

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université A. MIRA - Béjaïa -  
Faculté des Sciences Exactes  
Département de Chimie

### Mémoire de Master

Présenté par :

M<sup>lle</sup> BOUHARIS Wassila

et

M<sup>lle</sup> SILMANE Mounia

*En vue de l'obtention du diplôme de Master en Chimie*

*Spécialité : Chimie des matériaux*

## Etude de la détérioration des huiles de friture par la spectrométrie Raman et IR

**Soutenu le : 1 Juillet 2013**

**Devant le jury composé de :**

Mme TOUATI	Djahida	Président
M <sup>lle</sup> AMARNI	Fatiha	Examineur
M. MOSTEFAOUI	A. Toufik	Encadreur

**2012-2013**

## REMERCIEMENTS

*Nous tenons à remercier le bon Dieu tout puissant de nous avoir donné courage et volonté pour accomplir ce travail.*

*Nous exprimons nos plus vifs remerciements à notre promoteur, Mr MESTEFAOUI T, pour son encadrement, sa disponibilité ainsi que pour l'intérêt et la confiance qui nous a témoigné.*

*Nous tenons également à remercier les membres de jury d'avoir accepté de juger notre travail.*

*Nous adressons nos vifs et sincères remerciements à M<sup>elle</sup> Rabhi Wahiba, pour nous avoir accueillies au sein de son laboratoire, ces précieux conseils, sa disponibilité et sa gentillesse*

*Nos remerciements vont plus particulièrement à nos familles et à nos amis qui ont su nous soutenir et nous encourager tout au long de nos études.*

*Merci également à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce travail, qu'ils trouvent ici l'expression de notre sincère reconnaissance.*



## *Dédicace*

*Je dédie ce travail à :*

*Ma mère et mon père pour leur soutien , leur aide , leur  
patience et leur amour*

*Mes frères : Azzedine , Lyes et Khaled*

*A tous mes oncles et tantes, mes cousins et cousines.*

*A toutes mes amies : Hayette, Amel, Sonia, Faïza, Lamia,  
Karima, Wahiba.*

*A Mounia et sa famille.*

*A toute la promotion 2ème année master chimie  
des matériaux.*

*B. Wassila*





## *Dédicaces*

*Je dédie ce travail :*

*A mes très chers parents à qui le grand mérite revient: MOULOUD  
& FATIMA*

*A mes grands-parents : TAHAR & DAHBIA*

*A mes quatre frères : ZAHIR, BELKACEM, SILYOUNA &  
MASSINTA.*

*A mes deux tentes OUARDIA & TAWESS & son fils  
AMIROUCHE*

*A mes amies : DJAMILA, SALIHA, ZOHRRA, FERROUDJA,  
JEDJIGUA, AZIZA, FARIDA, NABILA, LYDIA & mon amie  
d'enfonce HMAMA.*

*A mes amis : FARES, WAHIB, FAUDIL, TOUFIK, AMINE,  
MOUSTAPHA, OUALID, AMER, MOUKRANE, NASSIM,  
FAYCEL.....etc.*

*A toute la promotion de chimie des matériaux ainsi que celle  
d'analyse 2012-2013.*

*A la mémoire de MATOUB.L et de tous les martyrs de la démocratie et  
de la liberté*

*Je le dédie également à ma collègue de travail WASSILA, qu'elle  
trouve ici mon respect le plus profond.*

*S.Mounia*



# Table de matière

---

*Remerciements*

*Dédicaces*

*Liste des figures*

*Liste des tableaux*

*Liste des abréviations*

*Introduction générale* .....1

## *Première Partie : Recherches Bibliographiques*

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

<i>Introduction</i> .....	2
<b>I-1 : Définition</b> .....	2
<b>I-2 : Sources des corps gras</b> .....	2
I-2-1 : Sources végétales.....	2
I-2-2 : Sources animales.....	3
<b>I-3 : Composition des corps gras</b> .....	3
<b>I-3-1: Constituants majeurs</b> .....	3
I-3-1-1: Triglycérides.....	3
I-3-1-2: Acides gras.....	3
<b>I-3-2:Constituants mineurs</b> .....	4
I-3-2-1 : Les phospholipides.....	5
I-3-2-2 : Les insaponifiables.....	5
<b>I-4 : Les propriétés physico-chimiques et spectrales des corps gras</b> .....	7
<b>I-4-1 : Propriétés physiques</b> .....	7
<b>I-4-2 : Propriétés spectrales</b> .....	8
I-4-2: Propriétés chimiques.....	8
<b>I-5 : Traitement des corps gras</b> .....	9
I-5-1 : Définition du raffinage.....	9
I-5-2 : Etapes du raffinage.....	9
<b>I-6 : Coupage des huiles</b> .....	11
<i>Conclusion</i> .....	12

## Table de matière

### ❖ Chapitre II : Altération des corps gras

<i>Introduction</i> .....	13
<b>II-1 : Altération par hydrolyse</b> .....	13
II-1-1 : Hydrolyse par la voie chimique.....	14
II-1-2 : Hydrolyse par la voie enzymatique.....	14
<b>II-2 : Altération thermique (polymérisation,...)</b> .....	14
<b>II-3 : Altération par oxydation</b> .....	15
II-3-1 : Facteurs influençant l'oxydation.....	15
II-3-2 : Mécanisme réactionnel de l'oxydation.....	15
II-3-3 : Les différents types d'oxydation.....	17
II-3-3-1 : Auto-oxydation .....	17
II-3-3-2 : Photo-oxydation.....	17
II-3-3-3 : Oxydation enzymatique.....	17
II-3-5 : Conséquences des réactions d'oxydation.....	19
<i>Conclusion</i> .....	21

### ❖ Chapitre III : Utilisation des corps gras à chaud : la friture

#### *Introduction*

<b>III-1 : La friture</b> .....	23
III-1-1 : Définition et principe de base .....	23
III-1-2 : Types de friture.....	23
III-1-3 : Facteurs influençant sur la friture.....	24
<b>III-2 : Altération thermo-oxydative</b> .....	24
III-2-1 : Mécanisme générale.....	24
III-2-2 : Les produits formés pendant l'altération thermo-oxydative.....	24
III-2-2-1 : Les composés primaires.....	25
III-2-2-2 : Les composés secondaires.....	25
III-2-2-2-1 : Composés volatils.....	27
III-2-2-2-2 : Composés non volatils.....	27
<b>III-3 : Causes et conséquences du chauffage sur l'altération de l'huile</b> .....	31
<b>III-4 : Stabilité des huiles de friture</b> .....	32
<b>III-5 : Aspect toxique des huiles chauffées</b> .....	33
<i>Conclusion</i> .....	34

### ❖ Chapitre IV : Méthodes d'analyses spectrales

<i>Introduction</i> .....	35
<b>IV-1 : La spectroscopie Raman</b> .....	35
IV-1-1 : Historique et définition.....	35
IV-1-2 : Principe.....	35
IV-1-3 : Le spectre Raman.....	36

## *Table de matière*

---

<b>IV-2 : La spectroscopie infrarouge.....</b>	<b>37</b>
IV-2-1 : Définition .....	37
IV-2-2 : Principe.....	37
IV-2-3 : Modes des vibrations.....	38
IV-2-4 : Le spectre infrarouge.....	38
<b>Conclusion.....</b>	<b>39</b>

## **Deuxième Partie : Etude Expérimentale**

### **❖ Chapitre I : Conduite expérimentale**

<b>Introduction.....</b>	<b>40</b>
<b>I-1 : Objectif de l'étude expérimentale.....</b>	<b>40</b>
<b>I-2 : Matériels végétales.....</b>	<b>40</b>
I-2-1 : Choix de l'huile.....	40
I-2-2 : Choix de l'aliment.....	42
<b>I-3 : Chauffage des huiles.....</b>	<b>42</b>
I-3-1 : Préparation des coupages d'huile.....	42
I-3-2 : Procédé de friture.....	42
<b>I-4 : Echantillonnage.....</b>	<b>46</b>
<b>I-5 : Méthodes analytiques.....</b>	<b>46</b>
I-5-1 : Analyse par spectrométrie RAMAN.....	46
I-5-1-1 : Appareillage.....	46
I-5-1-2 : Préparation de l'échantillon.....	47
I-5-2 : Analyse par spectrométrie INFRAROUGE.....	48
I-5-2-1 : Appareillage.....	48
I-5-2-2 : Matériels et solutions.....	48
I-5-2-3 : Préparation de l'échantillon.....	49
<b>Conclusion.....</b>	<b>49</b>

### **❖ Chapitre II : Résultats et discussion**

<b>Introduction.....</b>	<b>50</b>
<b>II-1 : changements remarquables sur l'huile après les fritures.....</b>	<b>50</b>
<b>II-2 : Résultats et analyses par la spectroscopie RAMAN.....</b>	<b>51</b>
II-2-1 : Interprétation des spectres RAMAN. ....	54
II-2-2 : Evolution de l'huile au cours de friture.....	55
<b>II-3 : Résultats et analyses par la spectroscopie TF-IR.....</b>	<b>61</b>
II-3-1 : Interprétation des spectres INFRAROUGE. ....	66
II-3-2 : Etude de l'évolution de la qualité de l'huile « Elio ».....	69

## *Table de matière*

---

<b>II-3-2-1</b> : Résultats de l'analyse par la spectroscopie TF-IR de l'échantillon de l'huile « Elio » à l'état frais.....	69
<b>II-3-2-2</b> : Interprétation du spectre de l'huile fraîche.....	69
<b>II-3-3</b> : Etude comparative.....	70
<b>II-3-4</b> : Etude de l'évolution des spectres .....	73
<b>II-4</b> : Etude comparative entre les analyses obtenues par la spectroscopie RAMAN et la spectroscopie TF-IR.....	85
<i>Conclusion</i> .....	87

<i>Conclusion générale et perspectives</i> .....	90
--	----

### *Références bibliographiques*

### *Annexes*



# Liste des figures

## Première Partie

<b><u>Figure I.1</u></b> : Synthèse d'un triglycéride.....	3
<b><u>Figure I.2</u></b> : Structure générale d'un acide gras.....	3
<b><u>Figure I.3</u></b> : Structure d'acide palmitoléique.....	4
<b><u>Figure I.4</u></b> : Structure des phospholipides.....	5
<b><u>Figure I.5</u></b> : Structure de la $\beta$ -sitostérol.....	5
<b><u>Figure I.6</u></b> : Structure de tocophérol.....	6
<b><u>Figure I.7</u></b> : Structure de la $\beta$ -carotène.....	6
<b><u>Figure II.1</u></b> : Les différentes étapes de la réaction d'oxydation.....	16
<b><u>Figure II.2</u></b> : Schéma général des réactions d'oxydation des lipides.....	17
<b><u>Figure II.3</u></b> : Déroulement du rancissement dans le temps .....	18
<b><u>Figure II.4</u></b> : Oxydation de l'acide gras polyinsaturé par un radical hydroxyle $\text{OH}^\circ$ .....	19
<b><u>Figure III.1</u></b> : Réaction de transformation de l'huile vierge à une huile de friture .....	22
<b><u>Figure III.2</u></b> : Réactions intervenants dans l'huile pendant la friture.....	24
<b><u>Figure III.3</u></b> : Schéma des composés formés pendant l'altération.....	26
<b><u>Figure III.4</u></b> : Formation des composés volatils à partir d'acide gras saturés. ....	29
<b><u>Figure III.5</u></b> : Structure de l'acrylamide formée pendant le brunissement de l'aliment.....	30
<b><u>Figure III.6</u></b> : Transformations chimiques effectuées durant la friture.....	32
<b><u>Figure IV.1</u></b> : Les deux mécanismes de diffusion Raman.....	36
<b><u>Figure IV.2</u></b> : Informations qualitatives et quantitatives fournis par une raie aman.....	38
<b><u>Figure IV.3</u></b> : Types de vibration.....	39
<b><u>Figure IV.4</u></b> : Déplacement atomique impliqué dans des modes d'élongation C-H de méthylène.....	39

## Deuxième Partie

<b><u>Figure I.1</u></b> : Procédé de friture suivit dans notre travail.....	45
<b><u>Figure I.2</u></b> : Le spectromètre Ava Soft RAMAN 7.3 utilisé à l'université A.MIRA Bejaia.....	47
<b><u>Figure I.3</u></b> : Schéma représente le porte échantillon liquide dans l'IR.....	49
<b><u>Figure II.1</u></b> : Les spectres RAMAN obtenus par des analyses de l'huile de friture.....	51
<b><u>Figure II.2</u></b> : Zoom d'une partie du spectre RAMAN à $3014 \text{ cm}^{-1}$ .....	53
<b><u>Figure II.3</u></b> : Diminution de l'intensité en fonction de nombre de friture.....	54
<b><u>Figure II.4</u></b> : Augmentation de l'intensité à $979 \text{ cm}^{-1}$ .....	54
<b><u>Figure II.5</u></b> : Relation entre la formation des C=C« trans » et la disparition de C=C « cis »...55	
<b><u>Figure II.6</u></b> : Augmentation de l'amplitude en fonction de nombre de friture à $1660 \text{ cm}^{-1}$ .....	55
<b><u>Figure II.7</u></b> : Zoom d'une partie du spectre à $1660 \text{ cm}^{-1}$ .....	56
<b><u>Figure II.8</u></b> : Zoom d'une partie du spectre à $1444 \text{ cm}^{-1}$ .....	56
<b><u>Figure II.9</u></b> : Zoom d'une partie du spectre, l'intervalle de $2954 \text{ cm}^{-1}$ à $2854 \text{ cm}^{-1}$ qui correspond aux groupements $\text{CH}_2$ et $\text{CH}_3$ .....	57
<b><u>Figure II.10</u></b> : Augmentation de l'amplitude en fonction de nombre de friture à des bandes correspondant au groupement $\text{CH}_2$ .....	57

## Liste des figures

<b><u>Figure II.11</u></b> : Augmentation de l'amplitude en fonction de nombre de friture à des bandes correspondant au groupement .....	<b>58</b>
<b><u>Figure II.12</u></b> : Augmentation de l'amplitude en fonction de nombre de friture à des bandes correspondant au groupement C=O.....	<b>58</b>
<b><u>Figure II.13</u></b> : Les spectres qu'on a obtenus par l'analyse de l'huile de friture par la spectroscopie INFRAROUGE.....	<b>60</b>
<b><u>Figure II.14</u></b> : Réaction de passage de la forme « cis » à la forme « trans ».....	<b>62</b>
<b><u>Figure II.15</u></b> : Montre le spectre obtenu par la spectroscopie IR de l'huile « Elio » fraîche.....	<b>64</b>
<b><u>Figure II.16</u></b> : La superposition des spectres obtenus par la spectroscopie infrarouge.....	<b>67</b>
<b><u>Figure II.17</u></b> : Zoom d'une partie du spectre à $3063\text{ cm}^{-1}$ .....	<b>68</b>
<b><u>Figure II.18</u></b> : Evolution de l'amplitude en fonction de nombre de friture à $3063\text{ cm}^{-1}$ .....	<b>69</b>
<b><u>Figure II.19</u></b> : Zoom d'une partie du spectre à $987\text{ cm}^{-1}$ .....	<b>70</b>
<b><u>Figure II.20</u></b> : Evaluation d'absorbances à $987\text{ cm}^{-1}$ .....	<b>70</b>
<b><u>Figure II.21</u></b> : Relation entre la disparition du groupement C=C « cis » et la formation du groupement C=C « trans ».....	<b>71</b>
<b><u>Figure II.22</u></b> : Augmentation de l'intensité d'absorbance des groupes : $\text{CH}_2$ à $2926\text{ cm}^{-1}$ et à $2852\text{ cm}^{-1}$ , $\text{CH}_3$ à $2954\text{ cm}^{-1}$ dans l'huile Elio au cours des fritures.....	<b>71</b>
<b><u>Figure II.23</u></b> : Evolution d'absorbances en fonction du nombre de friture du groupement $\text{CH}_2$ à $2926\text{ cm}^{-1}$ et $2852\text{ cm}^{-1}$ .....	<b>72</b>
<b><u>Figure II.24</u></b> : Augmentation d'absorbance de vibration de $\text{CH}_3$ à $2954\text{ cm}^{-1}$ en fonction de nombre de friture.....	<b>72</b>
<b><u>Figure II.25</u></b> : Augmentation d'intensité de l'absorbance de vibration d'élongation asymétrique de $\text{CH}_2$ à $2926\text{ cm}^{-1}$ lors de friture.....	<b>73</b>
<b><u>Figure II.26</u></b> : Augmentation d'intensité de l'absorbance de vibration d'élongation symétrique de $\text{CH}_2$ à $2852\text{ cm}^{-1}$ lors de friture.....	<b>73</b>
<b><u>Figure II.27</u></b> : Augmentation d'intensité de l'absorbance de vibration d'élongation asymétrique de $\text{CH}_3$ à $2954\text{ cm}^{-1}$ lors de friture.....	<b>74</b>
<b><u>Figure II.28</u></b> : Relation entre les intensités d'absorbance des bandes de vibration d'élongation asymétrique et symétrique à $2852\text{ cm}^{-1}$ et $2926\text{ cm}^{-1}$ du groupe $\text{CH}_2$ , respectivement.....	<b>74</b>
<b><u>Figure II.29</u></b> : Zoom d'une partie du spectre à $3009\text{ cm}^{-1}$ , diminution d'absorbance au cours des fritures .....	<b>75</b>
<b><u>Figure II.30</u></b> : Diminution de l'intensité d'absorbance à $3009\text{ cm}^{-1}$ au cours des fritures.....	<b>75</b>
<b><u>Figure II.31</u></b> : Zoom d'une partie du spectre à $1746\text{ cm}^{-1}$ qui correspond au groupement carbonyle.....	<b>76</b>
<b><u>Figure II.32</u></b> : Augmentation de l'intensité d'absorbance au cours de friture à $1746\text{ cm}^{-1}$ .....	<b>76</b>
<b><u>Figure II.33</u></b> : Variation de l'intensité d'absorption du groupement C-O au cours de friture à $1164\text{ cm}^{-1}$ .....	<b>77</b>
<b><u>Figure II.34</u></b> : Évaluation d'amplitude à $1164\text{ cm}^{-1}$ .....	<b>77</b>
<b><u>Figure II.35</u></b> : Comportement similaire suivi par les groupements C=O et C-O aux cours des fritures.....	<b>78</b>
<b><u>Figure II.36</u></b> : Zoom d'une partie du spectre à une fréquence de $724\text{ cm}^{-1}$ .....	<b>79</b>
<b><u>Figure II.37</u></b> : Variation de l'intensité d'absorbance du groupe $\text{CH}_2$ à $716\text{-}724\text{ cm}^{-1}$ .....	<b>79</b>

## *Liste des figures*

---

- Figure II.38**: Superposition de deux spectres de l'huile de friture, avec le bleu correspond à un spectre IR et le rouge correspond à un spectre RAMAN.....**80**
- Figure II.39** : La superposition des spectres obtenus par la spectroscopie RAMAN.....**83**

# Liste des tableaux

---

## *Première Partie*

<b><u>Tableau I.2</u></b> : Les étapes du raffinage des huiles et leurs effets sur les constituants de ce dernier et les contaminants.....	<b>10</b>
<b><u>Tableau I.3</u></b> : L'apport énergétique de quelques acides gras. ....	<b>11</b>
<b><u>Tableau II.1</u></b> : Coefficient d'hydrolyse dans diverses huiles en fonction de la température.....	<b>13</b>
<b><u>Tableau II. 2</u></b> : Principaux altérations des corps gras.....	<b>20</b>
<b><u>Tableau III. 1</u></b> : Structure des dimères.....	<b>30</b>

## *Deuxième Partie*

<b><u>Tableau I.1</u></b> : Les caractéristiques des huiles coupées pour l'obtention d'une nouvelle variation « Elio ».....	<b>41</b>
<b><u>Tableau I.3</u></b> : Composition de la pomme de terre .....	<b>44</b>
<b><u>Tableau I.4</u></b> : Conditions expérimentales utilisées pendant la friture. ....	<b>45</b>
<b><u>Tableau II.1</u></b> : Les principaux pics caractéristiques des spectres Raman obtenus pour les Différents échantillons de l'huile de friture.....	<b>52</b>
<b><u>Tableau II.2</u></b> : Les principaux bandes caractéristiques des absorbances des spectres obtenus pour les onze fritures de l'huile « Elio ».....	<b>61</b>
<b><u>Tableau II.3</u></b> : Différentes bandes d'absorption correspondant les acides gras insaturés.....	<b>63</b>

## *Liste des abréviations*

---

**AG** : Acides gras.

**AGI** : Acides gras insaturés.

**AGL** : Acides gras libres.

**AGT** : Acides gras trans.

**CG** : Corps gras.

**ECN** : Espèces chimiques nouvelles.

**IR** : Infrarouge.

**µm** : Micromètres.

**OH<sup>°</sup>** : Radicales hydroxyles.

**ROOH** : Hydro peroxydes.

**TG** : Triglycerides.

**TF-IR** : Infrarouge à transformer de Fourier.

**U.A** : Unité arbitraire

# *Introduction Générale*

## *Introduction Générale*

---

Les corps gras alimentaires sont des éléments essentiels de notre alimentation, comprennent les huiles et les graisses d'origine végétale ou animale, les beurres et les margarines. [1]

Dans le cadre de la recherche de nouvelles sources d'alimentation et aussi des matières premières pour l'industrie, les huiles font actuellement l'objet d'intenses recherches en raison de leur immense utilisation. Chaque année, notre pays note une évolution de la consommation des matières grasses, et plus particulièrement les huiles. [2]

La friture est l'une des procédures les plus populaires pour faire cuire l'alimentation- tant chez soi que dans l'industrie de la restauration- qui fournit une alimentation savoureuse dans une période relativement courte de temps. Cependant, l'utilisation des huiles de friture à plusieurs reprises et à de hautes températures peut produire des constituants qui compromettent non seulement la qualité des aliments, mais peuvent aussi promouvoir la formation d'une variété d'éléments de décomposition avec des implications nutritionnelles défavorables et des dangers pour la santé humaine. Ces composants sont dus à une série de réactions complexes aboutissant à l'oxydation, l'hydrolyse et la polymérisation de l'huile. [3,4]

L'étude de la dégradation des huiles végétales pendant la friture ou le chauffage nécessite la connaissance de tous les changements survenant à l'échelle moléculaire. Pour ce faire, on a recours à certaines techniques d'analyse comme la spectroscopie Raman et la spectroscopie infrarouge, qui rendent possible la réalisation de ce contrôle en quelques minutes. Le développement d'une méthode spectroscopique rapide pour évaluer l'altération d'huile après chauffage, ou au cours du chauffage, est souhaitable pour l'industrie agroalimentaire, non seulement pour estimer la qualité d'huile, mais aussi pour comprendre et contrôler les variables principales qui influent sur le processus de chauffage. [5]

Pour ces raisons nous proposons d'étudier l'effet des traitements thermiques sur les huiles végétales et l'évolution de ces derniers en fonction du nombre de fritures.

En effet, à la suite de la cuisson, une quantité variable du corps gras mis en œuvre reste associée à l'aliment cuit, et est ingérée par le consommateur. La qualité de ce corps gras avant et surtout après utilisation, est de ce fait importante à connaître pour comprendre l'évaluation des composés formés, qui ont des conséquences importantes sur notre santé. [6]

Notre étude est focalisée sur les huiles de friture « Elio » et pour atteindre ces objectifs, une démarche expérimentale a été suivie. Celle-ci est achevée par une analyse et une discussion des résultats.

*Première Partie :*  
*Recherches bibliographiques*



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

# ***I : Généralité sur les corps gras***

---

## ***Introduction.***

Les corps gras alimentaires comprennent les huiles et les graisses d'origine végétale ou animale, les beurres et les margarines.

Les corps gras sont constitués par des mélanges d'esters appelés mono-, di- ou triglycérides selon le nombre de fonctions alcools du glycérol estérifiées par les acides gras. Le nombre élevé des acides gras présents dans un lipide, ainsi que les multiples possibilités de leur combinaison avec le glycérol font des corps gras des mélanges très complexes dont les structures et les propriétés varient de façon significative. Deux corps gras renfermant qualitativement et quantitativement les mêmes acides gras auront, si les acides gras sont répartis de manière différente dans les triglycérides, des caractéristiques physiques, chimiques ou physiologiques différentes.

Chaque huile est caractérisée par la composition en acides gras de l'espèce végétale dont elle est extraite. [7, 8, 9, 10,...30]

## **I-1 : Définition.**

Les corps gras constituent une classe complexe (groupe de substances assez hétérogène) ayant une propriété commune d'être insoluble dans l'eau et soluble dans les solvants organiques tel que : l'hexane, le benzène, chloroforme, l'éther. [8].

Il y a aussi la distinction qui se repose sur le point de fusion ; les huiles sont fluides à température ambiante et les graisses sont solides ou concrètes. [9]

## **I-2 : Sources des corps gras.**

Les corps gras alimentaires comprennent les huiles à l'état liquide et les graisses à l'état solide d'origine végétales ou animales. [1]

### **I-2-1 : Sources végétales. [1, 6, 8, 10, 15, 19, 26,...33]**

Les corps gras d'origine végétales : graisses oléagineuses (Arachide, Colza, Mais, ....etc.), pulpe de certains fruits oléagineux (fruits de palme, olive,...).

Ces corps gras peuvent être classés en deux manières :

- Ceux qui sont comestibles.
- Ceux qui sont à usage industriel.

Ou encore selon leurs degrés de siccativité :

Les corps gras siccatifs ont les propriétés de sécher rapidement les couleurs, la peinture, comme : l'huile de tournesol, l'huile d'abrasin, l'huile de lin,.....etc.

Les corps gras semi-siccatifs : l'huile de coton, l'huile de sésame, l'huile de soja, l'huile de colza, l'huile de maïs,....etc.

Les corps gras non siccatifs : l'huile d'olive, l'huile d'arachide, l'huile d'amande,....etc.

# I : Généralité sur les corps gras

## I-2-2 : Sources animales

Les principaux corps gras d'origine animale sont :

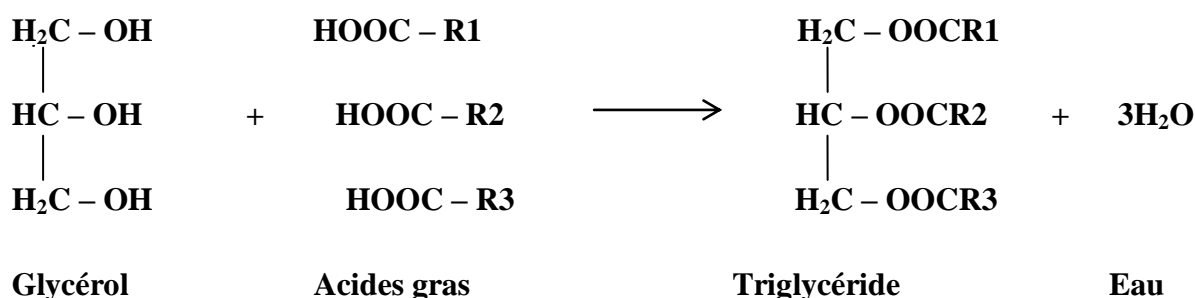
- Les huiles de pieds bœuf, de mouton, de cheval, de lard.
- Les graisses de cheval.
- Les suifs des ruminants.
- Les huiles de poisson : huile de foies de poissons, huile de baleine.

## I-3 : Composition des corps gras.

### I-3-1 : Constituants majeurs.

#### I-3-1-1 : Triglycérides

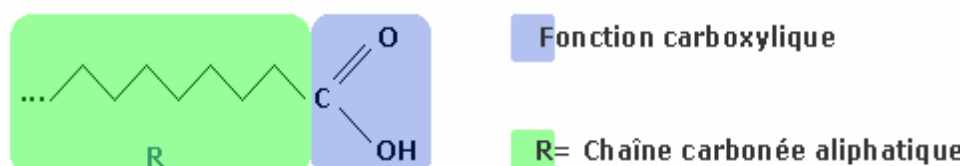
Les corps gras sont constitués par des mélanges d'esters appelés mono, di ou triglycérides, ils sont largement prépondérants selon le nombre de fonctions alcools d'un trialcool ou le glycérol (propane triol) estérifié par les acides gras. [1] tel qu'un triglycéride est composé d'une molécule de glycérol estérifiée (ou combinée) à trois molécules d'acides gras semblables ou différents (*figure I.1*). Ils représentent plus de 90 % des corps gras. [34]



**Figure I.1:** Synthèse d'un triglycéride [1-30, 35-65].

#### I-3-1-2 : Acide gras

Ce sont des monoacides organiques faibles, linéaires, à nombre n paire de carbones. En général les acides mono carboxyliques à n carbones (de 4 à 28 atomes), peuvent être saturés ou insaturés, comme ils se trouvent rarement libres dans la matière grasse, et nommés par les acides gras libres, ils sont toujours liés à un glycérol pour former des différentes structures d'esters. [1-65]



**Figure I.2 :** Structure générale d'un acide gras [1-30, 35-65]

## I : Généralité sur les corps gras

### I-3-1-2-1 : Acides gras saturés

Lorsque chaque atome de carbone est lié à quatre autres atomes voisins, la chaîne carbonée est dite saturée. [66]

Sa formule générale:  $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_n-\text{COOH}$  avec  $n \geq 2$ , notant quelques exemples.

C4: acide butyrique (dans le beurre)

C16: acide palmitique (huile de palme - saindoux)

C18: acide stéarique (graisse animale)

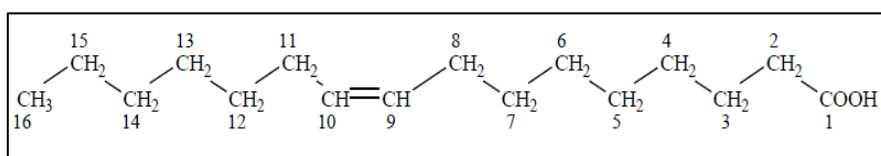
C20: acide arachidique (huile arachide)

### I-3-I-2-2: Acides gras insaturés [1, 9, 34]

Il peut y avoir une ou plusieurs doubles liaisons entre les atomes de carbone, on dit que la chaîne est insaturée.

On indique la position de la double liaison par  $\Delta$  suivi des numéros (séparés par un tiret) des carbones sur lesquels porte la double liaison. Le tout est précédé du nombre de double liaison.

Exemples (**Figure I.3**) :C16:  $\Delta 9-10$ : Acide palmitoléique



**Figure I.3** : Structure d'acide palmitoléique [1,9, 14, 67]

↙ Indique le nombre de double liaison

C18: 1  $\Delta 9-10$ : Acide oléique

C18: 2  $\Delta 9-10, 12-13$ : Acide linoléique

C18: 3  $\Delta 9-10, 12-13, 15-16$ : Acide linoléique

Les acides gras non saturés ont un point de fusion plus bas que les acides gras saturés ayant le même nombre de carbone.

C16 : 1  $\Delta 9,10$  acide palmitoléique

C18 : 1  $\Delta 9,10$  acide oléique (forme cis)

C18 : 2  $\Delta 9,10-12,13$  acides linoléiques (indispensables)

C18 : 3  $\Delta 9,10-12,13-15,16$  acide linoléique (non indispensable)

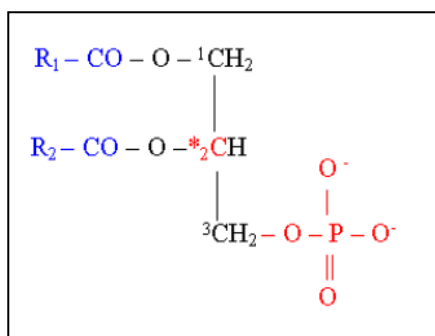
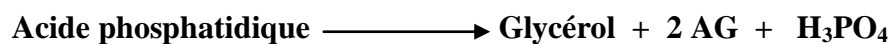
### I-3-2 : Constituants mineurs [1,9, 27, 40].

Les graisses et huiles telles qu'elles sont obtenues ne sont pas toujours des mélanges de triglycérides purs. Elles contiennent, selon la provenance et le mode de préparation, des proportions variables de glycérides partielles. Parmi les autres constituants présents en proportions variables, comprises entre 0,1 et 2 %, on distingue :

## I : Généralité sur les corps gras

### I-3-2-1 : Phospholipides (phosphatides) [1,9].

Il s'agit de composés d'une molécule de glycérol estérifiée en position 1 et 2 par des acides gras, et en 3 par un phosphate (*Figure I.4*), qui peut être libre ou lié à un groupement aminé ou un sucre, d'après ça on distingue plusieurs dérivés des phospholipides.



***Figure I.4*** : Structure des phospholipides [9, 17, 33].

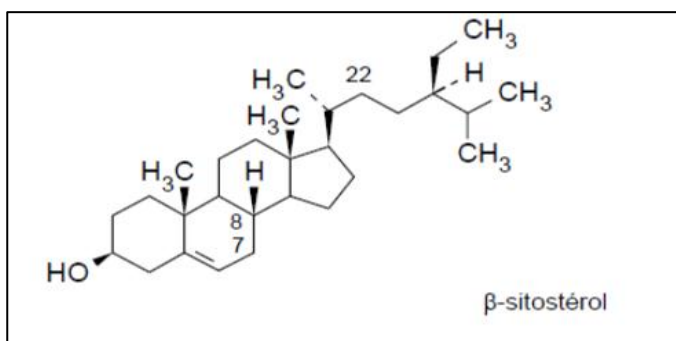
### I-3-2-2 : Insaponifiables [1, 9, 10, 17]

L'insaponifiable est constitué de composés qui, après hydrolyse basique (saponification), sont très peu solubles dans l'eau mais solubles dans les solvants organiques (tel l'hexane) des corps gras [10].

#### I-3-2-2-1 : Les stérols (tri terpènes modifiés)

Il s'agit de molécules complexes à plusieurs cycles avec une fonction alcool, dont le principal représentant est le cholestérol. On les trouve soit à l'état libre ou combiné avec un acide gras. Les végétaux contiennent des stérols qui leur sont spécifiques [17] (*Figure I.5*).

- cholestérol (animal)
- phytostérol (végétal)



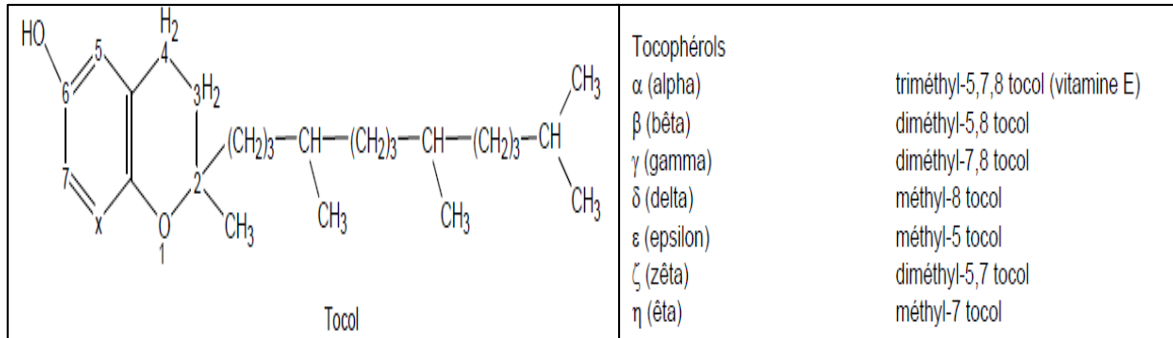
***Figure I.5*** : Structure de la  $\beta$ -sitostérol [10, 47]

# I : Généralité sur les corps gras

## I-3-2-2-2 : Tocophérols

Les tocophérols sont au nombre de 4 ( $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ,  $\delta$ -tocophérols), ils jouent le rôle d'antioxydants naturels, ce qui explique la bonne résistance des huiles végétales au phénomène de rancissement.

Parmi les tocophérols, l' $\alpha$ -tocophérol ou vitamine E est doté de l'effet antioxydant le plus puissant. [9, 10, 45, 50, 53]



**Figure I.6 : Structure de tocophérol [10, 17]**

## I-3-2-2-3 : Pigments

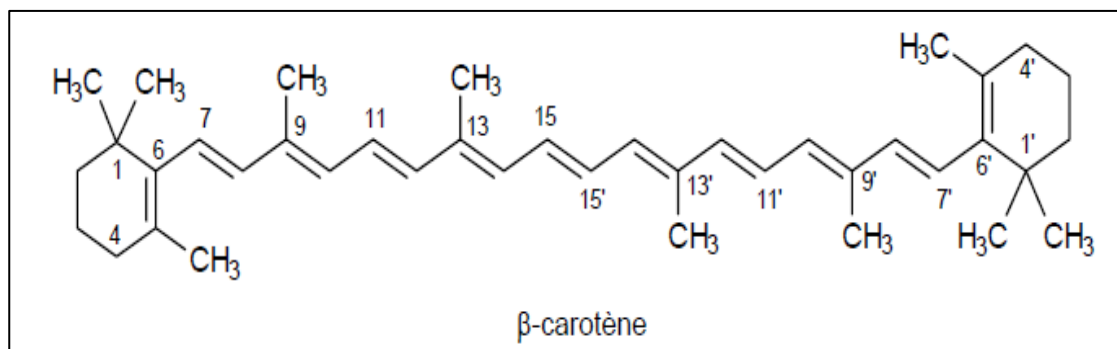
Ce sont des hydrocarbures hautement insaturés.

Les principaux pigments naturels appartiennent à trois grandes catégories :

- Pigments porphyriniques, parmi lesquels les chlorophylles.
- Les caroténoïdes, parmi lesquels le  $\beta$ -carotène.
- Les flavonoïdes et leurs dérivés [11, 12, 13].

Les caroténoïdes et les chlorophylles contribuent à la couleur des huiles, ces pigments naturels sont éliminés en grande partie par le raffinage [10, 30].

Exemple : les caroténoïdes (*figure I.7*)



**Figure I.7 : Structure de la  $\beta$ -carotène [10, 22, 23, 29, 31]**

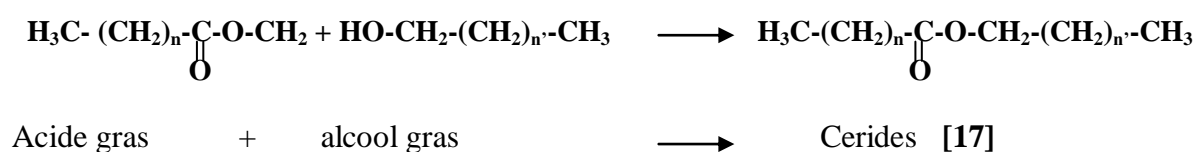
## I : Généralité sur les corps gras

---

### I-3-2-2-4 : Cires [1, 44-67]

Les cires constituent essentiellement des cerides, sont des esters d'acides gras et d'alcool à longues chaînes (20 à 30 atomes de carbone) présents naturellement dans les huiles.

Chez les végétaux, elles contribuent à la formation de pellicules protectrices des graines et des fruits [1].



### I-4 : Propriétés physico-chimiques des corps gras.

#### I-4-1 : Propriétés physiques. [1, 14, 65]

##### I-4-1-1 : Densité

Les acides gras et les lipides en général, possèdent un grand nombre d'atomes légers : hydrogène et carbone. Les molécules sont volumineuses mais peu denses, de sorte que la masse volumique des acides gras est inférieure à celle de l'eau (les lipides flottent sur l'eau) [9]. La densité des huiles végétales varie de 0.915 à 0.964, dépend en général de l'insaturation et de l'état d'oxydation des huiles. [1, 65]

##### I-4-1-2 : Viscosité

La viscosité des acides gras et les triglycérides est liée à leur structure et en particulier à la longueur et à l'insaturation des chaînes carbonées. La viscosité des huiles augmente avec le poids moléculaire et diminue avec l'augmentation de l'insaturation [1, 54, 61].

##### I-4-1-3 : Solubilité

Les acides gras à courtes chaînes sont solubles dans l'eau, ils deviennent insolubles avec l'augmentation du nombre de carbones dans la chaîne et ils deviennent solubles dans les solvants organiques (cétone, aldéhyde, benzène, chloroforme) et donc les lipides. Ils dépendent de la longueur de la chaîne carbonée et du nombre d'insaturations. [14]

##### I-4-1-4 : Point de fusion

La fusion correspond au changement d'état d'un corps (de l'état solide à l'état liquide), valable pour l'eau et les lipides. [1, 3, 15, 59]

Le point de fusion augmente avec le nombre de carbones et en relation inverse avec le nombre de double liaisons. C'est-à-dire : Le point de fusion des acides gras est d'autant plus élevé que

## I : Généralité sur les corps gras

---

la chaîne aliphatique est longue. La présence de doubles liaisons abaisse le point de fusion pour un même nombre de carbone [1,14, 16, 58].

### I-4-1-5 : Point d'ébullition

Le point d'ébullition augmente avec l'augmentation de la longueur de la chaîne carbonée et la double liaison n'a aucune influence sur le point d'ébullition. [14, 65, 67]

### I-4-1-6 : Point de fumé

Est la température à laquelle une huile chauffée commence à dégager de la fumée. [1]

### I-4-2 : Propriétés spectrales. [14]

Dans le domaine de l'infrarouge, on utilise sur tous le domaine de 2 à 15 microns. Les spectres sont étalonnés en fréquences ( $\text{cm}^{-1}$ ). Chaque type de liaison a sa fréquence ou ses fréquences d'absorptions caractéristiques

Toutes les fonctions ou les groupements qui sont détectés par l'infrarouge seront aussi détectés par la diffusion RAMAN.

### I-4-3 : Propriétés chimiques. [1, 14, 38, 55, 60, 63]

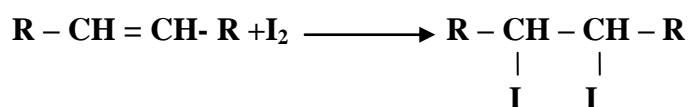
#### I-4-3-1 : Propriétés dues aux groupements carboxyliques (COOH).

La dégradation des corps gras est facile car ils contiennent des acides gras insaturés, contrairement aux acides gras saturés qui sont plus stables et difficile de les assimiler, mais la présence du groupement carboxylique libre dans les lipides est rare.

Les acides gras qui constituent les corps gras peuvent former les sels : de sodium, de potassium ou de métaux alcalins (savons) par la saponification plus la formation d'esters méthyliques par distillation.

#### I-4-3-2 : Propriétés dues aux doubles liaisons (C=C). [14, 38]

Une double liaison permet la fixation d'une mole d' $\text{I}_2$  qui va déterminer l'indice d'iode de l'acide gras (elle correspond à la quantité d' $\text{I}_2$  fixée pour déduire le nombre de double liaisons, donc le nombre d'insaturations : c'est la réaction d'addition avec les halogènes ( $\text{I}_2$ ))



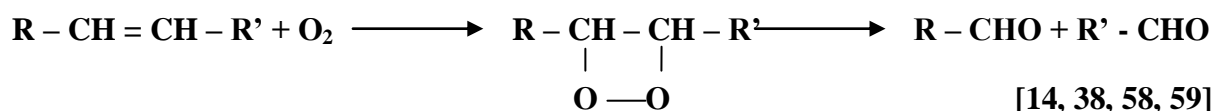
Pour transformation des huiles comestibles d'acides gras insaturés en margarine suivant une réaction d'hydrogénation.



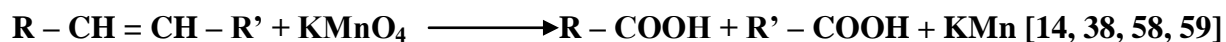
En présence de l'air ( $\text{O}_2$ ), on assiste à la formation de peroxyde toxique puis il se transforme en aldéhydes malodorants par l'oxydation.



## I : Généralité sur les corps gras



En présence de  $\text{KMnO}_4$  : on assiste à une coupure de la molécule avec formation d'acide.



### I-5 : Traitement des corps gras.

#### I-5-1 : Définition du raffinage.

Le but du raffinage est de purifier les huiles brutes végétales. Le raffinage consiste donc à éliminer au mieux ces composés nocifs afin d'obtenir une huile aux qualités organoleptiques et chimiques les meilleurs possibles. Il comprend plusieurs opérations, physiques ou chimiques. Ces étapes ne sont pas toutes obligatoires mais dépendent de la qualité de l'huile brute.

#### I-5-2 : Etapes de raffinage. [68,69,...,71]

Le raffinage des huiles est un procédé qui s'effectue en quatre étapes qui sont :

##### I-5-2-1 : La démucilagination (ou dégomme). [69]

Elle permet de débarrasser les huiles des éléments qui ne sont pas des triglycérides (les phospholipides). Les gommes sont hydrolysées grâce à un acide et se détachent alors des triglycérides.

##### I-5-2-2 : La neutralisation.

Les acides gras libres sont les impuretés les plus représentées dans les huiles à raffiner. L'étape de neutralisation sert à éliminer ces composés susceptibles d'accélérer l'oxydation de l'huile. Elle se fait à l'aide de soude caustique et elle est suivie d'un lavage à l'eau et d'un séchage. [68, 70]

##### I-5-2-3 : La décoloration.

Elle sert à éliminer les pigments contenus dans les corps gras. La méthode est basée sur l'absorption des pigments par la terre active, faisant alors varier la couleur de l'huile [68-70]. Ensuite, la séparation de la terre usée et de l'huile décolorée s'effectue par la filtration.

##### I-5-2-4 : La désodorisation.

Cette étape a deux objectifs. Elle débarrasse, tout d'abord, comme son nom l'indique, l'huile de son odeur désagréable, mais elle permet également d'éliminer des substances indésirables.

Cette désodorisation s'effectue par distillation sous vide à température élevée ( $180^\circ\text{C}$ - $200^\circ\text{C}$ ), procédé intéressant car il ne dégrade pas la vitamine E (Tocophérol). [71]

## *I : Généralité sur les corps gras*

**Tableau I.1 : Les étapes du raffinage des huiles et leurs effets sur les constituants de ce dernier et les contaminants [69].**

<b>Les étapes du Raffinage</b>	<b>Composants éliminés</b>	<b>Composants parasites Introduit</b>
<b>Dégommage (Démucilagination)</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Phosphatides</li> <li>- Composés protidiques</li> <li>- Glycolipides</li> <li>- Mucilage</li> </ul>	<b>Eau</b>
<b>Neutralisation chimique</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Acides gras libres (AGL)</li> <li>- Phosphatides résiduels</li> <li>- Composés métalliques</li> <li>- Composés d'origine de dégradation oxydative</li> <li>- Insecticides organophosphorés.</li> </ul>	<b>Savon Eau</b>
<b>Lavage</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Savon</li> <li>- Traces de soude</li> <li>- Phosphatides résiduels</li> </ul>	<b>Eau</b>
<b>Séchage</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Eau</li> </ul>	
<b>Décoloration</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Pigments (caroténoïde et chlorophylliens)</li> <li>- Savon</li> <li>- Hydrocarbures polycycliques (si traitement au carbone actif).</li> </ul>	<b>Destruction des peroxydes et formation des isomères à double liaison conjuguée Acides gras libre par acidification des savons.</b>
<b>Décirage (frigellisation)</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Substances insolubles à basses températures.</li> <li>- Cires</li> </ul>	
<b>Désodorisation</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Acides gras libres (AGL)</li> <li>- Substances volatiles responsables de l'odeur et du goût.</li> <li>- Peroxydes et produits de dégradations</li> <li>- Pesticides organochlorés.</li> <li>- Stérols et tocophérols.</li> </ul>	<b>Formation d'isomères géométriques et des dimères.</b>

## I : Généralité sur les corps gras

### I-6 : Coupage des huiles [72].

Le coupage des huiles est un mélange de deux ou plusieurs types d'huiles, afin d'atteindre une satisfaction de plusieurs critères :

- **Stabilité** : mélanger des différentes huiles entre elles afin d'obtenir une huile plus comestible et plus stable avec une meilleure gamme de composition en acide gras.
- **Saveur** : l'intensité des aliments frits est affectée par la composition en acide gras et plus précisément la composition en acide gras linoléique et oléique, c'est-à-dire que l'intensité de la saveur diminue avec un taux d'acide linoléique décroissant et un taux d'acide oléique croissant.
- **Caractéristiques physique des huiles** : dans les pays froids, l'utilisation de quelques huiles tel que l'oléine de palme ou le doublement fractionné (ODF) est limité à cause de sa solidification à basses températures. Donc, un mélange de 70% de l'huile de tournesol avec 30% de l'huile de palme, permet d'obtenir une huile stable même à basses températures.
- **Le prix** : le prix des huiles est le critère le plus important, c'est lui qui attire l'attention des clients, alors, il faut prendre en considération le prix de chaque huile avant le mélange.
- **Besoins nutritionnels** : le taux des lipides dans l'apport énergétique ne dépasse pas 35%, il est très important de tenir compte des points suivants :

**Tableau I.2 : L'apport énergétique de quelques acides gras.**

L'apport énergétique total en %		
<b>Polyinsaturés</b>		
Acide linoléique	6%	12g/jour
Acide linoléique	1%	2g/jour
<b>Mono insaturés</b>		
Acide oléique	11 – 16%	30 – 40 g/jour

## *I : Généralité sur les corps gras*

---

### *Conclusion*

Les corps gras occupent une place très importante dans l'alimentation humaine car ils constituent une source importante d'énergie et de composés essentiels. De plus, les lipides peuvent être aussi des principes actifs précieux pour l'industrie cosmétiques et pharmaceutique [71].

Les huiles végétales et animales doivent être traitées, en effet le raffinage permet d'obtenir une standardisation de la qualité marchande et organoleptique avec des huiles neutres : non peroxydées, peu colorées ; désodorisées et une garantie d'innocuité avec élimination efficace des éventuels contaminants chimiques (métaux lourds, hydrocarbures polycycliques...) et microbiologiques pouvant être présents dans les corps gras bruts [72].

Le coupage des huiles s'effectue dans le but d'obtenir une huile stable, possédant des caractères physiques, pour atteindre l'équilibre nutritionnel.

***Chapitre II***  
***Altération des corps gras***

## II : Altération des corps gras

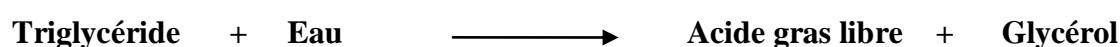
### Introduction

Les corps gras peuvent subir plusieurs altérations durant leurs transformations (extraction, raffinage) ou de leurs conservations. [73]

Tous les chercheurs confirment dans leurs études que lors des traitements thermiques, les corps gras subissent plusieurs modifications qui sont : hydrolyse, polymérisation (altération thermique ou cyclisation) ou oxydation [72].

### II-1 : Altération par hydrolyse. [53, 68, 72]

L'hydrolyse est une réaction chimique qui s'effectue en présence de la vapeur d'eau et les triglycérides selon cette réaction :

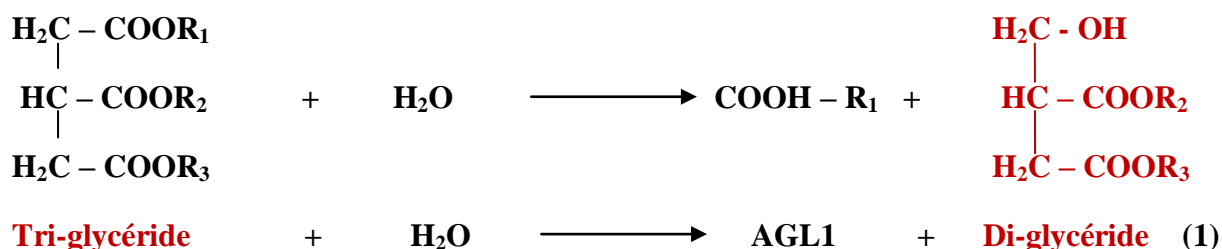


La vapeur d'eau se dégage du bain de friture durant la cuisson des aliments responsables de la formation des acides gras libres (AGL) et des glycérides partiels selon la qualité du corps gras (CG), ils sont les produits les plus volatils. Ce phénomène est très marqué dans le bain pendant la cuisson de pommes frites où l'eau conduit à une dégradation des propriétés de l'huile avec l'apparition d'une mousse et l'émission de fumées.

**Tableau II.1:** Hydrolyse par vapeur d'eau dans diverses huiles en fonction de la température.

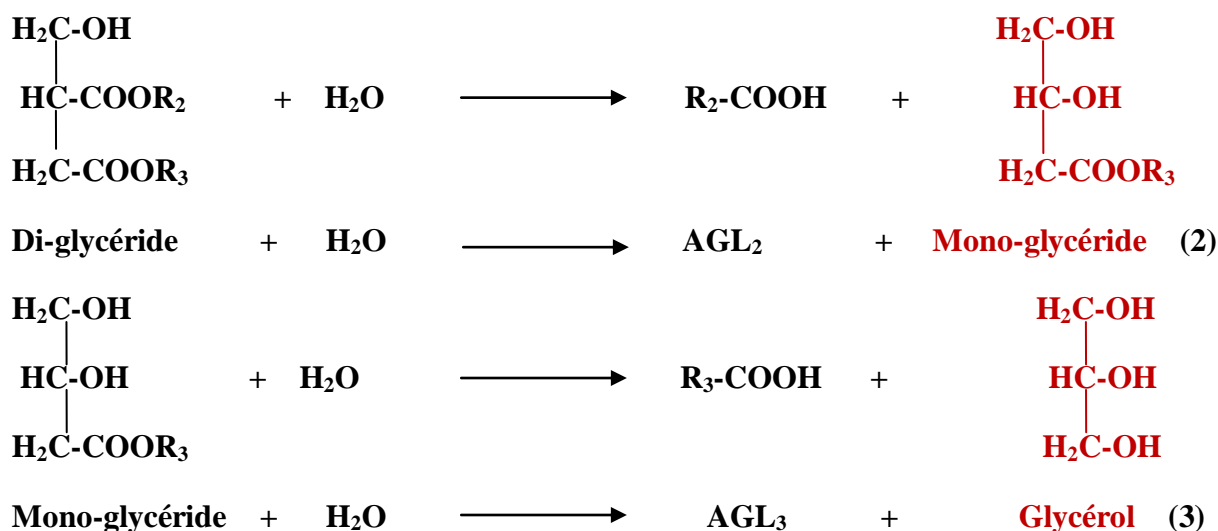
Type d'huile	Coefficient d'hydrolyse		
	240°C	250°C	260°C
Tournesol	0.0167	0.0342	0.0355
Soja	0.0157	0.0270	0.0369
Mais	0.0236	0.0484	0.0666

La réaction globale est la suivante :



## II : Altération des corps gras

La réaction se déroule en trois étapes en donnant successivement un di-glycéride (1), un mono-glycéride (2) et enfin un glycérol (3), ce dernier peut générer de l'acroléine en suivant le chemin réactionnel suivant :



Il existe deux types d'hydrolyse :

### II-1-1 : Hydrolyse par la voie chimique [7, 74, 75].

C'est la réaction inverse de l'estérification, elle peut s'effectuer en milieu basique (la réaction est totale, dite saponification), acide et même en milieu neutre (la réaction est réversible).

Elle résulte de l'hydrolyse d'une ou de deux des trois liaisons esters des triglycérides (TG). Phénomène qui nécessite la présence d'eau, ce dernier apporté par l'aliment frit se dégage sous forme de la vapeur d'eau, ne s'observe jamais sur les corps gras raffinés, il intervient que sur les corps gras (CG) brutes ou sur les huiles de friture.

### II-1-2 : Hydrolyse par la voie enzymatique [38]

L'hydrolyse des lipides est principalement le résultat de l'activité biologique des enzymes d'origine bactérienne ou fongiques, appelées lipases. Elles réagissent sur la surface huile – eau, dans des conditions de température (20 – 50°C) et de pH (5.5 – 7.5) précis, afin d'obtenir les acides gras libres en plus des glycérides partiels.

L'hydrolyse enzymatique n'affecte que les huiles brutes, dans ce cas les enzymes vont se détruire lors du raffinage.

### II-2 : Altération thermique (polymérisation, cyclisation) [72,73].

Cette réaction conditionne la présence d'une température supérieure à 100°C voire 150°C. Les composés résultants sont des polymères radicalaires à structures acycliques, polymères thermiques à structures cycliques obtenus par la condensation et les monomères cycliques.

Au cours du chauffage de la matière grasse, il se produit un réarrangement inter et intramoléculaire, il se crée des liaisons entre les chaînes de triglycérides du corps gras avec

## II : Altération des corps gras

autres chaînes de triglycérides différentes telle que la liaison C-C très polaire ou la liaison éther qui est plus polaire C-O-C. Les composés semblables à des résines peuvent alors mousser à la surface du bain de friture et sur ses parois.

### II-3 : Altération par oxydation. [72-75]

Les principaux phénomènes déterminant la durée de vie des lipides sont les réactions d'oxydation.

Une réaction d'oxydation nécessite la présence des grandes quantités d'oxygène pour qu'elle l'oxygène puisse agir sur les doubles liaisons et former des hydro peroxydes. Et donc apparition d'arômes et de changement de couleur souvent indésirables dans les produits frits.

#### II-3-1 : Facteurs influençant l'oxydation [1, 10].

Le mécanisme de la réaction d'oxydation est contrôlé par un certain nombre de paramètres, des facteurs connus pour leur influence sur toutes les réactions chimiques tels que la température et la lumière, ainsi qu'autres facteurs comme le degré d'insaturation, la présence des substances auto oxydantes (enzymes et ions métalliques) ou antioxydants (tocophérols, caroténoïdes)...Etc.

#### II-3-2 : Mécanisme réactionnel de l'oxydation [1, 2, 3, 10, 74, 75].

L'oxydation des lipides insaturés se déroule en trois étapes qui sont : initiation, propagation et terminaison.

- **Initiation** : c'est la partie de la réaction où il y aura la formation des radicaux libres ou de peroxydes. Cette étape appelée aussi étape d'induction car elle correspond à une période d'absorption lente d'oxygène atmosphérique. En présence d'un initiateur I, les lipides insaturés (**RH**) perdent un atome d'hydrogène pour former un radical libre centré sur le carbone **R° (Radical alkyle)**.



- **Propagation** : c'est l'étape d'oxydation des lipides par l'oxygène gazeux, ou les radicaux libres formés (**R°**) fixent l'oxygène moléculaire et forment des radicaux libres peroxydes instables (**ROO°**) qui peuvent réagir avec une nouvelle molécule d'acide gras (**R'H**) pour former des hydro peroxydes non radicalaires stables (**ROOH**).





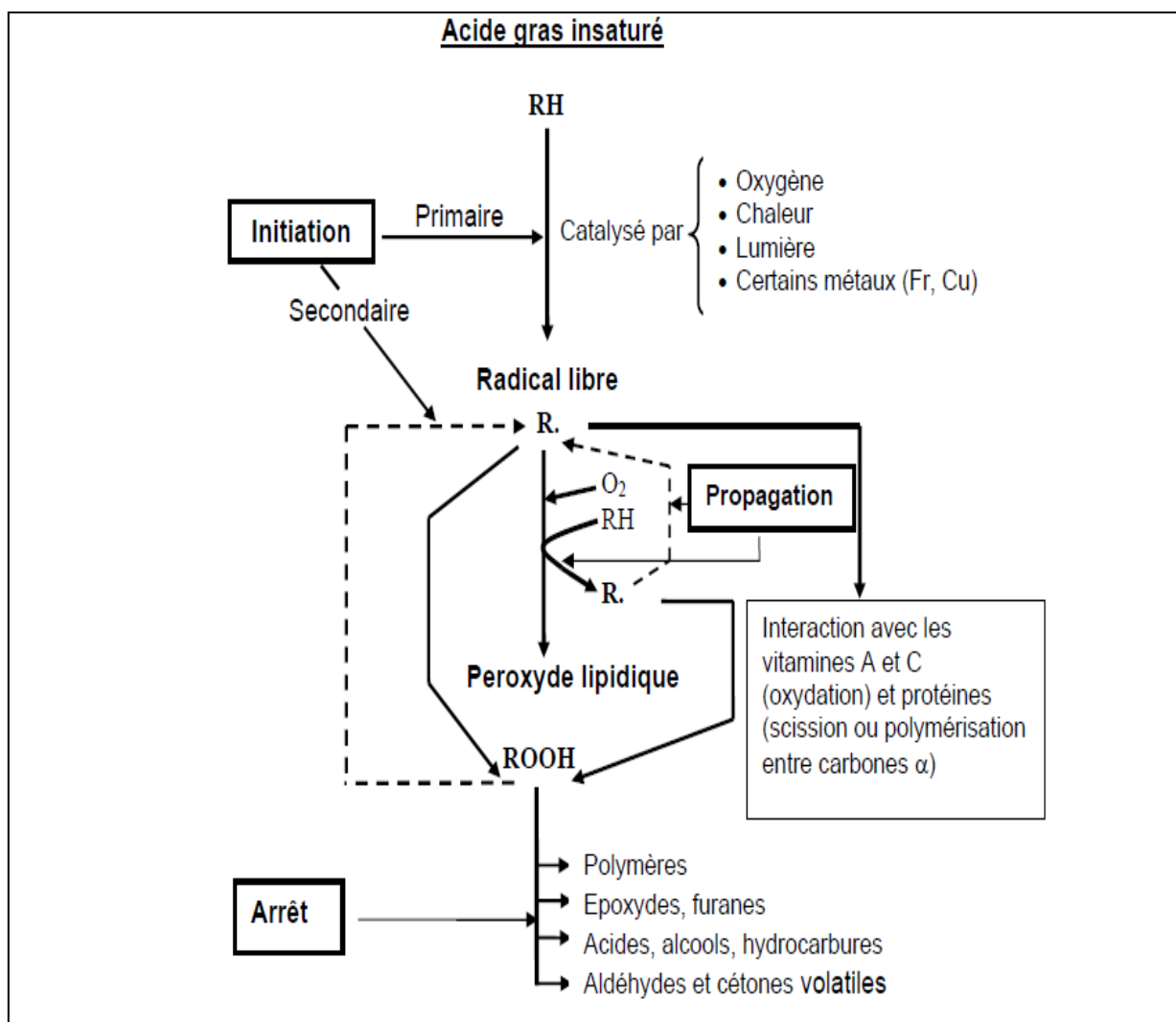
## II : Altération des corps gras

Généralement ce sont des réactions rapides car les radicaux libres formés sont très réactifs.

- **Terminaison** : pendant cette phase, les radicaux formés réagissent entre eux pour aboutir à des produits qui ne sont pas des radicaux libres, dits composés non radicalaires, mettant ainsi la fin aux cycles réactionnels.



Ce type de réaction se produit après une série de réactions intermédiaires telles que l'addition, l'élimination et le réarrangement intramoléculaire. La figure illustre un schéma général des réactions d'oxydation des lipides [73].



**Figure II.1** : Schéma général des réactions d'oxydation des lipides [74].

## II : Altération des corps gras

### II-3-3 : Les différents types d'oxydation.

En fonction des agents initiateurs, on classe l'oxydation des lipides en trois types.

#### II-3-3-1 : Auto-oxydation :

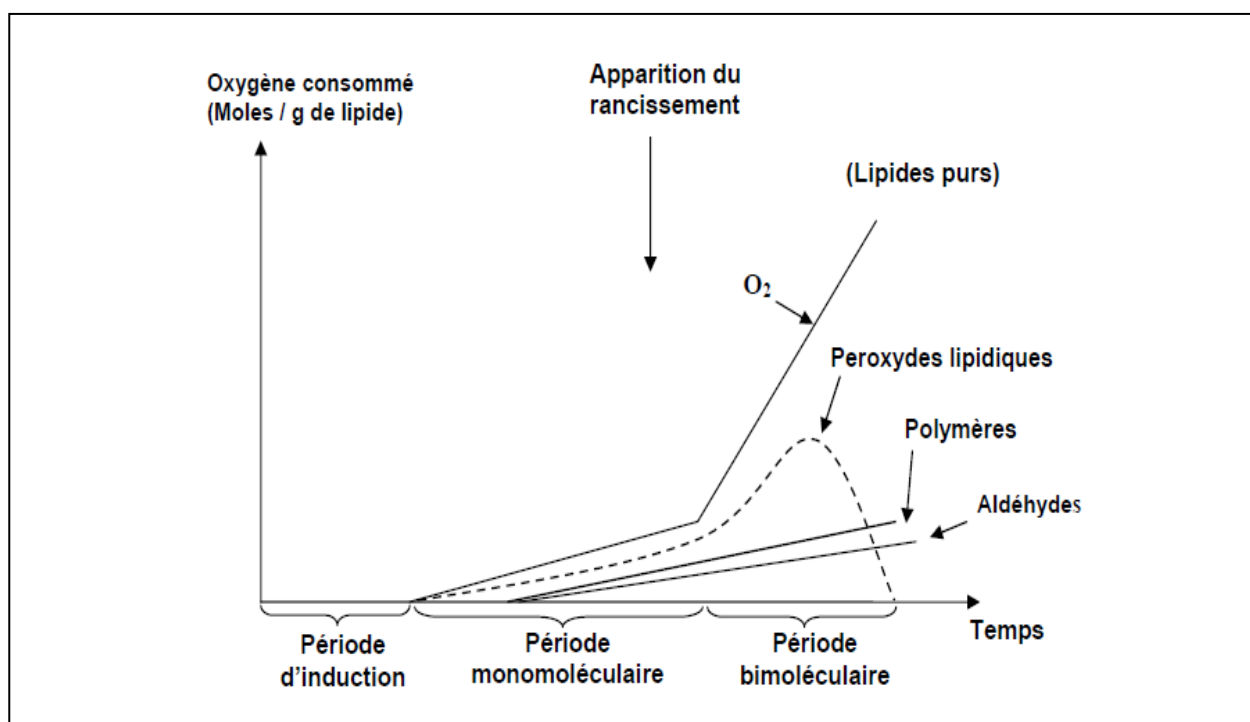
C'est l'oxydation de la matière grasse en contact avec l'oxygène et catalysée par la température, les ions métalliques et les radicaux libres. Il s'agit d'un enchaînement de réactions radicalaires. [76]

#### II-3-3-2 : Photo-oxydation :

La photo-oxydation est une voie importante de production d'hydro-péroxydes en présence d'oxygène, d'énergie lumineuse (UV) et de photo-sensibilisateurs tels que la chlorophylle, certains colorants ou vitamines [10].

#### II-3-3-3 : Oxydation enzymatique :

Elle agit spécifiquement sur les acides gras non estérifiés, en présence d'un enzyme, appelé lipo-oxygénase. Ce dernier catalyse l'insertion d'une molécule d'oxygène sur l'acide gras insaturé selon un mécanisme réactionnel afin d'aboutir à la formation d'hydro-péroxydes.



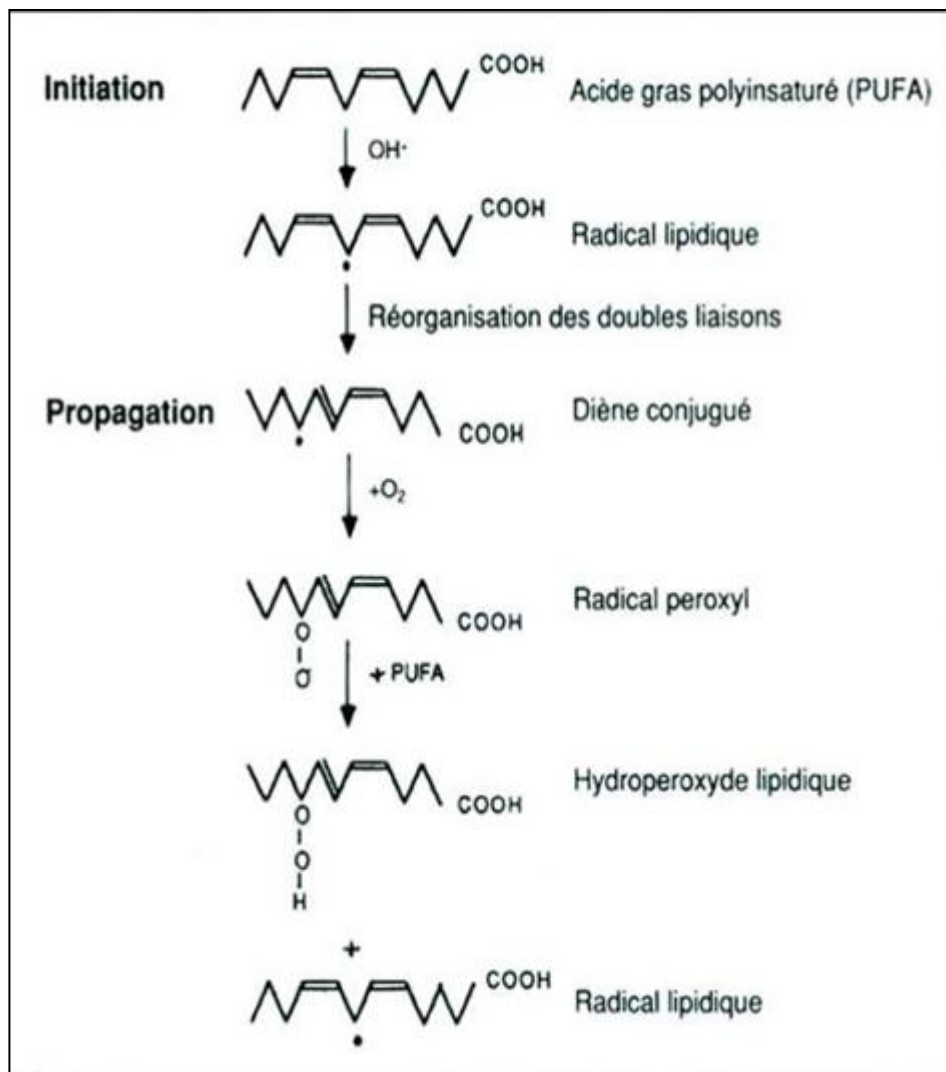
**Figure II.2 :** déroulement du rancissement dans le temps. [74]

## II : Altération des corps gras

Déroulement dans le temps: observation sur des triglycérides (TG) purs.

- Période d'induction (latence), il ne se passe rien.
- Période "mono moléculaire" (par analogie cinétique), absorption lente d'oxygène, formation des premiers hydro peroxydes [R - OOH]
- Période "bi moléculaire", absorption accélérée d'oxygène, apparition de l'odeur/saveur de rance qui implique l'apparition des aldéhydes.

La figure ci-dessous illustre un exemple d'oxydation d'un acide gras polyinsaturé par un radical hydroxyle  $\text{OH}^\bullet$  [75]



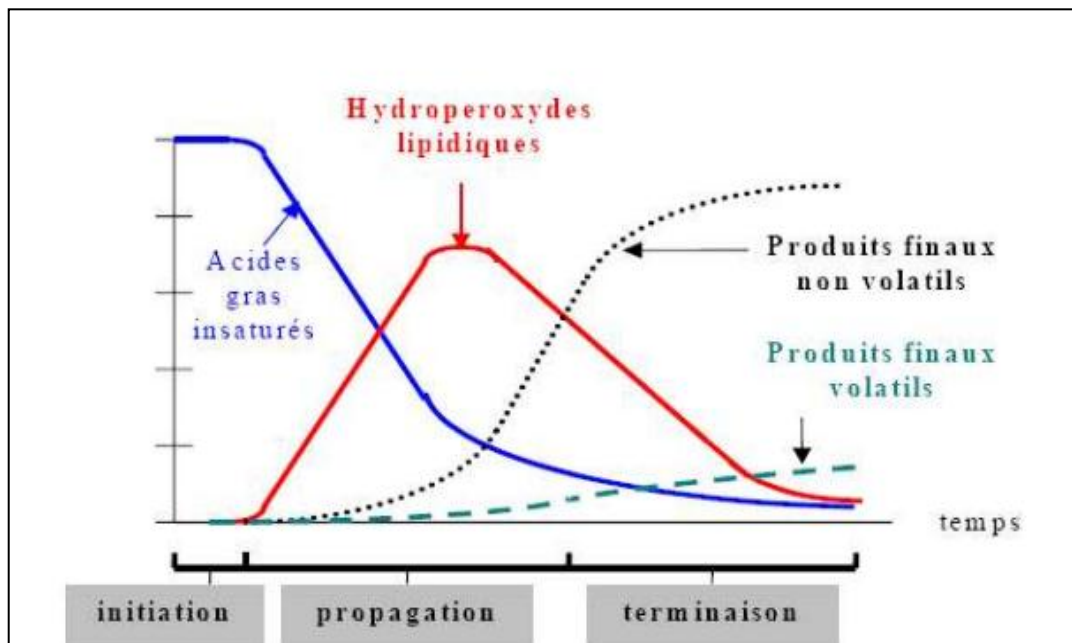
**Figure II.3 :** oxydation de l'acide gras polyinsaturé par un radical hydroxyle  $\text{OH}^\bullet$

## II : Altération des corps gras

### II-3-4: Conséquences des réactions d'oxydation.

Il est reconnu que les réactions d'oxydation donnent naissance à plusieurs espèces chimiques nouvelles (ECN) voire la *figure II.4* :

- Formation des composés volatiles comme les aldéhydes et les cétones de faible poids moléculaire, responsables de l'apparition de l'odeur de rance.
- Perte de composés importants tels que les vitamines.
- Diminution de la valeur nutritive du corps gras (CG) [11, 12].



**Figure II.4** : conséquences de la réaction d'oxydation [75].

## II : Altération des corps gras

Le tableau ci-dessous résume les principales altérations que peuvent subir les corps gras, ainsi que les facteurs déclenchant cette dernière ainsi que les composés formés.

**Tableau II. 2 : Principaux altérations des corps gras [74].**

Type d'altération	Agent causal	Composés résultants
Oxydative	Air (Oxygène)	Produits non volatils : <ul style="list-style-type: none"><li>- Monomères oxydés</li><li>- Dimères et oligomères</li><li>- Polymères oxydés</li></ul>
		Produits volatils : <ul style="list-style-type: none"><li>- Hydrocarbures, cétones, aldéhydes, alcools, acides.</li></ul>
Thermique	Température	<ul style="list-style-type: none"><li>- Monomères cycliques</li><li>- Dimères apolaires et oligomères</li><li>- Polymères</li><li>- Acides gras trans (AGT)</li></ul>
Hydrolytique	Humidité	<ul style="list-style-type: none"><li>- Acides gras libres (AGL)</li><li>- Di glycérides</li><li>- Mono glycérides</li><li>- Glycérol</li></ul>

## *II : Altération des corps gras*

---

### *Conclusion*

Par altération nous entendons destruction ou transformation de la structure chimique des constituants de la matière grasse en contact avec l'air (oxygène), l'eau.

L'auto-oxydation est le phénomène qui produit l'altération au cours du stockage des corps gras. Après une période d'induction, lente au début, la fixation d'oxygène s'accélère et la formation de peroxyde devient remarquable [76].

La peroxydation se fait d'autant plus vite que la température est importante, le produit est exposé à la lumière, les matières grasses sont insaturées.

L'oxydation peut être réduite par un stockage à la température la plus basse possible. Cette dernière est due à la mise en forme d'emballage qui ne laisse pas les rayons lumineux passer, cette fermeture limite aussi le contact avec l'air [77].

Lors du stockage, l'hydrolyse des huiles raffinées est négligeable, mais ce phénomène peut se produire, mais très lent dans des huiles brutes car elles sont riches en eau, par contre il est important dans les graines oléagineuses et dans les corps gras animaux, dans les quels la teneur en eau est plus forte en plus de la présence des enzymes appelées lipases. [77]. La durée de vie de conservation optimale de l'huile est liée au pourcentage d'acide linoléique : Plus la teneur de l'huile en acide linoléique est faible plus sa durée de stockage est longue. On distingue, après un raffinage correct, et dans des conditions normales de stockage, la durée de vie d'une huile végétale est de six mois pour l'huile de soja, neuf mois pour celle du colza et douze mois ou plus pour celle de tournesol, de germe de maïs, d'arachide et de palme. Pendant cette période de stockage, les huiles doivent être protégées par un emballage qui ne laisse pas passer les fluides, l'air et la lumière [1, 78].

On s'intéresse dans notre travail sur l'altération qui se produit au cours du chauffage des huiles ou la friture. C'est le procédé qui va être traité dans le suivant chapitre.

***Chapitre III***  
***Utilisation des corps gras à***  
***chaud : la friture***

### III : Utilisation des corps gras à chaud

#### Introduction

La friture est l'un des anciens procédés suivi dans l'élaboration des aliments, elle absorbe la majorité des huiles existant dans le monde et les produits frits sont consommés d'une manière importante par l'homme [1, 4]. Mais, les études et les recherches scientifiques qui sont faites sur la friture et les conséquences d'utilisation des corps gras à chaud donnent des résultats qui sont négatifs, ont des effets nocifs sur la santé humaines.

Il est reconnu que l'utilisation des corps gras raffinés aux basses températures (huile concrète) pose peu de problèmes pour l'aliment. Par contre sous l'effet conjugué des températures élevées (huile fluide) et du contact avec l'air pour frire, cuire ou rôtir quelques aliments, les corps gras sont à l'origine de nombreuses réactions chimiques, donc voient modifier et diminuer leurs caractéristiques physico-chimiques et nutritionnelles ainsi que leur qualité par l'apparition d'une coloration brunâtre et un goût désagréable qui se transmet aux aliments [4, 43, 72].

Par ailleurs, il a été montré qu'une huile chauffée à haute température pendant de nombreux chauffages, devient inutilisable après, car certains caractères toxiques apparaissent. Il y a plus de 500 composés, appelés espèces chimiques nouvelles (ECN), peuvent être des composés volatiles (environ 280 ECN) ou non volatiles (environ 220 ECN), qui s'accumulent dans le bain de friture. [72, 77]

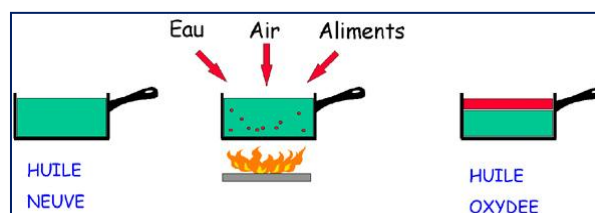
Tous les chercheurs confirment que lors des traitements thermiques, les corps gras subissent plusieurs modifications : hydrolyse, polymérisation (altération thermique ou cyclisation), oxydation. [7]

#### III-1 : La friture

##### III-1-1 : définition et principe de base

La plupart des huiles végétales ont des concentrations importantes en acides gras mono-insaturés et polyinsaturés et sont liquides à température ambiante. Ces derniers subissent des dégradations pendant le chauffage des huiles (*figure III.1*). A titre d'exemple, l'huile d'olive et l'huile d'arachide, sont plus stables et peuvent être réutilisées plusieurs fois car, elles sont riches en acides gras mono-insaturés. En revanche les huiles comme l'huile de maïs, l'huile de soja, sont riches en acides gras polyinsaturés.

Il est important de ne pas surchauffer l'huile (ne pas dépasser 180°C) et de la remplacer toutes les 10 utilisations environ) [1, 73, 79, 80].

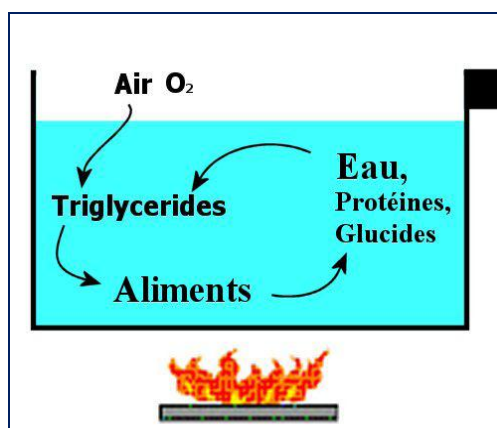


**Figure III.1:** réaction de transformation de l'huile vierge à une huile de friture [7]



### III : Utilisation des corps gras à chaud

Le procédé de friture consiste à mettre en contact un matériau généralement humide avec une couche (friture plate ou friture à la poêle) ou un bain (friture profonde) de matière grasse à une température supérieure à température d'ébullition de l'eau. On utilise la matière grasse liquide pour transformer de la chaleur aux matériaux afin de vaporiser l'eau qui existe dans ce dernier. Notamment la vapeur d'eau entraîne avec elle des constituants volatils qui sont indésirables [1, 73, 80]. La friture est le siège de réactions chimiques innombrables sollicitant l'oxygène de l'air, les chaînes grasses des triglycérides et les aliments présents dans les huiles (*Figure III.2*).



**Figure III.2** : réactions intervenant dans l'huile pendant la friture [7]

#### III-1-2 : Types de friture

La friture a pour but de donner une croûte caramélisée qui offre un goût agréable aux aliments frits à une température de  $170^{\circ}C$ . On distingue la friture plate et la friture profonde.

##### III-1-2-1 : Friture plate (cuisson des steaks)

La friture se fait dans un petit volume du corps gras dont une grande surface de ce corps gras est en contact avec l'air se qui favorise l'oxydation thermique de l'huile. Pour éviter la formation des composés toxiques tels les oxy-stérols et la destruction de la vitamine A, il est conseillé d'utiliser l'huile une seule fois pour éviter la formation de composés indésirables. Les chercheurs ont montré que les températures atteintes sont inférieures à  $180^{\circ}C$  au cours des fritures plates [1, 77].

##### III-1-2-2 : Friture profonde (cuisson des frites)

Le procédé de friture profonde se fait dans un grand volume du corps gras où il ya un faible contact du corps gras avec l'air. La réutilisation de cette huile est favorable pour des raisons économiques (ne pas dépasser 10 utilisations environs lorsque l'huile est surchauffée) [1, 11, 12, 77].

## **III : Utilisation des corps gras à chaud**

---

### **III-1-3 : Facteurs influençant la friture**

On note qu'il existe tant de facteurs qui ont une influence sur le procédé de friture, et collaborent à l'obtention d'un aliment frit à une grande efficacité selon les conditions de friture.

On distingue :

- **Des facteurs dépendant de l'huile de friture :** la composition en acides gras saturés et insaturés joue un rôle très important pour savoir la résistance de l'huile au chauffage, ainsi que les aditifs ajoutés à l'huile afin de réduire la réaction d'oxydation.
- **Des facteurs dépendant du procédé lui même :** pour qu'un procédé soit effectif il faut que les conditions de ce dernier soient suivies tels que le réglage de la température (150-180°C), le temps de friture et en fin la méthode de friture, soit plate (dans une poêle) ou bien profonde (dans une friteuse).
- **Des facteurs dépendant de l'aliment frit :** comme il est connu que tous les aliments contiennent de l'eau, lors de la friture cet aliment dégage de la vapeur d'eau qui entraîne l'humidité [73, 79, 80].

### **III-2 : Altération thermo-oxydative**

Détérioration du corps gras pendant des cycles successifs de chauffage et de refroidissement, en présence d'oxygène lors de son utilisation provoque des altérations au niveau des chaînes des acides gras insaturés, elle aboutit à des produits volatils et non volatils [17].

#### **III-2-1 : Mécanisme général.**

Durant la friture, et en contact avec l'air, les réactions d'oxydations vont s'accélérer pour donner d'autres réactions secondaires différentes.

La formation des hydro-péroxydes ainsi que leur destruction et la formation d'autres composés par la thermo-oxydation sont régies par le même mécanisme décrit dans le *Chapitre II* qui parle sur l'altération des corps gras [1,81, 82].

Cette détérioration conduit à la formation de composés indésirables désignés sous le nom espèces chimiques nouvelles (ECN) du fait qu'elles dérivent de la dégradation des acides gras insaturés (AGI) des huiles [17, 82].

#### **III-2-2: Produits issus lors de l'altération ou espèces chimiques nouvelles (ECN).**

Les produits formés pendant l'altération constituent un ensemble hétérogène impliquant plusieurs réactions (l'oxydation, hydrolyse, polymérisation). Ces dernières aboutissent à des composés primaires et secondaires, qui peuvent être volatils ou non, responsables d'odeur, du goût et du brunissement. Ce sont les composés désignés par l'appellation espèces chimiques nouvelles (ECN) [17].

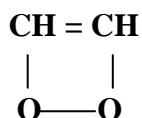
### III : Utilisation des corps gras à chaud

---

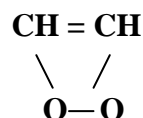
#### III-2-2-1 : Composés primaires :

Les composés qui se forment au début de l'altération, les peroxydes, les hydro-péroxydes, les radicaux libres selon les réactions (1), (2), (3) de la **Figure III.3**. À une température comprise entre 60°C et 180°C, il se forme des hydro-péroxydes cycliques instables [9].

#### Epi-péroxyde de standinger



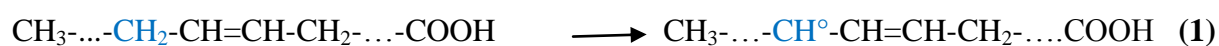
#### Epi-péroxyde de paquet



#### III-2-2-2 : Composés secondaires.

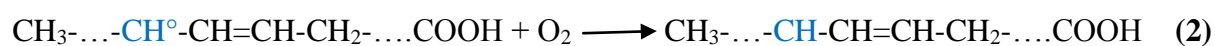
A une température inférieure à 60°C, les hydro-péroxydes se décomposent en hydro-radicaux. Cette décomposition est due à l'instabilité des hydro-péroxydes à ce niveau bas de température selon la réaction (4) de la **figure III.3**. Les radicaux oxyacides gras donnent naissance à des produits qui peuvent être volatiles ou non volatiles, car ces radicaux sont instables [83].

### III : Utilisation des corps gras à chaud



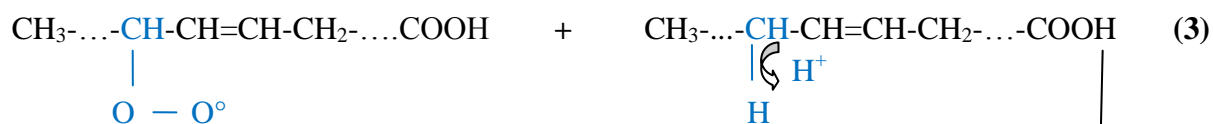
Acide gras insaturé

Radical libre



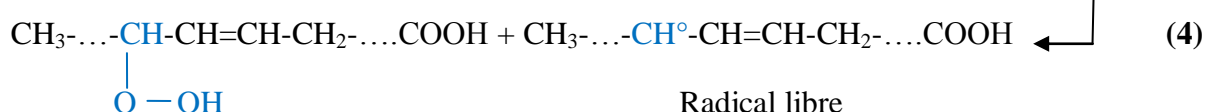
Radical libre

Radical peroxyde

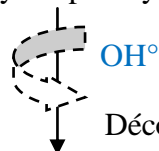


Radical peroxyde

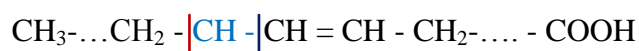
Acide gras libre



Hydro-peroxyde



Décomposition



A

B

Coupure de la liaison A:

Coupure de la liaison B :

- Alcools gras
- Hydrocarbures
- Aldéhydo-acides

- Aldéhydes
- Acides

Peuvent être saturés ou non saturés

**Figure III.3 :** Schéma des composés formés pendant l'altération [84].

### III : Utilisation des corps gras à chaud

---

#### III -2-2-2-1 : Composés volatils.

Les coupures de l'oxy-radical au niveau des liaisons C – C représentées dans la *figure III.3* par **A** et **B**, conduisent à la formation des produits volatils. La fraction volatile est un ensemble de composés complexes. Ce sont notamment les aldéhydes (hexanal, octanal), les alcools (hexanol, octanol), les cétones (2, heptanone, 2,3-octane-dione) et les hydrocarbures (pentane, 2-pentyl furane). Les oxy-radicaux ont une réactivité élevée à la température de friture c'est pour cela qu'ils peuvent abstraire des atomes d'hydrogène des acides gras saturés [84, 85].

Exemple d'une huile chauffée à 190°C et en contact avec l'air, il est montré qu'il y a formation des cétones méthyles plus les aldéhydes *figure III.4* [85].

Les chercheurs qui suivent leurs études sur la thermo-oxydation des huiles, ont identifié plusieurs composés volatils comme l'alkyl et l'alkényl furane, 2-pentyl furane à partir de l'acide linoléique [86].

Il a été possible d'identifier autre substances telles que :

- **Substances aromatiques intenses [87] :**

Sont formés par la dégradation thermique de l'acide linoléique, ils sont responsables des arômes agréables de la friture. La graisse contenant cet acide donne un meilleur arôme.

- **L'acroléine [85] :**

C'est un aldéhyde éthylénique à odeur piquante et toxique. A une température égale à 300°C, il se forme à partir du glycérol. En pratique, cette température n'est pas atteinte, donc il n'y a aucune possibilité de production de ce composé durant la friture.

Comme les composés volatils deviennent des polluants lors des fritures répétées, donc l'objectif de leurs connaissances est de mettre au point un système de captation de ces derniers.

#### III-2-2-2-2 : Composés non volatils. [6, 9, 85]

Ils sont également formés à partir des oxy-radicaux, mais sans la rupture des liaisons C – C. Il y a divers composés de poids moléculaire très élevé. C'est pour cela, ils sont retenus par les aliments frits. Les scientifiques ont identifié environ 500 espèces chimiques nouvelles qui existent à l'état des traces, on distingue :

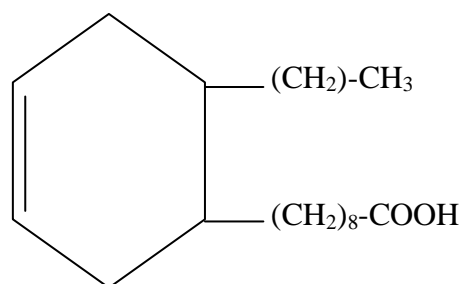
- **Composés apolaires** : composés formés par une liaison C – C.
- **Les acides cycliques et aromatiques.**

Des acides altérés strictement apolaires obtenus par une réaction des acides triéniques conjugués. Il y a un mécanisme à trois phases qui permet d'aboutir à ces trois produits cycliques.

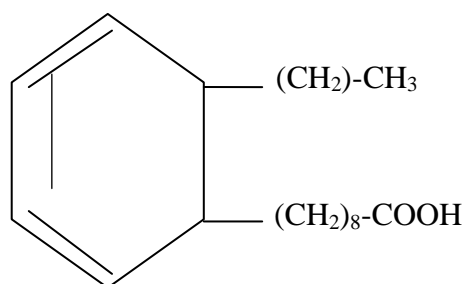
### III : Utilisation des corps gras à chaud

---

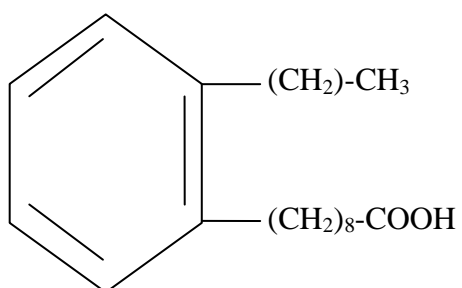
Cyclohexène disubstitué



cyclohexén disubstitué

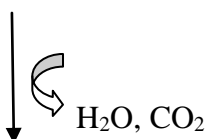
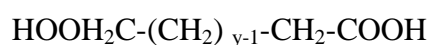
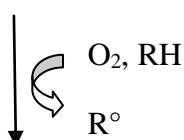
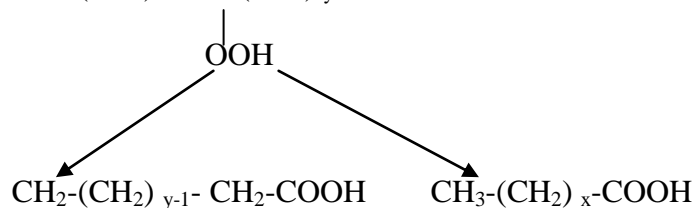
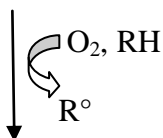
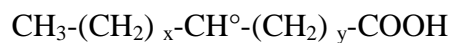
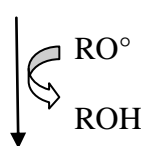


Bénzene disubstitué



Ces composés proviennent aussi de l'acide linoléique à une température de chauffage qui est supérieure à 200°C.

### III : Utilisation des corps gras à chaud

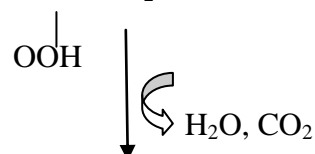
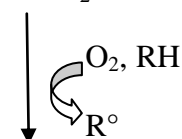
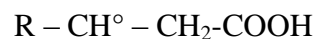
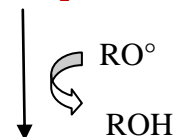


#### Aldéhydes volatiles

**Figure III.4:** Formation des composés volatils à partir d'acide gras saturés [87].

#### - Polymères thermiques [88, 89] :

Sont des dimères, les trimères et les polymères qui se forment d'un pontage entre deux acides gras quelques soit leurs position dans les triglycérides (TG). Ils sont les plus importants et ils évoluent pendant les fritures répétées vers des structures plus polymérisées. Le tableau ci-contre montre les deux structures possibles des dimères.



#### Cétones méthyliques

### III : Utilisation des corps gras à chaud

**Tableau III.1: Structure des dimères [6]**

Dimères	façon d'obtention	Structure
Dehydro-dimères	Combinaison de deux radicaux allyles.	$\begin{array}{c} \text{CH}_3-(\text{CH}_2)_4-\text{CH}-\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}=\text{CH}-(\text{CH}_2)_7-\text{COOH} \\   \\ \text{CH}_3-(\text{CH}_2)_4-\text{CH}-\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}=\text{CH}-(\text{CH}_2)_7-\text{COOH} \end{array}$
Dimères cycliques	Formation de deux ponts C - C	$\begin{array}{c} \text{CH}_3-(\text{CH}_2)_4-\text{CH}-\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}-\text{CH}-(\text{CH}_2)_7-\text{COOH} \\   \quad \quad \quad \diagdown \\ \text{CH}_3-(\text{CH}_2)_4-\text{CH}-\text{CH}=\text{C}-\text{CH}=\text{CH}-(\text{CH}_2)_7-\text{COOH} \end{array}$

- **Acides gras trans [85]:**

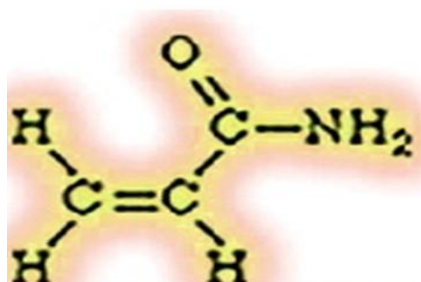
Lors des fritures et à des températures supérieures à 180°C, les acides gras trans obtenus sont des isomères des acides linoléiques et linoléiques surtout, après le passage des liaisons de configuration cis à une configuration trans.

- **Composés polaires :** C'est un mélange très complexe de molécules de masse moléculaire élevées, se sont des composés qui existent déjà dans les huiles fraîches avec un certain pourcentage de 2 à 3%, mais ils peuvent atteindre 50% lors d'une altération [1, 6, 11, 12]. Voici les noms et les structures de quelques espèces polaires :

- **L'acrylamide.**

Une pomme de terre qui contient des sucres (glucose, fructose, etc.) favorise la formation de l'acrylamide, composé non volatil indésirable.

C'est une substance chimique naturellement formée dans certains aliments riches en sucres, tels que les pommes de terre, lorsqu'ils sont soumis à des températures élevées comme lors de la friture. Les scientifiques la considèrent comme une substance cancérigène pour l'humain.



Pour sa détection, on utilise des méthodes d'analyse chimiques. L'effet de brunissement de l'aliment explique la formation de l'acrylamide, plus la coloration est foncée, plus l'aliment est probable de contenir une grande quantité d'acrylamide [80].

**Figure III.5 : Structure de l'acrylamide formée pendant le brunissement de l'aliment.**



### **III : Utilisation des corps gras à chaud**

---

#### **- Dimères de glycérides. [88, 89]**

C'est un groupe de composés hétérogènes, dont sa structure est inconnue en grande partie et on peut citer :

- Dimères à pont éther (C-O-C).
- Dimères à doubles ponts (C-C) et (C-O-C).
- Dimères à pont (C-O-O-C).

#### **- Les oxyacides. [85]**

Ils sont produits par les attaques oxydatives en présence des hydroxydes, carboxyles et époxydes.

#### **- Oxy-stérols. [88]**

Durant la friture, les phytostérols s'oxydent en dérivés hydroxy-céto et époxy-stérol. Les tocophérols naturels protègent l'huile lors de la durée de commercialisation. Ces derniers sont stables par rapport à la chaleur, en revanche, ils sont sensibles à l'oxydation et sont détruits par les acides gras oxydés.

#### **- Oxy-polymères. [89]**

Composés très polaires dues à des liaisons entre les molécules de triglycérides, on trouve : C-C, C-O-C, C-O-O-C, ils résultent de la polymérisation des oxy-monomères.

#### **- Oxy-monomères. [87, 89]**

Ils sont des composés indésirables, vu qu'ils diminuent le goût et provoquent des mousses à la surface et autour des parois de la friteuse.

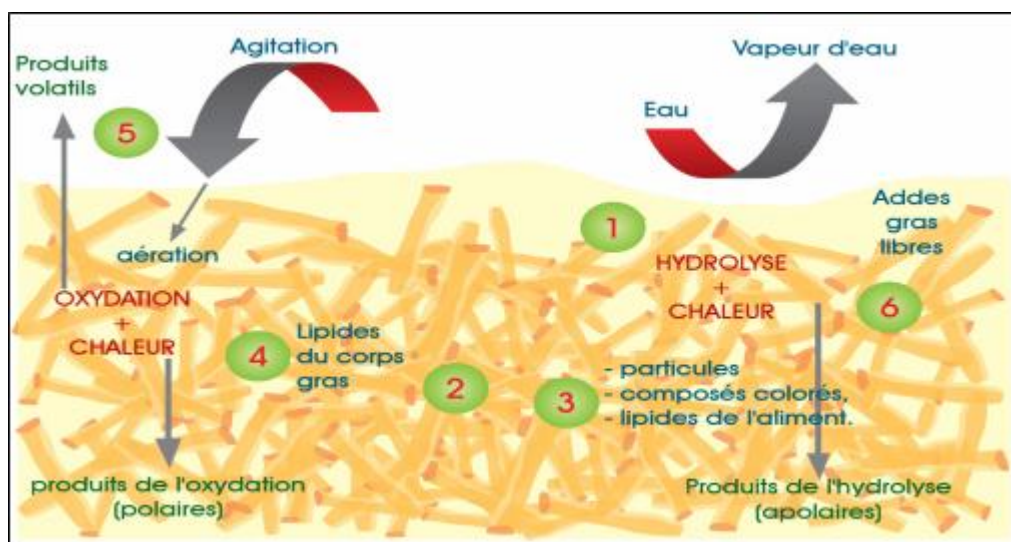
### **III-3 : Causes et conséquences de chauffage sur l'altération de l'huile**

Cette figure illustre les transformations chimiques que subit l'huile pendant la friture, sous l'effet de la température, de l'air (oxygène), de l'eau en présence de l'aliment.

- 1- L'aliment perd de l'eau durant le chauffage.
- 2- L'aliment retient une grande quantité de matière grasse, qui peut être modifiée par le chauffage répété.
- 3- L'aliment cède des lipides dans le bain de friture : Les lipides subissent des transformations chimiques durant le chauffage entraînant la formation de plus de 500 produits toxiques dans le bain de friture, la plus parts sont à l'état de trace. A ce moment, il y a une diminution des composés les plus fragiles de l'huile (l'acide linoléique est plus fragile que l'acide linolénique). Les tocophérols, la vitamine E à moitié détruite pendant le chauffage à température de 177°C.

### III : Utilisation des corps gras à chaud

- 4- L'aération du bain de friture provoque l'oxydation de l'huile, cette réaction est créée à partir des acides gras insaturés et donne naissance à des espèces chimiques nouvelles ECN.
- 5- Formation des produits volatils qui sont responsables de l'odeur de la friture.
- 6- Lors de la libération de l'eau par l'aliment frit, une réaction d'hydrolyse va s'effectuer au niveau des triglycérides et produit des acides gras libres, qui s'oxydent. Après, ils se combinent pour former des composés non volatils et toxiques [78, 79].



**Figure III.6 :** transformations chimiques durant la friture [79].

#### III-4 : Stabilité des huiles de friture.

Pour obtenir des aliments de haute qualité, il faut que l'huile utilisée soit stable pendant la friture.

La stabilité d'une huile durant la friture dépend essentiellement de sa composition en acide gras, c'est-à-dire une huile qui a une teneur élevée en acide oléique C18:1 présente une meilleure résistance au chauffage. En revanche, les huiles riches en acide gras polyinsaturés AGPI (acide linoléique) s'oxydent rapidement [81, 82]. Les résultats sont montrés sur des essais de cuisson en friture profonde.

Les frites préparées dans des huiles à teneur élevée en acide oléique C18:1, sont moins savoureuses que celles préparées dans des huiles contenant une faible quantité d'acide oléique C18:1 [82]. Tout comme certaines huiles végétales, elles sont plus stables que d'autres à cause de leur teneur en acide gras. Il existe également des huiles végétales qui ont un meilleur profil (pour les constituants mineurs) que d'autres comme les tocophérols et les stérols qui peuvent jouer un rôle important dans l'inhibition de la dégradation des huiles [90].

### ***III : Utilisation des corps gras à chaud***

---

#### **III-5 : Aspect toxique des huiles chauffées.**

L'effet de dégradation de l'huile est dû à la température élevée et au chauffage lent et répété ainsi que la présence d'oxygène, à ceci s'ajoute le nombre d'insaturations dans les constituants de l'huile. Cette dernière a des conséquences néfastes sur l'homme, si elle contient une certaine concentration de produits toxiques formés [4].

Cependant, l'utilisation des huiles de friture à plusieurs reprises et à de hautes températures peu produire des constituants qui compromettent non seulement la qualité nutritionnelle des aliments mais peuvent aussi être à l'origine de la formation de composés chimiques ayant des effets néfastes sur la santé du consommateur [73].

Les études faites par des chercheurs ont prouvé que les composés cycliques issus de la détérioration sont responsables de la croissance de la toxicité de l'huile.

Une huile à haute teneur en acides gras saturés est très stable à la chaleur mais, d'un point de vue nutritionnel, ses effets sur la santé sont inacceptables. Une huile riche en acides gras insaturés, dont les effets avantageux pour la santé ont été maintes fois démontrés, s'oxydera plus rapidement et deviendra impropre à la consommation [80].

La dégradation des huiles à faibles teneurs en acide gras insaturés conduit à de nouveaux composés tels que les polymères cycliques obtenus par la condensation des monomères cycliques. Ces composés provoquent des anomalies : l'hypertrophie des reins et du foie, ainsi que la présence d'emphysème au niveau des poumons et le développement d'œdèmes au niveau du cœur [85, 90].

### ***III : Utilisation des corps gras à chaud***

---

#### ***Conclusion***

Les monomères cycliques se forment à partir des acides gras qui possèdent dans leurs structures trois doubles liaisons. Les travaux scientifiques ont montré qu'ils se forment en quantités grandes au-delà de 275°C. En dessous de 240°C la quantité des monomères cycliques formée dépend de la teneur de l'huile en acide linoléique (plus de 20%), rappelons que se taux n'existent plus dans aucune huile végétale [77].

La résistance d'un corps gras à la chaleur est en fonction de sa stabilité à l'oxydation. Plus le pourcentage d'acide gras insaturés (AGI) et l'acide gras polyinsaturés (AGPI) est grand moins le corps gras est stable durant le chauffage répété au-delà de 200°C.

Pour éviter les effets néfastes de la friture sur la santé humaine, il faut :

- Maintenir une température de friture entre 155°C et 180°C.
- Il faut frire toujours un volume de l'aliment dans trois volumes d'huile.
- Nettoyage de la friteuse pour éliminer les composés carbonisés.
- Une filtration est nécessaire après chaque utilisation.
- Lors du chauffage, il ne faut pas atteindre l'apparition de la fumée et ne pas mélanger différents corps gras ainsi que l'huile doit être renouvelable.
- On remplace l'huile de friture avant qu'elle se détériore (ne dépasser pas 10 utilisations environs) et on conserve l'huile utiliser entre deux fritures à l'abri de la lumière et à une température entre 8°C et 10°C [77, 80].

Les huiles de friture dégradées ne doivent pas être utilisées pour cuire ou pour frire les aliments car le raffinage n'élimine pas les composés polaires ni les polymères [77, 85,90].

***Chapitre IV***  
***Méthodes d'analyses***  
***spectrales***

## IV : Méthodes d'analyses spectrales

---

### Introduction

Il y a plusieurs méthodes pour contrôler et évaluer la dégradation de l'huile pendant la friture parmi lesquelles la spectroscopie Raman et infrarouge.

La spectroscopie est l'étude des interactions d'un rayonnement électromagnétique avec la matière. La spectroscopie organique sera donc l'étude des interactions des radiations électromagnétiques avec des ensembles de molécules organiques [91-103].

Le terme « spectroscopie de vibration » est réservé aux techniques de spectroscopie infrarouge et de spectroscopie Raman. Ces deux techniques donnent le même type d'informations et chacune peut être utilisée en supplément ou en complément de l'autre [92, 95, 96, 103].

### IV-1 : La spectroscopie Raman

#### IV-1-1 : Historique et définition

En 1928, en Inde, Sir Chandrasekhar Venkata Raman a été le premier à s'intéresser au phénomène d'émission lumineuse *inélastique*. Le rayonnement émis par des molécules bombardées contient des photons de même fréquence que ceux du rayonnement incident, mais aussi des photons de fréquences différentes. Cet effet est très faible - approximativement 1 photon sur 1 million (0.0001%) sera émis avec une longueur d'onde légèrement différente de la longueur d'onde incidente. Ce processus a été ensuite appelé d'après le nom de son découvreur, et le changement de fréquence est appelé effet Raman. A la fin des années 1930, la spectroscopie Raman était devenue la principale méthode non destructive d'analyse chimique [92].

La spectroscopie Raman est une technique d'analyse non destructive donc on peut faire et refaire l'analyse plusieurs fois ce qui nous permet d'avoir de bons spectres donc des bons résultats, basée sur la détection des photons diffusés inélastiquement suite à l'interaction de l'échantillon avec un faisceau de lumière monochromatique. La différence de fréquence entre photon exciteur et photon diffusé renseigne sur la nature chimique de la molécule à l'origine de la diffusion [93, ..., 96].

#### IV-1-2 : Principe

On envoie un faisceau de lumière monochromatique sur l'échantillon à étudier quel que soit son état physique (liquide, gaz ou solide transparent) et sans préparation préalable particulière par un laser continu de fréquence  $\nu_0$ . La diffusion Raman correspond à l'interaction de la polarisabilité de la molécule avec la radiation incidente, entraînant un moment dipolaire induit dans la molécule et l'émission d'un photon Raman. La lumière diffusée est analysée après avoir été reçue par une autre lentille et envoyée dans un monochromateur qui permet de mesurer son intensité par un détecteur [92-96].

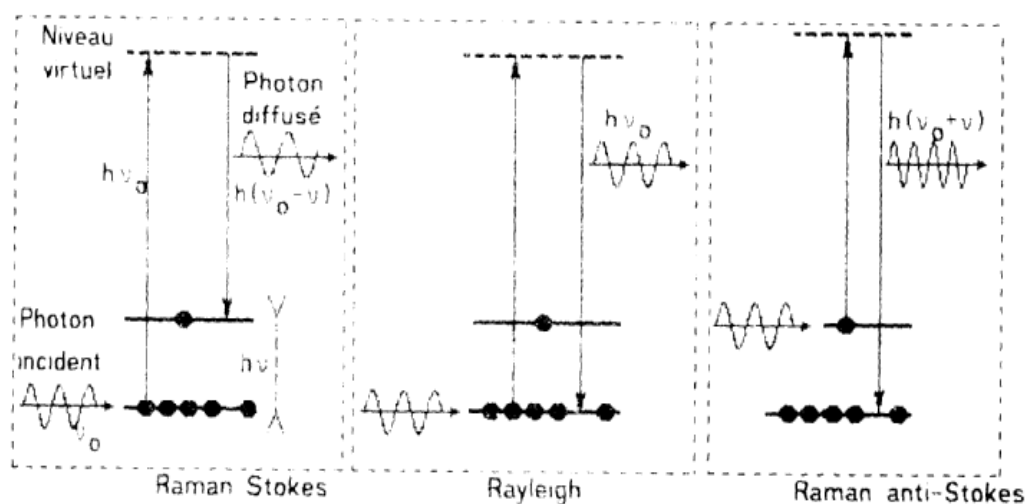
Les photons incidents absorbés, transmis ou réfléchis en grande fraction et une partie plus faible sont diffusés :

## IV : Méthodes d'analyses spectrales

La lumière est diffusée à la même fréquence  $\nu_0$  que la radiation incidente, c'est la diffusion Rayleigh ou la diffusion élastique.

Une partie négligeable des photons incidents est diffusée avec changement de fréquence : c'est la diffusion Raman ou la diffusion inélastique : elle représente environ 1 photon Raman pour  $10^8$  photons incidents [94, 97, 98].

La Figure IV-1-ci-dessous illustre les deux mécanismes de diffusion Raman pour deux niveaux d'énergie séparés par une énergie «  $h\nu$  » et le mécanisme de la diffusion Rayleigh.



**Figure IV.1 : Les deux mécanismes de diffusion Raman [94]**

Si la fréquence  $\nu_0 - \nu$  du photon diffusé est inférieure à celle du photon incident ( $\nu_0$ ), il y a gain d'énergie vibrationnelle pour la molécule et effectivement une perte d'énergie pour le photon: il s'agit de la raie Stokes.

Si c'est le contraire et que le photon incident est diffusé à une fréquence  $\nu_0 + \nu$ , il y a perte d'énergie vibrationnelle pour la molécule ce qui fait un gain d'énergie pour le photon : on parle de la raie anti-Stokes.

En diffusion RAMAN, on considère les raies Stokes plus intenses, car l'intensité de la diffusion anti Stokes décroît rapidement lorsque la fréquence augmente [92].

Or la valeur de la différence de nombre d'ondes entre la raie centrale et les deux raies symétriques est identique ; c'est la raison pour la qu'elle on ne représente fréquemment que la moitié du spectre qui correspond aux raies Stokes [95].

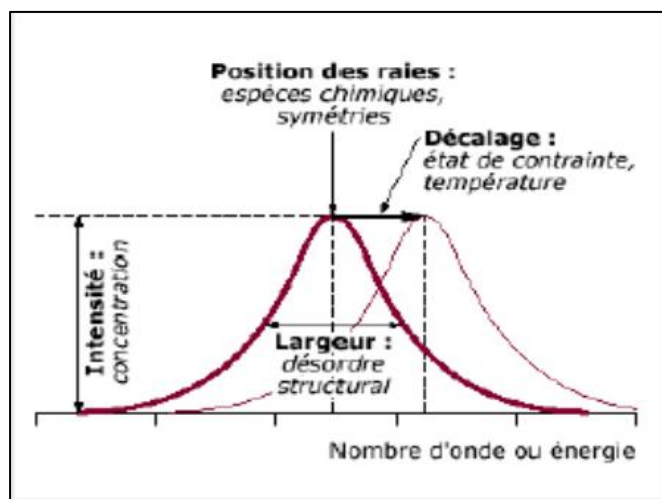
### IV-1-3 : Le spectre Raman

Les informations tirées d'un spectre Raman sont (voir **Figure IV.2**) :

- la position des raies caractérise les espèces chimiques en présence dans l'échantillon.

## IV : Méthodes d'analyses spectrales

- la largeur des pics à mi-hauteur fournit des informations sur la structure de l'échantillon,
- l'intensité d'un pic peut être reliée à la concentration de l'espèce, (intensité = concentration).
- le déplacement des pics est fonction de l'état de contrainte et/ou de la température [95].



**Figure IV.2 : Informations qualitatives et quantitatives fournis par une raie Raman [93]**

### IV-2 : La spectroscopie infrarouge

#### IV-2-1 : Définition

La spectroscopie infrarouge (parfois désignée par spectroscopie IR) est une classe de spectroscopie qui traite la région infrarouge du spectre électromagnétique. Elle recouvre une large gamme de techniques, la plus commune un type de spectroscopie d'absorption.

C'est une méthode d'emploi courant qui peut être employée pour l'identification de composés (groupement fonctionnels dans des molécules organiques) ou pour la détermination de composition de l'échantillon ou la structure de certaines molécules simples.

la spectroscopie infrarouge fournit un excellent moyen de caractérisation des groupes fonctionnels présents dans une molécule organique [98, 101].

#### IV-2-2 : Principe

Son principe consiste à soumettre la molécule au rayonnement infrarouge. Celle-ci absorbe ces radiations en modifiant leur énergie de vibration et suivant le type de fonction chimique que possède la molécule à étudier, elle absorbe de l'énergie à différentes longueurs d'ondes.

Les liaisons entre les atomes dans les molécules vibrent à une fréquence bien déterminée, cette dernière dépend des atomes et aussi de la liaison entre eux ainsi que l'environnement de la liaison. Pour une fréquence donnée, ces liaisons rentrent en résonance, alors l'énergie apportée est consommée ou absorbée par les molécules et la transmission diminue. Si on représente sur un graphe l'évolution de la transmission en fonction de la fréquence, ou plus généralement du



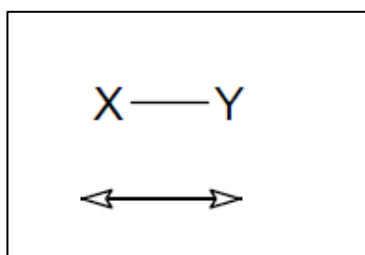
## IV : Méthodes d'analyses spectrales

nombre d'onde (la fréquence divisée par la vitesse de la lumière dans le milieu), on observe des variations. Chaque pic (chaque absorption) est donc caractéristique d'un certain type de liaison.

Le domaine infrarouge entre  $4000\text{ cm}^{-1}$  et  $400\text{ cm}^{-1}$  ( $2,5\text{-}25\text{ }\mu\text{m}$ ) correspond au domaine d'énergie de vibration des molécules [99, 102-105].

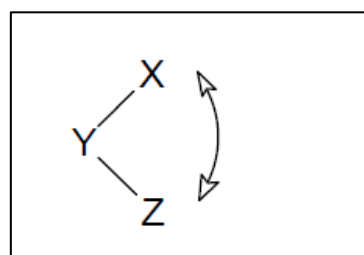
### IV-2-3 : Modes des vibrations

#### Types simples



*Elongation*

(variation de la distance interatomique)

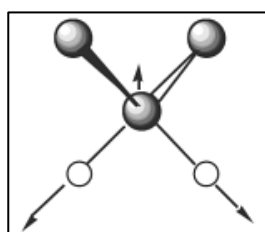


*Déformation angulaire*

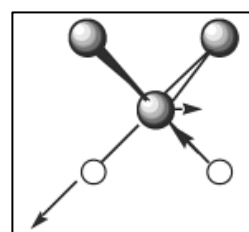
(variation de l'angle entre deux liens adjacents)

**Figure IV.3 : types de vibration [106, 107]**

- Les groupes d'atomes ou au moins deux atomes(x, y) sont identiques ont deux modes d'élongation et deux modes de déformations angulaires c'est-à-dire symétrique et asymétrique.
- De plus, les déformations angulaires peuvent être dans le plan ou hors le plan.
- On peut illustrer ces remarques en examinant par exemple les vibrations de groupe le plus courant de la chimie organique, le groupe  $\text{CH}_2$



*Vibration d'élongation symétrique de  $\text{CH}_2$*



*Vibration d'élongation asymétrique de  $\text{CH}_2$*

**Figure IV.4 : Déplacement atomique impliqué dans des modes d'élongation C-H de méthylène. [99]**

### IV-2-4 : Le spectre infrarouge

Lorsqu'on fait passer un faisceau de lumière infrarouge à travers un échantillon, le spectre infrarouge va être établi. La lumière transmise indique la quantité d'énergie absorbée à chaque longueur d'onde.

L'analyse de ces caractéristiques indique des détails de la structure moléculaire de l'échantillon. Cette technique fonctionne quasiment exclusivement sur les échantillons présentant des liaisons covalentes. Des spectres simples sont obtenus à partir d'échantillons avec peu de liaisons actives

## *IV : Méthodes d'analyses spectrales*

---

dans l'infrarouge et avec de hauts degrés de pureté. Les structures moléculaires plus complexes conduisent à plus de bandes d'absorption et donc à des spectres plus complexes [99, 100, 102, 106].

Le spectre infrarouge est caractérisé par deux grandes régions :

-Au-dessus de  $1500\text{cm}^{-1}$  : qui permet d'identifier les groupements fonctionnels (C=O carbonyle, C=C, C≡C, O-H alcool, N-H amine).

-Au-dessous de  $1500\text{cm}^{-1}$  : cette région caractérise le squelette de la molécule dans son ensemble, appelée la région des empreintes digitale. On y trouve les bandes de déformation, mais aussi les bandes d'allongement C-O et O-H [91, 95, 104].

### **Conclusion**

Les spectres infrarouges et Raman sont généralement complémentaires puisque les règles de sélection pour qu'un mode vibrationnel soit actif sont différentes. Pour qu'une vibration soit active, il faut : en infrarouge, un changement de moment dipolaire ; en Raman, un changement de polarisabilité. Les vibrations de nombreuses de molécules sont actives à la fois en infrarouge et en Raman, mais pour des molécules ayant un centre de symétrie, le principe d'exclusion mutuelle s'applique. Ce principe stipule :

Pour toutes les molécules possédant un centre de symétrie, toutes les transitions permises en infrarouges sont interdites en Raman et, inversement, toutes les transitions permises en Raman sont interdites en infrarouge.

Par conséquent, si les spectres Raman et infrarouges présentent des raies aux mêmes fréquences, la molécule ne peut pas être Centro symétrique (c'est-à-dire avoir un centre de symétrie) [91, 107].

*Deuxième Partie :*  
*Etude expérimentale*

# *Chapitre I*

## *Matériels et méthodes*

# ***I : Conduite expérimentale***

---

## ***Introduction***

Après avoir introduit la notion de l'altération des huiles après plusieurs fritures, notre deuxième partie se présente sous forme d'étude expérimentale.

Aujourd'hui, il existe de maintes variétés d'huiles de production locale telles qu'Elio, Fleurial, Fridor, Goutte d'or ... qui rendent le choix du consommateur plus difficile.

Ces huiles sont utilisées en grande quantité pour la friture suivant les procédés de la friture profonde des aliments grâce à leurs efficacités rencontrés et la satisfaction des besoins du consommateur.

La friture emploie de grandes quantités d'huile, ce qui rend l'huile couteuse sur le marché.

## **I-1 : Objectif de l'étude expérimentale**

En Algérie, le procédé de friture est beaucoup utilisé soit à usage domestique ou bien dans les fast-foods. Cependant, les effets néfastes des huiles de friture restent inconnues par le consommateur, car le procédé de friture est moins étudié et la métrise est insuffisante.

Pour ces raisons, on propose un travail qui vise à faire le point sur les huiles de friture. Alors, notre pratique est faite sur l'huile « Elio ».

En suivant leurs altérations au cours des fritures profondes répétées, pour en savoir plus sur :

- La qualité de l'huile.
- Le nombre de friture conseillé pour l'huile utilisée.
- Les composés qui peuvent se former pendant la friture.
- Le degré de toxicité de l'huile.

## **I-2 : Matériels végétales.**

### **I-2-1 : Choix de l'huile.**

Le matériel végétal utilisé dans ce travail est une huile raffinée produite par la raffinerie « Cevital », l'huile « Elio » qui est un mélange de deux huiles (80% soja, 20% tournesol) [73]. Elle est destinée à l'assaisonnement et à la friture.

Ce choix est justifié par :

- Ce type d'huile est très largement distribué dans le commerce sous l'appellation « Elio ».
- Les caractéristiques portées sur l'emballage sont :
  - ✓ Un mélange de deux huiles (tournesol, soja).
  - ✓ Riche en vitamine «E ».

## I : Conduite expérimentale

- ✓ Cuire, frire et assaisonnement.
  - ✓ Sans cholestérols.
  - ✓ Température conseillée : maximum 180°C.
  - ✓ Réutilisable 10 fois.
- La composition de l'huile utilisée dans ce travail et leurs caractéristiques sont représentées dans le **Tableau I.1** [58, 59] ci-dessous.

**Tableau I.1** : les caractéristiques des huiles coupées pour l'obtention d'une nouvelle variation « Elio » [73].

Constituants	tournesol (teneur en %)	soja (teneur en%)
<b>Triglycérides</b>	95 à 99	98.4 à 99.5
- Acides gras insaturés	90	81 à 90
- Acides gras saturés	10	10 à 19
<b>Tocophérols-stérois</b>	1 à 5	0.5 à 1.6
<b>Phospholipides</b>	500 à 1000 mg/100g	500 à 1000 mg/100g
<b>Indice de réfraction</b>	1.467	1.473-1.477
<b>Indice d'iode</b>	110 à 148	125 à 128
<b>densité</b>	0.918 à 0.920	0.921 à 0.924
<b>indice de saponification (mg de KOH /g de corps gras)</b>	188 à 194	188 à 195
<b>Indice de peroxyde</b>	max : 5mgd'O2 actif/Kg CG	
<b>Acidité</b>	0.20mg KOH/g de CG	
L'huile doit être exempte de saveur et d'odeurs étrangères et toute rancidité.		

# I : Conduite expérimentale

---

## I-2-2 : Choix de l'aliment.

L'aliment le plus utilisé en friture est la pomme de terre, car elle est composée des glucides simples et ne contenant pas de graisses (*Tableau I.2*). Ces caractéristiques simplifient énormément le travail durant la friture. L'aliment qui contient de la graisse, par exemple les poissons, lors de sa cuisson se produisent des interactions complexes (ajout de gras, changement de composition, ...) entre la graisse de l'aliment et celle de la friture.

Selon Arroyo, 1992, [108] la pomme de terre est composée de :

**Tableau I.2 : Composition de la pomme de terre [108]**

Composés	Teneur en %
Glucides	~78.9
Protéines	~2
Matière grasse	~0.1
Humidité	~19

Aussi, la pomme de terre, du fait qu'elle est maniable et facile à découper à des formes géométriques différentes la rend pratique à la cuisson. La forme choisie dans notre cas est la forme des allumettes (hauteur : 6 cm ; section : 5\*5mm).

## I-3 : Chauffage des huiles

### I-3-1 : Préparation des coupages des huiles.

Certaines huiles sont préparées à bases des deux huiles tournesol et soja dont les proportions sont différentes.

Le mélange qui contient 80% de soja plus 20% de tournesol [73] est acheté au niveau du commerce.

### I-3-2 : Procédés de friture.

Les facteurs qui influencent le degré de l'altération de l'huile sont :

- **Le mode de chauffage (gaz ou électrique).**
- **Le mode de friture (plate ou profonde).**
- **L'air (oxygène).**
- **L'ajout de l'huile fraîche durant la friture.**

Dans ce présent travail, les essais de fritures sont effectués selon les conditions suivantes :

---

## I : Conduite expérimentale

---

1- **Mode de chauffage électrique** : on a utilisé une friteuse électrique de caractéristiques suivants :

- ✓ Elle est en acier inoxydable.
- ✓ Un thermostat : une température bien déterminée (dans notre cas 175 °C), elle est maintenue stable lors de la friture.
- ✓ Une capacité de 500g de frite fraîche.
- ✓ Un volume de l'huile.
- ✓ Un couvercle.
- ✓ Un chronomètre.

2- **Mode de friture** : friture profonde.

3- **11 fritures sont réalisées avec l'huile Elio.**



*Friteuse électrique*

Toutes les fritures sont réalisées à une température constante 175 °C pendant 10mn, après chaque friture le bain d'huile est soumis à une période de refroidissement, à l'abri de la lumière et de l'air. Avec un chauffage de l'huile à la même température (175 °C) pendant 10 mn avant le rajout des frites.

Le volume de l'huile utilisée est de 3 litres et la masse de l'aliment est de 450 g utilisée pour chaque friture.

On a résumé toutes les conditions expérimentales concernant ce travail dans un tableau I.3 et un schéma qui illustre le processus de la friture (*Figure I.1*).



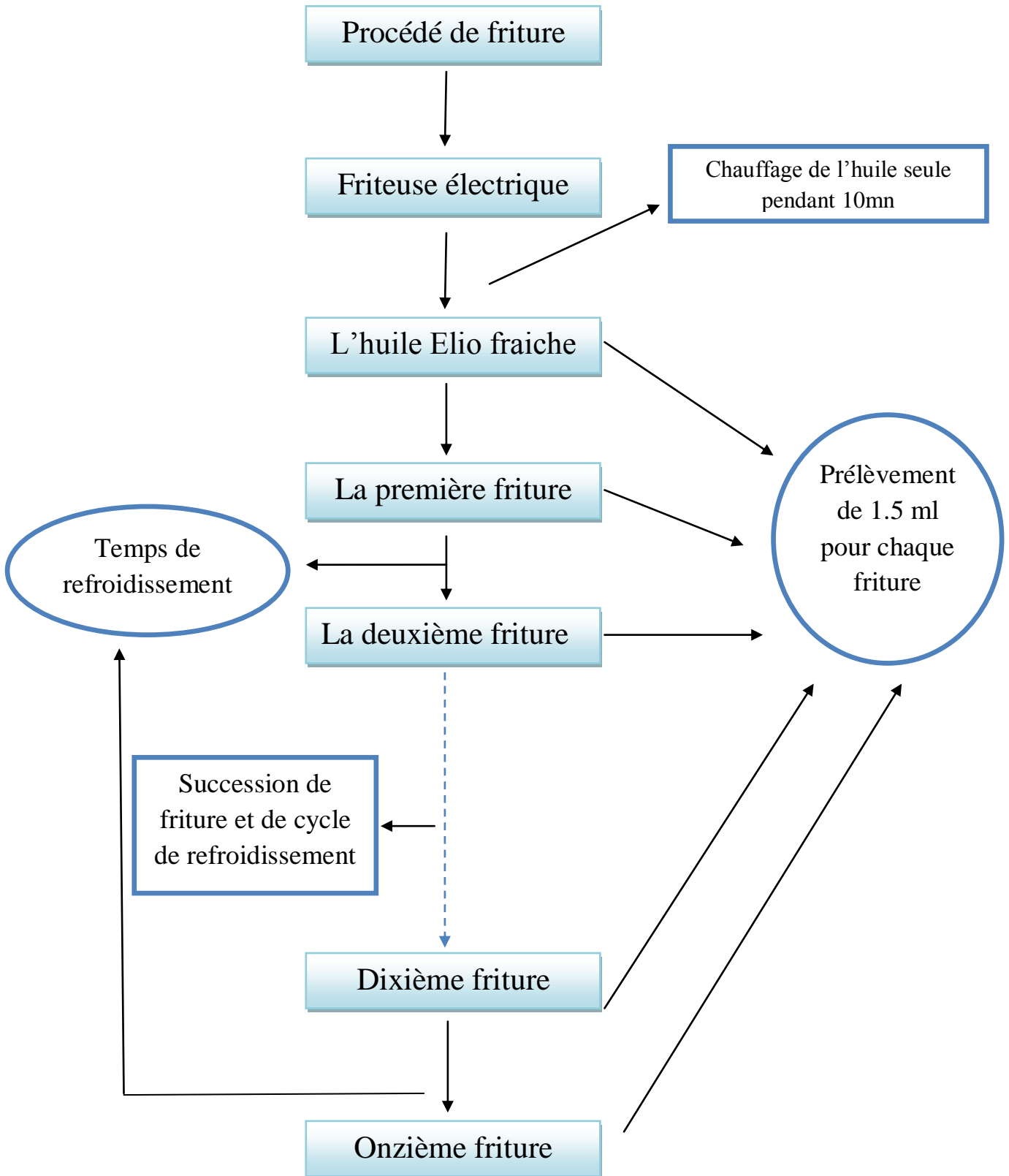
## I : Conduite expérimentale

---

**Tableau I.3 : conditions expérimentales utilisées pendant la friture.**

Mode de friture	friture profonde
Type de friteuse	friteuse électrique
Marque de la friteuse	FAMILY PRO
Type de friture	friture sans ajout de l'huile fraîche
Nombre de friture	11 fritures
Température de cuisson	T=175°C
Fréquences de friture	1 friture/jours
Temps de cuisson	10mn
Temps de chauffage de l'huile	10mn
Volume initiale de l'huile utilisée	3 litres
Quantité de pomme de terre utilisée pour chaque friture	450g
Volume de chaque prélèvement	1.5ml
Nombre d'échantillons prélevés	12

## I : Conduite expérimentale



**Figure I.1** : procédé de friture suivi dans notre travail.

# ***I : Conduite expérimentale***

---

## **I-4 : Echantillonnage.**

C'est l'ensemble des opérations appliquées à un lot important de matières qui amène à la confection d'un échantillon de taille réduite. Il est exécuté avec soins du fait que l'échantillon est destiné aux analyses, il représente aussi la composition du lot à examiner.

Après chaque friture, l'huile doit se refroidir. Les échantillons ont été filtrée sur filtre plissé conservés dans des petits préformes (flacons en plastique) de 1.5 ml et gardés à l'abri de la lumière et à une température ambiante.

## **I-5 : méthodes analytiques.**

Les échantillons sont soumis à des analyses par la spectroscopie RAMAN, qui sont faites par M. MOSTEFAOUI et par la spectroscopie IR à transformé de Fourier, réalisée aussi à l'université A.MIRA de Bejaia à l'état frais et après chaque friture.

### **I-5-1 : Analyses par spectroscopie RAMAN [91-99].**

Un spectromètre RAMAN est constitué par des éléments, dits éléments de base, qui sont représentés ci dessous, avec leurs explications et leurs fonctions.

#### **I-5-1-1 : Appareillage.**

Le spectromètre est constitué de cinq parties différentes qui sont :

##### **➤ Laser**

Une source qui va fournir une radiation monochromatique de fréquence connue. Il existe des sources laser dans l'ultraviolet, le visible, le proche infrarouge selon la nature de l'échantillon à analyser et le but de l'analyse.

Un monochromateur (filtre interférentiel), se situe juste après le laser et sert à éliminer les raies parasites.

##### **➤ Microscope**

Il converge (focalise) le spot (impact lumineux d'un faisceau sur l'écran) laser incident sur la surface de l'échantillon, en suite, dirige les photons diffusés vers le spectromètre.

Le spectromètre : est un analyseur qui permet la fixation de la polarisation de l'onde diffusée.

## I : Conduite expérimentale

---

### ➤ Filtre de rejection

Un filtre holographique permet de séparer le signal peu intense (signale RAMAN) du signal plus intense (signale RAYLEIGH). Le filtre utilisé est de type *notch* ou *edge* à cause de la faible intensité du processus RAMAN.

### ➤ Monochromateur

Les photons diffusés entrent dans le monochromateur par une ouverture ou un trou spécialement mit pour localiser la lumière.

Un miroir prismatique qui dirige les photons sur un réseau holographique, en séparant les photons selon leur longueur d'onde.

Chaque radiation est enfin focalisée par une lentille (verre de contact) sur le détecteur.

### ➤ Détecteur

Il existe deux types de détecteurs sur le marché : CCD ou InGaAs selon la gamme de longueurs d'onde que l'on souhaite analyser.

1-Détecteur CCD (Charge Coupled Device) : il s'agit d'un détecteur multi canal utilisé pour recueillir simultanément des informations spatiale et spectrale sur l'échantillon analysé. Son domaine spectral est compris entre 400 nm et 1 $\mu$ m.

2-Détecteur InGaAs (monocanal) : il s'agit d'un détecteur spécialement conçu pour l'IR. Il présente le rapport signal/bruit. Il est meilleur qu'un détecteur CCD, mais sa résolution moindre.



**Figure I.2 : Le spectromètre Ava Soft RAMAN 7.3 utilisé à l'université A.MIRA de Bejaia.**

---

## I : Conduite expérimentale

---

### I-5-2 : Analyse par spectrométrie TF-IR [91, 92, 95, 97-107].

Les spectres infrarouges nous renseignent sur des vibrations de valences et de déformation.

#### I-5-2-1 : Appareillage.

Le spectromètre est constitué de quatre parties qui sont les suivantes :

➤ **La source de la lumière**

Cette source est souvent constituée d'un fil résistant en chrome ou bien un alliage nickel-chrome, une quantité très petite de fer et une bobine sur une plaque réfractrice en céramique, comme on peut la remplacer par un filament de *Nerust* : alliage oxyde de zirconium-thorium et cérium. Par un chauffage électrique de cette source de 1000 à 1800 °C, la radiation infrarouge va se produire.

➤ **Porte échantillon.**

Un compartiment à échantillon qui contient un dispositif pour fixer les cellules sur le trajet du faisceau. Ces derniers sont divers dépendant de l'état physique de l'échantillon et l'objectif suivi : (identification, ...).

Le matériau constituant ce porte échantillon n'absorbe pas dans l'infrarouge. En général, le bromure de potassium (KBr), est le matériau le plus utilisé dans la fabrication de ses compartiments (tenues à l'abri de l'humidité).

➤ **Interféromètre de Michelson.**

L'obtention d'un interférogramme est le but de la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier, en utilisant un interféromètre de Michelson, on obtient un spectre qui est déduit par le calcul de sa transformé de Fourier.

➤ **Un détecteur.**

C'est un autre dispositif du spectromètre infrarouge qui mesure l'énergie radiative d'après la chaleur qu'elle dégage. Le détecteur et l'ordinateur, vont enregistrer et représenter le spectre final qui est le résultat de cette analyse.

#### I-5-2-2 : Matériels et solutions.

- Spectromètre à transformée de Fourier de type (IRAffinity, 2008).
- Deux lames de bromure de potassium (KBr).
- Une seringue.
- Acétone, éthanol.
- 11 échantillons d'huile de friture.
- Un échantillon d'huile fraîche.

## I : Conduite expérimentale

---

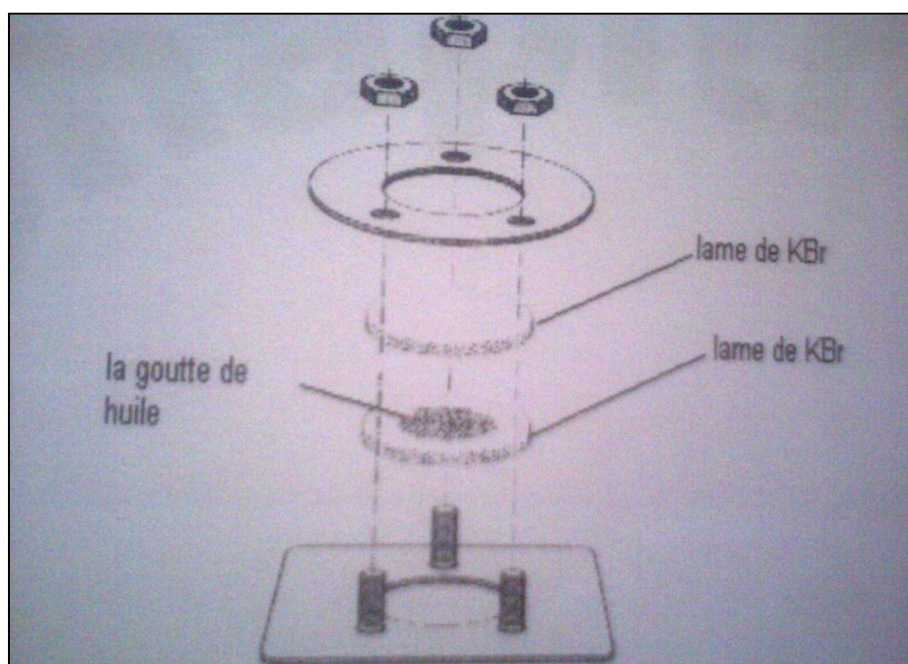
### I-5-2-3 : Préparation de l'échantillon.

Pour effectuer l'analyse en infrarouge sur des matières quelque soit leurs états physiques, il faut d'abord choisir la technique de mesure suivant :

- L'état physique de la substance à déterminer.
- Les propriétés du solvant.

Avant tous, on place quelques gouttes de l'échantillon à analyser avec une seringue entre les deux plaques en KBr. L'épaisseur de la couche de liquide doit être mince environ 0.01mm, pour avoir un spectre visible ne contenant pas des saturations et de la fluorescence. Puis, les accoler l'une sur l'autre.

Après chaque utilisation on doit laver les deux plaques avant la prochaine utilisation avec de l'acétone ou de l'éthanol qui sont des solvants volatils, ils s'évaporent dans l'air pendant un moment, donc, il n'absorbe pas dans l'IR. Cette technique ne concerne que les échantillons liquides.



**Figure I.3** : schéma représente le porte échantillon liquide dans l'IR.

***Chapitre II***  
***Résultats et discussion***

## ***II : Résultats et discussion***

---

### ***Introduction***

#### **II-1 : Changements remarquables sur l'huile après les fritures.**

➤ **La couleur**

L'altération des huiles se traduit par une intensification de la couleur d'origine. Pour l'huile utilisée, l'intensité de la couleur n'est pas importante. Les onze fritures que nous avons fait montrent un faible changement de couleur ceci est remarquable surtout dans la dixième et la onzième friture, vu qu'onze fritures sont insuffisantes pour atteindre le résultat de couleur souhaitable. Ce petit changement de couleur peut être expliqué par la présence des polymères thermo-oxydés.

Mais, notons toutefois que la couleur ne peut servir de paramètre valable pour l'évaluation du degré d'altération des huiles chauffées, car, il se peut qu'une huile change de couleur sans pour autant être altérée.

➤ **L'odeur et formation de la mousse.**

Il est remarquable qu'après un certain nombre de fritures où il y a sûrement le contact avec l'air et la lumière, l'huile commence à dégager une odeur désagréable et le goût du rancissement et alors elle perd peu à peu sa saveur d'origine.

- En première étape, l'huile a un léger gout fruité qui est du à l'oxydation durant la friture.
- L'huile perd sa saveur caractéristique et ne présente aucun gout. A ce stade, la matière grasse convient parfaitement aux usages alimentaires, mais elle a perdu sa fraîcheur originale.
- La rancidité de l'huile augmente avec la friture répétée.
- Apparition d'un arrière gout légèrement acide au niveau de la onzième friture.
- La saveur rance se développe nettement aux cours des fritures, elle est probablement due aux produits d'oxydations (aldéhyde, cétone) qui enlèvent à l'huile toute valeur alimentaire.

Il est reconnu que l'huile fraîche est composée d'un certain pourcentage des composés polaires. Lors des fritures répétées, ce pourcentage augmente. De nombreux pays fixent le taux limite en composés polaires à 25% au maximum dans une huile. C'est-à-dire une huile qui a un taux dépassant les 25% est considérée comme impropre à la consommation.

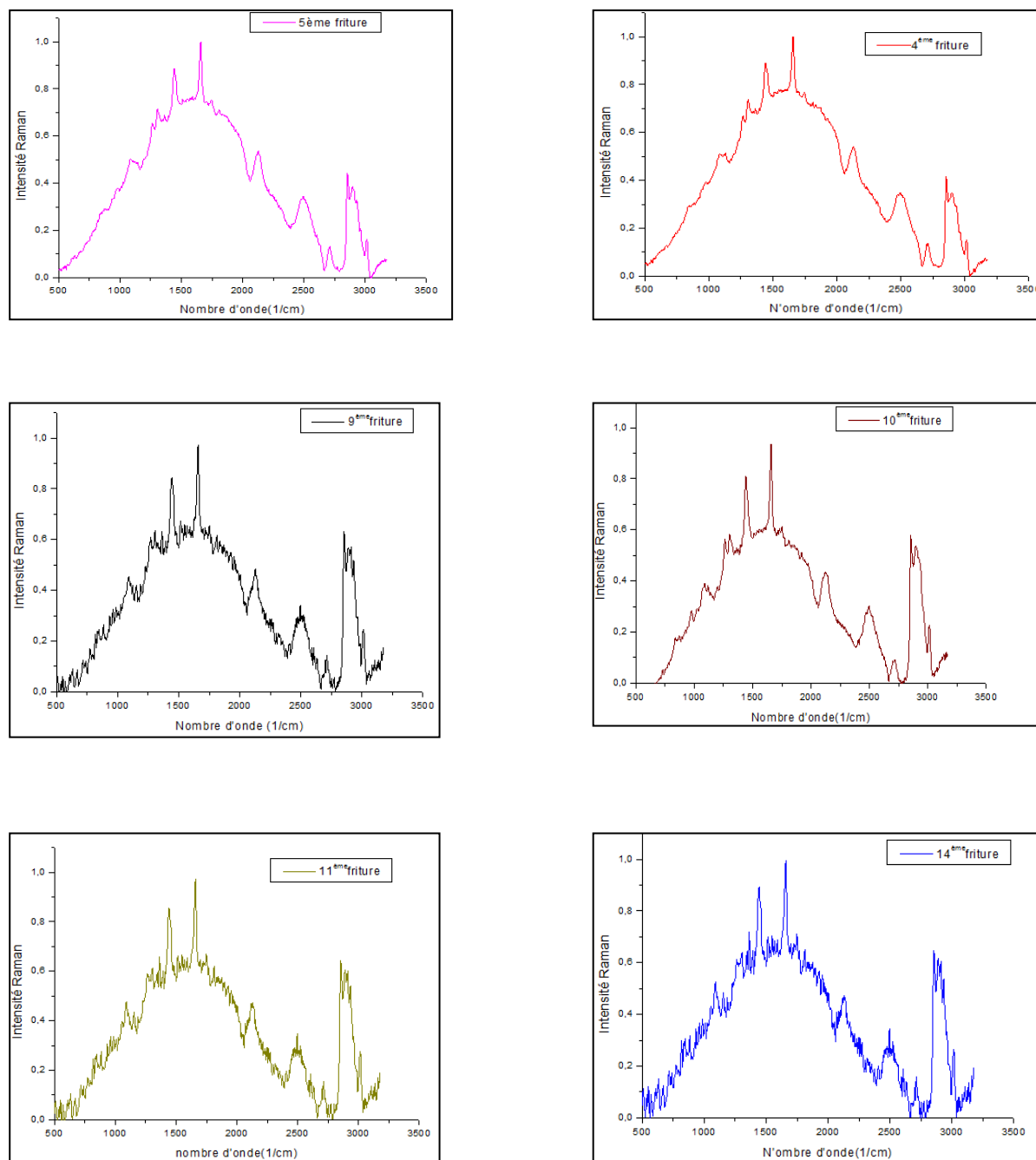
Comme l'huile « Elio » est riche en acide gras insaturés : une réaction d'oxydation au niveau des doubles liaisons des acides gras polyinsaturés est provoquée, se qui nous ramène à dire que la dégradation des huiles pourrait être influencée par la composition de celle-ci.



## II : Résultats et discussion

### II-2 : Résultats et analyses par la spectroscopie RAMAN.

Les spectres obtenus par la spectroscopie Raman pour les échantillons de l'huile de friture sont représentés dans la figure suivante :



**Figure II.1** : les spectres RAMAN obtenus par monsieur MOSTEFAOUI. T des analyses de l'huile de friture.

## II : Résultats et discussion

**Tableau II.1** : Les principaux pics caractéristiques des spectres obtenus pour les différents échantillons de l'huile de friture.

Nombre d'onde (cm <sup>-1</sup> )	Type de liaison	Molécule
3065	=C-H	Alcène
3013	=C-H (symétrie)	Cis RHC=CHR
2961	C-H(élongation asymétrie)	-CH <sub>2</sub>
2936	C-H (élongation asymétrie)	-CH <sub>2</sub>
2897	C-H (élongation symétrie)	-CH <sub>3</sub>
2855	C-H (élongation symétrie)	-CH <sub>2</sub>
2128	C=C=O	-C=C=O
1746	-C=O	RC=OOR
1698	-C=O	Acide carboxylique
1660	C=C	Cis RHC=CHR
1444	C=C	RHC=CHR
1365	C-H	-CH <sub>2</sub>
1306	=C-H	Cis RHC=CHR
1269	=C-H	Cis RHC=CHR
1191	-C-O	-C-O-O-
1143	-C-O	-C-O-O-
1082	-C-O	-C-O-O-(éther)
979	=C-H	Trans RHC=CHR
968	C=C	Trans RHC=CHR
845	O-O	Hydro-péroxyde

### II-2-1 : Interprétation des spectres RAMAN.

On remarquera la simplicité de ces spectres, et ces derniers ont été enregistrés pour comprendre l'évaluation des composés principaux dans l'huile de friture au cours du chauffage. La plage spectrale a été réduite par élimination de zones spectrales (de 5424 à 3239 cm<sup>-1</sup>) ne contenant pas d'information sur la composition chimique des échantillons.

- ✓ [3100-3000] cm<sup>-1</sup>: cette région contient les vibrations fondamentales d'élongation « Cis » des groupements =C-H. Une bande de faible intensité est observable vers 3013 cm<sup>-1</sup> dans tous les spectres qui correspondent à différentes étapes de fritures de l'huile. L'intensité de l'absorption dans cette région est proportionnelle au nombre de doubles liaisons, donc on peut constater qu'elle est riche en acide gras insaturés et ce dernier peut s'oxydés facilement.
- ✓ [3000-2800] cm<sup>-1</sup> : Cette partie du spectre est caractérisée par des vibrations d'élongation du groupe -C-H. Quatre bandes sont détectées, dont deux : l'une à 2961 cm<sup>-1</sup> et l'autre à 2936 cm<sup>-1</sup> sont attribuées respectivement à la vibration d'élongation asymétrique des groupements CH<sub>3</sub>et CH<sub>2</sub>. Les deux autres sont à 2897 cm<sup>-1</sup> et à 2855 cm<sup>-1</sup> sont attribuées

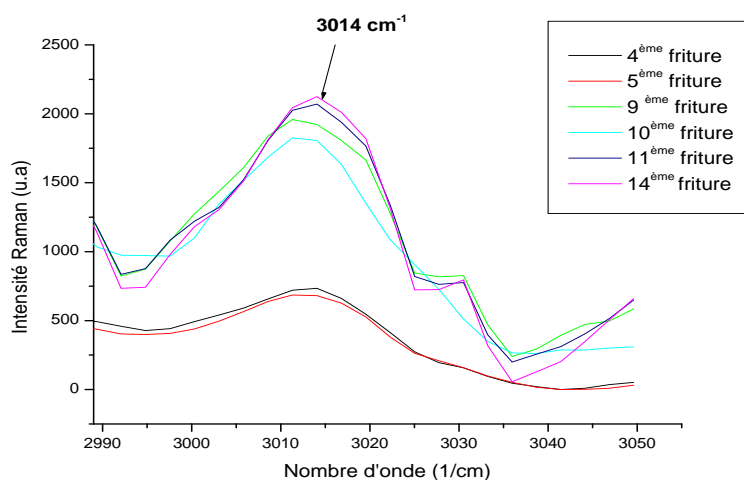
## II : Résultats et discussion

respectivement à la vibration d'élongation symétrique du groupe  $\text{CH}_3$  et celle du groupe  $\text{CH}_2$ .

- ✓ **[1755-1700]  $\text{cm}^{-1}$** : cette partie est attribuable à la vibration d'élongation du groupe  $\text{C}=\text{O}$ , caractéristique des esters. Une bande intense des spectres est observable vers  $1746 \text{ cm}^{-1}$ .
- ✓ **[1500-1300]  $\text{cm}^{-1}$**  : les bandes à  $1442 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1365 \text{ cm}^{-1}$  et  $1306 \text{ cm}^{-1}$  sont attribuables respectivement aux vibrations de déformation symétrique et asymétrique de groupe  $\text{CH}_2$ .
- ✓  **$1269 \text{ cm}^{-1}$**  : cette bande est liée aux vibrations symétrique du groupe  $=\text{C}-\text{H}$ .
- ✓ **[1200-1000]  $\text{cm}^{-1}$**  : dans cette zone, les bandes observées sont attribuables à la vibration de déformation du groupe  $-\text{C}-\text{O}$ , ainsi trois bandes sont détectées : à  $1191 \text{ cm}^{-1}$ , elle est attribuée à la vibration d'élongation asymétrique de ce groupe; à  $1143 \text{ cm}^{-1}$  et à  $1082 \text{ cm}^{-1}$ , elles sont attribuées à la vibration d'élongation symétrique, aussi de ce groupe.
- ✓  **$979 \text{ cm}^{-1}$**  : vibrations de déformation du groupe  $=\text{C}-\text{H}$  "trans". Vers  $970 \text{ cm}^{-1}$  une bande intense est observable. Elle est attribuable à la vibration de déformation du groupe  $=\text{C}-\text{H}$  "trans".

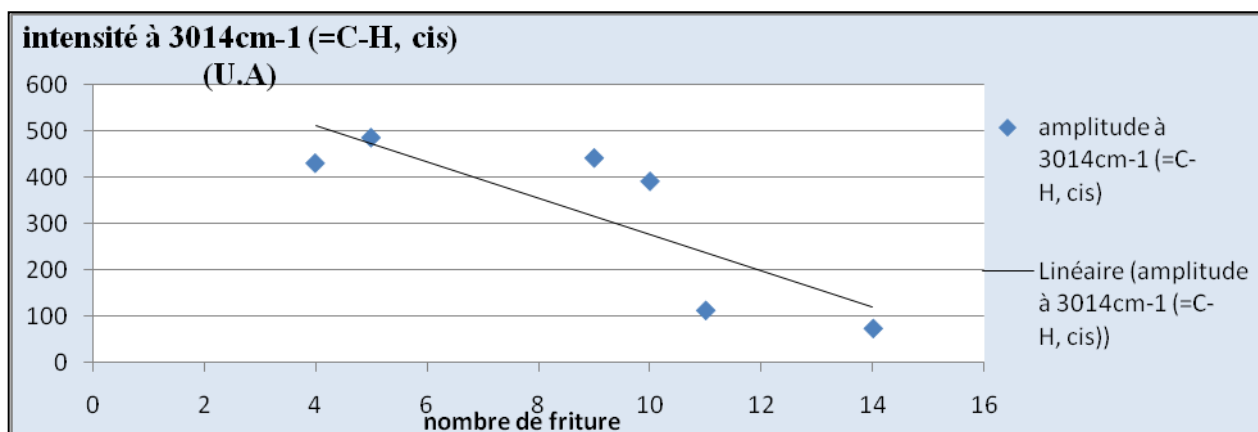
### II-2-2 : Evolution de l'huile au cours des fritures.

**Evolution du groupement  $\text{C}=\text{C}$  « cis »** : Les changements les plus caractéristiques de la structure des lipides pendant l'oxydation sont : la perte des insaturations qui est dû à l'attaque de l'oxygène qui provoque des réactions chimiques successives. On peut observer ce processus au niveau des bandes suivantes,  $3063 \text{ cm}^{-1}$ ,  $3014 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1269 \text{ cm}^{-1}$ . Expliqué par une diminution progressive des intensités correspondant à ces bandes, la **figure II.2**, et la **figure II.3**, montrent la diminution de l'intensité à  $3014 \text{ cm}^{-1}$  durant la friture.



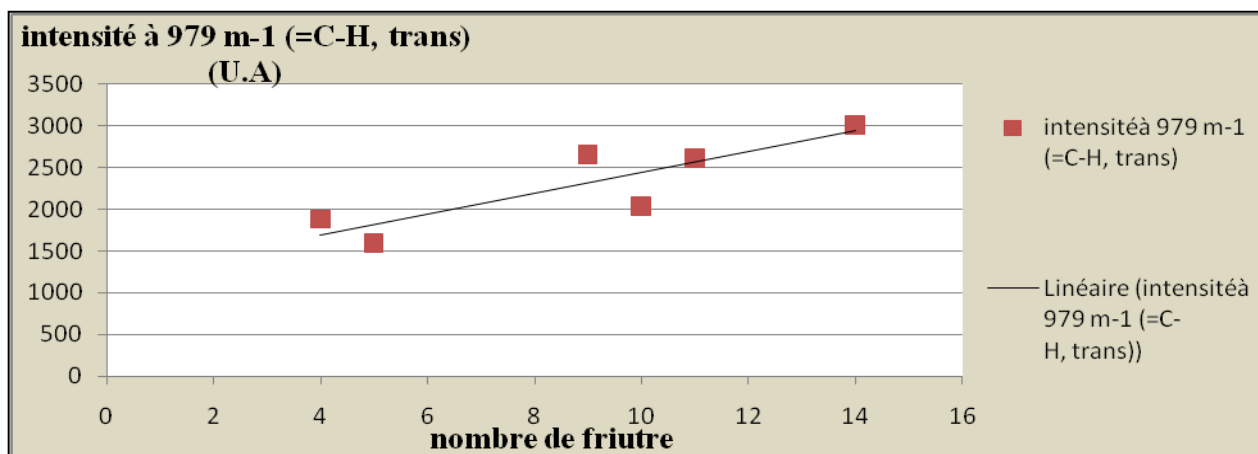
**Figure II.2** : Zoom d'une partie du spectre RAMAN à  $3014 \text{ cm}^{-1}$

## II : Résultats et discussion



**Figure II.3** : Diminution de l'intensité en fonction de nombre de friture.

**Formation des acides gras « trans »** : Une faible augmentation de l'intensité est observée au niveau de la bande  $979\text{ cm}^{-1}$ , cette bande a été assignée au  $\text{C}=\text{C}$  des acides gras « trans », qui se forment pendant le processus d'altération de l'huile de friture (l'oxydation), voir la **figure II.4** ci-dessous.

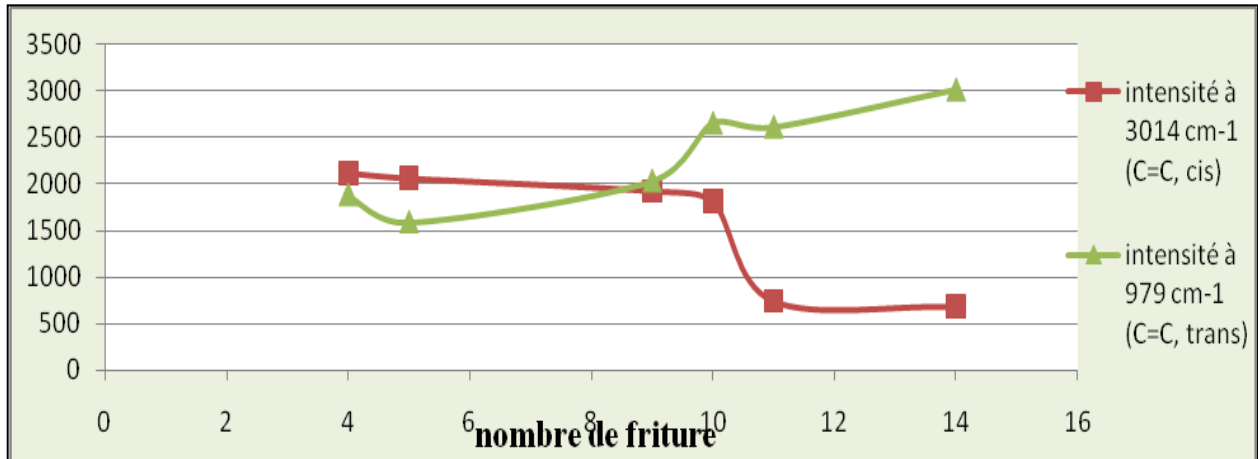


**Figure II.4** : augmentation de l'intensité à  $979\text{ cm}^{-1}$

**Relation entre la disparition des acides gras « cis » et la formation des acides gras « trans »** : Une corrélation satisfaisante est observée entre les deux bandes  $3014\text{ cm}^{-1}$  et  $979\text{ cm}^{-1}$ , la diminution obtenue dans la **figure II.5** peut être expliquée comme suite:

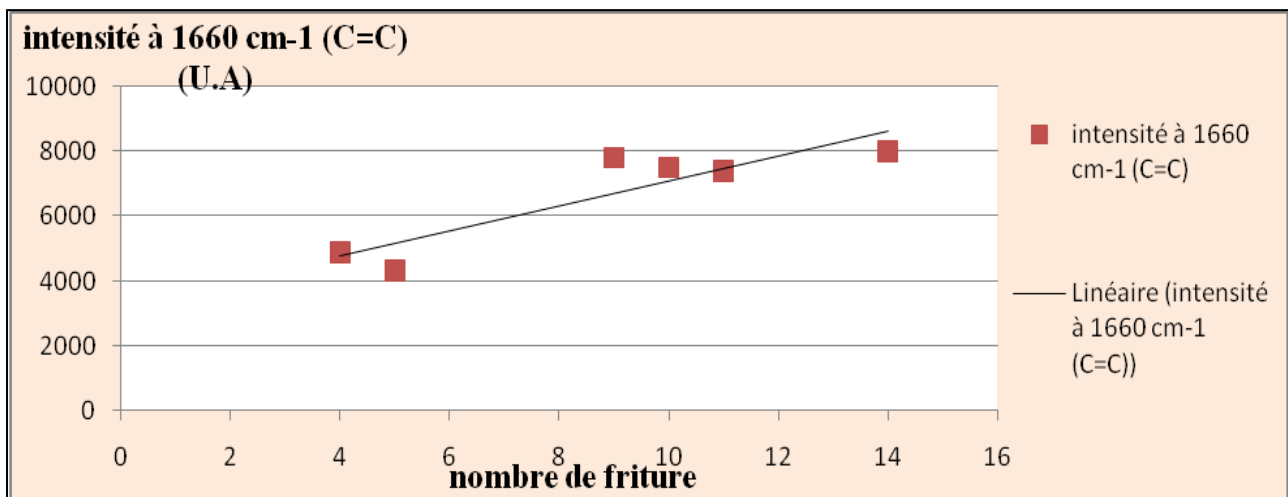
Au cours du chauffage, des liens doubles  $\text{C}=\text{C}$  « trans » sont formés pendant le processus d'oxydation, et donc devraient augmenter. Ainsi nous concluons une diminution au niveau de la bande  $3014\text{ cm}^{-1}$  correspondant plus probablement à  $\text{C}=\text{C}$  « cis ».

## II : Résultats et discussion



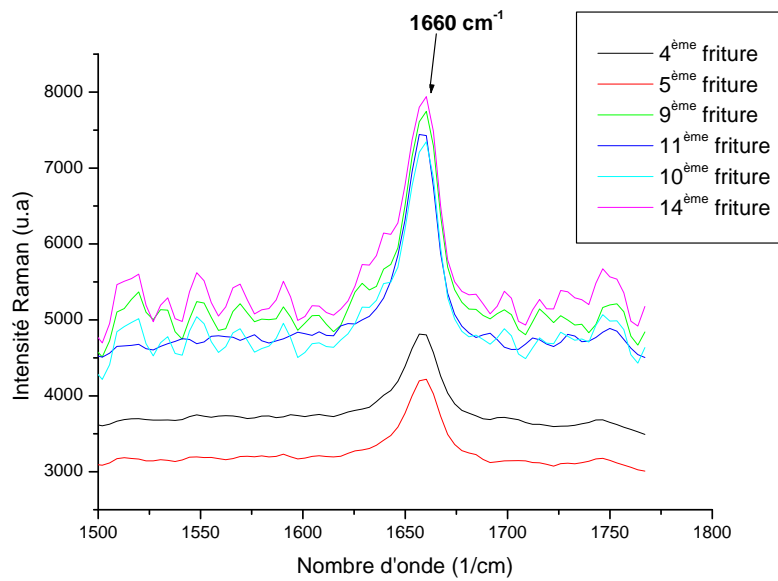
**Figure II.5 :** relation entre la formation des C=C « trans » et la disparition de C=C « cis »

**Evolution de la C=C de diènes et triènes :** Une augmentation est très remarquable aux environs de  $1660\text{ cm}^{-1}$ , qui est assignée aux diènes conjugués, **figures II.6, 7** illustrent se qui se passe au niveau de la bande  $1660\text{ cm}^{-1}$ , une autre bande qui apparait dans cette région, elle peut être identifiée facilement dans les spectres, on la trouve à  $1444\text{ cm}^{-1}$ , en raison de ça position à une plus basse fréquence que les autres, elle peut être assignée à la vibration de C=C des triènes conjugués la **figure II.8** montre l'augmentation de l'intensité au niveau de la bande  $1444\text{ cm}^{-1}$ .

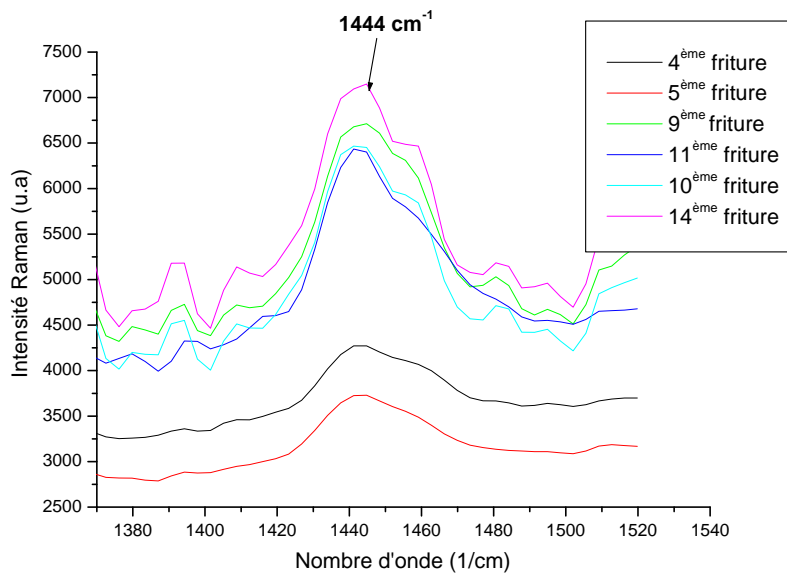


**Figure II.6 :** Augmentation de l'amplitude en fonction de nombre de friture

## II : Résultats et discussion



**Figure II.7 : Zoom d'une partie du spectre à  $1660 \text{ cm}^{-1}$**

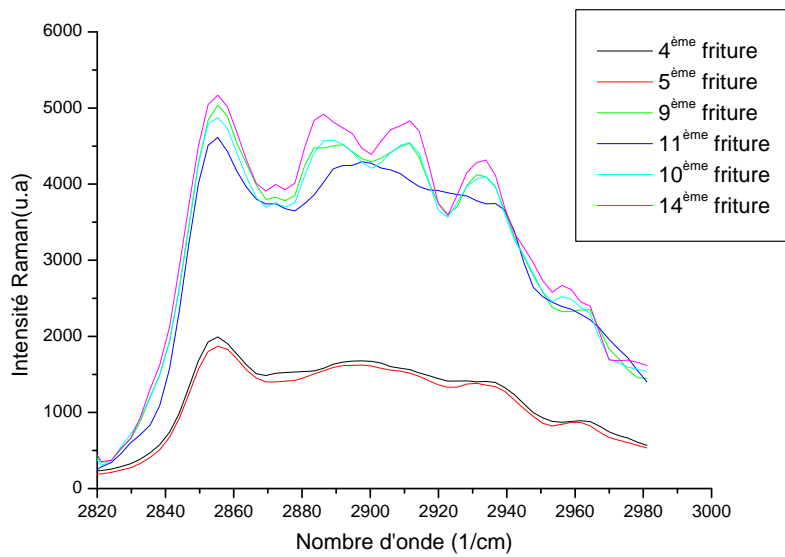


**Figure II.8 : Zoom d'une partie du spectre à  $1444 \text{ cm}^{-1}$**

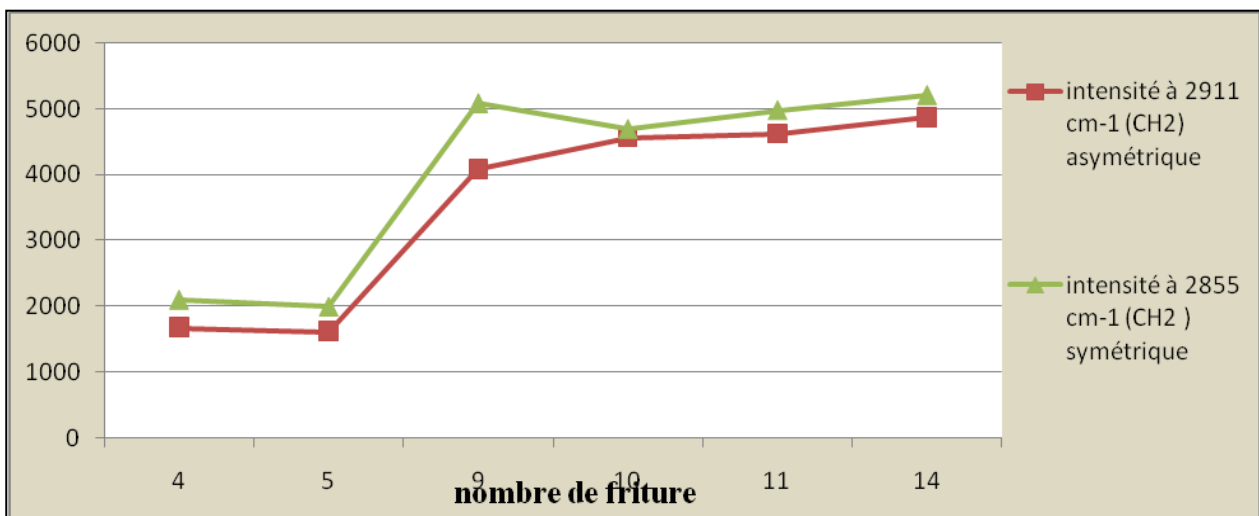
**Evolution de  $\text{CH}_2$  et  $\text{CH}_3$  :** Une augmentation très remarquable dans la zone  $2956 \text{ cm}^{-1}$  à  $2854 \text{ cm}^{-1}$ , **figure II.9**, c'est l'intervalle qui correspond aux dispersions des groupements  $\text{CH}_2$  et  $\text{CH}_3$ .

Cette augmentation peut être expliquée par une diminution progressive de la longueur de chaîne carbonée des acides gras de l'huile durant le processus d'oxydation. D'après la **figure II.10**, on remarque que toutes les bandes suivent une même allure durant la friture.

## II : Résultats et discussion

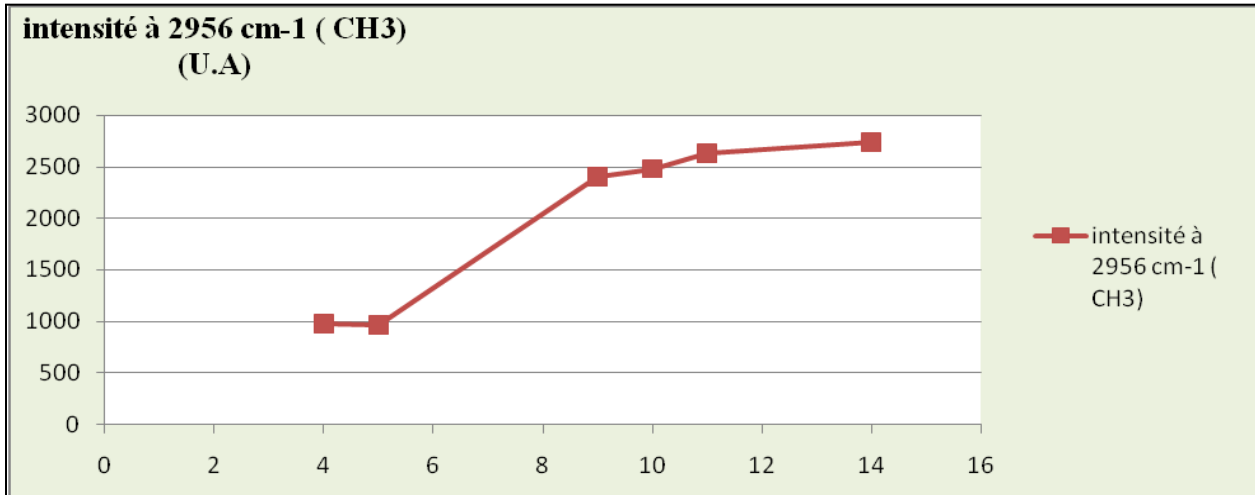


**Figure II.9** : Zoom d'une partie du spectre, l'intervalle de  $2954\text{cm}^{-1}$  à  $2854\text{cm}^{-1}$  qui correspond aux groupements  $\text{CH}_2$  et  $\text{CH}_3$



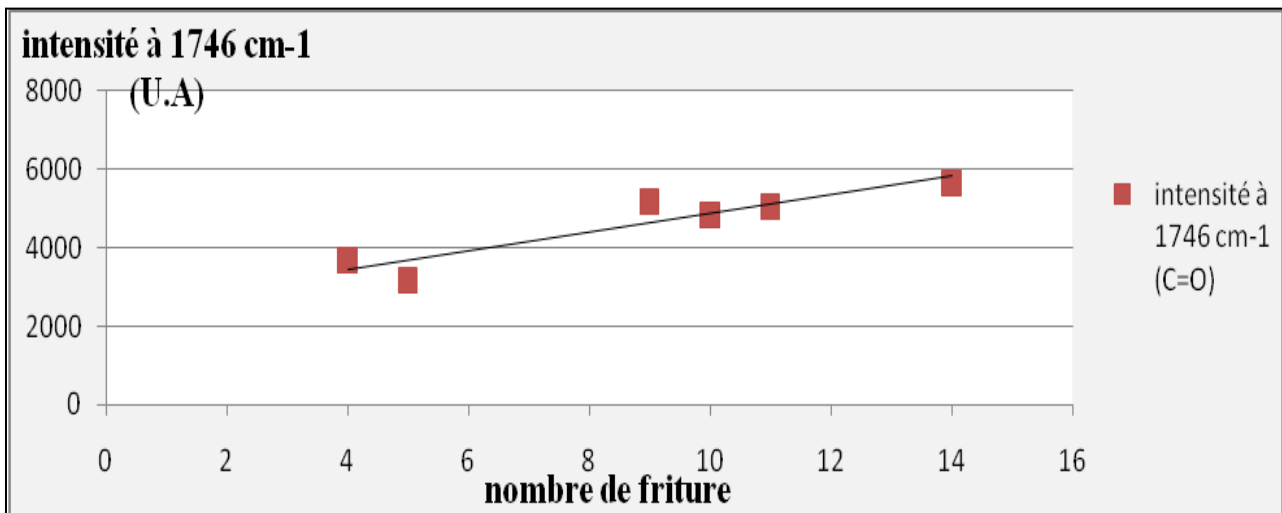
**Figure II.10** : Augmentation de l'amplitude en fonction de nombre de friture à des bandes correspondant au groupement  $\text{CH}_2$

## II : Résultats et discussion



**Figure II.11 :** Augmentation de l'amplitude en fonction de nombre de friture à des bandes correspondant au groupement CH<sub>3</sub>

**Evolution du groupement carbonyle :** On observe une augmentation à 1746 cm<sup>-1</sup>, cette bande est assignée au groupement carbonyle C=O, **figure II.12**, l'effet est due au degré d'oxydation des carbones ou la longueur de la chaine. C'est-à-dire, la chaine devient plus courte pendant le processus d'oxydation se qui assure l'augmentation du degré d'oxydation et donc l'intensité du pic qui correspond au groupement carbonyle C=O.



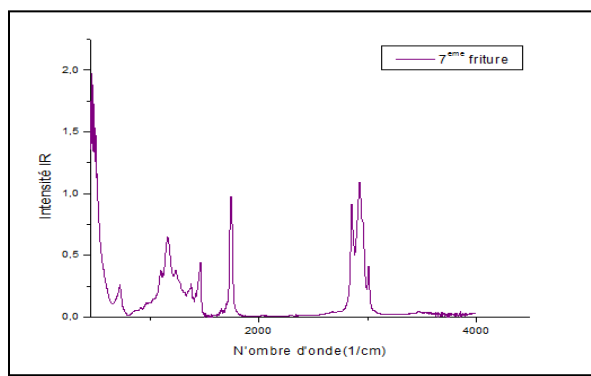
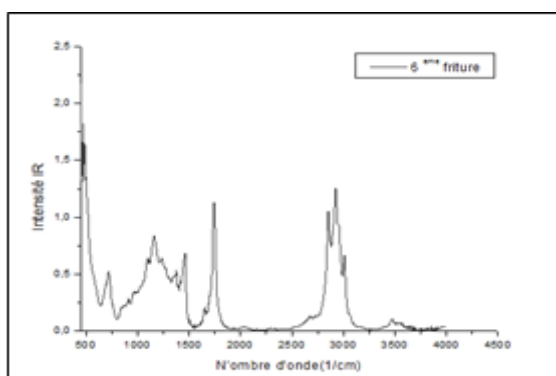
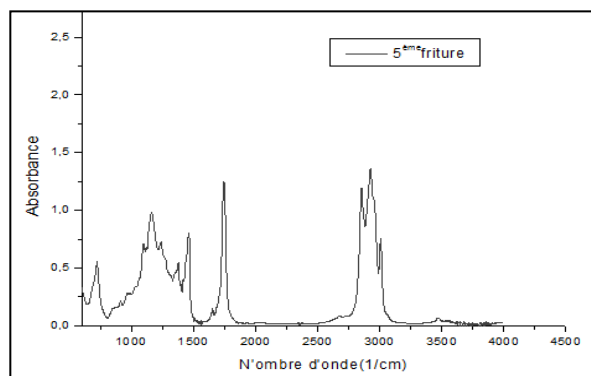
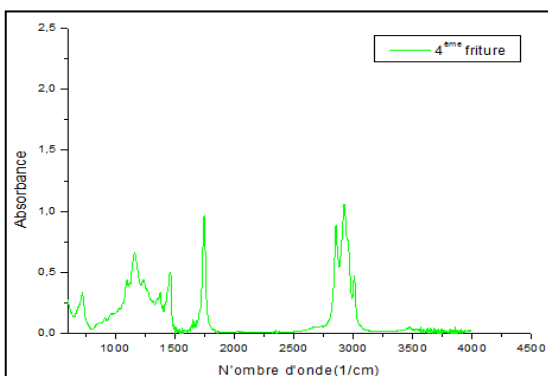
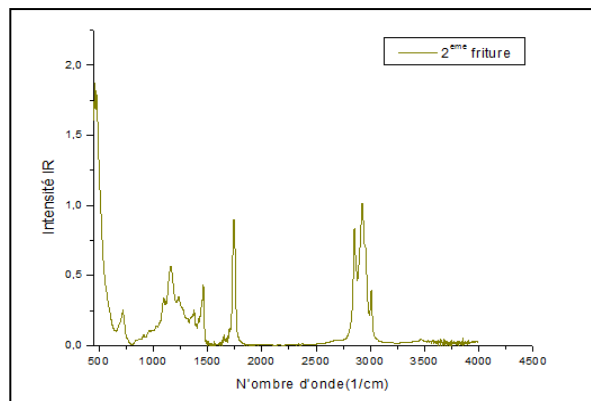
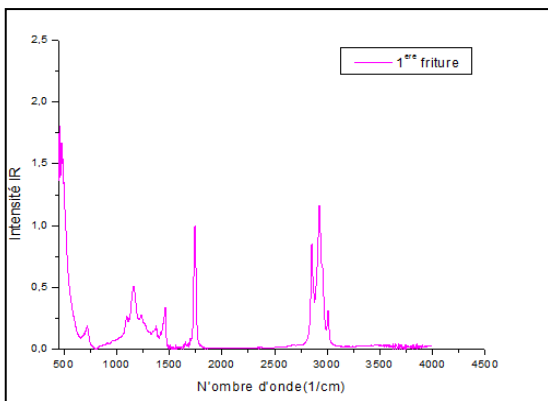
**Figure II.12 :** Augmentation de l'amplitude en fonction de nombre de friture à des bandes correspondant au groupement C=O.



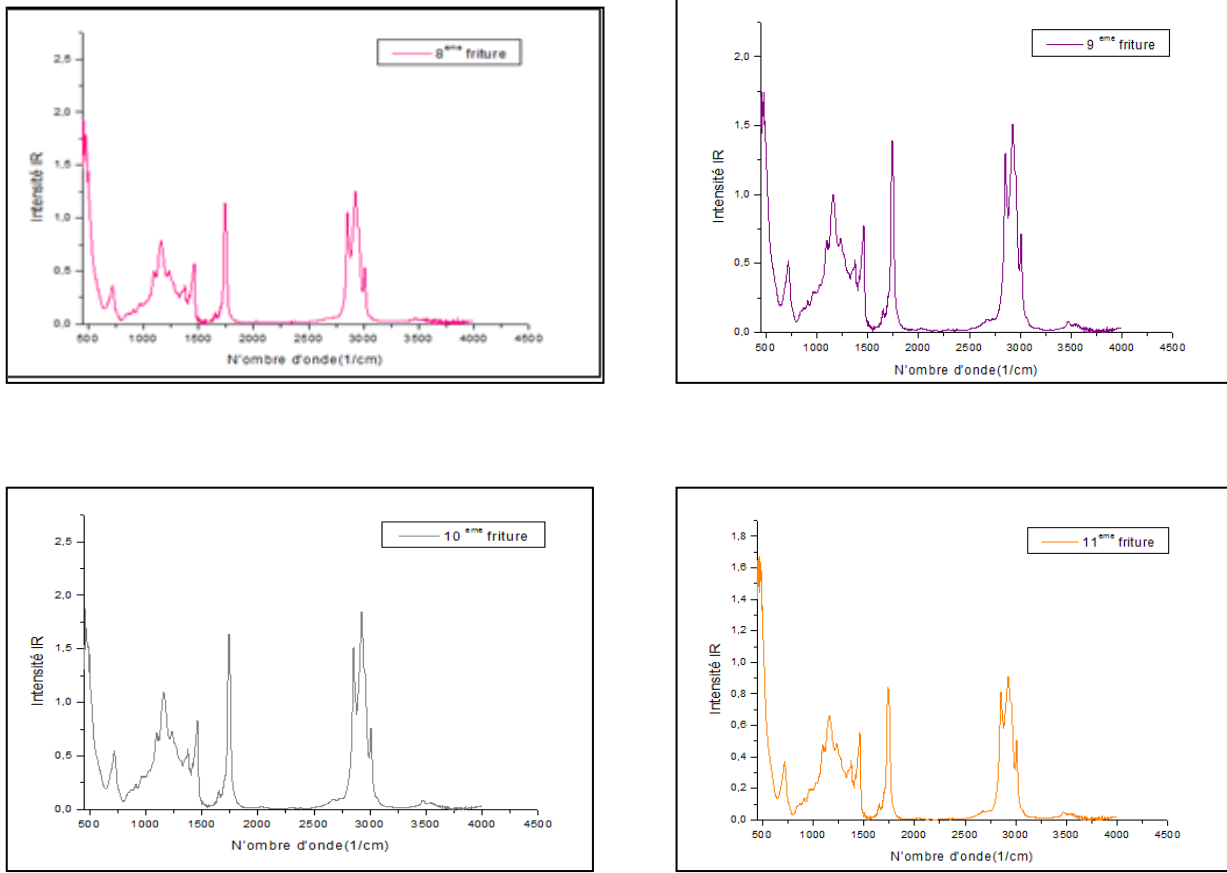
## II : Résultats et discussion

### II-3 : Résultats de l'analyse par spectroscopie infrarouge

Les spectres obtenus du balayage effectué dans l'infrarouge des onze fritures sont présentés dans la *figure II.13*.



## II : Résultats et discussion



**Figure II.13** : les spectres qu'on a obtenus par l'analyse de l'huile de friture par la spectroscopie INFRAROUGE.

## II : Résultats et discussion

Pour mieux comprendre ces spectres, on a résumé, dans le tableau suivant, les écarts types des valeurs d'absorbance ainsi que les types de liaison.

**Tableau II.2 : les principaux bandes caractéristiques des absorbances des spectres obtenus pour les onze fritures de l'huile « Elio ».**

Nombre d'onde (cm <sup>-1</sup> )	Type de liaison	Molécule
3470	-C-O-O-	Ester des triglycérides
3063	=CH	Alcène
3009	=C-H (symétrie)	Cis RHC=CHR
2954	C-H (élongation asymétrie)	-CH <sub>3</sub>
2926	C-H (élongation asymétrie)	-CH <sub>2</sub>
2854	C-H (élongation symétrie)	-CH <sub>2</sub>
1746	-C=O	RC=OOR
1709	-C=O	Acide saturés
1654	C=C	RHC=CHR
1464	C-H	-CH <sub>2</sub> et CH <sub>3</sub>
1421	=C-H	Cis RHC=CHR
1376	C-H	-CH <sub>3</sub>
1238	C-H	-CH <sub>2</sub>
1164	-C-H -C-O	-CH <sub>2</sub> -C-O-O-
1121	-C-O	-C-O-O-
1098	-C-O	-C-O-O-
1029	-C-O	-C-O-O-
963	C=C	Trans RHC=CHR
722	-C-H	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>n</sub> -

### II-3-1 : Interprétation des spectres INFRAROUGE.

L'interprétation des résultats en spectrométrie Infrarouge se fait par l'obtention des spectres, ces spectres sont une propriété fondamentale de la molécule.

Vu le très grand nombre d'espèces chimiques nouvelles (ECN) formées après friture, donc la complexité du spectre infrarouge, il serait difficile d'interpréter tous ses pics.

Nous avons tenté d'attribuer et de comprendre la signification spectrale de certaines bandes d'absorption de l'huile de friture « Elio ».

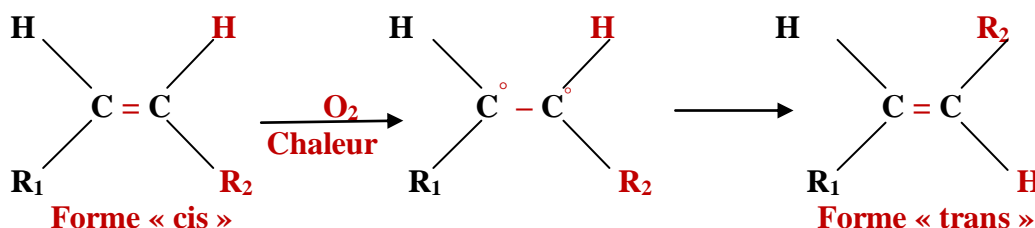
Les régions spectrales peuvent être divisées de la manière suivante :

- ✓ **3063 cm<sup>-1</sup>** : cette bande correspond à la vibration du groupe =C-H des alcènes et les aromates.

## II : Résultats et discussion

- ✓ [3040-3000]  $\text{cm}^{-1}$ : cette plage contient les vibrations fondamentales d'élongation des groupements  $=\text{C}-\text{H}$ . Une bande de forte intensité est observable vers  $3009 \text{ cm}^{-1}$  dans tous les spectres qui correspondent à différentes étapes de fritures de l'huile Elio. L'intensité de l'absorption dans cette région est proportionnelle au nombre de doubles liaisons, donc on peut constater qu'elle est riche en acide gras insaturés et ces derniers peuvent s'oxyder facilement.
- ✓ [3000-2800]  $\text{cm}^{-1}$ : cette partie du spectre est caractéristique des vibrations d'élongation du groupe  $-\text{C}-\text{H}$ . Ainsi trois bandes sont détectées : l'une à  $2954 \text{ cm}^{-1}$ , attribuable à la vibration d'élongation asymétrique du groupement  $\text{CH}_3$ , et deux autres sont plus intenses l'une à  $2926 \text{ cm}^{-1}$  attribuable à la vibration d'élongation asymétrique du groupe  $\text{CH}_2$ ; l'autre à  $2854 \text{ cm}^{-1}$  associée à l'élongation symétrique du groupement  $\text{CH}_2$ . D'après les valeurs enregistrées, ces bandes sont les plus intenses.
- ✓ [1755-1700]  $\text{cm}^{-1}$ : deux types de vibrations distinctes sont observables. L'élongation du groupe  $\text{C}=\text{O}$  des esters est visible vers  $1745 \text{ cm}^{-1}$ . Une deuxième bande entre  $1721$  et  $1702 \text{ cm}^{-1}$  est attribuable à l'élongation du groupe  $\text{C}=\text{O}$  des acides. C'est le domaine qui contient des bandes les plus intenses du spectre et de largeur moyenne, elles sont généralement très évidentes.
- ✓  $1238 \text{ cm}^{-1}$ : cette bande est liée aux vibrations de déformation de cisaillement en dehors du plan de groupement  $\text{C}-\text{O}$ , elle est plus intense.
- ✓ [1500-1300]  $\text{cm}^{-1}$ : sur cette zone, deux bandes à  $1466 \text{ cm}^{-1}$  et  $1377 \text{ cm}^{-1}$  sont attribuables respectivement aux vibrations de déformation des groupes  $\text{CH}_2$  et  $\text{CH}_3$ .
- ✓ [1190-1180]  $\text{cm}^{-1}$ : cette bande correspond à la vibration d'élongation du groupe  $\text{C}-\text{O}$  d'un acide.
- ✓  $968 \text{ cm}^{-1}$ : vibrations de déformation du groupe  $-\text{C}=\text{C}$  "trans". L'effet de la chaleur et en présence d'oxygène provoque le passage de la forme « cis » vers la forme « trans » suivant la réaction ci-dessous.

On s'intéresse alors aux composés « trans » qui sont élués à des longueurs d'ondes bien précises qui sont données dans le tableau II.3 suivant :



**Figure II.14** : réaction de passage de la forme « cis » à la forme « trans ».

## II : Résultats et discussion

**Tableau II.3 :** Différentes bandes d'absorption correspondant les acides gras insaturés

Type de double liaison	Elongation C=C (cm <sup>-1</sup> )	Déformation hors du plan C-H (cm <sup>-1</sup> )
$\begin{array}{l} \text{R} \\ \text{H} \end{array} \text{C}=\text{CH}_2$	1637 à 1654	969 et 908
$\begin{array}{l} \text{R} \\ \text{R}_1 \end{array} \text{C}=\text{CH}_2$	1657	842
$\begin{array}{l} \text{R} \quad \text{R}_1 \\ \text{H} \quad \text{H} \end{array} \text{C}=\text{C}$ <p style="text-align: center;">« cis »</p>	3063 à 3007 et 1269	-----
$\begin{array}{l} \text{R} \quad \text{H} \\ \text{H} \quad \text{R}_1 \end{array} \text{C}=\text{C}$ <p style="text-align: center;">« trans »</p>	967 à 987	716 à 724
$\begin{array}{l} \text{R} \quad \text{R}_2 \\ \text{R}_1 \quad \text{H}' \end{array} \text{C}=\text{C}$	1660 à 1670	810 à 840
$\begin{array}{l} \text{R} \quad \text{R}_2 \\ \text{R}_1 \quad \text{R}_3 \end{array} \text{C}=\text{C}$	1664 à 1670	_____

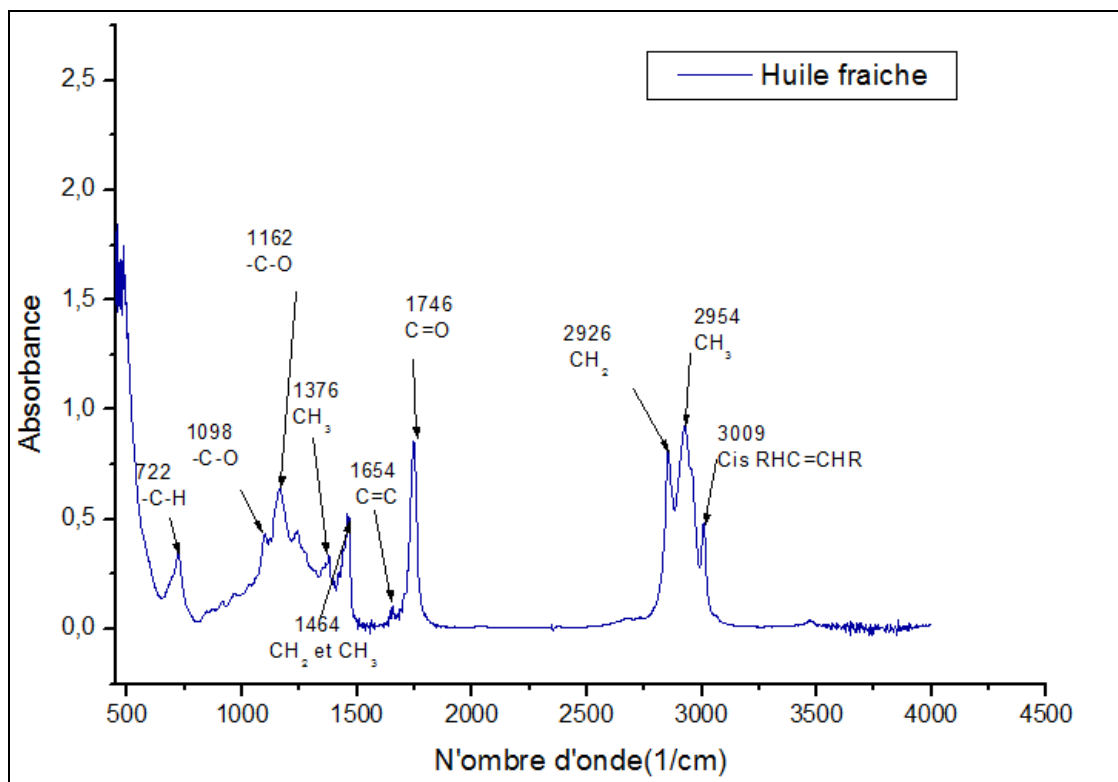
- ✓ **724 cm<sup>-1</sup>** : l'intensité de cette bande est directement liée aux vibrations de déformation du groupe CH<sub>2</sub>.

## II : Résultats et discussion

### II-3-2 : Etude de l'évolution de la qualité de l'huile « Elio ».

Dans le but de suivre les transformations que subit l'huile « Elio » lors des fritures, une étude comparative s'avère nécessaire de ces résultats d'analyses par la spectroscopie TF-IR après onze fritures avec celui réalisé à l'état frais de cette huile.

#### II-3-2-1 : Résultats d'analyses par spectroscopie TF-IR de l'échantillon de l'huile « Elio » à l'état frais.



**Figure II.15** : montre le spectre obtenu par la spectroscopie IR de l'huile « Elio » fraîche.

#### II-3-2-2 : Interprétation du spectre de l'huile fraîche.

- ✓ **3005cm<sup>-1</sup>** : on remarque une bande de faible intensité correspond à la vibration d'élongation « cis » du groupe =C-H.
- ✓ Deux bandes intenses **2952** et **2854 cm<sup>-1</sup>** attribuées respectivement aux vibrations d'élongation asymétrique et symétrique du groupe -CH<sub>2</sub>.
- ✓ Une bande intense observable vers **1744 cm<sup>-1</sup>**, marquée par la vibration d'élongation du groupe C=O.

## II : Résultats et discussion

---

- ✓ Les bandes à **1456** et **1237 cm<sup>-1</sup>** sont attribuables aux vibrations de déformation de cisaillement.
- ✓ La vibration d'élongation du groupe C-O marque une bande clairement observable vers **1163 cm<sup>-1</sup>**.
- ✓ Vers **966 cm<sup>-1</sup>**, une bande d'intensité faible est marquée par la vibration de la déformation du groupe =C-H, « trans ».
- ✓ La bande à **716 cm<sup>-1</sup>** est représentative des vibrations de déformation de rotation.
- ✓ La bande large à **3200-2600 cm<sup>-1</sup>** qui recouvre la région des vibrations d'élongation C-H et très caractéristique du groupement O-H carboxylique. Si on observe une bande intense aux environs de **1745 cm<sup>-1</sup>** qui correspond à une bande du groupement carbonyle, ce qui nous permet de conclure la présence d'un acide carboxylique.

### II-3-3 : Etude comparative.

Une étude comparative entre ces présents résultats obtenus sur les huiles de friture et l'huile fraîche (*Figure II.15*).

On peut déduire que :

Les spectres obtenus après les fritures se superposent pour chaque friture avec le spectre de l'huile fraîche, mais il ya des différences notables en terme d'absorbance qui sont observées.

Les différences en absorption sont dues aux variations du degré de stabilité de l'huile qui diminue avec le chauffage répété.

Les acides gras polyinsaturés sont susceptibles de subir des réactions d'oxydation, ce qui explique la diminution du taux des acides gras dans l'huile, notamment, il entraîne une diminution de la valeur nutritionnelle de l'huile.

La gamme de **1900 à 2500 cm<sup>-1</sup>** est vierge, elle ne montre aucun type de vibration. C'est une zone très riche en triple liaison.

La gamme de **3100 à 3400 cm<sup>-1</sup>** montre une absence des produits azotés et l'existence de vibration de valence de type : -C=O, -C-C-, OH et des vibrations de déformation de type -CH<sub>3</sub>, -OH, -CH<sub>2</sub>, -C-O.

On remarque d'après le spectre de l'huile témoin, que les huiles fraîches ne contiennent pas d'isomères de forme « trans. ». C'est l'effet de la chaleur associé à celui de l'oxygène qui provoque le passage de la forme « cis » à la forme « trans », observé sur les spectres de friture.

## *II : Résultats et discussion*

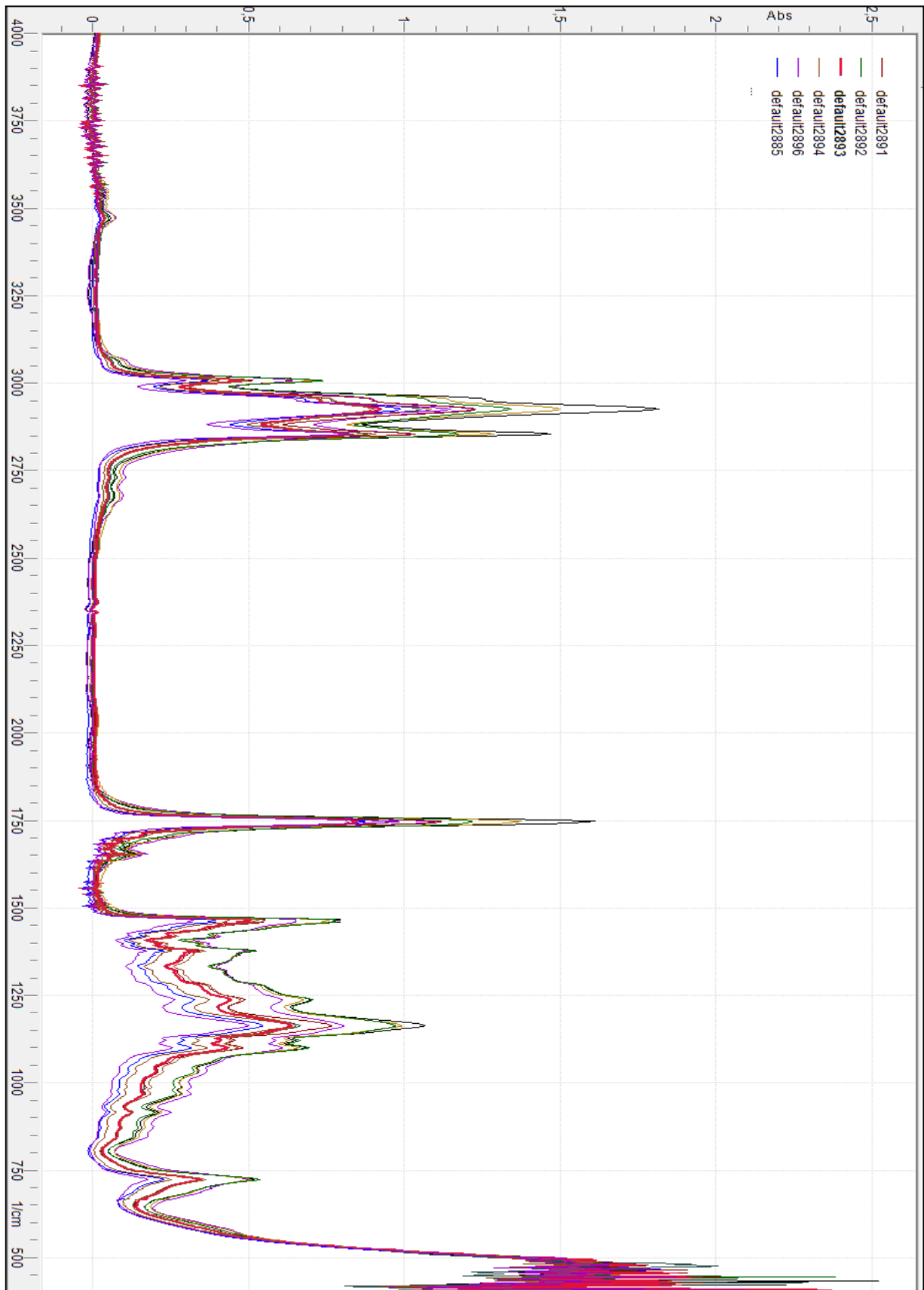
---

L'acide linoléique, pris en exemple sous l'action de la chaleur et en présence d'oxygène se transforme en isomère, on bien en acide élaidique voire *ANNEXE I*. Ce sont surtout les acides polyinsaturés et les acides gras essentiels qui sont les plus affectés, plus on constate leur grande teneur dans l'huile et plus on détecte les composés « trans » formés.

La présence de bandes C-H à la gauche de  $3000\text{ cm}^{-1}$  (=C-H) confirme la présence d'une ou plusieurs insaturations. L'intensité des bandes augmente en fonction de degré d'insaturations. Le degré d'insaturations des acides gras libres est souvent mis en évidence par la bande  $3010\text{ cm}^{-1}$  attribuable à la vibration de valence du groupe =C-H « cis ».



## II : Résultats et discussion



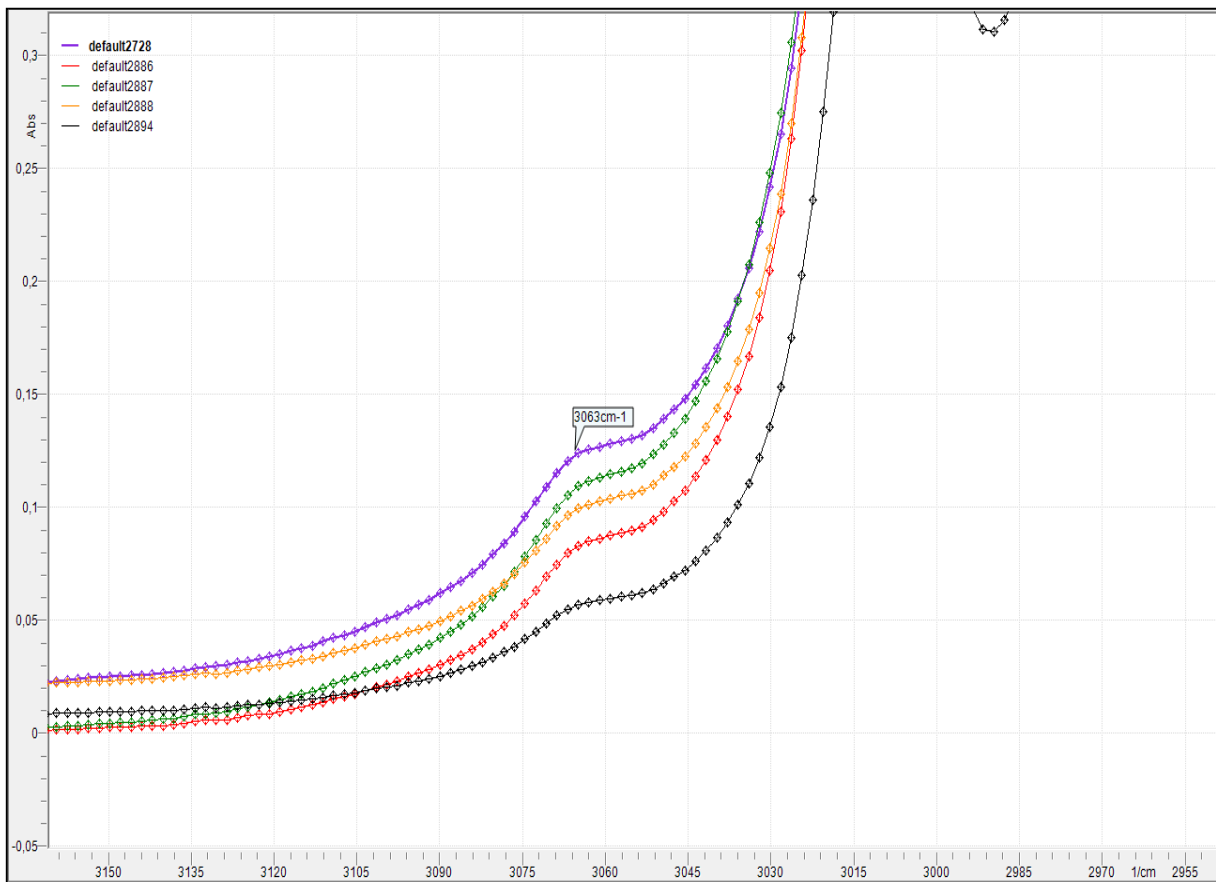
**Figure II.16** : la superposition des spectres obtenus par la spectroscopie Infrarouge.

## II : Résultats et discussion

### II-3-4 : Etude de l'évolution des spectres.

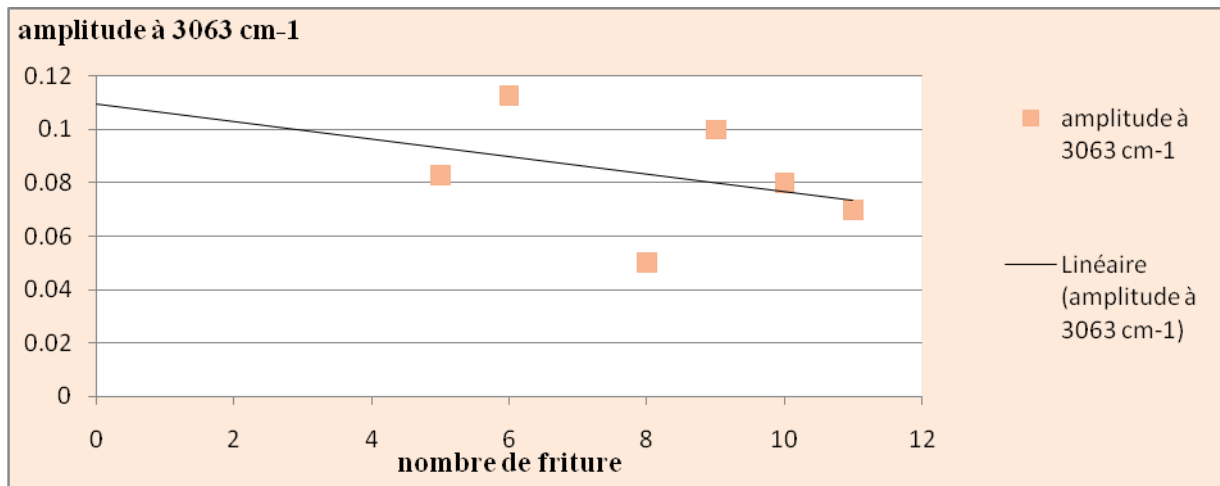
Les différences marquées sur les amplitudes enregistrées au niveau de chaque bande caractéristique sont résumées dans les figures et les graphes suivants :

**Evolution du groupement C=C « cis » et C=C « trans » :** Le spectre de l'huile chauffée lors des fritures répétées pendant 220 minutes équivalent de onze fritures, avec un refroidissement d'une journée après chaque friture qui se déroule en 20 minute a le profil d'un spectre presque sans double liaisons, tandis que l'huile chauffée pendant 120 minutes montre encore un pic de double liaison de faible intensité à  $3063\text{ cm}^{-1}$ .



**Figure II. 17 :** Zoom d'une partie du spectre à  $3063\text{ cm}^{-1}$

## II : Résultats et discussion

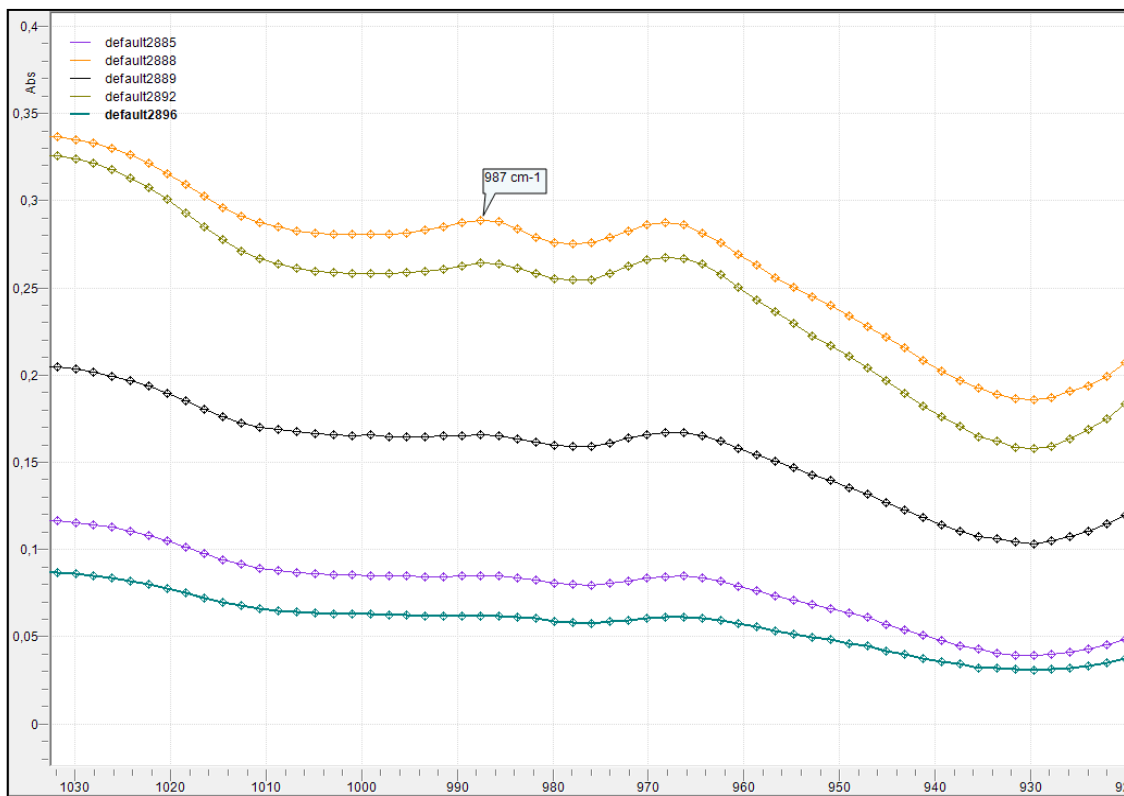


**Figure II.18** : Evolution de l'amplitude en fonction de nombre de friture à 3063 cm<sup>-1</sup>  
(voire les données : ANNEXE V, tableau 1)

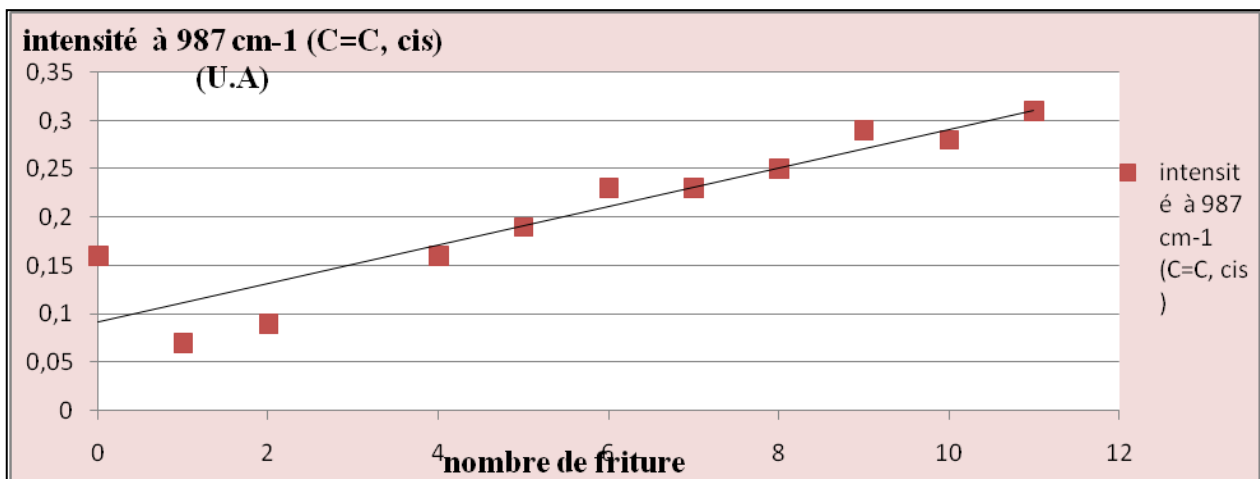
Le degré d'insaturations est représenté par un pic vers 3063 cm<sup>-1</sup> attribuable à la vibration d'élongation =C-H « cis » et par un pic vers 987 cm<sup>-1</sup>, attribuable à la vibration d'élongation du groupe =C-H « trans ». Nos spectres montrent que le pic correspond au groupe =C-H « cis » tend à disparaître après plus de dix fritures.

Ce groupe =C-H est presque stable après les premières fritures ce qui pourrait s'expliquer par la présence d'antioxydants naturels dans l'huile (vitamine E) qui limite la dégradation de l'huile au cours du chauffage.

## II : Résultats et discussion



**Figure II.19** : Zoom d'une partie du spectre à 987 cm<sup>-1</sup>

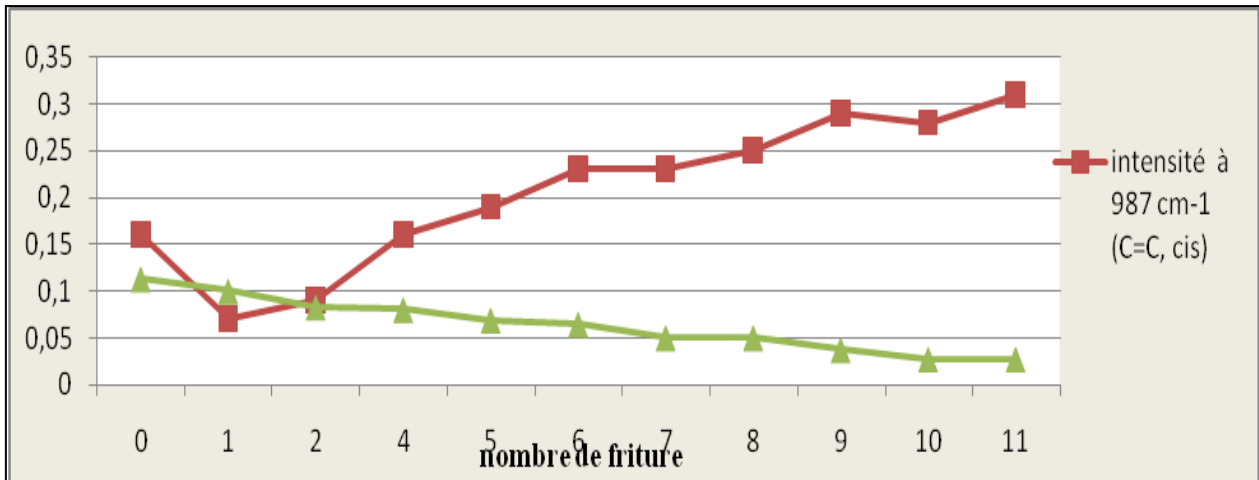


**Figure II.20** : évaluation d'absorbances à 987 cm<sup>-1</sup>

On peut constater que l'intensité d'absorbance correspond à la bande de vibration 987 cm<sup>-1</sup> du groupe =C-H « trans » augmente au cours du chauffage, en est fait l'huile ne contient pas d'isomères « trans » au début de friture. Il commence à se former après quelques minutes de chauffage se qui se produit au moment ou le groupe « cis » commence à se dégradé.

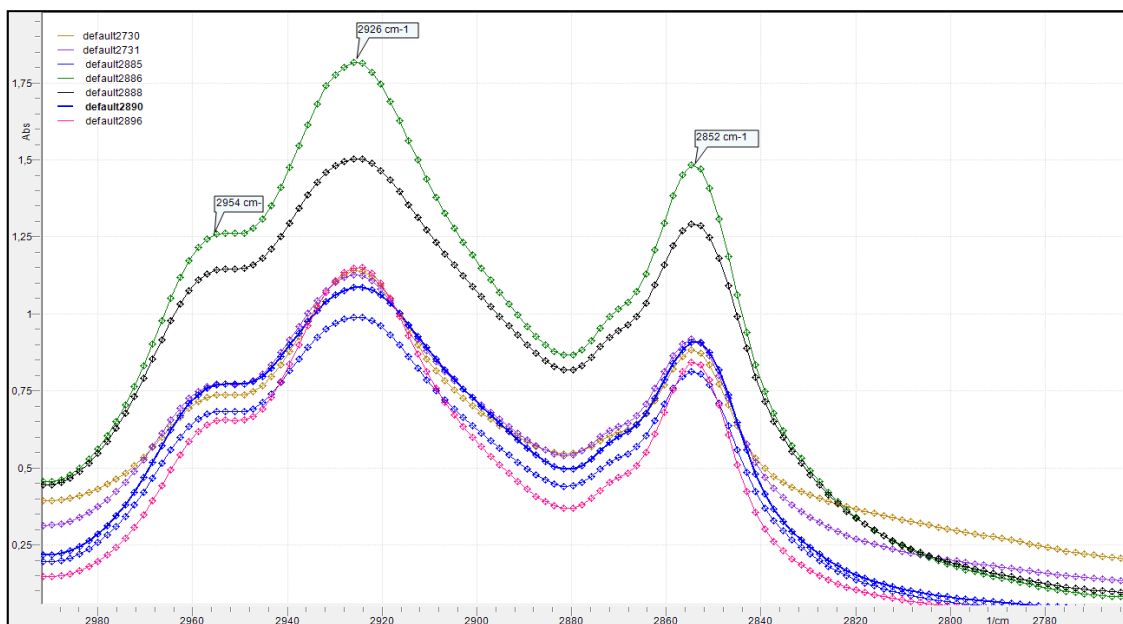
## II : Résultats et discussion

Nous constatons qu'après, quelques minutes, plus le nombre de friture augmente, plus la quantité d'isomère « trans » dans l'huile augmente ce qui signifie que la quantité de l'isomère « cis », diminue.



**Figure II.21** : Relation entre la disparition du groupement C=C « cis » et la formation du groupement C=C « trans »

**Evolution des groupements CH<sub>2</sub> et CH<sub>3</sub>** : Nous constatons une évolution d'intensité des bandes d'absorption dans les régions 2926 cm<sup>-1</sup> et 2852 cm<sup>-1</sup>, qui correspond aux vibrations d'élongations asymétrique et symétrique du groupe CH<sub>2</sub> des huiles, la figure montre l'augmentation de ces bandes au cours des fritures. Ceci pourrait résulter d'une diminution progressive de la longueur de chaîne carbonée des acides gras de l'huile. Le pic attribue vers 2954 cm<sup>-1</sup> des vibrations asymétriques du groupe CH<sub>3</sub> suit la même évolution d'intensité.

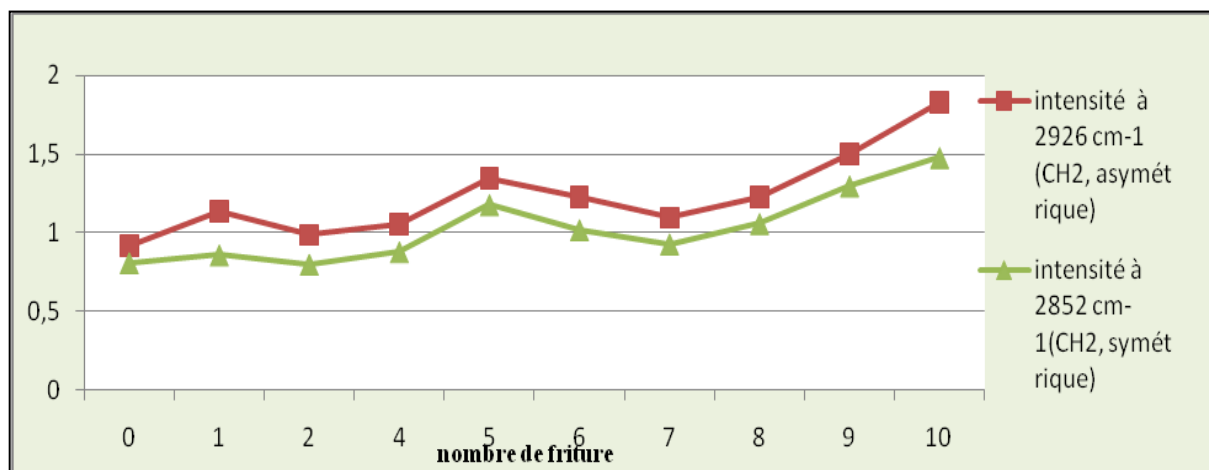


**Figure II.22** : Augmentation de l'intensité d'absorbance des groupes: CH<sub>2</sub> à 2926 cm<sup>-1</sup> et à 2852 cm<sup>-1</sup>, CH<sub>3</sub> à 2954cm<sup>-1</sup> dans l'huile Elio au cours des fritures.

## II : Résultats et discussion

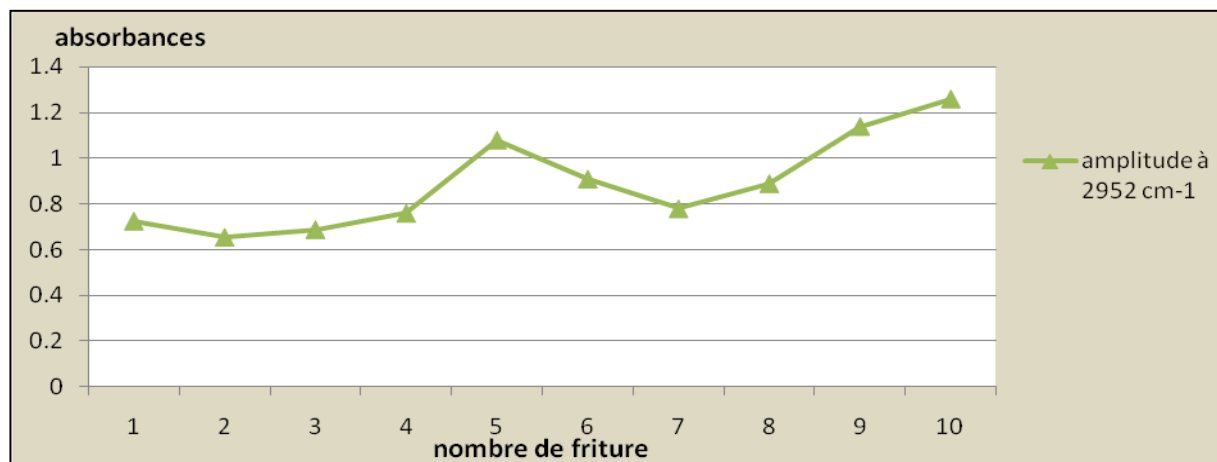
Cette figure indique que les relations entre les bandes de vibration d'élongation asymétrique à  $2926\text{ cm}^{-1}$  ou symétrique à  $2852\text{ cm}^{-1}$  et la bande de vibration du groupe  $=\text{C-H}$  "cis" à  $3009\text{ cm}^{-1}$  ne sont pas linéaires, mais monotones croissantes.

L'augmentation de l'intensité d'absorbance de la bande de vibration asymétrique de  $\text{CH}_2$  à  $2926\text{ cm}^{-1}$ , *figure II.23* et *figure II.25* durant la friture présente la même allure que l'augmentation de l'intensité d'absorbance de la bande de vibration symétrique du groupe  $\text{CH}_2$  à  $2852\text{ cm}^{-1}$  *figure II.23* et *figure II.26*.



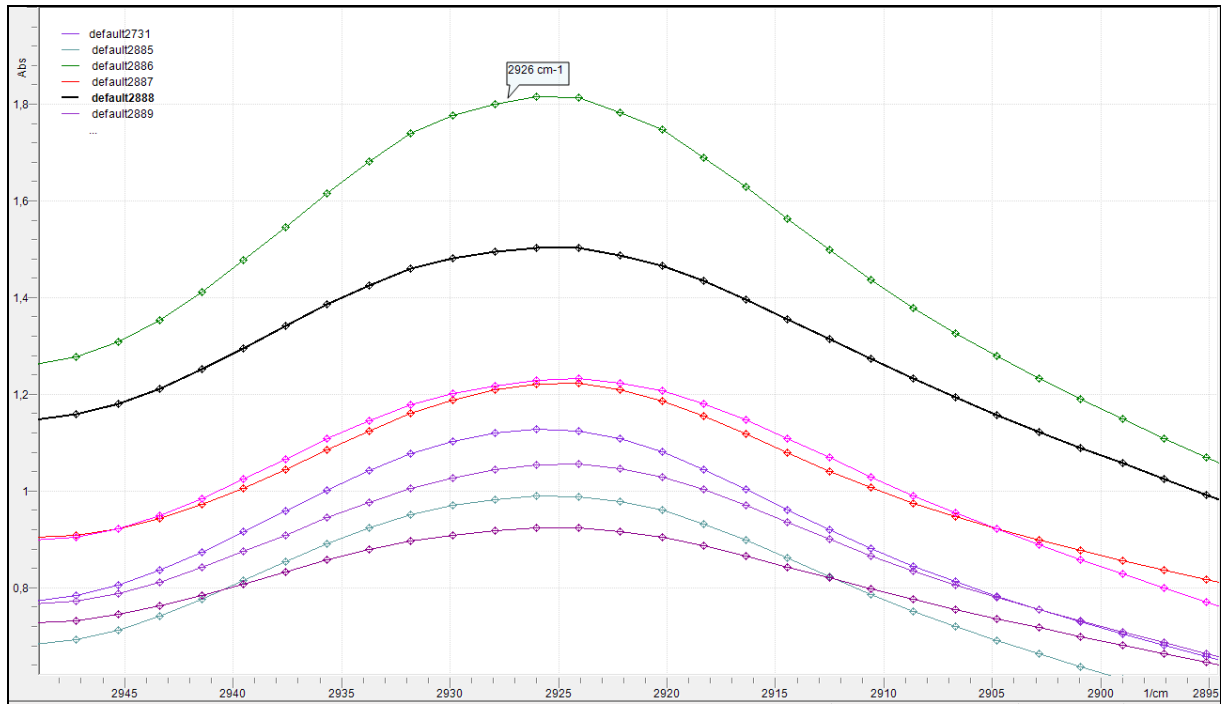
**Figure II.23 :** Evolution d'absorbances en fonction du nombre de friture du groupement  $\text{CH}_2$  à  $2926\text{ cm}^{-1}$  et  $2852\text{ cm}^{-1}$

On remarque aussi une augmentation de l'intensité d'absorbance de la bande de vibration asymétrique de  $\text{CH}_3$  à  $2954\text{ cm}^{-1}$ , durant la friture les trois pics présentent la même allure *figure II.24* et *figure II.27*. (Données des graphes sont résumées dans l'annexe V)

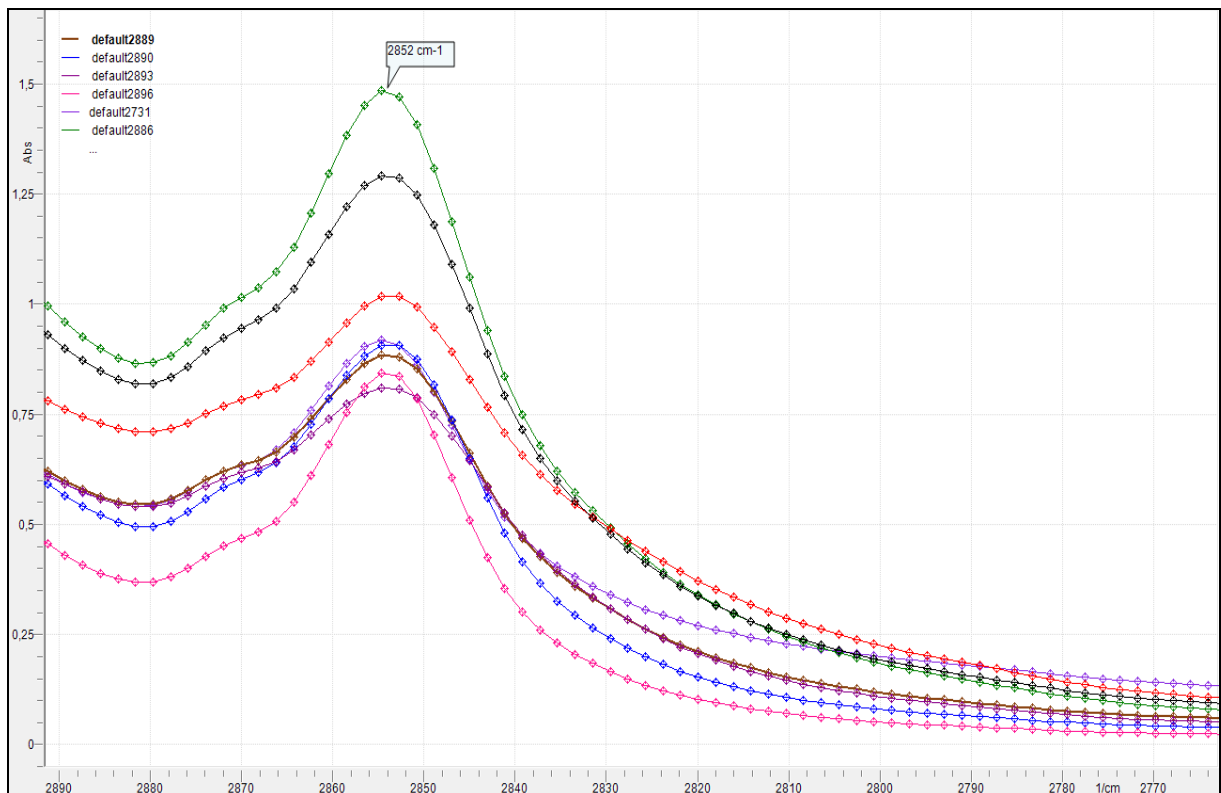


**Figure II.24:** Augmentation d'absorbance de vibration de  $\text{CH}_3$  à  $2954\text{ cm}^{-1}$  en fonction de nombre de friture.

## II : Résultats et discussion

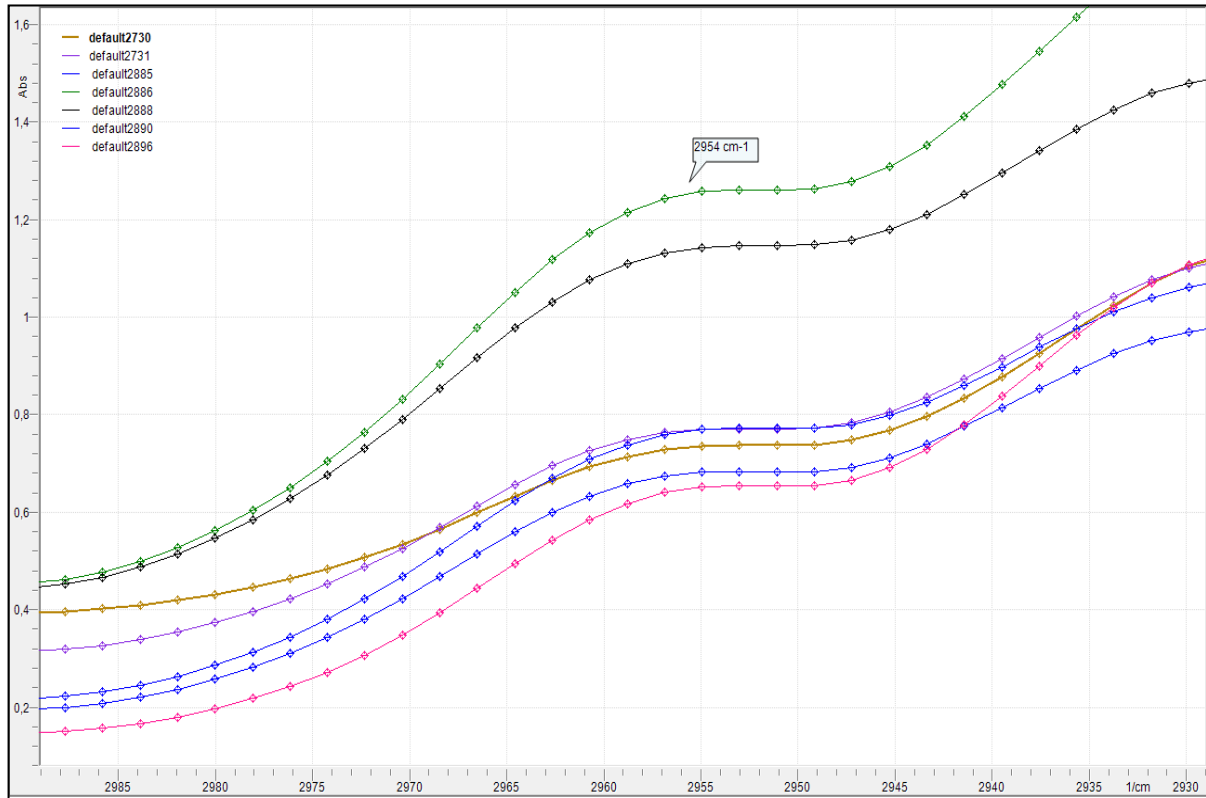


**Figure II.25 :** augmentation d'intensité de l'absorbance de vibration d'élongation asymétrique de CH<sub>2</sub> à 2926 cm<sup>-1</sup> lors de friture.



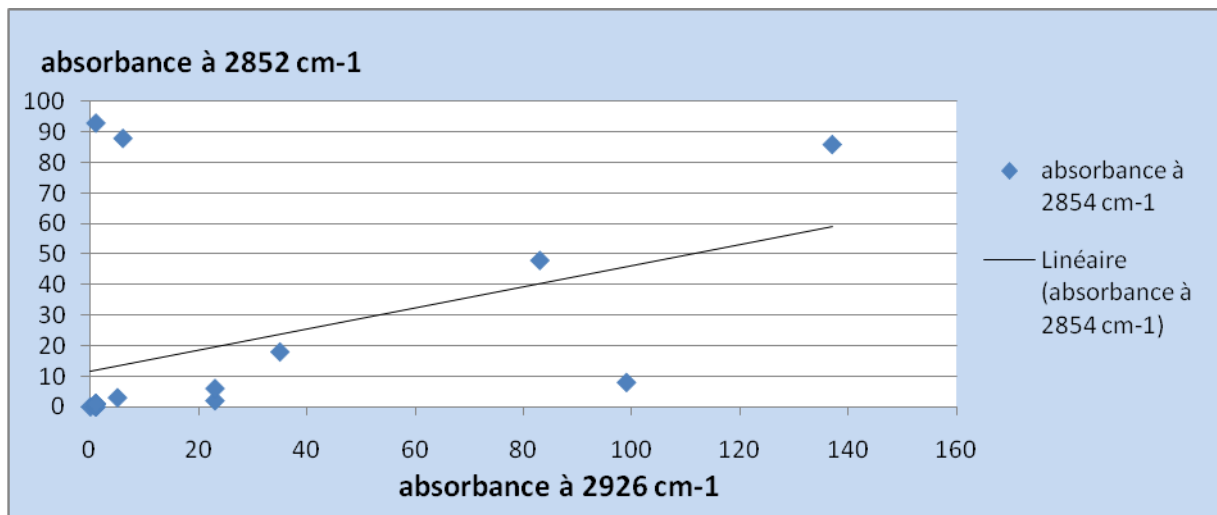
**Figure II.26 :** augmentation d'intensité de l'absorbance de vibration d'élongation symétrique de CH<sub>2</sub> à 2852 cm<sup>-1</sup> lors de friture.

## II : Résultats et discussion



**Figure II.27** : augmentation d'intensité de l'absorbance de vibration d'élongation asymétrique de CH<sub>3</sub> à 2954 cm<sup>-1</sup> lors de friture.

Une corrélation presque linéaire et satisfaisante a été trouvée entre les intensités d'absorbance de ces deux pics pendant la friture.

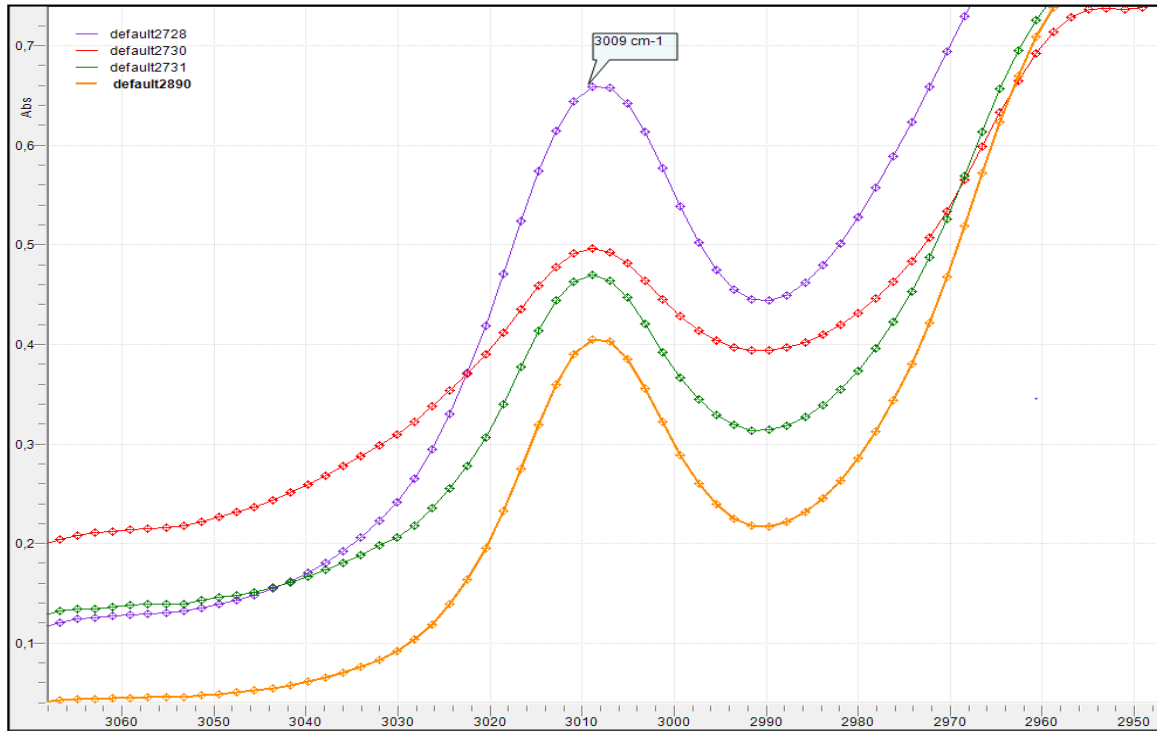


**Figure II.28** : Relation entre les intensités d'absorbance des bandes de vibration d'élongation asymétrique et symétrique à 2852 cm<sup>-1</sup> et 2926 cm<sup>-1</sup> du groupe CH<sub>2</sub>, respectivement.

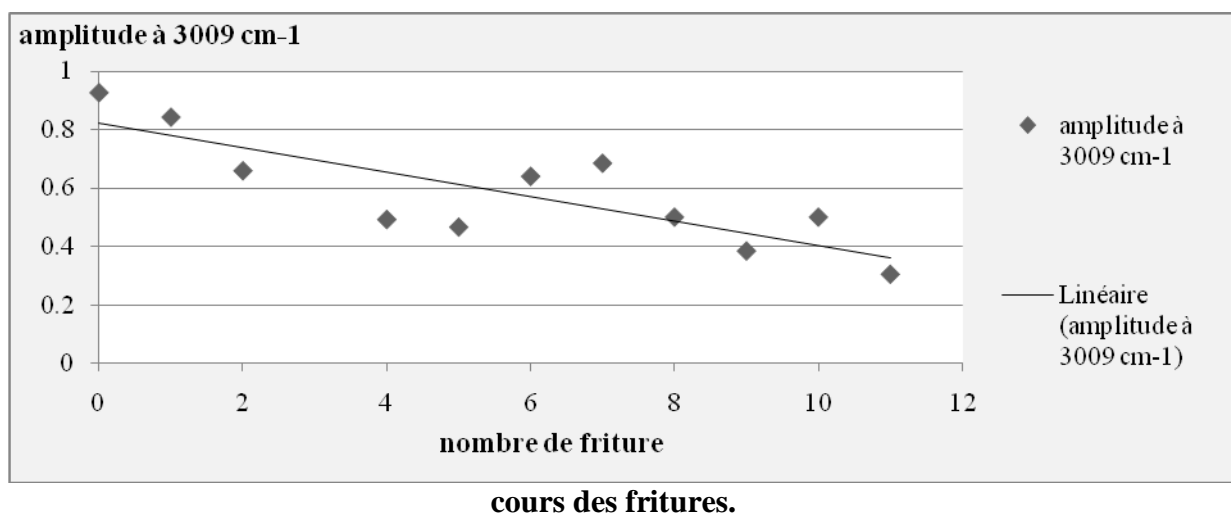


## II : Résultats et discussion

**Etude de la gamme  $3009\text{ cm}^{-1}$**  : Les changements les plus caractéristiques de la structure des lipides pendant l'oxydation sont : la perte des insaturations qui dû à l'attaque de l'oxygène qui provoque des réactions chimiques successives. On peut observer ce processus au niveau des bandes suivantes,  $3009\text{ cm}^{-1}$ ,  $3014\text{ cm}^{-1}$ ,  $1269\text{ cm}^{-1}$ . Expliquer par une diminution progressive des intensités correspond à ces bandes, la **figure II.29**, et la **figure II.30**, montrent la diminution de l'intensité à  $3009\text{ cm}^{-1}$  durant la friture.



**Figure II.29** : Zoom d'une partie du spectre à  $3009\text{ cm}^{-1}$ , diminution d'absorbance au

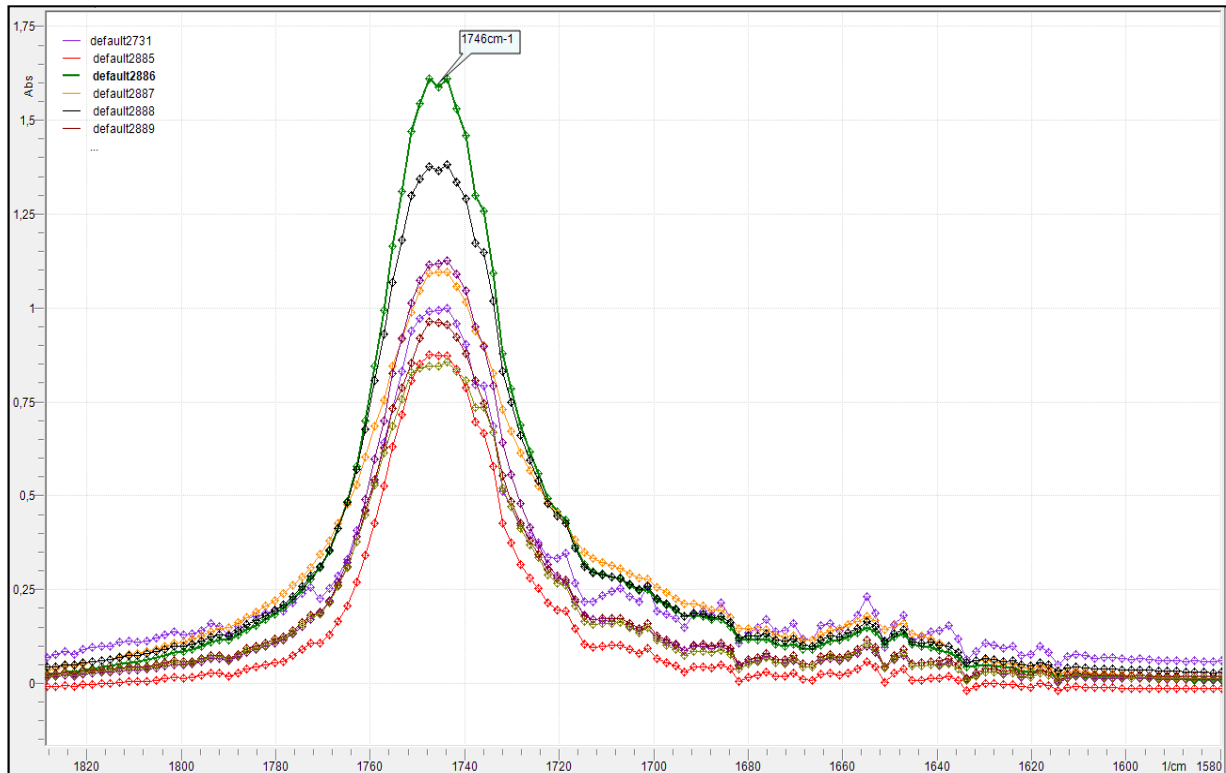


cours des fritures.

**Figure II.30** : diminution de l'intensité d'absorbance à  $3009\text{ cm}^{-1}$  au cours des fritures.

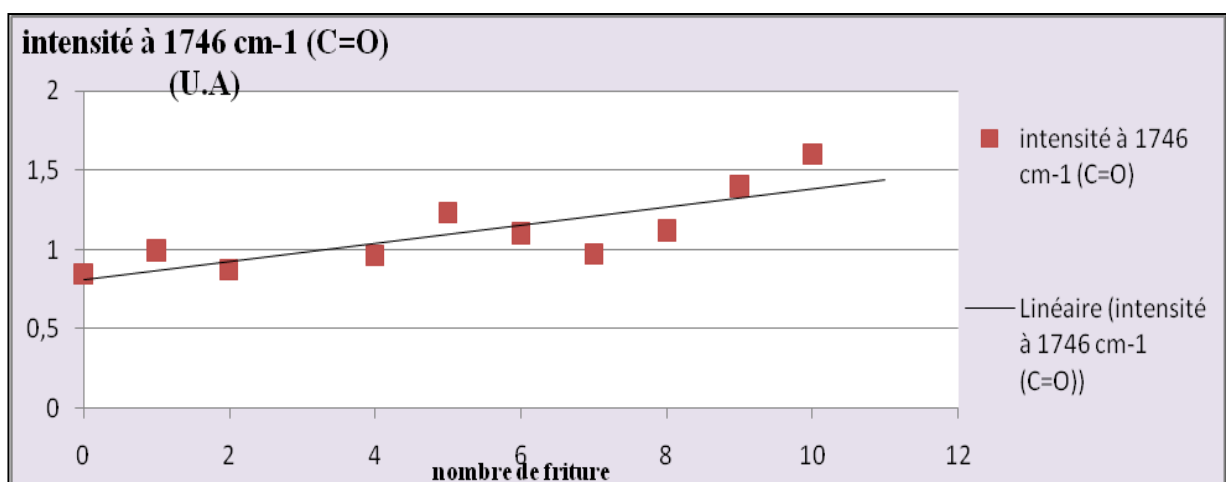
## II : Résultats et discussion

**Evolution du groupement carbonyle C=O** : l'intensité du pic est inversement proportionnel au nombre d'atome de carbone ou la longueur de la chaîne.



**Figure II.31** : Zoom d'une partie du spectre à 1746 cm<sup>-1</sup> qui correspond au groupement carbonyle.

Nous observons que la vibration des groupes carbonyles augmente au cours des fritures, cet effet serait lié au degré d'oxydation de l'huile et la longueur des chaînes carbonées.

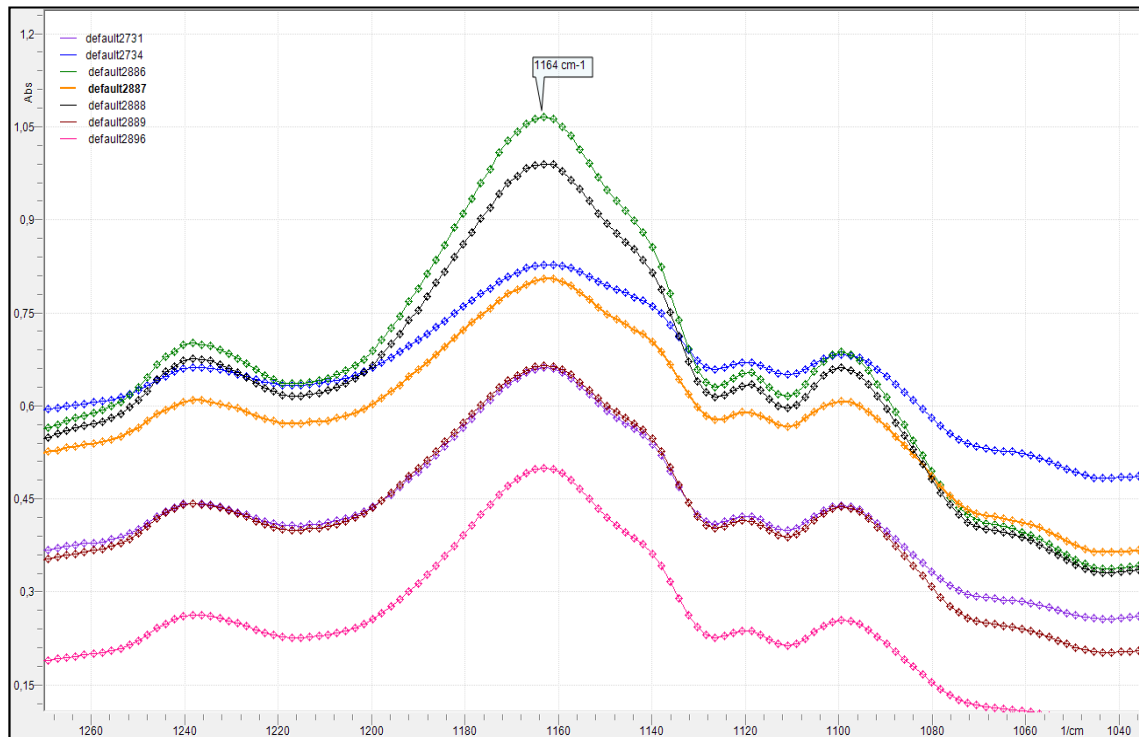


**Figure II.32** : augmentation de l'intensité d'absorbance au cours de friture à 1746 cm<sup>-1</sup>

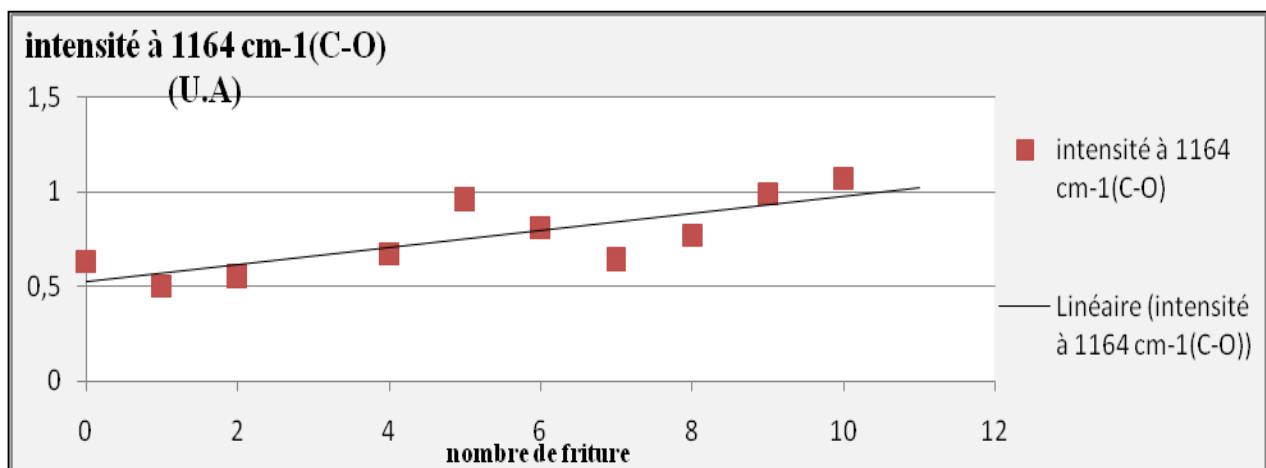
## II : Résultats et discussion

**Evolution du groupement C-O :** Dans la région des basses fréquences, une bande liée à la vibration du groupe ester C-O est observé autour de  $1164\text{ cm}^{-1}$ .

L'intensité d'absorbance de cette bande augmente au cours du chauffage, donc cette augmentation est liée au degré d'oxydation et la longueur de la chaîne carbonée.



**Figure II.33 :** Variation de l'intensité d'absorption du groupement C-O au cours de friture à  $1164\text{ cm}^{-1}$ .



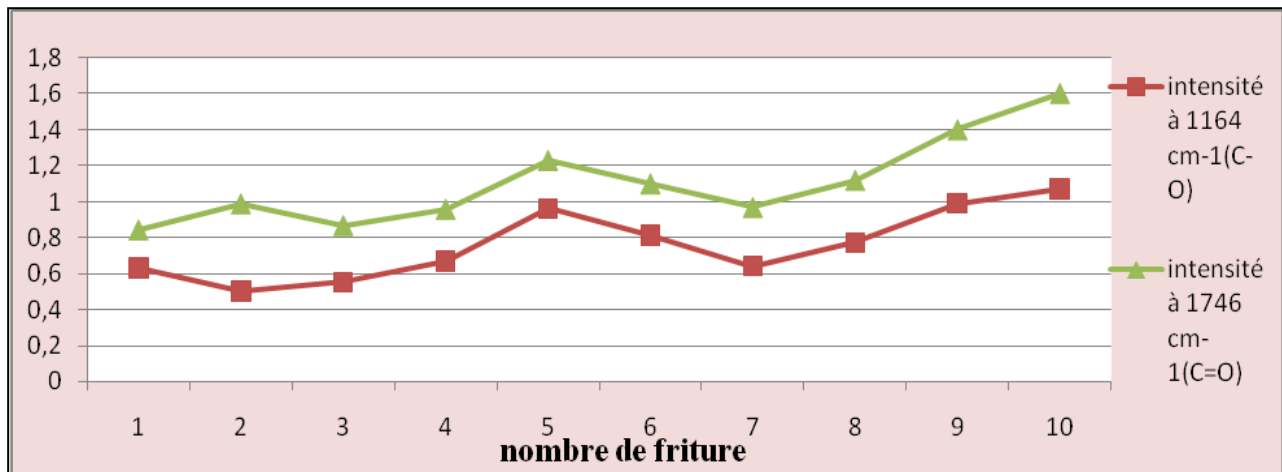
**Figure II.34 :** Évaluation d'amplitude à  $1164\text{ cm}^{-1}$

## II : Résultats et discussion

La concentration de C=O et C-O augmente dans l'huile au cours des fritures. Nous observons qu'après quelques minutes les pics esters augmentent au cours des fritures avec des pentes comparables.

Les deux groupes ont un comportement similaire pendant toute la durée de friture. Le pic du C=O de triglycéride à  $1746\text{ cm}^{-1}$  augmente après les premières fritures, un décalage est observable pour la bande de vibration du groupe C=O de  $1746\text{ cm}^{-1}$  à  $1739\text{ cm}^{-1}$  ce qui peut être expliqué par la formation d'esters plus petits lors des fritures.

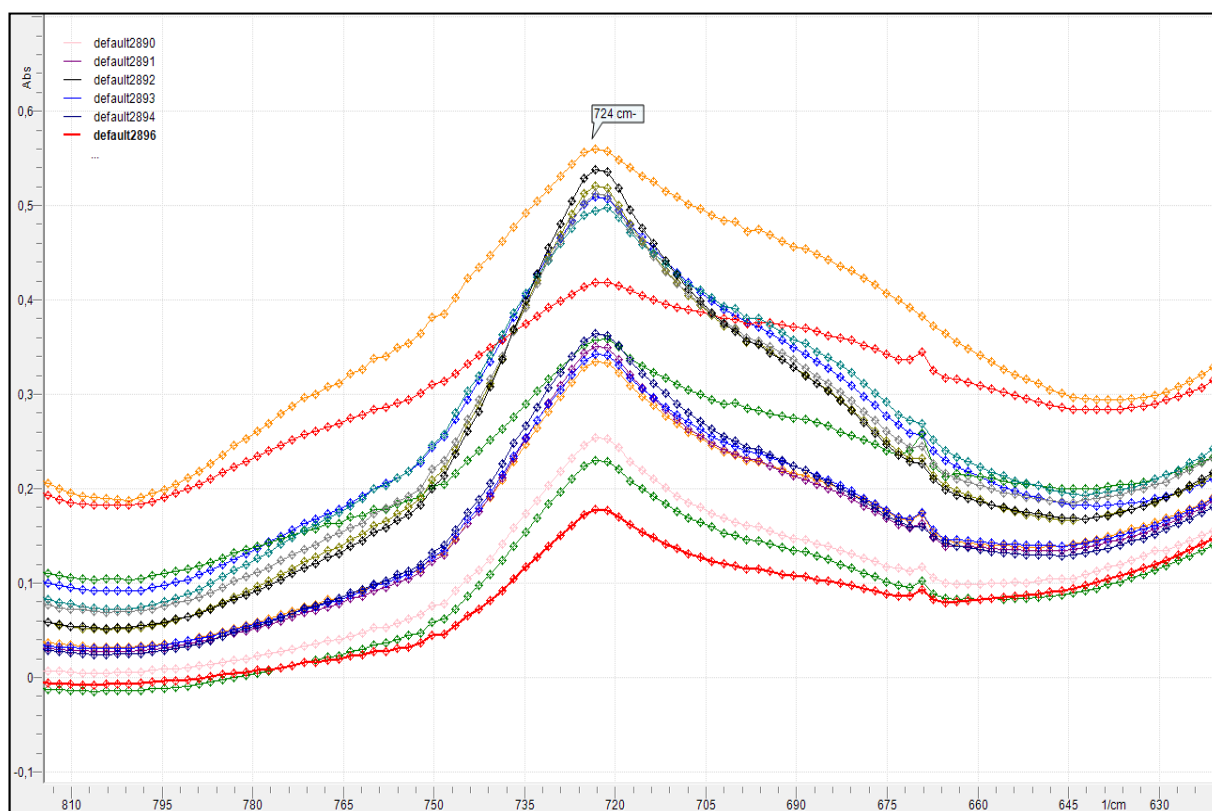
Donc ceci nous permet de constater également un changement du spectre autour de  $1739\text{ cm}^{-1}$ . En effet, les hydro peroxydes se dégradent et donnent des aldéhydes et des cétones qui absorbent vers  $1728\text{ cm}^{-1}$  ainsi que les éthers R-O-R qui absorbent entre  $1150-1070\text{ cm}^{-1}$ , voire *la figure II.35*.



**Figure II.35 :** Comportement similaire suivi par les groupements C=O et C-O aux cours des fritures

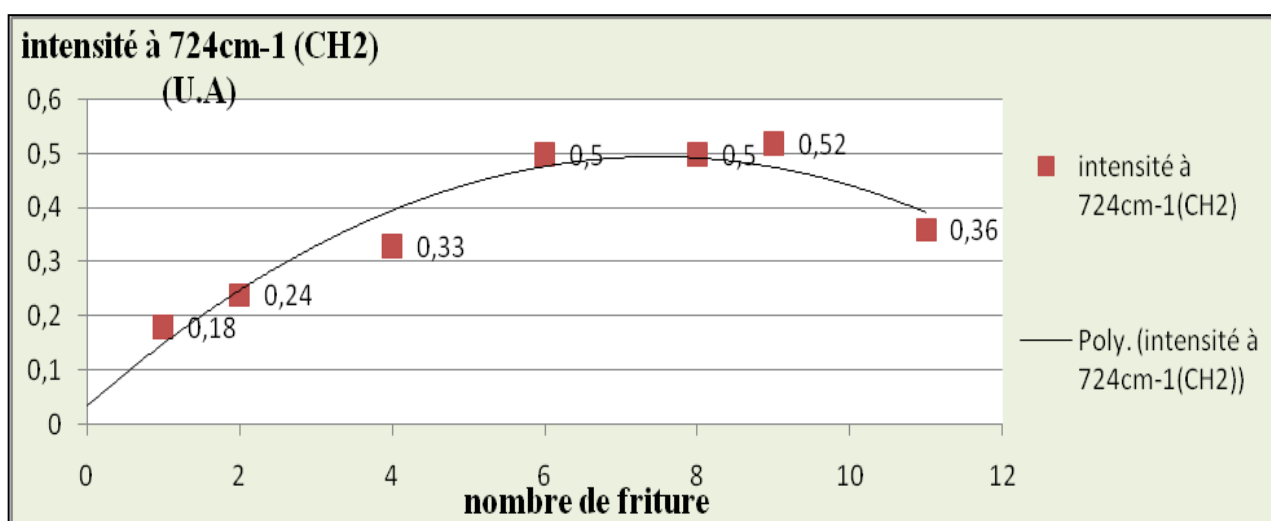
*Etude de la zone  $724\text{ cm}^{-1}$*  : présente une évolution d'une intensité qui peut être mise en relation avec la longueur de la chaîne et le degré d'oxydation. Plus le taux de chauffage de l'huile augmente plus la chaîne carbonée devient courte et donc plus l'intensité d'absorbance de cette bande diminue.

## II : Résultats et discussion



**Figure II.36** : Zoom d'une partie du spectre à une fréquence de  $724 \text{ cm}^{-1}$

Un décalage de se pic de  $716 \text{ cm}^{-1}$  à  $724 \text{ cm}^{-1}$  est observé dans cette huile au cours des fritures, il peut être dû à la formation d'acides gras de longueurs de chaînes plus courtes dans l'huile chauffée. Ce résultat nous ramène à conclure que : l'intensité d'absorbance de cette bande est proportionnelle aux nombres d'atomes de carbones.



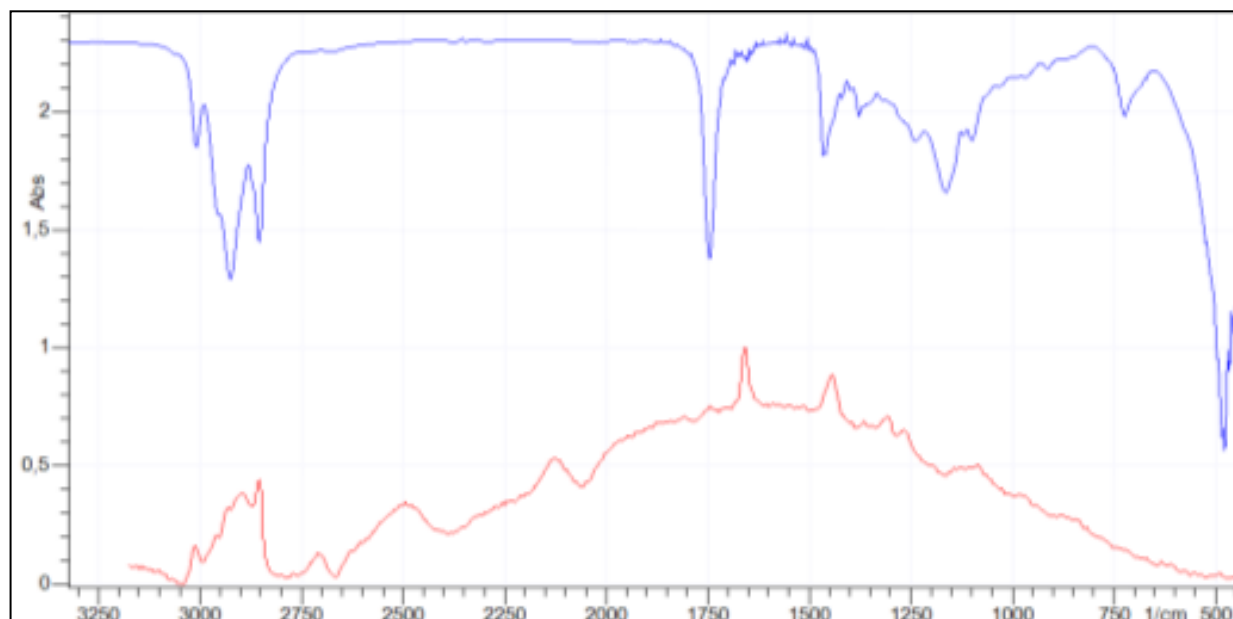
**Figure II.37** : Variation de l'intensité d'absorbance du groupe  $\text{CH}_2$  à  $716\text{-}724 \text{ cm}^{-1}$

## II : Résultats et discussion

La figure illustre une augmentation d'intensité d'absorbance de la déformation du groupe  $\text{CH}_2$  à  $716 \text{ cm}^{-1}$  pendant les premières fritures, puis à partir la sixième friture, cette intensité diminue jusqu'à la dernière friture à  $724 \text{ cm}^{-1}$ .

### II-4 : Etude comparative entre les analyses obtenues par la spectroscopie RAMAN et la spectroscopie TF-IR.

Une étude comparative entre deux spectres RAMAN et IR est très importante, afin de découvrir quelles sont les différences existantes entre eux.



**Figure II.38** : superposition de deux spectres de l'huile de friture, avec le bleu correspond à un spectre IR et le rouge correspond à un spectre RAMAN.

La figure II.38 : présente une superposition de deux spectres de l'huile de friture : en bleu un spectre IR avec des bandes d'absorption de diverses intensités et un spectre de RAMAN en rouge qui représente des bandes de dispersion de différentes intensités.

D'après ces résultats, on remarque que l'IR a donné des résultats plus satisfaisants que le RAMAN, vu que nous n'avons pas fini toutes nos mesures avec le spectromètre Raman, comme les deux techniques ont leurs similitudes et leurs dissimilitudes car :

L'huile de friture contient des acides gras « trans » et par conséquent les spectres RAMAN montrent la dispersion de la bande qui correspond à ce groupe fonctionnel.

Dans le spectre IR les groupes polaires ( $\text{C}=\text{O}$ ), ont une forte intensité tandis que les groupes non polaires ( $\text{C}=\text{C}$ ) montrent des bandes intenses dispersées dans le spectre de RAMAN.

## *II : Résultats et discussion*

---

Le groupement C-H a des bandes fortes et intenses dans la région  $2900\text{ cm}^{-1}$  à  $2800\text{ cm}^{-1}$  dans l'infrarouge et dans le RAMAN, mais avec une forte intensité dans l'IR.

Alors que le bout droit à  $1745\text{ cm}^{-1}$  qui correspond au groupement C=O a une absorbance très intense dans l'infrarouge, mais celui-là, représente une bande de faible intensité dans le spectre de RAMAN.

L'étirage de C=C « cis » à  $1650\text{ cm}^{-1}$  dans les spectres IR était faible contrairement à ce qui est montré dans le spectre RAMAN : une bande forte et intense.

On ne pourrait pas observer clairement les bandes qui correspondent au groupement C-O probablement peut être dû aux chevauchements d'une bande beaucoup plus large et grande tout près à  $1164\text{ cm}^{-1}$ .

Aux alentours de  $960\text{ cm}^{-1}$ , les échantillons de l'huile de friture et même celui à l'état frais montre des bandes de faibles intensités dans les deux spectres (IR et RAMAN).

Vers  **$2750\text{ cm}^{-1}$  à  $1700\text{ cm}^{-1}$**  : c'est la zone qui correspond aux triples liaisons ce qui explique la linéarité que montre le spectre de l'IR et les bandes qui apparaissent dans le spectre RAMAN peut être expliqué par la présence d'impuretés.

## ***II : Résultats et discussion***

---

### ***Conclusion***

Les principaux facteurs impliqués dans la dégradation des lipides aux cours de la friture sont : la température, la pression partielle en oxygène et les graisses dégagées par l'aliment dans le bain de friture plus l'eau. Vu que dans notre cas l'aliment ne contient pas de graisses (pomme de terre). Ce facteur peut être exclu dans ce cas [12, 18,45, 100, 102].

Une élévation de température favorise l'oxydation des lipides et la concentration de l'oxygène dans l'espace environnant le produit lui-même influence sur la vitesse de l'oxydation des lipides.

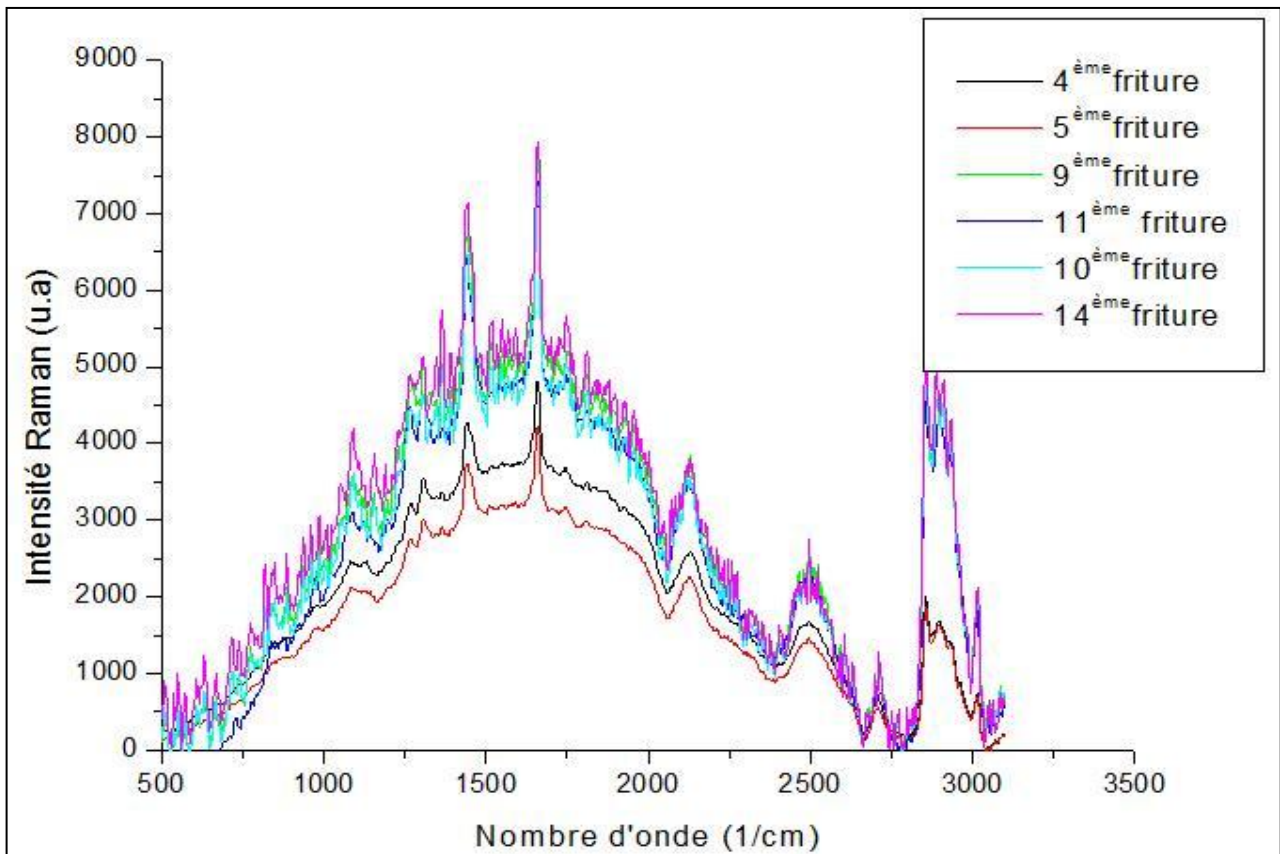
La pomme de terre contient un certain pourcentage d'humidité, la présence de la chaleur dans le bain de friture vaporise l'eau : c'est l'hydrolyse des lipides.

Ces diverses réactions chimiques conduites officiellement à la formation des nouveaux produits qui s'accumulent après une succession de friture, pour devenir toxique au consommateur [1, 109].

Le brunissement des huiles de friture peut être dû à la formation des substances macromoléculaires, résultant de l'interaction des produits carbonylés avec les fonctions amines des protéines de la pomme de terre. Comme il se peut que ces substances résultent de la décomposition de substances colorante naturelle présentée dans l'huile originale. Telle les caroténoïdes qui s'oxydent pendant la friture et donnent des composés responsables de la couleur brune des huiles. [1, 21, 66, 85, 109-112]



## II : Résultats et discussion



**Figure II.39 : la superposition des spectres obtenus par la spectroscopie RAMAN.**

On mentionne qu'on a utilisé quelques livres et des articles comme références pour confirmer la justesse de nos résultats et sont signalés dans la partie références bibliographiques qui sont : **[101, 103, 105-107, 109-114]**.

Pour les schémas qu'on a zoomé sous figures différentes, c'est toujours l'intensité en fonction des fréquences.

### **Les spectres**

Les spectres RAMAN, sont des tests que M. *MOSTEFAOUI* a fait, pour plus d'informations revoir le rapport fait sur ces spectres en 2011 par M. *MOSTEFAOUI* toujours.

Les spectres INFRAROUGE, sont des tests aussi mais on va vous faire une correspondance dans le tableau ci-dessous :

## II : Résultats et discussion

---

<i>Nom par défaut</i>	<i>Nom de friture</i>
Default 2893	0
Default 2896	1
Default 2885 ou 2728	2
Default 2889 ou 2730	4
Default 2892 ou 2731	5
Default 2887	6
Default 2890 ou 2734	7
Default 2891	8
Default 2888	9
Default 2886	10
Default 2894	11

Tous les graphes sont obtenus sur l'Excel et les données sont résumées dans les *annexes IV, V*.

# *Conclusion et perspectifs*

## Conclusion et perspectives

---

Au cours de notre modeste étude sur l'altération des huiles végétales (huile « Elio » produit par « Cevital ») et au cours des fritures profondes et répétées, en explorant le potentiel de la spectroscopie IR et RAMAN comme approches rapides pour estimer la qualité de l'huile à l'état frais et au cours des fritures. Ces deux méthodes d'analyses ont montré l'effet du chauffage sur la qualité de l'huile et nous ramène à des résultats qui nous aident à atteindre les conclusions suivantes :

L'altération de l'huile augmente en fonction de nombre de friture c'est-à-dire, elle devient instable. Ceci est prouvé par les méthodes d'analyses qu'on a utilisées et voici les résultats :

- La diminution des longueurs de chaîne carbonées dans les huiles au cours des fritures.
- Augmentation du taux d'estérification et qui est indicatif d'une augmentation du degré d'oxydation de l'huile.
- Une augmentation de la quantité de l'isomère « trans » et une diminution de la quantité de l'isomère « cis ».

L'huile qu'on a choisie pour la friture est de bonne qualité, de point de vu physico-chimiques.

Renouvellement de l'huile toutes les dix utilisations.

Pour conserver au bain de friture toutes leurs qualités durant le processus de friture, il est important de suivre quelques précautions d'usages : [73, 80]

- Le choix de l'huile.
- Température optimale 180 °C.
- Ne pas charger le bain de friture en aliments.
- Chauffage de l'huile environ de dix minutes avant qu'on mit l'aliment dedans.
- Le sel mit avant la cuisson favorise la déshydratation et augmente l'absorption de la
- Matière grasse, alors, il faut saler après cuisson.
- Filtration de l'huile ainsi que le nettoyage du bain après chaque friture.
- Il est interdit d'ajouter de l'huile fraîche à l'huile de friture usagée.
- Eviter d'atteindre le point de fumer.

Afin de caractériser l'influence du traitement thermique sur la composition et la qualité de l'huile de friture, nous nous sommes tournés vers autres techniques spectrales qui sont la spectroscopie IR et RAMAN.

Lors du chauffage, on observe une apparition des hydro-peroxydes, plus ou moins rapide selon la température, ceux-ci étant très sensibles à la température. Des composés polymères et des aldéhydes se forment probablement pendant la dégradation des hydro-peroxydes. Ces réactions expliquent les modifications physiques et organoleptiques des huiles au cours du chauffage. [115-118]

Néanmoins, pour la suite des études, il serait intéressant et judicieux de compléter ce travail avec d'autres études telles que :

## *Conclusion et perspectives*

---

- 1- Elargir l'échantillonnage des huiles à tester afin d'arriver à détecter les structures des composés volatils qui vont former au cours des fritures exemple : acrylamide.
- 2- Etudier l'altération de l'huile de cuisson d'autres aliments comme les poissons pour effectuer une étude comparative entre celui-ci et l'huile de friture de pomme de terre.
- 3- Evaluer et juger la qualité des graisses et des huiles de friture dans les établissements collectifs, en déterminant le taux des produits d'altération (composés polaires et acides gras « trans ») dans ces produits.
- 4- Etudier les facteurs influençant la stabilité oxydative des huiles au cours des fritures.
- 5- Evaluation de l'impact des produits d'altération des huiles chauffées sur la santé humaine.
- 6- Utilisation d'autres méthodes d'analyses, telle que la CPG ; mesure de la disparition des substrats de la réaction d'oxydation, c'est-à-dire suivre la teneur en acides gras au cours du temps.
- 7- Application de la spectroscopie Raman pour avoir plus d'information sur la qualité d'huile végétale au cours du chauffage. Une telle étude pourrait être réalisée in situ dans une friteuse, grâce à une sonde à fibre optique.
- 8- Détermination d'un modèle universel permettant de prédire la qualité d'une huile, quelque soit cette dernière.
- 9- Mettre et étudier un Système de Contrôle de l'Oxydation qui Prolonge la Durée de Conservation des Huiles de Friture : exemple Vitiva (C'est une formule liquide entièrement naturelle pouvant être facilement ajoutée au bac de l'huile de friture).
- 10- Concevoir des instruments qui peuvent détecter d'une manière rapide l'état de dégradation de l'huile de friture.

*Références*  
*Bibliographiques*

## *Références bibliographiques*

---

- [1] : **GRAILLE J., et al**, « Corps gras alimentaires : aspects chimiques, biologiques et nutritionnels », In : « Lipides et corps gras alimentaires », Editions : techniques et documentations et la collection : sciences et techniques agroalimentaires, Lavoisier, 2003, pp : 1-37, ISBN : 2-7430-0594-7.
- [2] : **IFFIS A., KASMI S.**, « Etude d'évolution des indices de qualité des huiles raffinées (Soja et Palme) au cours de leur stockage au sein du complexe Cevital.: Mémoire fin decycle, université de Bejaia (2007- 2008).
- [3] : **DE KOCK J., et al** « Développements récents en matières de raffinage et de modifications : élimination des contaminants dans les huiles alimentaires et réduction du taux d'acides gras « trans » », Oléagineux Corps Gras Lipides (OCL), 2005, Vol 12. N° 5-6, pp : 378-384.
- [4] : **BOUAZZA F., et al**, « l'utilisation des ultrasons pour l'évaluation de l'huile de friture », article, université Ibn Zohr, BP 8106 Dakhla, Agadir-Maroc, avril 2010.10ème Congrès Français d'Acoustique. Lyon, 12-16 – Avril- 2010.
- [5]: **ENGELSEN S B.**, « Explorative Spectrometric Evaluations of Frying Oil Deterioration », J. Amer. Oil Chem. Soc. 1997 **74**:1495-1508.
- [6]: **PERRIN J.L et al** : « Etude analytiques approfondies d'huiles chauffées : techniques et essais préliminaires ». Revue Française des corps gras, 32<sup>ème</sup> année, N°4, avril 1985.
- [7] : **GORNAY J.**, « transformation par voie thermique de triglycérides et d'acides gras. Application a la valorisation chimique des déchets lipidiques », thèse doctorat, école doctorale RP2E, E.N.S.I.C. – NANCY, Département de chimie physique des réactions, Génie des procédés, 2006.
- [8] : **JACOTOT B. et LE PARCO J. C**, « Nutriments », In : "nutrition et alimentation", Ed : Masson, Paris, 1992, pp : 42-51, ISBN : 2-225-82531-9.
- [9] : **FRENOT M., VIERLING E.**, « Les lipides, les vitamines in biochimie des aliments diététiques du sujet bien portant », 2<sup>nd</sup> Ed : Doin, 2001, pp : 83, 84, 88, 91, 96,102, 104, 190.
- [10] : **Anonyme 1**, « Information générale sur les corps gras », Description et nomenclature, composition principales, altération subie par les corps gras, 2002.
- [11] : **LINDIN G., et al**, Cours, « Biochimie Alimentaire », 6<sup>e</sup> édition de l'abrégé. Ed : DUNOD, Paris, 2008. ISBN : 978-2-10-051930-9.
- [12] : **Laurent M., et al**, Cours, « Biochimie Alimentaire », 5<sup>e</sup> édition de l'abrégé. Ed: DUNOD, Paris, 2003. ISBN: 978-2-10-051930-9.
- [13] : **LINDEN.G, LORIENT.D**, « Biochimie agro-industrielle : valorisation de la production agricole», 1994.

## *Références bibliographiques*

---

- [14] : **LOUISOT P.**, « Biochimie », Générale et médicale structurale, métabolique sémiologique, « Vitamines et enzymes, lipides et dérivés isopréniques, protéines ». 2<sup>ème</sup> Ed: Simep, 1980, volume 2, pp : 259 - 290.
- [15] : **HERRERO D., ETIENNE G.**, « Les nouvelles influences dans les métiers de l'Alimentation ou comment les apports scientifiques donnent aux Métiers de l'Alimentation de nouvelles opportunités en matière de formation et de professionnalisation ».document en cours de construction, octobre 2009.
- [16] : **HENNEN G.**, « Biochimie », Ed : DUNOD. Paris, 2006, pp : 135
- [17] : **NAUDET M., SOULIER O., FARINES M.**, « Principaux constituants chimiques des corps gras », In « Manuel des corps gras », Tome 1, Ed techniques et documentations Londres, Paris, New-York, 1992.
- [18] : **BENASSAYAG C., et al**, « les cahiers de 1<sup>er</sup> cycle », Glucides, lipides, Edition marketing-Groupe SIGMA, 1978, pp : 184 – 198.
- [19] : **BENCHOUCHA R.**, « biochimie », première année médecine, chapitre 1 : les lipides, 2011, Ed : LATEX.
- [20] : **HERRERO G., ETIENNE G.**, « Etude des lipides », In, « Traite scientifique », Document ressource pour l'enseignant et le professionnel, Octobre, 2009.
- [21] : **KESSOUS C.**, « biochimie structurale », Ed : O.P.U, Alger, 1993.
- [22] : **TREMOLIERE J., et al** « les bases de l'alimentation », In : « Manuel d'alimentation humaine », Tome 1, les éditions : ESF, 1984, pp : 140-166, ISBN : 2-7101-0474-1.
- [23] : **PREVOT A.**, « les corps gras », revue françaises des corps gras N°34, 1987.
- [24] : **KOOLMAN J., ROHM K-H.**, « ATLAS DE POCHE DE BIOCHIMIE », Ed : Médecine-Sciences-Flammarion, pp : 44-48, 2001.
- [25] : **DELAHAYE A.**, «les lipides», PDF, <http://www.arnobio2.com>.
- [26] : **MURRAY, GRANNER, RODWELL**, « biochimie de harper », 3<sup>ème</sup> Ed : De Boeck, 2008.
- [27] : **FUHRER F., et al**, « Graisses comestibles, huiles comestibles et graisses émulsionnées », In : « Manuel suisse des denrées alimentaires », MSDA, 2005.
- [28] : AE/22lipi.doc/27/08/99.
- [29] : **GUESNET P.**, « Les rôles physiologiques majeurs exercés par les acides gras polyinsaturés (AGPI) », Paris France. Ocl, vol. 12 n° 5-6, 2005, pp : 333-343.
- [30] : **OLIVE O.**, « biochimie », tome 2, chapitre 2 « les lipides », pp : 32-43, Ed : Ecole industrielle et commerciale de la ville de NAMUR, 2008.



## Références bibliographiques

---

[31] : **CHIKHOUNE A.**, « Texture d'une margarine nouvellement formulée et effet des huiles incorporées (hydrogénées et interestérifiées), Technologies Alimentaires, Mémoire de Magister, Université MENTOURI, Constantine, I.N.A.T.A.A, 2011, pp : 12-14,54.

[32] : **ELHAKMAOUI A.**, Chapitre VII « Les Principaux Systèmes Biochimiques Alimentaires Graisses et Huiles », Cours de Contrôle de Qualité (analyses chimiques des produits alimentaires) - MST (TACQ), Département Chimie, Université Hassan II-Mohammadia- FSTM, pp : 100-128, V2008.

[33] : **BUESCHELBERER H-G.**, « Lecithin », In: "Emulsifiers Foods Technology", pp: 1-2, Ed: Blackwell Publishing Lid, 2004, ISBN: 1-4051-1802-4.

[34] : **MOONEN H., BAS H.**, « Mono and diglycerides », In: "Emulsifiers in Foods Technology", pp: 40, 42, 43, Ed: Blackwell Publishing Lid, 2004, ISBN: 1-4051-1802-4.

[35] : **GAUPP R., WOLF G-A.**, « Acid esters of mono and diglycerides », In: "Emulsifiers Foods Technology", pp: 59, Ed: Blackwell Publishing Lid, 2004, ISBN: 1-4051-1802-4.

[36] : **DELAHAYE A.**, « Le catabolisme des acides gras ou  $\beta$  oxydation » & « les lipides » <http://www.arnobio2.com>

[37] : **TOUITOU Y.**, « Biochimie » : structure des glucides et lipides. Université Paris-VI, faculté de médecine, 2006, pp : 1-48.

[38] : **UCCINI E., DEBAL A.**, « Propriétés chimiques des corps gras ». In : "Manuel des corps gras". Tome 1. Ed : Tec et Doc, Lavoisier, Paris, 1992, pp: 327-329, ISBN : 2-85206-662-9.

[39] : **WUIDART W., KARLESKIND A.**, « Source et monographies des principaux corps gras ». In : "Manuel des corps gras". Tome 1. Ed : Tec et Doc, Lavoisier, Paris, 1992, pp : 228-237. ISBN: 2-85206-662-9.

[40] : **BERRADA S, Lycée Simone WEIL**, « Biochimie appliquée dans les filières SBSSA, les lipides : structure, propriétés et applications technologiques », Académie de MONTPELLIER Académie de DIJON, 2009.

[41] : **ALANDER J., et al** « Vegetable Oils and Fats », 2<sup>nd</sup> Ed: AAK AB, 2007, pp: 6-13, ISBN 978-91-633-1420-9.

[42] : **ROCHE R.**, thèse « Composition de la graine de tournesol (*Helianthus annuus* L.) sous l'effet conjugué des contraintes agri-environnementales et des potentiels variétaux », docteur de l'institut national polytechnique de TOULOUSE, 2005, pp : 16-20.

[43] : **ALLAIN E., COMEAUX .L, GORLIER. P, LEMARCHAND .S, LE STRAT .P, MERLOT. M, NAJMAN. R**, « le soja », projet de première année, 1999, Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Rennes (ENSCR).

[44] : **ROMDHANA M-R**, thèse, « Conception, modélisation et évaluation environnementale d'un procédé de valorisation de boues organiques en combustibles solides », Docteur,

## *Références bibliographiques*

---

spécialité « Génie Énergétique et de l'environnement », Institut National Polytechnique de Toulouse.

[45] : **DAVID V.**, « PAES, UE1 – Structure des lipides », Université de RENNES I, Faculté de médecine, Département de biochimie et biologie moléculaire, 2012, pp : 1-24.

[46] : **DENIS M.**, « lipides », In : «PCEM 1, Biochimie Structurale », Université de RENNES I, Faculté de médecine, Département de biochimie et biologie moléculaire, 2009, pp : 1-21.

[46] : **ANNE R-C.**, « étude de la composition et de la qualité des huiles acides industrielles en vue d'une meilleure connaissance de leur valeur nutritionnelle », Sixièmes Journées de la Recherche Avicole, St Malo, 30 et 31 mars 2005.

[47]: **TRAUTWEIN A-E., DEMONTY I.**, « Phytosterols: natural compounds with established and emerging health benefits », OCL, Vol 14, N° 5, 2007, pp: 258-266.

[48]: **YUNSHENG Li**, « quality changes in chicken nuggets fried in oils with different degrees of hydrogenation», Department of Bio-resource Engineering Macdonald Campus, McGill University Montreal, Quebec, Canada, 2005, pp: 10-17.

[49]: **Collège des Enseignants de Nutrition**, « Les catégories d'aliments », Université Médicale Virtuelle Francophone, 2011, pp : 12, 14, 28.

[50] : **ELHAKMAOUI A., Université Hassan II-Mohammadia- FSTM**, « Chapitre VII, Les Principaux Systèmes Biochimiques Alimentaires Graisses et Huiles », Cours de Contrôle de Qualité (analyses chimiques des produits alimentaires) - MST (TACQ), 2008, pp : 100-128.

[51] : **ALAIS C., LINDEN G.**, « Lipides », In : "Abrégé de biochimie alimentaire", Ed : Masson, Paris, 1987, pp : 64-65, ISBN : 2-225-80880-5.

[52] : **DILMI- BOURAS A.**, « Biochimie alimentaire ».Office des publications universitaire, 2004.

[53] : **UZZAN A.**, « Corps gras ». In «Manuel d'alimentation humaine », In « les aliments »,1984.

[54] : **FAUR L.**, « Industrie des corps gras ». In : "Les industries agricoles et alimentaires : progrès des sciences et techniques ". Ed: Tec. & Doc. Lavoisier, 1988, pp : 265- 266. ISBN: 2-85206-449-9.

[55]: **KONE S.**, « Fabrication artisanale de margarine ». 2001.

[56]: **BELITZ, H-D., GROSCH W., SCHIEBERLE, P.**, « Lipids », In «Food chemistry». Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Germany, 2004.

## *Références bibliographiques*

---

- [57]: **MERRIEN A., POUZET A.**, « Sources et monographies des principaux des corps gras ». Chapitre III. In: « Manuel des corps gras » Tome 1, Ed: Tec & Doc-Londres-Paris-New York: 1992, pp: 119-122 et 135-136.
- [58]: **Anonyme 2**, « Institut des corps gras »- centre technique industriel (ITERG), 2002. Vol.01, fiche d'information : Informations générales sur les corps gras, 11p. Disponible sur le site : <http://www.Iterg.com>.
- [59]: **Anonyme 3**, « Spécification technique N° E4-05 du 31 mars 2005 relative aux huiles végétales alimentaires », fait par un Groupe Permanent d'Étude des Marchés de Denrées Alimentaires (GPEM/DA). 29p.
- [60]: **NAUDET M.**, « Principaux constituants chimiques des corps gras ». In «Manuel des corps gras», tec & doc-Lavoisier, Paris, 1992.
- [61]: **GARRETT- GRISHAM**, « Biochimie », 2<sup>e</sup> édition. Ed : De Boeck Université, 2000
- [62]: **WEIL J-H.**, « Biochimie générale ».9<sup>e</sup> édition. Ed : DUNOD, Paris, 2001. ISBN: 210 005573 9.
- [63]: **LAURO F.**, Chapitre 3 "Les lipides", 2001, pp : 25, disponible sur le site : <http://www.lpasteur.org/spip.php?article> , 673, consulté le 20/03/2008.
- [64]: **FEINBERG M., et al**, « Table de composition des corps gras », Tome 1, Répertoire général des aliments, Ed : Tec & Doc- Lavoisier, institut National de la recherche agronomique, 1987. ISBN : 2-85206-429-4.
- [65]: **OLLIVON M., PERRON R.**, « Propriétés physiques des corps gras », chapitre IV. In : « Manuel des corps gras ».Ed : Tec & Doc-Lavoisier, Paris, 1992, pp : 433-491.ISBN : 2-85206-662-9.
- [66]: **RICHARD D., Brien O.**, « Fats and oils: Formulating and processing for applications», 2<sup>nd</sup> Ed, 2004, pp: 574.
- [67]: **WUIDART W., KARLESKIND A.**, « Source et monographies des principaux corps gras », In : "Manuel des corps gras", Tome 1, Ed : Tec et Doc -Lavoisier, Paris, 1992, pp : 228-237. ISBN : 2-85206-662.
- [68]: **DENISE J., KARLESKIND A.**, « Raffinage des corps gras ». In : "Manuel des corps gras". Tome 2, Ed : Tec et Doc -Lavoisier, Paris, 1992, pp : 789- 881. ISBN: 2-85206-662-9.
- [69]: **ROUGER F.**, « Les industries des corps gras », In : « biochimie, extraction, raffinage, nuisance et réglementation », Paris, Lavoisier, 1974, pp : 36 – 53. ISBN: 2-88020-007-5.
- [70]: **GIBON V., TIRTIAUX A.**, « Un raffinage SOFT, Oléagineux Corps gras Lipides (OCL) », 1998, Vol. 5, pp : 371-377.
- [71]: **KOVARI K.**, «Recent developments, new trends in seed crushing and oil refining. Oleaginous Corps Gras Lipids (OCL) », 2004, N°8, Vol. 11, pp: 381-387.

## *Références bibliographiques*

---

- [72] : **BEKTACHE F., BENYOUCEF D.**, Mémoire de fin de cycle « Altération thermo-oxydative des huiles au cours des fritures profondes répétées Cas d'étude : les huiles produites par Cévital, Université de Bejaia Abderrahmane Mira, 2002/2003.
- [73] : **BOUKAHNOUN A.**, Directeur général du contrôle économique et de la répression des fraudes, «Guide de contrôle des huiles de friture », 2008, pp : 1-10, [www.mincommerce.goo.dz](http://www.mincommerce.goo.dz).
- [74] : **CHEFTEL J-C., CHEFTEL H.**, « Oxydation des lipides ». In : "Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments". Vol. 1, Ed: Tec et Doc- Lavoisier, Paris, 1977, pp: 303-310.
- [75] : **PERRIN J-L.**, « Détermination de l'altération », Chapitre V, In : « Manuel des corps gras »Tome 2, Ed : Tec & Doc, 1992, pp : 1199-1216.
- [76]: **CHAN H-W-S.**, «The mechanism of auto-oxidation», In: « auto-oxidation of insaturated lipids », Chan H W S, Ed, Academic Press London U.K, 1987.
- [77] : **VIERLING E.**, « Aliments et boissons » 3<sup>ème</sup> édition : Biosciences et techniques, Paris , 2008, pp : 191-211.
- [78]: **PAIRAUD D.**, « Traitement de valorisation des corps gras tropicaux », Revue française des corps gras, 1979, N°1.
- [79] : **BOATELLA B., et al**, « recycled cooking oils, Assessment of risks for public health ». Ed: Head of STOA, 2000, Team; 71.
- [80] : Centre d'expertise et de recherché en hôtellerie et restauration, «Guide de la pomme de terre», Ed : Institue de tourisme et d'hôtellerie du Québec, [www.ithq.qc.ca/cer](http://www.ithq.qc.ca/cer), pp : 1-11.
- [81]: **KRISTOTT J.**, «Performance of high- oleic oils during frying in comparison with palm olein», Britannia Food Ingredients Ltd-Technical Communication11, 2002, 1-17.
- [82]: **WARNER K., KNOWLTON S.**, « Frying quality and oxidative stability of high oleic corn oils», J. Am. Oil. Chem. Soc, 1997, Vol.74, 1317-1322.
- [83] : **CAPELLA.**, « Produits de l'évolution des hydro-peroxydes », R.F.C.G, 1989, pp : 313-323.
- [84] : **ENTRESSANGLES B., et al**, «aspect nutritionnel des acides gras « trans », consommation en acides gras « trans »..... », O.C.L 7(1), 2000.
- [85]: **FRANCKEL E-N., Huang S-W.**, « improving the stability oxidative stability of poly-unsaturated vegetable oils by blending with high oleic sunflower oil ». J. A. O. C. S, Vol, 71, N°3? 255-259.
- [86] : **VILA., et al**, « contribution à l'étude des composés volatils obtenus au cours de l'oxydation thermique des matières grasses R.F.C.G, 1981, N°6, pp : 251-255.
- [87] : **CONSTANTIN B.**, « Les lipides », E.P.F.L, 2000.

## Références bibliographiques

---

- [88]: **DOBARGANES M-C.**, « Formation and analysis of oils », 1998, O.C.L, N°5.
- [89]: **MARQUEZ R-G., et al**, «Quantification and distribution of altered fats acids in frying fats», 1995, J.O.A.C.S, N°72, pp: 535-570.
- [90]: **BEN TAKAYA I., HASSOUNA M.**, « Etude de la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge extra tunisienne au cours de son stockage », Oléagineux Corps Gras. Lipides (OCL), 2005, Vol 12, N°5-6, pp: 477- 454.
- [91]: **MENDHAN et al**, « Analyse chimique quantitative de VOGEL », Ed : De Boeck, 2006, pp : 755-782.
- [92]: **POILBLANC R , CRANIER F.**, « les bases de la spectrographie RAMAN», In : « spectroscopies INFRAROUGE et RAMAN », Ed : EDP sciences et grenoble sciences (université Joseph Fourier), 2006, pp : 312-314, ISBN : 2-86883-744-1.
- [93]: <http://www.biophyresearch.com/wp-content/uploads/2013/04/Document-technique-Raman-v01.pdf>, consulté, le 19/12/2012.
- [94]: **MARTIA., et al**, « Liaison chimique et spectroscopie », cours et exercices, Ed : ellipses, 1999, pp : 42-45.
- [95]: **HAMMON., et al**, tome 3, « 3 méthodes spectrales d'analyse organique », Paris, Ed : Masson, 1990, pp : 70-95, 97-105, ISBN : 2 225 83 507 1.
- [96]: **ROUESSAC F., ROUESSAC L.**, « analyses chimiques : méthodes et techniques instrumentales modernes », 2eme Ed : Masson, Paris, 1995.
- [97]: **MEYRON M.**, « Absorption infrarouge et effet RAMAN », In : « spectroscopie Infrarouge et RAMAN », Ed : MASSON et Cie, Paris, 1974, pp : 4-42, ISBN : 2-225 38588-2.
- [98]: **CHRISTIAN J., et al**, « SPECTROSCOPIES MOLECULAIRES : Spectres Electroniques et Spectres de Vibrations », Agro Paris Tech, Université Paris-Sud XI, 2009.
- [99]: **DANA W.**, « Course notes on the interpretation of infrared and Raman spectra ». Ed: WILEY-INTERSCIENCE, 2003, p :40.
- [100]: **HADNI A.**, « l'infrarouge », Ed: Presses Universitaires de France, 1975.
- [101]: **WILLIAMS P-C., NORRIS K-H.**, « Near-infrared technology in agriculture and food industries », American Association of Cereal Chemists, St, Paul, Minnesota, USA. 1987.
- [102]: **GAUSSORGUES G.**, « La thermographie infrarouge », 2<sup>nd</sup> Ed : Tec & Doc, Lavoisier, Paris, 1984, ISBN : 2-85 206-238-0.
- [103]: **LAZLO P., STANG P-J.**, « spectroscopie organique », Ed: Hermann, Paris, 1972, pp: 7, 27, 28, 227, 297-298.

## *Références bibliographiques*

---

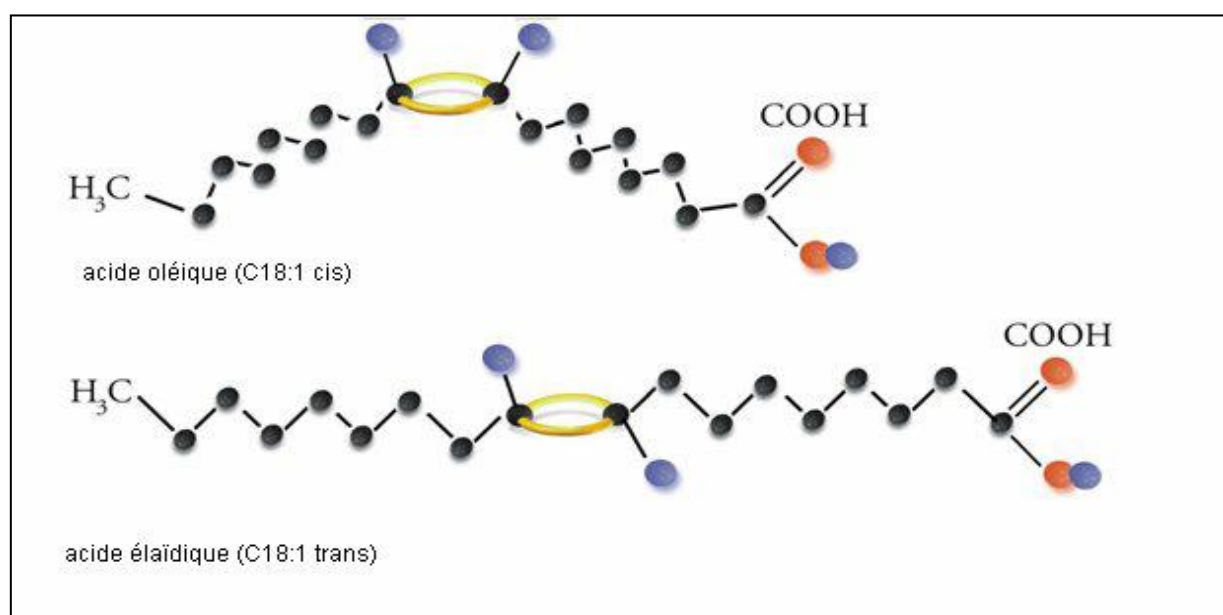
- [104]: **FRANK W.**, « Guide pratique de l'infrarouge », Ed : publitronic/Elektor, 2002, pp : 14, 47.
- [105]: **ALBUQUERQUE M-L-S**, « Infrared absorption spectra of Buriti (*Mauritia flexuosa* L.) oil », *Vibrational Spectroscopy*, N° 33, 2003, pp: 127–131.
- [106]: **GIASSON R.**, “Spectroscopie infrarouge”, *CHIM* 1312, partie 2, 1999 , pp :15-17.
- [107]: **GEORGE W., MCINTYRE P.**, « Infrared Spectroscopy », Wiley & Sons. 1987.
- [108] : **ARROYO R., et al** « High-performance size exclusion chromatography of palm olein used for frying », *Fat Sci Technol* 97, 1995.
- [109]: **MERLEN P., et al.**, « Raman spectroscopy of open-ended Single Wall Carbon Nanotubes under pressure: effect of the pressure transmitting medium », *phys. stat. sol*, Vol 243, N° 3, PP: 690–699, 2006, DOI 10.1002/pssb.200541364.
- [110]: **BERNHARD L., et al.**, « Direct monitoring of lipid oxidation in edible oils by Fourier transform Raman spectroscopy», *Chemistry and Physics of Lipids*, Vol 134, 2005, pp: 173–182.
- [111]: **BERNUY DEL CARPIO B.**, «Analysis of Conjugated Linoleic Acids by Fourier Transform Raman Spectroscopy », thèse de Doctorat en sciences agronomiques et ingénierie biologique, Université catholique de Louvain, 2010.
- [112]: **ENGELSEN S B.**, « Explorative Spectrometric Evaluations of Frying Oil Deterioration », *J. Amer. Oil Chem. Soc*, 1997, **74**:1495-1508.
- [113]: **HELAL F-R.**, « The infrared absorption spectra for measuring the insaturation in milk fat and oils ». *Milchwissenschaft*, 1977, Vol **32**, 272-273.
- [114]: **GROZA, A-S., et al**, « infrared spectral investigation of organ silicon Compounds under corona charge injection in air at Atmospheric pressure », *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials* Vol. 7, N°. 5, 2005, pp: 2545 – 2548.
- [115]: **LINDEN G., LORIENT D.**, « Biochimie agro-industrielle », Valorisation alimentaire de la production agricole, Ed : Masson, Paris, 1993, pp : 99, 100, IBSN : 2-225-84307-4.
- [116] : **PERRIN J L.**, « Analyse des corps gras », In : "Manuel des corps gras", Tome 2, Ed : Tec et Doc – Lavoisier, Paris, 1992, pp : 1198- 1215. ISBN: 2-85206-662-9.
- [117] : **MORDRET F.**, « Manuel des corps gras » tome 1, Ed: tec & doc- Lavoisier, Paris, 1992
- [118] : **AUDIGIE, CL.**, « Manipulation d'analyses biochimiques », Paris, 1984.

# *Annexes*

## Annexes

### ANNEXE I: Structure des principaux acides gras :

Désignation	Structure	Nom
14 : 0	$\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_{12} - \text{COOH}$	acide myristique
16 : 0	$\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_{14} - \text{COOH}$	acide palmitique
18 : 0	$\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_{16} - \text{COOH}$	acide stéarique
18 : 1	$\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_7 - \text{CH} = \text{CH} - (\text{CH}_2)_7 - \text{COOH}$	acide oléique
18 : 2	$\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_4 - (\text{CH} = \text{CH} - \text{CH}_2)_2 - (\text{CH}_2)_6 - \text{COOH}$	acide linoléique
20 : 4	$\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_4 - (\text{CH} = \text{CH} - \text{CH}_2)_4 - (\text{CH}_2)_2 - \text{COOH}$	acide arachidoneique



Structure chimiques de l'isomère "cis" et "trans" de l'acide gras C18:1 : En rouge : l'atome d'oxygène; bleu: atome hydrogène; jaune: double liaison; noir atome de carbone (Mauro A., 2003)



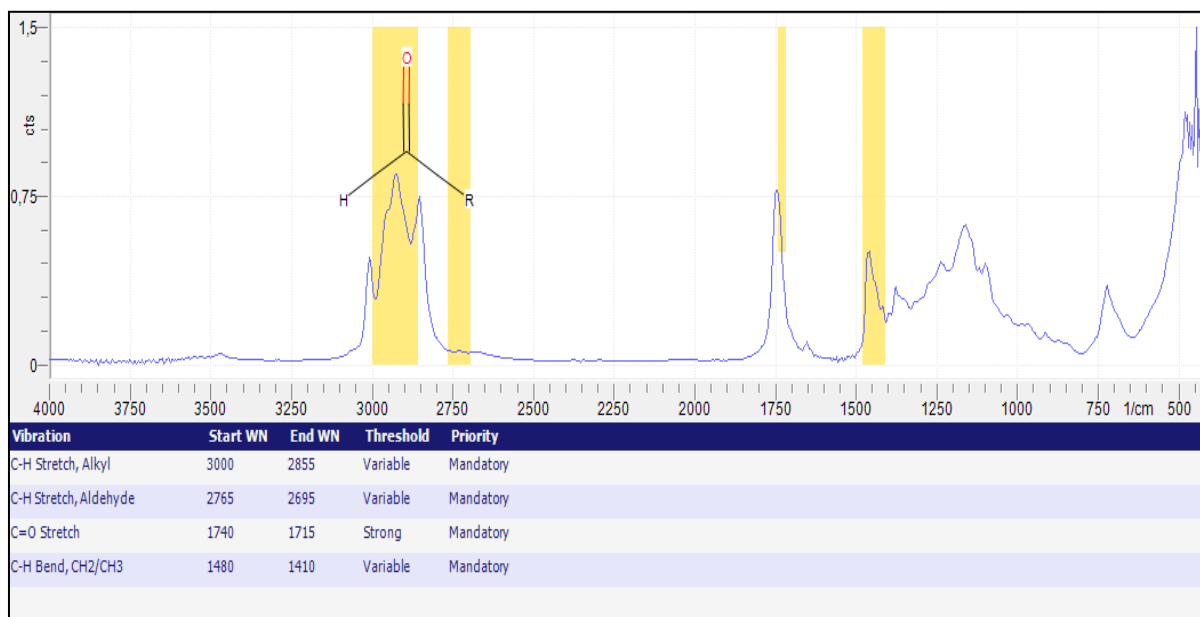
## Annexes

### ANNEXE II : Tableau des absorptions caractéristiques des groupes fonctionnels existant dans les lipides.

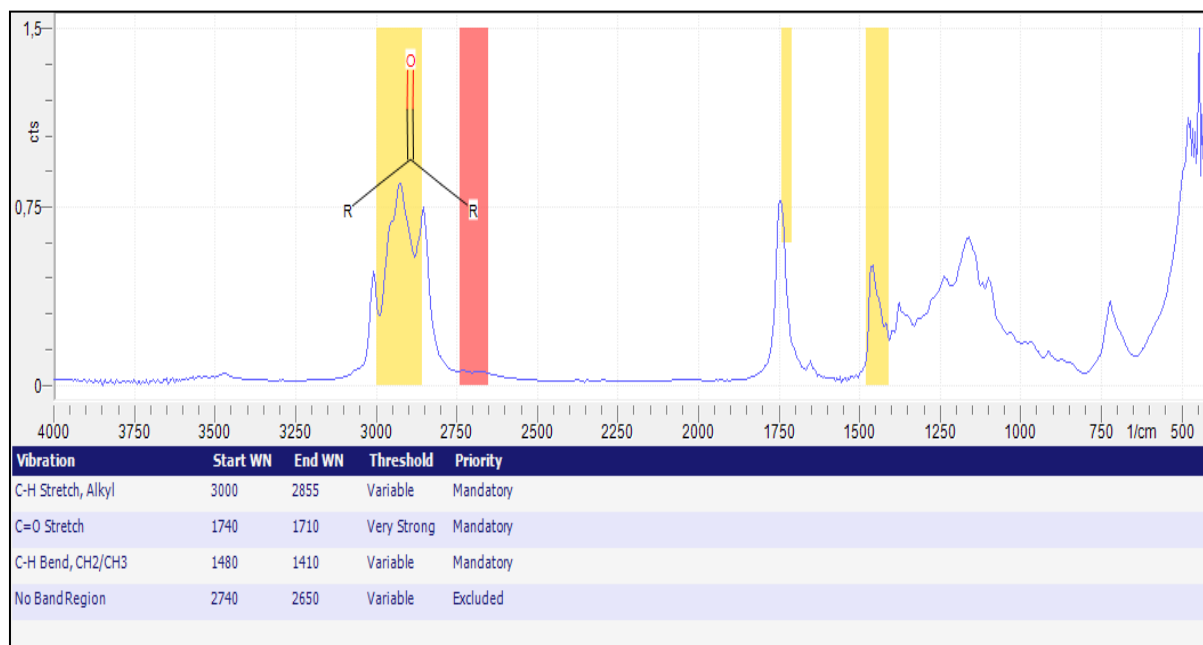
Nombre d'ondes en $\text{cm}^{-1}$	assignations
3065	Elongation C=C « cis »
3018	Elongation asymétrique C=C « cis »
3007	Elongation symétrique C=C « cis »
2961-2952	Elongation asymétrique $\text{CH}_3$
2935-2926	Elongation symétrique $\text{CH}_2$
2854	Elongation asymétrique $\text{CH}_2$
1745	Elongation C=O ester
1164	Elongation C-O ester
967	Déformation C=C « trans »
724	Déformation du groupe $\text{CH}_2$

## Annexes

**ANNEXE III : Les bandes d'absorption obtenues par un logiciel appelé «IR Solution » qui permet d'identifier les groupements qui correspondent aux bandes de vibration à chaque fréquence.**

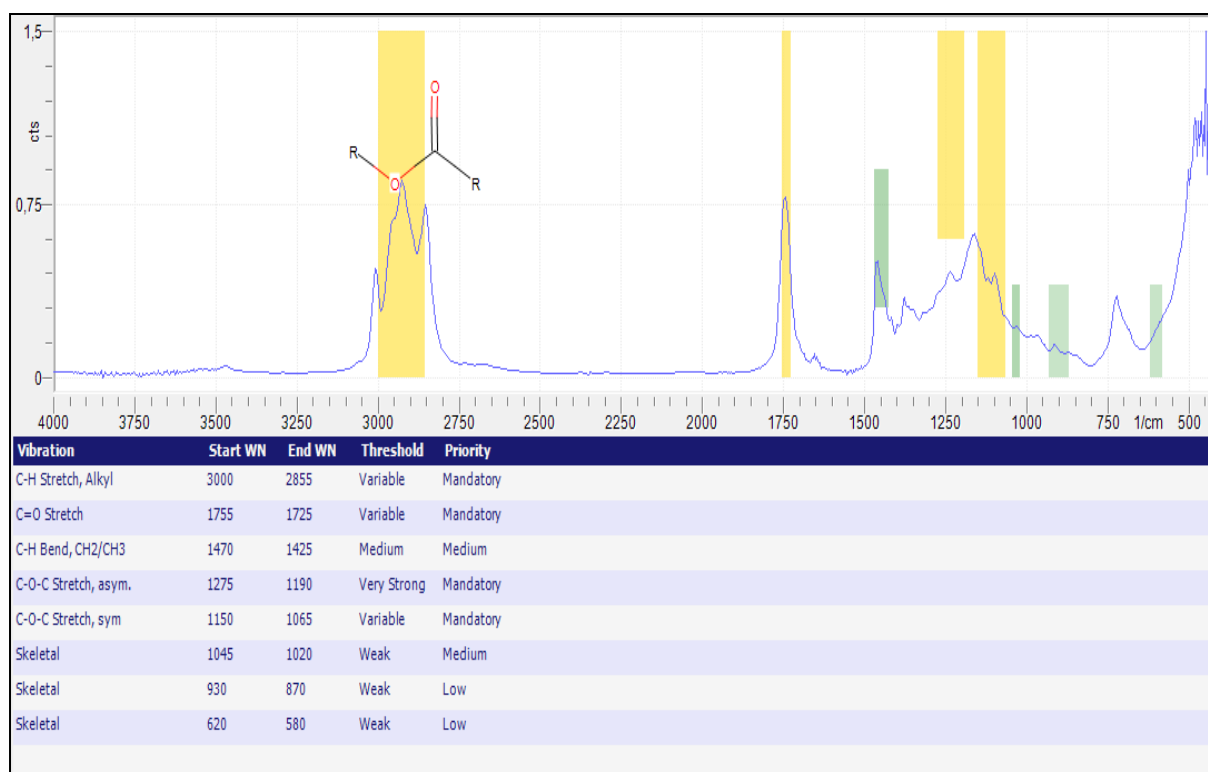


**Les vibrations correspondantes des groupements fonctionnels formant l'aldéhyde dans un spectre IR**



**Les vibrations correspondantes des groupements fonctionnels formant les cétones et les composés carbonyles dans un spectre IR**

## Annexes

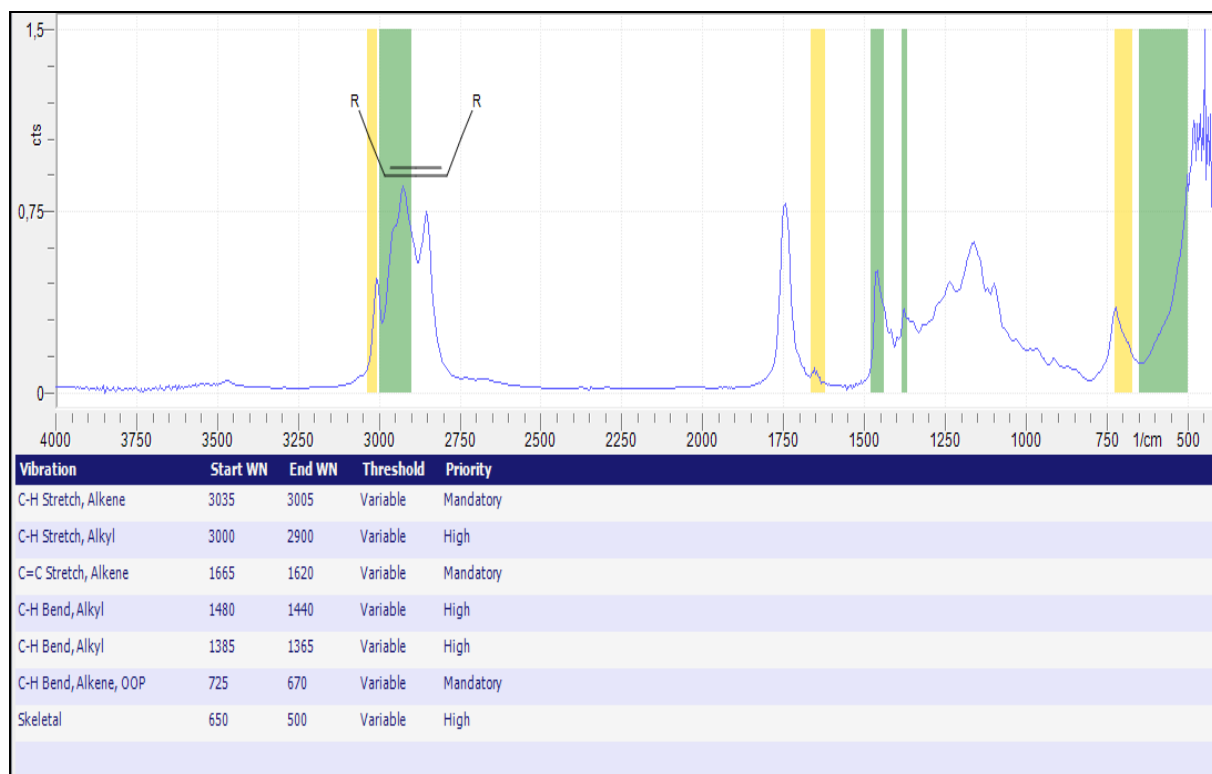


**Les vibrations correspondantes des groupements fonctionnels formant les esters et les composés carbonyles dans un spectre IR**

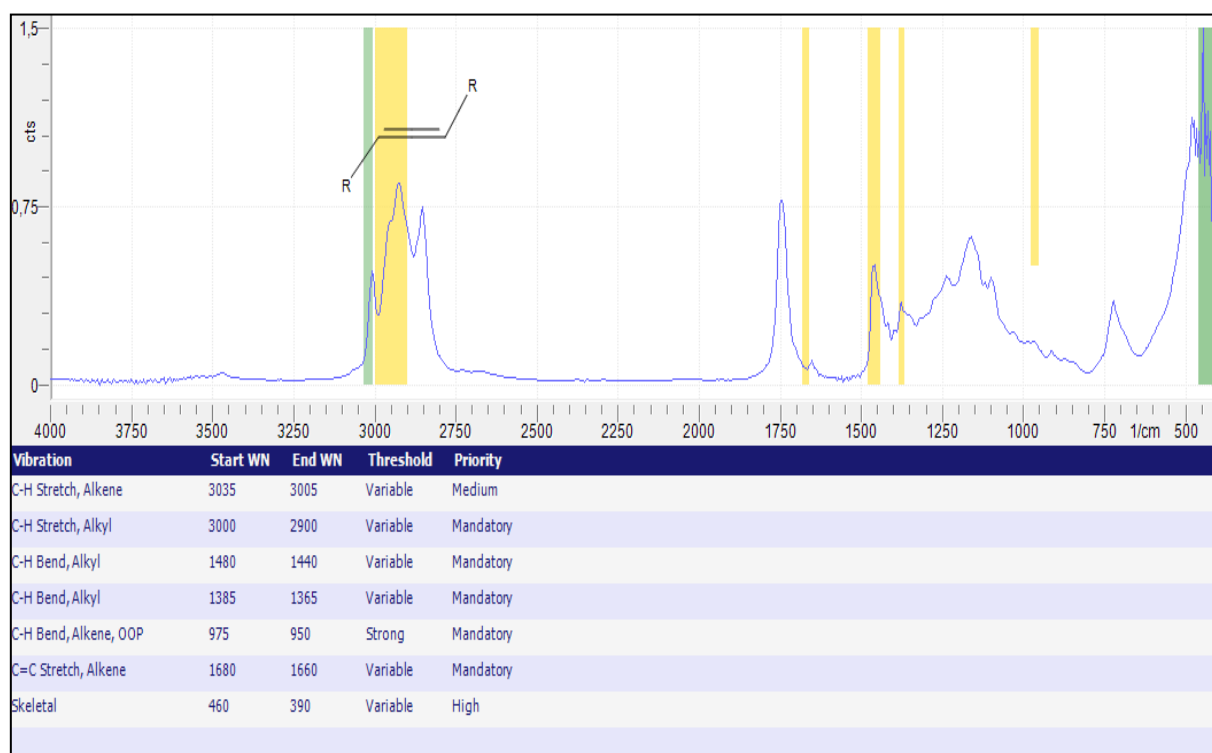


**Les vibrations correspondantes des groupements fonctionnels formant les éthers et les alkoxy dans un spectre IR**

## Annexes



**Les vibrations correspondantes des groupements fonctionnels formant les hydrocarbures insaturés « cis » dans un spectre IR**



**Les vibrations correspondantes des groupements fonctionnels formant les hydrocarbures insaturés « trans » et les alcènes dans un spectre IR**

## Annexes

**ANNEXE IV** : représente les tableaux qui résument toute les amplitudes obtenues à chaque fréquence du spectre RAMAN.

nombre de friture	amplitude à 3014 cm <sup>-1</sup>
4	2123,22
5	2067,57
9	1930,3
10	1815,29
11	743,09
14	683,73

**Tableau II.1** : Résume les amplitudes obtenues à 3014 cm<sup>-1</sup>

nombre de friture	amplitude à 979 cm <sup>-1</sup>
4	1883,15
5	1590,35
9	2653,96
10	2032,53
11	2612,14
14	3012,48

**Tableau II.2** : Résume les amplitudes obtenues à 979 cm<sup>-1</sup>

nombre de friture	amplitude à 1660 cm <sup>-1</sup>
4	4868,046
5	4303,71
9	7802,58
10	7497,84
11	7384,97
14	7999,44

**Tableau II.3** : Résume les amplitudes obtenues à 1660 cm<sup>-1</sup>

nombre de friture	amplitude à 2911 cm <sup>-1</sup>	amplitude à 2855 cm <sup>-1</sup>
4	1676,57	2101,22
5	1611,24	1995,05
9	4085,61	5090,06
10	4567,42	4698,08
11	4624,58	4983,9
14	4877,74	5212,55

**Tableau II.4** : Résume les amplitudes obtenues à 2911 cm<sup>-1</sup> et 2855 cm<sup>-1</sup>

## Annexes

---

nombre de friture	amplitude à 2956 cm <sup>-1</sup>
4	982,44
5	966,11
9	2403,36
10	2476,86
11	2632,02
14	2738,18

**Tableau II.5: Résumé les amplitudes obtenues à 2956 cm<sup>-1</sup>**

nombre de friture	amplitude à 1746 cm <sup>-1</sup>
4	3696,05
5	3175,77
9	5178,56
10	4837,3
11	5066,67
14	5665,28

**Tableau II.6: Résumé les amplitudes obtenues à 1746 cm<sup>-1</sup>**

## Annexes

### **ANNEXE V : tableaux des amplitudes pour chaque fréquence sur le spectre d'absorption IR.**

nombre de friture	amplitude à 3063 cm <sup>-1</sup>
0	0,113
1	0,1
2	0,083
4	0,08
5	0,0688
6	0,0644
7	0,05
8	0,05
9	0,037
10	0,027
11	0,027

**Tableau II.1 : les absorbances obtenues sur la bande 3063 cm<sup>-1</sup>**

nombre de friture	amplitude à 987 cm <sup>-1</sup>
0	0,16
1	0,07
2	0,09
4	0,16
5	0,23
6	0,31
7	0,11
8	0,17
9	0,29
10	0,28
11	0,19

**Tableau II.2 : amplitudes trouvées à 987 cm<sup>-1</sup>**

## Annexes

nombre de friture	amplitude à 2926 cm-1	amplitude à 2852 cm-1	amplitude à 2954 cm-1
0	0,92	0,81	0,726
1	1,137	0,86	0,655
2	0,99	0,8	0,689
4	1,06	0,88	0,76
5	1,35	1,18	1,08
6	1,23	1,02	0,91
7	1,1	0,93	0,78
8	1,23	1,06	0,89
9	1,5	1,3	1,14
10	1,83	1,48	1,26
11	0,9	0,81	0,74

**Tableau II.3** : l'intensité d'absorbance des groupes : CH<sub>2</sub> à 2926 cm<sup>-1</sup> et à 2852 cm<sup>-1</sup>, CH<sub>3</sub> à 2954 cm-1 dans l'huile « Elio » eu cours des fritures.

absorbance à 2854 cm-1	absorbance à 2926 cm-1
0,86	1,137
0,8	0,99
0,88	1,06
1,18	1,35
1,02	1,23
0,93	1,1
1,06	1,23
1,3	1,5
1,48	1,83

**Tableau II.4** : les amplitudes correspondant au bandes 2854 cm<sup>-1</sup> et 2926 cm<sup>-1</sup>

nombre de friture	amplitude à 3009 cm-1
0	0,927
1	0,843
2	0,659
4	0,492
5	0,466
6	0,64
7	0,685
8	0,5
9	0,384
10	0,5
11	0,304

**Tableau II.5** : amplitude d'absorption à 3009 cm<sup>-1</sup>



## Annexes

nombre de friture	amplitude à 1746 cm <sup>-1</sup>
0	0,845
1	0,99
2	0,87
4	0,96
5	1,23
6	1,1
7	0,97
8	1,12
9	1,4
10	1,6
11	0,83

**Tableau II.6 : amplitude obtenues à 1746 cm<sup>-1</sup>**

nombre de friture	amplitude à 1164 cm <sup>-1</sup>
0	0,63
1	0,5
2	0,55
4	0,67
5	0,96
6	0,81
7	0,64
8	0,77
9	0,99
10	1,07

**Tableau II.7 : Amplitudes obtenues à 1164 cm<sup>-1</sup>**

nombre de friture	amplitude à 724 cm <sup>-1</sup>
0	0,34
1	0,18
2	0,24
4	0,33
5	0,54
6	0,5
7	0,25
8	0,5
9	0,52
10	0,53
11	0,36

**Tableau II.8 : Amplitudes obtenues à la bande de vibration 724 cm<sup>-1</sup>**