

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



Faculté : des Sciences de la Nature et de la Vie
Département : des Sciences Alimentaires
Spécialité : Sciences des Corps Gras

Réf :.....

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

MASTER

Thème

***Amélioration de la stabilité oxydative de
L'huile raffinée***

Présenté par :

KAABACHE Hania

Soutenu le : 12 /09 / 2022

Devant le jury composé de :

Mme. MEDOUNI Sonia	MCA	Présidente
Mme. MEKHOUKHE Aida	MCA	Encadreur
Mme. FELLA Samira	MAA	Examinatrice

Année universitaire : 2021/2022

REMERCIEMENTS

Avant tout, je remercie Dieu, le tout puissant, d'avoir guider mes pas vers les portes du savoir tout en illuminant mon chemin et de m'avoir accordé la foie et la force, secrets de l'achèvement ce travail dans de bonnes conditions.

Je tiens à remercier **Mme Mekhoukhe Aida** pour avoir accepté de diriger ce travail, qu'elle trouve ici, l'expression de ma profonde gratitude et mon grand respect, pour tous ses efforts, son savoir, ses idées, sa confiance et ses encouragements.

Nos remerciements s'adressent aux membres du jury pour l'honneur qu'ils mon Fait en acceptant d'évaluer et de juger ce travail, **Mme FELLA Samira** en qualité d'examinatrice **Mme Adrar-Medouni Sonia** en qualité de présidente

Je tiens tout particulièrement à remercier mes promoteurs au niveau du complexe de Cevital **Mr Hadjal Samir** et **Mr Hamitri Mourad** pour leurs conseils leurs orientations et surtout pour leur patience.

Je remercie également mon co-encadreur **Mme Kaidi Ourari celia** pour ses conseils et son sérieux

Mes sincères reconnaissances à :

- **Mme Kaabache Nassima, Mr Allout Zoubir** et **Mr Faid bousaad** pour leur soutien.
- Au tous les personnels du laboratoire de l'université L3BS. Qui ont mis à ma disposition tout le matériel nécessaire.
- L'ensemble de mes enseignants qui m'ont accompagnée tout au long de mon cursus
- Toute personne ayant contribué, de près ou de loin, à l'élaboration de ce mémoire.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail :

*A mes très chère parents, symboles de courage et de volonté, qui ont
consacré et sacrifié leur vie pour mon bien être
Je les remercie particulièrement et je serais reconnaissante tout au
long
de ma vie, pour leurs soutient, encouragement, sacrifice,
amour et affection.*

A mon très cher frère Ramzi

*A mes très chères sœurs : Katia, Imane et Ilham pour leur présence a
toute épreuve*

A mes tantes et oncles

A mes chères cousines sans exception

A mes amies

Ainsi qu'à tous ceux et celles qui me connaissent.

Hania

Table des matières

Table des matières

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Introduction	1
I. Généralité sur l'huile de soja	3
I.1. Généralités sur la plante.....	3
I.2. Huile de soja	3
I.2.1. Composition de l'huile de soja	3
I.2.2. Procédé de fabrication de l'huile de soja	4
I.2.2.1. Extraction	4
I.2.2.2. Raffinage.....	4
I.3. Altération des huiles végétales.....	5
I.3.1. Types d'altérations.....	5
I.3.1.1. Dégradation oxydative et thermique	5
I.3.1.2. Dégradation hydrolytique	6
I.3.1.3. Friture.....	6
I.3.2. Définition de la friture	6
I.3.3. Différents modes et dispositifs de friture.....	6
I.3.3.1. Friture plate	7
I.3.3.2. Friture profonde	7
I.3.3.3. Moyens de protection des huiles	7
I.3.4. Modes de conservations des huiles	7
I.3.5. Formulations industrielles.....	7
I.3.6. Ajout d'antioxydants.....	8
II. Généralités sur la caroube.....	9
II.1. Description botanique.....	9
II.2. Composition chimique.....	10
II.3. Polyphénols de la caroube	10
III. Matériels et méthodes.....	12
III.1. Plan de travail.....	12
III.2. Matériel végétal.....	13
III.2.1. Préparation de la matrice végétale.....	13
III.2. Huile utilisée pour l'enrichissement.....	13
III.2.1. Enrichissement de l'huile de soja avec les extraits phénoliques	13
III.3. Evaluation de la stabilité oxydative des huiles analysées	14
III.3.1. Suivi des produits secondaires volatils (test Rancimat)	14

Table des matières

III.3.2. Test de friture	14
III.3.2.1. Conduite expérimentale.....	14
III.4. Analyses physicochimiques	16
III.4.1. Couleur	16
III.4.2. Chlorophylles	16
III.4.3. Densité.....	17
III.4.4. Indice de peroxyde	17
III.4.5. Indice d'iode	18
III.4.6. Acidité	19
III.5. Dosage des composés phénoliques	19
III.5.1. Extraction	19
III.5.2. Détermination de la teneur en polyphénols totaux.....	20
III.5.3. Evaluation de l'activité antioxydante	20
III.5.3.1. Activité scavenger au radical DPPH°	20
III.5.3.2. Analyses physicochimiques	21
III.6. Paramètres organoleptiques de l'huile et des frites au cours de fritures	21
III.7. Détermination de la teneur des composés polaires	21
III.8. Analyse statistique.....	22
IV. Résultats et discussion	23
IV.1. Paramètres physico-chimiques des échantillons d'huile de soja	23
IV.1.1. Détermination de la couleur	23
IV.1.2. Détermination de la chlorophylle.....	25
IV.1.3. Détermination de la densité.....	25
IV.1.4. Détermination de l'acidité.....	26
IV.1.5. Détermination de l'indice de peroxyde	27
IV.1.6. Détermination de l'indice d'iode	29
IV.2. Détermination de la teneur en composés phénoliques totaux des huiles testés	30
IV.3. Activité antioxydante	32
IV.4. Evaluation de la stabilité oxydative des huiles analysées	33
IV.4.1. Suivi des produits secondaires volatils (test Rancimat).....	33
IV.4.2. Test de friture	34
IV.4.2.1. Evaluation des caractères organoleptiques.....	34
IV.4.2.2. Teneur en composés polaires	36
Conclusion.....	38
Reference bibliographique	
Annexe	
Résumé	

Liste des tableaux

Figure	Titre	Page
1	A) Arbre de caroubier B) Feuilles du caroubier (Photos prises à Imezayen bejaia).	09
2	A) Fleurs de caroubier ; B) Gousses mures (photos prises à Imezayen)	10
3	Plan de travail.	12
4	A) Photographie des fruits (gousses) ; B) Photographie de pulpes découpées	13
5	Photographie : a) Friteuse utilisée ; b) Bâtonnets de frites préparés	20
6	Résultats de la détermination de la couleur des huiles testées	24
7	Résultats de la détermination de la chlorophylle des huiles testées	25
8	Densité des huiles analysées	26
9	Teneur en acidité des huiles testées	27
10	Teneur en indice de peroxyde des huiles testées	28
11	Teneur en Indice d'iode de des huiles testées	29
12	Teneurs en polyphénols totaux des différents échantillons analysés	31
13	Activité antiradicalaire de l'extrait de la caroube	32
14	Temps d'induction (h) des échantillons d'huile	33
15	Teneurs en composés polaires dans les huiles analysées au cours de friture.	37

Liste des tableaux

Tableau	Titre	Page
I	Composition de l'huile de soja	04
II	Conditions expérimentales des essais de fritures	16
III	Analyses physico-chimique de l'huile de soja	23
IV	Evaluation des caractéristiques organoleptiques de l'huile et de l'aliment frit	35
V	Résultats des Teneurs en composés polaires	36

Liste des abréviations

AGPI : Acide gras polyinsaturés

AG : Acide gras

BHT : Hhydroxytoluène butylé

BHA : Hydroxyanisole butylé

AGL : Acide Gras Libre

EPPC : Extrait phénolique de poudre de caroube

ISO : Organisation internationale de normalisation

AOCS : American oil chemists' society

DPPH : 2,2-Diphenyl-1-picrylhydrazyl

TCP : Composés polaires totaux

IP : Indice de peroxyde

II : Indice d'iode

KI : Iodure de potassium

NaOH : Hydroxyde de potassium

Méq : Milli équivalent

HNE : Huile non enrichie

HE : Huile enrichie

HFE : Huile friture enrichie

MS : Matière sèche

EAG : Equivalent Acide Gallique

Introduction

Introduction

Les lipides en général constituent une part importante de notre alimentation et entrent dans de nombreux produits alimentaires consommés quotidiennement (vinaigrettes, margarine, Pâtes à tartiner, produits de boulangerie, glaces, soupes, sauces, aliments en poudre, produits de nutrition infantile, poisson en conserve, bonbons, céréales pour petit-déjeuner, etc.). Ils influencent considérablement l'appétence, le goût et la texture des produits finis (**Bachari, 2013 ; Garcia Mendoza, 2020**).

De nos jours, dans les produits alimentaires, la matière grasse d'origine animale tend à être remplacée par des lipides d'origine végétale et donc, la consommation de ces lipides est en augmentation. Les productions et consommation annuelles d'huiles et de graisses, d'environ 200 millions de tonnes, augmentent régulièrement à un rythme de 2 à 6 millions de tonnes par an (**FAO, 2015**). Par ailleurs, les huiles végétales sont également largement utilisées pour des applications cosmétiques et pharmaceutiques (**Garcia Mendoza, 2020**).

Parmi les huiles végétales les plus produites au monde, l'huile de soja, obtenue à partir de graines de soja (*Glycine max*) cultivées dans plusieurs pays du monde. Elle est riche en acides gras polyinsaturés (AGPI), à la fois linoléiques et linoléniques, est devenue une huile végétale populaire pour une utilisation dans les denrées alimentaires en raison de ses qualités nutritionnelles, de son abondance, de son économie et de sa fonctionnalité souhaitable (**O'Brien, 2004 ; Zhao et al., 2022**).

L'oxydation est une série indésirable de réactions chimiques complexes qui dégrade la qualité de l'huile. Cette altération est responsable du rancissement des huiles, de la perte de qualité nutritionnelle et du développement de saveurs et d'odeurs désagréables qui rendent les produits impropres à la consommation finis. Le principal mécanisme impliqué dans l'oxydation des lipides est appelé autoxydation ou peroxydation dans laquelle les acides gras insaturés des triglycérides sont attaqués par l'oxygène atmosphérique (**Ravelli et al., 2010 ; Bachari -Saleh, 2013**).

Retarder l'oxydation des lipides de façon à produire des huiles et/ou des produits gras plus stables tout en gardant leur qualité nutritionnelle est devenu un défi majeur pour l'industrie. La résistance à l'oxydation peut être obtenue par l'ajout d'antioxydants naturels ou synthétiques.

L'hydroxytoluène butylé (BHT) et l'hydroxyanisole butylé (BHA) sont des antioxydants synthétiques couramment utilisés pour la protection des graisses alimentaires. En raison de ces risques potentiels pour la santé, l'intérêt des industries alimentaire, pharmaceutique et cosmétique pour les antioxydants naturels, tels que les polyphénols, s'est accru. Ces substances sont des métabolites secondaires végétaux qui présentent un effet protecteur contre l'oxydation des lipides (**Bakkalbasi et al., 2018 ; Wang et al., 2018**).

D'autre part, un mélange complexe de composés antioxydants que l'on peut trouver dans des extraits obtenus à partir de matières végétales constitue une alternative intéressante à l'utilisation d'un composé isolé et pur. L'exploitation d'agro-résidus comme source d'antioxydants phénoliques se développe de plus en plus étant donné que ces co-produits représentent une source peu onéreuse et abondante (**Garcia Mendoza, 2020**). Néanmoins, malgré les multiples avantages des polyphénols, l'enrichissement des systèmes huileux avec ces composés peut être limité par leur faible solubilité dans les lipides en raison de leur nature polaire (**Kidd, 2009**).

Dans ce contexte, ce travail vise à évaluer l'enrichissement d'une huile végétale soja provenant du complexe CEVITAL avec des extraits phénoliques, de pulpe de caroube, et ce afin d'améliorer la stabilité oxydative de cette huile.

Ce manuscrit s'organise de la façon suivante :

- Tout d'abord, une étude bibliographique a été menée, qui rapporte et décrit les principaux concepts liés à l'huile végétale étudiée (soja), à l'oxydation des lipides, aux composés antioxydants, aux sources phénoliques et sur la friture
- Une seconde partie décrira les protocoles expérimentaux et les matériels utilisés.
- Dans une troisième partie, nous présenterons nos résultats qui seront discutés par la suite et en terminant par une conclusion et perspective.

I. Généralité sur l'huile de soja

I.1. Généralités sur la plante

De toutes les légumineuses d'importance alimentaire, le soja (*Glycine max* (L.) Merr.) est l'espèce dont le succès comme plante cultivée au cours de ce siècle est le plus spectaculaire. C'est une plante herbacée annuelle pubescente et érigée (Figure 1 en annexe) qui peut atteindre entre 1 m et 1 m 60 de hauteur à maturité (Singh, 2010 ; Mangena, 2018 ; Liu, 2020).

Dépendant des variétés, les graines de cette plante contiennent entre 30 et 50 % de protéines. Ces protéines sont aussi proportionnellement plus riches en acides aminés soufrés que celles des autres légumineuses. De plus, les graines contiennent entre 13 et 25 % d'huile de bonne qualité (Clemente et Cahoon, 2009 ; Sachin et al., 2015).

I.2. Huile de soja

L'huile de soja est une huile fluide et d'une couleur jaune plus ou moins foncé suivant la nature des graines et les procédés d'extraction. Fraîche, elle a une saveur assez prononcée d'haricot qui s'atténue peu à peu. Elle est riche en acides gras polyinsaturés et notamment en acide gras essentiel α linoléique. Elle est recommandée pour les assaisonnements (Egli, 2010 ; Dijkstra, 2016).

I.2.1. Composition de l'huile de soja

L'huile de soja représente entre 17 et 22 % du poids sec de la graine. C'est l'une des huiles de cuisson les plus consommées et elle est riche en acide linoléique, qui subit plus facilement une détérioration oxydative, produisant une odeur d'haricot (Clemente et Cahoon, 2009 ; Dijkstra, 2016).

Du point de vue nutritionnel, l'huile de soja contient 7 à 10 % d'acide palmitique, 2 à 5 % d'acide stéarique, 1 à 3 % d'acide arachidique, 22 à 30 % d'acide oléique, 50 à 60 % d'acide linoléique et 5 à 9 % d'acide linoléique. La composition en acides gras de l'huile de soja comprend un niveau élevé d'acides gras polyinsaturés qui abaissent considérablement les taux de cholestérol sérique, réduisant ainsi le risque de maladies cardiovasculaires. Il contient également de grandes quantités de phospholipides (3,7 %), la phosphatidylcholine ou la lécithine représentant 55,3 % des phosphatides totaux. Parmi les isomères tocophérols totaux, les principaux, gamma (γ) et delta (δ), représentent respectivement 67,8 et 23,6 % (Cahuzac-Picaud, 2010 ; Cherif et Slama, 2021 ; Zaaboul et al., 2022). La composition est résumée dans le tableau ci-dessous : **Tableau I** : composition de l'huile de soja (Rasolohery, 2007).

Composant	Protéines	Sucre	Lipides	Fibres
Pourcentage %	40	35	20	05

Ces composés présentent un grand intérêt pour les industries agroalimentaires.

I.2.2. Procédé de fabrication de l'huile de soja

I.2.2.1. Extraction

Les graines sont transformées en huile et en tourteaux pour l'alimentation du bétail. Le traitement des graines qui sont dites pauvres en huile (15 - 20 %), à l'instar le Nettoyage, séchage, maturation, décorticage, aplatis sage, extraction et séchage (**Serrato, 1981 ; Debruyne, 2001 ; Demarco et Gibon, 2020**).

L'huile brute désigne l'huile non raffinée, mais cela ne signifie pas qu'elle ne subit aucun traitement chimique. Elle peut être obtenue selon deux procédés (Figure 2 en annexe), l'un physique (la pression), et l'autre chimique (l'extraction par solvant) (**Demarco et Gibon, 2020**).

I.2.2.2. Raffinage

Le raffinage a pour but de maintenir ou d'améliorer les caractères organoleptiques (goût et odeur neutres, limpidité, couleur jaune clair), nutritionnels et la stabilité des corps gras. Pour ce faire, il met en œuvre plusieurs étapes pour éliminer des composés indésirables (gommes, cires, acides gras libres, pigments, traces métalliques, composés odorants volatils) et les contaminants potentiellement présents dans les matières premières, tout en maîtrisant la formation de nouveaux composés indésirables par hydrolyse, oxydation ou isomérisation (**Pages et al., 2010 ; Cheng, 2017 ; Cavalcanti et al., 2021**). Il existe deux types de raffinage : chimique et physique, un schéma résumant les différentes étapes du raffinage est présenté dans la (figure 3 en annexe).

I.3. Altération des huiles végétales

L'altération des huiles et des graisses est un phénomène complexe dépendant du type de corps gras, des traitements technologiques subis mais également des conditions de conservation (Présence d'air, lumière, catalyseurs, antioxydants, etc.) et de mise en œuvre (fusion, cuisson, friture). Ces changements sont en général provoqués par diverses réactions chimiques dont l'oxydation, hydrolyse, polymérisation, isomérisation et généralement par un couplage de toutes ses réactions chimiques qui vont conduire à la formation de produits d'altération modifiant ainsi les caractéristiques physico-chimiques et nutritionnelles du corps gras (**Kondratowicz et Ostasz, 2000 ; Debnath et al., 2012 ; Negara et al., 2021 ; Chemmem et al., 2022**).

I.3.1. Types d'altérations

L'altération des corps gras se produit soit par

I.3.1.1. Dégradation oxydative et thermique

L'oxydation lipidique est l'une des principales causes de la détérioration nutritionnelle des Huiles et graisses alimentaires. Ce phénomène est spontané, irréversible et altère les acides gras qui composent les graisses (**Gupta, 2005 ; Dagmey, 2020 ; Musakhanian et al., 2022**).

C'est un ensemble complexe de réactions qui se produisent en présence d'oxygène et conduisent à ce que l'on appelle couramment le rancissement. Ses répercussions économiques peuvent être importantes puisqu'il aboutit à la dégradation des qualités organoleptiques, sensorielles (rancidité) et physiques (changement de couleur). Au 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 (AG) indispensables et des vitamines E et A (sous la forme de son précurseur) (**Dagmey, 2020 ; Machado et al., 2022 ; Musakhanian et al., 2022**).

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. l'oxydation thermique provoque des réactions chimiques qui forment des hydroperoxydes et leurs produits de dégradation provoquent la détérioration de l'huile elle peut facilement provoquer la formation et l'agrégation de composés polaires qui accélèrent le taux d'oxydation des acides gras dans les huiles comestibles courantes (**Falade et Oboh, 2015 ; Han et al., 2020**).

I.3.1.2. Dégradation hydrolytique

Elle conduit à la libération d'acides gras libres à partir de triglycérides. Ces acides gras sont plus sensibles à l'oxydation que les triglycérides. Par eux-mêmes, ils ne présentent pas de risques élevés de toxicité. La dégradation hydrolytique est notamment due à des triacylglycérol hydrolases (EC 3.1.1.3) présentes dans les aliments et les micro-organismes susceptibles de les contaminer. La lipolyse des corps gras conduit à l'apparition d'acides gras libres (et de mono- et diglycérides) dont le relargage est à l'origine de modifications organoleptiques (**Caponio et al., 2009 ; Lacerda et al., 2013**).

I.3.1.3. Friture

La friture, des aliments est une pratique culinaire multimillénaire elle est l'une des techniques de préparation des aliments la plus ancienne et la plus populaire, Elle utilise de la matière grasse alimentaire comme un vecteur de la chaleur. Elle permet une évaporation de l'eau à la surface des aliments qui permet de déshydrater la surface et la former une croûte. La qualité des aliments frits dépendant fortement des aliments frits, de l'huile de friture et du nombre de fois où ils sont utilisés (**Rabbabeh et al., 2012 ; Chammem et al., 2022 ; Zula et Teffera, 2022**).

I.3.2. Définition de la friture

Elle peut être définie comme étant un processus dans lequel un aliment est cuit par immersion dans une huile ou une graisse comestible chauffée au-dessus du point d'ébullition de l'eau. Le processus est traditionnellement réalisé dans des conditions atmosphériques et des températures de friture proches de 180°C (**Dobraszczyk et al., 2006**).

Frire dans de l'huile à une température comprise entre 160 et 180°C entraîne des vitesses de séchage très élevées (**Baumann et Escher, 1995 ; Duran et al., 2007**). Cela provoque un transfert intense qui induit un fort départ d'eau. Il se crée en surface une zone déshydratée qui va progresser vers le cœur du produit installant, pour une frite, un différentiel de structure intéressant au plan organoleptique (**Trystram, 2010**).

I.3.3. Différents modes et dispositifs de friture

D'après **Combe et rosignol-castera (2010) ; Pambou-Tobi (2019)** Il existe deux types de friture, lesquels se différencient la surface du bain mesuré et le volume d'huile.

I.3.3.1. Friture plate

Elle est caractérisée par une proportion faible d'huile par rapport à l'aliment un contact important avec l'air, qui privilégie les réactions d'oxydation, avec un temps de cuisson relativement modéré (quelque minute) et une température de 140°C à 160°C.

I.3.3.2. Friture profonde

La friture profonde en bain correspond à des conditions plus drastiques (175 à 200°C) et des temps d'application plus longs qui favorisent les réactions purement thermiques, la quantité d'huile étant importante par rapport à l'aliment.

I.3.3.3. Moyens de protection des huiles

I.3.4. Modes de conservations des huiles

La température et la luminosité peuvent accélérer l'oxydation des huiles alimentaires, il est conseillé de conserver les huiles à l'abri de la lumière mais également loin de toutes sources de chaleur voire même au réfrigérateur. De limiter la présence d'oxygène est également une action protégeant les plus fragiles telles que l'huile de lin, qui est conditionnée dans une bouteille sous atmosphère inerte à savoir du diazote (N₂), ainsi tant que la bouteille n'est pas ouverte il n'y a pas de présence d'oxygène provenant de l'air ambiant (**Dagmey, 2020**).

I.3.5. Formulations industrielles

Au niveau industriel, les moyens de conservation ne suffisent pas toujours à améliorer considérablement la protection des huiles. Des projets de recherche se sont alors penchés sur de nouvelles formulations pour augmenter la stabilité oxydative des huiles brutes ou protéger les acides gras indispensables (**Dagmey, 2020**). Par exemple la formulation de margarine enrichie en oméga-3, 6 et 9 (**Patel et al., 2016 ; Dagmey, 2020**). Une autre formulation un mélange d'huiles afin de concourir à une composition lipidique plus qu'intéressante pour les consommateurs tout en montrant une stabilité correcte (**Dagmey, 2020**). D'autres techniques, comme les procédés d'encapsulation des huiles se sont développés principalement afin de les protéger des conditions extérieures (oxydation, lumière) (**Ozbek et Ergonul, 2017 ; Khairullah Mohammed et al., 2022**).

I.3.6. Ajout d'antioxydants

Un antioxydant est une espèce chimique qui possède la capacité d'inhiber ou simplement ralentir l'oxydation d'une autre espèce chimique. Ces molécules sont donc capables d'accroître la stabilité des huiles. Certaines huiles vont être naturellement riches en molécules antioxydantes. Actuellement, l'industrie alimentaire s'oriente vers la substitution de l'application de produits synthétiques par des antioxydants naturels, considérés comme moins nocifs. Plusieurs études ont proposé des alternatives naturelles au BHA (butylated hydroxyanisole) et au BHT (butylated hydroxytoluene) pour améliorer efficacement la stabilité lipidique de l'huile de soja. Parmi les antioxydants naturels d'origine végétale, les polyphénols (**Carocho et al., 2018 ; Tinello et al., 2020 ; Vidal et al., 2022**).

II. Généralités sur la caroube

II.1. Description botanique

Le caroubier est un arbre de la famille des Fabacées (Légumineuses ou cesalpiniacées), originaire des régions méditerranéennes (Figure 1A) (Boullard, 1997 ; Balaban, 2004). C'est une essence thermophile d'une hauteur pouvant atteindre 15 m, d'un tronc épais et tordu, l'écorce brun et rugueuse.

Les Feuilles (Figure 1B) sont composées de 5 folioles ovales, coriaces, d'un vert sombre, luisantes sur la face dorçalle légèrement échancrées et plus pales sur la face ventrale (Boullard, 1997 ; Benzager-Beauquesne et al., 1990 ; Rejeb et al., 1991). Les fleurs (Figure 2A) sont d'une couleur vert rougeâtre dépourvues de corolle, la floraison débute à la fin de l'été à l'automne (juillet à octobre novembre selon le climat) (Morton, 1987 ; Batlle et Tous, 1997). Les Fruits appelées caroube sont des gousses pendantes d'un brun chocolat à maturité dure et luisante, renfermant des graines (Figure 2B) (Batlle et Tous, 1997 ; Fintelman et Weiss, 2004) ovoïdes, sinueuses sur le bord, séparées les unes des autres par des cloisons pulpeuses, la pulpe jaune pâle contenue dans les gousses est farineuse et sucrée à maturité (Lizardo et al., 2002 ; Makris et Kefalas, 2004).



B)

Figure 1.A) Arbre de caroubier **B)** Feuilles du caroubier (Photos prises à Imezayen Bejaia).



Figure 2 : A) Fleurs de caroubier ;(Sbay, 2008) B) Gousses mures (photo prise à Imezayen)

II.2. Composition chimique

Le fruit de la caroube est un mélange complexe de métabolites primaires et secondaires avec la présence de sucres et de fibres étant caractéristiques de ces fruits, suivis d'une grande diversité de polyphénols (tableau 01 en annexe), de nombreux minéraux et acides aminés peuvent être également présents. La pulpe et les graines sont les deux principaux constituants de la caroube et représentent respectivement 90% et 10% de son poids total (**Goulas et al, 2016 ; Mekhoukhe et al., 2018 ; Van Rijs et Fogliano, 2020**).

II.3. Polyphénols de la caroube

Les composés phénoliques constituent un groupe de substances variées et ubiquistes largement présentes dans le règne végétal. Bien qu'étant très diversifiés, Parmi ces substances ; les flavonoïdes, les tanins les dérivés phénylpropanoïdes tels que les lignines, les esters et amides hydroxybenzoïques, les stilbènes, les coumarines, les acides hydrox benzoïques, les xanthones et de nouveaux composés sont identifiés continuellement (**Hopkins, 2003; Georgé et al., 2005 ; Goulas et al., 2016**).

Plusieurs études ont été consacrées à l'analyse des polyphénols de la caroube principalement la pulpe. La teneur et la composition en polyphénols diffèrent d'un auteur à un autre, dépend fortement des méthodes génétiques, environnementales et d'extraction. **Novotni et al. (2011)** ont rapporté que les composés phénoliques peuvent être soit libre, lié ou soluble sous formes conjuguées. **Dubravka et al. (2014)** ont révélé que la majorité des polyphénols de

caroubes sont covalentes, liées aux fibres alimentaires. De plus, le germe de caroube et la graine sont également une source de composés phénoliques (**Durazzo et al., 2014**).

En effet, une gousse de caroube contient en moyenne 2 à 20% de composés phénoliques (**Owen et al., 2003 ; Makris & Kafals 2004**), plusieurs structures ont pu être identifiées et leurs teneurs définies (Tableau 01 en annexe). **Owen et al. (2003)** ont identifié principalement dans la pulpe de caroube ; les dérivés de quercétine et de kaempférol, tanins condensés et acides phénoliques. La teneur en tanins condensés des gousses de caroube se situe entre 16% et 20% de la masse sèche (**Würsch et al., 1984 ; Saura-Calixto, 1988**).

Partie pratique

III. Matériels et méthodes

III.1. Plan de travail

Ce présent travail portera sur l'enrichissement d'échantillon d'huile de soja provenant du complexe CEVITAL avec des extraits phénoliques de pulpe de caroube à différentes concentrations. L'objectif est de pouvoir suivre sa stabilité et de réaliser une étude comparative avec des échantillons d'huile sans traitement et une autre après friture. Les manipulations effectuées sur les différents échantillons préparés ont été réalisé au niveau de CEVITAL et au niveau du laboratoire de recherche L3BS de l'université de Bejaia.

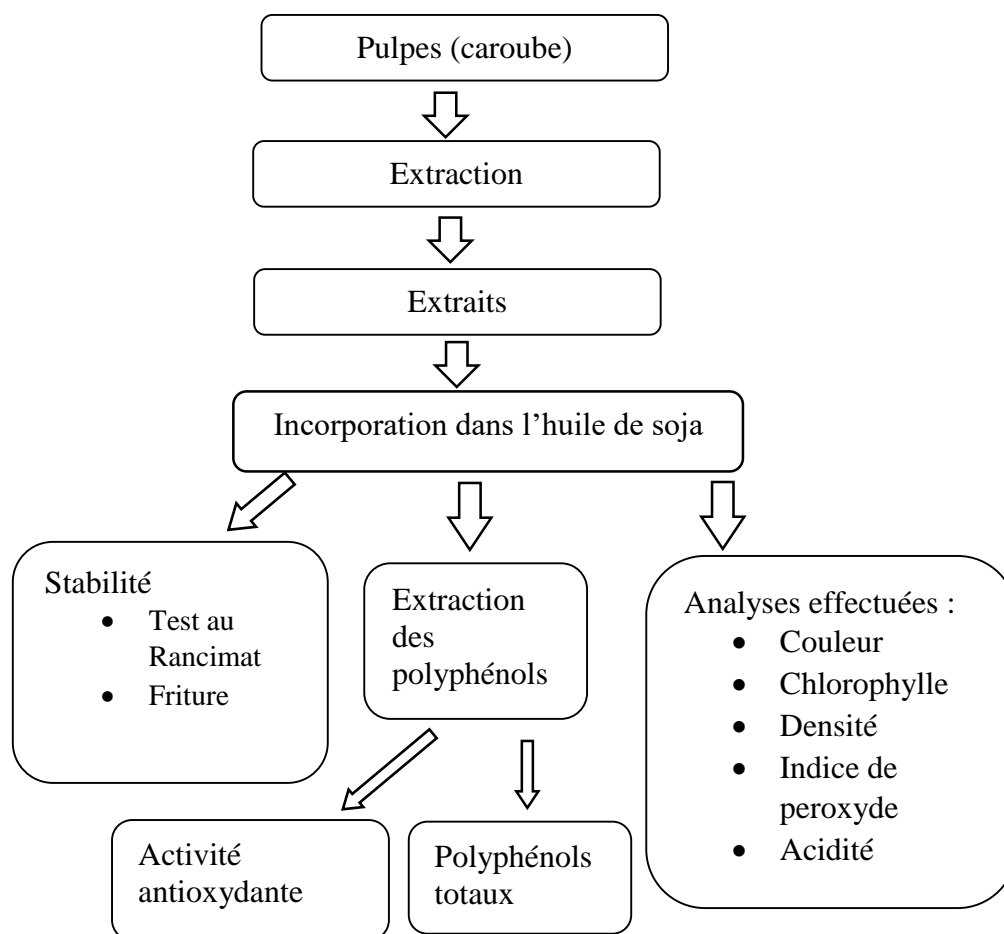


Figure 3 : Plan de travail.

III.2. Matériel végétal

III.2.1. Préparation de la matrice végétale

Le matériel végétal utilisé pour l'enrichissement est constitué de pulpe de caroube de l'espèce *Ceratonia siliqua*. (Figure. 4) qui provient de la région d'Imazayen (PK17), située au Nord-est de la wilaya de Bejaïa commune de Boulimat (wilaya de Bejaïa) latitude : 36°48'17'', longitude : 4°66'12'' Algérie. La récolte a été effectuée au mois d'Aout 2021.



A)



B)

Figure 4 : A) Photographie des fruits (gousses) ; B) Photographie de pulpes découpées

Les gousses ont été lavées, séchées à l'ombre pendant plus de 3 semaines, les graines ont été ensuite séparées des pulpes. Les pulpes ont été récupérées, concassées (Figure 4) et broyées, la poudre obtenue a été tamisée puis conservée pour extraire les composés phénoliques.

III.2. Huile utilisée pour l'enrichissement

Dans cette étude l'huile utilisée est une huile de soja qui provient du complexe CEVITAL Bejaia (au niveau de la raffinerie chaine de production), le prélèvement a été effectué le 18/04/2022.

III.2.1. Enrichissement de l'huile de soja avec les extraits phénoliques

L'enrichissement de l'huile de soja a été effectué en utilisant trois concentrations d'extraits phénoliques de pulpe de caroube (50, 100 et 150 ppm). La quantité de l'huile correspondante pour chaque concentration est de 200g.

III.3. Evaluation de la stabilité oxydative des huiles analysées

III.3.1. Suivi des produits secondaires volatils (test Rancimat)

Le suivi des produits secondaires volatils de l'oxydation a été réalisé par détermination de l'indice de stabilité oxydative (OSI) par le Rancimat. C'est l'une des méthodes accélérées développées pour évaluer la résistance des huiles alimentaires à l'oxydation. Ce test est aujourd'hui très populaire et fréquemment exploité en raison de sa facilité d'utilisation et de sa reproductibilité (Gharby *et al.*, 2016 ; Bar *et al.*, 2021 ; Palomares et Donis-Gonzalez, 2021).

- **Principe**

La méthode d'oxydation accélérée Rancimat consiste à exposer l'échantillon d'huile à une température élevée constante (entre 50 et 200 °C), et à un flux d'air (entre 1 et 25 L·h⁻¹) afin de garantir un apport en oxygène suffisant pour induire rapidement l'oxydation des lipides. Les produits d'oxydation facilement volatils (en grande partie de l'acide formique) sont transférés à l'aide d'un écoulement d'air dans le récipient de mesure où ils sont ensuite absorbés dans la solution de mesure (eau distillée). Lors de l'enregistrement continu de la conductivité de cette solution de mesure, on obtient des courbes d'oxydation, dont le point de cassure est connu à l'instar « le temps d'induction », ce dernier représente une mesure significative pour la stabilité à l'oxydation du produit analysé.

- **Mode opératoire**

Une prise d'essai de 3g d'échantillons d'huiles testés est introduite dans un tube de mesure. Chauffer à une température de 98°C et soumettre à un flux d'air de 10 L/h pendant la totalité du temps de l'analyse. Les composés volatils libérés pendant le processus de dégradation sont rassemblés dans un récipient contenant 60 mL d'eau distillée. Le logiciel du système de Rancimat permet d'évaluer les courbes résultantes automatiquement (ISO 6889, 2009).

III.3.2. Test de friture

III.3.2.1. Conduite expérimentale

- **Choix de l'huile**

Le choix est porté sur une huile végétale « soja » produite par le complexe CEVITAL (chaîne de production de raffinerie), et un autre échantillon d'huile de soja qui a subi un enrichissement avec des extraits des principes actifs de pulpes de caroube. L'huile enrichie choisie présente une concentration de 100ppm.

- **Choix de l'aliment à frire**

La pomme de terre a été choisie dans cette étude pour différentes raisons : c'est un aliment de large utilisation en friture domestique et collective ; il est facile à découper en différentes formes

géométriques (Mignolet, 2007). Les tubercules de pomme de terre ont été épluchés manuellement, lavées et découpées à l'aide d'une coupeuse manuelle (un mélangeur à haut cisaillement à 3000 Tr/min pendant 10 min. Les dimensions des frites ont été mesurées soigneusement afin de maintenir la surface de contact entre l'oxygène atmosphérique et l'huile aux cours des fritures stable et uniforme. Ensuite, séchées avec du papier absorbant et pesées avant de les frire (figure 5 a). Cette opération est répétée tout au long des essais de friture. Le rapport quantité de pomme de terre/volume d'huile est maintenu constant durant toute la friture.

- **Procédure de friture**

Dans le but de stabiliser la température de friture, un mode de chauffage électrique par l'utilisation d'une friteuse (figure 5 b). Elle est de contenance de 2,5 L, de longueur 27,5cm et de largeur 21,5 cm, profondeur de 14 cm. Elle comporte un couvercle amovible, un thermostat, dotée d'une minuterie et d'un panier de capacité de 1Kg de frite fraîche. Les essais de friture ont été réalisés au niveau du laboratoire de recherche du complexe CEVITAL. Les conditions expérimentales fixées durant toute cette expérimentation sont portées dans le tableau II.



a)



b)

Figure 5 : Photographie : a) Friteuse utilisée ; b) Bâtonnets de frites préparés

Tableau II : Conditions expérimentales des essais de fritures.

Test de friture	Conditions expérimentales
Type de friture	Friture en continue
Nombre de fritures	10
Température fixée	180 °C
Durée de friture	5 minutes
Temps entre deux fritures	/
Rapport pomme de terre/huile	100g/L
Forme des tranches de pomme de terre	Bâtonnets
Volume de l'huile utilisé	2,5 L
Nombre d'échantillons témoins	3 échantillons

III.4. Analyses physicochimiques

III.4.1. Couleur (ISO 15305, 1998)

- **Principe**

La détermination de la couleur est effectuée par un colorimètre automatique « LOVIBON » constitué de deux séries de lames colorées : jaune et rouge, il consiste à faire une comparaison entre la couleur de la lumière transmise à travers une couche de graisse liquide et la couleur de la lumière provenant de la même source, transmise à travers des lames colorées standardisées.

- **Mode opératoire**

Une cuve en verre de LOVIBOND a été remplie par un échantillon d'huile chauffée ensuite elle a été placée dans le colorimètre. La couleur de l'échantillon a été déterminée par une comparaison avec les lames de couleur standard.

- **Expression des résultats**

Les résultats s'expriment en termes de nombre d'unités jaune et rouge nécessaires pour

L'obtention de la couleur correspondante. Les valeurs de la couleur sont données comme suit
X et Y sont les valeurs du jaune et du rouge pour étalonner. Z et f les valeurs du jaune et du rouge d'huile La couleur de l'huile : jaune =z-y ; Rouge =f-y

III.4.2. Chlorophylles (AOCS, 2011)

- **Principe**

La teneur en chlorophylle est mesurée par dosage spectrométrique, cette méthode est applicable aux huiles neutralisées et blanchies mais ne l'est plus aux huiles hydrogénées, désodorisées et aux produits finis car dans ces huiles traitées le maximum d'absorption ne se produit pas à 670 nm.

- **Mode opératoire**

Un essai à blanc a été effectué par remplissage de la cuve en quartz de tétrachlorure de carbone CCl₄ (témoin) et lecture de l'absorbance du blanc à 400nm, après rinçage de la cuve, elle a été remplie d'huile chauffée au voisinage de 30°C. Les absorbances de l'huile par rapport au tétrachlorure de carbone sont lues à 630, 670 et 710 nm.

- **Expression des résultats**

$$\text{Chlorophylle en ppm} = \frac{A_{670} - (A_{630} + A_{710})/2}{0,1086 \times L} \quad \text{où}$$

A ; Absorbance à la longueur d'onde indiquée

L : Longueur de la cuve en cm.

III.4.3. Densité (ISO 6883, 2007)

- **Principe**

Les huiles fortement acides ont une densité inférieure à celle des huiles neutres correspondantes, aussi les acides gras ont une densité inférieure à celle de leurs glycérides.

Mode opératoire

Mette environ 400mL d'huile préalablement filtrée sur sulfate de sodium, plonger le densimètre avec un thermomètre dans une éprouvette et attendre qu'il se stabilise. Lire directement la densité sur le densimètre ainsi que la température au moment de la lecture.

- **Expression des résultats**

$$DT' = DT + 0,00069(T - T')$$

Où :

DT : Densité lue directement sur le densimètre à la température de mesure

DT' : Densité du produit lue à 20°C

T : Température lue sur le thermomètre

T' : Température lue à 20°C

0,00069 : Facteur de correction

III.4.4. Indice de peroxyde (ISO 3960, 2007)

- **Principe**

Le principe de la méthode repose sur le traitement d'une prise d'essai huile en solution d'acide acétique et du chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI). Le titrage d'iode libéré

se fait par une solution de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré selon la réaction suivante.



- **Mode opératoire**

Dans un erlenmeyer, un mélange a été préparé contenant 5g d'huile, 12 mL de chloroforme 18 mL d'acide acétique et 1 mL d'iodure de potassium (KI saturé). Après agitation pendant une 1 min et repos pendant 5 min à l'obscurité, 75 mL d'eau distillée et quelques gouttes d'empois d'amidon ont été additionnés au mélange précédent. Après homogénéisation de ce dernier, On procède à un titrage par une solution de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) (0,01 N) jusqu'à ce qu'elle soit transparente. Parallèlement, un essai à blanc (sans huile) a été effectué.

- **Expression des résultats**

$$\text{IP} = \frac{(\text{V}_1 - \text{V}_0) \times \text{N} \times 1000}{\text{M}}$$

IP = Indice de peroxyde mgO_2/Kg

V0 : Volume thiosulfate de sodium en ml utilisé pour le blanc

V1 : Volume de thiosulfate de sodium en ml utilisé pour l'essai

N : Normalité de thiosulfate de sodium (0,01N)

M : Masse de la prise d'essai en g

III.4.5. Indice d'iode (ISO 3961, 1996)

- **Principe**

Il s'agit d'ajouter à une prise d'essai, une solution de mon chlorure d'iode dans un mélange formé d'acide acétique et de tétrachlorure de carbone. L'excès de mon chlorure d'iode est déterminé par addition d'iodure de potassium et d'eau en titrant l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium. Cette réaction d'addition est utilisée pour déterminer qualitativement l'insaturation des corps gras.

- **Mode opératoire**

Une masse (0,2g) d'huile a été mise en contact avec 15 mL de tétra chlorure de carbone. Un volume du réactif de wijs (25mL) a été additionné, après agitation et incubation à l'obscurité pendant 1 à 2h une solutions (20 mL) d'iodure de potassium à 10% et environ 150 mL d'eau distillé ont été ajoutés. Titrer rapidement avec la solution de thiosulfate de sodium à 0,1 N jusqu'à ce que la solution soit légèrement jaunâtre, ajouter par la suite 1mL de solution

d'empois d'amidon et poursuivre le titrage jusqu'à la disparition de la couleur bleu et la solution devienne alors transparente. Faire un essai à blanc dans les mêmes conditions

- **Expression des résultats**

$$\text{Indice d'iode (II)} = \frac{(V_0 - V_1) \times 1,269}{P}$$

V₀ : Volume de thiosulfate dépensé pour le blanc en ml

V₁ : Volume de thiosulfate dépensé pour l'essai en ml

P : Prise d'essai en g

III.4.6. Acidité (ISO 660, 2009)

- **Principe**

Cette méthode consiste à une neutralisation des acides gras par une base (solution de NaOH) en présence de phénol phtaléine comme indicateur coloré.



- **Mode opératoire**

Un volume d'alcool (éthanol) a été neutralisé (75 mL) en présence de phénolphtaléine. Puis on pèse 10g d'huile, chauffer et agiter le mélange pendant 1 min jusqu'à dissolution de l'huile, titrer par une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) à 0.1N jusqu'à une coloration rose persistante.

- **Expression des résultats**

$$A\% = \frac{N \times V \times M}{10 \times P}$$

A : Acidité en %

N : Normalité de NaOH (0,1N)

V : Volume de NaOH nécessaire pour la neutralisation en ml.

P : Prise d'essai en g

M : Masse molaire d'acide oléique (282 g/mol).

III.5. Dosage des composés phénoliques

III.5.1. Extraction

Pour extraire les principes actifs des échantillons analysés, une extraction de type liquide-liquide a été utilisée d'après le protocole de **Guemghar et al. (2020)**. 2,5g d'huile ont été mis en contact avec 5mL d'hexane (99%) et 5mL de éthanol /eau (6/4, v/v) sous agitation pendant

2 min. Le mélange a été centrifugé pendant 10 min à 3500 tr/min, la fraction polaire a été récupérée tandis que la partie apolaire (hexane) a subi un épuisement. Les fractions obtenues ont été mélangées et conservées à 4°C et à l'abri de la lumière.

III.5.2. Détermination de la teneur en polyphénols totaux

- **Principe**

La réaction est basée sur la réduction en milieu alcalin de la mixture d'acide phosphotungstique ($H_3PW_{12}O_{40}$) et d'acide phosphomolybdique ($H_3PMo_{12}O_{40}$) du réactif de Folin-Ciocalteu par les groupements oxydables des composés phénoliques, conduisant à la formation de produits de réduction de couleur bleue oxydes bleus de tungstène (W_8O_{23}) et de molybdène (Mo_8O_{23}), dont l'intensité est proportionnelle à la quantité de polyphénols présents dans l'échantillon (**Ribéreau-Gayon, 1968**).

- **Mode opératoire**

L'estimation de la teneur en polyphénols totaux a été effectuée selon la méthode de **Taga et al. (2013)** avec quelques modifications : 100µL d'extraits sont additionnés de 100µL de Folin-Ciocalteu à (1N) et Na_2CO_3 à (7,5%), après agitation, le mélange a été incubé pendant 30min à température ambiante, puis la lecture est réalisée au moyen d'un spectrophotomètre (UV-visible) à une longueur d'onde de 750 nm après avoir réalisé un balayage de 800-400nm. La concentration en polyphénols totaux a été déterminée à partir d'une courbe d'étalonnage (figure 13 en annexe) réalisée avec de l'acide gallique et exprimée en milligramme d'équivalent acide gallique par gramme de matière sèche (mg EAG/g MS).

III.5.3. Evaluation de l'activité antioxydante

III.5.3.1. Activité scavenger au radical DPPH°

- **Principe**

Le DPPH (2,2-Diphényl-1-picrylhydrazyl) est pratiquement le radical libre le plus stable, en Solution (méthanol ou éthanol) il est caractérisé par une couleur violette dont l'intensité est mesurée à 515-518 nm. En présence d'un donneur d'hydrogène et d'électron, le DPPH· est réduit à la forme non radicalaire de couleur transparente (forme d'hydrazine). Ce passage de la première forme à la deuxième est accompagné d'une diminution de l'absorbance qui peut s'exprimer par le pourcentage de réduction du DPPH· (**Blois, 1958 ; Brand-Williams et al., 1995 ; Baliyan et al., 2022**).

- **Mode opératoire**

La capacité de piégeage des radicaux libres des l'extraits est évaluée par la méthode décrite par **Alam et al. (2013)** avec quelques modifications. 200 µL d'extrait sont additionné à une solution méthanol DPPH· (0,5 Mm). Après agitation et incubation pendant 30min à l'obscurité et à température ambiante, l'absorbance est lue à une longueur d'onde de 517 nm. Un control est préparé en parallèle en remplaçant l'échantillon par une solution méthanolique DPPH·. Le pourcentage d'inhibition du radical est calculé comme suit :

$$\text{Le pourcentage d'inhibition du DPPH· \%} = \frac{(A_{av} - A_{ap})}{A_{av}} \times 100$$

Aav : Absorbance avant la réaction

Aap : Absorbance après la réaction.

III.5.3.2. Analyses physicochimiques

Toutes les analyses physicochimiques réalisées auparavant sur l'huile de soja enrichie et non enrichie ont été effectuées sur l'huile de friture à l'instar la couleur, densité, acidité, IP, II, et Chlorophylles.

III.6. Paramètres organoleptiques de l'huile et des frites au cours de fritures

Pendant la friture, une évaluation de certains paramètres organoleptiques a été effectuée au cours de friture (à partir de la première jusqu'à la dixième friture) à savoir la couleur du bain d'huile, la couleur de la frite, l'odeur, le goût de la frite, projection de l'huile et les composés polaires.

III.7. Détermination de la teneur des composés polaires

Cette procédure consiste à contrôler les huiles sur le terrain à l'aide du testeur d'huile. A ce titre, il y a lieu de préciser que l'article 30 de la loi 09-03 du 25 février 2009 relative à la protection du consommateur et à la répression des fraudes, autorise l'utilisation d'instruments de mesure pour effectuer ce type d'analyse sur le terrain. (Cet instrument permet de déterminer le taux des composés polaires issus de la dégradation des huiles de friture provoquée par la chaleur).

- **Principe**

Le testeur d'huile de friture OptiFry MIROIL (figure 9 en annexe) détermine aisément, rapidement et de manière fiable la qualité des huiles de friture. Pour cela, il mesure les composés polaires (CP) dans l'huile et les indique en %.

- **Mode opératoire**

Insérez le testeur dans le bain d'huile, en s'assurant que le niveau d'huile est au-dessus de la profondeur d'immersion minimale, mais ne dépasse pas la ligne «MAX» sur la tige de la sonde. Lire directement le taux des CP sur l'écran de l'appareil en %.

III.8. Analyse statistique

Toutes les données représentent la moyenne de trois essais. Pour le traitement des données une étude statistique a été réalisée en utilisant une analyse de la variance (ANOVA), un test de LSD de Fisher à l'aide d'un logiciel STATISTICA 7.1. Le degré de signification des résultats est pris à la probabilité $p < 0,05$.

IV. Résultats et discussion

IV.1. Paramètres physico-chimiques des échantillons d'huile de soja

Les résultats des analyses physicochimiques des différents échantillons d'huile de soja analysés (huile enrichie (HE) huile non enrichie (HNE) et huile de friture enrichie (HFE) sont représentés dans le tableau III :

Tableau III : Analyses physico-chimique de l'huile de soja

Paramètres Types d'huiles	Couleur		Chlorophylles ppm	Densité g/mL	IP méq O2/kg	II g/100g	Acidité % d'acide oléique
	Jaune	Rouge					
HNE	12 ± 0,03	1,2 ± 0,01	0	0,920 ± 0,01	0	129 ± 0,01	0,03± 0,01
HE	02 ± 0,03	0,3 ±0,01	0,31± 0,01	0,920 ± 0.01	0	129 ± 0,01	0,03± 0,01
HFE (5eme cycle)	3,6 ± 0,03	0,9 ± 0,02	0,26 ± 0,01	0,920 ± 0.01	2 ± 0,02	129 ± 0,01	0,05± 0,01
HFE (10eme cycle)	04 ± 0,01	01 ± 0,01	0,27 ± 0,01	0,920 ± 0.01	3 ± 0,02	129 ± 0,01	0,05± 0,01
Normes	16	1,6	0-8	0,919-0,925	10	124-139	0,3 Max

IV.1.1. Détermination de la couleur

La couleur est l'une des propriétés physiques la plus importante des huiles alimentaires. Elle est utilisée pour évaluer la qualité ou le niveau de dégradation des produits (Kiliç *et al.*, 2007 ; Ayodeji *et al.*, 2016). C'est une fonction de la capacité de la substance à absorber et à émettre de la lumière (Ayodeji *et al.*, 2016).

Au vu des résultats (Figure 6), nous constatons que la couleur des huiles varie selon le type d'huile testé. La couleur unité jaune et rouge de HNE est plus importante ($12 \pm J$ et $1,2 \pm R$), suivie par les huiles HF (5eme et 10eme cycle) et enfin HE respectivement avec $3,6 \pm -0,9 \pm$; $4 \pm -1 \pm$; et $2 \pm -0,3 \pm J$ et R respectivement. Ces résultats sont conformes aux normes établies par l'entreprise qui sont de 16 pour l'unité jaune et 1,6 pour l'unité rouge. Les résultats obtenus pour l'huile de soja non enrichie sont similaires avec ceux obtenus par Fengxia *et al.* (2001) et par Syed *et al.* (2019).

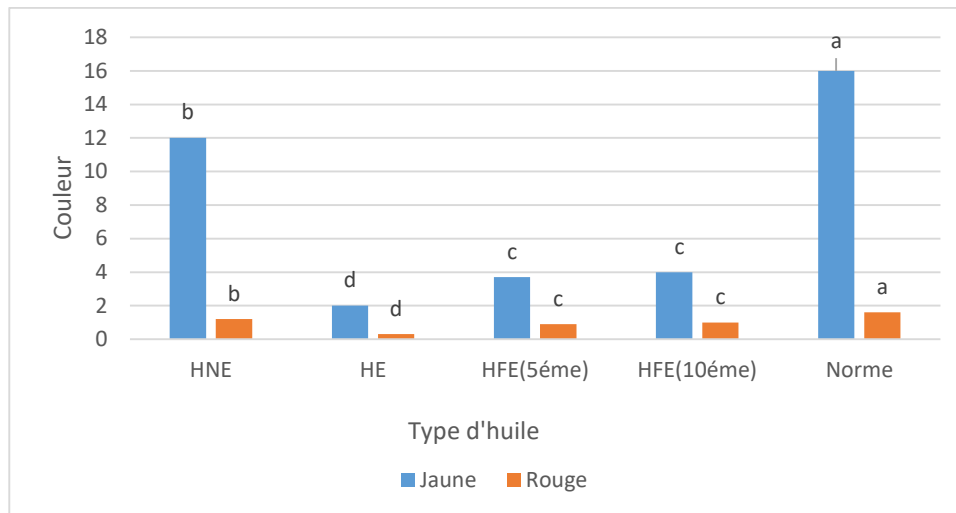


Figure 6 : Résultats de la détermination de la couleur des huiles testées

*Chaque valeur représente la moyenne \pm l'écart type (n=3)

Au cours de la friture, la couleur s'accroît avec l'augmentation du nombre de fritures. En plus la vitesse de formation de la couleur peut être influencée par le type d'aliment frit. Par exemple, les pommes de terre contribuent peu à la couleur de l'huile pendant la friture, alors que d'autres à l'instar les produits dont les composés peuvent être introduits dans l'huile tels les hydrates de carbone (amidon, protéines...) sont habiles à interagir avec l'huile en modifiant sa couleur (Frank et al., 2007 ; Ghazali et al., 2009).

D'après Pokorny (2003) ; Frank et al. (2007), cette modification est en grande partie tributaire à des réactions dites de brunissement non enzymatique ou réactions de Maillard des huiles de friture. Au cours de ces réactions, une panoplie de produit intermédiaires, appelés produits d'Amadori ou pré-mélanoïdines, sont rapidement polymérisés formant des molécules de couleur foncée (mélanoïdines).

L'intensité de la couleur d'huiles végétales, pour la plupart est éliminée lors du raffinage (décoloration et désodorisation). Généralement les huiles végétales dont l'intensité de la couleur est claire, sont reconnues pour être plus engageantes de point de vue commercial (Syed et al., 2019).

IV.1.2. Détermination de la chlorophylle

L'intensité de la couleur des huiles végétales est liée à la présence de différents pigments tels que la chlorophylle et les caroténoïdes qui sont efficacement éliminés lors de l'étape de transformation (dégommage, raffinage et surtout blanchiment) de l'huile (Anwar *et al.*, 2016). Les résultats obtenus dans cette étude (Figure.7) montrent que, HE et HFE détiennent les teneurs les plus élevées en chlorophylle avec $0,27 \pm 0,31 \text{ ppm}$ respectivement, alors que HNE présente 0 ppm de chlorophylle. Sachant que les valeurs obtenues sont conformes aux normes exigées par l'entreprise CEVITAL qui sont entre 0 à 8 ppm.

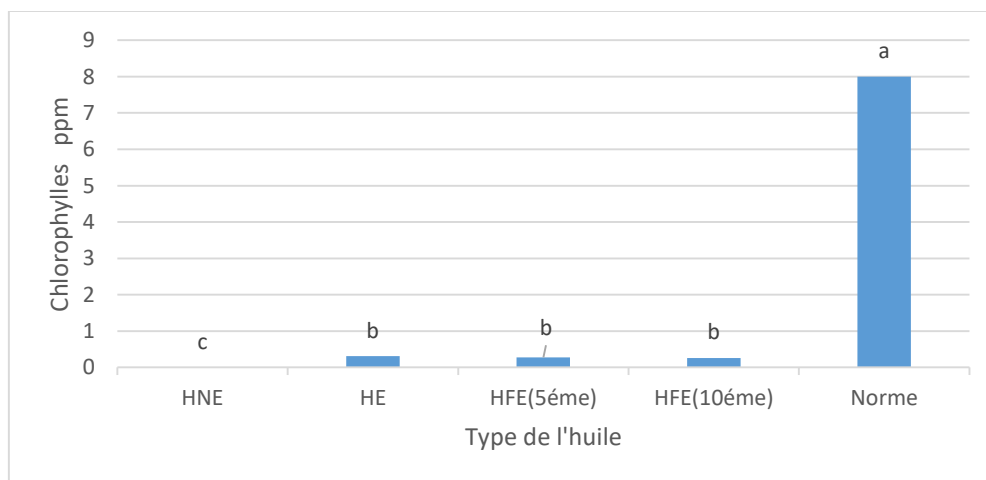


Figure 7 : Teneur en chlorophylles des huiles testées

*Chaque valeur représente la moyenne \pm l'écart type (n =3)

IV.1.3. Détermination de la densité

La densité est un facteur important qui influence l'absorption d'huile car elle affecte le taux de drainage après friture ainsi que le taux de transfert de masse lors de la phase de refroidissement de la friture (Sahasrabudhe *et al.*, 2017).

Les résultats obtenus de la détermination de la densité (Figure.8) indiquent qu'il y a aucune différence significative à $P < 0,05$ entre les différents échantillons d'huiles testés. La valeur obtenue de la densité elle est de $0,920 \text{ g/mL}$, cette valeur est conforme aux normes exigées par le complexe CEVITAL.

Dans cette présente étude les données obtenues pour les échantillons d'huiles testés montrent une différence relative avec ceux d'Anwar *et al.* (2016) qui ont énoncé une teneur de $0,8701 \text{ g/cm}^3$. Cette différence peut être attribuée à des variations écologiques et génétiques.

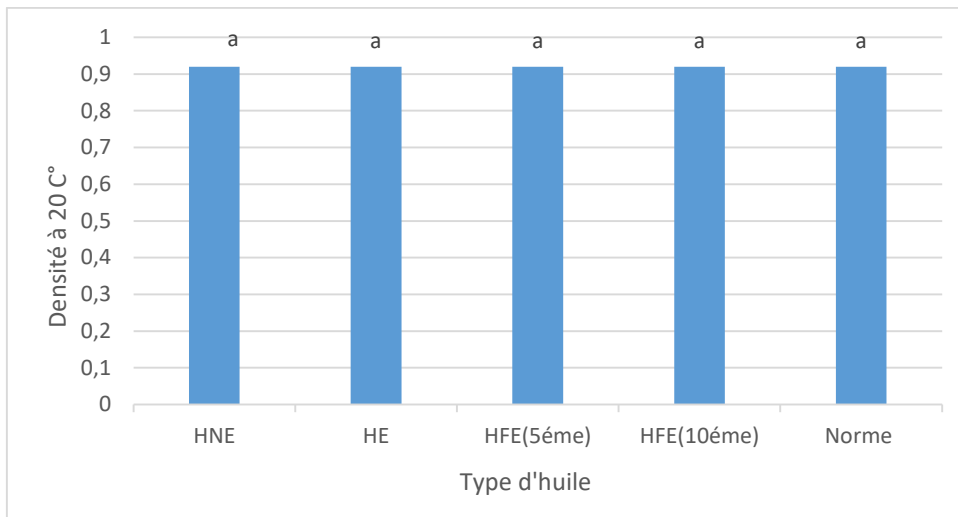


Figure 8 : Densité des huiles analysées

*Chaque valeur représente la moyenne \pm l'écart type (n =3)

IV.1.4. Détermination de l'acidité

L'acidité peut être déterminée par titrimétrie et peut être exprimée en pourcentage massique d'acide laurique, palmitique, érucique ou oléique selon l'origine de l'huile. Cette méthode est largement utilisée pour les huiles raffinées et présente une bonne répétabilité (Varona et al., 2021).

Au vu de la (Figure.9), nous notons que, les valeurs de l'acidité des huiles analysées sont presque similaires. Elles varient entre $0,03\pm$ à $0,05\pm$ % d'acide oléique. L'acidité la plus élevée est observée au niveau de HFE (5 et 10 -ème cycle) $0,05\pm$, alors que la moins importante est obtenue au niveau des échantillons HE et HNE avec $0,03\pm$ % d'acide oléique. Les données obtenues sont conformes aux normes exigées par le complexe CEVITAL qui sont de 0,3% max.

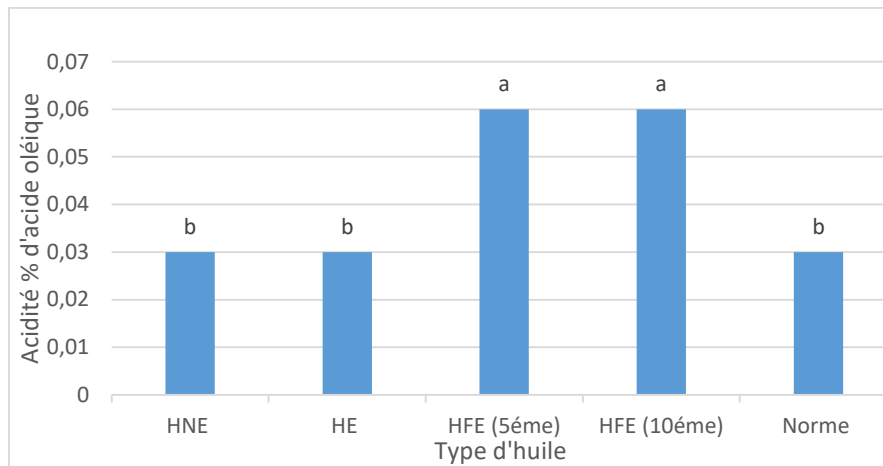


Figure 9 : Teneur en acidité des huiles testées

*Chaque valeur représente la moyenne \pm l'écart type (n =3)

Ces résultats sont en accord avec ceux révélés par **Ghaly et Al- Khamissi (2021)** au niveau des huiles de soja Egyptienne avant friture avec 0,03%, en contrepartie, ces mêmes auteurs constatent qu'après procédé de friture l'acidité de cette huile s'accroît avec le temps (0,111% après 1h). Alors que **Wang et al. (2013)** rapportent des valeurs plus éminentes au niveau de plusieurs échantillons d'huiles de soja chinoise 0,03-1,01% avant friture.

Sachant que l'acidité reflète le niveau d'acides gras libres dans l'échantillon d'huile (**Novidzro et al., 2019 ; Ghaly et Al- Khamissi (2021)**), c'est un indicateur capital d'altération des huiles (**Sayyed, 2017 ; Zula et al., 2022**). Au cours de la friture, l'huile subit des changements thermiques et oxydatifs, entraînant la formation de sous-produits, ce qui affecte ses propriétés nutritionnelles et sensorielles (**Zula et al., 2022**).

Les faibles valeurs d'acidités obtenues prouvent la faible quantité d'acides gras libres des huiles testées. Une légère augmentation a été observée lors de la 5 -ème et 10 -ème cycle de friture, qui est probablement tributaire d'après **Sayyed (2017)** à certains changements hydrolytiques, mais ce processus n'a pas eu d'impact significatif sur la qualité des huiles testées.

IV.1.5. Détermination de l'indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est un indicateur de l'ampleur de l'oxydation initiale dans les huiles et les graisses. Il est très utilisé pour mesurer les produits primaires d'oxydation, les hydroperoxydes qui peuvent être dégradés en une gamme complexe de produits secondaires (**Ghaly et Al- Khamissi , 2021 ; Wroniak et al., 2021 ; Bhourri et al., 2022**).

Les résultats obtenus de l'IP (figure. 10) indiquent une différence significative à $P < 0,05$ entre les huiles testées. Le taux de IP oscille entre 0 à 3 méq O₂ / Kg. Les huiles HFE 5 et

10ème présentent les teneurs les plus importantes qui sont 2 et 3 méq O₂ / Kg respectivement, alors que pour les échantillons HNE et HE le taux de l'IP est nul.

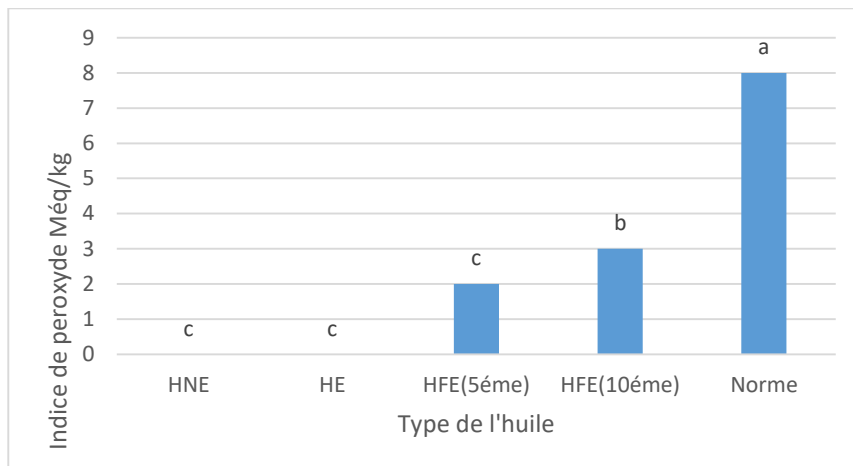


Figure 10 : Teneur en indice de peroxyde des huiles testées

*Chaque valeur représente la moyenne \pm l'écart type (n=3)

Les résultats obtenus dans cette présente étude pour HNE montrent une différence relative avec ceux d'**Syed et al. (2019)** au niveau des huiles de soja raffinées du Pakistan avec 1,8 méq O₂ / Kg, ainsi que de ceux d'**Ghaly et Al- Khamissi (2021)** qui ont retrouvé 0,86 méq O₂ / Kg, au niveau d'une huile de soja raffinée et un taux très important après 1 h de friture avec 2,1 méq O₂ / Kg.

Théoriquement, l'indice de peroxyde est influencé par la période de stockage, la température de friture et la réaction entre les échantillons d'air et d'huile (**Jurid et al., 2019 ; Zula et al., 2022**). Au cours de friture à une température de 180°C, une légère augmentation a été observée au niveau de HFE (5 et 10 -ème cycle) sachant que c'est des huiles qui ont été enrichie avec des extraits de polyphénols de pulpe de caroube. Des résultats similaires ont été rapportés par **Bhourri et al. (2022)** qui ont observé une stabilité oxydative dans une huile de maïs enrichi en extraits d'écorce de grenade après friture.

Les données obtenues sont conformes aux normes internes exigées par le complexe CEVITAL qui est de 10 méq O₂ / Kg.

IV.1.6. Détermination de l'indice d'iode

L'indice d'iode nous renseigne sur le degré d'insaturation des acides gras contenus dans une huile donnée. Il est en rapport direct avec le degré d'oxydation d'une huile (Nozidro *et al.*, 2019 ; Nduka *et al.*, 2021). Il mesure le degré d'insaturation d'une huile végétale. Il détermine la stabilité des huiles à l'oxydation et permet de déterminer qualitativement l'insaturation globale de la matière grasse (Olagunju *et al.*, 2022). Ainsi, plus une huile est insaturée, plus son indice d'iode est élevé et on se base sur cette grandeur pour évaluer la facilité de l'huile à rancir, étant donné que plus elle contiendra d'insaturations, plus elle sera sensible à l'oxygène (Nozidro *et al.*, 2019 ; Olagunju *et al.*, 2022).

Au vu de la (figure.11), nous notons qu'il y a aucune différence significative à $P < 0,05$ entre les différents échantillons d'huiles analysés. Les HNE et HN présentent un indice d'iode qui de 129g/100g. Après friture (5 et 10ème cycle), la valeur de l'indice d'iode dans l'huile enrichie reste toujours constante (129g/100g. Ces valeurs sont conformes avec les normes établies par l'entreprise qui sont 124-139.

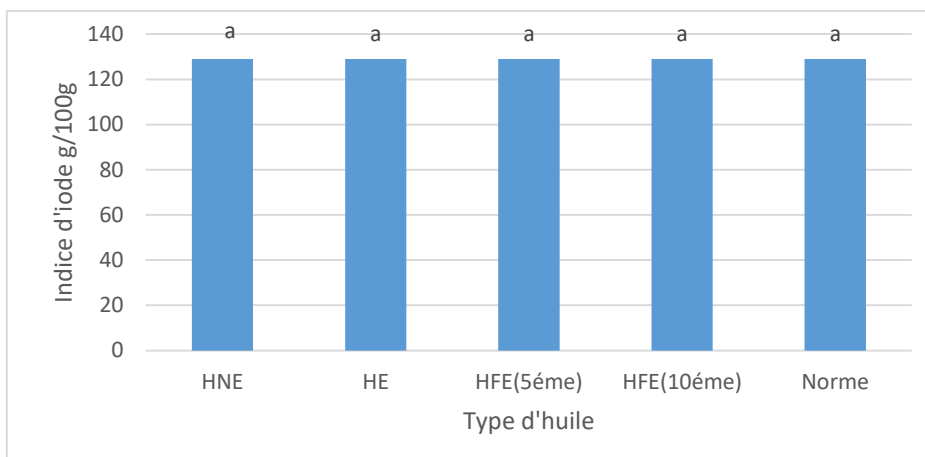


Figure 11 : Teneur en Indice d'iode de des huiles testées

*Chaque valeur représente la moyenne \pm l'écart type (n =3)

Ces résultats concordent avec ceux révélés par Chebet *et al.* (2016) au niveau d'une huile de soja non enrichie du Kenya (129g I₂/100g), mais sont légèrement élevés par rapport à ceux rapportés par Anwar *et al.* (2016) au niveau d'une huile de soja du Pakistan avec 128 I₂/100g, ainsi que de ceux Kim *et al.* (2018). Généralement l'indice d'iode au niveau d'une huile de soja est entre 122 -134g I₂/100g.

Les données obtenues pour HFE indiquent des différences relatives par rapport à ceux retrouvés par Chebet *et al.* (2016) ; Kim *et al.* (2018) au niveau d'une huile de soja non enrichie, ces derniers ont remarqué une diminution significative de l'indice d'iode après

plusieurs cycles de friture (jusqu'à 101 et 112g I₂/100g) respectivement. Plusieurs investigations énoncent que l'indice d'iode a tendance à baisser au cours de la friture, due à la destruction des doubles liaisons par oxydation et polymérisation ou de la modification des acides gras durant la friture (**Chebet et al. 2016 ; Nduka et al., 2021 ; Iranloye et al., 2021**).

Dans cette présente étude, l'indice d'iode des huiles enrichie s'est stabilisé après plusieurs cycles de friture, cette stabilisation est probablement tributaire à l'enrichissement de l'huile de soja par des extraits de polyphénols de pulpe de caroube. De nombreuses études établissent que l'enrichissement des huiles alimentaires par des extraits phénoliques naturels pourrait avoir un impact positif sur l'oxydation au cours de friture (**Ahn et al., 2008 ; Wu et al., 2019**).

IV.2. Détermination de la teneur en composés phénoliques totaux des huiles testés

Les polyphénols constituent une classe majeure des substances bioactives qui agissent comme antioxydants naturels dans les plantes (**Zhu et al., 2018 ; Kar et Bhattacharjee, 2022**). Le soja (*Glycine max*) est l'une des plantes légumineuses les plus importantes au monde (**Khosravi et Razavi, 2021**). Sachant que les isoflavones sont les polyphénols les plus abondants dans le soja. Il a été rapporté qu'il contient 12 types d'isoflavones (**Tien Le et al., 2019 ; Khosravi et Razavi, 2021**). La quantité de composés phénoliques est un facteur important lors de l'évaluation de la qualité de l'huile en raison de leur implication dans sa résistance à l'oxydation et son goût amer vif (**Makni et al., 2015**).

Les teneurs en polyphénols totaux des différents échantillons d'huiles ont été estimées en utilisant la méthode au réactif de Folin Ciocalteu et les quantités obtenues sont exprimées en mg d'équivalent acide gallique (EAG)/g de matière sèche (MS).

Les résultats (Figure.12) indiquent que l'HE présente le taux le plus important avec $18,90 \pm 0,01$ mg EAG/g MS suivie par l'HF avec $13,32 \pm 0,01$ mg EAG/g MS et enfin l'HNE avec $5,78 \pm 0,01$ mg EAG/g MS.

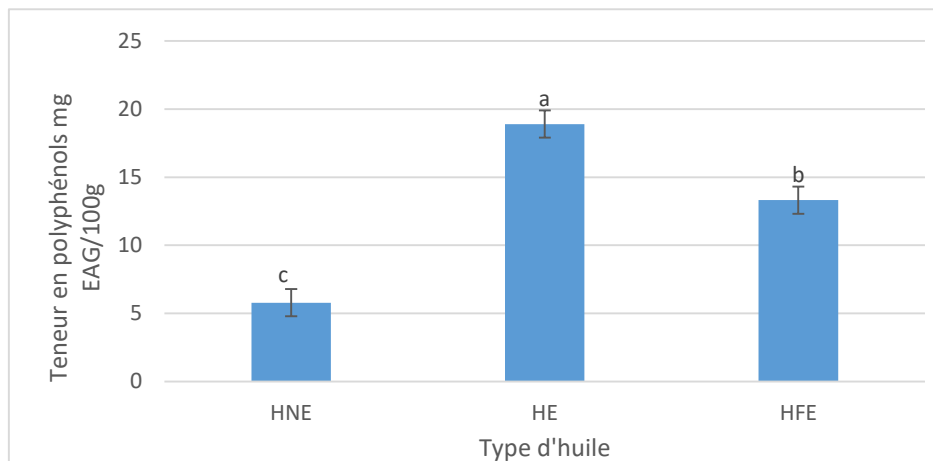


Figure 12 : Teneurs en polyphénols totaux des différents échantillons analysés

*Chaque valeur représente la moyenne \pm l'écart type (n =3)

Les données obtenues dans cette étude révèlent des fluctuations avec d'autres investigations déjà établis. Certains auteurs n'ont pu détecter aucun contenu phénolique dans l'huile de soja raffinée (**Le et al., 2007**) n'ont détecté aucun contenu phénolique dans l'huile de soja raffinée coréenne, d'autres auteurs ont pu rapporter des teneurs négligeables au niveau de l'huile de soja. **Guzel et al. (2009)** ont rapporté des quantités de 0,13 mM GAE/L, alors que **Saoudi et al. (2016)** ont retrouvé 200mg/ GAE/kg dans des huiles de soja commerciales. Ces variations remarquées peuvent être attribuées aux conditions d'extraction, mais également à la qualité de raffinage commercial, puisqu'il a été démontré que les quantités en polyphénols de l'huile brut de soja diminue pendant les étapes de raffinage (**Tinnello et al., 2020 ; Tangkhawanit et Siriamornpun, 2021 ; Fadda et al., 2022**).

Dans cette étude, l'huile de soja enrichie en extraits phénoliques de caroube a montré le contenu le plus éminent. A notre connaissance aucune étude n'a été exploitée sur l'enrichissement de l'huile de soja raffinée avec des extraits phénoliques de pulpe de caroube. Néanmoins certains auteurs ont remarqué l'accroissement de la quantité en polyphénols dans l'huile de soja. **Tinnello et al. (2020)** énoncent que le contenu phénolique s'accroît dans l'huile de soja exclusivement lorsque celle-ci a été enrichie en extraits de gingembre et curcuma.

IV.3. Activité antioxydante

IV.3.1. Activité anti-radical DPPH

En présence d'un antioxydant, le DPPH• se transforme plus au moins rapidement en diphénylpicrylhydrazine (DPPH₂), faiblement colorée en jaune par captation d'un hydrogène de l'antioxydant (Baliyan et al., 2022 ; Lu et al., 2022).

Les résultats obtenus (figure.13) indiquent que l'échantillon HE détient la capacité antioxydante suivie par la plus accrue 32mgEAG/100g suivie par HFE avec 23mgEAG/100g et enfin la plus faible activité a été obtenu au niveau de HNE avec 0mgEAG/100g.

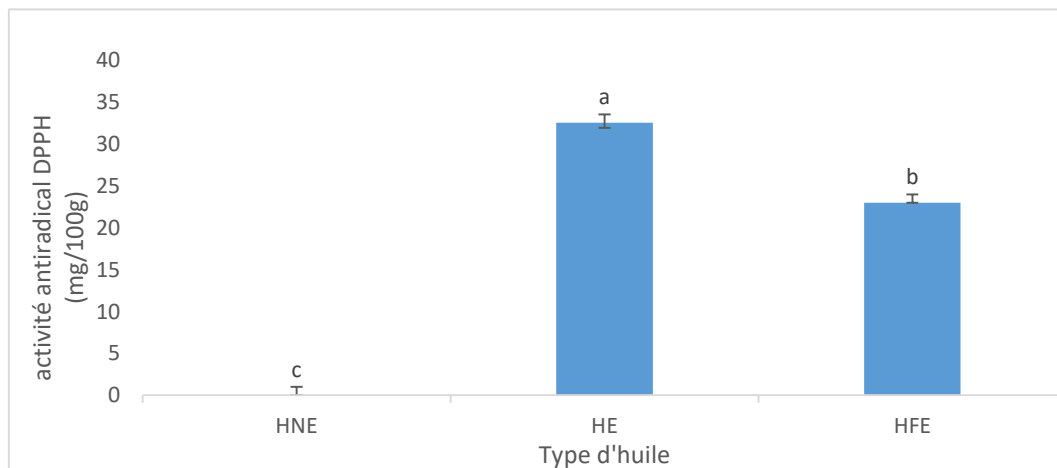


Figure 13 : Activité antiradicalaire de l'extrait de la caroube

*Chaque valeur représente la moyenne \pm l'écart type (n =3)

Aucune information n'a été avancée sur la capacité des extraits de pulpe de caroube à améliorer la capacité antioxydante de l'huile de soja toute fois, plusieurs travaux réalisés auparavant ont démontré la capacité antioxydante accrue d'une huile enrichie (Tinello et lante, 2020 ; Alves et al., 2022).

Kiran et al. (2015) ont montré que l'enrichissement de l'huile de soja en extraits de romarin pouvaient augmenter son potentiel antioxydant par rapport aux antioxydants synthétiques. Mansour et al. (2022) ont étudié l'activité antioxydante d'un mélange d'extrait aqueux de feuilles de grenade, de goyave et de vigne (PGG) incorporé dans une huile de soja égyptienne et ont remarqué une activité accrue.

IV.4. Evaluation de la stabilité oxydative des huiles analysées

IV.4.1. Suivi des produits secondaires volatils (test Rancimat)

La période d'induction ou l'indice de stabilité oxydative est l'une des méthodes utilisées pour évaluer l'habilité d'une huile pour résister à l'oxydation à des températures élevées (Tarmizi et al., 2016 ; Tinnello et al., 2020). Le Rancimat est un test de vieillissement accéléré, c'est l'une des méthodes les plus communément exploitées pour prédire le temps d'induction de l'huile à températures très élevées (Tinnello et al., 2020 ; Zahran et Najafi, 2020). Généralement la stabilité de l'huile est proportionnelle au temps d'induction, plus le temps d'induction est important, plus l'huile est stable (Li et al., 2018).

Dans cette partie de l'étude, la stabilité à l'oxydation des échantillons d'huiles de soja (HE avec plusieurs concentrations d'extraits phénoliques de pulpe de caroube 50, 100 et 150ppm et HNE) par le test de Rancimat a été réalisée. Les résultats de la stabilité à l'oxydation de l'huile de soja par le test de Rancimat sont représentés par la conductivité de l'huile de soja en fonction de son temps d'induction (Figure en annexe)

Au vu de (figure.14), nous notons que l'HE (100ppm) présente le temps d'induction le plus élevé avec 14,96h, suivi par HE (50ppm) avec 14,79h et enfin les deux huiles HNE et HE (150ppm) avec 14,32h e 13,84h respectivement. L'HE (100ppm) a montré la meilleure résistance à l'oxydation forcée par rapport aux autres échantillons d'huiles testées.

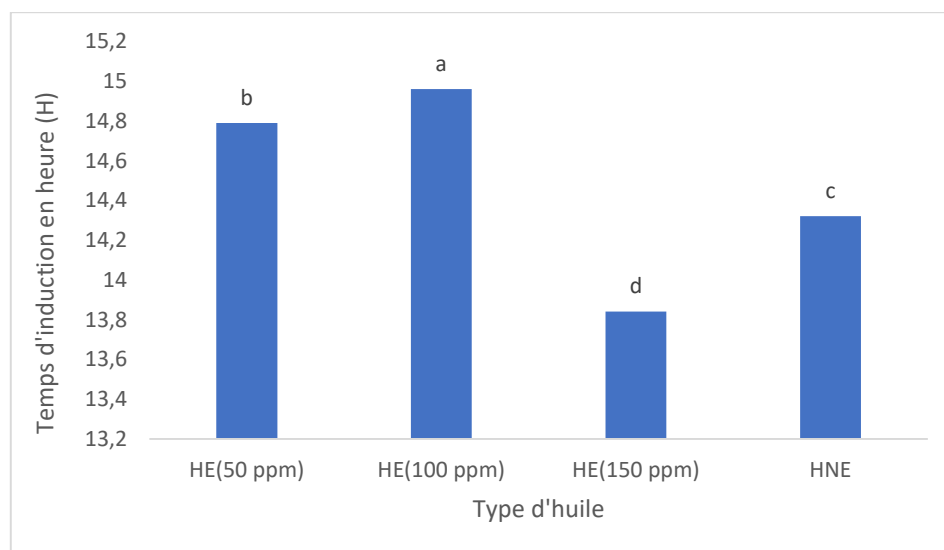


Figure 14 : Temps d'induction (h) des échantillons d'huile.

*Chaque valeur représente la moyenne \pm l'écart type (n=3)

Ces résultats sont en concordance avec ceux rapportés par **Kozłowski et Gruczynska, (2018)**, qui ont montré que la stabilité oxydative des échantillons d'huile de tournesol et de soja

enrichis en extraits d'origan et de thym été plus était plus éminente. Une autre étude réalisée par **Tinnello et al. (2020)** a révélé que l'huile de soja enrichie en extraits de gingembre et curcuma a dévoilée une excellente résistance à l'oxydation forcée par rapport à une huile non enrichie.

IV.4.2. Test de friture

IV.4.2.1. Evaluation des caractères organoleptiques

La friture en tant qu'opération unitaire complexe est essentiellement un processus de cuisson qui a été largement utilisé dans l'industrie alimentaire. Traditionnellement, cela implique l'immersion des aliments dans bains d'huile de friture, le plus souvent à des températures supérieures au point d'ébullition de l'eau. Cela entraîne des changements dans les attributs de qualité des produits alimentaires frits essentiellement la qualité organoleptique à l'instar la couleur, la flaveur et le gout (**Oyedeji et al., 2017 ; Liu et al., 2019**).

Dans cette partie d'étude, une évaluation de la qualité organoleptique de l'huile après plusieurs cycles de friture éventuellement la qualité de frites préparées a été effectuée. Les résultats ont été résumés dans le tableau IV :

Tableau IV : Evaluation des caractéristiques organoleptiques de l'huile et de l'aliment frit :

Observation Notées lors Des fritures	Paramètres analysés					
	Couleur du bain	Couleur de la frite	Odeur	Goût de la frite	Projection d'huile	Composés polaires %
1ère friture	Clair	Jaune dorée	Néant	Gout frite	Présence	1,5
2ème friture	Clair	Jaune dorée	Néant	Gout frite	Présence	/
3ème friture	Clair	Jaune dorée	Néant	Gout frite	Présence	/
4ème friture	Clair	Jaune dorée	Néant	Gout frite	Présence	/
5ème friture	Clair	Jaune dorée	Néant	Gout frite	Présence	1,9
6ème friture	Clair	Jaune dorée	Néant	Gout frite	Présence	/
7ème friture	Clair	Jaune dorée	Néant	Gout frite	Présence	/
8ème friture	+ Colorant	Jaune dorée	Néant	Gout frite	Présence	/
9ème friture	+ Colorant	Jaune dorée	Néant	Gout frite	Présence	/
10ème friture	+ Colorant	Jaune dorée	Néant	Gout frite	Présence	3,5

Les résultats obtenus indiquent que les caractéristiques organoleptiques de l'huile testée (HE) n'ont pas été affectées par le processus de friture. L'HE conserve sa couleur initiale plus longtemps et ne montre une transmutation de la couleur du bain qu'à partir du 8cycle de friture. Qui ont noté un changement de la couleur de bain qu'à partir du 8ème cycle de friture.

Dodoo et al. (2022) ont remarqué le noircissement de leur huile de soja non enrichie à partir du 4eme cycle de friture. Plusieurs travaux entrepris, ont montré les huiles enrichies en antioxydants à l'instar les polyphénols sont plus stables et sont plus susceptibles d'améliorer les qualités organoleptiques que les huiles pures (**Chammem et al., 2015 ; Blasi et al., 2020 ; Zahean et al., 2020**).

Concernant les autres paramètres analysés aucun changement n'a été observé ni pour le goût de la frite ni pour sa couleur qui est resté. Aucune odeur n'a été senti et aucune fumée, ni mousse ne se sont développées durant les différents cycles de friture.

IV.4.2.2. Teneur en composés polaires

La friture est un processus susceptible d'entraîner la formation d'une panoplie de sous-produits tels que des composés polaires. Ils sont considérés comme étant des indices de qualité établies pour évaluer l'état de dégradation des huiles utilisées pour la friture, en effet, ils sont étroitement liés aux processus de l'hydrolyse, à l'oxydation et à la polymérisation des huiles chauffées (Zahran et al., 2015 ; Weige et al., 2020 ; Pooja et Sukhneet, 2021).

Dans cette dernière partie de travail, une détermination des composés polaires a été effectuée au niveau de l'huile non enrichie (HNE) mais également au niveau de l'huile enrichie HE à 100ppm après plusieurs cycles de fritures (1, 5 et 10eme cycles) (tableau V) sachant que Selon le (DGCERF, 2012) les normes internationales de taux de composés polaires ne doivent pas dépasser le seuil de 25%.

Tableau V : Résultats des Teneurs en composés polaires

Huiles	TCP %		Valeur de référence	Norme d'essai
	HNE	HE (100ppm)		
Nombre de friture				
Huile fraîche	2.1 %	1.3 %	25%	ISO 6886
1 ^{ère} friture	3.8 %	1.5 %		
5 ^{ème} friture	6.2 %	1.9 %		
10 ^{ème} friture	9.8 %	3.5 %		

Les résultats obtenus (figure15) montrent qu'avant le processus de friture la teneur en composés polaires (CPT) est de 2,1 et 1,3% respectivement au niveau des deux échantillons testés (HE et HNE), après friture on remarque que le taux au niveau du HNE a augmenté de 3,8% au 1^{er} cycle pour atteindre 9,8% au 10 cycle de friture alors que pour l'huile HE l'évolution des CPT n'est pas très significative et atteint un taux maximum de 3,5% au 10eme cycles de friture.

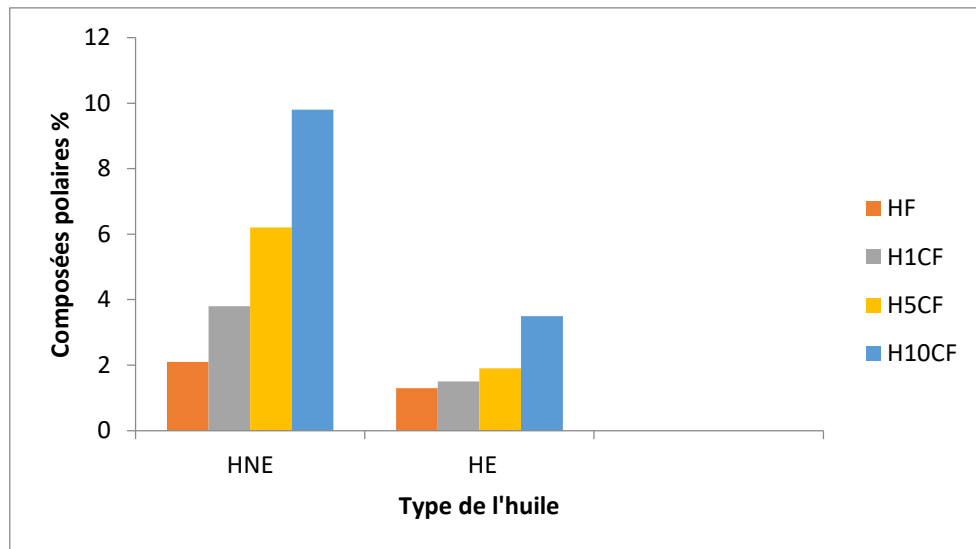


Figure 15 : Teneurs en composés polaires dans les huiles analysées au cours de friture.

Des résultats similaires ont été rapportés par **Wang et al. (2015)** qui ont montré que le taux en CPT s'accroît avec l'augmentation des cycles de friture au niveau des huiles de soja raffinées. Une autre étude entreprise par **Zahran et al. (2015)** a révélé que les teneurs en CPT des huiles enrichies évoluent faiblement au cours du processus de friture par rapport à celles non enrichies.

Parmi les conséquences du processus de friture d'après plusieurs auteurs, des réactions chimiques complexes de thermo-oxydation et d'isomérisation est une quantité accrue de composés lipidiques dégradés dans le bain d'huile à l'instar des acides gras libres, mono et diglycérides, polymères, composé trans, composés carbonylés potentiellement toxiques, etc., qui seront absorbés ensuite par le produit, réduisant sa qualité au niveau nutritionnel, organoleptique et sanitaire (**Courtois et al., 2012 ; Alzaa et al., 2018 ; Ben Hammouda et al., 2019**). Même si une réglementation existe pour limiter les composés polaires à 25 % et la teneur en polymères à 12 %, des composés potentiellement toxiques peuvent apparaître dans le bain d'huile (**Courtois et al., 2012 ; Chen et al., 2020 ; Cao et al., 2022**).

Conclusion

Le stage effectué au sein du complexe CEVITAL, dont l'objectif entrepris était l'essai d'enrichissement des échantillons d'huile de soja avec des extraits phénoliques de pulpe de caroube, d'évaluer leur qualité physico-chimique et oxydative. Cela a contribué à améliorer nos connaissances acquises durant notre cycle d'études. Malgré la courte durée, nous avons pu acquérir une panoplie d'informations sur le processus de fabrication des huiles alimentaires et mieux comprendre certaines techniques de contrôle de la qualité appliquées au produit et aux matières premières utilisées.

Au terme de cette étude expérimentale et à la lumière des résultats obtenus nous pouvons dire que :

Sur le plan physicochimique (couleur, densité, IP, II, acidité) HFE au 5 et 10 -ème cycle de friture semble avoir les valeurs les plus importantes concernant la couleur, IP et l'acidité avec (3,6-4 J, 0,9-1R ; 0,2-0,3 mEq O₂ / Kg ; 0,05% d'acide oléique) respectivement, néanmoins l'ensemble des résultats des échantillons d'huiles testées répondent aux spécifications de la norme de l'entreprise.

Concernant la détermination des composés phénoliques totaux, les résultats ont révélé que, HE enrichie en extraits phénoliques de caroube détient le taux le plus important même après friture (18.90 mg EAG/100g ; 13.32 mg EAG/100g) respectivement, alors que le plus faible a été observé au niveau de HNE avec 5.78mg EAG/100g.

L'activité antioxydante des échantillons huiles testées a été estimée par la détermination de l'inhibition du radical 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl (DPPH), les résultats ont montré que les huiles enrichies HE même après friture sont capables de neutraliser le radical DPPH et d'avoir une activité antioxydante non anodine.

Nous avons également évalué la stabilité oxydative des huiles analysées par le suivi des produits secondaires volatils ou test Rancimat et les résultats obtenus ont montré que l'HE (100ppm) a montré la meilleure résistance à l'oxydation forcée par rapport aux autres échantillons d'huiles testées.

L'évaluation de l'activité organoleptique des huiles après plusieurs cycles de friture éventuellement la qualité des frites préparées a été effectuée. Les résultats ont révélé que l'HE conserve sa couleur initiale plus longtemps et ne montre un changement de la couleur du bain

qu'à partir du 8 cycles de friture. Concernant les autres paramètres analysés (odeur et goût) ils n'ont pas été affectés par la friture.

Nous avons d'autre part étudié l'apparition des composés polaires au cours du procédé de friture permettant de détecter le moment où l'huile n'est plus acceptable pour être consommée, en deçà des 25% autorisés par la réglementation. Les résultats obtenus ont montré que pour l'huile HE l'évolution des CPT n'est pas très significative et atteint un taux maximum de 3,5% au 10^{eme} cycle de friture.

Les résultats ont démontré que la stabilité à l'oxydation de l'huile végétale de soja a été améliorée avec succès en l'enrichissant avec des extraits phénoliques de pulpe de caroube. Cependant, ces résultats ne sont qu'une ébauche dans l'étude de la stabilité oxydative des huiles, il serait intéressant de reconduire ces essais et d'évaluer l'effet antioxydant des polyphénols. extraits de caroube dans d'autres huiles végétales sous des conditions de stockage normales de commercialisation des huiles végétales ensuite les comparant à d'autres antioxydants naturels et d'étudier leur effet synergique au cours de l'oxydation.

A

Aaron, F. D., Abramowicz, H., Abt, I., Adamczyk, L., Adamus, M., Martin, A.-d., Antonioli, P. J. J. o. H. E. P. (2010). Combined measurement and QCD analysis of the inclusive $e\pm p$ scattering cross sections at HERA. 1, 1-63.

Ahn, H.-S., & Chen, Y. J. A. (2008). Necessary and sufficient stability condition of fractional-order interval linear systems. *44*(11), 2985-2988.

Alam, M. N., Bristi, N. J., & Rafiquzzaman, M. (2013). Review on in vivo and in vitro methods evaluation of antioxidant activity. *Saudi pharmaceutical journal*, *21*(2), 143-152.

Anwar, S., & Anwar, A. J. W. H. G. (2016). Infertility: A review on causes, treatment and management. *5*, 2-5.

A.O.C.S Official methods of Analysis of AOAC international. Gaithersburg. Maryland: Cc 13i-96 Revised 2011

B

Bachari, S. Z., Ezzatpanah, H., Aminafshar, M., & Safafar, H. (2013). The effect of refining process on the conjugated dienes in soybean oil.

Balaban, N. Q., Merrin, J., Chait, R., Kowalik, L., & Leibler, S. J. S. (2004). Bacterial persistence as a phenotypic switch. *305*(5690), 1622-1625.

Baliyan, S., Mukherjee, R., Priyadarshini, A., Vibhuti, A., Gupta, A., Pandey, R. P., & Chang, C.-M. J. M. (2022). Determination of Antioxidants by DPPH Radical Scavenging Activity and Quantitative Phytochemical Analysis of *Ficus religiosa*. *27*(4), 1326.

Battle, I. (1997). Carob tree: *Ceratonia siliqua* L.-Promoting the conservation and use of underutilized and neglected crops. 17 (Vol. 17): Bioversity International.

Blois, M. S. J. N. (1958). Antioxidant determinations by the use of a stable free radical. *181*(4617), 1199-1200.

Brand-Williams, W., Cuvelier, M.-E., Berset, C. J. L.-F. s., & Technology. (1995). Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *28*(1), 25-30.

Boullard, B. J. É. N. (1997). A lire et relire sans modération! Francis Lanöe, Petite histoire et grands secrets des Boissons,. *46*(3), 97-97.

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

C

- Canevelli, M., Valletta, M., Blasi, M. T., Remoli, G., Sarti, G., Nuti, F., Bruno, G. J. J. o. t. A. G. S. (2020). Facing dementia during the COVID-19 outbreak.
- Cahuzac-Picaud, M. J. P. (2010). Les huiles végétales, intérêt diététique et gastronomique. 8(2), 113-117.
- Carocho, M.; Morales, P.; Ferreira, I. C. (2018). Antioxidants: Reviewing the chemistry, food applications, legislation and role as preservatives. Trends Food Sci. Technol. 71, 107–120
- Chen, C., Zhou, Y., & Wang, D. W. J. H. (2020). SARS-CoV-2: a potential novel etiology of fulminant myocarditis. 45(3), 230-232.
- Chammem, N., Saoudi, S., Sifaoui, I., Sifi, S., de Person, M., Abderraba, M., . . . Products. (2015). Improvement of vegetable oils quality in frying conditions by adding rosemary extract. 74, 592-599.
- Chernyak, V., Fowler, K. J., Kamaya, A., Kielar, A. Z., Elsayes, K. M., Bashir, M. R., Singal, A. G. J. R. (2018). Liver Imaging Reporting and Data System (LI-RADS) version 2018: imaging of hepatocellular carcinoma in at-risk patients. 289(3), 816.
- Christen, P. J. P. (2012). DGCCRF «Sans colorant artificiel»: une mention sur la sellette? (1294).
- Claude Leray, (2013). Les lipides nutrition et santé (huile de soja page 25, huile de tournesol Page 27/28.
- Combe N. et Rossignol-Castera A .2010. Huiles végétales et friture. Cahiers de Nutrition et de Diététique, 45(6), S44-S51.
- Courtois, C. A., & Ford, J. D. (2012). Treatment of complex trauma: A sequenced, relationship-based approach: Guilford Press.

D

- Daniel, M. B. (1999). Biologia de la reproducció de la tribu Delphinieae a la Mediterrània occidental (Vol. 120): Institut d'Estudis catalans.
- Dastmalchi, K., Dorman, H. D., Oinonen, P. P., Darwis, Y., Laakso, I., & Hiltunen, R. (2008). Chemical composition and in vitro antioxidative activity of a lemon balm (*Melissa officinalis* L.) extract. LWT-Food science and Technology, 41(3), 391-400.
- Dubravka, P., Rafajdus, P., Makys, P., Peniak, A., Hrabovcova, V., Szabo, L., & Ruba, M. (2014). *Design of fault tolerant control technique for SRM drive*. Paper presented at the 2014 16th European Conference on Power Electronics and Applications.

E

Espinasse, F., Page, B., et Cottard-Boulle, B. J. R. f. d. l. (2010). Risques infectieux associés aux dispositifs médicaux invasifs. (426), 51-63.

F

Falade, A. O., et Oboh, G. (2015). Thermal oxidation induces lipid peroxidation and changes in the physicochemical properties and β -carotene content of arachis oil. *International Journal of Food Science*.

Faostat. Food and Agriculture Organization of the United Nations, Final 2012 Data. Available online :<http://faostat.fao.org/site/567/DesktopDefault.aspx> ancor. (accessed on 12 July 2016).

Félix-Palomares, L., & Donis-González, I. R. J. P. (2021). Optimization and validation of Rancimat operational parameters to determine walnut oil oxidative stability. 9(4), 651.

Fengxia, S., Dishun, Z., & Zhanming, Z. J. J. o. t. A. O. C. S. (2001). Determination of oil color by image analysis. 78(7), 749-752.

Frank, U. (2007). Evaluation of reference models. In *Reference modeling for business systems analysis* (pp. 118-140): IGI Global.

G

Garcia Mendoza, M. D. P. (2020). Enrichissement d'huiles végétales par des antioxydants de type phenolique en vue d'applications alimentaires (Doctoral dissertation, Bordeaux).

Garg, S., Kim, L., Whitaker, M., O'Halloran, A., Cummings, C., Holstein, R., Report, m. w. (2020). Hospitalization rates and characteristics of patients hospitalized with laboratory-confirmed coronavirus disease 2019—COVID-NET, 14 States, March 1–30, 2020. 69(15), 458.

Gharby, S., Harhar, H., Matthäus, B., Bouzoubaa, Z., & Charrouf, Z. J. J. o. T. U. f. S. (2016). The chemical parameters and oxidative resistance to heat treatment of refined and extra virgin Moroccan Picholine olive oil. 10(1), 100-106.

Ghaly, M., El-Khamissi, H. J. J. o. A. C., & Biotechnology. (2021). Effect of Deep Frying on Fatty Acid Composition and Polymer Content in Sunflower and Soybean Oils. 12(11), 189-194.

- Gizachew Z. (2020). Influence of Storage Condition and Added Vitamin E on Oxidation Stability of Edible Sunflower and Nigger Seed Oils Produced and Sold around Bahir Dar City, Ethiopia. *J Food Process Technol.*, 11, 821.
- Goldberg, Y., Mandel, M., Bar-On, Y. M., Bodenheimer, O., Freedman, L., Haas, E. J., . . . Huppert, A. J. N. E. J. o. M. (2021). Waning immunity after the BNT162b2 vaccine in Israel. *385(24)*, e85.
- Gornay J. (2006). Transformation par voie thermique de triglycérides et d'acides gras. Application à la valorisation chimique des déchets lipidiques. Thèse doctorat, institut national polytechnique, Nancy, p309
- Griffin, D., Dickenson, E., O'donnell, J., Awan, T., Beck, M., Clohisy, J., . . . Hinman, R. J. B. j. o. s. m. (2016). The Warwick Agreement on femoroacetabular impingement syndrome (FAI syndrome): an international consensus statement. *50(19)*, 1169-1176.
- Guemghar, M (2020), the annals of the university Dunarea de jos of Galati Fascicle VI Food Technology , *44(1)*, 193- 211
- Guillaume, C., De Alzaa, F., & Ravetti, L. J. A. S. N. H. (2018). Evaluation of chemical and physical changes in different commercial oils during heating. *2(6)*, 2-11.
- Georgé, S., Brat, P., Alter, P., Amiot, M. J. J. J. o. A., & chemistry, f. (2005). Rapid determination of polyphenols and vitamin C in plant-derived products. *53(5)*, 1370-1373.

H

- Halim, A., Yusrizal, Y., Susanna, S., & Tarmizi, T. (2016). An analysis of students' skill in applying the problem solving strategy to the physics problem settlement in facing aec as global competition. *Jurnal Pendidikan IPA Indonesia*, *5(1)*, 1-5..
- .Hammouda, S. B., Salazar, C., Zhao, F., Ramasamy, D. L., Laklova, E., Iftekhar, S., . Sillanpää, M. J. A. C. B. E. (2019). Efficient heterogeneous electro-Fenton incineration of a contaminant of emergent concern-cotinine-in aqueous medium using the magnetic double perovskite oxide Sr₂FeCuO₆ as a highly stable catalyst: Degradation kinetics and oxidation products. *240*, 201-214.
- Hibash, K. A. H. Fadel, et al. (1991). Volatile components of grape leaves. *Medical journal of islamic World Academy of Sciences* *4 (1)* : 26-28.
- Hopkins, W. G. (2003). *Physiologie végétale: De Boeck Supérieur*

I

ISO 15305. Première édition 1998-09-2015. (Principal). Graisses et huiles animales et végétales — Détermination de la couleur Lovibond

ISO 6883, 83:2007. Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de la densité

ISO 3960 : 2007. Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de l'indice de peroxyde

ISO 3961:19960. Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de l'indice d'iode

ISO 660:2009. Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de l'indice d'acide et de l'acidité

K

Kamaruddin, Z. H., Jumaidin, R., Selamat, M. Z., & Ilyas, R. J. J. o. N. F. (2021). Characteristics and Properties of Lemongrass (*Cymbopogon Citratus*): A Comprehensive Review. 1-18.

L

Lennartz, S., Pisuchpen, N., Parakh, A., Cao, J., Baliyan, V., Sahani, D., . . . Kambadakone, A. J. I. R. (2022). Virtual unenhanced images : qualitative and quantitative comparison between different dual-energy ct scanners in a patient and phantom study. *57*(1), 52-61.

Leonova, A., Pokorny, J., & Smith, V. C. J. V. r. (2003). Spatial frequency processing in inferred PC-and MC-pathways. *43*(20), 2133-2139.

Li, Y., Gou, C., Yang, J., Wei, J., & Cheng, S. (2006). Evaluation of antioxidant properties of pomegranate peel extract in comparison with pomegranate pulp extract. *Food chemistry*, *96*(2), 254-260.

Lizardo, R., Van Milgen, J., Mourot, J., Noblet, J., & Bonneau, M. J. L. P. S. (2002). A nutritional model of fatty acid composition in the growing-finishing pig. *75*(2), 167-182.

Lu, A., Yuan, S.-m., Xiao, H., Yang, D.-s., Ai, Z.-q., Li, Q.-Y., . . . Wu, X.-m. J. S. R. (2022). QSAR study of phenolic compounds and their anti-DPPH radical activity by discriminant analysis. *12*(1), 1-9

M

Mangena, P. J. P., abiotic stress, & change, r. t. c. (2018). Water stress : morphological and anatomical changes in soybean (*Glycine max L.*) plants. 9-31.

Margulies, D. S., Ghosh, S. S., Goulas, A., Falkiewicz, M., Huntenburg, J. M., Langs, G., . . . Petrides, M. J. P. o. t. N. A. o. S. (2016). Situating the default-mode network along a principal gradient of macroscale cortical organization. *113*(44), 12574-12579.

Makris, D. P., Kefalas, P. J. F. T., & Biotechnology. (2004). Carob pods (*Ceratonia siliqua* L.) as a source of polyphenolic antioxidants. *42*(2), 105-108.

Mekhoukhe, A. E., Benhamma, S., & Benzine, M. S. (2018). Analyses comparatives de la qualité physico-chimique de l'huile Elio de CEVITAL et quatre autres huiles de firmes différentes.

Meunier, O., Mignolet, M., & Mulquin, M.-E. (2007). Une mesure des transferts interrégionaux en Belgique de 1955 à 1968. In *Nos régions en Europe: voies d'impasse, voies d'avenir: Quel développement pour la Wallonie et Bruxelles?* (pp. 655-669).

Mohammed, N. K., Tan, C. P., Manap, Y. A., Muhialdin, B. J., & Hussin, A. S. M. (2020). Spray drying for the encapsulation of oils—A review. *Molecules*, *25*(17), 3873.

Mohamed, Zahran, & Naruta, 2015 Mohamed, E. A., Zahran, Z. N., & Naruta, Y. J. C. C. (2015). Efficient electrocatalytic CO₂ reduction with a molecular cofacial iron porphyrin dimer. *51*(95), 16900-16903.

Moniouszko V.A.- le caroubier *ceratonia siliqua*, son importance dans la région de la méditerranée et la possibilité de sa culture en U.R.S.S., léningrad , 1934(en russe, avec résumé en français, l'ouvrage le plus complet sur le caroubier)

Morton ,1987 Morton, J. J. F. o. w. c. (1987). Pineapple. 18-28.

N

Novotny, L., & Van Hulst, N. J. N. p. (2011). Antennas for light. *5*(2), 83-90.

Novidzro, K. M., Wokpor, K., Fagla, B. A., Koudouvo, K., Dotse, K., Osseyi, E., . . . Sciences, C. (2019). Etude de quelques paramètres physicochimiques et analyse des éléments minéraux, des pigments chlorophylliens et caroténoïdes de l'huile de graines de *Griffonia simplicifolia*. *13*(4), 2360-2373.

O

O'Brien, R. D. 2004. *Fats and Oils Formulating and Processing for Application*. CRC press, Boca Raton, FL, 17-30.

- Oey, S. B., Van der Fels-Klerx, H., Fogliano, V., & van Leeuwen, S. P. J. F. R. I. (2020). Effective physical refining for the mitigation of processing contaminants in palm oil at pilot scale. *138*, 109748.
- Omata, M., Cheng, A.-L., Kokudo, N., Kudo, M., Lee, J. M., Jia, J., . . . Shiina, S. J. H. i. (2017). Asia-Pacific clinical practice guidelines on the management of hepatocellular carcinoma: a 2017 update. *11*(4), 317-370.
- Owen, R., Haubner, R., Hull, W., Erben, G., Spiegelhalder, B., Bartsch, H., . . . Toxicology, C. (2003). Isolation and structure elucidation of the major individual polyphenols in carob fibre. *41*(12), 1727-1738.
- Oyedeji, A. B., Sobukola, O. P., Henshaw, F., Adegunwa, M. O., Ijabadeniyi, O. A., Sanni, L. O., & Tomlins, K. I. (2017). Effect of frying treatments on texture and colour parameters of deep fat fried yellow fleshed cassava chips. *Journal of Food Quality*, 2017.
- Özbek, Z. A., & Ergönül, P. G. (2017). A review on encapsulation of oils. *Celal Bayar University Journal of Science*, *13*(2), 293-309.

P

- Pei, G., Zhang, Z., Peng, J., Liu, L., Zhang, C., Yu, C., . . . Yao, Y. J. J. o. t. A. S. o. N. (2020). Renal involvement and early prognosis in patients with COVID-19 pneumonia. *31*(6), 1157-1165
- Perfect, J. R., Dismukes, W. E., Dromer, F., Goldman, D. L., Graybill, J. R., Hamill, R. J., . . . Nguyen, M.-H. J. C. i. d. (2010). Clinical practice guidelines for the management of cryptococcal disease: 2010 update by the Infectious Diseases Society of America. *50*(3), 291-32
- Pieron, A., Quave, C. L., Villanelli, M. L., Mangino, P., Sabbatini, G., Santini, L., . . . Rampa, L. G. J. J. o. E. (2004). Ethnopharmacognostic survey on the natural ingredients used in folk cosmetics, cosmeceuticals and remedies for healing skin diseases in the inland Marches, Central-Eastern Italy. *91*(2-3), 331-344.

R

- Rastoin J. L., Benabderrazik E. H. (2014) Céréales et oléoprotéagineux au Maghreb. Pour un co-développement de filières territorialisées, construire la méditerranée. Division de la statistique 2013/21 août 2013 Algérie. Paris : IPEMED-Institut de Prospective Economique du monde Méditerranéen, pp 23-33.

Ravelli, D., Matsuoka, C. R., Della Modesta, R. C., Vieira, T. M. F. D. S., & Regitano-d'Arce, M. A. B. (2010). Determination of deep frying soybean oil disposal point by a sensory method. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 87(5), 515-520.

Rejeb, M., Laffray, D., & Louguet, P. J. L. a. d. p. p. l. a. a. m. a. F. J. L. E. (1991). Modification de la conductance stomatique de diverses origines tunisiennes de caroubier (*Ceratonia siliqua* L.) soumises à une contrainte hydrique prolongée. 149-158.

Ribéreau-Gayon, G. J. P. (1968). Etude des mecanismes de synthese et de transformation de l'acide malique, de l'acide tartrique et de l'acide citrique chez *vitis vinifera* L. 7(9), 1471-1482.

Rodriguez-Solana, R., Romano, A. & Moreno-Rojas, J. M. J. P. (2021). Carob pulp; A nutritional and functional by-product worldwide spread in the formulation of different food products and beverages. A Review. 9(7), 1146.

S

Sahasrabudhe, S. N., Rodriguez-Martinez, V., O'Meara, M., & Farkas, B. E. J. I. J. o. F. P. (2017). Density, viscosity, and surface tension of five vegetable oils at elevated temperatures: Measurement and modeling. 20(sup2), 1965-1981.

Sandai, D., Tabana, Y. M., El Ouweini, A., & Ayodeji, I. O. J. J. J. o. M. (2016). Resistance of *Candida albicans* biofilms to drugs and the host immune system. 9(11).

Sbay, H. (2008). *Le Caroubier au Maroc: un arbre d'avenir*: Centre de recherche forestière.

Slama, H. B., Chenari Bouket, A., Pourhassan, Z., Alenezi, F. N., Silini, A., Cherif-Silini, H., Belbahri, L. J. A. S. (2021). Diversity of synthetic dyes from textile industries, discharge impacts and treatment methods. 11(14), 6255.

Soler, L., Canellas, J., Saura-Calixto, F. J. J. o. A., & Chemistry, F. (1988). Oil content and fatty acid composition of developing almond seeds. 36(4), 695-697

Speck, B., Gratwohl, A., Osterwalder, B., Nissen, C., Buser, U., Reusser, P., . . . Jeannet, M. J. S. M. W. (1984). Current status of allogenic bone marrow transplantation in chronic myelocytic leukemia. 114(40), 1377-1379.

T

Tadesse Zula, A., & Fikre Teferra, T. (2022). Effect of frying oil stability over repeated reuse cycles on the quality and safety of deep-fried Nile tilapia fish (*Oreochromis niloticus*): a response surface modeling approach. *International Journal of Food Properties*, 25(1), 315-325.

Taga, M.S., et al (2013). Chia seeds as a source of natural lipid antioxidants. 61(5) 928-931.
Trystram G .2010.Effets des transformations industrielles des pommes de terre sur les propriétés nutritionnelles. Cahiers de Nutrition et de Diététique,45(6),S52–S59.

Tan, C.-H., Ghazali, H. M., Kuntom, A., Tan, C.-P., & Ariffin, A. A. J. F. C. (2009). Extraction and physicochemical properties of low free fatty acid crude palm oil. *113*(2), 645-650

Tinello, F., & Lante, A. J. L. (2020). Accelerated storage conditions effect on ginger-and turmeric-enriched soybean oils with comparing a synthetic antioxidant BHT. *131*, 109797.

Torres-Gonzalez J. D., Alvis-Bermudez A., Gallo-Garcia L. A., Acevedo-Correa D., Castellanos-Galeano F. et Bouchon-Aguirre P .2018. Effect of deep fat frying on the mass transfer and color changes of arepa con huevo. Indian Journal of Science and Technology, 11(6):1-13

Truwit, J. D., Hite, R. D., Morris, P. E., DeWilde, C., Priday, A., Fisher, B., . . . Sculthorpe, R. J. J. (2019). Effect of vitamin C infusion on organ failure and biomarkers of inflammation and vascular injury in patients with sepsis and severe acute respiratory failure: the CITRIS-ALI randomized clinical trial. *322*(13), 1261-1270.

Tulashie, S. K., Dodoo, D., Appiah, G., Kotoka, F., Adukpoh, K. E. J. I. C., & Products. (2022). Oil produced from Ghana cocoa bean for potential industrial applications. *177*, 114426.

V

Varona, L., & Gonzales, J. R. J. P. o. (2021). Dynamics of the impact of COVID-19 on the economic activity of Peru. *16*(1), e0244920.

Viuda-Martos, M., Ruiz-Navajas, Y., Fernandez-Lopez.,J. A. (2011). Antioxidant properties of pomegranate (*punica granatum L.*) bagasses obtained as co-product in the juice extraction. Food Research International,44(5), 1217-1223.

Voloch, C. M., da Silva Francisco Jr, R., de Almeida, L. G., Cardoso, C. C., Brustolini, O. J., Gerber, A. L., . . . Ferreira Jr, O. C. J. J. o. v. (2021). Genomic characterization of a novel SARS-CoV-2 lineage from Rio de Janeiro, Brazil. *95*(10), e00119-00121.

Von Hippel, T., Kuchner, M. J., Kilic, M., Mullally, F., & Reach, W. T. J. T. A. J. (2007). The new class of dusty DAZ white dwarfs. *662*(1), 544.

W

Walhe, R. A., Diwanay, S. S., Patole, M. S., Sayyed, R., Al-Shwaiman, H. A., Alkhulaifi, M. M., Datta, R. J. S. (2021). Cholesterol reduction and vitamin B12 production study on *Enterococcus faecium* and *Lactobacillus pentosus* isolated from yoghurt. *13*(11), 5853.

Wang, W., Liu, W., Zeng, Y., Han, Y., Yu, M., Lu, X., & Tong, Y. J. A. m. (2015). A novel exfoliation strategy to significantly boost the energy storage capability of commercial carbon cloth. *27(23)*, 3572-3578.

White P. J. et Miller L. A .1988. High-temperature stabilities of low-linole nate,highs tearate andcommonsoybeanoils.*JournaloftheAmericanOilChemists'Society*,65(8):1324-1327.

Williamson, G (2013). Possible effects of dietary polyphenols on suger absorption and digestion. *Mol.Nutr.Food Res*, 57, 48-57.

Wishart, D. S., Guo, A., Oler, E., Wang, F., Anjum, A., Peters, H., . . . Lee, B. L. J. N. A. R. (2022). HMDB 5.0: the human metabolome database for 2022. *50(D1)*, D622-D631.

Wroniak, M., Raczyk, M., Kruszewski, B., Symoniuk, E., & Dach,, D. J. A. (2021). Effect of Deep Frying of Potatoes and Tofu on Thermo-Oxidative Changes of Cold Pressed Rapeseed Oil, Cold Pressed High Oleic Rapeseed Oil and Palm Olein. *10(10)*, 1637.

Wu, K., Su, D., Liu, J., Saha, R., & Wang, J.-P. J. N. (2019). Magnetic nanoparticles in nanomedicine: A review of recent advances. *30(50)*, 502003.

X

Xu, B., Wang, N., Chen, T., & Li, M. J. a. p. a. (2015). Empirical evaluation of rectified activations in convoluntional network.

Y

Yousafa, Z., Wanga, Y., & Baydounc, E. J. J. o. A. P. S. (2013). Phytochemistry and pharmacological studies on *Solanum torvum* Swartz. *3(4)*, 152-160.

Z

Zaaboul, F., Liu, Y. J. C. R. i. F. S., & Safety, F. (2022). Vitamin E in foodstuff: Nutritional, analytical, and food technology aspects. *21(2)*, 964-998.

Zahran, E. M., Abdelmohsen, U. R., Khalil, H. E., Desoukey, S. Y., Fouad, M. A., & Kamel, M. S. J. P. R. (2020). Diversity, phytochemical and medicinal potential of the genus *Ocimum* L.(Lamiaceae). *19(4)*, 907-953.

Zeleňáková L., Angelovičová M., Šnirc M., Žiarovská J., Kráčmar S., Gálik B. et KunováS .'(2019). Frying quality chracteristics of rapeseed and sun flower oil used for french fries production. *Potra vinarst voSlovak Journal of Food Sciences Volume13,13 (1):138–14.*

Zhao, Q., Xu, Y., & Liu, Y. (2022). Soybean oil bodies: A review on composition, properties, food applications, and future research aspects. *Food Hydrocolloids*, *124*, 107296.

Žula, M., Grilc, M., & Likozar, B. J. C. E. J. (2022). Hydrocracking, Hydrogenation and Hydrodeoxygenation of Fatty Acids, Esters and Glycerides: Mechanisms, Kinetics and Transport Phenomena. 136564.

Annexe 1



a)



b)



c)



d)



e)

Figure.1 : Aspect botanique a) plante de soja (**Sachin et al., 2015**) ; b) Feuilles ; c) Fleurs ; d) Fruits ; e) Graines (**SDSU, 2019**).

Annexe 2

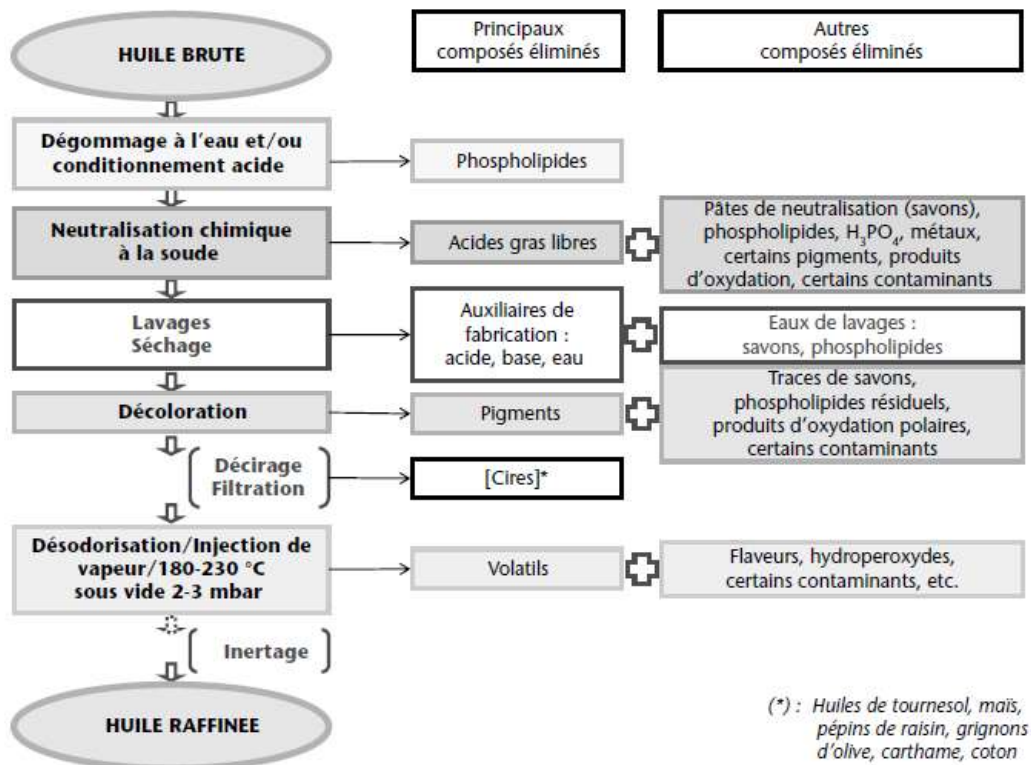


Figure 2 : Raffinage par voie chimique : étapes et composés éliminés (Pages et *al.*, 2010)

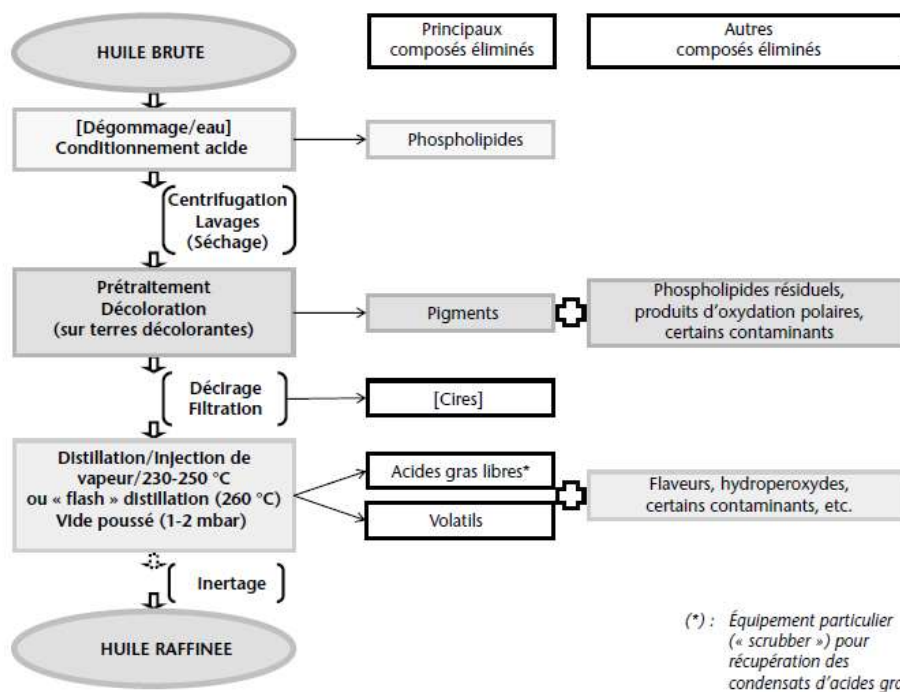


Figure 3 : Raffinage par distillation neutralisante (raffinage « physique ») : étapes et composés éliminés (Pages et *al.*, 2010)

Annexe 3

Tableau 01 : Principaux constituants chimiques de la pulpa de caroube (Rodríguez-Solana, Romano, & Moreno-Rojas, 2021)

Composition	Pourcentage %
Sucres totaux	48 – 56
• Saccharose	32 - 38
• Glucose	5 - 6
• Fructose	5 - 7
Protéine digestive	1 - 2
Polysaccharides non amylacés	18
Cendre	2 -3
Graisse	0,2 - 0,6
inositols	5 – 7
Tanins condensés	18 - 20

Annexe 4

Présentation du complexe CEVITAL

La raffinerie du complexe CEVITAL est entièrement automatisée. C'est l'une des plus modernes au monde, elle est composée de deux chaînes de raffinage A et B de marque ALFA LAVAL (Suède) d'une capacité de plus de 400 tonnes chacune (800 tonnes /jour) et d'une ligne C de 1.000 tonnes/jour, de marque DE SMET(Belgique). Il s'approvisionne essentiellement en huiles brutes en fonction du marché demandeur/ fournisseur, les huiles les plus connues et consommées en Algérie sont : l'huile de tournesol, de soja et de colza, elles sont importées par bateau (TANKEROL) avec des quantités de 3000T, 6000T, 9000T de certains pays grands producteurs d'huiles tels que la Malaisie, Ukraine, Moldavie ou la Chine.

Différentes huiles brutes traitées par CEVITAL

Huiles fluides : Nécessitent un raffinage physique et chimique (soja, Tournesol, colza, maïs).

- 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 59% olive o Olivia : 100% huile d'olive
- Fridor : 100% tournesol

Huiles hydrogénées : Subissent uniquement un raffinage physique

- 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.

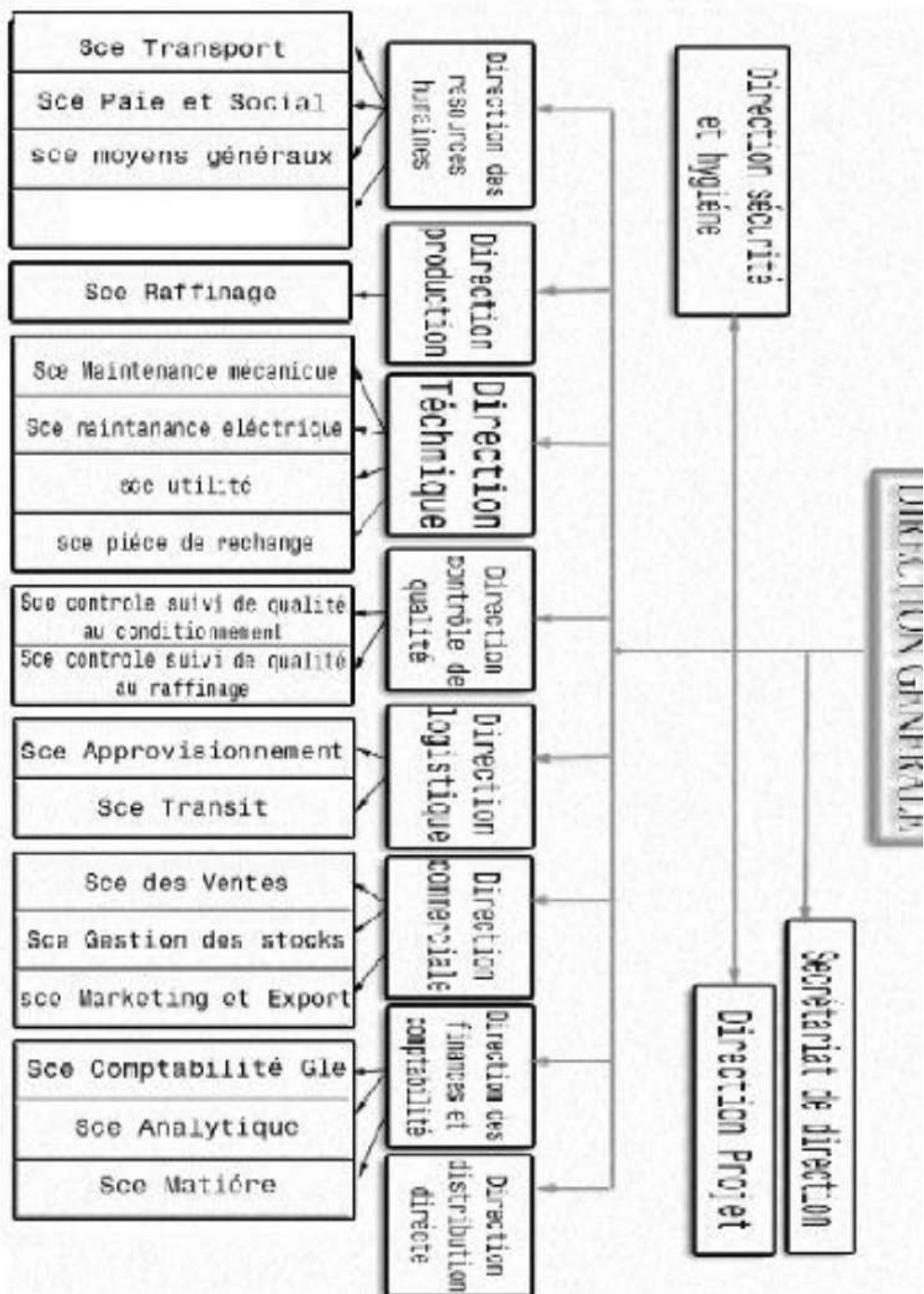


Figure 4 : Organigramme du complexe CEVITAL

- **Raffinage chimique à chaud**

Le raffinage chimique à chaud est un processus appliqué sur l'huile brute de soja pour éliminer les substances indésirables dans cette huile, et pour réaliser ce raffinage on suit les étapes suivantes : Neutralisation, Décoloration et Désodorisation

Les étapes de raffinage sont résumées dans les figures suivantes :

Étapes de raffinage

- **Neutralisation**

La neutralisation a pour but d'éliminer les déchets solides (sédiments, métaux lourds, insaponifiable etc.), les étapes de ce traitement sont résumés dans la figure suivant :

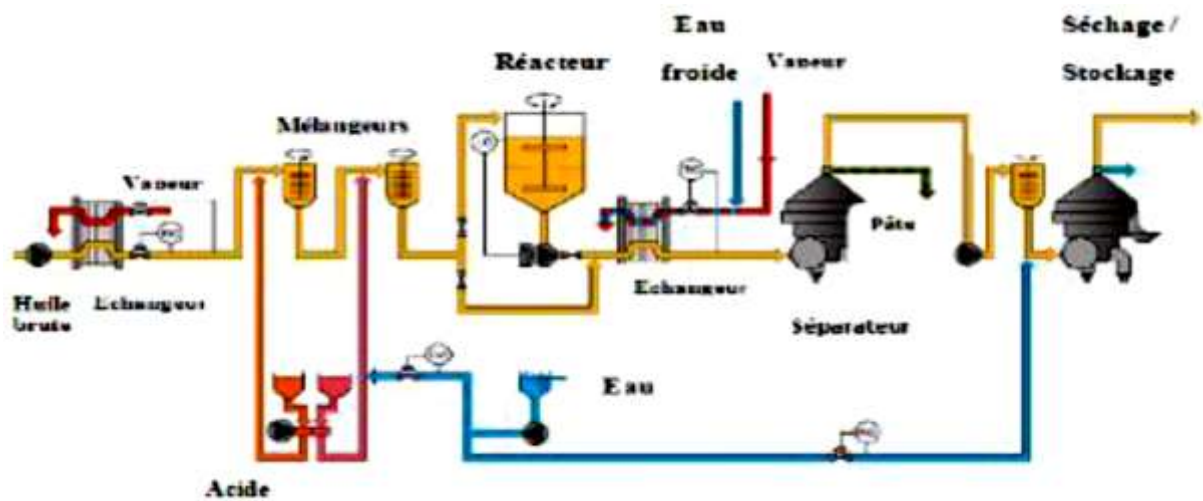


Figure 5 : Schéma des étapes de la neutralisation chimique à chaud

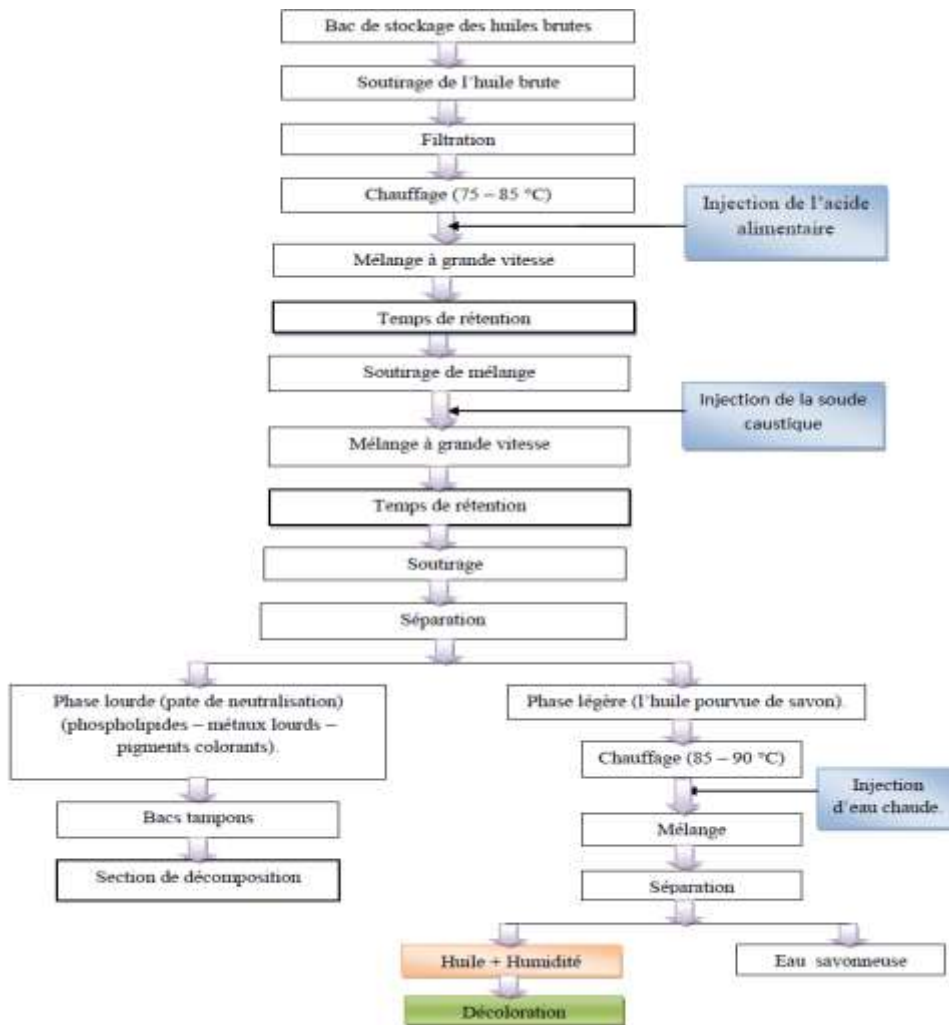


Figure 6 : Schéma bloc de neutralisation à chaud.

- **Decoloration**

La décoloration, est la deuxième étape de raffinage dans laquelle on élimine les pigments colorant (de l'huile par adsorption sur la terre décolorante (ou le charbon actif), cette opération est divisée en deux étapes principales, ci-après résume cette étape.

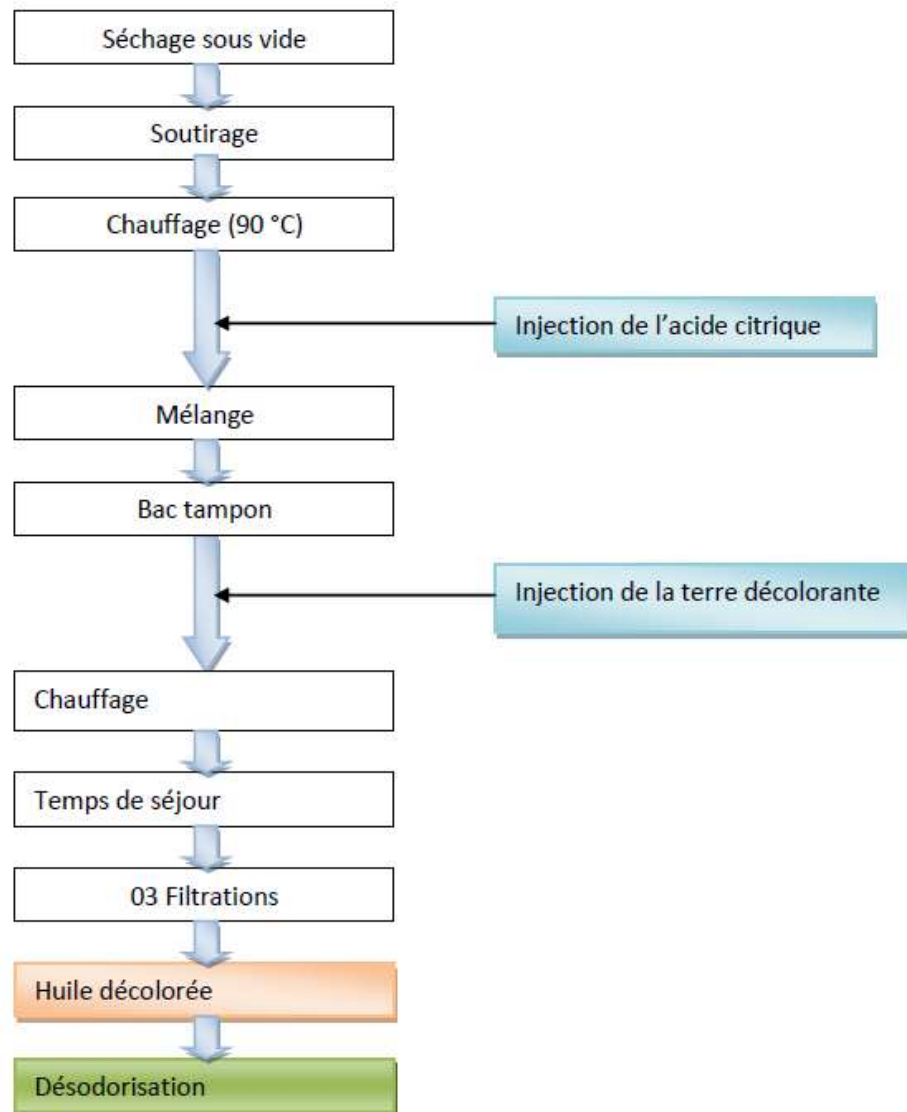


Figure7 : Différentes étapes de décoloration

- **Désodorisation**

La désodorisation est la dernière étape de raffinage, qui a pour but d'éliminer les substances responsables du goût et d'odeur désagréable de l'huile (aldéhydes, cétones...), elle s'effectue en réalisant deux étapes principales, les étapes son résumé dans la (figure 07 en annexe).

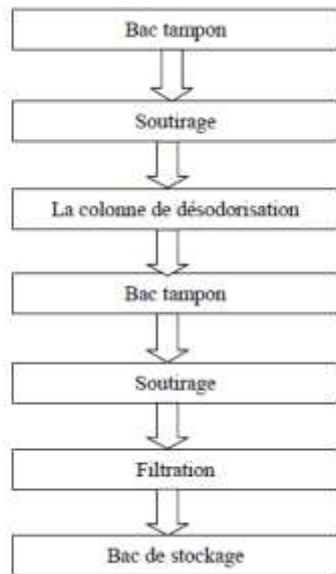


Figure 8 : Etapes de la désodorisation à température 240- 250 C°

Tableau 01 : Principaux constituants chimiques de la pulpa de caroube (Rodríguez-Solana, Romano, & Moreno-Rojas, 2021)

Composition	Pourcentage %
Sucres totaux	48 – 56
• Saccharose	32 - 38
• Glucose	5 - 6
• Fructose	5 - 7
Protéine digestive	1 - 2
Polysaccharides non amylacés	18
Cendre	2 -3
Graisse	0,2 - 0,6
inositols	5 – 7
Tanins condensés	18 - 20

Annexe 5



Figure 9 : Appareil mesure des composes polaire (OptiFry MIROIL)

Annexe 6

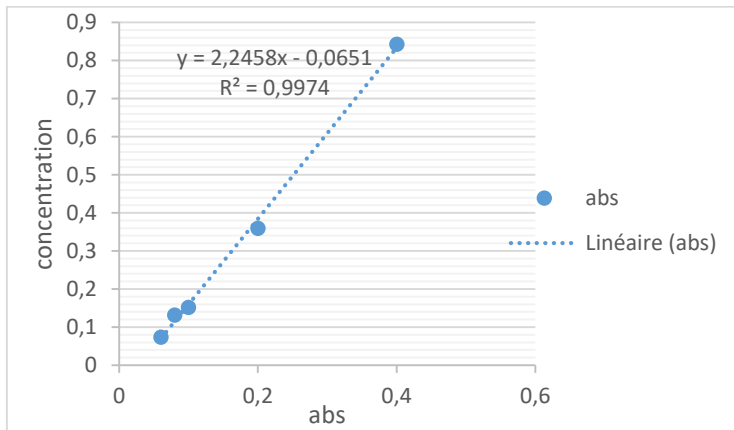


Figure 10 : Courbe d'étalonnage de l'acide gallique

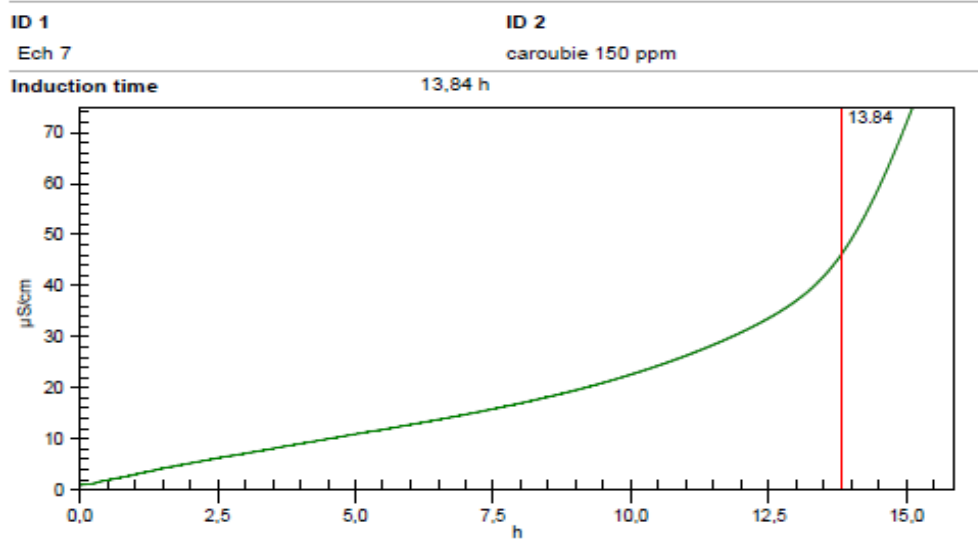


Figure 11 : Courbe de conductivité de l'huile de soja +150ppm de EPPC en fonction de son temps d'induction

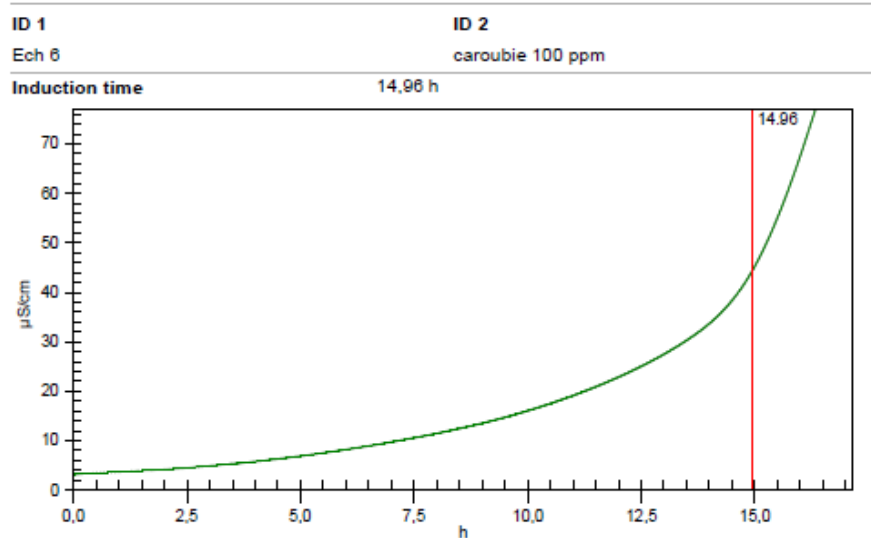


Figure 12 : Courbe de conductivité de l'huile de soja +100ppm de EPPC en fonction de son temps d'induction

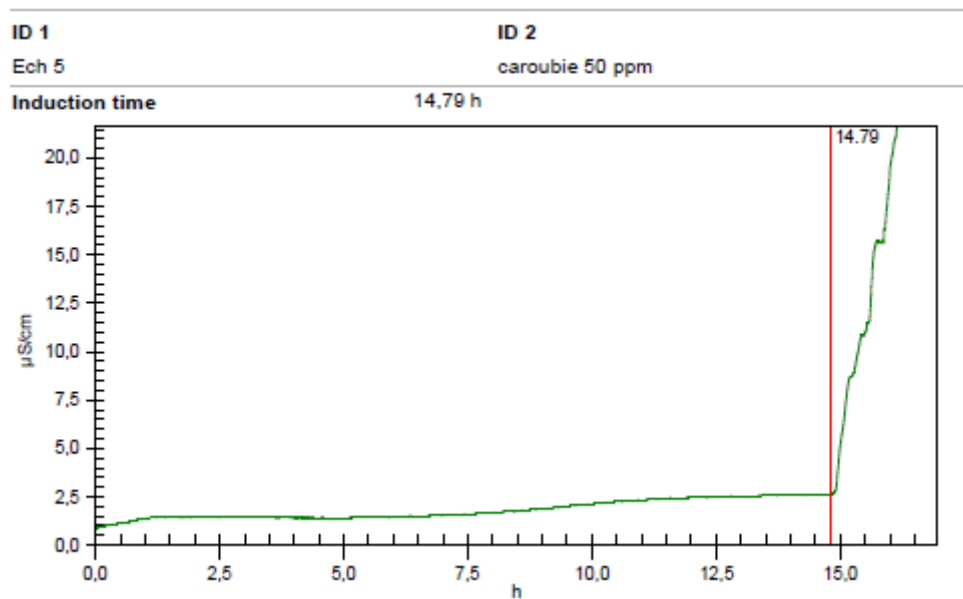


Figure 13 : Courbe de conductivité de l'huile de soja +50ppm de EPPC en fonction de son temps d'induction

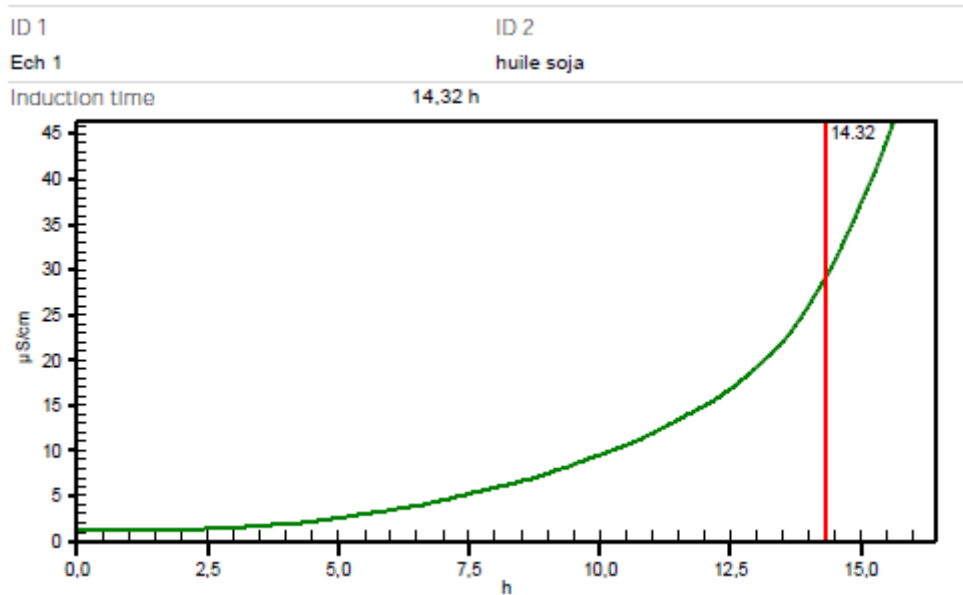


Figure 14 : Courbe de conductivité de l'huile de soja en fonction de son temps d'induction

Résumé

La consommation d'huiles ou de graisses oxydées n'est pas recommandée car elle peut apporter des molécules toxiques. Ainsi l'enjeu de cette étude était d'améliorer la stabilité oxydative de l'huile de soja du complexe CEVITAL par son enrichissement en extraits phénoliques de pulpe de caroube et de déterminer certains paramètres physicochimiques (couleur, chlorophylle, densité, IP, II et acidité) et d'évaluer l'activité antioxydante, la stabilité oxydative par le test Rancimat. Certains paramètres organoleptiques et détermine les teneurs en composés polaires totaux après plusieurs cycles de friture.

Les résultats obtenus ont permis de déduire que généralement les huiles testés (HE, HNE et HFE) répondent à la norme de l'entreprise. Les résultats ont montré que les huiles enrichies HE même après friture sont capables de neutraliser le radical DPPH et d'avoir une activité antioxydante non anodine. Pour le test Rancimat les données obtenues ont révélé que l'HE (100ppm) a montré la meilleure résistance à l'oxydation forcée par rapport aux autres échantillons d'huiles testées. Les résultats de l'évaluation des caractéristiques organoleptiques des huiles après plusieurs cycles de friture éventuellement la qualité de frites préparées ont révélé que l'HE conserve sa couleur initiale plus longtemps et ne montre un changement de la couleur du bain qu'à partir du 8cycles de friture. Et enfin l'évolution des CPT n'est pas très significative et atteint un taux maximum de 3,5% au 10eme cycles de friture au niveau de HE.

Cette étude a démontré que la stabilité à l'oxydation de l'huile végétale de soja a été améliorée avec succès en l'enrichissant avec des extraits phénoliques de pulpe de caroube

Mot clés : Huile de soja, polyphénols, pulpe de caroube, friture, test Rancimat.

Abstract

The consumption of oxidized oils or fats is not recommended because they can bring toxic molecules. Thus the challenge of this study was to improve the oxidative stability of soybean oil from the CEVITAL complex by enriching it with phenolic extracts of carob pulp and to determine certain physicochemical parameters (color, chlorophyll, density, PI, II and acidity) and to evaluate the antioxidant activity, the oxidative stability by the Rancimat test, certain organoleptic parameters and to determine the contents of total polar compounds after several frying cycles.

The results obtained made it possible to deduce that generally the oils tested (HE, HNE and HFE) meet the company standard. The results showed that HE-enriched oils even after frying are able to neutralize the DPPH radical and have a non-trivial antioxidant activity. For

the Rancimat test, the data obtained revealed that HE (100ppm) showed the best resistance to forced oxidation compared to the other oil samples tested.

The results of the evaluation of the organoleptic characteristics of the oils after several frying cycles, possibly the quality of the fries prepared, revealed that the HE retains its initial color longer and only shows a change in the color of the bath from 8 cycles. Of frying. And finally the evolution of CPT is not very significant and reaches a maximum rate of 3.5% at the 10th frying cycle at HE level.

This study demonstrated that the oxidative stability of vegetable soybean oil was successfully improved by enriching it with phenolic extracts of carob pulp.

Keywords : Soybean oil, polyphenols, carob pulp, frying, Rancimat test