

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



Faculté de Technologie  
Département de Génie des Procédés



## Mémoire de fin de cycle EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE Master

Domaine : Science et Technologie  
Filière : Génie des Procédés  
Spécialité : Génie Alimentaire

Présenté par

SAADI Farida et SALHI Katia

*Thème*

**Substitution de l'antioxydant synthétique de l'huile de soja par un antioxydant naturel**

Soutenu le :26 /06/2024

Devant le jury composé de :

Nom et Prénom	Grade		
M <sup>me</sup> NAIT CHAABANE Z	MCB	Université de Bejaia	Présidente
M <sup>me</sup> AIDLI A	MAA	Université de Bejaia	Examinatrice
M <sup>me</sup> BELKHIRI-BEDER W	MCB	Université de Bejaia	Promotrice
M <sup>f</sup> BOUCHETA M	Ingénieur	Cevital spa	CO-Promoteur

Année Universitaire : 2023/2024

## **Remerciements**

*Nous remercions Dieu tout puissant de nous avoir accordé la sante, la patience, et la volonte a fin d'accomplir ce modeste travail.*

*Nous remercions profondément nos familles, nous tenons à leur dire que leurs contributions tant financières, matérielles que morales ne sont pas vide sans, elles resteront gravées au fond de nos cœur.*

*Très vivement, nous remercions notre encadreur Mme BELKHIRI Wassila pour avoir accepté de diriger ce travail, sa bonne volonté et ses conseils pratiques, son suivi, et orientation qui nous ont beaucoup inspiré.*

*Nous remercions Mr BOUCHETA, Mr BAKOURI et Mr HMITRI de nous avoir accueillies et soutenues tout au long de notre période de stage.*

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

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

*Nous remercions également tous les enseignant qui ont contribués a assurer notre formation durant tout notre cycle universitaire.*

*Enfin, à tous ceux qui nous ont aide de près ou loin a l'accomplissement de notre travail qu'ils trouvent ici l'expression de notre profonde sympathie et remerciements.*

# ***Dédicace***

*Je dédie ce projet*

*À ma chère mère Laldja, A mon cher père Said,*

*Qui n'ont jamais cesse de formuler des prières a mon égard, de me soutenir*

*Et de m'épauler pour que je puisse atteindre mes objectifs.*

*À mon frère, Omer*

*À mes sœurs, Fahima, Nadia, Fouzia, Habiba, Samira*

*À mes beaux-frères, Achour, Dadi, Fares*

*Pour leurs soutiens moral et leurs conseils précieux tout au long de mes études*

*À mon merveilleux mari, Youba*

*Pour son soutien moral ininterrompu et ses nombreux conseils tout au long de  
cette aventure*

*À ma chère belle-famille*

*Mon beau-père Boubekour, Ma belle-mère Lamia, Ma belle-sœur, Massiva*

*Pour leurs encouragements et leurs présences ont été des piliers essentiels dans  
ma réussite*

*À ma copine, Nesrine*

*Pour me motiver et me pousser a donné le meilleur de moi-même*

*A mon amie et binôme Katia qui m'a accompagnée durant ce travail*

# ***Farida***

# *Dédicace*

À ma chère famille,

Je dédie humblement ce travail comme un témoignage de gratitude pour votre soutien indéfectible et votre amour inconditionnel. À mes parents, qui ont été mes piliers, et à mes sœurs Souhila, Nawal, Latifa, Fahima, ainsi qu'à mon frère Rayane, dont le soutien inébranlable a illuminé chaque étape de ce parcours.

À mes beaux-frères Farouk, Toufik et Samir, je suis profondément reconnaissante pour votre soutien constant et vos conseils avisés qui ont enrichi ma vie d'une manière inestimable.

À mon fiancé, ta présence et ton soutien constants ont été une source d'inspiration inestimable, me donnant la force de poursuivre mes rêves avec confiance.

À mon amie et binôme Farida, également à toute ta famille pour leur accueil chaleureux et leur soutien constant.

À tous ceux qui ont contribué à cette réalisation, je vous exprime ma profonde gratitude. Ce mémoire reflète non seulement mes efforts, mais aussi l'amour et le soutien précieux que j'ai reçus.

Avec tout mon amour et ma reconnaissance,

*Katia*

## Liste des figures

<b>Figure 1:</b> Description macroscopique de la graine de soja. ....	3
<b>Figure 2:</b> Soja ( <b>a</b> : Soja jaune, <b>b</b> : Soja vert) .....	4
<b>Figure 3:</b> Composition de la graine de soja.....	4
<b>Figure 4:</b> Huile de soja.....	5
<b>Figure 5:</b> Les différentes étapes de raffinage (chimique et physique) des huiles végétales (a : Raffinage par voie chimique, b : Raffinage par distillation neutralisante).....	7
<b>Figure 6:</b> Coupe longitudinale d'une datte.....	13
<b>Figure 7:</b> Datte entière (à gauche) et coupe longitudinale (à droite).....	14
<b>Figure 8:</b> La grenade et ses différentes parties.....	17
<b>Figure 9:</b> Représente les compartiments de la baie de raisin Article technique RFOE n°225.....	21
<b>Figure 10:</b> Pelures d'écorces de grenade.....	25
<b>Figure 11:</b> Photographies représentatives de l'enrichissement et l'agitation de l'huile avec l'agitateur High Shear .....	26
<b>Figure 12:</b> Réduction du radical libre DPPH' .....	30

## Liste des tableaux

<b>Tableau I:</b> Composition en AG de l'huile de soja (% en poids).....	5
<b>Tableau II:</b> Principaux constituants des noyaux de dattes.....	14
<b>Tableau III :</b> Composition Chimique de la Grenade.....	17
<b>Tableau IV:</b> Composition chimique des pépins en pourcentage de poids frais.....	21
<b>Tableau V:</b> Les caractéristiques de l'huile utilisée.....	24
<b>Tableau VI:</b> Résultats de test Lovibond.....	31
<b>Tableau VII:</b> Résultat d'extinction Spécifique.....	32
<b>Tableau VIII :</b> Analyse de la variance de l'acidité%.....	34
<b>Tableau IX :</b> Résultats d'indice de peroxyde en MeqO <sub>2</sub> /kg .....	35
<b>Tableau X :</b> Résultats des teneurs en composés phénoliques des échantillons.....	36
<b>Tableau XI :</b> Résultats pourcentage d'inhibition du radical DPPH' des extraits d'huile.....	39

## Liste des abréviations

**AG:** Acides gras

**AGE:** Acide gras essentiel

**AGI:** Acides gras insaturés

**AGL:** Acide gras libre

**AGS:** acides gras saturés

**AGPI :** Acide gras polyinsaturés

**CG:** Corps gras

**DPPH' :** 2,2- Diphenyl-1-Picryhydrazyl

**EG:** Ecorces de grenade

**GR:** Graine de raisin

**g:** gramme

**HE:** Huile d'entreprise

**ISO:** International Standard Organisation

**J:** Jaune

**mEqO<sub>2</sub>/kg:** Milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme

**mgEAG:** Milligramme équivalent acide gallique

**ND:** Noyau de datte

**Nm:** Nanomètre

**%:** Pourcentage

**Ppm:** Partie par million

**R:** Rouge

**Spa:** Société par action

**T:** Témoin

## Sommaire

Remerciements

Dédicaces

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Sommaire

Introduction..... 1

### Section 1 : Synthèse bibliographique

I. Soja et Huile de soja.....	3
1. Historique de soja.....	3
2. Définition de soja.....	3
3. Définition de l'huile de soja.....	4
4. Composition de l'huile de Soja en acides gras.....	5
5. Intérêt nutritionnel de l'huile de soja.....	5
6. Raffinage des huiles.....	6
7. Etapes de raffinage.....	8
II. Altération des huiles végétales.....	8
1. Altération des corps gras.....	8
2. Mécanisme d'altération.....	9
3. Processus de dégradation des lipides.....	10
4. Facteurs influençant l'oxydation.....	12
5. Impact sur les huiles.....	12
III. Extraits phénoliques	
1. Dattes et noyau de datte .....	13
1.1. Palmier dattier.....	13
1.2. Dattes.....	13
1.3. Noyau de datte.....	14
1.4. Usages de noyau de datte .....	15

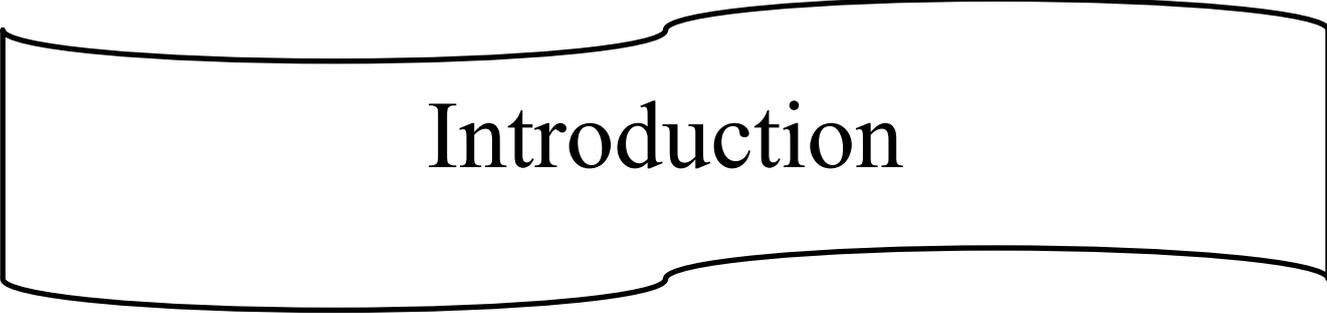
2. Grenade et écorce de grenade.....	16
2.1. Grenadier.....	16
2.2. Grenade .....	16
2.3. Composition Chimique de la Grenade.....	17
2.4. Ecorces de grenade.....	17
2.5. Composition en antioxydant.....	18
2.6. Usages des écorces de grenade .....	22
3. Raisin et pépin de raisin.....	20
3.1. Raisin.....	20
3.2. Grains de raisin.....	20
3.3. Composition chimique des raisins.....	21
3.4. Composition en antioxydants.....	21
3.5. Usage.....	22
4. Antioxydants .....	22
4.1. Définition.....	22
4.2. Mécanisme d'intervention.....	23
4.3. Catégorie des antioxydants.....	23

## **Section 2 : Matériel et Méthodes**

1. Présentation du complexe CEVITAL spa. Bejaïa.....	24
2. Préparation du matériel végétal.....	25
3. Extraction des composés phénoliques à partir (EG, GR, ND).....	25
4. Enrichissement de l'huile de soja.....	25
5. Extraction des composés phénoliques a partir de huile (enrichie et non enrichie).....	26
Analyse physico-chimique de l'huile .....	26
6.1. Analyse physique.....	26
6.1.1. Couleur.....	26
6.1.2. Extinction spécifique.....	27
6.2. Analyse chimique.....	27
6.2.1. Acidité.....	27
6.2.2. Indice de peroxyde.....	28
6.3. Dosage des composés phénoliques totaux.....	29
6.4. Activité anti radicalaire au DPPH' de l'extrait.....	30

### **Section 3 : Résultats et discussion**

I. Analyses physiques.....	31
1. Couleur.....	31
2. Extinction spécifique.....	32
II. Analyses chimiques.....	33
1. Acidité %.....	33
2. Indice de peroxyde.....	35
III. Analyse sur les antioxydants.....	36
1. Dosage des composés phénoliques totaux.....	36
2. Activité antioxydante au radical DPPH' .....	39
Conclusion.....	41
Références bibliographiques	
Annexes	
Résumé	



# Introduction

Les huiles végétales jouent un rôle crucial dans notre alimentation. elles assurent tout d'abord une fonction nutritionnelle en contribuant à l'apport d'énergie, et en étant une source d'acides gras indispensables notamment l'acide linoléique et l'acide alpha-linolénique, elles améliorent aussi la qualité organoleptique des produits, leur apportent une texture onctueuse, un aspect brillant et une saveur spécifique (Cuvelier, 2012).

Parmi les huiles végétales, l'huile de soja est une huile extraite des grains de soja par trituration, elle est utilisée dans l'alimentation. Depuis quelques années, elle est aussi utilisée dans la production biodiesel (FAOSTAT ,2013) .Elle constitue également une meilleure source de vitamine E connue pour ses propriétés antioxydants (Frénot *et al.*,2001). Toutefois les huiles sont malheureusement instables et sont sujettes à une oxydation. Afin de résoudre le problème de la stabilité des huiles et lipides, des antioxydants qui sont des substances capable d'empêcher, de retarder ou de ralentir considérablement l'oxydation des matières facilement oxydables sont utilisés (Mbah *et al.*, 2019).

Dans le domaine alimentaire, des antioxydants synthétiques comme la vitamine E ( $\alpha$ -tocophérol), le butylhydroxyanisole (BHA) sont utilisés pour prévenir la dégradation des lipides. Cependant, ces antioxydants font l'objet de controverses en raison de leurs possibles effets néfastes sur la santé. Le butylhydroxytoluène (BHT) et le tert-butylhydroquinone (TBHQ) sont largement utilisés (Lisu *et al.*, 2003).

Ainsi, l'intérêt pour les antioxydants naturels, qui se trouvent en quantités variables dans les plantes, les fruits et légumes, ainsi que dans leurs pelures, est de plus en plus grand (Bouaziz *et al.*, 2008). C'est dans ce contexte que les études se concentrent sur l'utilisation des déchets (pelures, graines) issus des industries de transformation des fruits et légumes. Il est possible d'identifier les sous-produits à grande valeur nutritionnelle tels que les noyaux de datte ND, les graines de raisin GR et les écorces de grenade EG, qui présentent une forte teneur en antioxydants naturels, tout en offrant également un avantage économique significatif (Agabi *et al.*, 2020).

Dans cette étude on a utilisés les extraits phénoliques écorces de grenade, grains de raisin et noyau de datte ces extraits sont riches en composés phénoliques, tels que les flavonoïdes, les acides phénoliques et les tanins, qui sont connus pour leur activité antioxydante.

En effet El-Hadary *et al.*,(2020), rapportent que l'extrait d'écorces de grenade présente de puissantes capacités antioxydantes en raison de la teneur en composés phénoliques. Il contient environ 25 % d'ellagitanins tels que les punicalagines et les punicalines, qui sont des ellagitanins spécifiques à la grenade, ainsi que des flavonoïdes tels que la lutéoline, la

quercétine et le kaempferol. Les grains de raisin séchés contiennent environ 35% de fibres ainsi que 29% de composants extractibles, dont des composés phénoliques, des protéines (11%), des minéraux (3%) et de l'eau (7%), extrait de grains de raisin est une source abondante de polyphénols. Les polyphénols et les flavonoïdes (les flavonols et les anthocyanidines) présents dans l'extrait de grains de raisin ont suscité un intérêt remarquable en raison des rapports positifs sur leurs propriétés antioxydantes et leur capacité à agir comme des capteurs de radicaux libres (Gupta *et al.*, 2020). Les noyaux de datte sont aussi une source très riche en fibres alimentaires et renferment une grande quantité de minéraux. (Chergui *et al.*, 2021). De plus, ils présentent une forte activité antioxydante en raison de la présence de composés phénoliques (principalement des acides cinnamiques) et de flavonoïdes (flavones, flavonols et flavanones) (Bentrad *et al.*, 2017).

Le présent travail vise à exploiter les antioxydants principalement les composés phénoliques extraits à partir d'écorce de grenade, grains de raisin et noyau de datte et de les utiliser comme agent antioxydant dans l'huile de soja produite par l'entreprise agroalimentaire Cevital Spa, et d'étudier leurs effets sur la stabilité oxydative de cette huile ainsi que son activité antioxydante. Pour cela l'étude est subdivisée en deux parties:

La première partie est consacrée à une synthèse bibliographique : Le soja et l'huile de soja, les extraits phénoliques (EG, GR, ND), les altérations des huiles végétales, les extraits phénoliques (EG, GR, ND) ainsi que leur composition en antioxydants.

La deuxième partie correspond à la partie expérimentale qui comporte l'enrichissement d'huile de soja avec les différents extraits (EG, GR, ND) à différentes concentrations (50 et 100 ppm) suivit des analyses réalisées

- Analyse physicochimique (Couleur, extinction spécifique, acidité, indice de peroxyde) sur les huiles élaborées.
  - Dosage des composés phénoliques et évaluation de l'activité anti radicalaire au DPPH de l'extrait.



# Synthese bibliographique

## I. Soja et Huile de soja

### 1. Historique de soja

Les origines du soja en Chine remontent à l'an 3000 avant J.-C. Depuis des millénaires cultivés en Extrême-Orient, il n'a été répandu que récemment à travers le monde en passant par l'Amérique (il s'est développé aux États-Unis après la Seconde Guerre mondiale). (Aboiron *et al.*, 2004), et l'Europe, avant de retourner en Afrique. Les États-Unis sont les principaux producteurs de soja, suivis de la Chine, de la Corée du Nord, de la Corée du Sud, de l'Argentine et du Brésil (ACIA, 1996).

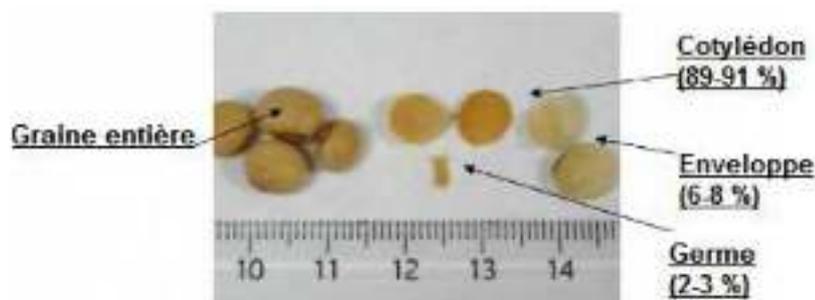
### 2. Définition de soja

#### 2.1. Plante de soja

Il est appelée *Glycine max*, c'est une espèce de soja, est une plante herbacée annuelle de l'ordre des Fabales de la famille des légumineuses (pois, haricot...) (Labat, 2013). Le soja est une plante vivace qui possède une tige élevée et une hauteur allant de 60 à 110 cm, avec de petites fleurs blanches ou violettes. Il a des feuilles ovales ou lanceuses qui peuvent atteindre 3 à 10 cm de long. Le fruit de soja se présente sous la forme d'une graine recouverte de fines poils foncés à maturité (Shurtlef *et al.*, 2004).

#### 2.2. Gousse de soja

Le soja est un type de plante qui produit des fleurs puis des gousses. À l'intérieur de ces gousses se trouvent des graines, généralement entre 1 et 4 graines (Pouzet, 1992). Les graines sont constituées d'une enveloppe lisse et d'un petit bébé plante à l'intérieur. La taille des graines peut être différente, mais elles mesurent généralement entre 5 et 10 millimètres de diamètre (Figure 1). Le poids des graines peut également varier, mais il se situe généralement entre 50 et 400 milligrammes. La forme des graines peut également être différente selon le type de plante de soja (Pouzet, 1992).



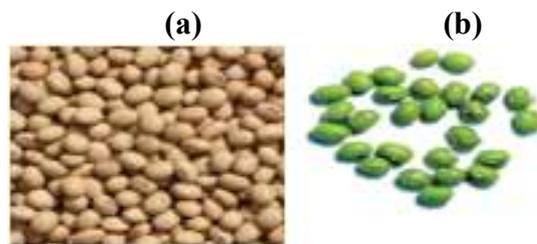
**Figure1:** Description macroscopique de la graine de soja (Hubert, 2006).

#### 2.3. Types de soja

Il existe deux types de graines vertes et jaune

Le soja utilisé en alimentation humaine est le soja jaune (*hispidus*). Une légumineuse se présentant sous forme de graine (Figure 2). Les traitements qu'elle subit permettent d'obtenir les diverses préparations proposées par l'industrie agroalimentaire (Jacques, 2010).

Le soja vert (*viqnaradiata*) est tout autre chose. Il s'agit d'une autre légumineuse, le haricot mungo (Figure 2), dont les propriétés sont différentes. Elle est peu consommée par rapport au soja jaune, elle est consommée sous forme de graines germées (Jacques, 2010).

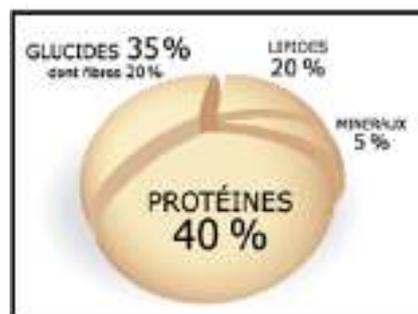


**Figure 2 :**(a) Soja jaune, (b) Soja vert (Jacques, 2010).

#### 2.4. Composition de la graine de soja

Le soja est une légumineuse dont les graines sont riches en protéines. Elles contiennent en moyenne:(Figure 3).

- ✓ 30 à 40% de protéines
- ✓ 20% lipides
- ✓ 35% de glucides
- ✓ 20% de fibres
- ✓ 5% de minéraux et vitamines (Jacques, 2010).



**Figure 3 :** Composition de la graine de soja (Jacques, 2010).

#### 3. Définition de l'huile de soja

L'huile de soja présente une texture fluide d'un jaune plus ou moins foncé en fonction de la nature des graines et des méthodes d'extraction (Figure 4). Elle possède une saveur assez forte d'haricot qui diminue progressivement. Elle contient une grande quantité d'AGPI, en particulier de l'AGE  $\alpha$ -linoléique, que le corps humain ne peut pas synthétiser. Selon elle est très bénéfique pour la reconstruction des cellules nerveuses et cérébrales, et sa bonne

digestibilité en fait une excellente alternative à l'huile d'olive pour ceux qui ne peuvent pas la tolérer. (Cossut *et al.*, 2002),



**Figure 4 :** Huile de soja (Djite,2017).

#### 4. Composition de l'huile de Soja en acides gras

L'huile de soja est riche en AGI, particulièrement en acides linoléique (50-62%) et  $\alpha$ -linoléique (4-10%) et donc pauvre en AGS (tableau I). La présence d'acide gras  $\alpha$ -linoléique classe souvent l'huile de soja dans le groupe des huiles siccatives. Cette huile est caractérisée par une grande diversité d'espèces moléculaires de triacylglycérols (Claude, 2013).

**Tableau I:** Composition en AG de l'huile de soja (% en poids) (Claude, 2013).

Acide gras	% en poids
Acide palmitique 16 :0	8-13
Acide Stéarique 18 :0	2-5
Acide oléique 18 :1(n-9)	17-26
Acide linoléique 18 :2 (n-6)	50-62
Acide linoléique 18 :3 (n-3)	4-10
Acide arachidonique 20 :0	<1

#### 5. Intérêt nutritionnel de l'huile de soja

L'huile de soja, comme toute huile végétale, est dépourvue de cholestérol et faible en AGS. Elle a un effet apaisant, anti-rides et préserve l'épiderme. La vitamine F, également connue sous le nom de facteur F, présente un intérêt nutritionnel (Labouret, 2005). L'huile de soja est considérée comme la deuxième plus riche en AGE après le tournesol, ce qui en fait un choix très intéressant pour traiter l'hypercholestérolémie et

l'athérosclérose (Paule, 2001).

Selon Jotterand *et al.*, (2007), l'huile de soja présente un rapport AGPI w3/AGPI w6 positif pour la santé cardiovasculaire.

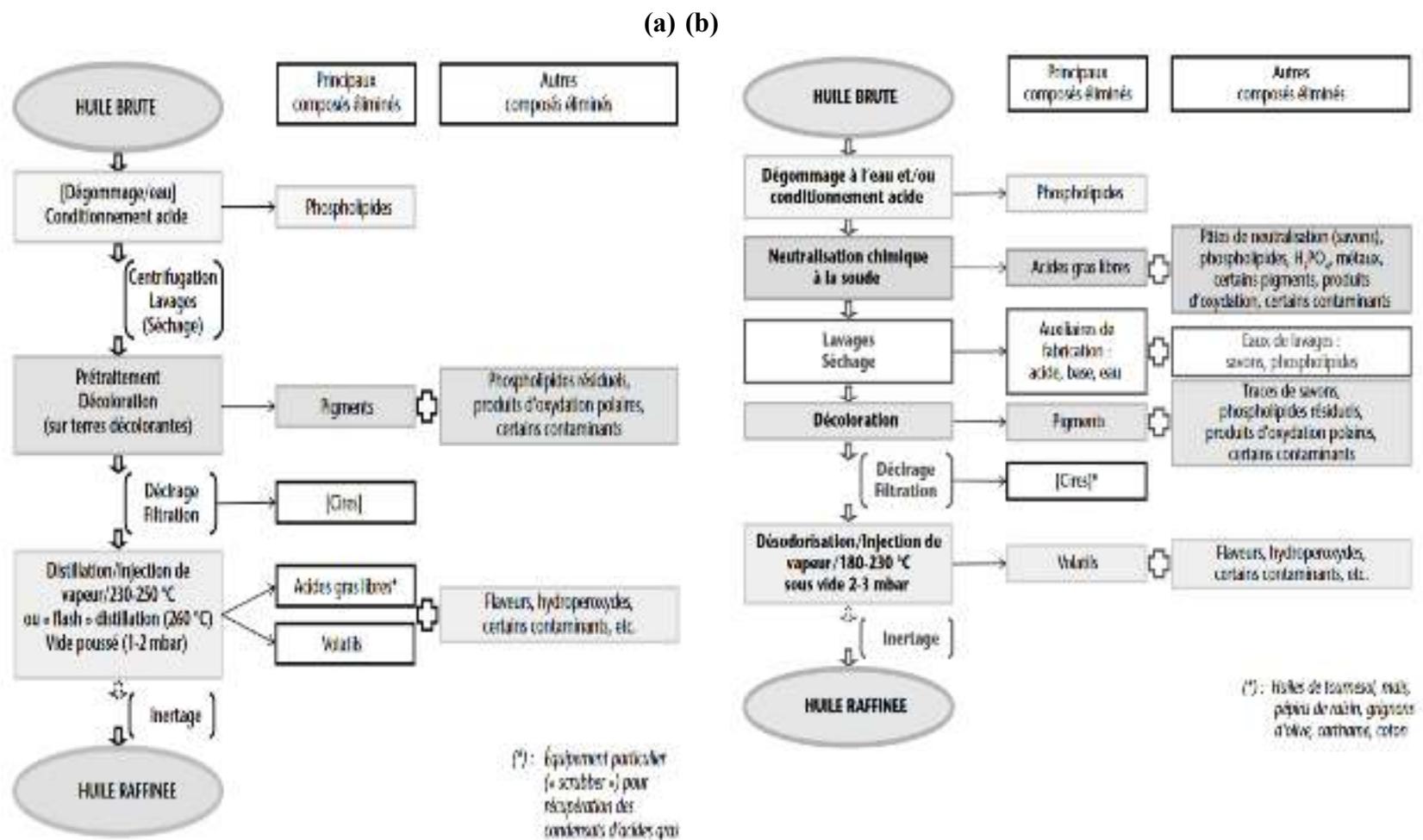
## 6. Raffinage des huiles

L'huile brute extraite n'est pas comestible directement : elle est trouble, instable chimiquement, en particulier à l'oxydation, et elle contient un certain nombre de composés indésirables. L'opération qui permet de la rendre comestible et le raffinage (Parmentier *et al.*, 2004).

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

Le processus de raffinage comprend une série d'étapes distinctes qui peuvent s'opérer de deux manières différentes : le raffinage chimique et le raffinage physique (Figure 5).

- En raffinage chimique, les AGL et la plupart des phospholipides et autres impuretés sont enlevés dans l'étape de neutralisation alcaline ; une étape séparée de dégomme n'est donc pas nécessaire.
- En raffinage physique, les AGL sont éliminés par une distillation conjointe à la désodorisation ; une étape préalable de dégomme est en conséquent. Il est clair que, quelle que soit la voie choisie (chimique ou physique), le procédé de raffinage doit être adapté pour permettre en outre une élimination optimale des composants mineurs à effet contaminant (De Kock *et al.*, 2005).



**Figure 5 :** Les différentes étapes de raffinage (chimique et physique) des huiles végétales (Pages *et al.*, 2010). **(a)** Raffinage par voie chimique : étapes et composés éliminés. **(b)** Raffinage par distillation neutralisante (raffinage physique) : étapes et composés éliminés.

## **7. Etapes de raffinage**

### **7.1. Dégommage**

La première étape du processus de raffinage implique l'application d'un traitement à l'eau et/ou aux acides dilués (citrique ou phosphorique) afin de supprimer les phospholipides présents dans l'huile brute. On ajoute seulement environ 3 % d'eau à l'huile de soja brute. Une fois les gommages formés malaxés, centrifugés et séchés, la lécithine est récupérée afin d'être exploitée (Régis *et al.*, 2016).

### **7.2. Neutralisation**

Les AGL sont principalement éliminés lors de cette étape, ainsi que différents composés résiduels tels que les phospholipides, les composés de nature protéique, etc. Le mécanisme classique implique l'ajout d'une solution de soude à l'huile brute, puis elle est mélangée, séparée par centrifugation, lavée avec 10% à 20% d'eau (90 à 95°C), puis séchée (Wang *et al.*, 2001 ; Wei *et al.*, 2015).

### **7.3. Lavage et séchage**

Les savons résiduels et la soude en excès présents dans l'huile sortant de la centrifugeuse sont éliminés par le lavage, ainsi que les traces de métaux et de phospholipides. Il est recommandé d'utiliser de l'eau décalcifiée la plus chaude possible à 90°C. L'huile lavée avant l'opération de décoloration peut être séchée afin de retirer l'humidité qui peut entraîner un colmatage rapide des filtres. Les huiles neutralisées qui sortent du lavage à une température de 90°C sont séchées sous vide par pulvérisation (Denis, 1992).

### **7.4. Décoloration**

Les agents d'adsorption tels que les terres décolorantes sont introduits dans un décolorateur contenant de l'huile à une température de 90 à 110 C°. Une fois que l'huile a été mise en contact pendant 30 minutes, en agitation et sous vide poussé, elle est refroidie puis filtrée pour en extraire les pigments restants (Régis *et al.*, 2016).

### **7.5. Désodorisation**

Le but de la désodorisation est de supprimer les composés odorants présents dans les huiles brutes. Le processus implique d'envoyer une vapeur sèche à travers l'huile portée à environ 200°C et maintenue sous vide, afin de libérer les produits volatils tels que les aldéhydes et les cétones qui sont responsables du goût et des odeurs désagréables de l'huile. Après avoir été désodorisée, l'huile doit être rafraîchie (Platon, 1988).

## **II. Altération des huiles végétales**

### **1. Altération des corps gras**

Les lipides présents dans les aliments sont instables à la chaleur ; ils s'altèrent facilement lors de leur stockage à température ambiante, voire même à des températures plus basses à cause de leur sensibilité à l'oxydation (Judde, 2004).

## **2. Mécanisme d'altération**

Les principales méthodes d'altération des lipides lors de la production, du stockage et de la transformation des fruits ou graines oléagineuses sont l'hydrolyse et l'oxydation (Judde, 2004).

### **2.1. Hydrolyse**

Selon Prior, (2003), il est possible d'hydrolyser les lipides en tant qu'esters d'AG et de glycérol en AGL, diacylglycérol et monoacylglycérol en fixant une, deux ou trois molécules d'eau. Deux types d'hydrolyse peuvent être distingués : la lipolyse, qui est principalement causée par l'action des lipases naturellement présentes dans les huiles brutes, car le raffinage élimine toutes les enzymes, et l'hydrolyse spontanée, qui se produit lors du stockage et des traitements thermiques des CG (Perrin, 1992).

### **2.2. Isomérisation**

D'autres déchets peuvent se produire lorsque le CG est exposé à des conditions extrêmes, notamment des températures élevées. En réalité, lorsque la température dépasse 200°C, les doubles liaisons se dissocient et prennent généralement des formes conjuguées, ce qui conduit à la formation des liaisons trans (plus stable que la forme cis) ; Cette réaction intervient généralement au cours de la désodorisation des huiles végétales (Pokorny, 2003 ; Tsuzukiet *al.*, 2010).

### **2.3. Oxydation**

L'oxydation des lipides est une cause majeure de dégradation des aliments lors de leur fabrication et de leur conservation. Elle affecte les AGI présents dans les huiles, les graisses ou les lipides de structure (Angélique *et al.*, 2006).

L'oxydation des huiles conduit peu à peu à une perte de leur qualité, en raison notamment de la dégradation partielle des AG indispensables et des vitamines E et A (sous la forme de son précurseur) (Cuvelier *et al.*, 2012).

L'oxydation se manifeste par l'attaque des agents oxydants portés par les molécules lipidiques par l'oxygène présent dans l'air. Dans cette réaction, il y a deux éléments : un substrat, les AGI contenant des hydrogènes en position allylique et bis-allylique, qui sont habituellement estérifiés dans les triglycérides et les phospholipides, qui sont les principales catégories de lipides alimentaires, et un réactif, l'oxygène atmosphérique (Cuvelier *et al.*, 2012).

### 3. Processus de dégradation des lipides

Selon Dridi, (2016), l'oxydation lipidique peut résulter par différentes voies réactionnelles, en fonction du milieu et des initiateurs impliqués : l'oxydation auto-initiée, provoquée par la température, les ions métalliques ou les radicaux libres correspondant à des lipides déjà oxydés, la photo oxydation, provoquée par la lumière ultra violette (UV) en présence de photosensibilisateurs, et l'oxydation enzymatique, catalysée par la lipoxygénase et la cyclooxygénase.

#### 3.1. Auto-oxydation

La réaction d'auto-oxydation des lipides est une réaction en chaîne auto-catalytique de radicaux libres.

L'auto oxydation des lipides peut être expliquée par une séquence comprenant une étape d'initiation correspondant à l'activation de la molécule d'AG, une phase de propagation et des réactions de terminaison (Jeant *et al.*, 2006).

##### • Initiation

La formation des radicaux libres ( $R^\circ$ ) est en relation avec cela. Les lipides insaturés (RH) perdent un atome d'hydrogène en présence d'un initiateur (1) pour former un radical libre de lipide ( $R^\circ$ ). Cette méthode d'initiation, qui est favorisée par une augmentation de la température, peut être générée par des radiations ionisantes, des générateurs chimiques, des systèmes enzymatiques ou chimiques qui génèrent des espèces activées d'oxygène ou des métalliques (Angélique *et al.*, 2006).



##### • Propagation

Il s'agit d'une reproduction rapide des radicaux libres, c'est la phase de la destruction des hydroperoxydes et de l'émergence des composés qui sont responsables du goût et de l'odeur de rance.

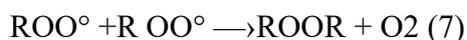
Selon Benjelloun, (2014), l'oxygène fixé génère un radical peroxyde instable qui réagit avec une nouvelle molécule d'AGPI, ce qui entraîne la formation d'un néoradical libre et d'un hydro-peroxyde.



##### • Terminaison

- La réaction entre les radicaux formés entraîne la formation d'un produit qui n'est pas un radical libre.





Par scission homolytique de la liaison entre O-O, les hydroperoxydes peuvent également se décomposer en formant un radical alcoyl et un radical hydroxyle. La réaction entre le radical alcoyl et d'autres substrats se propage en chaîne. Ensuite, le radical alcoyl peut être scindé en deux pour former un radical alkyl et vinyle de part et d'autre du radical. La réaction entre le radical alkyl et un hydrogène, un radical hydroxyle ou une molécule d'oxygène peut entraîner la formation d'hydrocarbures, d'alcools et d'autres hydroperoxydes.

En réagissant avec un radical hydroxyle, un radical hydrogène ou un Oxygène moléculaire, le radical vinyle peut former des aldéhydes et des hydrocarbures (Chikhoun, 2007).

### 3.2. Photo oxydation

En présence d'oxygène, d'énergie lumineuse et de photo-sensibilisateurs, tels que les hémoprotéines ou la riboflavine, la photo-oxydation joue un rôle essentiel dans la production d'hydroperoxydes (Rahi *et al.*, 2000). Il peut y avoir deux situations :

- Une photo-oxydation directe, où la lumière joue le rôle d'accélérateur des cinétiques des réactions d'oxydation et où les mécanismes chimiques demeurent inchangés.
- Une oxydation photo-sensibilisée, qui se produit grâce à la présence d'un agent photo-sensibilisateur (chlorophylle, certains colorants et certaines vitamines), qui active l'oxygène de l'air en le faisant passer de son état fondamental appelé « triplet » à un état excité appelé « singulet ». Cette énergie acquise permet à l'oxygène actif de se fixer directement sur l'AG sans passer par l'étape du radical.

Les mécanismes réactionnels varient donc ; les produits formés varient également (Jude, 2004).

### 3.3. Oxydation enzymatique

Selon Eymard, (2003), l'oxydation des AGI peut avoir une origine enzymatique. La lipoxygénase et la cyclooxygénase sont les deux principales enzymes impliquées :

- L'insertion d'une molécule d'oxygène sur un AGI est catalysée par la lipoxygénase, qui produit des hydroperoxydes dans une réaction stéréospécifique. Elle se concentre particulièrement sur les AG non estérifiés. Elle est donc fréquemment associée à celle des lipases et des phospholipases.
- La cyclooxygénase est une lipoxygénase qui intègre deux molécules d'oxygène dans un acide gras pour former des hydroperoxydes spécifiques.

La formation *in vivo* des prostaglandines, des thromboxanes et des lipoxygénases est catalysée par les cyclooxygénases, ainsi que celle des leucotriènes.

#### 4. Facteurs influençant l'oxydation

Il existe plusieurs facteurs qui peuvent avoir un impact sur la réaction, que ce soit en la prévenant ou en la soutenant. On distingue deux types de facteurs, les facteurs intrinsèques : la structure des lipides, la présence de molécules prooxydantes (ions métalliques, enzymes) ou d'antioxydants (tocophérols, caroténoïdes, composés phénoliques), et les facteurs extrinsèques : la température, la lumière, la pression partielle en oxygène, l'activité de l'eau, les conditions de stockage et de transformation (Dridi, 2016).

#### 5. Impact sur les huiles

D'un point de vue économique, l'oxydation de la matière grasse est cruciale, car elle provoque des dégâts gustatifs, des odeurs désagréables, voire même dans certains cas la production de molécules toxiques qui altèrent l'ADN et les protéines (Laguerre *et al.*, 2007).

On peut résumer ce processus en trois points :

- Conséquences nutritionnelles et gustatives : détérioration des vitamines liposolubles et des AGE ; formation de couleurs anormales, oxydation de nutriments (disparition des vitamines A, E, C, oxydation d'acides aminés), et enfin, la formation de composés toxiques (peroxydes, époxydes, aldéhydes).
- Conséquences sur la santé : les composés secondaires d'oxydation ont des effets cytotoxiques et mutagènes (comme le malondialdéhyde, qui réagit avec des substances chimiques), ou encore des effets cancérigènes (comme les monomères cycliques et les oxystérols).
- Conséquences sur l'économie : diminution de la valeur marchande causée par l'oxydation, ce qui diminue la qualité du produit (Benjelloun, 2014).

### III. Extraits phénoliques

#### 1. Datte et noyau de datte

##### 1.1. Palmier dattier

Le palmier dattier a été dénommé *Phoenixdactylifera* par Linné en 1734 c'est une espèce arborescente connue pour son adaptation aux conditions climatiques trop sévères des régions chaudes et sèches (Munier,1973). Selon Djerbi (1994), le palmier dattier *Phoenixdactylifera* L, tire son nom du mot phénicien « *phoenix* », qui signifie dattier, et de *dactylifera*, qui dérive du terme grec « *dactulos* », qui signifie doigt, en référence à la forme du fruit .C'est une plante dioïque comportant des pieds mâles (*dokkar*) et des pieds femelles (*nakhla*) (Chaibi,2002).

Le palmier dattier en Algérie est établi en plusieurs oasis réparties sur le Sud du pays ou le climat est chaud et sec (zone saharienne). Sa culture s'étend depuis la frontière Marocaine à l'ouest jusqu'à la frontière tuniso-libyenne à l'est et depuis l'Atlas Saharien au nord jusqu'à Reggane (sud-ouest), Tamanrasset (centre) et Djanet (sud-est) (Frédérique, 2010).

##### 1.2. Datte

La datte, fruit du palmier dattier, est une baie de forme allongée, oblongue ou arrondie. Elle est composée d'un noyau, ayant une consistance dure, entouré de chair (Figure 6), La partie comestible dite chair ou pulpe est constituée de :

- Un péricarpe ou enveloppe cellulosique fine dénommée peau.
- Un mésocarpe généralement charnu, de consistance variable selon sa teneur en sucre et de couleur soutenue.
- Un endocarpe de teinte plus clair et de texture fibreuse, parfois réduit à une membrane parcheminée entourant le noyau (Espiard, 2002).

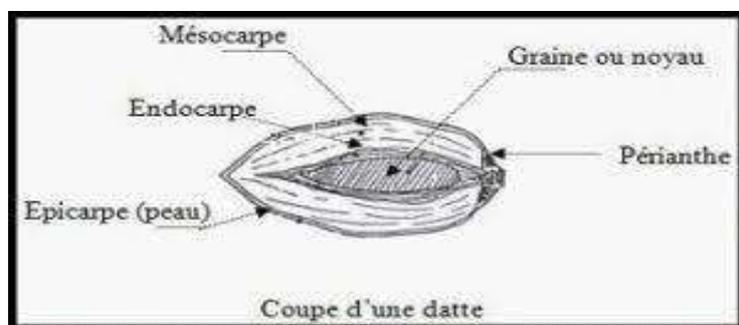


Figure 6 : Coupe longitudinale d'une datte (Munier, 1973).

### 1.3. Noyau de datte

Le noyau de datte est un organe de reproduction, il représente 7 à 30% du poids total de la datte, Il est de forme allongée, oblongue ou arrondie, ovoïde, parfois sphérique (Figure7). Plus au moins volumineux, lisse ou pourvu de protubérances latérales. Avec une couleur qui va du gris au brun (Gasmi, 2012).

Le noyau de datte est enveloppé dans l'endocarpe membraneux, et constitué d'un album en corné d'une consistance dure protégé par une enveloppe cellulosique (Adrar, 2016).

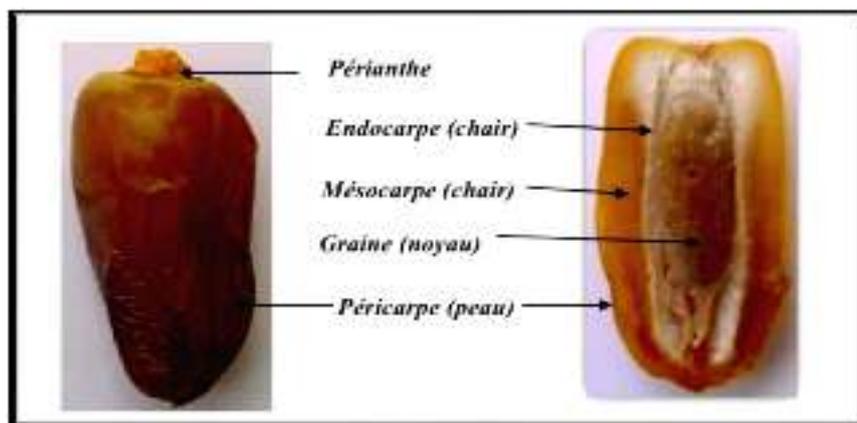


Figure 7 : Datte entière (à gauche) et coupe longitudinale (à droite) (Boulal, 2017).

#### 1.3.1. Composition chimique du noyau de datte

Le noyau de datte est riche en protéines, en glucides, en lipides, en minéraux comme le potassium (K), le phosphore (P), le calcium (Ca), le sodium (Na), le fer (Fe), le manganèse (Mn), le zinc (Zn) et le cuivre (Cu). En plus, les AG comme l'acide oléique, le palmique, le laurique, le linoléique et le palmitique ont été identifiés dans l'huile extraite de noyaux de dattes (Al Hooti *et al.*, 1998). Le (tableau II) suivant présente les principaux constituants des noyaux de dattes

Tableau II: Principaux constituants des noyaux de datte (Boujnah, 2012).

Composition	Teneur
Sucres (%)	52,60-88,60
Fibres alimentaire (%)	3,57-10,90
Protéines (%)	1,10-2,60
Matières grasse (%)	0,10-1,40
Cendres (%)	0,90-1,80
Humidité (%)	03,01 à 07, 01
Polyphénols (mg EAG/100)	3,10-4,43

**1.3.2. Composition en antioxydants**

Les noyaux de dattes contiennent également des composés qui peuvent avoir des propriétés antioxydantes. Les antioxydants présents dans les noyaux de dattes sont principalement des phénols, tels que l'acide férulique, l'acide caféique, et d'autres flavonoïdes. Ces composés peuvent contribuer à protéger les cellules contre les dommages causés par les radicaux libres, et ils sont également associés à divers bénéfices pour la santé.

Les antioxydants permettent de diminuer la progression de diverses maladies (cancer, athérosclérose, maladies cardiovasculaires et hypertension, entre autres).(Martin *et al.*, 2002).

**1.4. Usages de noyau de datte****1.4.1. Usage thérapeutique**

Les noyaux dattes sont recommandés pour le traitement des maladie srénales,les infections biliaires, les maladies de la peau, pour soulager le rhumatisme et céphalée, guérir la lèpre, traitement de diabète et pour traiter de manière curative et /ou préventive les manifestations cutanées du vieillissement, diminuer les rides, anti-tumorale et protecteur de certain types de cancer. Il a un bon effet sur l'utérus après l'accouchement .Sert à renouveler le sang et diminuer la fièvre, il sont utilisées dans les plaies, les lésions, inflammation, les laxatifs, les expectorants (khalid *et al.*, 2019).

**1.4.2. Usage industriel**

Les polysaccharides végétaux sont des constituants macromoléculaires qui peuvent se dissoudre dans l'eau pour créer des solutions colloïdales ou des gels. Les industries alimentaires et pharmaceutiques utilisent cette propriété pour fabriquer des épaississants, des gélifiants et des viscosifiants (Bouanani *et al.* , 2007).

## 2. Grenade et écorces de grenade

Originaire du proche Orient (Iran et régions voisines), le grenadier fait partie de la famille des *Punicaceae*. En général, on utilise le mot grenade pour le fruit et grenadier pour désigner l'arbre. Le mot « grenadine » est utilisé pour le sirop ou le jus de fruit obtenu avec les fruits. Cependant, au Niger, le mot « grenadine » sert à désigner les fruits. Les grenades sont mondialement reconnues pour leur teneur exceptionnelle en antioxydants et leurs multiples vertus pour la santé. La grenade a pour nom scientifique *Punica granatum* (Ibrahima *et al.*, 2023).

✓ Classification botanique de grenadier (Spichiger *et al.*, 2002)

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

### 2.1. Grenadier

Le grenadier ou le *Punica granatum* fait partie des espèces médicinales. C'est une espèce qui appartient à la famille de *Punicaceae*. C'est un arbre ou arbuste buissonnant de 2 à 5 m de hauteur, légèrement épineux, au feuillage caduc et au tronc tortueux. Il croît majoritairement dans toute la région méditerranéenne, de façon spontanée ou cultivée (Lairini *et al.*, 2014).

### 2.2. Grenade

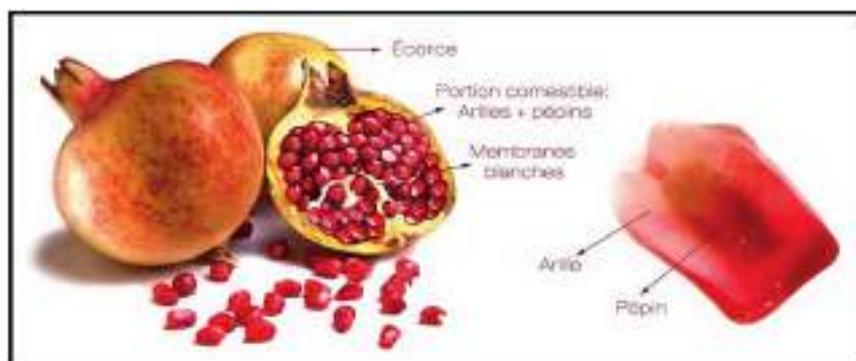
Les grenades sont des baies jaune brunâtre à rouge violacé de 5 à 12 cm (2 à 5 po) de diamètre avec une peau lisse et coriace. Les fruits sont sphériques, quelque peu aplatis, avec un calice persistant. Le calice peut mesurer de 1 à 6 cm (1,5 à 2,5 po) de long. De nombreuses graines sont chacune entourées d'une pulpe (arilles) rose à rouge violacé, juteuse et sub-acide qui constitue la partie comestible. La pulpe est quelque peu astringente. (Sheets *et al.*, 2004).

Le fruit de grenadine (feuille, écorce et graine) est riche en composés phénoliques. Cette composition lui a attribué plusieurs propriétés aussi bien dans le domaine médical que dans le domaine agroalimentaire ; en effet des études ont confirmé que la grenade possède des propriétés antidiabétiques anti-microbiennes et anticancérogènes. D'autres études ont montré que le grenade possède des propriétés antioxydantes et antimicrobienne contre la détérioration

des produits alimentaires Cela justifie son utilisation comme agent de conservation naturel car actuellement, il y a tendance à substituer les agents chimiques et synthétiques ayant une activité anti-microbiologique et anti oxydante par des agents naturels présents dans les fruits, les légumes et les herbes aromatiques (Lairini *et al.*, 2014).

### 2.3. Composition Chimique de la Grenade

La grenade possède dans ses différentes parties de nombreux composés chimiques d'une valeur biologique élevée: écorce, membranes blanches, arilles et graines (Figure 8) (Calin Sanchez *et al.*,2005).(Tableau III)Composition Chimique de la Grenade (Seeram *et al.*, 2008).



**Figure 8:** La grenade et ses différentes parties (Calin Sanchez *et al.*,2005).

**Tableau III :** Composition Chimique de la Grenade (Seeram *et al.*, 2008).

Composant	Principaux Constituants
Composés phénoliques	Ellagitannins (acide ellagique, dérivés), anthocyanidines
Acides organiques	Acide citrique, acide malique, acide oxalique
Sucres	Glucose, fructose, saccharose
Vitamines et minéraux	Vitamine C, potassium
Autres composés	Flavonoïdes, caroténoïdes, acides gras insaturés

### 2.4. Ecorces de grenade

L'écorce du fruit du grenadier est également appelée *malicorium*. Il s'agit de la partie dure du fruit. Elle est généralement utilisée séchée, sous la forme de morceaux brunâtres ou vert rougeâtre à l'extérieur, un peu verruqueux, brillants, jaunâtres sur la face intérieure concave, portant souvent l'empreinte des graines qui y étaient appliquées(Wald, 2009).

La saveur de l'EG est amère et astringente ,la peau de la grenade est composée à 80% d'eau, de polysaccharides complexes ( $\approx 8\%$ ), dont des polysaccharides solubles ( $\approx 5\%$ ), représentés

par des pectines et de l'hémicellulose. Elle contient aussi des minéraux, dont le potassium, calcium, magnésium, phosphore et sodium (Spilmont, 2013).

Les EG sont caractérisées par un réseau intérieur de membranes représentant près de 26 à 30 % du poids total du fruit et sont caractérisées par des quantités substantielles de composés phénoliques, notamment des flavonoïdes (anthocyanes, catéchines et autres flavonoïdes complexes) et des tanins hydrolysables (punicaline, pédonculagine, punicalagine, Acide gallique et ellagique) (Ismail, 2012).

## **2.5. Composition en antioxydant**

Dans des expériences *in vitro*, il a été prouvé que le jus de grenade et les extraits de graines du grenadier ont une capacité antioxydante comparable à celle du thé vert ou du vin rouge, en captant les radicaux libres et en réduisant le stress oxydatif des macrophages et la peroxydation lipidique chez les animaux (Basu *et al.*, 2009). Au sein du jus de grenade, les ellagitannins et les anthocyanines sont les principaux polyphénols antioxydants, L'activité antioxydante du jus de grenade est représentée par les ellagitannins, qui se trouvent principalement dans l'écorce, les membranes et les moelles du fruit (Seeram *et al.*, 2004).

## **2.6. Usages des écorces de grenade**

### **2.6.1. Usage thérapeutiques**

La grenade, *Punica granatum L.*, possède un large éventail d'effets thérapeutiques qui peuvent être attribués à des mécanismes antioxydants, anti-cancérogènes et anti-inflammatoires. L'application clinique de divers extraits (écorce, écorce, fruit, graine, pulpe et fleur) de grenade s'est concentrée sur le traitement et la prévention du cancer, des maladies cardiovasculaires et du diabète. D'autres bénéfices sont observés dans les infections virales les infections bactériennes buccales, la dysfonction érectile, la maladie d'Alzheimer l'arthrose et l'obésité (Malek *et al.*, 2014).

Les extraits du grenadier peuvent être utilisés aussi pour la prévention ou la guérison de l'athérosclérose, des diarrhées, des ulcères gastriques et des maladies liées à l'œstrogène (Doukani *et al.*, 2018).

### **2.6.2. Usage l'industriel**

Les produits industrialisés dérivés de la grenade ayant le plus d'importance sont les suivants:

- Jus de grenade: amplement commercialisé aux USA et ayant un grand potentiel en Espagne.
- Arilles
- Confitures
- Vins, vinaigres et liqueurs.
- Arilles déshydratées

- Produits nutraceutiques à base d'extrait d'écorce.
- Condiment alimentaire.
- Cosmétiques: crèmes, huiles, gels (Calin Sanchez *et al.*,2005).

### 3. Raisin et pépin de raisin

Le raisin est le fruit de la vigne cultivée (*Vitis vinifera*). C'est le deuxième fruit le plus cultivé au monde. En effet, selon un rapport de l'Organisation des Nations unies pour l'alimentation et l'agriculture (FAO) concernant le marché mondial du fruit, le raisin représente 14,6 % de la production mondiale de fruits juste après l'orange, ce qui représente près de 68 millions de tonnes de raisins produits.

Il se présente sous la forme de grappes composées de nombreux grains, qui sont sur le plan botanique des baies, de petite taille et de couleur claire, le raisin blanc (vert jaune, ou jaune doré), ou plus foncée : le raisin rouge (rose, noir-violet). Il sert surtout à la fabrication du vin à partir de son jus fermenté (on parle dans ce cas de raisin de cuve), mais le raisin peut également se consommer comme fruit, soit frais, le raisin de table (*chasselas, cardinal, Lavellée, muscat de Hambourg, danlas, prima, italia...*), soit sec, utilisé surtout en pâtisserie ou en cuisine. Il est également consommé du jus de raisin frais. Comme pour de nombreux végétaux (*Chira*) (Gupt *et al.*, 2019).

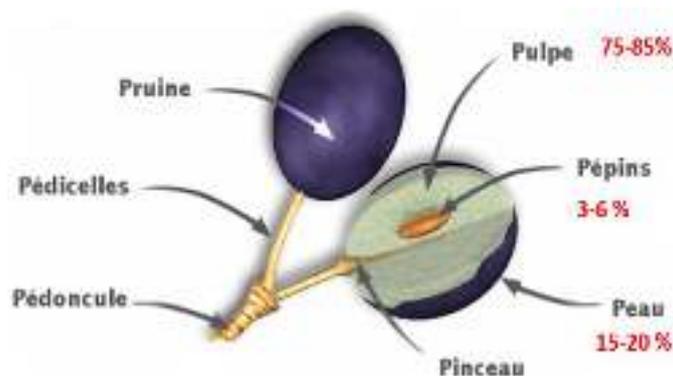
#### 3.1. Raisin

Le raisin est une baie classée dans le groupe des fruits charnus à pépins. La grappe de raisin est constituée de deux parties : la rafle, qui en est la charpente et le fruit dit grain ou baie de raisin. Cette dernière se compose de trois constituants : la pellicule, la pulpe et les pépins de raisin. En général, la rafle représente de 3 à 6% de la grappe mûre, la baie en constitue de 94 à 97%. La pulpe représente 75 à 85% du poids des baies, les pellicules de 15 à 20% et les pépins de 3 à 6% (Cabanis *et al.*, 1998).

#### 3.2. Grains de raisin

Les grains de raisin ont la concentration la plus élevée en molécules bioactives. Chaque pépin est composé d'un embryon entouré d'un albumen (Figure 9). L'albumen à son tour est entouré par une coque ligneuse, le tégument formé par trois parties (interne, intermédiaire et externe) et enfin une fine cuticule qui constitue la dernière assise cellulaire (Pacott *et al.*, 2012).

Les grains de raisin sont connus pour être riches en procyanidines qui ont des propriétés cardio protectives, des effets sur la prévention des cataractes, des effets anti-hyper glycémiqes et anti-inflammatoires ainsi que des propriétés anticancéreuses (Dimcheva *et al.*, 2018).



**Figure 9:** représente les compartiments de la baie de raisin Article technique RFOE n°225(Pascal CHATONNET Ph.D)

### 3.3. Composition chimique des raisins

La baie peut être perçue comme une entité chimique autonome et complexe. En plus des métabolites essentiels (eau, sucres, acides aminés, macro et micro-éléments) nécessaires à la survie de l'organe, les baies de raisin ont la capacité de produire d'autres composés aromatiques et phénoliques tels que des terpènes (comme le citron, le geraniol...), des flavones, des aldéhydes (comme l'éthanal, le propanal, la vanilline...), des anthocyanes (responsables de la couleur) et des tanins (Kennedy, 2002 ; Conde *et al.*, 2007).

Le raisin présente des caractéristiques physicochimiques qui varient selon la variété et la maturité du fruit. Effectivement, il renferme principalement de l'eau et des sucres à maturité (glucose, fructose, pectine et polysaccharide) (Conde *et al.*, 2007).

**Tableau IV:** Composition chimique des pépins en pourcentage de poids frais (Cabanis *et al.*, 1998).

Composé	Teneurs exprimées en % poids frais
Eau	25 – 45
Composés glucidiques	34 – 36
Lipides	8 – 13
Polyphénols (tanins)	4 – 10
Composés azotés	4 - 6,5
Minéraux	2 – 4

### 3.4. Composition en antioxydants

Les polyphénols constituent une famille de molécules organiques caractérisées, comme leur nom l'indique, par la présence de plusieurs groupements phénols associés en

structures plus ou moins complexes généralement de haut poids moléculaire. Ces composés sont les produits du métabolisme secondaire des plantes (Chira *et al.*, 2008).

Les composés phénoliques sont des composés importants de la baie de raisin. Ils sont représentés par les composés non flavonoïdes (acides phénols, stilbènes) et par les flavonoïdes (anthocyanes qui interviennent dans la couleur des raisins, flavonols, tannins) (Espiard, 2002).

L'extrait de pépin de raisin contient une forte concentration en proanthocyanidines, une classe de complexes polyphénols flavonoïdes et sont connus pour posséder un puissant effet antioxydant. Ces molécules, en particulier les flavonoïdes sont connus pour leurs capacités à transférer un atome d'hydrogène ou un électron à des espèces réactives de l'oxygène, ce qui les rend efficaces pour désactiver les radicaux libres et prévenir les dommages oxydatifs (Feringa *et al.*, 2011).

### 3.5. Usage

#### 3.5.1. Usage thérapeutique

Le raisin pourrait jouer un rôle de nutrition préventive lorsqu'ils sont consommés régulièrement avec modération et intégrés à l'alimentation. Les composés phénoliques de raisin possèdent des propriétés thérapeutiques pour certaines pathologies chroniques comme l'athérosclérose, le diabète, l'hypertension et certains cancers (Al-Awwadi *et al.*, 2005).

#### 3.5.2. Usages industriels

Les pépins de raisin sont utilisés pour extraire de l'huile de pépins de raisin, qui est riche en acides gras insaturés et en antioxydants (Pierron, 2017).

Utilisée dans des produits cosmétiques comme des huiles de massage, émoullissants, nourrissants et anti-âge (Patel *et al.*, (2015).

Les pépins de raisin sont utilisés dans des produits pharmaceutiques pour leurs propriétés antioxydantes et anti-inflammatoires (Ma *et al.*, 2017).

## 4. Antioxydants

### 4.1. Définition

Selon Pelly *et al.*, (2003), ces molécules ont la capacité d'interagir avec les radicaux libres et de mettre un terme à la réaction en chaîne avant que les molécules vitales ne soient en mauvais état.

Il y a des substances naturelles (comme la vitamine C et la vitamine E) et synthétiques qui peuvent exercer cette fonction. Les molécules phénoliques sont habituellement mono ou polyhydratées.

Lorsque des groupements donneurs d'électron sont substitués, cela accroît la capacité antioxydante, en particulier si ces groupements sont positionnés en ortho ou para des fonctions hydroxylées, et plus spécifiquement si les groupements sont du type butyle ou échyle. Afin d'être employées dans les industries agroalimentaires, il est nécessaire qu'elles ne soient pas toxiques, c'est pourquoi on utilise des substances naturelles.

#### **4.2. Mécanisme d'intervention**

Il est impossible d'empêcher l'oxydation des lipides insaturés en présence d'oxygène. Même, il s'agit d'une réaction inévitable ; néanmoins, elle peut être entravée. Les antioxydants ont la capacité d'influencer diverses étapes de l'oxydation. En général, ils agissent sur les radicaux libres générés lors des phases d'initiation et de propagation, ce qui les rend moins actifs. En complexant les catalyseurs et en réagissant avec l'oxygène ou en déviant les effets de la lumière ou des rayonnements, l'action préventive empêche l'initiation (Marc *et al.*, 2004).

#### **4.3. Catégorie des antioxydants**

Les antioxydants sont répartis en fonction de leur provenance, qu'ils soient naturels ou synthétiques.

##### **4.3.1. Antioxydants synthétiques**

Les antioxydants synthétiques, comme le butylhydroxyanisole (BHA), le butylhydroxytoluène (BHT), la gallate propylée (PG) et le tetra-butylhydroquinone (TBHQ), sont couramment employés dans l'industrie alimentaire en raison de leur efficacité et de leur prix moins élevé que les antioxydants naturels. Toutefois, leur sécurité fait l'objet d'une grande controverse car ils suscitent une demande de recherche en tant que matières de substitution des sources naturelles telles que les antioxydants (Lisu *et al.*, 2003).

##### **4.3.2. Antioxydants naturels**

Sont synthétisés par les plantes, présents dans la majorité des aliments frais, ont un poids moléculaire élevé ou faible, et peuvent varier en fonction de leur composition, de leurs propriétés physicochimiques et de leur mécanisme d'action. Les matériaux dont les antioxydants ont été extraits pendant le traitement sont considérés comme plus efficaces pour améliorer la durée de conservation des aliments et promouvoir la santé. Les antioxydants, principalement provenant des plantes, sont présents sous forme de composés phénoliques tels que des acides, des esters et des alcools phénoliques, des flavonoïdes aglycones ou glycosylés, des stilbènes, des tocophérols, des tocotriénols, de l'acide ascorbique (Anbudhasan *et al.*, 2014).





*Matériel et méthodes*

Le présent travail consiste à étudier l'effet de l'enrichissement d'une huile de soja raffinée avec des extraits phénoliques de trois sous-produits alimentaire (écorce de grenade EG ,grain de raisin GR et noyau de datte ND) en la comparant à (HE : huile soja enrichie avec un antioxydant synthétique vitamine E) et (T : huile de soja témoin sans aucun antioxydant ajouté ) ensuite évalué aussi leur activité antioxydante.

### 1. Présentation du complexe CEVITAL spa. Bejaïa

Le complexe industriel agroalimentaire Cevital est le plus important complexe agroalimentaire privé d'Algérie, Situé à proximité du port de Bejaïa, Aujourd'hui, Cevital SPA offre des produits d'une qualité supérieure avec un contrôle de qualité strict et un réseau de distribution performant. La raffinerie d'huile de Cevital couvre les besoins nationaux et a permis à l'Algérie de passer d'importateur à exportateur d'huiles végétales raffinées.

Afin de contrôler pleinement la production et d'intégrer l'ensemble, Cevital a instauré un projet de trituration de graines oléagineuses qui lui permettra de triturer 7 500 tonnes par jour, dont 5 000 tonnes de soja et 2 500 tonnes de colza. Cela offre à Cevital la possibilité de fabriquer une huile brute avec des taux d'humidité et d'acidité optimal, ce qui permet de répondre, dans un premier temps, aux besoins nationaux et d'exporter des huiles brutes, cela permet aussi à l'Algérie de rejoindre le cercle très restreint des producteurs et exportateurs d'huiles brutes.

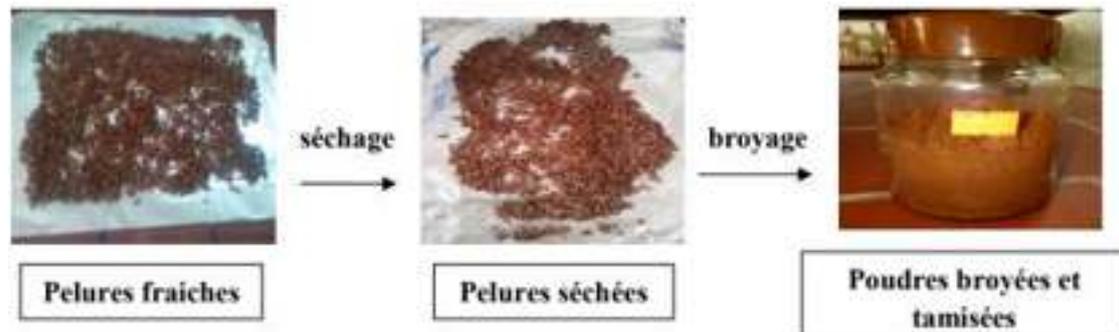
La présente étude utilise l'huile de soja raffinée. Cette huile est fabriquée par la raffinerie « CEVITAL spa » (tableau V), elle est réputée et largement utilisée en raison de sa disponibilité et de son goût.

**Tableau V:** Les caractéristiques de l'huile utilisée

Huile de soja	100%
Utilisation	Cuire, friture et assaisonnement Sans cholestérol
Température maximum	180°C
Stockage	A l'abri de la lumière et la chaleur
Certification	Produit certifié ISO 22000 par le Bureau VIRITAS Certification.
Fabriquée par	spa CévitalBéjaia
Date de production	11/03/2024
Date d'analyse	11/03/2024

## 2. Préparation du matériel végétal

Des échantillons d'EG, GR et de ND achetés sur un marché local de Bejaia ont été séchés à l'étuve (pendant plusieurs jours à 40 ° C jusqu'à ce que le poids se stabilise) et broyés à l'aide d'un moulin électrique, La poudre ainsi obtenue a été tamisée (diamètre  $\leq 250\mu\text{m}$ ) pour obtenir une poudre homogène et conservée dans un flacon en verre à température ambiante, à l'abri de la lumière et de l'humidité (Figure 10).



**Figure10:** Pelures d'écorces de grenade.

## 3. Extraction des composés phénoliques à partir (EG, GR, ND)

Afin d'extraire les composés phénoliques, la méthode traditionnelle d'extraction par macération à température ambiante et par épuisement a été adoptée. Le protocole expérimental de Chogui *et al*,(2015).

La macération de 10 g de poudre dans 100 ml de solvant (éthanol 70%) a été faite à température ambiante pendant 2 heures sous agitation. Le mélange a été filtré en utilisant un papier filtre. Les résidus collectés ont été extraits une seconde fois avec 50 ml du même solvant pendant une heure sous agitation. Les deux filtrats ont été regroupés et le solvant a été évaporé, à environ 80%, dans une étuve ventilée. Par la suite, l'extrait est lyophilisé et stocké dans un petit flacon en verre ombré à une température de 4°C jusqu'à ce qu'il soit utilisé.

## 4. Enrichissement de l'huile de soja

L'enrichissement de l'huile de soja raffinée a été réalisée avec deux concentrations spécifiques (C1=50ppm ; C2=100ppm) pour chaque extrait phénolique (EG,GR, ND) Ensuite, les échantillons ont été agités à une vitesse  $v=3000$  tr/min pendant 5 minutes dans un agitateur à haut cisaillement afin de faciliter la dissolution de l'extrait dans l'huile (Figure11).



**Figure 11:** Photographies représentatives de l'enrichissement et l'agitation de l'huile avec l'agitateur High Shear.

## 5. Extraction des composés phénoliques à partir de huile (enrichie et non enrichie)

L'extraction des composés phénoliques à partir d'huiles a été réalisée selon la méthode décrite par Montedoro *et al.* (1992). un volume de 8ml de solution méthanol-eau (80% - 20%) a été ajoutée à 8g d'huile.

Le mélange a été vortexé pendant 1min et les deux phases ont été séparées par centrifugations pendant 10min à 3000tr/min, la phase méthanolique a été récupérée. L'extraction a été répétée deux fois.

## 6. Analyses physico-chimiques d'huile

### 6.1. Analyses physiques

#### 6.1.1. Couleur

##### Définition Lovibond (tintomètre)

Selon Fangxia *et al.*, (2001) la méthode Lovibond fournit une mesure objective de la couleur équipée généralement de filtre colorés jaune et rouge standardiser, permettant de déterminer la teinte et l'intensité de la couleur de l'échantillon.

##### Principe

La couleur de la lumière transmise au travers une épaisseur connue de corps gras liquide est comparée à la couleur de la lumière émise par la même source et transmise à travers des étalons chromatiques en verre. Les résultats sont exprimés, par convention, en unités Lovibond (Fangxia *et al.*, 2001).

##### Mode opératoire (ISO 15305:1998(F))

La cuve de Lovibond a été remplie d'huile chauffée à 60°C, la couleur a été mesurée en utilisant les touches jaune et rouge. Les valeurs de la couleur ont été données comme suit : XJ et YR

X, Y : valeurs déterminées par l'appareil Lovibond

J : Jaune ; R : Rouge

### 6.1.2. Extinction spécifique

#### Définition

Selon Boulfane *et al*, (2015), l'extinction spécifique de l'huile est une mesure de l'absorbance de la lumière par les molécules de l'huile et des longueurs d'ondes spécifiques. Elle est utilisée pour évaluer la qualité de l'état d'oxydation de l'huile et mesuré a des longueurs d'ondes de 232nm et 270nm, qui correspondent respectivement aux absorptions des diènes et triènes conjugués, produits de l'oxydation de l'huile.

#### Principe

L'extinction spécifique des huiles, comme l'huile de soja, repose sur la mesure de l'absorption de la lumière à des longueurs d'onde spécifiques, telles que 232 nm pour les diènes conjugués et 270 nm pour les triènes conjugués. Ces mesures permettent d'évaluer la présence de produits de dégradation oxydative dans l'huile, indiquant ainsi son degré de détérioration et sa stabilité. C'est une méthode essentielle pour garantir la qualité des huiles utilisées dans divers secteurs industriels et alimentaires, en particulier en contrôlant leur résistance à l'oxydation (Boulfane *et al.*, 2015).

#### Mode opératoire (ISO 3656 2011-02-01)

la cuve a été remplie avec de l'huile pour mesurer l'absorbance à l'aide du spectrophotomètre sur la plage de longueurs d'onde comprise entre 220 nm et 360 nm.

## 6.2. Analyses chimiques

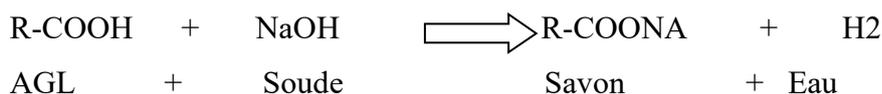
### 6.2.1. Acidité

#### Définition

Selon Houmba *et al*, (2016), l'acidité est la quantité d'acide gras libre exprimé en pourcentage (%) d'acide oléique.

#### Principe

Centrifugation et titrage des acides gras libres par une solution de NaOH 0.1N (Houmba *et al*,2016), selon la réaction suivante:



#### Mode opératoire (ISO-660-1996)

Dans Erlenmeyer, 75ml éthanol a été neutralisé avec du NaOH ont été introduits en présence de phénolphtaléine jusqu'à l'apparition d'une coloration rose. Ensuite, 10g d'huile ont été pesés et le mélange a été chauffé pendant une minute afin d'améliorer la réaction titrer

par une solution du NaOH à 0.1N jusqu'à apparition d'une teinte rose persistante enfin le volume de la chute de la burette a été noté.

### Expression des résultats

$$\text{Acidité} = \frac{N \cdot V \cdot 282}{10P}$$

N : normalité de NaOH 0,1 N

V : volume de NaOH dépensé pour le titrage

282 : la masse molaire d'acide oléique =282g/mol.

P : prise d'essai en grammes

### 6.2.2. Indice de peroxyde

#### Définition

Selon Novidzro *et al.*,(2019), l'indice de peroxyde d'un corps gras est le nombre milliéquivalents (méq) d'oxygène actif par kilogramme d'huile, Cet indice nous renseigne sur le degré d'oxydation et d'altération des matières grasses.

#### Principe

Traitement d'une prise d'essai, en solution dans l'acide acétique et du chloroforme par une solution d'iodure de potassium, titrage de l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium (Novidzro *et al.*,2019).



#### Mode opératoire (ISO 3960:2017(F))

Dans un flacon une quantité de 5g d'huile de soja est introduite, un volume 12ml de chloroforme et 18ml d'acide acétique ont été ajoutés ,puis 1ml de solution saturée d'iodure de potassium a été introduit ,le flacon a été rapidement bouché ,agité, et le mélange a été incubé à l'obscurité à température entre 15 et 25°pendant une minute, 75ml d'eau distillé et 1ml de solution d'amidon ont été ajoutés .Ensuite, le titrage a été effectué avec la solution de thiosulfate de sodium jusqu'au virage bleu à l'incolore, et un essai à blanc a été réalisé dans les même conditions.

#### Expression des résultats

$$IP = \frac{(V1 - V0) \cdot N \cdot 1000}{M}$$

V0 : est le volume de thiosulfate de sodium en ml utilisé pour le blanc

V1 : est le volume de thiosulfate de sodium en ml utilise pour essai

N : est la normalité de thiosulfate de sodium

M : est la masse de la prise d'essai d'huile en gramme

### 6.3. Dosage des composés phénoliques totaux

Le dosage des polyphénols totaux par le réactif de Folin-Ciocalteu a été décrit dès 1965 (Singleton et Rossi). Depuis, son utilisation s'est largement répandue pour caractériser les extraits végétaux d'origines les plus diverses (Boizot *et al.*, 2006).

#### Principe

Le réactif est constitué par un mélange d'acide phosphotungstique (H<sub>3</sub>PW<sub>12</sub>O<sub>40</sub>) et d'acide phosphomolybdique (H<sub>3</sub>PMo<sub>12</sub>O<sub>40</sub>) dans l'oxydation des phénols, il se transforme en un mélange d'oxydes bleus de tungstène et de molybdène (Ribéreau-Gayon, 1968). La coloration produite, dont l'absorption maximum est comprise entre 725 et 750 nm est proportionnelle à la quantité de polyphénols présents dans les extraits végétaux (Boizot *et al.*, 2006).

#### Mode opératoire

Le protocole adopté est celui de Li *et al.*, (2006), un volume de 0,5 ml pour chaque extrait a été mélangé à 2,5 ml de réactif FolinCiocalteu (1 /10). Après 2 min, 2 ml de carbonate de sodium (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) (75 g/L) ont été ajoutées. Le mélange réactionnel a été incubé a l'obscurité pendant 1heure l'absorbance a été mesurée à 760 nm. Les polyphénols totaux ont été quantifiés en se référant à une courbe d'étalonnage réalisée avec l'acide gallique représentée en annexe, les résultats sont exprimés en équivalent acide gallique par 100 gramme d'huile (mg EAG/100g huile).

### 6.4 Activité anti radicalaire au DPPH' de l'extrait

#### Principe

Le diphényle picryl-hydrazyle DPPH' est un radical libre qui reste stable, qui est violet en solution et qui possède une absorbance spécifique à 517nm. La disparition rapide de cette couleur se produit lorsque le DPPH' est converti en diphényle picrylhydrazine par un composé ayant des propriétés anti-radicales, ce qui entraîne une décoloration (l'intensité de la coloration est inversement proportionnelle à la capacité des antioxydants présents dans le milieu à libérer des protons) (Sanchez, 2002). On peut résumer la réaction de la manière suivante :





**Figure 12** : Réduction du radical libre DPPH'

### Mode opératoire

Le protocole expérimental suivi était celui décrit par Sahin *et al*, (2004). 2,9 ml de la solution de méthanol contenant le radical DPPH' ont été mélangé avec 100 µl d'extrait, et ce mélange a été incubé à l'obscurité pendant 30 minutes avant de mesurer l'absorbance à 515 nm.

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

$$\% \text{ d'inhibition} = [(Absc - Abse) / Absc] * 100$$

Abse : absorbance du control ;

Abse : absorbance de l'échantillon

# Résultats et discussion

### Paramètres physico-chimiques de l'huile

Le contrôle physico-chimique vise à assurer que le produit répond aux normes de qualité établies par l'entreprise.

Les résultats obtenus lors de détermination des caractéristiques physico-chimiques de l'huile de soja enrichie et non enrichies sont représentés dans les tableaux (VI, VII, VIII, IX).

#### I. Analyses physiques

##### 1. Couleur

La mesure de la couleur, qui est un caractère de qualité est exprimée en terme d'unité rouge R et jaune J.

**Tableau VI** : Résultats de test Lovibond

Analyse d'échantillons	Résultats	Norme d'entreprise
<b>HE</b>	R 1.2 / J 11	R 1.2 / J 12
<b>T</b>	R 0.7 / J 8.9	
<b>EG50</b>	R 0.6/J 8.6	
<b>EG100</b>	R 0.5/J 8.6	
<b>GR50</b>	R 0.5/J 9.2	
<b>GR100</b>	R 0.6/J 8.6	
<b>ND50</b>	R 0.5/J 8.9	
<b>ND100</b>	R 0.7/J 9.6	

Huile de soja (HE) à une couleur R de 1,2 et J de 11, ce qui est conforme à la norme interne de l'entreprise qui se situe entre 1,2 pour le R et 12 pour le J. Cependant, l'huile (T), qui n'a pas subi de traitement, présente une couleur plus claire avec un R de 0,7 et un J de 8,9.

Lorsque l'huile (T) est enrichie avec les différents extraits phénoliques (EG, GR, ND) à des concentrations de 50 et 100 ppm, sa couleur varie légèrement. Pour EG, le R passe de 0,6 à 0,5 et le J reste stable à 8,6. Pour les GR, le R varie de 0,5 à 0,6 et le J de 9,2 à 8,6. Enfin, pour le ND, le R reste à 0,5 puis augmente à 0,7 et le J passe de 8,9 à 9,6.

La couleur d'une huile enrichie en extraits phénoliques de (EG, GR, ND) est étroitement liée aux composés phénoliques spécifiques contenus dans ces extraits. Des études telles que celles menées par Jiang *et al.*, (2019) sur l'huile de graines *Nigel* enrichie en extrait de GR, ainsi que par Zribi *et al.*, (2015) sur les extraits de GR, ont montré que les

anthocyanes, les flavonoïdes et les tanins présents dans ces extraits peuvent influencer la couleur de l'huile, lui donnant des teintes rouges, pourpres ou jaunes.

Les résultats des analyses indiquent que les huit échantillons d'huile examinés présentent un nombre d'unités de J et R inférieur aux normes établies par l'entreprise, fixées à R 1.2 / J 12. Cette conformité respecte les normes de qualité de l'entreprise, qui spécifient que les résultats doivent être inférieurs ou égaux à cette valeur.

Les huit échantillons répondent aux normes de qualité de l'entreprise. Cela laisse entendre que même si leurs valeurs sont différentes de celles de l'huile de l'entreprise, elles sont tout de même considérées comme satisfaisantes selon les critères de qualité de cette dernière.

## 2. Extinction spécifique

La mesure de l'extinction spécifique dans une huile, telle que l'huile de soja, est effectuée en raison de la présence de diènes et de triènes conjugués (Boulfane *et al.*, 2015), (tableau VII).

**Tableau VII:** Résultat d'extinction Spécifique

Échantillon	232 nm	270 nm
HE		
T	0,958	3,610
EG50	0,901	3,481
EG100	0,854	3,485
GR50	0,728	3,420
GR100	0,698	3,433
ND50	0,808	3,492
ND100	0,774	3,575

L'huile (T) présente des valeurs d'extinction spécifique à 232 nm de 0,958 et à 270 nm de 3,610.

Lorsqu'elle est enrichie avec un extrait phénolique de ND à 50 ppm, on observe une augmentation de ces valeurs à 232nm et 270nm de 0,808 et 3,492 respectivement, à une concentration de 100 ppm, ces valeurs sont de 0,774 et 3,575.

L'enrichissement de l'huile de soja avec l'extrait phénoliques GR à 50 ppm, les valeurs d'extinction spécifique diminuent à 0,728 à 0,698 et augmente de 3,420 à 3,433 à 100 ppm.

Enfin, l'huile de soja enrichie avec l'extrait phénolique d'EG présente une diminution des valeurs d'extinction spécifique à 232 nm de 0,901 à 50 ppm et 0,854 à 100 ppm, à 270 nm, ces valeurs passent de 3,481 à 50 ppm à 3,485 à 100 ppm.

Selon Yang et al, (2009), les extraits phénoliques provenant de sources végétales telles que EG, GR, ND sont riches en composés antioxydants, tels que les flavonoïdes, les acides phénoliques et les tanins, qui peuvent protéger l'huile contre l'oxydation, les résultats suggèrent que les extraits phénoliques EG, GR, ND ont un impact positif sur la stabilité et la qualité de l'huile de soja en réduisant son oxydation.

Ces composés agissent en neutralisant les radicaux libres et en empêchant la formation de peroxydes lipidiques, réduisant ainsi la dégradation des acides gras insaturés et la formation de composés volatils responsables de l'altération de l'huile (Shahidi *et al.*, 2015).

Plusieurs études scientifiques ont exploré cette relation et ont montré des résultats prometteurs quant à l'efficacité des extraits phénoliques dans la réduction de l'oxydation des huiles (Aydeniz *et al.*, 2017).

Selon Boulfane *et al.*, (2015), les diènes et de triènes conjugués qui sont des produits de dégradation et leur présence est détectée par la mesure de l'absorbance de l'huile à des longueurs d'onde spécifiques (232 nm et 270 nm). Les valeurs d'extinction spécifique à ces longueurs d'onde permettent d'évaluer le degré d'oxydation de l'huile, car des valeurs élevées indiquent une susceptible oxydation plus importante, ce qui peut altérer la qualité d'huile et réduire ainsi la durée de sa conservation (Frankel, 2015).

Ces deux paramètres K232 et K270 fournissent des informations au sujet de la présence des diènes (K232) et des triènes (K270) conjugués, formés pendant l'autoxydation d'huile en raison du décalage de la position des liaisons qui se déplacent d'un ou plusieurs carbones vers l'extrémité de la chaîne carbonée. Les triènes conjugués (dans le cas de la présence d'AG a trois doubles liaisons) et les produits secondaires d'oxydation, tels que les aldéhydes et cétones  $\alpha$ -insaturés, absorbent la lumière vers 270 nm. Plus l'extinction à 270nm est forte, plus l'huile est riche en produits d'oxydation secondaires et traduit sa faible aptitude à la conservation (Boulfane *et al.*, 2015).

Même si la méthode est non spécifique pour les produits secondaires d'oxydation, elle donne un premier aperçu au sujet de la qualité d'huile (Caponino *et al.*, 2005).

## II. Analyses chimiques

### 1. Acidité

Selon Kpoviessi *et al.*,(2004) l'acidité nous renseigne sur le taux d'AGL présent dans une huile, elle permet d'estimer le degré d'altération hydrolytique induite par la présence d'eau.

Dans le processus d'hydrolyse, la molécule de triglycéride réagit avec une molécule d'eau pour donner un AGL et un diglycéride (Nayak *et al.*, 2016).

L'acidité d'une huile végétale est un indicateur important de sa qualité et de sa fraîcheur. Plus l'acidité est élevée, plus l'huile a subi une dégradation par hydrolyse des triglycérides (Tableau VIII).

**Tableau VIII** : Analyse de la variance de l'acidité%

Echantillons	Résultats (%)	Normes d'entreprise
HE	0,11	0,08-0,12 %
Témoin	0,08	
EG50	0,08	
EG100	0,08	
GR50	0,08	
GR100	0,08	
ND50	0,08	
ND100	0,08	

L'huile HE a une acidité de 0,11%, ce qui est conforme à la norme interne de l'entreprise qui se situe entre 0,08 et 0,12%. Cependant, l'huile pure, qui n'a pas subi de traitement, présente une acidité plus faible de 0,07%.

Lorsque l'huile (T) est enrichie avec des extraits phénoliques (EG, GR, ND), son acidité augmente légèrement pour atteindre 0,08% dans les trois cas.

L'augmentation légère de l'acidité de l'huile pure, lorsqu'elle est enrichie en extraits phénoliques de (EG, GR, ND) peut s'expliquer par les interactions entre les composés phénoliques et les acides gras libres présents dans l'huile.

Selon Liu *et al.*, (2017) les polyphénols, tels que ceux contenus dans ces extraits, peuvent interagir avec les acides gras, ce qui peut potentiellement entraîner une augmentation de l'acidité.

Des études menées par Gunstone, (2007), fournissent des informations sur les réactions entre les acides gras et d'autres composés dans les huiles végétales.

Selon Bagchi *et al.*, (2000) les propriétés antioxydantes des extraits de GR et leur capacité à interagir avec d'autres molécules dans des conditions similaires à celles de l'huile.

Goula *et al.*, (2012) a examiné les propriétés antioxydantes d'extrait EG et ses interactions avec d'autres composés alimentaires. Pour les extraits de ND, (Al-Farsi *et al.*, 2005) présente une analyse des composés phénoliques présents dans ces extraits et leur potentiel effet antioxydant. Ainsi, l'enrichissement de l'huile avec ces extraits phénoliques peut entraîner une légère augmentation de son acidité.

Bien que l'acidité de l'huile enrichie reste dans les limites de la norme de l'entreprise.

## 2. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est une mesure permettant d'estimer la quantité de peroxyde présent dans une matière grasse, Cet indice est un bon indicateur de l'état d'oxydation d'un CG., il mesure les hydro-péroxydes totaux qui sont les premiers produits d'oxydation (Tableau IX), s'exprime en (milliéquivalents d'oxygène par kilogramme) (Diakite *et al.*, 2022).

**Tableau IX** : Résultats d'indice de peroxyde en MeqO<sub>2</sub>/kg

Echantillons	Résultats (MeqO <sub>2</sub> /kg)
Témoin	0,2
EG50	1,1
EG100	1,2
GR50	0,75
GR100	1,3
ND50	0,9
ND100	0,75

HE enrichie avec de la vitamine E, présente un indice de peroxyde nul, démontrant son stabilité oxydative.

L'huile de soja pure non enrichie affiche un indice de peroxyde très faible de 0,2 MeqO<sub>2</sub>/kg.

Cependant, lorsque cette huile pure a été enrichie avec les extraits phénoliques (EG, GR, ND) à des concentrations de 50 ppm et 100 ppm, son indice de peroxyde a augmenté par rapport à l'huile non enrichie.

L'extrait de ND a donné des indices de peroxyde de 0,9 MeqO<sub>2</sub>/kg à 50 ppm et 0,75 MeqO<sub>2</sub>/kg à 100 ppm, indiquant un effet pro-oxydant limité.

L'extrait de pépins de raisin a montré un effet plus marqué, avec une augmentation de l'indice de peroxyde à 1,3MeqO<sub>2</sub>/kg à 100 ppm.

L'extrait d'écorces de grenade a également augmenté l'indice de peroxyde, atteignant 1,1MeqO<sub>2</sub>/kg à 50 ppm et 1,2MeqO<sub>2</sub>/kg à 100 ppm.

Selon l'étude de Garcia-Martinez *et al*, (2015) les extraits phénoliques peuvent accélérer l'oxydation de l'huile, agissant ainsi comme des pro-oxydants dans certaines conditions. De même, dans la recherche menée par Pietta *et al*, (1998) il est démontré que les composés phénoliques peuvent avoir un effet pro-oxydant en réduisant les métaux. De plus, l'étude de Sato *et al*, (2013) a également confirmé que les polyphénols peuvent accélérer l'oxydation des huiles alimentaires en agissant comme des pro-oxydants.

Ces études offrent des preuves solides de la corrélation entre les extraits phénoliques et leur effet pro-oxydant sur l'oxydation de l'huile, en soulignant les mécanismes spécifiques par lesquels ces composés peuvent agir. Dans ces conditions, les composés phénoliques peuvent agir comme des pro-oxydants en chélatant les métaux de manière à maintenir ou à augmenter leur activité catalytique. De la même manière, l'activité prooxydante des polyphénols découle de leur capacité à réduire les métaux (comme le Fe<sup>3+</sup> pour donner Fe<sup>2+</sup> qui réagit avec O<sub>2</sub> ou H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>), ce qui augmente leur capacité à générer des radicaux libres. (Pereira *et al.*, 2009).

Ces variations peuvent être causées par différents facteurs tel que le degré d'instauration des acides gras présents dans l'huile spécifique, le stockage, l'exposition à la lumière ainsi que la teneur en métaux ou autres composés pouvant catalyser les processus d'oxydation (Choe *et al.*, 2006).

### III. Analyse sur les antioxydants

#### 1. Dosage des composés phénoliques totaux

Les concentrations des polyphénols totaux, exprimées en mg d'équivalent d'acide gallique/100g de huile, ont été calculées à l'aide de la courbe d'étalonnage utilisant l'acide gallique comme standard dans les 8 échantillons.

**Tableau X** : Résultats des teneurs en composés phénoliques des échantillons

<b>Echantillons</b>	<b>Concentrations mg EAG/100g</b>
<b>HE</b>	0,488
<b>Témoin</b>	0,068
<b>EG50</b>	0,07
<b>EG100</b>	0,186
<b>GR50</b>	0,978
<b>GR100</b>	2,23
<b>ND50</b>	1,22
<b>ND100</b>	1,29

L'enrichissement de l'huile de soja avec des extraits naturels présente des avantages notables par rapport au témoin (huile non enrichi). Selon une étude menée par Farhoosh *et al*, (2009), il a été constaté que l'huile de soja non raffinée contient une quantité de  $7,91 \pm 0,02$  mg EAG/100g de composés phénoliques. Cette quantité est presque complètement éliminée lors des différentes étapes du processus de raffinage. Il est à noter que l'huile de l'entreprise, enrichie en antioxydants synthétiques, a été utilisée comme point de référence dans notre étude.

Les résultats de la présente étude démontrent la concentration de l'extrait GR et la teneur en composés phénoliques totaux dans l'huile de soja enrichie, à la fois à 50 ppm (0.978 mgEAG/100g huile) et à 100 ppm (2.23 mgEAG/100g huile), nous observons une augmentation de la teneur en composés phénoliques totaux.

Pantelic *et al*, (2016) ont démontré que les pépins de raisin sont une source abondante en polyphénols, notamment les flavonoïdes et les proanthocyanidines, réputés pour leurs

propriétés antioxydantes. De même, les travaux de Rombaut, (2013), ont souligné la haute concentration de polyphénols dans les pépins de raisin, mettant en lumière leur potentiel en tant qu'antioxydants naturels.

De plus, (Garcia *et al.*,2015) ont mis en évidence que les pépins de raisin renferment entre 60 et 70 % des composés phénoliques totaux, ce pourcentage étant calculé en fonction du poids sec des pépins. La proportion est très variable en fonction des variétés, avec des valeurs allant de 38,02 à 101,25 mg EAG/g de poids sec différentes, tandis que (Zhou *et al.*,2016) ont rapporté des concentrations totales en polyphénols dans les graines de raisin d'environ 22,97 mg EAG/g de matière sèche.

Ces résultats mettent en lumière le potentiel significatif des extraits de pépins de raisin pour augmenter la teneur en composés phénoliques dans l'huile de soja enrichie, soulignant ainsi l'importance de leur concentration précise dans le processus d'enrichissement.

L'extrait de noyaux de dattes présente des résultats légèrement inférieurs à ceux des pépins de raisin. À 50 ppm, la teneur en composés phénoliques totaux est de 1.22 mgEAG/100g d'huile, avec une légère augmentation à 100 ppm de 1.49 mgEAG/100g d'huile.

Les extraits de GR et de ND ont présenté des valeurs supérieures à celle de l'huile d'entreprise, l'extrait d'EG n'a pas pu atteindre cette norme, ce qui souligne la nécessité d'une exploration plus approfondie des conditions d'enrichissement pour optimiser son efficacité.

Selon Salvador *et al.*,(2001), les différences peuvent être attribuées à divers facteurs tels que la méthode et les conditions d'extraction et d'analyse, l'origine géographique de l'échantillon et le degré de maturité des produits utilisés.

Selon Chiou *et al.*, (2007), l'analyse des polyphénols totaux des huiles d'olive, de tournesol et de palme, enrichies à 120 et 240 ppm d'extraits de feuilles d'olivier, a révélé des résultats, allant de 8,2 à 20,2 EAC/ 100g.

Les résultats suggèrent que l'ajout d'extraits phénoliques naturels, tels que ceux provenant de pépins de raisin, de noyaux de dattes et d'écorce de grenade, à l'huile de soja entraîne une augmentation significative de sa teneur en composés phénoliques totaux. Des études antérieures ont confirmé cette relation. Zhang, (2018) a montré que l'enrichissement de l'huile de soja avec des extraits de GR améliore sa teneur en composés phénoliques totaux, ainsi que ses propriétés antioxydantes. De même Li *et al.*, (2006) ont démontré que l'ajout d'extraits de ND à l'huile de soja conduit également à une augmentation significative de sa teneur en composés phénoliques totaux, tout en améliorant ses propriétés antioxydantes et sa stabilité à l'oxydation.

Il est crucial de reconnaître que la concentration des composés phénoliques dans chaque extrait peut être sujette à une variabilité importante. Selon Hussein *et al.*, (2019) cette variation dépend de plusieurs facteurs, notamment la variété des fruits ou des plantes utilisées, les conditions de croissance, le stade de maturité au moment de la récolte, ainsi que les méthodes de traitement post-récolte. De plus, les différentes méthodes d'extraction, telles que l'extraction par solvant, l'extraction par pression ou l'extraction par CO<sub>2</sub> supercritique (Pires *et al.*, 2018), peuvent également influencer la composition finale de l'extrait en termes de teneur en composés phénoliques.

## 2. Activité antioxydante au radical DPPH'

La méthode d'évaluation de l'activité antioxydante au radical DPPH' a été choisie, en raison de sa simplicité, rapidité et de sa reproductibilité (Agouazi *et al.*, 2019).

La mesure de l'absorbance a été effectuée par spectrophotométrie à 515 nm et à partir des résultats obtenus, les pourcentages d'inhibition ont été calculés,.

**Tableau XI** : Résultats pourcentage d'inhibition du radical DPPH' des extraits d'huile

Echantillons	Pourcentage d'inhibition%
HE	14,166
Témoin	7,083
EG50	7,38
EG100	8,05
GR50	10,83
GR100	16,8
ND50	8,88
ND100	15,41

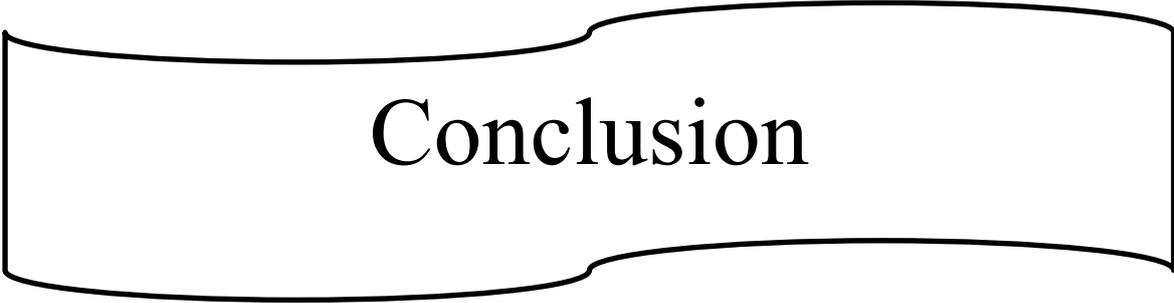
Comparativement à HE, l'huile enrichie présente une activité antiradicalaire supérieure, parmi les échantillons enrichis, ceux aux extraits de GR révèlent les activités antiradicalaires les plus élevées, avec une augmentation notable à mesure que la concentration en extrait augmente, de 10.83% à 50 ppm atteignant 16.80 % à 100 ppm.

Les extraits phénoliques de pépins de raisin ont une activité antioxydante supérieure à celle d'autres antioxydants tels que la vitamine C, la vitamine E et le  $\beta$ -carotène (She *et al.*, 2003).

Les échantillons enrichis aux extraits de noyau de datte montrent également une augmentation de leur activité antiradicalaire avec des valeurs de 8.88 % à 50 ppm et 15.41 % à 100 ppm.

En revanche, les échantillons enrichis aux extraits d'EG présentent des niveaux d'activité antiradicalaire plus modérés avec des valeurs de 7.38% à 50 ppm et 8.05% à 100 ppm, bien que toujours améliorés par rapport à l'huile de base. Selon Debouda *et al.*, (2012) l'augmentation de l'activité antioxydante est directement liée à la concentration en composés phénoliques des extraits. Ainsi, l'enrichissement de l'huile de soja avec des extraits de GR et de ND semble être particulièrement plus efficace.

La variation de l'activité de piégeage des radicaux libres DPPH<sup>\*</sup> entre les différents extraits pourrait être due à la structure et au type de composés phénoliques et à leur concentration (Khan *et al.*, 2012).



# Conclusion

Pour avoir une huile saine, claire et éclatante, peu colorée avec une texture organoleptique neutre, les entreprises agroalimentaires, sont dans l'obligation de répondre aux exigences d'un cahier des charges qui nécessite une qualité supérieure de l'huile demandée, une traçabilité des lots, l'absence de contaminants et de composés indésirables, ainsi qu'une stabilité oxydative constante au fil du temps.

C'est dans cette optique que s'est tracé l'objectif de cette étude afin de déterminer l'influence de l'utilisation de différents extraits naturels: EG, GR, et ND, à des concentrations de 50 ppm et 100 ppm dans l'huile de soja. Des analyses physicochimiques (Couleur, extinction spécifique, acidité, indice de peroxyde) ainsi que l'évaluation de l'activité antiradicalaire des différentes huiles élaborées en comparaison au témoin ont été réalisées.

Les résultats des paramètres physicochimiques des huiles élaborées, réalisés au niveau de l'entreprise Cevital ont été confirmés aux normes de qualité de l'entreprise, pour l'acidité, la couleur (mesurée à l'aide de l'appareil Lovibond) et l'indice de peroxyde. Cependant, on a observé une légère hausse de l'indice de peroxyde des huiles enrichies, probablement due aux extraits naturels ajoutés, mais cela n'a pas eu d'impact sur la qualité de l'huile après avoir évalué son activité anti radicalaire.

Concernant la teneur en composés phénoliques dans les différentes huiles, celle-ci diffère en fonction des extraits et de leurs concentrations respectives. Les concentrations les plus élevées de composés phénoliques ont été observées dans l'extrait de l'huile enrichie avec GR, avec une concentration de 0,978 mgEAG/100g MS à 50 ppm et une concentration de 2,23 mgEAG/100g MS à 100 ppm. Pour l'huile enrichie avec ND, les concentrations étaient de 1,22 mgEAG/100g MS à 50 ppm et de 1,49 mgEAG/100g MS à 100 ppm. Les valeurs pour l'huile enrichie avec EG étaient de 0,07 mgEAG/100g MS à 50 ppm et de 0,186 mgEAG/100g MS à 100 ppm.

L'évaluation de l'activité antiradicalaire a également révélé des différences entre les extraits d'huile enrichie (EG, GR, ND) avec des pourcentages d'inhibition de DPPH variables. Les extraits d'huile enrichie avec GR ont présenté les pourcentages les plus élevés d'inhibition, avec 10,83% à 50 ppm et 16,80% à 100 ppm. Les extraits d'huile enrichie avec ND ont montré des valeurs de 8,88% à 50 ppm et de 15,41% à 100 ppm, tandis que l'extrait d'huile enrichie avec EG ont affiché des pourcentages de 7,38% à 50 ppm et de 8,05% à 100 ppm.

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

- Approfondir la compréhension des mécanismes sous-jacents de l'effet antioxydant de chaque extrait.

- Étudier l'effet combiné de plusieurs extraits sur la stabilité et la qualité nutritionnelle des huiles enrichies.

Cette étude apporte des informations essentielles sur les bénéfices potentiels de l'ajout d'extraits naturels à l'huile de soja. Ces conclusions offrent de nouvelles opportunités dans la création de produits alimentaires pratiques, ce qui contribue à améliorer la santé et le bien-être des consommateurs mais aussi de valoriser les sous-produits alimentaires.

# Références bibliographiques

### A

- Aboiron, J., et Hameury, E. (2004). Additifs alimentaires : Les lécithines. Université Paris Val de Marne, 1-31.
- ACIA (Agence Canadienne d'Inspection des Aliments). (1996). La biologie du *Glycine max* (L.) Merr. (Soja). Document de biologie BIO, 10, 1-12.
- Adrar, I. (2016). Utilisation des noyaux de dattes pour l'élimination des ions Fe<sup>2+</sup>. Mémoire de Magister. Université Mouloud Mammeri.
- Agabi, A., Bouhadid, A., Lahouareche, Y. (2020). La valorisation des déchets organiques. Alger: Editions ANEP.
- Agouazi, O., Bouchenak, O., Yahiaoui, K., Arab, K. (2019). Criblage phytochimique et évaluation de l'activité antioxydante des flavonoïdes de la vigne rouge de la variété Ahmar Bouamar. *Revue Agrobiologia*, 9(1), 1223-1233.
- Al-Hooti, S., Sudhus, S., Gabazard, H. (1998). Chemical composition of seeds of date fruit cultivars of United Arab Emirates. *Journal of Food Chemistry and Technology*, 35(1), 44-46.
- Al-Awwadi, N. A., Araiz, C., Bornet, A., et al. (2005). Extracts enriched in different polyphenolic families normalize increased cardiac NADPH oxidase expression while having differential effects on insulin resistance, hypertension and cardiac hypertrophy in high fructose-fed rats. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53(1), 151-157.
- Al-Farsi, M., Alasalvar, C., Morris, A., Baron, M., Shahidi, F. (2005). Comparison of antioxidant activity, anthocyanins, carotenoids, and phenolics of three native fresh and sun-dried date (*Phoenix dactylifera* L.) varieties grown in Oman. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53(19), 7592-7599.
- Anbudhasan, P., Surendraraj, A., Karkuzhali, S., Sathishkumaran, P. (2014). Natural antioxidants and its benefits. *International Journal of Food and Nutritional Sciences*, 3(6), 225.
- Angelique, V., Claude, G. (2006). Approche physico-chimique et sensorielle de l'oxydation des lipides en émulsions. *Oléagineux, Corps Gras, Lipides*, 13(2-3).
- Aydeniz, B., Yilmaz, E., Gokbulut, I. (2017). Oxidation of Edible Oils. In D. Boskou (Ed.), *Oxidative Stability and Shelf Life of Foods Containing Oils and Fats* (pp. 121-139). Elsevier.

### B

- Bagchi, D., Bagchi, M., Stohs, S. J., Das, D. K., Ray, S. D., Kuszynski, C. A., Roy, S. (2000). Free radicals and grape seed proanthocyanidin extract: Importance in human health and disease prevention. *Toxicology*, 148(2-3), 187-197.

- Basu, A., et Penugonda, K. (2009). Pomegranate juice: A heart-healthy fruit juice. *Nutrition Reviews*, 67(1), 49-56.
- Benjelloun, N. (2014). Huile d'argan : Propriétés pharmacologiques et mise en place d'un processus de contrôle. Thèse pour le diplôme d'état de docteur en pharmacie, Université de Limoges.
- Bentrad, N., Aceb-terrak, R. G., Benmalek, Y., Rahmania, F. (2017). Studies on chemical composition and antimicrobial activities of bioactive molecules from date palm pollens and seeds. *African Journal of Traditional, Complementary and Alternative Medicines*, 14(3), 242-256.
- Boizot, N., & Charpentier, J. P. (2006). Méthode rapide d'évaluation du contenu en composés phénoliques des organes d'un arbre forestier. *Cahier des Techniques de l'INRA*, 79-82.
- Bouanani, S., Zeggar, M., Aouadi, S. (2007). Valorisation des noyaux de dattes (*Phoenixdactylifera*) variété DeglaBaïda par fractionnement des polysaccharides. *Revue des régions arides*, 40-45.
- Bouaziz, H., Fki, I., Jemai, H., Ayadi, M., Sayadi, S. (2008). Effect of storage on refined and husk olive oils composition: Stabilization by addition of natural antioxidant from Chemlali olive leaves. *Food Chemistry*, 108, 253–262.
- Boujnah, M., Harrak, H. (2012). Valorisation technologique des dattes au Maroc. INRA Edition.
- Boulal, A. (2017). Contribution à l'étude de la microflore des dattes conservées par des méthodes traditionnelles (btana), et valorisation des dattes de faible valeur marchande. Oran: Université d'Oran 1 Ahmed Ben Bella.
- Boulfane, S., Maata, N., Anouar, A., Hilali, S. (2015). Caractérisation physicochimique des huiles d'olive produites dans les huileries traditionnelles de la région de la Chaouia-Maroc. *Journal of Applied Biosciences*, 87, 8022-8029.

### C

- Cabanis, J. C., Cabanis, M. T., Cheynier, V., Teissedre, P. L. (1998). Caractérisation de la matière première et des produits élaborés. In C. Flanzly (Ed.), *Œnologie : fondements scientifiques et technologiques* (pp. 291-336). Paris, France: Lavoisier, Tec & Doc.
- Calin Sanchez, A., et Carbonell-Barrachina, A. A. (2005). La grenade cultivée en Espagne : Punicalagin, antioxydant du jus de grenade et de l'extrait de grenade dans les aliments fonctionnels du fruit. Murcia, Espagne: Université Miguel Hernández.

- Caponio, F., Bilancia, M. T., Pasqualone, A., Sikorska, E., Gomes, T. (2005). Influence of exposure to light on extra virgin olive oil quality during storage. *European Food Research and Technology*, 221(1-2), 92-98.
- Chaibi, N. (2002). Potentialités androgénétiques du palmier dattier *Phoenix dactylifera* L et culture in vitro d'anthères. *Biotechnologie Agronomie Société et Environnement*, 6(4), 201-207.
- Chergui, D., Akretche-Kelfat, S., Lamoudi, L., Al-Rshaidat, M., Boudjelal, F., Ait-Amar, H. (2021). Optimization of citric acid production by *Aspergillus niger* using two downgraded Algerian date varieties. *Saudi Journal of Biological Sciences*, 28(12), 7134-7141.
- Chikhoun, A. (2007). Huiles essentielles de thym et d'origan : Étude de la composition chimique et de l'activité antioxydante et antimicrobienne (Thèse de magister, Institut National Agronomique, Alger).
- Chiou, A., Salta, F. N., Kalogeropoulos, N., Mylona, A., Ntalla, I., Rikopoulos, N. K. (2007). Retention and distribution of polyphenols after pan-frying of French fries in oils enriched with olive leaf extract. *Journal of Food Science*, 72(8).
- Chira, K., Suh, J. H., Saucier, C., Teissèdre, P. L. (2008). Les polyphénols du raisin : Article de synthèse. *Phytothérapie*, 6, 75-82.
- Choe, E., Min, D. B. (2006). Mechanisms and factors for edible oil oxidation. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 5(4), 169-186.
- Conde, C., Silva, P., Fontes, N., Pires, D. A. C., Tavares, R. M., Sousa, M. J., Geros, H. (2007). Biochemical changes throughout grape berry development and fruit and wine quality. *Food Global Science Books*, 1, 1-22.
- Cossut, J., Defrenne, B., Desmedt, C., Ferroul, S., Garnet, S., Roelstraete, L., Vidal, D. (2002). Les corps gras : Entre tradition et modernité. Projet du DESS QUALIMAPA, Université des Sciences et Technologies de Lille, France.
- Cuvelier, M. (2012). Stabilité des huiles alimentaires au cours de leur stockage. Volume 91, 133-140.

### D

- Debouba, M., Balti, R., Hwiwi, S., Zouari, S. (2012). Capacité antioxydante et richesse en phénols totaux de *Cistanche violacea* hébergeant *Zygophyllum album*. *International Journal of Phytomedicine*, 4(3), 399-402.

- De Kock, J., De Greyt, W., Gibon, V., Kellens, M. (2005). Développements récents en matière de raffinage et de modifications : élimination des contaminants dans les huiles alimentaires et réduction du taux d'acides gras trans. *OCL*, 12, 378-384.
- Denise, J. (1992). Raffinage des corps gras. Dans *Manuel des corps gras* (p. 789- 88). Paris : ISBN : - 85206- 662-9.
- Djerbi, M. (1994). Précis de phoeniciculture. FAO. Rome, pp. 191-192.
- Djite, C. (2017). Cameroun : Comment extraire l'huile de soja à la maison. Décorticage, extraire, oléagineuse, pressage, soja.
- Diakite, K., Diagouraga, S., Diawara, M., Fane, M. (2022). Étude des paramètres physico-chimiques des huiles de graine de coton produites en zone CMDT au Mali. *International Journal of Biological and Chemical Sciences*, 16(3), 1320-1330.
- Dimcheva, V., Dumont, N., Hristova, S., Karsheva, M., Toche, D. (2018). Antioxydants contenus dans les pomaces de raisin obtenus par deux modes d'extraction différents.
- Doukani, K., Chahda, K., Tabak, S., Bouhenni, H. (2018). Profil phytochimique et activité anti-*Helicobacter pylori* de la grenade (*Punicagranatum L.*) (fruit et écorce) dans la région de Tiaret. *Algerian Journal of Natural Products*, 6(1), 618-629.
- Dridi, W. (2016). Influence de la formulation sur l'oxydation des huiles végétales en émulsion eau-dans-huile (Thèse de doctorat, Université de Bordeaux).

### E

- El-Hadary, A. E., Taha, M. (2020). Pomegranate peel methanolic extract improves the shelf-life of edible oils under accelerated oxidation conditions. *Food Science & Nutrition*, 8, 1798-1811.
- Espiard, E. (2002). Introduction à la transformation industrielle des fruits. Paris : Tech & Doc.
- Eymard, S. (2003). Mise en évidence et suivi de l'oxydation des lipides au cours de la conservation et de la transformation du chinchard (*Trachurus trachurus*) : choix des procédés (Thèse de doctorat en biochimie). École polytechnique de l'université de Nantes.

### F

- Fengxia, S., Dishun, Z., Zhanming, Z. (2001). Determination of oilcolor by image analysis. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 78(7), 749-752.
- FAOSTAT, Bilans Alimentaire (ancienne méthodologie et population) : Production quantité groupes de produits : huile de soja sur FAO.Org (2017), (1961-2013).

Farhoosh, R. (2009). The Effect of Operational Parameters of the Rancimat Method on the Determination of the Oxidative Stability Measures and Shelf-Life Prediction of Soybean Oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 84, 205-209.

Feringa, H. H., Laskey, D. A., Dickson, J. E., Coleman, C. I. (2011). The effect of grape seed extract on cardiovascular risk markers: a meta-analysis of randomized controlled trials. *Journal of the American Dietetic Association*, 111(8), 1173-1181.

Frédérique, A. B. (2010). *Biotechnologies Du Palmier Dattier*. Paris: Editions IRD (Institut De Recherche Pour Le Développement), 255 p.

Frankel, E. N. (2015). Lipid oxidation: mechanisms, products and biological significance. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 81(7), 719-721.

Frénot, M., Vierling, E. (2001). *Biochimie des aliments. Diététique du sujet bien portant. Science des aliments (2ème éd.)*. Paris: Doin, pp. 79-102.

### G

Garcia-Jares, C., Vazquez, A., Lamas, J. P., Pajaro, M., Alvarez-Casas, M., Lores, M. (2015). Antioxidant white grape seed phenolics: pressurized liquid extracts from different varieties. *Antioxidants*, 4, 737-749.

Gasmi, A. (2012). *Le palmier dattier*. Algérie: Edition Elaourassia, p. 1.

Goula, A. M., Ververi, M., Adamopoulos, K. G. (2012). Stability and solubility of grape polyphenols in model systems. *Food and Bioproducts Processing*, 90(4), 615-622.

Gunstone, F. D., Harwood, J. L., Dijkstra, A. J. (2007). *The Lipid Handbook with CD-ROM* (3rd ed.). CRC Press.

Gupt, Madhavi, Dey, Sanjay, Marbaniang, Daphisha, et al. (2019). Grape seed extract: Having potential health benefits. *Journal of Food Science and Technology*, 57, 1205-1215.

Gupt, Madhavi, Dey, Sanjay, Marbaniang, Daphisha, et al. (2020). Grape seed extract: Having potential health benefits. *Journal of Food Science and Technology*, 57, 1205-1215.

### H

Houmba GNR, Gandonou CB, Houssou AP, Capo-Chichi M, Houngbeme A., Gbaguidi F. (2016). Evolution des caractéristiques physico-chimiques de la graine et de l'huile de pourghère (*Jatropha curcas*) en fonction du degré de maturité des fruits. *International Journal of Biological and Chemical Sciences*, 10(2), 599-608.

Hussein, R. A., El-Anssary, A. A. (2019). Plants secondary metabolites: the key drivers of the pharmacological actions of medicinal plants. *Herbal Medicine*, 1(3), 11-30.

### I

Ibrahima, H., Aïssa, K., Patrick, D., Adouma, S. (2023). Le grenadier et la production de grenades.

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

### J

Jacques, B. (2010). Le soja. Boislève, p. 4-5.

Jeantet, R., Brulé, G., Croguennec, T., Schuck, P. (2006). Science des aliments : Biochimie-Microbiologie-Procédé-Produits. Tom 1. Paris : Tec & Doc, Lavoisier, pp. 95-120.

Jiang, Y., Tao, R., Wang, X., He, S., Wang, S., Li, H., Zhang, L. (2019). Composition and color stability of black seed oil supplemented with grape seed extract during accelerated storage. *Food Chemistry*, 277, 748-755.

Jotterand, C., et Kiziria, N. (2007). L'acide gras oméga 3 et oméga 6 : Pourquoi sont-ils essentiels ? Haute École de Santé Genève, 1-7.

Judde, A. (2004). Prévention de l'oxydation des acides gras dans un produit cosmétique : Mécanismes, conséquences, moyens de mesure, quels antioxydants pour quelles applications ? *Oléagineux, Corps Gras, Lipides*, 11(6), 414-418.

### K

Kennedy, J. A. (2002). Understanding grape berry development. *Practical Winery Vineyard Journal*, 1-5.

Khalid, M., Saifullah, Rashed, Md., Hossain, Alamgir. (2019). The Impact of Liquidity Risk on Banking Performance: Evidence from the Emerging Market. *International Journal of Financial Research*, 10(5), 119-129.

Khan, R.A., Khan, M. R., Sahreen, S., Ahmed, M.(2012). Assessment of flavonoids contents and in vitro antioxidant activity of *Launaeaprocumbens*. *Chemistry Central Journal*, 6(1), 1-11.

Kpoviessi, D. S., Accrombessi, G. C., Kossouh, C., Soumanou, M. M., Moudachirou, M. (2004). Propriétés physico-chimiques et composition de l'huile non conventionnelle de pourghère (*Jatropha curcas*) de différentes régions du Bénin. *Comptes Rendus Chimie*, 7(10-11), 1007-1012.

### L

- Labat, E. (2013). Le soja : influence de sa consommation sur la santé humaine et conséquences de l'expansion de sa culture au niveau mondial. Thèse. Faculté des sciences pharmaceutiques, Université Toulouse III Paul Sabatier.
- Labouret, P. (2005). Les huiles alimentaires. Huiles végétales : Les différents avantages des différentes huiles pour la santé, pp. 1-6.
- Laguerre, M., Lopez-G. I., Lecompte, J., Pina, M., Villeneuve, P. (2007). Outils d'évaluation in vitro de la capacité antioxydante. *Oléagineux Corps Gras Lipides*, 14(5), 278-292.
- Lairini, S., Bouslamti, R., Zerrouq, F., Farah, A. (2014). Valorisation de l'extrait aqueux de l'écorce de fruit de *Punicagranatum* par l'étude de ses activités antimicrobienne et antioxydante (Enhancement of the aqueousextract of the bark of *Punicagranatum* fruit through the study of its antimicrobial and antioxidant activities). *Journal of Materials and Environmental Sciences*.
- Li, Y. F., Guo, C. J., Yang, J. J., Wei, J. Y., Xu, J., Cheng, S. (2006). Evaluation of antioxidant properties of pomegranate peel extract in comparison with pomegranate pulp extract. *Food Chemistry*, 96, 254-260.
- Lisu, W., Jui-Hung, Y., Hsiao-Ling, L., Wul, M. J. (2003). Antioxidant effect of methanol extracts from Lotus Plumule and Blossom (*Nelumbonucifera* Gertn). *Journal of Food and Drug Analysis*, 11(1), 60-66.
- Liu, Y., Tikunov, Y., Schouten, R. E., Marcelis, L. F. M., Visser, R. G. F., Bovy, A. (2018). Anthocyanin Biosynthesis and Degradation Mechanisms in Solanaceous Vegetables: A Review. *Frontiers in Chemistry*, 6, 52.

### M

- Ma, Z. F., et Zhang, H. (2017). Phytochemical constituents, health benefits, and industrial applications of grape seeds: A mini-review. *Antioxidants*, 6(3), 71.
- Malek, Z., MansooriDara, S., Jahromy, M. H. (2014). Antinociceptive Effects of Pomegranate (*Punicagranatum* L.) Juice and Seed Extracts on Acute Corneal Pain in Mice. Volume 04, pp. 99-105.
- Marc, F., Davin, A., Deglene-Benbrahim, L., Ferrand, C., Baccaunaud, M., Fritsch, P. (2004). Méthodes d'évaluation du potentiel antioxydant dans les aliments. *M/S: Médecine Sciences*, 20(4), 458-463.

- Martin, S., et Andriantsitohaina, R. (2002). Mécanismes de la protection cardiaque et vasculaire des polyphénols au niveau de l'endothélium. *Annales de Cardiologie et d'Angéologie*. Edition Masson, Elsevier, France, 51, 304-315.
- Mbah, C. J., Orabueze, I., Okorie, N. H. (2019). Antioxidants properties of natural and synthetic chemical compounds: Therapeutic effects on biological system. *Acta Scientific Pharmaceutical Sciences*, 3(6), 28-42.
- Montedoro, G. F., Servilli, M., Baldioli, M., Miniati, E. (1992). Simple and hydrolyzable phenolic compounds in olive oil. 1. Their extraction, separation, and quantitative and semi quantitative separation and evaluation by HPLC. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 40(9), 1571–1576.
- Munier, P. (1973). *Le palmier dattier, techniques agricoles et productions tropicales*. Édition Maison Neuve et la Rosse, Paris, 221 p.

### N

- Nayak, P. K., Dash, U., Rayaguru, K., Krishnan, K. (2016). Physio-chemical changes during repeated frying of cooked oil. *Journal of Food Biochemistry*, 40, 371–390.
- Novidzro, K. M., Wokpor, K., Fagla, B. A., Koudouvo, K., Dotse, K., Osseyi, E., Koumaglo, K. H. (2019). Étude de quelques paramètres physicochimiques et analyse des éléments minéraux, des pigments chlorophylliens et caroténoïdes de l'huile de graines de *Griffoniasimplicifolia*. *International Journal of Biological and Chemical Sciences*, 13(4), 2360-2373.

### P

- Pacottet, P. (2012). *Viticulture: Encyclopédie agricole*. MAXTOR.
- Pantelic, M., DabicZagorac, D. C., Davidovic, S. M., Todic, S. R., Bešlic, Z. S., Gašic, U. M., Tešic, Z. L., Natic, M. M. (2016). Identification and quantification of phenolic compounds in berry skin, pulp, and seeds in 13 grapevine varieties grown in Serbia. *Food Chemistry*, 211, 243–252.
- Parmentier, M., Guillemin, S., Barbar, R., Linder, M., Fanni, J. (2004). De nouveaux procédés d'extraction des huiles pour des produits finis de haute qualité. *Oléagineux, Corps Gras, Lipides*, 11(6), 377-380.
- Patel, S., et Patel, S. (2015). Grape seeds: Agro-industrial waste with vast functional food potential. In V. Andjelkovic (Ed.), *Emerging Bioresources with Nutraceutical and Pharmaceutical Prospects* (pp. 53-69).
- Pelly, K., et Lyly, M. (2003). *Les antioxydants dans l'alimentation*. Finlande : Flair Flow.

- Pereira, D. M., Valentão, P., Pereira, J. A., Andrade, P. B. (2009). Phenolics: From chemistry to biology, 14(6), 2202-2211.
- Perrin, J. I. (1992). Analyse des corps gras, détermination de l'altération. *In* Manuel des Corps Gras, Tome 2 (pp. 1198-1216). Édition: Tec & Doc, Lavoisier, Paris.
- Pierron, J. C. (2017). L'huile de pépins de raisin en France et dans le monde. *OCL*, 24(5), D502.
- Pietta, P., Simonetti, P., Mauri, P. (1998). Antioxidant activity of selected medicinal plants. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 46(11), 4487-4490.
- Pires, A. P., Han, Y., Kramlich, J., Garcia-Perez, M. (2018). Chemical composition and fuel properties of alternative jet fuels. *BioResources*, 13(2), 2632-2657.
- Platon, J. F. (1988). Raffinage de l'huile de soja. *American Soybean Association*, 19, 3-30.
- Pokorny, J. (2003). Problème de stabilité des produits alimentaires liés à la présence des lipides. *In* Lipides et Corps Gras Alimentaires (pp. 60-63). Édition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris.
- Pouzet, A. (1992). Sources et monographies des principaux corps gras. *In* Manuel des Corps Gras, Volume 1 (pp. 131-136). Édition : Tec. Et Doc, Lavoisier.
- Prior, E. (2003). Usage des corps gras alimentaires dans différents secteurs de la technologie alimentaire. *In* Lipides et Corps Gras Alimentaires (pp. 147-179). Édition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris.

### R

- Rahi, J., et Marzouki, B. (2000). Effects of light on some vegetal oils quality and stability. Preliminary note. *Rivista Italiana delle Sostanze Grasse*, 77, 25-30.
- Régis, J., Joffre, F., Fine, F. (2016). Impact de la trituration et du raffinage sur la teneur en micronutriments des huiles végétales de colza, soja et tournesol. *OCL - Oilseeds and fats, Crops and Lipids*, 23(3), D302.
- Rombaut, N. (2013). Étude comparative de trois procédés d'extraction d'huile : aspects qualitatifs et quantitatifs. Application aux graines de lin et aux pépins de raisin. Thèse de Doctorat. Université de Technologie de Compiègne, 255 p.

### S

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

- Salvador, M. D., Aranda, F., Fregapane, G. (2001). Influence of fruit ripening on Cornicaba virgin olive oil quality. A study of four successive crop seasons. *Food Chemistry*, 73, 45-53.
- Sánchez-Moreno, C. (2002). Methods used to evaluate the free radical scavenging activity in foods and biological systems. *Food Science and Technology International*, 8(3), 121-137.
- Sato, T., Niita, K., Matsuda, N., Hashimoto, S., Iwamoto, Y., Noda, S., Sihver, L. (2013). Particle and heavy ion transport code system, PHITS, version 2.52. *Journal of Nuclear Science and Technology*, 50(9), 913-923.
- Seeram, N., Lee, R., Heber, D. (2004). Bioavailability of ellagic acid in human plasma after consumption of ellagitannins from pomegranate (*Punicagranatum L.*) juice. *Clinical ChimicaActa*, 348(1-2), 63-68.
- Seeram N, Aviram M, Zhang Y (2008). Comparison of antioxidant potency of commonly consumed polyphenol-rich beverages in the United States. *J Agric Food Chem*. 56(4):1415-1422.
- Shahidi, F., et Zhong, Y. (2015). Measurement of antioxidant activity. *Journal of Functional Foods*, 18(Part B), 757-781.
- She, B., Ma, Y., Wang, M., Kaji, A., Ho, T., Dong, Z. (2003). Inhibition of cell transformation by resveratrol and its derivatives: differential effects and mechanisms involved. *Oncogene*, 22(14), 2143-2150.
- Sheets, D., Du Bois, M., Williamson, G. (2004). The Pomegranate HS-44. Series of the Horticultural Sciences Department, Florida Cooperative Extension Service, Institute of Food and Agricultural Sciences, University of Florida.
- Shurtleff, W., et Aoyagi, A. (2004). History of World Soybean Production and Trade. Soyfoods Center, Lafayette, California.
- Spichiger, R.-E., Savolainen, V. V., Fig, M., Jeanmonod, D. (2002). Botanique systématique des plantes à fleurs : une approche phylogénétique nouvelle des Angiospermes des régions tempérées et tropicales. 2ème éd., Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Lausanne, pp. 286-287. ISBN: 2-88074-502.
- Spilmont, M. (2013). Intérêt de la grenade dans la prévention nutritionnelle de l'ostéoporose : rôle des fractions lipidiques et polyphénoliques, approches physiologiques, cellulaires et moléculaires. Thèse.

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

### W

Wald, Elodie. (2009). Le grenadier, *Punicagranatum* : Plante historique et évolution thérapeutique récentes. Thèse, Université Henri Poincaré, 158 p.

Wang, T., et Johnson, L.A. (2001). Refining high-free fatty acid wheat germ oil. *Journal of the American Oil Chemists Society*, 78(1), 71-76.

Wei, J., Chen, L., Qiu, X., Hu, W., Sun, H., Chen, X.L., Bai, Y.Q., Gu, X.Y., Wang, C.L., Chen, H., Hu, R.B., Zhang, H., Shen, G. (2015). Optimizing refining temperatures to reduce the loss of essential fatty acids and bioactive compounds in tea seed oil. *Food and Bioproducts Processing*, 94(1), 136-146.

### Y

Yang, J., Liu, R. H., Halim, L. (2009). Antioxidant and antiproliferative activities of common fruits. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 57(18), 9426-9433.

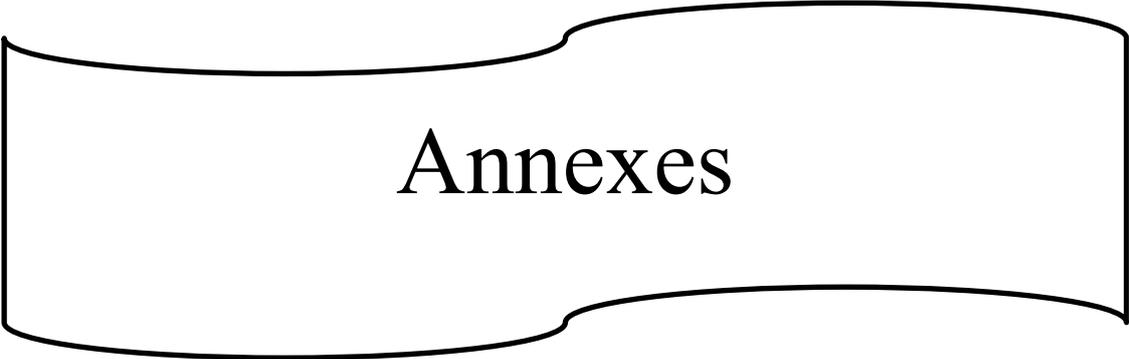
### Z

Zhang, N. (2018). wearable all-solid photovoltaic textile. In *Electrochemical Society Meeting Abstracts*, 233 (No. 26, pp. 1548-1548). The Electrochemical Society, Inc.

Zhou, L., Wang, W., Huang, J., Ding, Y., Pan, Z., Zhao, Y., Zhang, R., Hu, B., Zeng, X. (2016). In vitro extraction and fermentation of polyphenols from grape seeds (*Vitisvinifera*) by human intestinal microbiota. *Food Function*, 7, 1959–1967.

Zribi, A., Gargouri, M., Jabeur, H., Rebai, A., Hammami, M. (2015). Total phenolic content, antioxidant and antibacterial activities of fruits flesh, peels and seeds of *Lyciumintricatum* Boissier. *Food Control*, 55, 280-285.

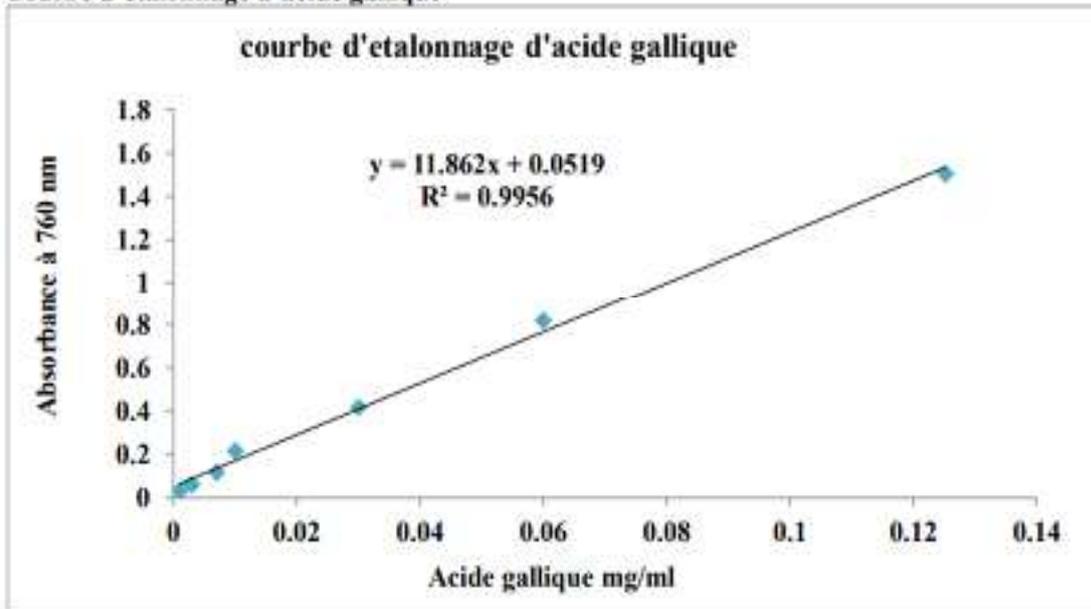




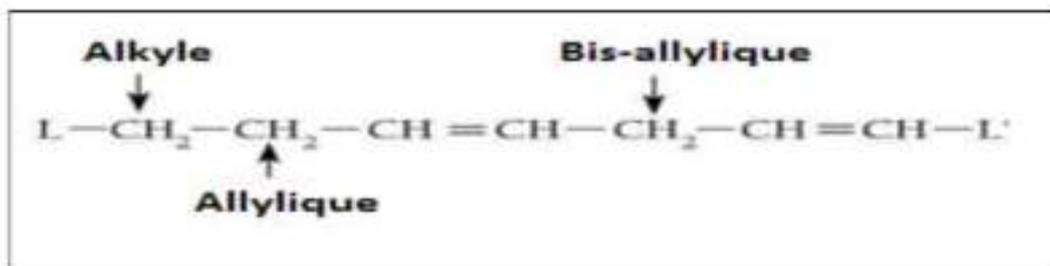
# Annexes

## Annexes

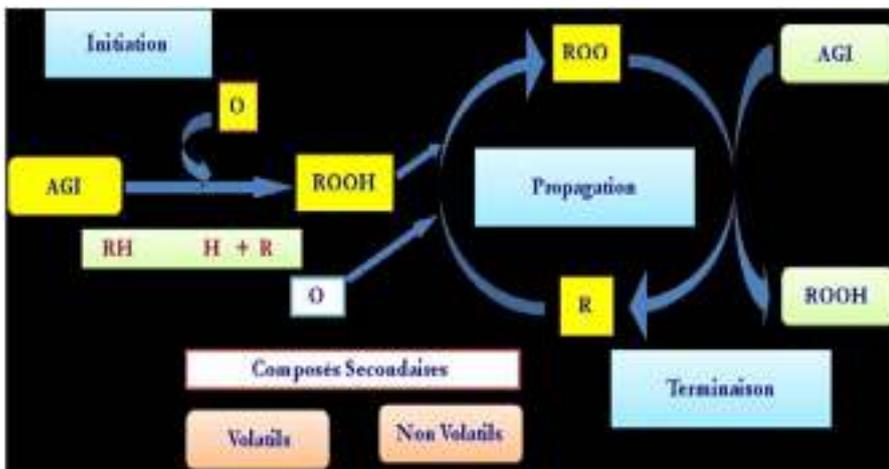
Courbe d'étalonnage d'acide gallique



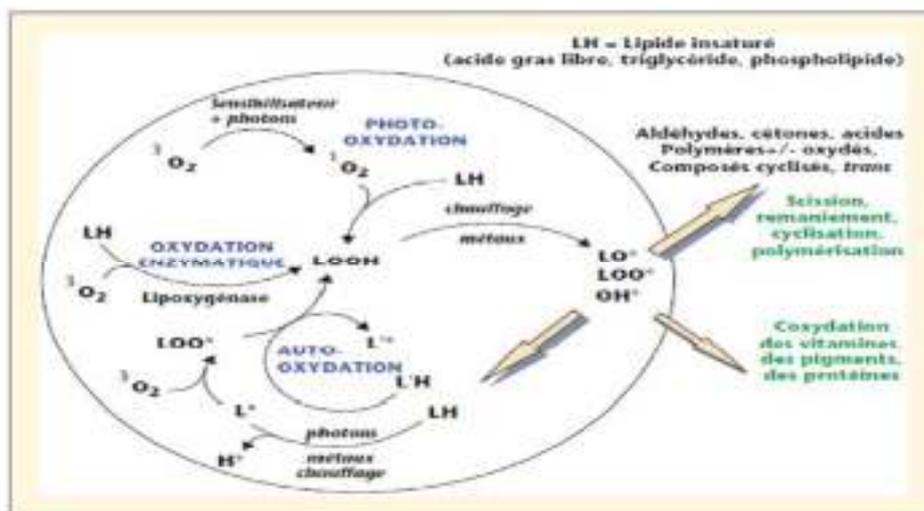
Annexe I : Courbe d'étalonnage d'acide gallique



Annexe II : Abstractions possibles de l'hydrogène des liaisons C-H allyliques et bi-allyliques des acides gras insaturés



Annexe III : Représentation schématique du mécanisme réactionnel de l'auto-oxydation des Huiles



Annexe IV: Schéma des réactions d'oxydation des lipides



## Résumé

La présente étude vise à élaborer une huile de soja avec des antioxydants naturels EG, GR et ND.

Les analyses physico-chimiques (Couleur, extinction spécifique, acidité, indice de peroxyde) confirment que les huiles enrichies respectent les normes de qualité de l'entreprise, avec une légère augmentation de l'indice de peroxyde susceptible d'être due à l'ajout des extraits. Toutefois, ce changement n'a pas modifié la qualité de notre huile, comme en témoigne son activité antiradicalaire.

Les GR se distinguent comme la source la plus riche en composés phénoliques, des concentrations de (0.978 mgEAG/100g MS à 50 ppm) et de (2.23 mgEAG/100g MS à 100 ppm) pour les extraits de l'huile enrichie avec GR ont été enregistrés.

Les extraits d'huile enrichie avec ND présentent des concentrations de (1.22 mgEAG/100g MS à 50 ppm) et de (1.49 mgEAG/100g MS à 100 ppm).

Enfin, Les extraits d'huile enrichie avec EG montrent des concentrations de (0.07 mgEAG/100g MS à 50 ppm) et de (0.186 mgEAG/100g MS à 100 ppm).

En ce qui concerne l'activité antiradicalaire, Les extraits d'huile enrichie avec GR présentent les taux d'inhibition les plus élevés, avec une inhibition de 10,83 % à 50 ppm et une inhibition de 16,80 % à 100 ppm. Les valeurs des extraits d'huile enrichie avec ND sont de (8,88% à 50 ppm) et de (15,41% à 100 ppm), alors que celles des extraits d'huile enrichie avec GR sont de (7,38% à 50 ppm) et de (8,05% à 100 ppm).

Ces résultats offrent des opportunités captivantes pour la création de produits alimentaires fonctionnels contenant des antioxydants naturels et de valoriser les sous produits alimentaires.

**Mots clés :** extrait phénolique, écorce de grenade, pépin de raisin, noyaux de dattes, huile de soja raffinée, DPPH, antioxydants.

## Abstract

The present study aims to develop a soybean oil with natural antioxidants EG, GR and ND.

Physico-chemical analysis (color, specific extinction, acidity, peroxide value) confirms that the enriched oils meet the company's quality standards, with a slight increase in peroxide value that may be due to the addition of the extracts. However, this change has not affected the quality of our oil, as evidenced by its anti-free radical activity.

GR stands out as the richest source of phenolic compounds, with concentrations of (0.978 mgEAG/100g MS at 50 ppm) and (2.23 mgEAG/100g MS at 100 ppm) recorded for GR-enriched oil extracts.

Oil extracts enriched with ND show concentrations of (1.22 mgEAG/100g MS at 50 ppm) and (1.49 mgEAG/100g MS at 100 ppm).

Finally, oil extracts enriched with EG show concentrations of (0.07 mgEAG/100g MS at 50 ppm) and (0.186 mgEAG/100g MS at 100 ppm).

With regard to anti-free radical activity, oil extracts enriched with GR showed the highest inhibition rates, with 10.83% inhibition at 50 ppm and 16.80% inhibition at 100 ppm. The values for ND-enriched oil extracts are (8.88% at 50 ppm) and (15.41% at 100 ppm), while those for GR-enriched oil extracts are (7.38% at 50 ppm) and (8.05% at 100 ppm).

These results offer exciting opportunities for the creation of functional food products containing natural antioxidants and for adding value to food by-products.

**Key words:** phenolic extract, pomegranate peel, grape seed, date pits, refined soybean oil, DPPH, antioxidants.