkhiri, Mr Aliane et Mme Aidli, c'est grâce à leur grand cœur, leur compréhension, leur disponibilité, leurs conseils, leur correction du document que ce travail a été réalisé.

Houda



Sommaire

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Introduction	1
Chapitre 1 : Soja et huile de soja	4
1. Historique	4
2. Définition de soja.....	4
2.1. Plante de soja	4
2.2. Graine de soja	5
3. Définition de l'huile de soja	6
4. Origine de l'huile de soja	6
5. Composition de l'huile de Soja en acides gras.....	6
6. Utilisation de l'huile de soja.....	7
6.1. Alimentation humaine	7
6.2. Alimentation animale	7
6.3. Utilisation industrielle	7
7. Intérêt nutritionnel et thérapeutique de l'huile de soja	8
8. Raffinage des huiles.....	8
Chapitre 2 : Grenade et écorce de grenade	11
1. Origine et classification de la grenade	11
2. Écorce de grenade.....	12
3. Composition chimique de l'écorce de grenade	12
4. Intérêts et usages:.....	13
4.1. Usage thérapeutique médicinale :	13
4.2. Usage en teintures naturelles	14
4.3. Usage dans l'industrie agro-alimentaire	14
Chapitre 3 : Friture et oxydation des huiles.....	16
1. Généralités sur la friture.....	16
2. Types de fritures	16

2.1. Friture plate.....	16
2.2. Friture profonde	16
2.3. Friture en restauration collective.....	16
2.4. Fritures industrielles	17
3. Altération des huiles végétales	17
3.1. Oxydation	17
3.2. Hydrolyse.....	18
3.3. Altération thermique.....	19
4. Enrichissement d'aliments par les antioxydants	19
Matériel et méthodes	22
1. Présentation du complexe CEVITAL spa. Béjaïa.....	22
1.1. Historique.....	22
1.2. Activités.....	22
1.3. Mission et Objectifs	22
1.4. Différentes huiles brutes traitées par CEVITAL	23
2. Préparation du matériel végétal.....	24
3. Extraction des composés phénoliques de l'EG	25
4. Enrichissement de l'huile de soja par l'extrait d'EG.....	25
5. Caractérisation de l'extrait d'EG.....	26
5.1 Dosage des composés phénoliques totaux de l'EG.....	26
5.2. Activité anti radicalaire au DPPH de l'extrait d'EG	27
6. Activité anti radicalaire au DPPH de l'huile enrichie	27
7. Test de stabilité oxydative « Rancimat »	28
8. Procédure de friture	29
8.1. La première friture sans frites	29
8.2. La deuxième friture avec frites	30
9. Lovibond (test de la couleur)	32
10. Analyse des composés polaires	32
Résultats et discussion.....	35
1. Enrichissement de l'huile de soja par l'extrait d'EG.....	35
2. Caractérisation de l'extrait d'écorce de grenade	35

2.1. Composés phénoliques totaux et l'activité antiradicalaire au DPPH [·] de l'extrait d'EG.	35
3. Activité antiradicalaire au DPPH [·] de l'huile enrichie	36
4. Test de stabilité oxydative « Rancimat »	36
5. Aspect des bains de fritures avec aliment et sans aliment	37
6. Lovibond (test de la couleur)	39
7. Composés polaires	40
Conclusion	44
Référence bibliographiques	46
Annexes	55

Liste des figures

Figure 1	Plante de soja <i>Glycine max L.</i>	4
Figure 2	Description macroscopique de la graine de soja.....	5
Figure 3	Glycine soja (a : Plante, b : Gousse verte, c : Graines).....	6
Figure 4	Les différentes étapes de raffinage des huiles végétales.....	9
Figure 5	Différents parties de fruit du grenadier.....	11
Figure 6	Structure moléculaire de punicalagine.....	13
Figure 7	Initiation, propagation et terminaison de l'oxydation thermique des huiles.....	18
Figure 8	Action préventive des antioxydants.....	19
Figure 9	Huile de soja raffinée	23
Figure 10	Pelures d'écorce de grenade.....	24
Figure 11	Schéma des étapes d'extraction des composés phénoliques de l'EG.....	25
Figure 12	Photographies représentatives de l'enrichissement et l'agitation de l'huile avec l'agitateur High Shear	26
Figure 13	Réduction du radical libre DPPH'.....	27
Figure 14	Photographies représentatives du test Rancimat.....	28
Figure 15	Schéma représentatif de la technique Rancimat.....	29
Figure 16	Photographies représentatives de la poêle de friture et des frites fraîches.....	30
Figure 17	Photographies représentatives de test de détermination de la couleur.....	32
Figure 18	Photographie représentative de l'appareil « OPTIFRY MIROIL ».....	33
Figure 19	Photographie représentative des particules lipophiles de l'extrait d'EG.....	35
Figure 20	Temps d'inductions par test de Rancimat.....	37
Figure 21	CPT des huiles de friture (témoin et enrichie)	40

Liste des tableaux

Tableau I	Classification de l'espèce <i>Glycine max</i>5
Tableau II	Composition en acide gras de l'huile de soja (% en poids).....7
Tableau III	Classification botanique de grenadier.....12
Tableau IV	Principales voies de d'altération des huiles alimentaires.....17
Tableau V	Rapport quantité de pomme de terre sur volume d'huile de bain.....31
Tableau VI	Conditions expérimentales des essais de fritures.....31
Tableau VII	Composés phénoliques totaux de l'extrait d'EG et activité anti radicalaire au DPPH'35
Tableau VIII	Activité antiradicalaire de l'huile sur DPPH.....36
Tableau IX	Tests sensoriels de l'huile enrichie lors de la friture sans aliment et avec aliment.....38
Tableau X	Résultats de l'évolution de la couleur (test Lovibond).....39
Tableau XI	CPT de l'huile de friture soja enrichie (sans est avec aliment) et témoin.41

Liste des abréviations

Abs	Absorbance
AG	Acide gras
AGE	Acide gras essentiel
AGI	Acide gras insaturé
AGL	Acide gras libre
AGS	Acide gras saturé
AGPI	Acides gras polyinsaturés
CG	Corps gras
CPT	Composés polaires totaux
DPPH	2,2- Diphenyl-1-Picrylhydrazyl
EAG	Équivalent acide gallique
EG	Écorce de grenade
IC50	Concentration efficace pour avoir une absorbance 0,5
ISO	International Standard Organisation
ppm	Partie par million
PS	Poudre sèche
R&D	Recherche et développement



Introduction

Introduction

Les huiles jouent un rôle important dans l'alimentation humaine. Leur utilisation comme fluide caloporteur pour la friture des aliments est extrêmement répandue dans les préparations culinaires, et ce au niveau ménager, restauration ainsi qu'à l'échelle industrielle. La friture constitue l'un des procédés thermiques utilisé pour transformer et conserver les aliments tout en leur conférant des caractéristiques organoleptiques de couleur, saveur, texture et le goût très appréciées par les consommateurs (Kansci, 2010).

Le chauffage répété des huiles durant les cuissons (en poêle, en four et surtout en friture) entre 150 à 200°C, est à l'origine des réactions de polymérisation, d'hydrolyse et essentiellement d'oxydation formant ainsi des produits d'oxydation qui sont néfastes sur la santé humaine (Combe et Rossignol-Castera, 2010). Les huiles végétales riches en acides gras polyinsaturés de la série des oméga 3 et 6 ont certes des avantages nutritionnels, mais peuvent s'avérer toxiques et compromettre la santé du consommateur lorsqu'elles subissent des réactions d'oxydation. Parmi ces huiles, figure l'huile de soja, sensible à l'oxydation par sa composition majoritaire en acides gras polyinsaturés (Cahuzac-Picaud, 2010).

Afin de pouvoir empêcher, retarder ou ralentir considérablement le phénomène d'oxydation, des substances aux vertus antioxydants sont présents en quantités variables dans les plantes, les fruits et légumes ainsi que leurs pelures (Bouaziz *et al.*, 2008). C'est dans ce sens que les recherches s'appuient sur l'exploitation des déchets (pelures, graines) générés en grandes quantités par les industries de transformation des fruits et légumes et qui sont responsables de conséquences négatives sur l'environnement. Ces derniers peuvent être considérés comme des sous-produits à haute valeur nutritionnelle par leur teneur en antioxydants naturels mais également présentant un avantage économique majeur (Agabi *et al.*, 2020).

L'écorce de grenade « *malicorium* », possède en effet de fortes capacités antioxydantes liées à sa teneur en composés phénoliques (Lansky et Newman, 2007). Il renferme environ 25 % d'ellagitanins tels que : les punicalagines et les punicalines qui sont des ellagitanins spécifiques à la grenade (Seeram *et al.*, 2006 ; Fabre et Ermosilla, 2008) et des flavonoïdes tels que : lutéoline, quercétine, et kaempferol.

C'est dans ce contexte que le présent travail se base sur l'étude de l'effet de l'enrichissement de l'huile de soja raffinée avec l'extrait phénolique de pelures de grenade au cours de fritures successives.

Pour cela, le travail a été organisé comme suit :

- **Partie bibliographique** : englobant 3 chapitres qui portent des généralités sur :
 - ✓ Le soja et l'huile de soja
 - ✓ Grenade et écorce de grenade
 - ✓ Friture et oxydation des huiles.
- **Partie expérimentale** : Scindée en deux sous parties
 - ✓ **Matériel et méthodes** : Cette sous partie comporte l'ensemble des analyses réalisées au niveau de laboratoire de génie alimentaire de l'université de Bejaia ainsi qu'au niveau de laboratoire de recherche et développement de l'entreprise agroalimentaire CEVETAL.
 - ✓ **Résultats et discussion** : Cette sous partie fait l'objet de traitement et de discussion des résultats obtenus.



Chapitre I :

Soja et huile de soja

Chapitre 1 : Soja et huile de soja

1. Historique

Pendant très longtemps, le soja est resté confiné dans les pays asiatiques, en particulier la Chine et le Japon ; pays qui l'ont usiné, lui ont fait subir des transformations et qui, en définitif, lui ont donné ses lettres de noblesse (Gerritsen, 2014).

La date de la première introduction du soja en Afrique reste obscure, mais tout porte à croire qu'il a été introduit au cours du XIXe siècle par des marchands chinois fort actifs le long de la cote d'Afrique Orientale (Brink et Belay, 2006).

En Algérie, le soja a été introduit en 1894 par le D^r. Trabut (Aliouane et Ikhlef, 2005), sa culture a été utilisée comme culture fourragère dans le haut Chleff. En 1951, Laumont recommande la pratique de la culture à Annaba. Ainsi, Blanchard effectua une étude variétale sur 99 variétés, d'origines différentes, en vue d'utiliser le soja aussi bien pour ses grains que comme fourrage ou engrais vert (Assam et Idiri, 2015).

Depuis que le soja est devenu populaire ces dernières années, nous trouvons maintenant divers produits à base de soja. Tels que, des huiles, du lait, des farines et des aliments pour animaux...etc (Labat, 2013).

2. Définition de soja

2.1. Plante de soja

La plante de soja (**Figure 1**), également appelée soya, est connue sous le nom scientifique : *Glycine max*, appartient à la famille des *Fabaceae*, sous famille des *papilonoideae*, tribu des *phaseoleae* largement cultivée pour ses graines oléagineuses qui fournissent la principale huile alimentaire consommée dans le monde.

Cette plante possède des feuilles ovales ou en forme de lance, elle pousse à une longueur de 3 à 10 cm.

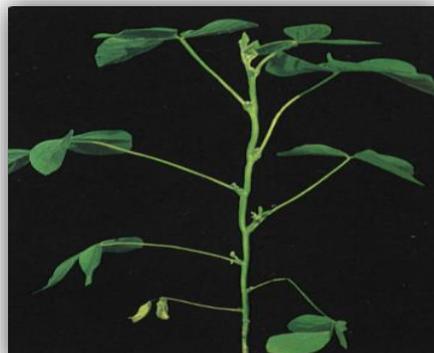


Figure 1: Plante de soja *Glycine max L.* (Hanway et Thompson, 1971).

2.2. Graine de soja

La graine *Glycine max* (Figure 2) se compose essentiellement d'une enveloppe lisse (la coque) et d'un embryon. Sa taille varie généralement entre 5 et 10 mm de diamètre et son poids (selon les variétés) oscille entre 50 et 400 mg (Pouzet, 1992 ; Nia et Deflaoui, 2008). Sa taxonomie est présentée dans le tableau I.

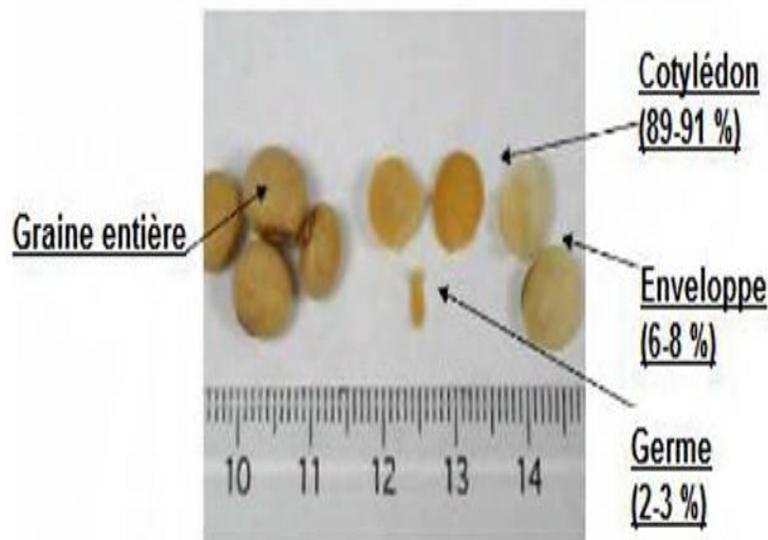


Figure 2: Description macroscopique de la graine de soja (Hubert, 2006 ; Nia et Deflaoui, 2008)

Tableau I: Classification de l'espèce *Glycine max* (Gottlob-McHugh et al., 1990).

Taxon	Nom latin
Règne	<i>Planta</i>
Division	<i>Magnoliophyta</i>
Classe	<i>Magnoliopsida</i>
Ordre	<i>Fabales</i>
Famille	<i>Fabaceae</i>
Genre	<i>Glycine</i>
Espèce	<i>Glycine max L</i>

3. Définition de l'huile de soja

L'huile de soja est un fluide d'une couleur jaune plus ou moins foncée suivant la nature des graines et les procédés d'extraction. Fraîche, elle a une saveur assez prononcée d'haricot qui s'atténue peu à peu. Elle est riche en AGPI et notamment en AGE (α -linoléique). Sa richesse en lécithine la rend précieuse pour la reconstitution des cellules nerveuses et cérébrales, sa bonne digestibilité en fait une bonne remplaçante de l'huile d'olive pour ceux qui ne peuvent la tolérer (Cossut *et al.*, 2002).

4. Origine de l'huile de soja

L'huile de soja est extraite des graines d'une légumineuse, le soja (*Glycine max*) (Figure 3), originaire de Chine et introduite d'abord en France en 1740 et est un des éléments majeurs de la cuisine asiatique, (Leray, 2013). Les graines de soja contiennent entre 17 et 20% de L'huile de soja (Labat, 2013).



a. Plante

b. Gousse verte

c. Graine et huile de soja

Figure 3: *Glycine soja* (a : Plante, b : Gousse verte, c : Graines) (Ameur, 2018)

5. Composition de l'huile de Soja en acides gras

L'huile de soja est constituée d'acides gras mono-insaturés et polyinsaturés ($\omega 3$ et $\omega 6$) (Cahuzac-Picaud, 2010). Selon Combe et Boué-vaysse, (2004) les AGPI oméga 6 et oméga 3 devraient représenter environ 16 % des acides gras totaux de l'alimentation, ce qui donne à l'huile de soja un profil nutritionnel intéressant. Cependant, la composition en acides gras d'une huile joue un rôle important dans son potentiel oxydatif.

Les résultats des analyses physico-chimiques réalisées dans la présente étude sur l'huile de soja produite par le complexe CEVITAL spa Béjaïa (tableau II) confirment la richesse de cette huile en acides gras insaturés, particulièrement en acide linoléique (C18:3) (54.52%). Cet

acide gras étant très sensible à l'oxydation, rend le soja une huile instable pendant la conservation ou les traitements culinaires (cuisson, friture) (Rahmani, 2005).

Tableau II : Composition en acide gras de l'huile de soja (% en poids) (Laboratoire de R&D CEVITAL spa Béjaïa)

Types d'acides gras	% en poids
Acide palmitique (C16:0)	10.83
Acide stéarique (C18:0)	4.293
Acide oléique (C18:1)	23.41
Acide linoléique (C18:2)	54.52
Acide linoléique (C18:3)	6.95
Acide arachidique (C20:0)	00

6. Utilisation de l'huile de soja

6.1. Alimentation humaine

L'huile de soja est la plus consommée aux Etats-Unis, ou elle représente 75 % environ la consommation totale d'huile végétale alimentaire.

Selon Berrim et Benamar (2013), la filière biologique conduisant à des produits spécifiques préparés à base de graine de soja : Tamari, Shoyu, Miso, Tempeh, Natto, Okara, Tonyu.

L'huile de soja est notamment utilisée pour la fabrication d'un grand nombre de produits divers y compris les mayonnaises, la margarine, les pâtes à tartiner et les sauces à salade (Berrim et Benamar, 2013).

6.2. Alimentation animale

Les tourteaux de soja représentent les résidus solides de l'extraction de l'huile des graines de soja. Ils sont largement utilisés dans l'alimentation animale après cuisson.

6.3. Utilisation industrielle

Le soja est aussi demandé dans les applications industrielles y compris l'encre d'imprimerie, le biodiésel, les cires, solvants, lubrifiants, plastiques, fibres, textile et adhésifs (Newkirk, 2010).

7. Intérêt nutritionnel et thérapeutique de l'huile de soja

L'huile de soja est une alliée santé qui mérite sa place dans l'alimentation variée et équilibrée. C'est une très bonne huile pour la cuisson, sans cholestérol, pauvre en graisses saturées et riche en AGI (Acide gras insaturé), en vitamine E et est une excellente source de protéines végétales riche en phytoestrogènes (Collomb et Mayor, 2007).

De nombreuses études ont mis en lumière les vertus de l'huile de soja anti-cancers et contre les maladies cardiovasculaire grâce à sa combinaison unique en $\omega 3$ et $\omega 6$ (Jotterand *et al.*, 2007).

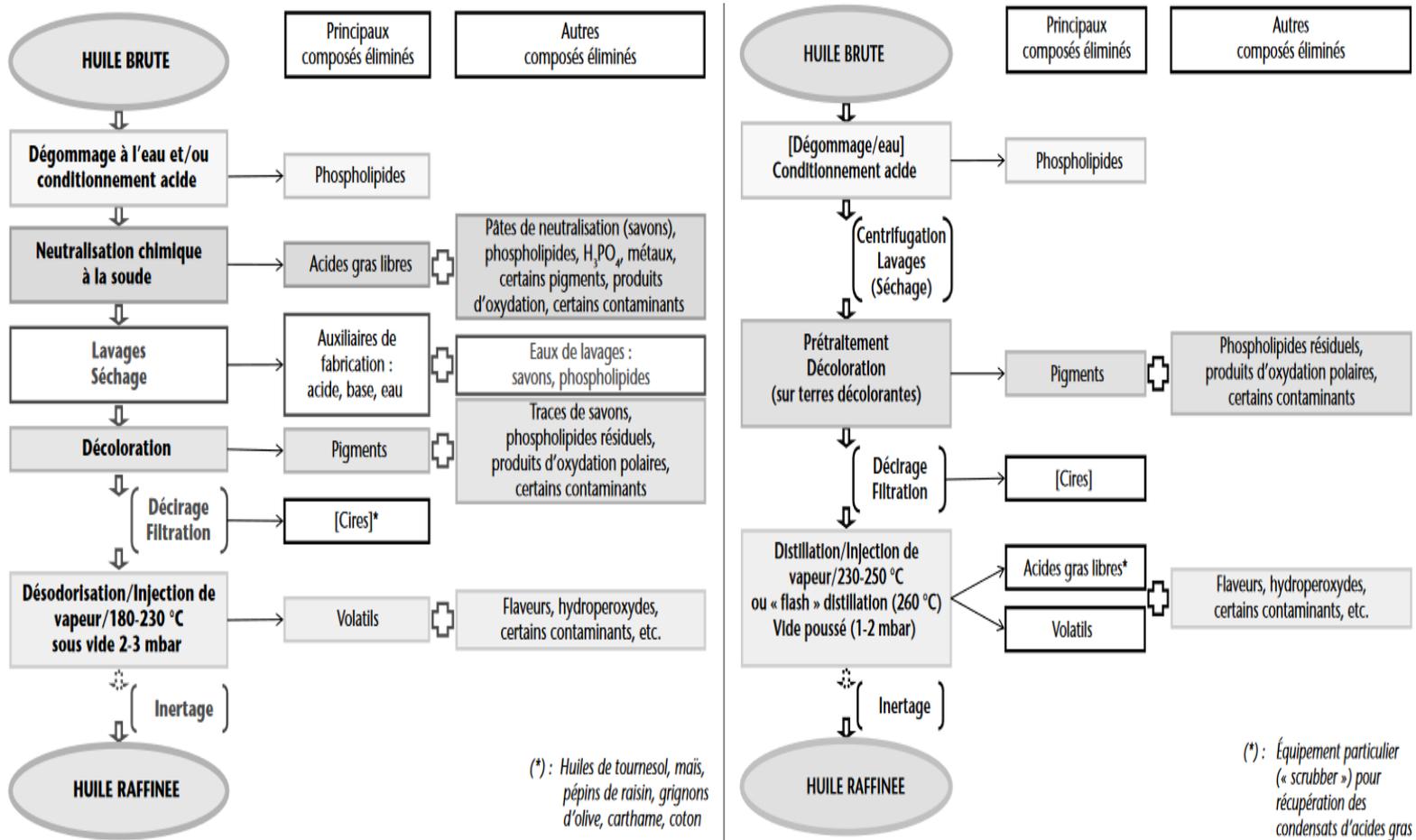
8. Raffinage des huiles

L'objectif principal du raffinage d'une huile est de réduire son contenu en éléments mineurs non triglycéridiques (phospholipides, métaux, acides gras libres, savons, pigments, produits d'oxydation...) qui ont un effet néfaste sur sa qualité en termes de stabilité oxydative. Il convient par ailleurs de ne pas endommager la fraction triglycéridique (polymérisation, trans-isomérisation, etc.) et de conserver un maximum de constituants reconnus comme bénéfiques (tocophérols, tocotriénols, stérols, etc.) (Maes *et al.*, 2005 ; Berkati *et al.*, 2020).

Le processus de raffinage comprend une série d'étapes distinctes (figure 4) qui peuvent s'opérer de deux manières différentes :

Le raffinage chimique : où les AGL et la plupart des phospholipides et autres impuretés sont enlevés dans l'étape de neutralisation alcaline ; une étape séparée de dégomme n'est donc pas nécessaire.

Le raffinage physique : les AGL sont éliminés par une distillation conjointe à la désodorisation; une étape préalable de dégomme est en conséquence indispensable (DeKock *et al.*, 2005 ; Berkati *et al.*, 2020).



a- Raffinage par voie chimique : étapes et composés éliminés.

b- Raffinage par distillation neutralisante (raffinage physique) : étapes et composés éliminés.

Figure 4: Les différentes étapes de raffinage (chimique et physique) des huiles végétales (Pages et al., 2010).

A photograph of several pomegranates on a rustic wooden surface. One pomegranate is cut open, revealing its red seeds. Some seeds are scattered on the wood. The image is reflected below.

Chapitre II
Grenade et écorce de grenade

Chapitre 2 : Grenade et écorce de grenade

Présentation

Les fruits du grenadier sont des baies renfermant chacune de nombreuses graines enrobées d'une pulpe gélatineuse rouge. L'ensemble est appelé arille. La baie de grenade renferme des dizaines d'arilles protégées d'une écorce dont la couleur peut varier du jaune au rouge foncé. (Figure 5) (<https://nutrixeal-info.fr/index/grenade/>)

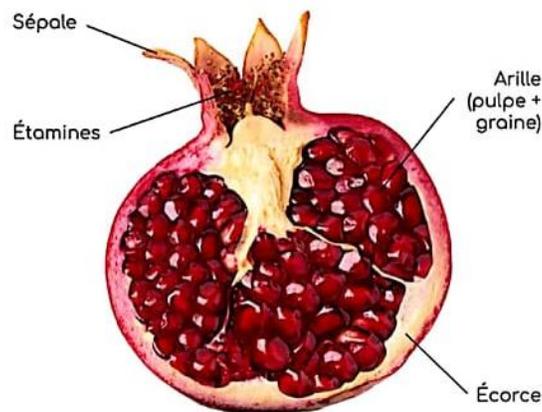


Figure 5: Différentes parties de fruit du grenadier (<https://nutrixeal-info.fr/index/grenade/>)

1. Origine et classification de la grenade

La grenade est le fruit du grenadier ou *Punica granatum L.* Son nom est dérivé du latin et signifie 'pomme punique' où *Punica* est dérivé du puniceus qui signifie rouge écarlate en latin, et *Granatum* signifie « fruit à grain » pour la multiplicité des graines contenues dans le fruit (Jaiswal *et al.*, 2010 ; Lemoine, 1998).

L'histoire de la grenade remonte à des temps très anciens. Ce fruit est présent dans les anciens textes grecs, égyptiens, les textes bibliques, le Coran et dans les traditions populaires des différents pays bordant la Méditerranée (Lamouri et Layaicha, 2020), preuve que la grenade est connue et consommée depuis des millénaires. Elle est cultivée dans de nombreux pays du monde au climat chaud idéal à la culture des grenadiers, comme les pays méditerranéens, l'Afghanistan, l'Iran et les Etats Unis (Californie) (Ozgen *et al.*, 2008).

Le grenadier, *Punica granatum L.* a été décrit par Linné et introduit dans sa classification (Tableau III) en 1953 (Spichiger *et al.*, 2002).

Tableau III: Classification botanique de grenadier (Spichiger *et al.*, 2002)

Embranchement	<i>Spermaphytes</i>
Sous embranchement	<i>Angiospermes</i>
Classe	<i>Magnoliopsida</i>
Ordre	<i>Myrtales</i>
Famille	<i>Punicaceae (Lythraceae)</i>
Genre	<i>Punica</i>
Espèce	<i>Punica granatum</i>

2. Écorce de grenade

La grenade est un fruit dont seulement une partie est consommable : Seuls les arilles sont consommés. Cela n'empêche que l'écorce connaît plusieurs usages pour les multiples bienfaits et les propriétés polyvalentes qu'elle possède. Elle est employée en médecine humaine pour le traitement de maladies diverses, et fait l'objet de plusieurs travaux de recherches scientifiques (Yildiz *et al.*, 2009).

L'écorce du fruit du grenadier, également appelée « *malicorium* », représente la partie dure du fruit avec environ 50% du poids total de la grenade (Calín-Sánchez *et al.*, 2013). Elle est plutôt coriace et épaisse (2-3mm) est d'une couleur rouge brillante ou jaune pour certaines variétés.

3. Composition chimique de l'écorce de grenade

L'écorce de grenade est une source très importante de composés bioactifs tels les polyphénols (flavonoïdes, proanthocyanidines, tanins hydrosolubles) et les minéraux, essentiellement du potassium, de l'azote, du calcium, du phosphore, du magnésium et du sodium (Calín-Sánchez *et al.*, 2013).

L'écorce de grenade est surtout connue pour sa haute teneur en ellagitanins (28% de l'épiderme du fruit), et tout particulièrement en punicalagine (Figure 6), principale responsable des propriétés antioxydantes de ce fruit, d'autres types d'ellagitanins sont également présents dans la pelure de grenade comme la punicaline, la corilagine, les granatines A et B doués d'activités

antimicrobiennes et antioxydantes, protégeant ainsi le fruit des prédateurs et des agressions du rayonnement solaire (Fournier, 1948).

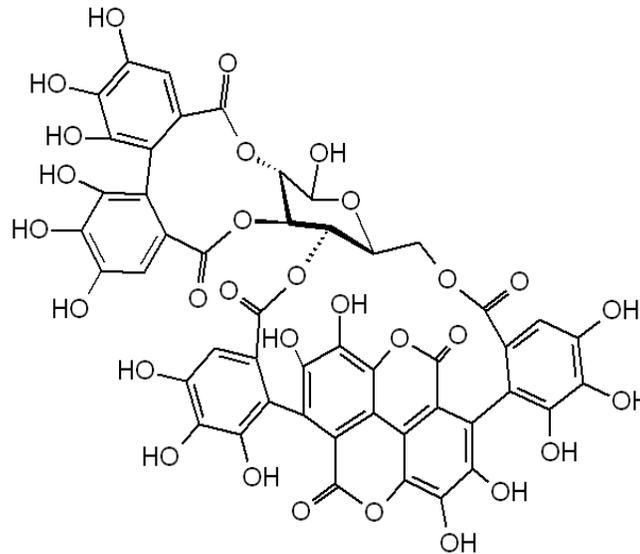


Figure 6: Structure moléculaire de punicalagine (Oudane *et al.*, 2018).

4. Intérêts et usages:

La grenade est connue pour ses vertus bénéfiques pour la santé, d'autant plus, différents avantages sociaux, économiques, écologiques et ornementales lui sont apparentés (Shakhmatov *et al.*, 2019). De surcroît, de nombreuses études se sont focalisées sur l'étude des différents domaines d'utilisation de l'écorce du fruit.

4.1. Usage thérapeutique médicinale :

La poudre d'écorce de grenade a été utilisée pour traiter les vers intestinaux, les saignements du nez (Ismail *et al.*, 2012) et pour soigner les gencives saignantes et les plaques dentaires chez les patients atteints de parodontite. De même, l'extrait liquide d'écorce utilisé en gargarisant pour soulager les maux de gorge et l'enrouement (Ismail *et al.*, 2012).

La poudre de l'écorce de grenade a également été évaluée pour le traitement de l'hyperplasie bénigne et du cancer de la prostate (Kroeger *et al.*, 2013).

4.2. Usage en teintures naturelles

Les écorces de grenade fournissent une large palette de couleurs allant du vert au noir en passant par le jaune. Ils contiennent 28% d'ellagitanins responsables de la plupart des couleurs utilisées pour colorer les tissus (<https://nutrixeal-info.fr/index/grenade/>).

4.3. Usage dans l'industrie agro-alimentaire

La richesse du fruit en polyphénols lui confère une propriété antioxydante importante. Ainsi, cette dernière sont exploitée par les industries agro-alimentaires pour l'amélioration de la stabilité des produits alimentaires, en évitant la peroxydation des graisses et des huiles (Mutahar *et al.*, 2012).



Chapitre III
Friture et oxydation des huiles

Chapitre 3 : Friture et oxydation des huiles

1. Généralités sur la friture

La friture est l'une des préparations alimentaires les plus anciennes et les plus populaires des méthodes de préparation des aliments. Les aliments frits riches en matières grasses sont très populaires auprès des consommateurs grâce à leur saveur, couleur et leur texture croustillante (Choe et Min, 2007).

La méthode de friture est le procédé dans lequel les aliments sont cuits par immersion dans de l'huile chaude à une température élevée variant de 150 à 190°C, dont l'objectif consiste à sceller toutes les saveurs et les jus à l'intérieur de l'aliment (Gimeno *et al*, 2008 ; Choe et Min, 2007). Cependant, l'utilisation répétée des huiles de friture, à des températures élevées en présence d'oxygène atmosphérique, produisent des composés indésirables qui affectent la qualité nutritionnelle des aliments, et sont à l'origine des effets néfastes sur la santé du consommateur (Tyagi, 1996).

2. Types de fritures

Quatre types de friture sont distingués

2.1. Friture plate

La friture plate correspond à la cuisson d'un aliment à la poêle avec un petit volume d'huile dans une grande surface en présence d'air. L'oxydation thermique est maximale mais l'huile n'est utilisée qu'une seule fois, exemple : la cuisson d'un steak (Fredot, 2012).

2.2. Friture profonde

La friture profonde est définie comme une cuisson par immersion dans une huile ou une matière grasse comestible à une température au-dessus du point d'ébullition de l'eau (allant de 160 à 180°C). C'est un procédé rapide de transfert simultané de chaleur et de matières. Elle reste une opération complexe à cause des deux transferts de matière de direction opposée au sein du matériau. Pour les produits à base d'amidon, l'eau et quelques solutés s'échappent du produit et l'huile entre dans l'aliment. Parfois, même de la matière grasse peut s'échapper du produit vers le bain d'huile (Courtois *et al* ; 2012).

2.3. Friture en restauration collective

La quantité d'huile placée dans la friteuse peut aller de quelques litres à une centaine de litres (friteuse en cuisine collective). Une particularité est que, bien souvent, ces huiles sont chauffées pendant plusieurs heures par jour (Fredot, 2012).

2.4. Fritures industrielles

Compte tenu du fait que les repas sont plus pris hors du foyer familial, une part grandissante des produits alimentaire est cuite, frite ou précuite dans l'industrie. Les friteuses industrielles fonctionnent dans la plupart des cas en continu. Les quantités d'huiles mises en œuvre peuvent aller jusqu'à une dizaine de tonnes. Le chauffage de l'huile est souvent réalisé de manière indirecte, en utilisant des échangeurs de chaleur avec un fluide thermique. L'installation des filtres dans le système de circulation de l'huile permettent l'élimination des débris (Karleskind, 1992).

3. Altération des huiles végétales

Les matières grasses sont instables et peuvent être dégradées, leur altération est un phénomène complexe dépendant du type de corps gras, des traitements technologiques subis mais aussi des conditions de conservation (présence d'air, lumière, catalyseurs antioxydants), et de mise en œuvre (fusion, cuisson, friture).

Les altérations subies par l'huile au cours de chauffage sont résumées dans le tableau IV.

Tableau IV: Principales voies de d'altération des huiles alimentaires (Dobarganes, 1998).

Type d'altération	Origine	Composés forms
Oxydation	Oxygène de l'air	<ul style="list-style-type: none"> • Monomères oxides • Dimères • Composés volatile
Thermique	Température du bain de friture	<ul style="list-style-type: none"> • Monomères cycliques • Dimères non polaires
Hydrolyse	Eau des aliments	<ul style="list-style-type: none"> • Acides gras libres • Di glycérides

3.1. Oxydation

C'est la principale altération des matières grasses. Elle résulte de l'action de l'oxygène sur les doubles liaisons des acides gras insaturés. Sur le plan nutritionnel, l'oxydation des huiles conduit peu à peu à une perte de leur qualité, en raison notamment de la dégradation partielle des acides gras indispensables et des vitamines E et A (Cuvelier et Maillard, 2012).

Lors d'une réaction d'oxydation, l'O₂ présent dans l'air interagit avec la double liaison de l'acide gras et forme un « radical » peroxyde ce qui provoque l'apparition d'arômes et de changements de couleur, souvent indésirables, dans les huiles de friture. Ces composés

d'oxydation indésirables dérivent des hydro peroxydes composés primaires de l'oxydation. Les réactions en chaînes responsables de leur formation sont auto-catalysées (Figure 7), car initiées par l'apparition de composés radicalaires, issus eux-mêmes de l'oxydation des triglycérides du bain (Vitrac *et al.*, 2003).

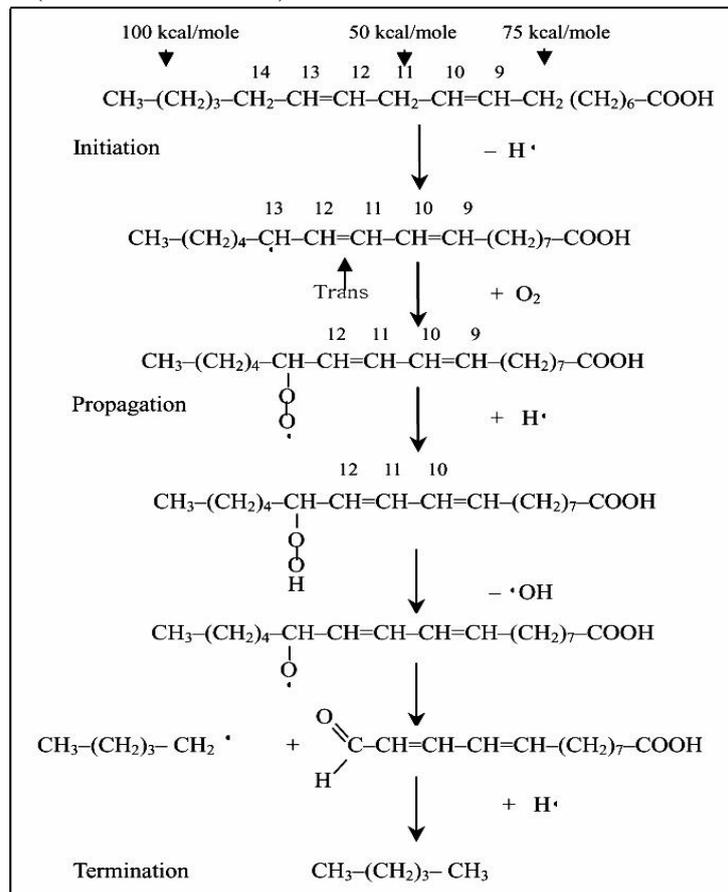


Figure 7: Les étapes de l'oxydation thermique des huiles (Choe et Min, 2007)

Les acides gras saturés ne s'oxydent qu'à une température supérieure à 60°C, tandis que les acides polyinsaturés s'oxydent même lors de l'entreposage des aliments à l'état congelé. Le principal problème posé par ces réactions réside dans la formation de composés volatils d'odeur désagréable (rancissement) et la formation des peroxydes qui sont des molécules cancérogènes (El atyqy, 2010).

3.2. Hydrolyse

Les lipides, en tant qu'esters d'AG, ils peuvent être hydrolysés en AGL, diacylglycérol et monoacylglycerol par fixation d'une, deux ou trois molécules d'eau (Prior, 2003).

On distingue:

- l'hydrolyse enzymatique par des lipases se produisant uniquement dans les huiles brutes puisque, le raffinage élimine toutes les enzymes.

- l'hydrolyse spontanée se déroulant lors du stockage et des traitements thermiques de CG d'autre part (Perrin, 1992).

3.3. Altération thermique

Le chauffage des lipides à des températures supérieures à 100 voir 150 °C, conduit à la formation de polymères, de composés cycliques ou isomérisation.

La température est l'un des principaux facteurs impliqués dans l'oxydation des lipides au cours des procédés de transformation et de conservation des aliments. Elle influence à la fois la période d'induction et la teneur en hydro peroxyde. Ainsi lorsque la température est basse ou modérée, la formation des produits d'oxydation est lente, ce qui correspond à une phase d'induction lente (Dridi, 2016).

Des études ont montré que l'élévation de la température de 100°C jusqu'à 125 °C permet de diminuer le temps d'induction d'environ 11 heures à moins de 2 heures pour l'huile de colza et de 7 heures à 1 heure pour l'huile de tournesol. Les composés d'oxydation qui apparaissent à ce stade sont principalement les hydro peroxydes et des composés volatiles mineurs, en particulier les composés carbonylés (Dridi, 2016).

4. Enrichissement d'aliments par les antioxydants

L'enrichissement vise à améliorer la stabilité oxydative des aliments, notamment des huiles de friture, via l'incorporation de composés phénoliques antioxydants.

En industrie alimentaire, les antioxydants sont utilisés pour prévenir la détérioration de la qualité des produits et maintenir leur valeur nutritive. Un antioxydant est une substance qui, lorsqu'elle se retrouve à faible concentration dans un substrat oxydable, peut retarder ou inhiber, de façon significative, l'oxydation de ce substrat (Gutteridge, 1994). Les antioxydants réagissent généralement sur les radicaux libres issus de l'initiation et la propagation et les rendent moins actifs. Leur action préventive bloque l'initiation (Figure 8), en complexant les catalyseurs et en réagissant avec l'oxygène ou en déviant de l'aliment les effets d'autres agents initiateurs (Marc *et al.*, 2004).

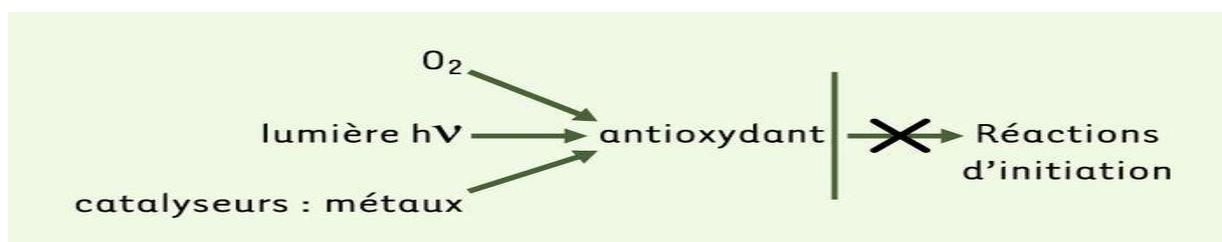


Figure 8: Action préventive des antioxydants (Marc *et al.*, 2004).

Il existe de types antioxydants utilisés en industrie :

- **Antioxydants Synthétiques**

Les antioxydants synthétiques phénoliques tels que : le butylhydroxyanisol (BHA), butylhydroxytoluène (BHT), le tert-butylhydroquinone (TBHQ), sont largement utilisés dans les industries alimentaires, et cela est dû à leur faible coût, leur disponibilité et leur efficacité à prévenir le développement d'arômes de rancidité aux conséquences technologiques très néfastes durant le stockage et la cuisson (Visioli *et al.*, 1999 ; Gharby *et al.*, 2012). Cependant, plusieurs études se basent sur la possibilité de substituer les antioxydants synthétiques par des antioxydants naturels, le recours à ces derniers s'avère être un choix pertinent comme agents de conservation à la place des conservateurs chimiques qui sont suspectés d'effets toxiques, sensibilisants, allergisants et cancérigènes (Farag *et al.*, 2003).

- **Antioxydants naturels**

Les antioxydants naturels, tel que le β -carotène (provitamines A), l'acide ascorbique (vitamine C), le tocophérol (vitamine E), le lycopène et les polyphénols des plantes, sont de plus en plus prisés pour la conservation des produits alimentaires, dû au développement d'un courant santé chez les consommateurs (Antolovich *et al.*, 2002). En effet, les polyphénols sont des composés naturels largement répandus dans le règne végétal qui ont une importance croissante notamment grâce à leurs effets bénéfiques sur la santé (Koechlin-Ramonatxo, 2006). Leur rôle d'antioxydants naturels suscite de plus en plus d'intérêt pour la prévention et le traitement du cancer, des maladies inflammatoires et cardiovasculaires (Vârban *et al.*, 2009) ils sont également utilisés comme additifs en industrie agroalimentaire, pharmaceutique et cosmétique (Suhaj, 2006).



Matériel et méthodes

Matériel et méthodes

La présente étude consiste à évaluer l'effet de l'enrichissement avec l'extrait phénolique d'écorce de grenade (EG) de l'huile de soja raffinée en suivant sa stabilité oxydative par mesure des composés polaires de l'huile de 18 fritures continues dans une poêle sans couvercle (180°C pendant 5 min de friture), dont une série sans aliment et une deuxième série avec aliment (pomme de terre).

1. Présentation du complexe CEVITAL spa. Béjaïa

1.1. Historique

Le complexe agroalimentaire CEVITAL est le plus grand complexe privé en Algérie, c'est la première société privée dans l'industrie du raffinage des huiles.

Elle est une société par action, d'un montant de 970 000 00 DA. Elle a été créée en Mai 1998 et implantée dans l'enceinte portuaire de Béjaïa qui s'étend sur une superficie de 45000m², constituée de différentes directions et services.

1.2. Activités

L'ensemble des activités de CEVITAL est concentré sur la production et le commercialisation des huiles végétales, de margarines et du sucre et se présente comme suit :

- ✓ Raffinage des huiles (1800 tonnes /jour).
- ✓ Conditionnement d'huile (1400 tonnes/ jour).
- ✓ Production de margarines (600tonnes/jour).
- ✓ Fabrication d'emballage (PET) Polyéthylène Téréphtalate (9600 unités/heure).
- ✓ Raffinage de sucre (2000 tonnes/jour et 3000 tonnes/jour).
- ✓ Stockage du sucre (120000 tonnes).
- ✓ La cogénération (une capacité de production arrive jusqu'à 64 MW).
- ✓ Minoterie et savonnerie en cours d'étude

1.3. Mission et Objectifs

L'entreprise a pour mission principale de développer la production et d'assurer la qualité et le conditionnement des huiles, des margarines et du sucre à des prix nettement plus compétitifs et cela dans le but de satisfaire le client et le fidéliser. Les objectifs visés par

CEVITAL peuvent se présenter comme suit :

- ✓ L'extension de ses produits sur tout le territoire national.
- ✓ L'importation des graines oléagineuses pour l'extraction directe des huiles brutes.
- ✓ L'optimisation de ses offres d'emploi sur le marché du travail.
- ✓ L'encouragement des agriculteurs par des aides financières pour la production locale des graines oléagineuses.

1.4. Différentes huiles brutes traitées par CEVITAL

Les huiles fluides	Les huiles hydrogénées
<p>Nécessitent un raffinage physique et chimique (soja, Tournesol, colza, maïs) :</p> <ul style="list-style-type: none"> • Fleurial: 100% tournesol enrichie en vitamines A et D3 (mémoire PET) • Oléol : 100% tournesol • Soya : 100% soja Canola : 100% colza • Elio : Mélange de soja et tournesol • Elio 2 : Mélange d'huile • Elio 3 : 55% tournesol, 40% soja et 5% olive • Olivia : 100% huile d'olive • Fridor : 100% tournesol 	<p>Subissent uniquement un raffinage physique :</p> <ul style="list-style-type: none"> • HBO : Hydrogen Bean Oil (Huile de soja hydrogénée); • HPO : Hydrogen Palm Oil (Huile de palme hydrogénée); • CPO : Crude Palm Oil (Huile brute de palme); • ODF : Oleïne Doublement Fractionnée; • STEARINE : Huile destinée à la production de la margarine, provenant du fractionnement de l'huile de palme par cristallisation à sec à 28°C.



Figure 9: Huile de soja raffinée (CEVITAL)

L'huile de soja raffinée (Figure 9) utilisée dans le présent travail est une huile produite par la raffinerie « CEVITAL spa », elle est connue et largement utilisée en raison de sa disponibilité et de son goût apprécié.

L'huile utilisée (figure 9) présente les caractéristiques suivantes:

Huile de soja	100% végétale ;
Utilisation	Assaisonnement, cuire et friture ; Sans cholestérol
Température maximum conseillée	180°C
Stockage	à l'abri de la lumière et source de chaleur
Certification	Produit certifié ISO 22000 par le Bureau VIRITAS Certification.
Fabriquée par	spa Cévital Béjaia, Algérie
Date de réception	14/04/2022
Date de production	14/04/2022
Date d'analyse	17/04/2022

2. Préparation du matériel végétal

Les échantillons d'écorce de grenade achetés au niveau du marché local ont été séchés à l'étuve (40°C pendant quelques jours jusqu'à stabilité du poids), broyés avec un broyeur électrique. La poudre ainsi obtenue a été tamisée à l'aide d'un tamiseur (diamètre $\leq 250 \mu\text{m}$), pour obtenir une poudre homogène et a été conservée à température ambiante à l'abri de la lumière et de l'humidité dans des flacons en verre (Figure 10).

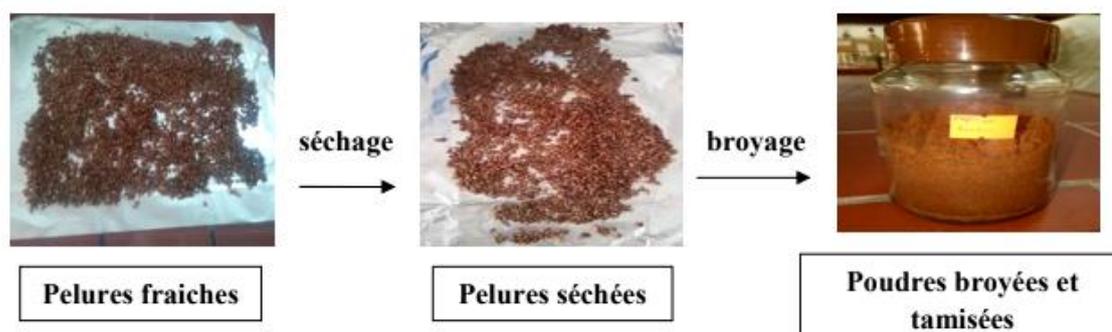


Figure 10: Pelures d'écorce de grenade.

3. Extraction des composés phénoliques de l'EG

L'extraction des composés phénoliques est réalisée selon la méthode décrite par (Chougui *et al.*, 2014). Une quantité de 10g de poudre a été laissée macérer dans 100 ml d'éthanol-eau (70% - 30%) pendant 2h à température ambiante. Après agitation le mélange a été filtré à l'aide d'un papier filtre, les résidus de poudres ont fait l'objet d'une deuxième et troisième extraction avec 50 ml éthanol-eau et agité pendant 1h. Le solvant a été évaporé à l'aide d'un évaporateur rotatif et l'extrait sec a été lyophilisé et conservé à 4°C en attendant les analyses (Figure 11).

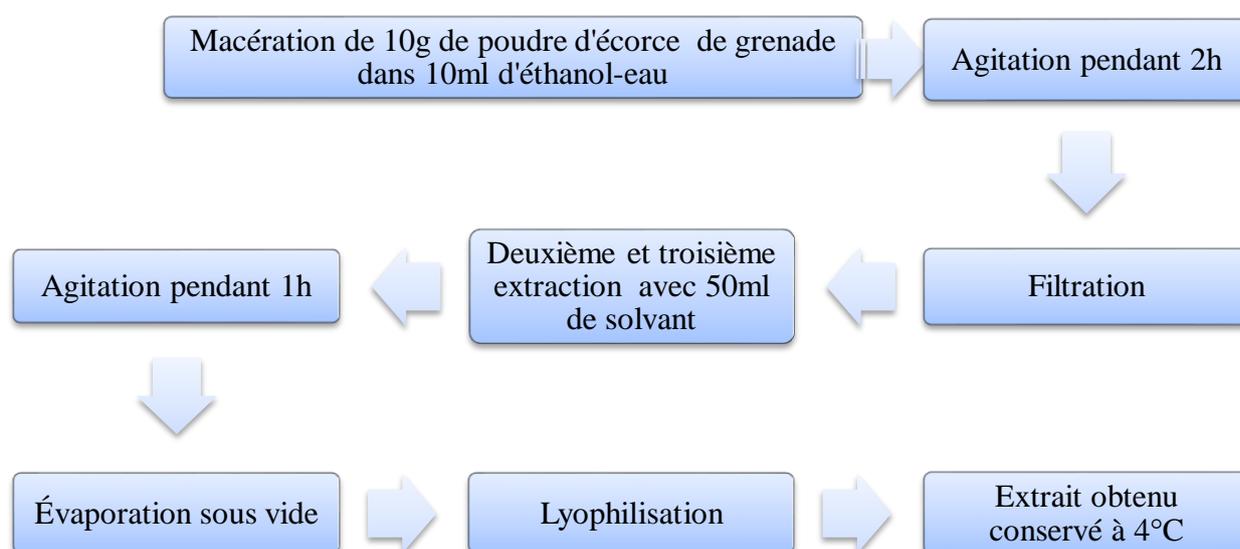
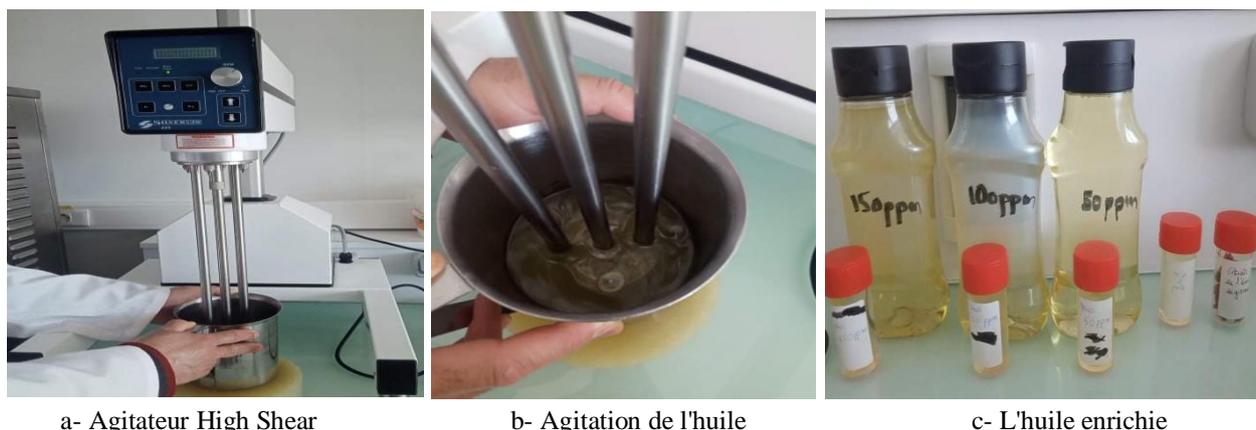


Figure 11: Schéma représentatif des étapes d'extraction des composés phénoliques de l'EG

4. Enrichissement de l'huile de soja par l'extrait d'EG

Trois différentes concentrations de l'extrait d'EG ont été utilisées pour l'enrichissement de l'huile de soja raffinée : ($C_1 = 50$ ppm ; $C_2 = 100$ ppm ; $C_3 = 150$ ppm).

Les échantillons d'huile enrichie ont été ensuite agités à une vitesse $v = 3660$ tr/min pendant 5 min dans un agitateur à haut cisaillement pour une bonne dissolution de l'extrait dans l'huile (Figure 12).



a- Agitateur High Shear

b- Agitation de l'huile

c- L'huile enrichie

Figure 12: Photographies représentatives de l'enrichissement et l'agitation de l'huile avec l'agitateur High Shear

5. Caractérisation de l'extrait d'EG

5.1 Dosage des composés phénoliques totaux de l'EG

Le dosage des composés phénoliques totaux a été réalisé par la méthode colorimétrique au réactif de Folin Ciocalteu décrite par (Li *et al.*, 2006).

✓ Principe

Le réactif est constitué par un mélange d'acide phosphotungstique (H₃PW₁₂O₄₀). Il est réduit, lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxydes bleus de tungstène et de molybdène (Ribereau- Gayon, 1968). La coloration produite, dont l'absorption maximum est comprise entre 725 et 760 nm, est proportionnelle à la quantité de polyphénols présents dans les extraits végétaux. (Boizot et Charpentier, 2006).

✓ Mode opératoire

Le protocole adopté est celui de Li *et al.* (2006), un volume de 0,5 ml de l'extrait d'EG a été mélangé à 2,5 ml de réactif Folin Ciocalteu (1/10). Après 2 min à l'obscurité, 2 ml de carbonate de sodium (Na₂CO₃) (75 g/L) ont été ajoutées. Le mélange réactionnel a été incubé dans un bain marie à 50°C pendant 15 min, après refroidissement l'absorbance a été mesurée à 760 nm. Les polyphénols totaux ont été quantifiés en se référant à une courbe d'étalonnage réalisée avec l'acide gallique représentée en annexe, les résultats sont exprimés en équivalent acide gallique par 100 gramme de poudre sèche (mg EAG/100g PS).

5.2. Activité anti radicalaire au DPPH de l'extrait d'EG

✓ Principe

Le diphenyle picryl-hydrazyle (DPPH[•]), un radical libre stable, violet en solution et présentant une absorbance caractéristique à 517nm. La couleur violette disparaît rapidement lorsque le DPPH[•] est réduit en diphenyle picrylhydrazine (DPPH-H) par un composé à propriété anti radicalaire (AH)_n (Figure 13), entraînant ainsi une décoloration, (l'intensité de la coloration est inversement proportionnelle à la capacité des antioxydants présents dans le milieu à donner des protons) (Sanchez-Moreno, 2002). La réaction est résumée de la manière suivante :

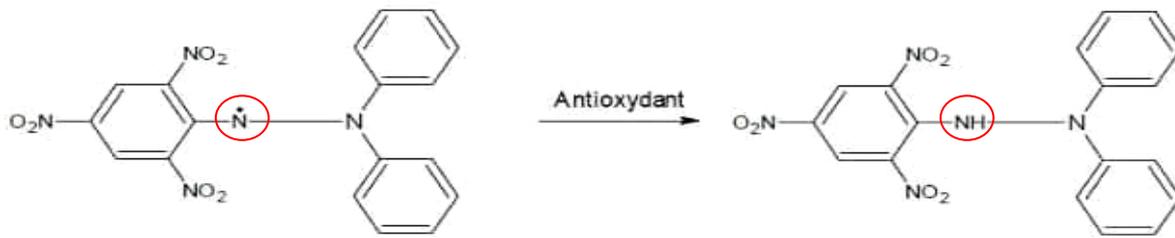
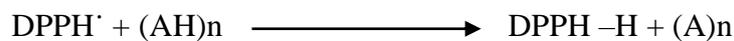


Figure 13: Réduction du radical libre DPPH[•]

✓ Mode opératoire

Le test a été réalisé en suivant la méthode décrite par Sahin *et al.* (2004). un volume de 2,9 ml de la solution méthanolique du radical DPPH[•] et 100 µl d'extrait d'EG ont été ajoutées à différentes concentrations pour déterminer la concentration inhibitrice 50 (IC₅₀), le mélange a été incubé pendant 30min à l'obscurité et l'absorbance a été mesurée à 515nm.

Le pourcentage d'inhibition du radical DPPH[•] se calcule selon la formule suivante :

$$\% \text{ d'inhibition} = [(\text{Abs}_c - \text{Abs}_e) / \text{Abs}_c] * 100$$

Abs_c : absorbance du control ;

Abs_e : absorbance de l'échantillon.

6. Activité anti radicalaire au DPPH[•] de l'huile enrichie

L'activité antioxydant de l'huile de soja enrichie a été évaluée par le test de réduction du radical DPPH[•] selon le protocole décrit par Salta *et al.* (2010).

✓ Mode opératoire

Dans de petites fioles de 10 ml des quantités variables allant de 0,1g à 0,6g de l'huile de soja enrichie et de l'huile de soja non enrichi (utilisée comme témoin) ont été pesées et additionnées de chloroforme pour obtenir différentes concentrations.

Un volume de 1 ml de la solution d'huile a été ajouté à 4 ml de la solution de DPPH' (DPPH' dans le chloroforme $6 \cdot 10^{-5} M$). Après incubation pendant 30 min à l'obscurité, l'absorbance a été mesurée à 517 nm. Les pourcentages d'inhibition ont été calculés et les IC_{50} ont été déterminées graphiquement.

7. Test de stabilité oxydative « Rancimat »

✓ Principe

Le Rancimat est une technique d'oxydation accélérée des huiles par augmentation de la température. L'appareil utilisé (Figure 14) est équipé d'un bloc chauffant qui permet l'oxydation des échantillons d'huile en produisant des composés volatils qui sont entraînés par un flux d'air jusqu'à une cellule de mesure de conductimétrie remplie d'eau ultra pure. Une électrode de conductimétrie plongée dans cette cellule permet alors de suivre les variations de la conductivité en temps réel (Figure 15).

L'ISO 6886 (2006), définit la période d'induction et la stabilité à l'oxydation comme suit:

La période d'induction : c'est le temps écoulé entre le début de mesure et le moment où la formation de produits d'oxydation commence à augmenter rapidement.

La stabilité à l'oxydation : c'est une période d'induction, exprimée en heures

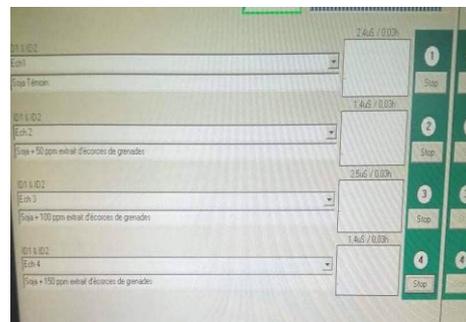
L'altération des huiles à 200°C entre dans la zone des points de fumée de ces huiles pour cette raison la température des fritures ne doit pas dépassée les 180°C et ne doit pas être inférieure à 160°C.



a- Appareillage Rancimat 743, Metrohm, Suisse



b- Tubes de réaction



c- Lancement du test Rancimat

Figure 14: Photographies représentatives du test de Rancimat

✓ Mode opératoire

Après la préparation de l'appareillage (Rancimat 743, Metrohm, Suisse) en procédant aux réglages du bloc chauffant (98°C) et du débit d'air (10 litres/heure), les cellules de mesure ont été remplies avec un volume de 60 ml d'eau distillée ou déminéralisée, en parallèle, une masse de 3 g de chaque concentration de l'huile enrichie précédemment préparée et de l'huile témoin a été introduite dans les flacons d'oxydation à l'air munis de leurs couvercles hermétiques. Les flacons ont été ensuite introduits chacun dans son trou du bloc chauffant et le test de stabilité à l'oxydation a été lancé.

Pour l'expression des résultats, l'appareil permet un calcul automatique de la période d'induction, tout en utilisant le maximum de la seconde dérivée de la courbe. La stabilité à l'oxydation est exprimée en heures.

Le dosage montrant la meilleure stabilité (temps d'induction plus important) sera pris en considération pour réaliser les tests de friture.

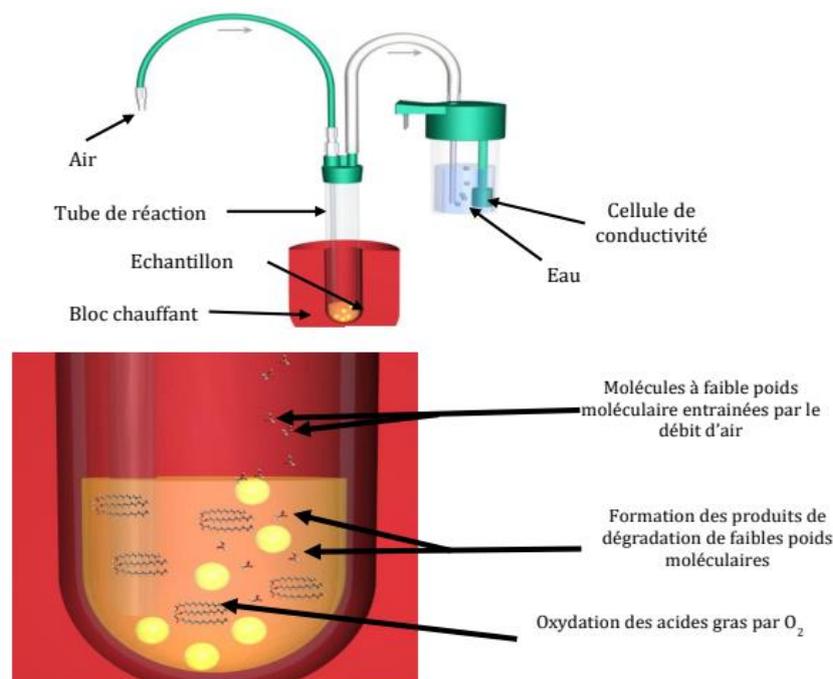


Figure 15: Schéma représentatif de la technique Rancimat (Dagmey, 2020).

8. Procédure de friture

8.1. La première friture sans frites

Un volume d'un litre de l'huile enrichie a été chauffé dans une poêle à une température de 180°C, pendant 5 minutes pour chaque friture. Une fois chauffé, des quantités de l'huile ont été prélevées dans des flacons opaques. Les prélèvements ont été fait à la : 1^{ère}, 5^{ème},

10^{ème}, 15^{ème}, 16^{ème}, 17^{ème} et 18^{ème} friture. Ensuite les échantillons ont été conservés à l'obscurité et au froid dans l'attente des analyses.

8.2. La deuxième friture avec frites

Les fritures ont été réalisées avec de la pomme de terre pour les raisons suivantes :

- Grande utilisation domestique et collective ;
- Composition simple, riche en Glucides (majoritairement en Amidon) et faible teneur en protéines et lipides.

Les pommes de terre ont été nettoyées, épluchées, lavées et découpées en formes semblables, séchées avec du papier absorbant (Figure 16) et pesées avant de les frire.

Le rapport quantité de pomme de terre/volume d'huile est de 100g/L

1 litre de l'huile \longrightarrow 100g de pomme de terre

Les essais de fritures ont été réalisés dans une poêle (Figure 16) de capacité de 1 litre d'huile, munie d'une minuterie.



Figure 16: Photographies représentatives de la poêle de friture et des frites découpées

Les fritures répétées ont été réalisées en continue sans ajout d'huile fraîche au bain ; la quantité de frites introduite dans le bain a été réduite graduellement le long des cycles de fritures pour maintenir constant le rapport poids de frites / volume d'huile de bain (1/10) (Tableau V).

Afin de mesurer le degré d'altération de l'huile étudiée. Après chaque cycle de friture, une quantité d'huile a été prélevée après homogénéisations de bain de friture. Puis l'huile a été transvasée dans un bocal en verre transparent, bien fermé recouvert d'un papier aluminium à l'abri de la lumière et de l'air, refroidie à température ambiante. Ensuite, entreposée au réfrigérateur 4°C.

Les conditions expérimentales fixées sont illustrée dans le tableau VI.

Tableau V: Rapport quantité de pomme de terre sur volume d'huile de bain.

Nombre de fritures	Volume de l'huile en ml	Quantité de pomme de terre en g dans chaque bain
1	1000	100
2	870	87
3	825	82,5
4	810	81
5	805	80,5
6	800	80
7	790	79
8	780	78
9	770	77
10	760	76
11	750	75
12	740	74
13	730	73
14	720	72
15	72,6	726
16	658	65,8

Tableau VI: Conditions expérimentales des essais de fritures.

Type de friture	Friture continue
Nombre de fritures	18
Température	180 °C
Durée de friture	5 minutes
Rapport pomme de terre/huile	100g/l
Forme des tranches de pomme de terre	Bâtonnets
Volume de l'huile utilisé	1 litre

9. Lovibond (test de la couleur)

La mesure de la couleur de l'huile a été faite par l'utilisation d'un colorimètre Lovibond (ISO 15305 Première édition 1998-09-15) (Figure 17) qui est composé de deux séries de verres de couleur jaune et rouge

✓ Principe

Il consiste à comparer la couleur de la lumière transmise à travers l'huile dans une cuve à face parallèle, à la lumière provenant toujours de la même source transmise à travers des lames colorées standardisées. A l'aide d'une monoculaire les verres et l'échantillon sont éclairés par la réflexion sur un bloc de carbonate de magnésium d'une lampe de 6W.

✓ Mode opératoire

L'échantillon à analyser a été versé dans une cellule de (5 pouces et 1/4) puis la couleur a été déterminée en faisant la comparaison avec les lames de la cellule standard. Les valeurs de la couleur sont données comme suit : XJ, Y R.

Où : J : la couleur jaune; R : la couleur rouge ; X, Y : les valeurs déterminées par Lovibond.



a- Colorimètre Lovibond

b- Cellule de 5 pouces et 1/4

c- Lames colorées

Figure 17: Photographies représentatives de test de détermination de la couleur

10. Analyse des composés polaires

Le pourcentage des composés polaires (CPT) est défini comme étant le pourcentage en poids de composés d'altération néoformés au cours du chauffage des huiles de friture, et sont représentés principalement par les monomères de triacylglycérols oxydés et des polymères de triacylglycérols. Ces produits, souvent toxiques, affectent l'état nutritionnel du consommateur (Guillen et Uriarte, 2011).

✓ **Principe**

Le pourcentage en CPT a été mesuré à l'aide d'un testeur appelé OPTIFRY MIROIL (ISO 6886) (Figure 18) par lecture directe sur l'écran de ce dernier. Ce testeur doit être nettoyé après la dernière mesure de la journée et doit être sec au moment de l'emploi et doit aussi être étalonné à chaque nouvelle huile.



Figure 18: Photographie représentative de l'appareil « OPTIFRY MIROIL »



*Résultats et
discussion*

Résultats et discussion

1. Enrichissement de l'huile de soja par l'extrait d'EG

Après la dissolution d'EG dans l'huile de soja pure à l'aide d'un agitateur High Shear, des particules solides à une densité élevée ont été observées au fond de l'huile enrichie (Figure 19). Ces particules représentent des composés insolubles dans l'huile, cela indique que l'EG est brut, il renferme en plus de composés phénoliques liposoluble d'autre composés non lipophiles.



Figure 19: Photographie représentative des particules lipophiles de l'extrait d'écorce.

2. Caractérisation de l'extrait d'écorce de grenade

2.1. Composés phénoliques totaux et l'activité antiradicalaire au DPPH' de l'extrait d'EG

Les résultats de dosage des composés phénoliques totaux de l'extrait d'EG et l'évaluation de son activité anti radicalaire au DPPH' sont représentés dans le tableau VII:

Tableau VII: composés phénoliques totaux de l'extrait d'EG et activité anti radicalaire au DPPH'

Teneur en polyhénols totaux	g équivalent acide gallique
	22,103 g EAG/100g PS
Activité antiradicalaire de l'extrait de grenade (DPPH')	IC₅₀ (µg d'extrait/ml de DPPH')
	0,09 µg/ml

L'analyse quantitative des polyhénols totaux de l'extrait d'EG a révélé une teneur de 22,103g EAG/100g PS. La valeur enregistrée est relativement proche de celle notée par Ben Nasr *et al.* (1996) dans leur étude portée sur l'extrait d'EG tunisienne de la variété *tunisien chelfi* avec une teneur de 21,690 g EAG/100g PS.

Selon Villaño *et al.* (2007) la valeur d'IC₅₀ est liée à la capacité antioxydante d'un composé, plus IC₅₀ est faible plus l'activité antioxydante de celui-ci est élevée, ce qui révèle une très bonne activité antioxydante de l'extrait d'EG étudié avec un IC₅₀ de 0,09 µg/ml, contrairement à Sharayei *et al.* (2019) qui ont noté une activité antiradicalaire sur DPPH[•] et FRAP de 0.51 mg/ml pour un extrait aqueux d'EG de la variété *SisheKape-Ferdos* obtenu par la méthode d'extraction assistée par ultrasons. Cette différence enregistrée peut être attribuée à la variété, radicaux et la méthode utilisés par Sharayei *et al.* (2019).

3. Activité antiradicalaire au DPPH[•] de l'huile enrichie

Le tableau VIII représente les résultats de l'activité antiradicalaire de l'huile enrichie à différentes concentrations, et de l'huile témoin.

Tableau VIII: Activité antiradicalaire de l'huile sur DPPH

Activité antiradicalaire de l'huile sur DPPH [•]	IC ₅₀ (µg d'huile/ml de DPPH [•])	
		Témoin
	50ppm	22,36 µg/ml
	100ppm	18,33 µg/ml
	150ppm	21,98 µg/ml

Les résultats montrent que les trois échantillons de l'huile enrichie à : 50ppm, 100ppm et 150 ppm par l'extrait d'EG ont marqué des IC₅₀ inférieurs à celui de l'huile témoin (30,433 µg/ml) ce qui témoigne de la valeur de l'enrichissement de l'huile par l'extrait d'EG doué d'une très bonne capacité antiradicalaire. Cependant l'huile enrichie à 100ppm présente la meilleure activité antiradicalaire avec un IC₅₀ de 18,33µg/ml

Chatterjee et Bhattacharjee, (2013) ont noté une meilleure stabilité dans l'huile de soja (non chauffée) enrichie avec l'extrait de Giroflier, avec un IC₅₀ de 0,085 µg/ml contre une huile témoin qui a enregistré un IC₅₀ de 0,301 µg/ml.

4. Test de stabilité oxydative « Rancimat »

Les temps d'inductions obtenus par le test au Rancimat de l'échantillon de l'huile de soja incorporée avec l'extrait phénolique d'EG sont représentés dans la figure 20:

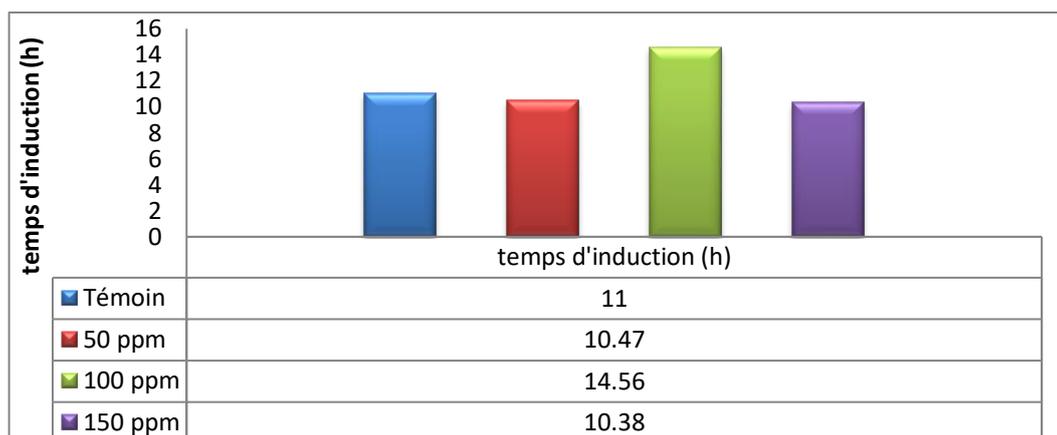


Figure 20 : Temps d'inductions par test de Rancimat

L'oxydation des huiles est en relation avec leurs compositions en acides gras. Le test au Rancimat a révélé une période d'induction de 11 heures pour l'huile de soja témoin. Selon Durand *et al.* (1979) l'huile de soja est riche en AGPI ce qui explique son instabilité au test de rancimat (temps d'induction de 11heure).

Selon Raczyk *et al.* (2016) l'huile de cameline (teneur en AGPI n-3 entre 57,10% et 57,95%) est plus résistante à l'oxydation que l'huile de lin (teneur en AGPI n-3 entre 65,26% et 76,35%). De même, Pardaul *et al.* (2011) notent que l'huile de grenadille (82,76% d'AGPI) et des graines d'hévéa (88,91% d'AGPI) ont enregistré des temps d'induction respectivement de 116.28 min et 106.25min plus courts que celui enregistré par l'huile de buriti (67,16% d'AGPI) avec un temps d'induction de 778.86 min.

L'huile soja enrichie avec l'extrait d'EG à 100 ppm a donné un meilleur temps d'induction de 14,56 heures par rapport à l'huile enrichi à 50 et 150 ppm.

Selon Bouaziz *et al.* (2008), huile d'olive raffinée enrichie avec l'extrait phénolique de feuilles d'olivier à 400 ppm, a donné un gain de 46,9% du temps d'induction par rapport à l'huile témoin (non enrichie). Ce dernier est supérieur au gain précédemment obtenu par l'huile de soja enrichie à 100ppm d'EG qui est de 32,36% de plus que l'huile témoin.

5. Aspect des bains de fritures avec aliment et sans aliment

Le degré d'altération de l'huile de fritures (avec et sans aliment), a été testé par des tests sensoriels (couleur de bain, odeur, formation de fumée, de mousse) des bains de friture, les résultats observés sont notés dans le tableau IX.

Selon Grandgirard (1992), l'altération des huiles au cours des fritures répétées manifeste par la détérioration de leur qualité organoleptique, telles que la couleur, l'odeur, la mousse, etc.

Tableau IX: Tests sensoriels de l'huile enrichie lors de la friture sans aliment et avec aliment

Observation notées lors des fritures	Friture sans aliment			Friture avec aliment				
	Couleur de bain	L'odeur	Fumée Mousse	Couleur de bain	Couleur de frite	L'odeur	Fumées	Mousse
1	Clair	neutre	-	Clair	Dorée	Caractéristique	-	-
5	Clair	Neutre	-	Clair	Dorée	Caractéristique	-	-
10	Clair	Neutre	-	Clair	Dorée	Caractéristique	+	-
15	Clair	Note prononcé	-	Légèrement brune	Dorée	Légèrement Piquant	+	-
16	Clair	Note prononcé	-	Légèrement brune	Dorée	Légèrement Piquant	++	+
17	Clair	Note prononcé+	-	Légèrement brune	Dorée	Légèrement Piquante	++	+
18	Clair	Note prononcé ++	-	Légèrement brune	Dorée	Légèrement Piquant	++	+

(-)Absence (+) Présence (++) intense

Les résultats des observations notées (tableau IX) montrent une stabilité de l'huile enrichie à extrait de l'EG jusqu'à la 10^{ème} fritures avec et sans aliments pour les critères de couleur de bain, d'odeur et de mousse. Toutefois une fumée a été observée à la dixième friture avec aliment. Cette fumée est généralement à l'origine des composés volatils (aldéhydes, hydrocarbures) issus de la catalyse thermique des hydro peroxydes formés durant l'oxydation des acides gras insaturés et polyinsaturés (Combe et Rossignol, 2010).

La couleur de bain de friture est devenue légèrement brune à partir de la 15^{ème} friture avec aliment et reste toujours claire pour les fritures sans aliment. En revanche, durant tout le processus de friture, aucune altération de couleur de frites n'a été perçue.

L'odeur émanant des bains a changé et devenue légèrement piquante de la 15^{ème} à la 18^{ème} friture avec aliment, par contre une note prononcée a été perçue et devenue plus intense au fur et à mesure de la 15^{ème} à la 18^{ème} friture sans aliment.

Durant les fritures avec aliment, une formation de mousse a été enregistrée à partir de la 16^{ème} friture. Selon Gertz (2008), l'apparition d'une mousse constitue un signe d'altération avancée de l'huile. Par ailleurs, durant les 18 cycles de fritures sans frites aucune formation de mousse persistant n'a été marquée.

6. Lovibond (test de la couleur)

Les critères organoleptiques varient d'une huile à une autre. En effet chaque huile présente des caractères qui lui sont propres, La couleur d'une huile végétale est un paramètre très important pour la détermination de sa qualité. Ces couleurs indiquent la présence des pigments colorés (caroténoïdes, xanthophylles...) (Minguez-Mosquera *et al.*, 1991).

Les résultats de test de Lovibond utilisé pour l'évaluation de la couleur de l'huile, sont exprimés en unité de jaune et rouge (J : jaune, R : rouge) nécessaire pour l'obtention de la couleur adéquate des échantillons de l'huile analysée (tableau X).

Tableau X: Résultats de test Lovibond

	Huile témoin				Huile enrichie				Norme
	Sans aliment		Avec aliment		Sans aliment		Avec aliment		
Test de couleur	Unité								J : 16 R : 2
	J	R	J	R	J	R	J	R	
0(avant friture)	10	1	10	1	10	1	10	1	
1 ^{ère} Friture	11,3	1	11,5	1,6	11	1	11	1,4	
5 ^{ème} Friture	12	1,2	12,3	1,6	12	1,1	12,1	1,6	
10 ^{ème} Friture	12,5	1,3	13,2	1,8	12,3	1,2	13	2	
15 ^{ème} Friture	13,1	1,4	14,1	2,4	13	1,3	13,8	2,4	
16 ^{ème} Friture	13,3	1,6	14,4	2,7	13	1,3	14,1	2,6	
17 ^{ème} Friture	13,5	1,6	14,8	3	13,1	1,4	14,4	2,7	
18 ^{ème} Friture	13,7	1,7	15,2	3,3	13,4	1,4	14,7	2,9	

L'huile non enrichie marque une valeur de J=10, R=1, ces valeurs sont conformes à la norme de l'entreprise (J=16, R=2) expliquant ainsi le bon déroulement de raffinage.

Les résultats obtenus montrent que le nombre d'unités rouges et jaunes augmentent en fonction des fritures. La couleur de l'huile témoin et l'huile enrichie reste conforme à la norme pour l'ensemble des fritures sans et avec aliment pour la couleur jaune. Tandis que pour l'huile témoin et l'huile enrichie durant les fritures avec aliment, le nombre d'unités rouges est supérieur à la norme à partir de la 15^{ème} à la 18^{ème} friture.

La couleur change en générale au cours des fritures et elle est très influencée par la nature de l'aliment à frire (Perrin, 1992). Cette augmentation pourrait être expliquée par la présence de polymères thermo-oxydés (Metlon *et al.*, 1994). Qui résultent de brunissement de l'huile de friture et aussi la dégradation des substances colorantes naturellement présentes dans l'huile.

7. Composés polaires

De nombreux facteurs affectent la stabilité d'une huile utilisée pour la friture. Le croustillant et le goût des frites sont le résultat d'une variété de réactions chimiques et physiques qui se produisent tout au long de la friture. Parmi ces réactions certaines sont hydrolytiques, et conduisent au contact de la vapeur d'eau, à la formation des acides libres, monoglycérides, diglycérides et de glycérol, qui sont des composés polaires indésirables issus de l'oxydation des acides gras. Ce phénomène est particulièrement marqué dans les bains de pré-cuisson de pommes frites où l'apport en eau est important. Ces composés sont très sensibles aux réactions de polymérisation et d'oxydation (Combe et Rossignol, 2010).

Afin de vérifier la résistance à l'oxydation des l'huiles (témoin et enrichie) durant les fritures, l'altération des huiles de bain de friture a été suivie par le dosage des composés polaires (Figure 21, a et b ; Tableau XI) présents dans huit échantillons (1^{ère}, 5^{ème}, 10^{ème}, 15^{ème}, 16^{ème}, 17^{ème} et 18^{ème} friture) pour chaque série de friture sans et avec aliment.

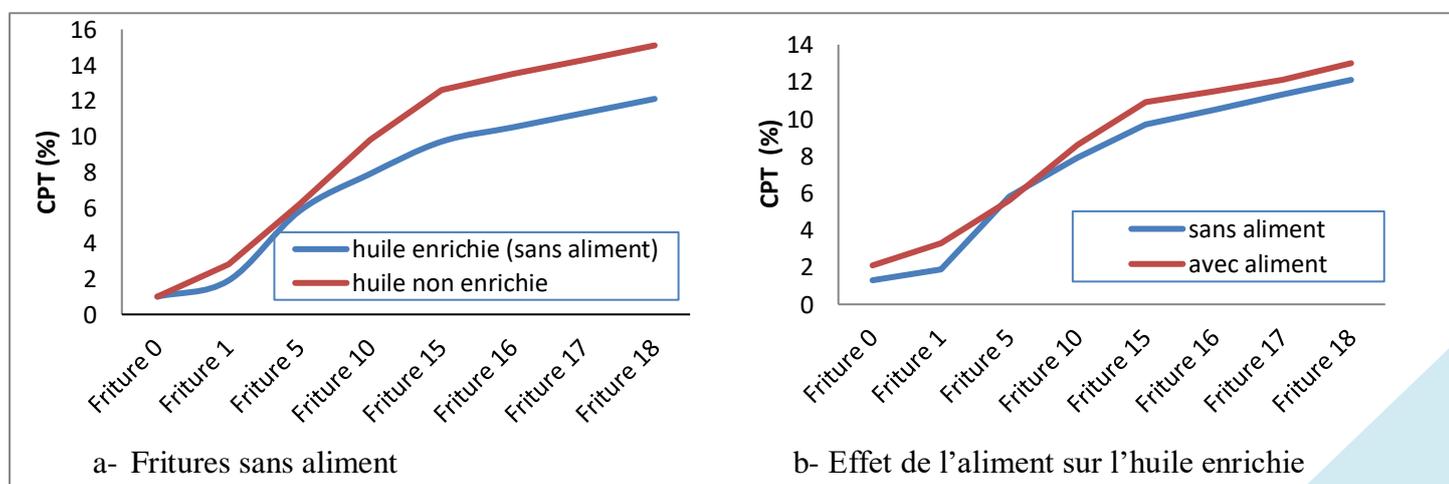


Figure 21 : CPT des huiles de friture (témoin et enrichie)

Tableau XI : CPT de l'huile de friture soja enrichie (sans est avec aliment) et témoin.

Test de composés polaires	Huile témoin	Huile enrichie		Norme ISO 6886
		Sans aliment	Avec aliment	
	Unité: %			≤ 25%
0(avant friture)	0	1.3	2.1	
1 ^{ère} friture	2.8	1.9	3.3	
5 ^{ème} friture	6.2	5.8	5.6	
10 ^{ème} friture	9.8	7.9	8.6	
15 ^{ème} friture	12.6	9.7	10.9	
16 ^{ème} friture	13.5	10.5	11.5	
17 ^{ème} friture	14.3	11.3	12.1	
18 ^{ème} friture	15.1	12.1	13	

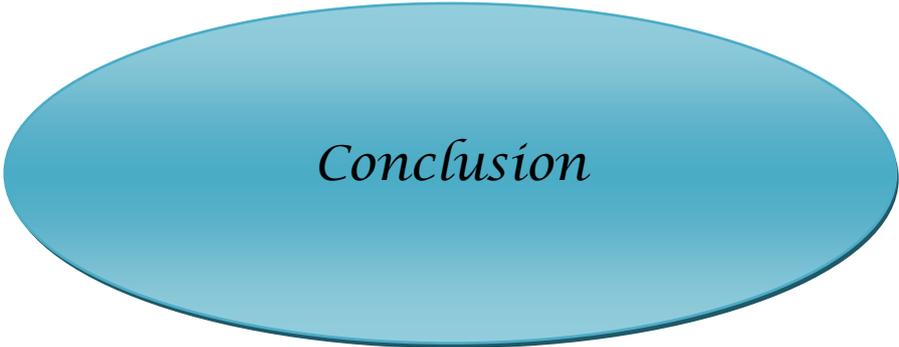
Les teneurs en CPT présents dans l'huile de soja (témoin et enrichie) augmentent en fonction des fritures, pour atteindre à la 18^{ème} friture un taux de 15% pour l'huile témoin et des taux de 12.1%, 13% pour l'huile de friture sans aliment (huile enrichie) et pour l'huile de friture avec aliment (huile enrichie) respectivement. Ces valeurs restent conformes à la norme ($\leq 25\%$) durant toute la série de friture (avec et sans aliment).

Selon la législation de différents pays, une huile contenant entre 24% et 30% de composés polaires est impropre à la consommation, elle est d'odeur désagréable, altère le bon goût des aliments, devient indigeste et doit être remplacée. Au-delà de 30%, l'huile devient cancérigène (Delagoutte, 2007, Rossell., 2001).

Durant la friture avec aliment l'eau libérée par les aliments, réagit avec les constituants de l'huile et libère des composés polaires plus susceptibles à l'oxydation et à la détérioration thermique induisant leur accumulation dans les bains de friture (Varela *et al.*, 1988).

Selon les résultats obtenus par Kalantzakis et Blekas (2006), les teneurs en CPT sont plus élevées dans l'huile d'olive témoin et augmentent en fonction de temps de friture pour atteindre un pourcentage de 28,9% après 10 heures de friture. Par contre un pourcentage de 27,2% a été enregistré pour l'huile d'olive raffinée enrichie avec l'extrait de *Salvia fruticosa* pour la même durée de friture (10h).

Les polyphénols jouent un rôle important dans l'activité antioxydante de l'huile comme piègeur de l'oxygène actif (Chimi *et al.*, 1990). Grâce à la stabilité apportée par leur cycle aromatique, les polyphénols bloquent les radicaux lipidiques par transfert d'un proton H^+ sur ces derniers, ainsi, ils les rendent moins actifs, ce qui diminue la propagation de la réaction d'oxydation (Cuvelier et Maillard, 2012). Ceci pourrait expliquer les résultats enregistrés dans la présente étude où il a été observé que la présence de l'extrait phénolique d'EG a amélioré la stabilité oxydative de l'huile de soja après plusieurs fritures en prolongeant ainsi sa durée de vie.



Conclusion

Conclusion

L'objectif principal de cette étude porte sur l'évaluation de l'effet de l'enrichissement de l'huile de soja raffinée avec l'extrait phénolique d'EG en suivant sa stabilité oxydative par mesure des CPT de l'huile des baigns de 18 fritures répétées dans une poêle sans couvercle (180°C pendant 5 min de friture), dont une série sans aliment et une deuxième série avec aliment (pomme de terre).

L'extrait phénolique d'EG a révélé une teneur en polyphénols de 22,103g EAG/100g PS, et une activité antiradicalaire au DPPH de 0,09 µg /ml. L'huile de soja a marqué une bonne capacité antiradicalaire évaluée à 18,33µg/ml. Cependant l'huile enrichie à 100ppm d'EG présente une meilleure activité antiradicalaire avec un IC₅₀ de 18,33 µg/ml et une bonne stabilité (test de Rancimat) avec un temps d'induction de 14,56h.

L'étude de degré d'altération de l'huile enrichie au cours des fritures continues (avec et sans aliment) par le test de qualité organoleptique (couleur de bain, odeur, formation de fumée, de mousse) des baigns de friture ainsi que par le test de Lovibond, révèle des résultats conformes aux normes de CEVITAL et aux normes internationales.

L'huile de soja enrichie à l'extrait d'EG montre des teneurs en CPT estimées à (1,9% ; 5,8% ; 7,9% ; 9,7% ; 10,5% ; 11,3% ; 12,1%) respectivement pour la : 1^{ère}, 5^{ème}, 10^{ème}, 15^{ème}, 16^{ème}, 17^{ème} et 18^{ème} friture sans aliment et des teneurs de (3,3% ; 5,6% ; 8,6% ; 10,9% ; 11,5% ; 12,1% ; 13%) pour la série de fritures avec aliment. Ces résultats restent conformes durant toute la série de friture (avec et sans aliment).

Les résultats obtenus dans cette étude montrent l'intérêt de l'incorporation l'extrait d'EG dans l'huile de soja en révélant une diminution importante en CPT dans les baigns de friture de l'huile enrichie par rapport à l'huile de soja non enrichie (témoin), et ceci à travers l'inhibition de la réaction d'oxydation par les antioxydants naturellement présents dans l'extrait d'EG. Ce qui permet augmenter la stabilité de l'huile.

La diversité des composés phénoliques par leur effet antioxydant encourage leurs utilisations en tant que facteur antioxydant pour l'amélioration de la qualité des huiles.

Afin de compléter cette étude, il serait intéressant et judicieux de

- ✓ Effectuer un test de toxicité de l'huile enrichie avec l'extrait phénolique d'EG ;
- ✓ Définir les effets réels de la consommation de l'huile de soja sur la santé humaine par des études épidémiologiques;
- ✓ Étude de l'influence des temps les plus longs de friture.



Références bibliographiques

Référence bibliographiques

À

- Agabi A., Bouhadid A. et Lahouareche Y. (2020).** La valorisation des déchets organiques.
- Aliouane et Ikhlef. (2005).** Contribution à la formulation d'une boisson à base du soja et de purée de mangue. Thèse Ingéniorat., INA 1984. EL Harrach. Algérie.
- Ameur W. (2018).** Etude comparative de l'effet de la friture sur la qualité de trois huiles végétale. Mémoire de master, université d'A. Mira- Bejaïa, Algérie.
- Antolovich M., Prenzler P. D., Patsalides E., Mcdonqald S. et Robards K. (2002).** Methods for testing antioxidant activity. *Analyse*, 127, (1), 183-198
- Assam T. et Idiri, F. (2015).** *Essai de fabrication de yaourts brassés aromatisés à base de lait de vache et lait de soja. Étude comparative des différents paramètres* (Doctoral dissertation, Université Mouloud Mammeri).

B

- Ben Nasr C., Ayed N. et Metche M. (1996).** Quantitative determination of the polyphenolic content of pomegranate peel. *Z Lebensm Unters Forsch*, 203 :374-378.
- Berkati S. E., Azzar S. et Arezki H. (2020).** Raffinage des huiles végétales: étude de la décoloration.
- Berrim H et Ben Amar R. (2013).** Mise en valeur des huiles de soja, Génie des Procédés, Analyse et Contrôle de la Qualité. Université Kasdi Merbah, Ouargla.
- Boizot N. et Charpentier J. P. (2006).** Méthode rapide d'évaluation du contenu en composés phénoliques des organes d'un arbre forestier. *Cahier des Techniques de l'INRA*, 79-82.
- Bouaziz H., Fki I., Jemai H., Ayadi M. et Sayadi, S. (2008).** Effect of storage on refined and husk olive oils composition: stabilization by addition of natural antioxidant from Chemlali olive leaves. *Food Chem*, 108: 253–262.
- Brink M. et Belay G. M. (Eds.). (2006).** *Céréales et légumes secs* (Vol. 1). PROTA.

C

- Cahuzac-Picaud M. (2010).** Les huiles végétales, intérêt diététique et gastronomique. *Phytothérapie*(8), pp. 113-117.
- Calín-Sánchez Á., Figiel A., Hernández F., Melgarejo P., Lech K. et Carbonell-Barrachina Á. A. (2013).** Chemical composition, antioxidant capacity, and sensory quality of pomegranate (*Punica granatum L.*) arils and rind as affected by drying method. *Food and Bioprocess Technology*, 6(7), 1644-1654

- Chatterjee D. et Bhattacharjee P. (2013).** Comparative evaluation of the antioxidant efficacy of encapsulated and un-encapsulated eugenol-rich clove extracts in soybean oil: Shelf-life and frying stability of soybean oil. *Journal of Food Engineering*, 117(4), 545-550.
- Chimi H., Rahmani M., Cillard J. et Cillard P. 37 (1990).** Fr Corps Gras. 363-367.
- Choe et Min D. (2007).** Chemistry of deep- eat frying oils. *Journal of Food science*. Vol 72. N.5, 77-86.
- Chougui N., Djerroud N., Naraoui F., Hadjal S., Aliane K., Zeroual B. et Larbat, R. (2015).** Physicochemical properties and storage stability of margarine containing *Opuntia ficus-indica* peel extract as antioxidant. *Food chemistry*, 173, 382-390.
- Collombe V. et Mayor M. (2007).** Le soja, la reine des légumineuses. Haute école de santé Genève, 1-4.
- Combe N. et Boué-Vaysse C. (2004).** Face aux besoins et à la réalité des consommations, quelles sont les spécificités des différentes sources d'acides gras oméga 3 disponibles ? *Oléagineux, Corps Gras, Lipides*, 11(2), 103–105. doi:10.1051/ocl.2004.0103
- Combe N. et Rossignol-Castera N. (2010).** Vegetable oils and frying. *Cahiers de nutrition et diététique*, 45: S44-S51
- Courtois F., Ziaïifar A. M., Trezzani I. et Trystram G. (2012).** Friture profonde: les interactions huile-produit. *Oléagineux, Corps gras, Lipides*, 19(2), 89-95.
- COSSUT, J., Defrenne, B., Desmedt, C., Ferroul, S., Garnet, S., Roelstraete, L., ... & Vidal, D. (2002).** Les Corps Gras: Entre Tradition et Modernité. *Projet du DESS QUALIMAPA, Université des Sciences et Technologies de Lille, France.*
- Cuvelier, M. E., & Maillard, M. N. (2012).** Stabilité des huiles alimentaires au cours de leur stockage. *OCL Oilseeds and fats crops and lipids*, 19(2), 125-132.

Đ

- Dagmey A. (2020).** Enrichissement d'huiles alimentaires riches en acides gras polyinsaturés, par des composés phénoliques d'origine naturelle, afin de les protéger de la peroxydation lipidique, en vue d'une encapsulation pour augmenter la durée de conservation de ces huiles (Doctoral dissertation, Université de Technologie de Compiègne)
- De Kock J., De Greyt W., Gibon V. et Kellens, M. (2005).** Développements récents en matières de raffinage et de modifications: élimination des contaminants dans les huiles alimentaires et réduction du taux d'acides gras trans. *Oléagineux, Corps gras, Lipides*, 12(5-6), 378-384.
- Delagoutte C. (2007).** Huiles de friture et dangers, *La Cuisine Collective*, n 205.

Dobarganes C. (1998). Formation and analysis of high molecular-weight compounds in frying fats and oils. OCL, Vol (5), n°1, 41-47.

Dridi, W. (2016). *Influence de la formulation sur l'oxydation des huiles végétales en émulsion eau-dans-huile* (Doctoral dissertation, Bordeaux).

Durand, G., Pascal, G., & de Pontanel, H. G. (1979). Traitement de l'hypercholestérolémie chez le rat mâle par introduction dans la ration d'huile de soja supplémentée ou non par de l'huile de sardine. In *Annales de la nutrition et de l'alimentation* (pp. 687-706). CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE.

Æ

El atyqy A. (2010). Réactions chimiques des aliments. Science et techniques des aliments.

F

Fabre B. et Ermosilla V. (2008). Utilisation d'un extrait de grenadier pour le maintien de la coloration capillaire. Fascicule de brevet européen. Bulletin 2008/01.

Farag R., El-Baroty G. et Basuny A. (2003). *Internat. Journal of Food Science and Technology*, 81-87.

Fredot É. (2012). *Connaissance des aliments: bases alimentaires et nutritionnelles de la diététique* (p. 1). Paris: Éditions Tec & doc.

Fournier P. (1948). Le livre des plantes médicinales et vénéneuses de France. Tome II. Paul Lechevalier (EDS), 504 p

G

Gerritsen A. T. (2014). The global life of a soya bottle. Rapport pour l'acceptation de position de professeur à l'université de Leiden, 1-22

Gertz C. (2008). Optimum deep frying, from the food industries association of Austria. FIAA from June.

Gharby S., Harhar H., Guillaume D., Haddad A., Charrouf Z. Nat. Prod. Com.7 (2012) 621-624.

Gottlob-McHugh S. G., Levesque M., MacKenzie K., Olson M., Yarosh O. et Johnson D. A. (1990). Organization of the 5S rRNA genes in the soybean *Glycine max* (L.) Merrill and conservation of the 5S rDNA repeat structure in higher plants. *Genome*, 33(4), 486-494.

Guillen M. D. et Uriarte P. S. (2011). A very simple, fast, and non-destructive approach to predict the time at which edible oils submitted to high temperature reach the established limits of safety. *Food Chemistry*, 127(2), 802–806. doi:10.1016/j.foodchem.2010.12.154.

Grandgirard A. (1992). Transformation des lipides au cours des traitements thermiques, effet nutritionnels et toxicologiques. In : aspect nutritionnel des constituants des aliments influence des technologies. Edition. Tec et Doc, Paris. pp : 49 – 63.

Gutteridge J. M. C. (1994). Biologico original of free radicales, and mécanismes of antioxydant protection. *Chemico-Biological Interactions*, 91, (2-3), 133-140.

H

Hanway J. J. et Thompson H. E. (1971). *How a soybean plant develops* (No. 14171). Iowa State University of Science and Technology, Cooperative Extension Service.

Hubert J. (2006). Caractérisation biochimique et propriétés biologiques des micronutriments du germe de soja: étude des voies de sa valorisation en nutrition et santé humaines (Doctoral dissertation).

I

Ismail T., Sestili P. et Akhtar S. (2012). Pomegranate peel and fruit extracts: a review of potential anti-inflammatory and anti-infective effects. *Journal of ethnopharmacology*, 143(2), 397-405.

ISO Norme internationale 2006. Méthode ISO 6886. (2006) (F). Corps gras d'origines animale et végétale – détermination de la stabilité à l'oxydation (essai d'oxydation accélérée). Ed. 2: 1-14.

ISO 15305 Première édition 1998-09-15.

J

Jaiswal V., DerMarderosian A. et Porter J. R. (2010). Anthocyanins and polyphenol oxidase from dried arils of pomegranate (*Punica granatum L.*). *Food Chemistry*, 118(1), 11-16.

Jotterand C. et Kiziria N. L'acide gras oméga 3 et oméga 6 : pourquoi sont-ils essentiels ? Haute école de santé Genève, 1-7.

K

Kalantzakis G. et Blekas G. (2006). Effect of Greek sage and summer savory extracts on vegetable oil thermal stability. Laboratory of Food Chemistry and Technology, School of Chemistry, Aristotle University of Thessaloniki, Thessaloniki, Greece.. DOI 10.1002/ejlt.200600076.

Kansci G. (2010). Effet du chauffage continu sur la qualité nutritionnelle et les composés néoformés des chips de banane / plantain préparés par les petits producteurs au Cameroun. In

: 2ème journées Scientifiques du Réseau de Chercheurs GP3A de l'Agence Universitaire de la Francophonie, Université Laval). Génie des Procédés Appliqué à l'Agro-Alimentaire Québec, Canada, p : 45.

Karleskind A. (1992). Principaux constituants chimiques des corps gras, propriétés chimiques des corps gras. In : Manuel des corps gras Tome 1. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 95 - 358.

Kroeger N., Beldegrun A. S. et Pantuck, A. J. (2013). Pomegranate extracts in the management of men's urologic health: scientific rationale and preclinical and clinical data. Evidence-based complementary and alternative medicine.

Koehler-Ramonatxo C. (2006). Oxygen, oxidative stress and antioxidant supplementation, or another way for nutrition in respiratory diseases. Nutrition Clinique et Métabolique. 20, 165- 177.

I

Labat E. (2013). Le soja : influence de sa consommation sur la santé humaine et conséquences de l'expansion de sa culture au niveau mondiale. Thèse. Faculté des sciences pharmaceutiques. Université Toulouse III Paul Sabatier.

Lamouri L. et Layaicha H. (2020). Effet d'extrait d'écorce de la grenade sur les bactéries pathogènes: Synthèse bibliographique.

Lansky E. et Newman R. (2007). Punica granatum (pomegranate) and its potential for prevention and treatment of inflammation and cancer. Journal of Ethnopharmacology.109: 177–206.

Lemoine É. (1998). Guide des fruits du monde: les fruits de nos régions, les variétés exotiques. Delachaux et Niestlé. 192 pages.

Leray C. (2013). Les lipides nutrition et santé. Ed. Tec & Doc. Lavoisier. Paris.

Li Y. F., Guo C. J., Yang J. J., Wei J. Y., Xu J. et Cheng S (2006). Evaluation of antioxidant properties of pomegranate peel extract in comparison with pomegranate pulp extract. FoodChemistry, 96: 254–260.

M

Maes J., DE Meulenaer B., Van Heerswynghels P., De Greytw., Eppe G., De Pauw E. et Huyghebaert A. 2005. Removal of dioxins and PCB from fish oil by activated carbon and its influence on the nutritional quality. J Am Oil ChemSoc ; 82(8) : 593-7.

Marc, F., Davin, A., Delgène-Brenbrahim, L., Ferrand, C, Baccaunaud, M. et Fritsch, P. (2004). Méthodes d'évaluation du potentiel d'antioxydant dans les aliments. *Médecine/sciences*, 20: 458-463.

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

Minguez-Mosquera M., Rejano-Navarro L., Gandul-Rojas B., SanchezGomez A. H. et Garrido-Fernandez J. (1991). Color-pigment correlation in virgin olive oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 68(5), 332-336.

Mutahar S. S., Mutlag M. A. O. et Najeeb S. A. Z. (2012). Antioxidant activity of pomegranate (*Punica granatum* L.) fruit peels. *Food and Nutrition Sciences*.

N

Newkirk (2010). Soja. Guide de l'industrie de l'alimentation animale 1ère édition .instituts international du canada.

Nia N et Deflaoui H. (2008). Etude comparative et suivi des paramètres physicochimiques d'huiles de soja raffinées chimiquement et enzymatiquement par Cevital SPA (Société Par Action).

O

Oudane B., Boudemagh D., Bounekhel M., Sobhi W., Vidal M. et Brouss, S. (2018). Isolation, characterization, antioxidant activity, and protein-precipitating capacity of the hydrolyzable tannin punicalagin from pomegranate yellow peel (*Punica granatum*). *Journal of Molecular Structure*, 1156, 390-396.

Ozgen M., Durgaç C., Serçe S. et Kaya C. (2008). Chemical and antioxidant properties of pomegranate cultivars grown in the Mediterranean region of Turkey. *Food Chemistry*, 111: 703–706.

P

Pages X., Morin O., Birot C., Gaud M., Fazeuilh S. et Gouband M. (2010). Raffinage des huiles et des corps gras et élimination des contaminants. *Oléagineux, corps gras, lipides*, 17(2), 86-99.

Pardauil J. J., Souza L. K., Molfetta F. A., Zamian J. R., Filho G. N. et Da Costa C. E. (2011). « Determination of the Oxidative Stability by DSC of Vegetable Oils from the Amazonian Area ». *Bioresource Technology* 102 (10): 5873-77.

Perrin J.I. (1992). Analyse des corps gras, détermination de l'altération. In : Manuel des corps gras. Tome 2. Edition : Tec and Doc, Lavoisier, Paris. Pp : 1198-1216.

Pouzet A. (1992). Sources et monographies des principaux corps gras. In Manuel des corps gras. Volume 1. Ed. Tec et Doc. Lavoisier. pp: 131-136.

Prior E. (2003). Usage des corps gras alimentaires dans différents secteurs de la technologie alimentaire. In : Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 147-179.



Raczyk M., Popis E., Kruszewski B., Ratusz K. et Rudzińska M. (2016). Physicochemical Quality and Oxidative Stability of Linseed (*Linum Usitatissimum*) and Camelina (*Camelina Sativa*) Cold-Pressed Oils from Retail Outlets ». *European Journal of Lipid Science and Technology* 118 (5): 834-39.

Rahmani M. (2005). Composition chimique de l'huile d'argane «vierge». *Cahiers Agricultures*, 14(5), 461-465.

Ribéreau-Gayon P. (1968). Les composés phénoliques des végétaux. Edition. Dunod. Paris p1-23.

Rossell J. (2011). Frying, improving quality. Boca Raton, FL: CRC Press, p 369.



Sahin F., Güllüce M., Daferera D., Sökmen A., Sökmen M., Polissiou M. et Özer H. (2004). Biological activities of the essential oils and methanol extract of *Origanum vulgare* ssp. *vulgare* in the Eastern Anatolia region of Turkey. *Food control*, 15(7), 549-557.

Salta J., Martins A., Santos R. G., Neng N. R., Nogueira J. M., Justino J. et Rauter, A.P. (2010). Phenolic composition and antioxidant activity of Rocha pear and other pear cultivars—A comparative study. *Journal of functional foods*, 2(2), 153-157.

Shakhmatov E. G., Makarova E. N. et Belyy V. A. (2019). Structural studies of biologically active pectin-containing polysaccharides of pomegranate *Punica granatum*. *International journal of biological macromolecules*, 122, 29-36.

Sharayei P., Azarpazhooh E., Zomorodi S. et Ramaswamy H. S. (2019). Ultrasound assisted extraction of bioactive compounds from pomegranate (*Punica granatum* L.) peel. *Lwt*, 101, 342-350.

Seeram N.P., Henning S.M., Zhang Y., Suchard M., Li, Z. et Heber D. (2006). *Journal of Nutrition*, 136 (10) 2481- 2485.

Spichiger R.-E., Savolainen V. V., Fig M. et Jeanmonod D. (2002). Botanique systématique des plantes à fleurs : une approche phylogénétique nouvelle des Angiospermes des régions tempérées et tropicales. 2ème éd., Presse Polytechniques et universitaires, Lausanne, p : 286-287. ISBN : 2-88074-502-0.

Suhaj M. (2006). Spice antioxidants isolation and their antiradical activity: a review. *Journal of Food Composition and Analysis* 19, 531–537.

T

Tyagi V. K. et Vasishtha A. K. (1996). Changes in the characteristics and composition of oils during deep –fat frying. *Journal of the American Oil Chemists' Society* 73 (4) : 499-506.

V

Varela G., Bender A.E. et Morton I.D. 1988. *Frying of Food: Principles, Changes and New Approaches.* Ellis Harwood Ltd., Chichester, England.

Vârban D.I., Duda M., Vârban R. et Muntean S . (2009). Research Concerning the Organic Technology for *Satureja Hortensis L.* Culture. *Bulletin UASVM Agriculture.* 66(2), 225- 229.

Villaño D., Fernández-Pachón M.S., Moyá M.L., Troncoso A. et García-Parrilla M. (2007). Radical scavenging ability of polyphenolic compounds towards DPPH free radical. *Talanta* 71: 230–235.

Visioli, F., Romani, A., Mulinacci, N., Zarini, S., Conte, D., Vincieri, F. F. et Galli, C. (1999). Antioxidant and other biological activities of olive mill waste waters. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47(8), 3397-3401.

Vitrac O., Raoult–Wack A.L. et Trystram G. (2003). Procédé de friture et produits frits. In : *Lipides et corps gras alimentaires.* Edition : Tec &Doc, Lavoisier, Paris. pp ; 231-269.

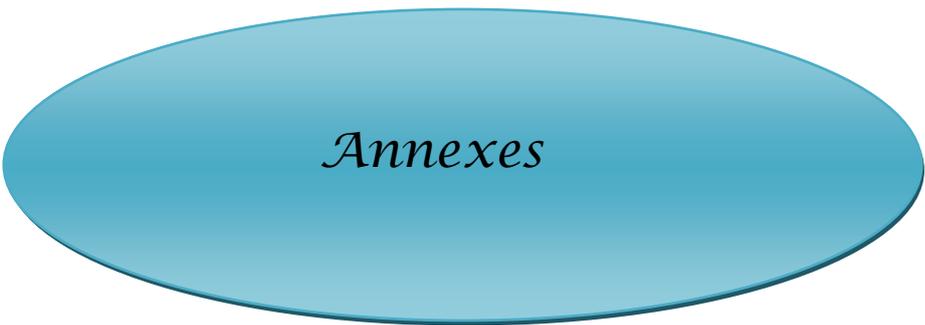
Y

Yildiz H.; Obuz E. et Bayraktaroglu G. (2009). POMEGRANATE: ITS ANTIOXIDANT ACTIVITY AND ITS AFFECT ON HEALTH. *Acta Hort.* NO. 818, 265-270.

Sites Internet

<<https://www.dieta-natura.com/plantes-actifs/grenade.html>>(2022), « Qu'est-ce que la grenade ? Origine, Bienfaits et Posologie »,

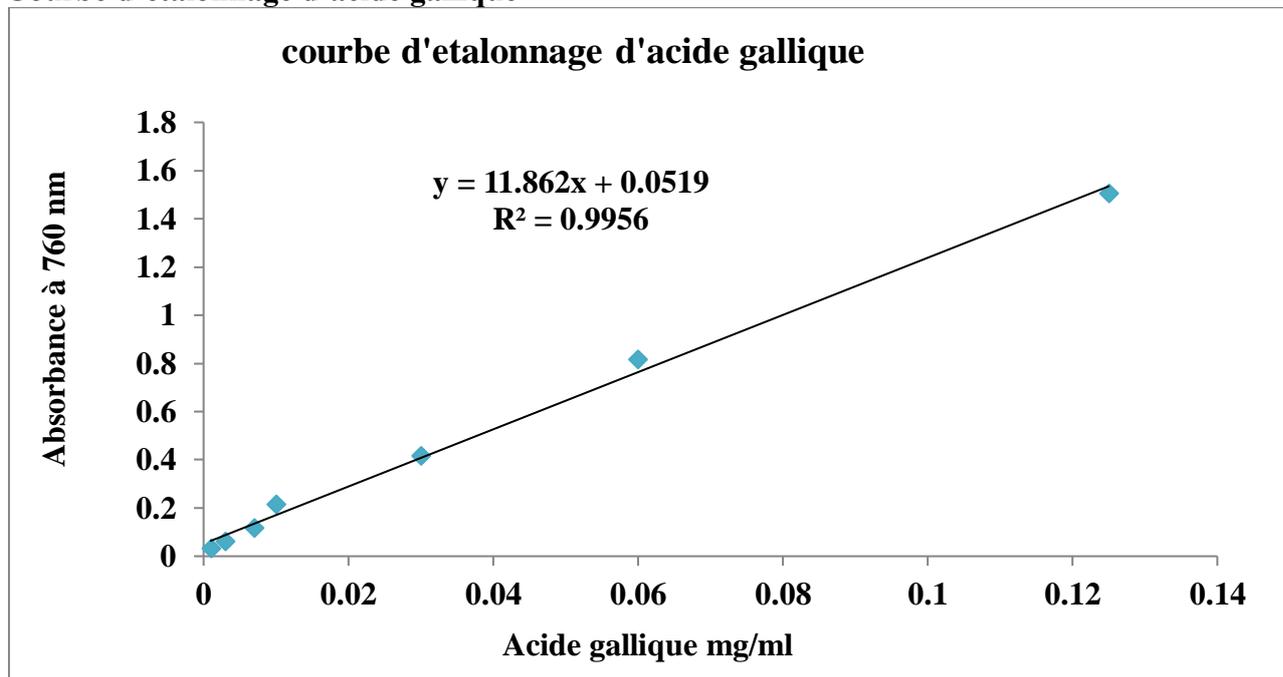
< <https://nutrixeal-info.fr/index/grenade/>>, (2022 mars), « Grenade : caractéristiques, principes actifs et bienfaits »,



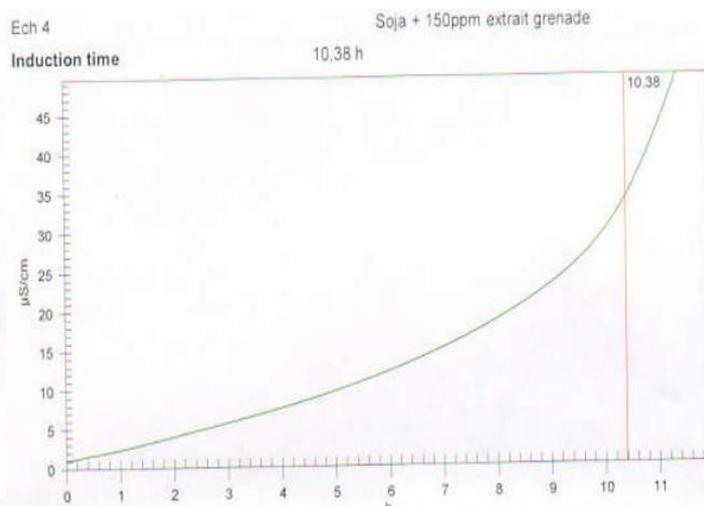
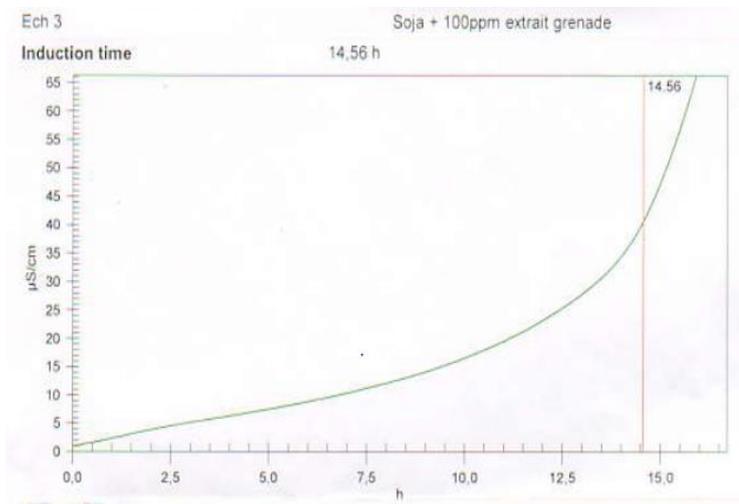
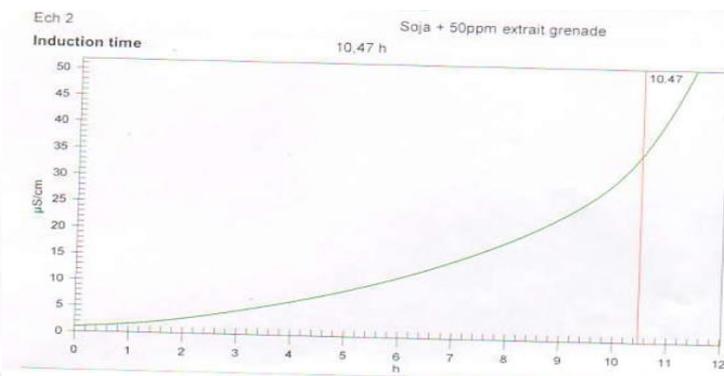
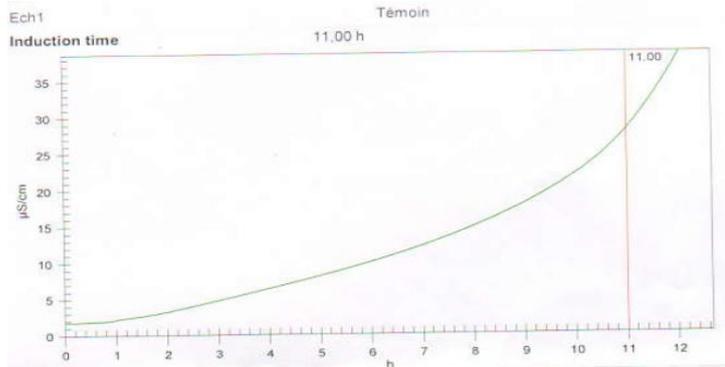
Annexes

Annexes

Courbe d'étalonnage d'acide gallique



Les temps d'induction de test Rancimat



Résumé

La présente étude porte sur l'évaluation de l'effet de l'enrichissement de l'huile de soja raffinée avec l'extrait phénolique d'EG en suivant sa stabilité oxydative par mesure des CPT de l'huile des bains de 18 fritures répétées dans une poêle sans couvercle (180°C pendant 5 min de friture), dont une série sans aliment et une deuxième série avec aliment (pomme de terre).

L'extrait phénolique d'EG a révélé une teneur en polyphénols totaux de 22,103g EAG/100g PS. Des valeurs de l'activité antiradicalaire au DPPH de 0,09 µg/ml et de 30,433 µg/ml ont été respectivement notées par l'extrait d'EG et l'huile de soja non enrichie. Cependant l'huile enrichie à 100ppm d'EG présente une meilleure activité antiradicalaire avec un IC₅₀ de 18,33 µg/ml et une bonne stabilité (test de Rancimat) avec un temps d'induction de 14,56h.

L'étude de degré d'altération de l'huile enrichie au cours des fritures continues (avec et sans aliment) par le test de qualité organoleptique (couleur de bain, odeur, formation de fumée, de mousse) des bains de friture ainsi que par le test de Lovibond, révèle des résultats conformes aux normes de CEVITAL et aux normes internationales.

L'huile de soja enrichie à l'extrait d'EG montre des teneurs en CPT estimées à (1,9% ; 5,8% ; 7,9% ; 9,7% ; 10,5% ; 11,3% ; 12,1%) respectivement pour la : 1^{ère}, 5^{ème}, 10^{ème}, 15^{ème}, 16^{ème}, 17^{ème} et 18^{ème} friture sans aliment et des teneurs de (3,3% ; 5,6% ; 8,6% ; 10,9% ; 11,5% ; 12,1% ; 13%) pour la série de fritures avec aliment. Ces résultats illustrent une conformité aux normes de l'entreprise.

Mots clés : friture, extrait phénolique, écorce de grenade, huile de soja raffinée, stabilité oxydative, dosage des polyphénols totaux, composés polaires totaux, antioxydant.

Abstract

The present study aims to identify the effect of refined soybean oil's enrichment with the pomegranate peel's phenolic extract by monitoring its oxidative stability through measuring the total polar materials of 18 repeated frying oil baths in a pan without a lid (180°C for 5 min of frying), including a serie without food and a second serie with food (potato).

The phenolic extract of pomegranate peel revealed a total polyphenol content of 22.103g EAG/100g PS. The DPPH antiradical activity test indicated an IC₅₀ value of 0.09 µg/ml for the pomegranate peel's extract and 30.433 µg/ml for the non-enriched soybean oil. The oil enriched with 100 ppm of the extract has better antiradical activity with an IC₅₀ of 18.33 µg/ml and good stability (Rancimat test) with an induction time of 14.56 h.

The study of the enriched oil's degree of alteration by testing the organoleptic quality (color of the bath, smell, formation of smoke, foam) as well as by the Lovibond test reveals results in accordance with CEVITAL standards and international standards.

Soybean oil enriched shows TPM contents estimated at (1.9%; 5.8%; 7.9%; 9.7%; 10.5%; 11.3% 12.1%) respectively for: 1st, 5th, 10th, 15th, 16th, 17th and 18th frying without food and contents of (3.3%; 5.6%; 8.6%; 10.9% ; 11.5%; 12.1%; 13%) for the series of frying with food. These results remain consistent throughout the frying series (with and without food).

Key words: frying, phenolic extract, pomegranate peel, refined soybean oil, oxidative stability, dosage of total polyphenols, total polar materials (TPM), antioxidant.