

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

*Université A. Mira – Bejaïa  
Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie  
Département des sciences alimentaires  
Spécialité : Qualité des produits et sécurité alimentaire*



**Réf :** .....

Mémoire de Fin de Cycle

En vue de l'obtention du  
diplôme

**MASTER**

***Thème***

**Élaboration d'une huile végétale de soja à valeur ajoutée**

Réalisé par :

**MAADSI Houa & SALMI Cylia**

**Soutenu le :11 /09/2023**

Devant le jury composé de :

M <sup>me</sup> TAFININE Zina	MAA	Présidente
M <sup>me</sup> ACHAT Sabiha	MCA	Promotrice
M <sup>me</sup> MERZOUK Hafida	MCA	Examinatrice
Mr HAMIROUNE Abdelghani	Doctorant	Co promoteur

Invites: Mr HADJAL. S	Directeur R & D, Cevital, Bejaia
Mr ALIANE. K	Ingénieur R & D, Cevital, Bejaia

**Année universitaire :2022/2023**



## **REMERCIEMENTS**

*Nous tenons tout d'abord à remercier Dieu le tout puissant de nous avoir donné courage et santé pour achever ce travail*

*En second lieu, nous adressons nos sincères remerciements notre promotrice Mme **ACHAT.S.** d'avoir accepté de diriger ce Travail et pour ces conseils qu'elle trouve ici l'expression de nos profondes gratitude.*

*Un grand merci pour notre promoteur **Mr HADJAL.S** le directeur de la direction de R&D du complexe agroalimentaire Cévital de nous avoir accordé la réalisation de notre travail au sein du laboratoire et qui a mis à notre disposition tous les moyens nécessaires, ainsi que le Co-promoteur **Mr ALAINE .KH** pour son entière disponibilité et coopération lors de ce travail. Aussi tout le personnel*

*Nous remercions aussi **Mr HAMIROUNE Abdelghani** notre copromoteur pour son aide et sa disponibilité tout au long de notre travail*

*Nous remercions tout le personnel ainsi que les étudiants en doctorat du laboratoire de recherche de l'université de Béjaïa pour leur sympathie et nous leur souhaitons beaucoup de succès.*

*Nous adressons également nos sincères remerciements aux membres de jury pour l'honneur qu'ils nous ont fait d'examiner ce mémoire et pour le temps et l'attention qu'ils ont bien voulu consacrer à ce travail*

*Finalement, il nous est agréable d'adresser nos chaleureux remerciements à tous les enseignants qui ont contribué à notre formation au sein de l'université de Bejaia, à tous ceux qu'on n'a pas cité et qui nous ont aidé de près ou de loin à la réalisation de cette présente étude.*



## *Dédicaces*

*A mes chers parents, pour tous leurs sacrifices, leur amour,  
leur tendresse, leur soutien et leurs prières tout au long de  
mes études,*

*A mon cher frère Rabah pour son appui et son  
encouragement,*

*A toute ma famille pour leur soutien tout au long de mon  
parcours universitaire,*

*Que ce travail soit l'accomplissement de vos vœux tant  
allégués, et le fruit de votre soutien infailible*

*À tous ceux qui m'aiment et que j'aime*

*Merci d'être toujours là pour moi*

## Dédicaces

### Je dédie ce travail

*A la femme qui m'a bénie par ses prières celle qui n'a jamais dit non à mes exigences, et qui n'a épargné aucun effort pour me rendre heureuse à celle qui m'a arrosé de tendresse et d'espoirs ma reine qui m'encourage mon adorable **MAMA**.*

*A l'homme, mon précieux offre du Dieu, qui m'a appris m'a supporté et ma dirigé à qui je doit ma réussite et tout mon respect, mon cher **PAPA**.*

*A mes chers frères **JUBA, RABAH, MADJID, BELAID, AHCENE** et à ma sœur **FAROUDJA***

*A la famille de ma mère, mes tantes et mes oncles **NABIL** et **ZOUBIR**, à mes confidents qui n'ont pas cessés de me conseiller, encourager et soutenir tout au long de mes études que Dieu les protèges et leur offrent la chance et le bonheur*

**CYLIA**

## Table des matières

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

**Introduction ..... 1**

### **Bibliographie**

**I.Palmier dattier ..... 3**

**I.1 Généralités ..... 3**

**I.2 Noyau de datte ..... 3**

**I.2.1 Composition et utilisations ..... 4**

**I.2.2 Huile de noyau de datte..... 4**

**I.2.3. Méthode d'extraction d'huile ..... 4**

**II.Huile de soja..... 6**

**II.2 Composition ..... 6**

**II.4 Enrichissement des huiles..... 9**

**III. Altération des huiles au cours de la friture ..... 10**

**III.1 Définition et type de friture..... 10**

**III.2.1 Réactions d'altération secondaires des huiles de friture ..... 11**

**III.2.2 Produits formés au cours de la friture..... 12**

### **Partie expérimentale**

**I. Matériel et méthodes ..... 13**

**I.2 Matériel végétal..... 13**

**I.2.1 Noyaux de dattes ..... 13**

**I.2.2 Huile de soja ..... 14**

**I.3 Méthodes d'analyses ..... 14**

**I.3.1. Extraction de l'huile végétale..... 14**

**I.3.2. Extraction des polyphénols des huiles..... 14**

**I.3.2.1 Teneur en composés phénoliques totaux..... 15**

**I.3.2.2 Teneur en flavonoïdes totaux ..... 16**

**I.4. Evaluation de l'activité antioxydante des huiles ..... 17**

**I.4.1. Test DPPH° ..... 17**

**I.5. Caractérisation physico-chimique des huiles ..... 17**

I.5.1. Détermination de l'acidité .....	17
I.5.3. Détermination de l'indice d'iode.....	19
I.5.4. Indice de réfraction.....	20
I.5.5. Détermination de la couleur des huile .....	21
I.5.6. Détermination des Chlorophylles .....	22
I.5.7. Analyse de l'absorbance spécifique aux rayonnements UV (Diènes conjugués)	23
I.5.9. Analyse des tocophérols.....	25
I.6. Test de stabilité oxydative (Rancimat 743).....	25
I.7 Formulation et élaboration d'une huile de friture enrichie.....	26
I.7.1.1 Choix de l'aliment .....	27
I.8 Analyse de l'huile enrichie .....	28
I.8.I Mesure des composés polaires.....	28
I.8.I Suivi organoleptique de l'huile.....	29
II. Résultats et discussion .....	30
II.1 Caractérisation physico-chimique des huiles.....	30
II.1.1 Huile de noyau de dattes (HND).....	30
II.1.1.1 Dosage des polyphénols, flavonoïdes et tocophérols .....	32
II.1.1.2 Activité antiradicalaire de l'HND .....	33
II.1.1.2 Détermination des acides gras.....	34
II.1.1.3 Test de stabilité oxydative (Rancimat) .....	36
II.1.2 Caractérisation de l'HS et l'HE : .....	36
II.1.2.1 Estimation de la stabilité oxydative de l'HS et l'HE .....	37
II.2. Test de friture .....	38
II.2.1 Suivi organoleptique de l'HS et l'HE.....	38
II.2.2 Suivi physicochimique de l'HS et de l'HE.....	39
II.2.2.1 Acidité .....	39
II.2.2.1 Indice de peroxyde .....	40
II.2.2.3 Composés polaires.....	41
Conclusion.....	43
Références bibliographique	
Annexes	
Résumé	



## Liste des abréviations :

- ❖ **Abs** : Absorbance
- ❖ **AGI** : Acide gras insaturé
- ❖ **CP** : Composé polaire
- ❖ **CPG** : Profil en acide gras
- ❖ **E<sub>0</sub>** : Échantillon de 100g d'huile enrichie avant friture.
- ❖ **E<sub>1</sub>** : Échantillon de 100g d'huile enrichie après la première friture
- ❖ **E<sub>2</sub>** : Échantillon de 100g d'huile enrichie après la cinquième friture
- ❖ **E<sub>3</sub>** : Échantillon de 100g d'huile enrichie après la dixième friture
- ❖ **EAG** : la courbe d'étalonnage obtenue avec l'acide gallique
- ❖ **F1** : Friture 1
- ❖ **Fig** : Figure
- ❖ **FLD** : Détecteur fluorimétrique
- ❖ **HE** : Huile Enrichie
- ❖ **HND** : Huile du Noyau de Dattes
- ❖ **HPLC** : Chromatographie Liquide à haute Performance
- ❖ **HS** : Huile de soja
- ❖ **HT** : Huile Témoin
- ❖ **Ia** : Indice d'acide
- ❖ **IC50** : Concentration inhibitrice de 50 % des radicaux
- ❖ **Id** : Indice d'iode
- ❖ **Ip** : Indice de Peroxyde
- ❖ **ISO** : Organisation Internationale de Normalisation

- ❖ **KI** : d'iodure de potassium
- ❖ **L°** : Radical Alkyl
- ❖ **OH°** : Radical Hydroxyle
- ❖ **RL** : Radical Libre
- ❖ **ROO\*** : Radicaux Peroxy
- ❖ **ROOH** : Hydro peroxyde
- ❖ **Sc-CO2** : CO2 supercritique
- ❖ **Tab** : Tableau
- ❖ **TFC** : Composé flavonoïdes totaux
- ❖ **TIR** : Temps d'induction au rancimat
- ❖ **TPC** : Composé phénols totaux
- ❖ **V/V** : Volume/Volume

## Listes des figures

<b>Figures</b>	<b>Titres</b>	<b>Pages</b>
<b>1</b>	Palmier dattier Phoenix dactylifera.L. et son fruit	<b>3</b>
<b>2</b>	Récapitulatif de la composition et l'utilisation des noyaux de dattes	<b>4</b>
<b>3</b>	Les principaux composants des huiles (majors et mineurs)	<b>6</b>
<b>4</b>	Opérations unitaires du procédé de trituration	<b>7</b>
<b>5</b>	Diagramme des étapes de raffinage de l'huile de soja	<b>8</b>
<b>6</b>	Récapitulatif des types de fritures	<b>10</b>
<b>7</b>	Représentation schématique du mécanisme réactionnel de l'auto-oxydation des lipides	<b>11</b>
<b>8</b>	L'hydrolyse des triglycerides	<b>11</b>
<b>9</b>	Préparation des noyaux de datte	<b>13</b>
<b>10</b>	Presse à l'huile	<b>14</b>
<b>11</b>	Protocole d'extraction liquide-liquide des polyphénols des huiles végétales	<b>15</b>
<b>12</b>	Protocole de dosage des polyphénols totaux	<b>16</b>
<b>13</b>	Protocole de dosage des flavonoïdes	<b>16</b>
<b>14</b>	Protocole DPPH	<b>17</b>
<b>15</b>	Réfractomètre	<b>21</b>
<b>16</b>	Lovibond	<b>22</b>
<b>17</b>	Spectromètre	<b>22</b>
<b>18</b>	L'appareil de rancimat	<b>26</b>
<b>19</b>	Homogénéisation du mélange HE avec l'appareil high shear	<b>26</b>

<b>20</b>	Test de friture	<b>27</b>
<b>21</b>	Optifry	<b>29</b>
<b>22</b>	Diagramme de la teneur en tocophérols de HND	<b>33</b>
<b>23</b>	Histogramme du pourcentage d'inhibition par DPPH	<b>34</b>
<b>24</b>	Histogramme du TIR	<b>36</b>
<b>25</b>	Histogramme du TIR de l'HS et d'HE	<b>37</b>
<b>26</b>	L'acidité des huiles au cours e friture	<b>40</b>
<b>27</b>	L'indice de peroxydes des huiles au cours de la friture	<b>41</b>
<b>28</b>	Les composé polaires des huiles au cours de la friture	<b>42</b>

## Listes des tableaux

<b>Tableaux</b>	<b>Titres</b>	<b>Pages</b>
<b>I</b>	Taxonomies du palmier	<b>3</b>
<b>II</b>	Tableau récapitulatif sur l'extraction de l'huile de noyaux de datte	<b>5</b>
<b>III</b>	Récapitulatif de divers mélanges des huiles naturelles créés avec huile de soja	<b>9</b>
<b>IV</b>	synthèse des composés formés lors de la friture	<b>12</b>
<b>V</b>	Le ration fritte et huile de friture	<b>27</b>
<b>VI</b>	Résultats d'analyses physico-chimique de l'HND en comparaison a la littérature de travaux scientifique et nos résultats obtenus	<b>30</b>
<b>VII</b>	Résultat de l'indice de réfraction de l'HND comparé à la bibliographie.	<b>31</b>
<b>VIII</b>	Résultats de la teneur en chlorophylle	<b>32</b>
<b>IX</b>	Synthèse du pourcentage des acides gras d'huiles de noyaux de dattes	<b>34</b>
<b>X</b>	Résultats d'analyses physico-chimiques de l'HS et de l'HE	<b>37</b>
<b>XI</b>	Les observations organoleptiques lors des différents tests de friture et le taux de CP	<b>38</b>
<b>XII</b>	Les indices de qualité de l'huile de soja et de l'huile enrichie	<b>39</b>

## Liste des annexes

<b>Annexes</b>	<b>Titre</b>
<b>1</b>	Courbe d'étalonnage pour le dosage des composés phénoliques totaux
<b>2</b>	Courbe d'étalonnage pour le dosage des flavonoïdes
<b>3</b>	Courbe d'étalonnage pour le test de DPPH
<b>4</b>	Résultats de la détermination de CPG de l'HND
<b>5</b>	Résultats de test de rancimat de HND
<b>6</b>	Résultats de test de rancimat de HE
<b>7</b>	Résultats de test de rancimat de HS

# Introduction

## Introduction

### Introduction

L'industrie utilise généralement des antioxydants synthétiques comme l'hydroxyanisole butyle (BHA) et le butylhydroxytoluène (BHT) dans les graisses et les aliments gras afin de prévenir l'oxydation des huiles. Depuis les années 1950, ces substances ont été largement utilisées. Cependant, des recherches ont montré que le BHA et le BHT peuvent avoir des effets néfastes sur la santé humaine, y compris une augmentation du risque de cancer (**Chung et al., 2004 ; Cuvelier et Maillart, 2012**). Pour cette raison, il y a une forte demande d'aliments naturels et une recherche accrue sur les antioxydants naturels (**Biacco et uccella, 2000**).

Les dattes sont consommées depuis des milliers d'années, contiennent une grande quantité de composants bioactifs. Les composés phénoliques ou polyphénols proviennent principalement des plantes tel est le cas du palmier dattier notamment les noyaux de dattes (**Metoui et al., 2019**). En raison de leurs effets bénéfiques sur la santé (anti-inflammatoires, antiallergiques, antimicrobiens et antioxydants), les polyphénols suscitent de plus en plus un intérêt important. Ils peuvent également être utiles dans la prévention et le traitement de diverses maladies telles que le cancer, les maladies cardiovasculaires et neurologiques. Ces substances bioactives sont également utilisées comme additifs dans l'industrie agroalimentaire (**Chira et al., 2008 ; Alahyane et al., 2019**).

Plusieurs études cherchent à remplacer les antioxydants synthétiques par des antioxydants naturels. Dans ce contexte notre étude vise à mélanger une huile riche en antioxydants naturels avec une huile peu stable, en particulier l'huile de soja.

Notre étude réalisée en collaboration avec le laboratoire de recherche et développement de l'entreprise Cévitall, avait pour objectif d'étudier l'effet de l'incorporation de l'huile extraite des noyaux de datte sur la qualité de l'huile de table, en tant qu'antioxydant alternatif et de l'incorporer dans l'huile de soja raffinée lors de la friture, pour une éventuelle protection de l'huile végétale de la détérioration oxydative.

Pour ce faire notre travail est scindé en deux volets :

- ❖ La première partie, qui consiste à une synthèse bibliographique. Elle englobe des informations générales sur l'huile de soja et l'huile de noyaux de dattes mais aussi l'enrichissement des huiles végétales.
- ❖ La deuxième partie, plus expérimentale, comprend deux étapes :
  - L'extraction de l'huile de noyaux de dattes et sa caractérisation physico-chimique.

## **Introduction**

- L'incorporation de l'huile de noyaux de dattes dans une huile de table à savoir l'huile de soja raffinée afin d'étudier sa stabilité oxydative au cours du processus de friture.

# Bibliographie

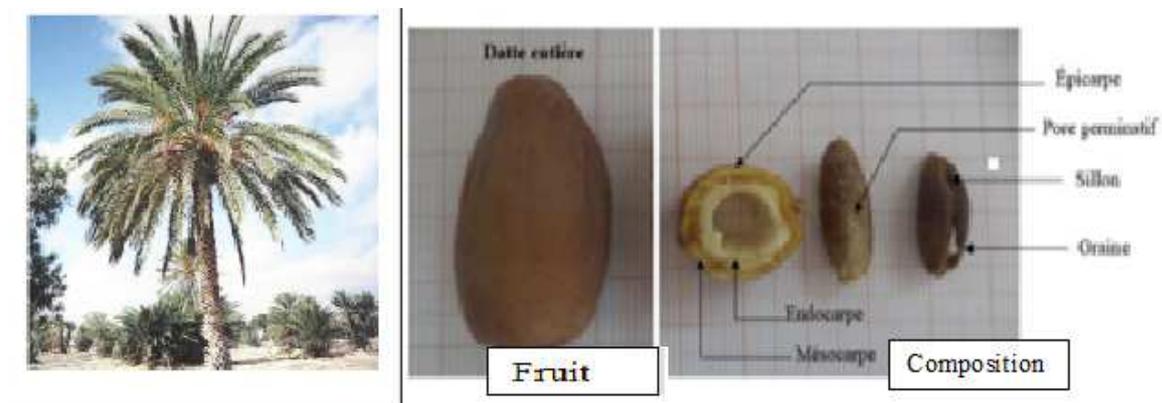
## Bibliographie

### I. Palmier dattier

#### I.1 Généralités

La vie dans les zones désertiques est rendue possible par le palmier dattier. Grâce à leurs effets toniques et légèrement laxatifs, les fruits sont un excellent aliment et constituent l'axe principal de l'agriculture dans les régions désertiques et fournissent la principale ressource financière des oasisiens (**Boulbeau, 2010**).

Le palmier dattier (**Fig.1**) porte le nom scientifique *Phoenix dactylifera L.* (**Tab.I**). Le nom provient du mot phénicien Phoenix, qui signifie dattier, et du terme grec *dactylos*, qui signifie doigt, en référence à la forme du fruit (**Djerbi, 1994**)



**Figure 1:** Palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*) et son fruit

**Tableau I :** Taxonomie du palmier dattier (**Munier, 1973**).

<b>Groupe :</b>	Spadiciflore
<b>Ordre</b>	Palmâmes
<b>Familles</b>	Palmacées
<b>sous familles</b>	Coryfoïdés
<b>Tribu</b>	Phoenicées
<b>Genre</b>	Phoenix
<b>Espèce</b>	<i>Phoenix dactylifera L.</i>

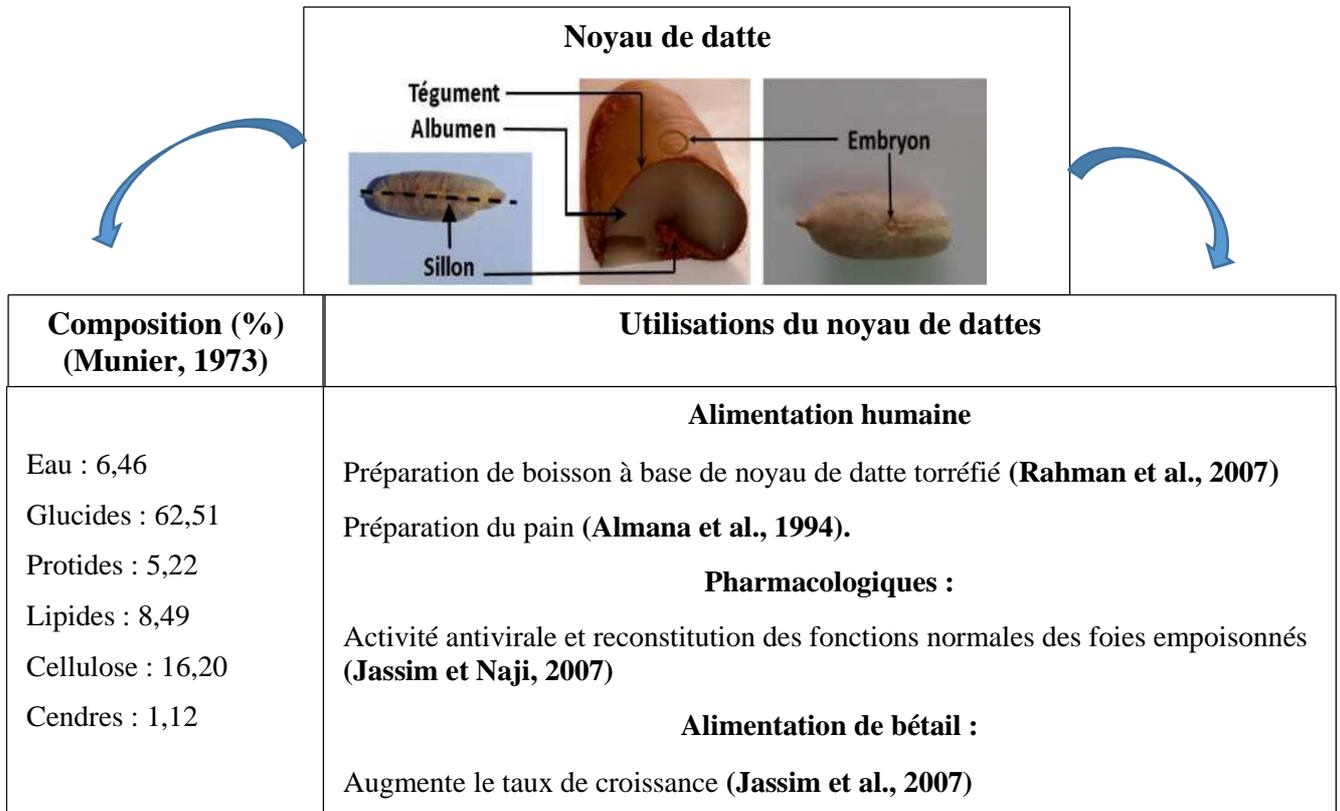
#### I.2 Noyau de datte

Le poids de la datte est compris entre 7 et 30 % du noyau. Il est constitué d'un albumen blanc, dur et corné, entouré d'une enveloppe cellulosique (**Espiard, 2002**).

## Bibliographie

### I.2.1 Composition et utilisations

La composition et l'utilisation des noyaux de dattes sont résumés dans le schéma ci-après :



**Figure 2:** Schéma récapitulatif de la composition et de l'utilisation des noyaux de dattes

### I.2.2 Huile de noyau de datte

Une couleur jaunâtre pâle et une odeur agréable caractérisent les huiles de graine de datte. La présence importante de caroténoïdes explique cette couleur (Laghouiter et al., 2018).

Selon des études antérieures, le noyau de dattes donne un rendement de 5 à 12 % d'huile par rapport à la masse de la poudre des noyaux de dattes. L'analyse de la composition en acides gras a révélé que l'huile de palmier dattier contient des quantités égales d'acides gras saturés et insaturés (principalement monoinsaturés), avec une prédominance de l'acide oléique, suivi des acides linoléiques (Laghouiter et al., 2018).

### I.2.3. Méthode d'extraction d'huile

Il existe différentes méthodes utilisées pour l'extraction de l'huile de noyaux de dattes, le tableau suivant résume quelques méthodes déjà utilisées par différents auteurs (Tab.II).

## Bibliographie

**Tableau II** : Tableau récapitulatif sur l'extraction de l'huile de noyaux de datte.

Méthodes d'extraction	Conditions d'extraction	Conclusion	Références
Soxhlet	(Chloroforme, hexane) 4h (propanol, méthanol) 4h	Le Rd ( $\text{CHCl}_3, \text{C}_6\text{H}_{14}$ ) = 5 % > qu'avec solvants polaires (méthanol et propanol)	(Ali et al., 2015)
Soxhlet	Hexane, 8h	Extractions assistées par ultrasons et micro-ondes ont permis de réduire le temps d'extraction par rapport au Soxhlet de 7h et 30min et le rendement d'extraction par rapport à la macération un taux de 0.70%	(Ben Youssef et al., 2017)
Ultrasons	Hexane ,15g ,20°C,30 min Méthyltétrahydrofurane (MeTHF),15g, RT, 30 min	Rd 6,18% Rd 4,74	
Macération	MeTHF,15g, RT, 30 min	Rd 4,04%	
Micro-onde	MeTHF,15g, 30 min	Rd 4,47%	
Soxhlet	Hexane,50 g,78°C,3h	L'extraction par ultrasons a raccourci le temps d'extraction par rapport au soxhlet, la consommation d'énergie a été réduite et le rendement a été plus élevé (8,5%)	(Jadhav et al., 2016)
Macération	, hexane, 50g,RT, 3jours	Rd 4,22%	
Ultrasons	hexane,50g ,20°C ,45min	Rd 8,5%,	
SC-CO2	5g, 40min , 70°C	le rendement en huile était très faible (Rd 3%)	(Aris et al., 2013)
Soxhlet	Hexane, 120min	La composition de l'huile indique la présence d'acides gras saturés de faible poids moléculaire.	(Ali et al., 2015)
Soxhlet	méthanol 15 °C, éthanol et acétone, 4 H	Rd d'huile 9,78, 8, et 9,5 respectivement	(Al-Sumri et al., 2016)
SC-CO2	250 bar, 333k	Rd d'huile 14%, La pression et l'interaction entre la pression et la température ont augmenté le Rd	(Mehdi et al., 2019)

Rd: Rendement, SC-CO2 : Extraction par dioxyde de carbone supercritique

# Bibliographie

## II. Huile de soja

### II.1 Définition

L'huile de soja est une huile végétale extraite à partir des grains de soja. Elle se caractérise par un aspect fluide et une couleur jaune plus ou moins foncé suivant la variété des graines et les procédés d'extraction. L'huile de soja est principalement utilisée dans l'alimentation, elle est aussi recommandée pour les assaisonnements en raison de son profil nutritionnel riche (Cossut et al., 2002).

### II.2 Composition

L'huile de soja se distingue par sa composition (Fig.3) extrêmement riche en acides gras polyinsaturés notamment en acide gras linoléique et linoléique, qui représentent entre 54 et 72 % des lipides totaux (Lecerf, 2011).

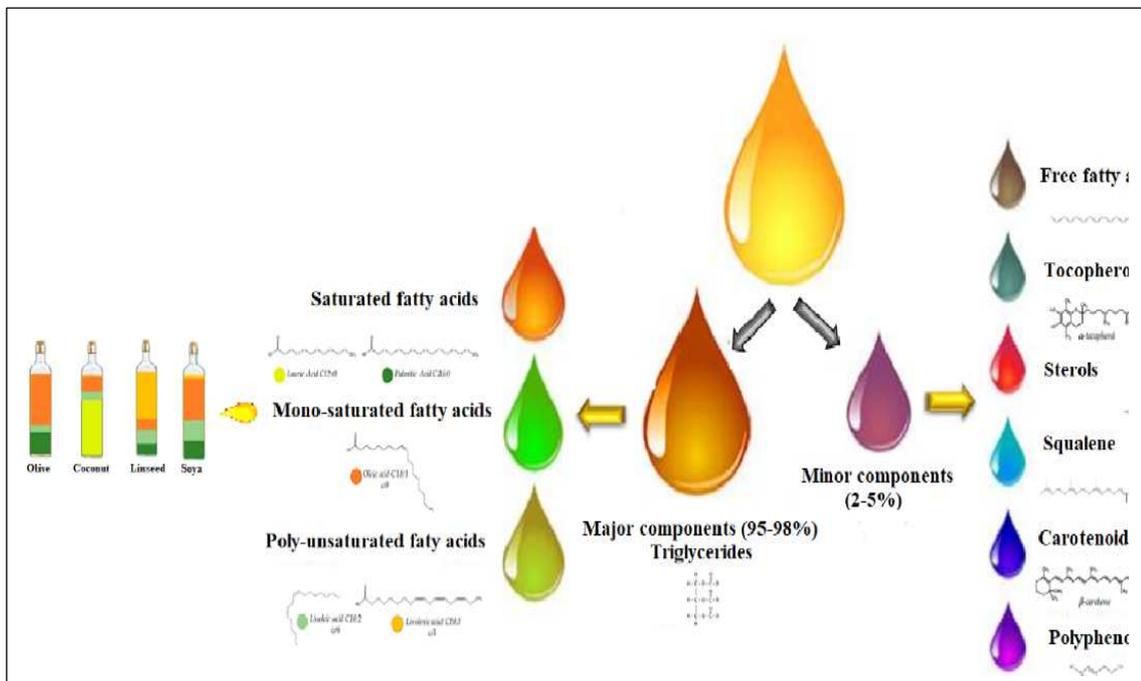
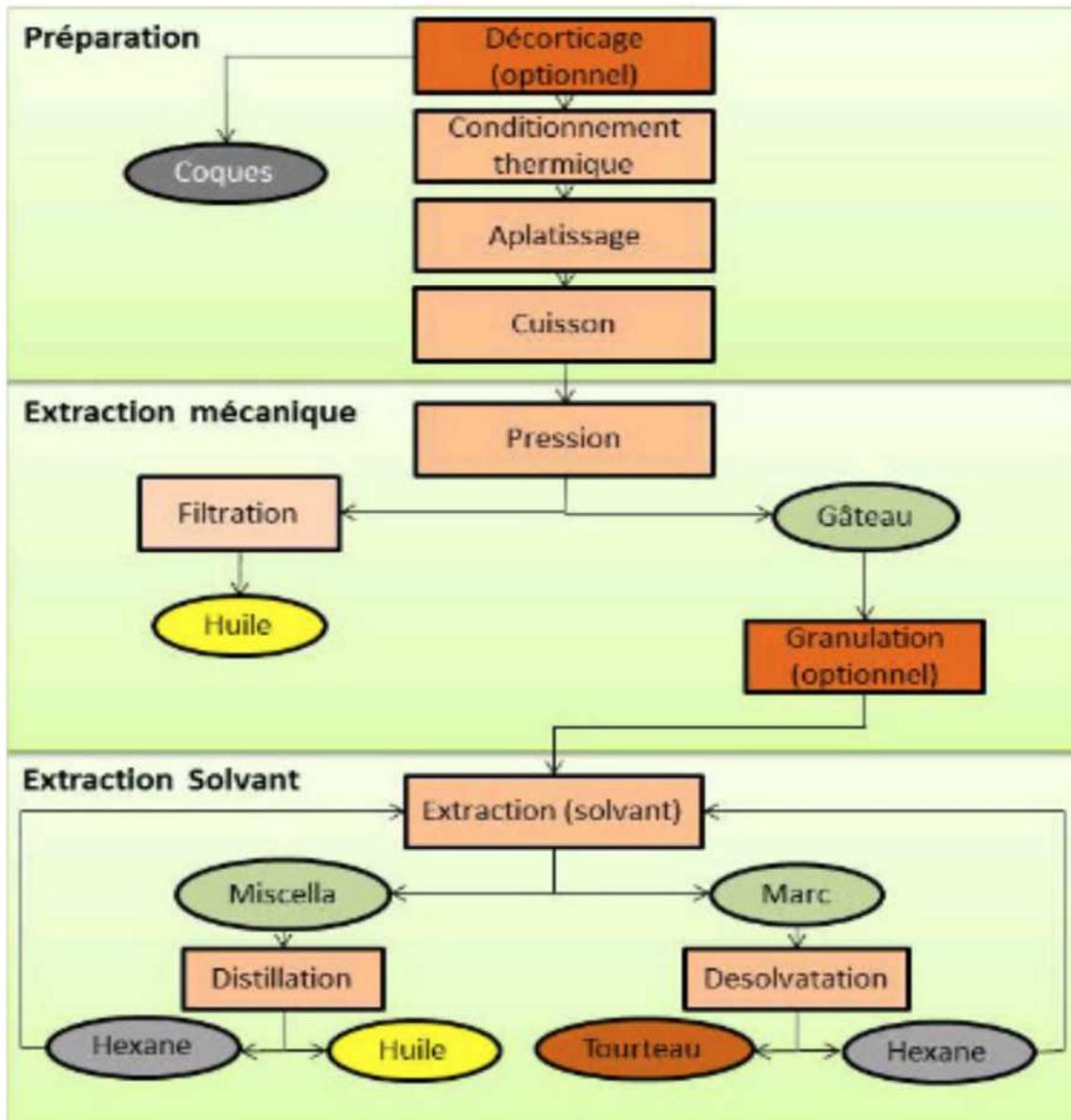


Figure 3 : Les principaux composants des huiles (Achat et al., 2021)

### II.3 Extraction d'huile

Les huiles végétales brutes sont produites au cours du procédé de trituration des graines oléagineuses. Cette opération, qui n'a que relativement peu évoluée depuis 60 ans, comporte trois étapes principales (Fig.4) (Regis et al., 2016) :

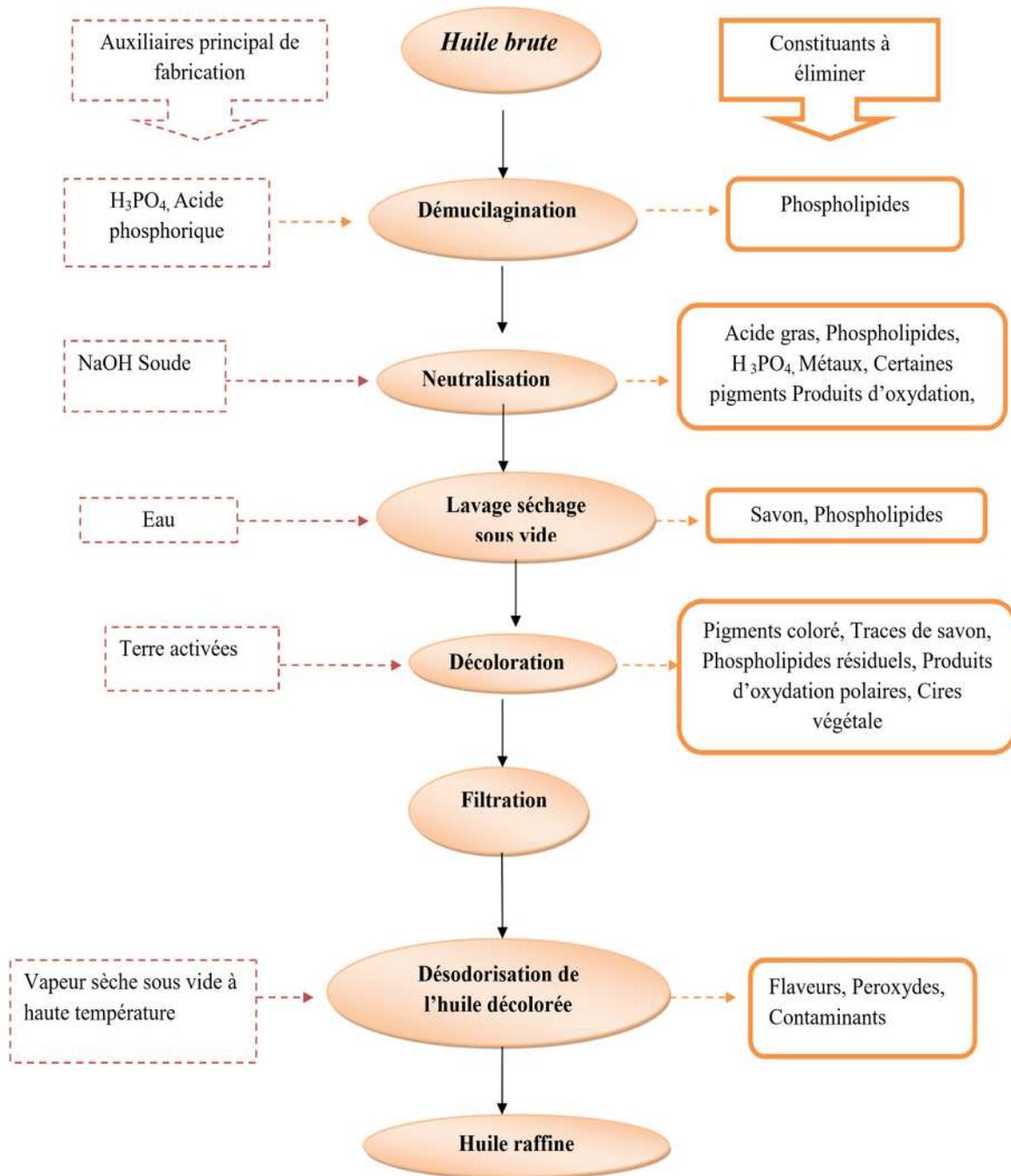
## Bibliographie



**Figure 4** : Opérations unitaires du procédé de trituration (Regis et al., 2016)

Les huiles brutes de pression et d'extraction sont ensuite mélangées puis raffinées afin de fournir aux consommateurs une huile de qualité, exempte d'impuretés et de contaminants, et qui réponde aux exigences réglementaires. Le raffinage chimique des huiles comporte plusieurs étapes (Fig.5),

## Bibliographie



**Figure 5** : Diagramme des étapes de raffinage de l'huile de soja (Pages et al., 2010)

## Bibliographie

### II.4 Enrichissement des huiles

Quelques huiles végétales industrielles utilisées pour la friture ont été enrichies par d'autres huiles (**Tab.III**), pour ralentir la réaction d'oxydation des acides gras constituant ces huiles.

**Tableau III** : Tableau récapitulatif de divers mélanges d'huiles naturelles avec l'huile de soja

Matrice Type d'huile	Huile d'enrichissement	Méthode d'enrichissement	Résultats Rancimat	Référence
Huile de soja + Huile de tournesol	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Sésame</li> </ul>	71% huile de tournesol+ 27% huile de soja+2% Huile de sésame	TIR de cette enrichissement=11,73h TIR(tournesol +soja)=12.17h	( <b>Ayouaz et al., 2022</b> )
Huile de soja	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Amande</li> <li>• Lentisque</li> <li>• Nigelle</li> <li>• Cacahuète</li> <li>• Sésame</li> <li>• Sauvagine (Olive)</li> </ul>	Constitution de 6 huiles recombinées avec les proportions de 70% de l'huile de soja et 30% de l'huile d'enrichissement	<ul style="list-style-type: none"> <li>• TIR<sub>amande</sub> =13,12h</li> <li>• TIR<sub>lentisque</sub>=26,83h</li> <li>• TIR<sub>Nigelle</sub>=16,04h</li> <li>• TIR<sub>cacahuète</sub>=9h</li> <li>• TIR<sub>Sésame</sub>=15.70h</li> <li>• TIR<sub>Sauvagine</sub>=8,87h</li> <li>• TIR<sub>soja</sub> =15h</li> </ul>	( <b>Benbouri che al., ,2022</b> )

**TIR** : C'est le temps d'induction au Rancimat (présenté en heure)

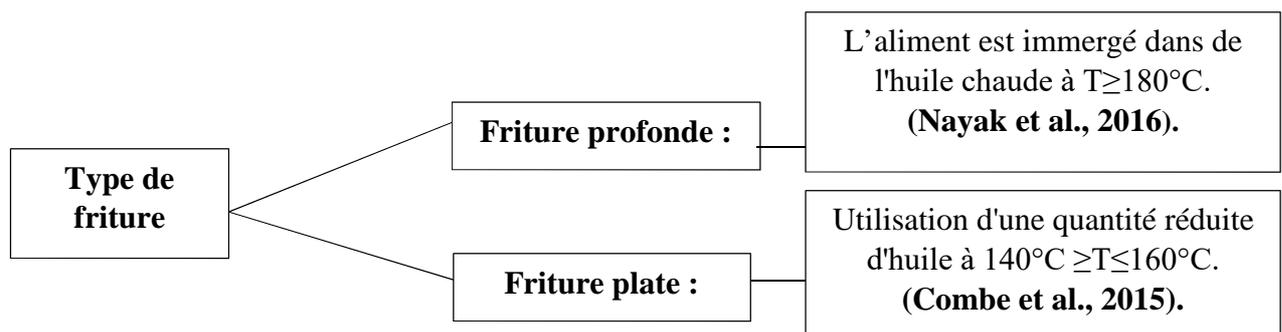
## Bibliographie

### III. Altération des huiles au cours de la friture

#### III.1 Définition et type de friture

La friture est un processus de cuisson des aliments qui est très fréquemment utilisé en restauration commerciale et en ménage, la température de friture varie entre 160 à 180°C, elle permet de créer une croûte unique en couleur et saveur (**Dana et al., 2001**).

- Les types de fritures sont résumés dans le schéma ci-dessous :



**Figure 6** : Récapitulatif des types de fritures

#### III.2 Réactions d'altération des huiles de friture

Les principales réactions de dégradation que subissent les huiles lors du traitement thermique sont l'oxydation et l'hydrolyse, qui sont suivies de réactions de polymérisation, d'isomérisation et de cyclisation. Ces réactions sont résumées dans les figures 07 et 08 :



## Bibliographie

### III.2.2 Produits formés au cours de la friture

Le tableau suivant présente des produits complexes et indésirables produits par les réactions d'oxydation et d'hydrolyse :

**Tableau IV** : Tableau de synthèse des composés formés lors de la friture.

Composés volatils	Composés trans	Composé acrylamide	Composés polaires
La majorité issue de l'oxydation des acides linoléique et oléique, AGI ( <b>Genot, 2006</b> ). Principalement d'aldéhydes ( <b>Katragadda et al., 2010</b> ).	Les huiles insaturées subissent un changement de position des doubles liaisons qui passent de la conformation <i>cis</i> à <i>trans</i> .	La formation de l'acrylamide a lieu au cours de la réaction de Maillard ( <b>Mottram et al., 2002</b> ).	C'est la fraction des nouveaux composés indésirables non-volatils accumulés dans l'huile ( <b>Juárez et al., 2011</b> ). La limite maximale des composés polaires est de 25 à 27% ( <b>Debnath et al., 2012</b> ).

AGI : Acide gras insaturés

# Partie expérimentale

# Matériels et méthodes

## Matériel et méthodes

### I. Matériel et méthodes

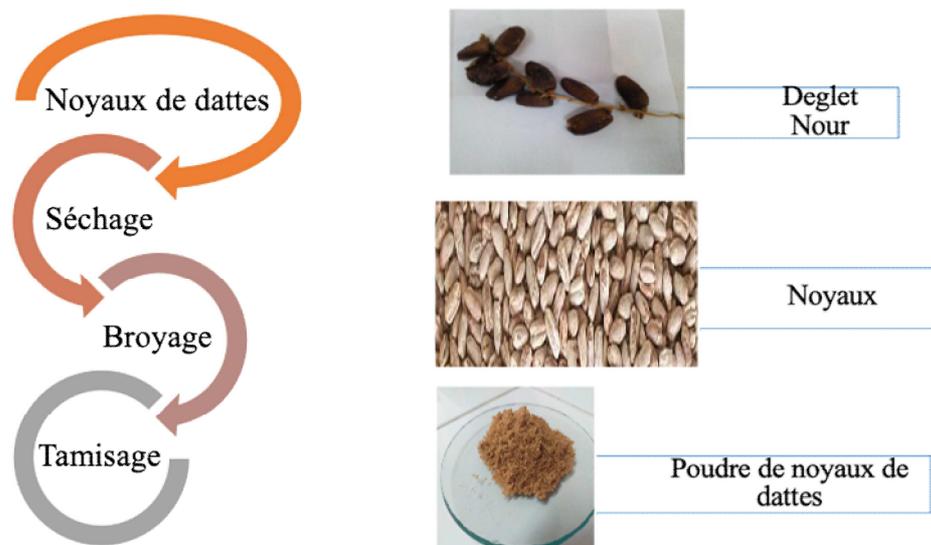
#### I.1 Présentation du sujet

La transformation des dattes en aliments (gâteaux, miel, farine, jus, confiture) et en cosmétiques génère un taux élevé de déchets rejetés dans la nature par les industriels, ce qui nous a poussé à réfléchir à leur valorisation, en particulier les noyaux de dattes qui sont largement utilisés dans l'alimentation animale mais peu dans l'alimentation humaine. En raison de sa richesse en antioxydants, l'huile des noyaux de dattes est fortement recommandée comme source d'antioxydants naturels : caroténoïdes, tocophérols, stérols et polyphénols (Besbes et al., 2007). En plus de leur forte activité antioxydante, ils ne présentent aucun risque pour la santé humaine par rapport aux antioxydants synthétiques (BHA et BHT).

#### I.2 Matériel végétal

##### I.2.1 Noyaux de dattes

Les noyaux de datte ayant servi à l'étude (Fig.9) sont des noyaux de dattes de la variété Deglet Nour du palmier dattier localisé au sud-est Algérien de la wilaya de Biskra. Après dénoyautage les noyaux ont été séchés à 50 °C dans une étuve, pendant quarante-huit heures. Ces derniers sont broyés à l'aide d'un broyeur électrique afin d'obtenir une poudre à différentes granulométries, la poudre obtenue a été tamisée puis conservée au réfrigérateur (4 °C) dans l'attente d'être analysée.



**Figure 9** : Préparation des noyaux de dattes

## Matériel et méthodes

### I.2.2 Huile de soja

Pour cette étude nous avons opté pour l'utilisation de l'huile de soja raffinée au niveau de l'organisme d'accueil Cevital, ce choix est basé sur la composition de cette huile en acide gras polyinsaturés, ainsi que sa richesse en acide lino-lénique (18 :3 n-3) et de l'acide linoléique (18 :2 n-2).

### I.3 Méthodes d'analyses

L'ensemble du travail réalisé sur l'huile de noyaux de dattes est subdivisé en deux parties principales :

- a- L'extraction de l'huile de noyaux de dattes et leur caractérisation physico-chimique.
- b- L'incorporation de l'huile de noyaux de dattes dans une huile de table de friture pour étudier sa stabilité oxydative.

#### I.3.1. Extraction de l'huile végétale

L'huile de noyaux de dattes utilisée dans notre travail est obtenue par pression à froid (Fig.10).



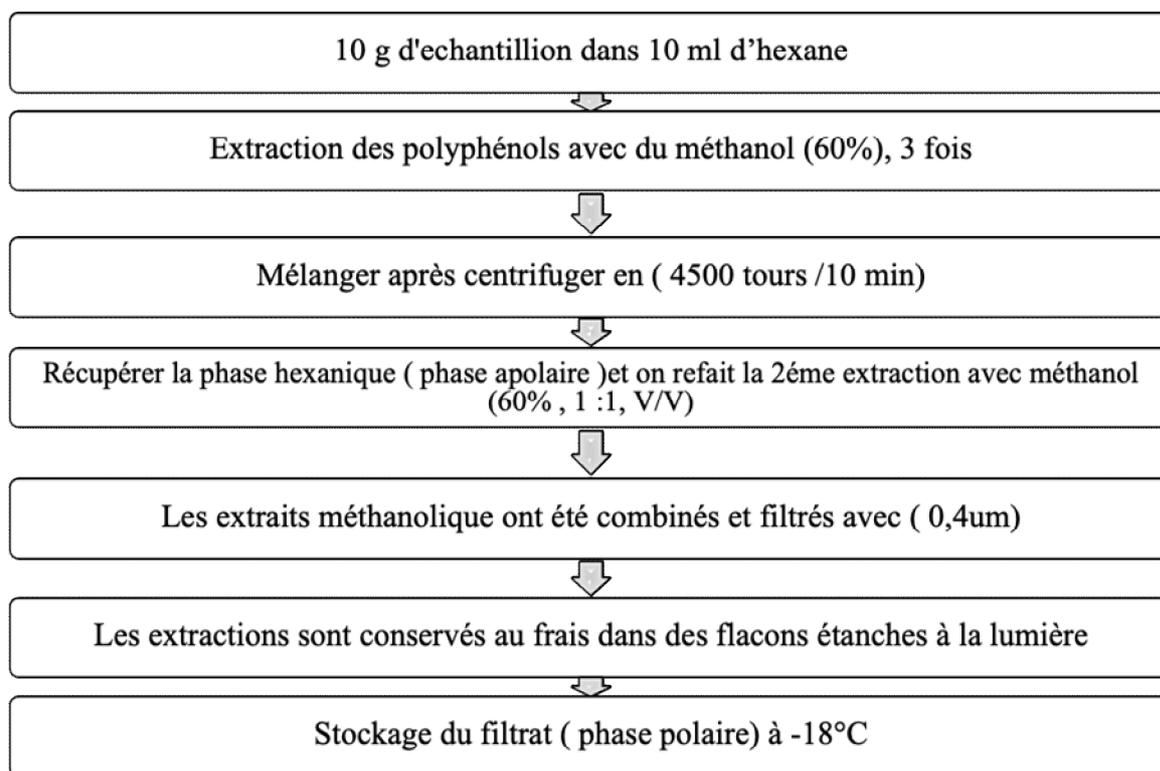
**Figure 10** : Presse à l'huile

L'huile de noyaux de dattes utilisée dans notre travail est obtenue par pressage à froid de noyaux de dattes à l'aide d'une presse à vis, au niveau d'une entreprise de fabrication des produits parapharmaceutiques (Esy-life med) située dans la wilaya de Béjaia

#### I.3.2. Extraction des polyphénols des huiles :

## Matériel et méthodes

Les extraits phénoliques d'huile ont été obtenus (**Fig.11**) selon la procédure décrite par **Achat et al. (2012)**. Ainsi, 10 g d'huiles ont été mélangés avec de l'hexane (1 :1, V/V) et extraits avec du méthanol (60%, 1 :1, v/v) trois fois. Les extraits ont été combinés, lavés à l'hexane. Les extraits méthanoliques ont été conservés à 4 °C pour les analyses.

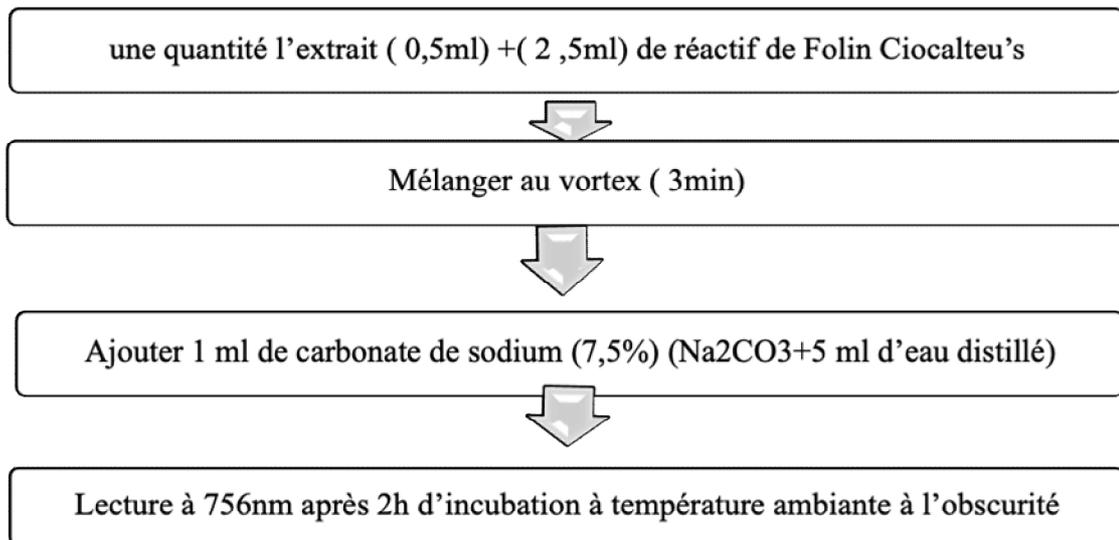


**Figure 11** : Protocole d'extraction liquide-liquide des polyphénols des huiles végétales.

### I.3.2.1 Teneur en composés phénoliques totaux

La quantité de composés phénoliques totaux (TPC) dans les extraits a été déterminée à l'aide de la méthode de Folin-Ciocalteu (**Singleton et Rossi, 1965**). Les oxydations des composés phénoliques avec ce réactif comprennent une réaction avec le mélange d'acides  $H_3PW_{12}O_{40}$  et  $H_3PMo_{12}O_{40}$  en milieu alcalin. Lors de cette réaction, un mélange d'oxydes bleus se forme (**Ribèreau-Gayon, 1982**). Le dosage des polyphénols totaux (**Fig.12**), est réalisé selon la méthode décrite par **Juntachot et al. (2006)**.

## Matériel et méthodes

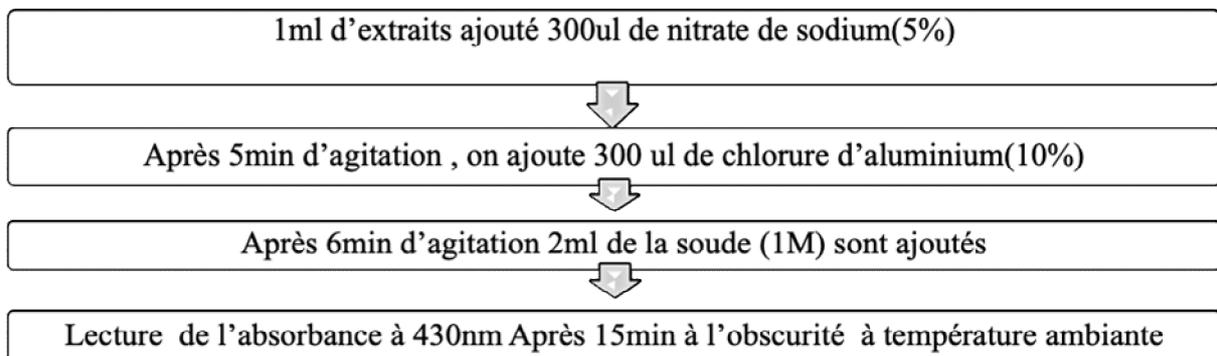


**Figure 12** : Protocole de dosage des polyphénols totaux

- La teneur en composés phénoliques est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage obtenue avec l'acide gallique (EAG) par 100g d'échantillon (**Annexe 1**).

### I.3.2.2 Teneur en flavonoïdes totaux

La teneur en flavonoïdes totaux (TFC) a été déterminée selon la méthode de colorimétrie la plus utilisée (**Fig.13**), basée sur la formation de complexes aluminium-flavonoïdes (**Ribéreau-Gayon, 1968**).



**Figure 13** : Protocole de dosage des flavonoïdes

- La quantité des flavonoïdes dans les extrais est exprimée en se référant à la courbe d'étalonnage standard préparée avec de la Quercétine (**Annexe 2**).

## Matériel et méthodes

### I.4. Evaluation de l'activité antioxydante des huiles

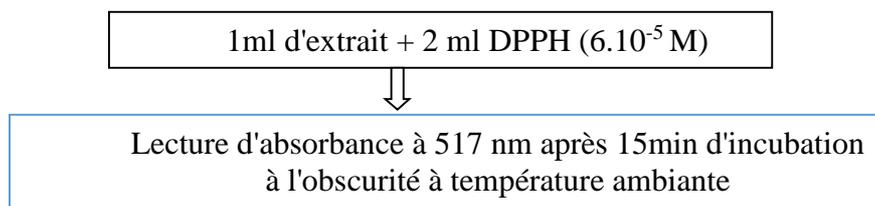
#### I.4.1. Test DPPH°

Le DPPH° est un radical libre stable de couleur pourpre en solution, il a une absorbance caractéristique entre 512 et 517 nm, cette couleur apparaît rapidement lorsque le DPPH est réduit en diphénylpicryl hydrazine par un composé ayant des propriétés anti-radicalaires, ce qui entraîne une décoloration. L'intensité de la couleur est proportionnelle à la capacité des antioxydants présents dans l'environnement à donner des protons (**Sanchez-Moreno, 2002**). La réaction peut être résumée par l'équation suivante :



Où : (AH) représente un composé capable de céder de l'hydrogène au radical DPPH (violet) pour le transformer en hydrazine de diphénylpicryle (jaune) (**Sánchez-Moreno, 2002**).

- L'effet des extraits sur le radical 2,2-diphényl -1-picrylhydrazyl (DPPH), a été mesurée en utilisant la méthode de **Sacan et Yanardag (2010)** avec quelque modification (**Fig.14**)



**Figure 14** : Protocole DPPH

- Les résultats d'inhibition de radical DPPH sont exprimés en pourcentage selon la formule Suivante :

$$\% \text{ d'inhibition de DPPH} = \left[ \frac{\text{Abs}_{\text{cont}} - \text{Abs}_{\text{éch}}}{\text{Abs}_{\text{cont}}} \right] * 100$$

**Abs<sub>cont</sub>**: absorbance de témoin.

**Abs<sub>cont</sub>**: absorbance d'extrait

Le pouvoir inhibiteur est exprimé en se référant à la courbe d'étalonnage standard préparée avec l'acide ascorbique (**Annexe 3**).

### I.5. Caractérisation physico-chimique des huiles

#### I.5.1. Détermination de l'acidité

(ISO 660 Deuxième édition 15-05-1996)

## Matériel et méthodes

### ➤ Définition

L'acidité est le pourcentage d'acide gras libre dans la matière grasse (huile), elle est exprimée en pourcentage d'acide oléique.

### ➤ Principe

En premier lieu c'est la neutralisation de la solution qui peut présenter un caractère acide. En deuxième lieu c'est la neutralisation uniquement des acides gras libres (AGL) par une solution de NaOH à chaud en présence de phénolphaléine. Ces derniers se caractérisent par le virage de la couleur.

### ➤ Mode opératoire

Préparer dans un Erlenmeyer une solution de 75 ml d'alcool neutralisé (éthanol + quelques gouttes de phénolphaléine qui est un indicateur coloré, titrer le NaOH jusqu'à apparition d'une coloration rose). Ajouter 10g de l'huile à analyser, qu'on fait dissoudre en portant sur une plaque chauffante, puis procéder à un deuxième titrage des AGL par NaOH à 0.1N jusqu'à apparition de la couleur rose persistante (10 secondes) et noter la chute de la burette.

### ➤ Expression des résultats :

$$\text{Acidité \%} = M \times N \times V/p \times 10.$$

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

N : normalité de NaOH à 0.1N

P : poids de la prise d'essai.

V : volume de NaOH utilisé pour le titrage.

Donc on aura :

$$\begin{aligned} \text{Acidité \%} &= 0,282 \times V \\ \text{Indice d'acidité} &= \text{acidité (\%)} \times 2 \end{aligned}$$

## I.5.2. Détermination de l'indice de peroxydes

(ISO 3960 Quatrième édition 2007)

### ➤ Définition

C'est la quantité de produit présente dans l'échantillon exprimée en milliéquivalent gramme d'oxygène actif par kilogramme de corps gras oxydant l'iodure de potassium.

### ➤ Principe

## Matériel et méthodes

Consiste à un traitement d'une quantité d'huile en solution dans l'acide acétique et le chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI), le titrage d'iode libéré se fait par une solution de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré, selon la réaction suivante :



### ➤ Mode opératoire

Peser 5g d'huile à 0.01g près dans un erlenmeyer, ajouter 12ml de chloroforme et 18ml d'acide acétique puis incorporer à cette solution 1ml d'iodure de potassium (KI). Agiter la solution et mettre à l'abri de la lumière pendant une minute puis ajouter 75ml d'eau distillée et agiter vigoureusement en présence d'empois d'amidon. Titrer avec le thiosulfate de sodium ( $Na_2S_2O_3$ ) à 0,01N et parallèlement effectuer un essai à blanc (sans huile) jusqu'à décoloration totale de la solution.

### ➤ Expression des résultats

L'indice de peroxyde est donné par la relation suivante :

$$I_p \text{ (méqg } O_2/\text{kg MG)} = N \times (V_1 - V_0) \times 1000/P$$

Où :  $I_p$  : indice de peroxyde exprimé en milliéquivalent gramme d'oxygène actif par kilogramme matière grasse.

$V_0$  : volume de la solution de thiosulfate de sodium pour l'essai à blanc en ml.

$V_1$  : volume de thiosulfate de sodium utilisé en ml.

$N$  : normalité de la solution de thiosulfate de sodium 0,01N.

$P$  : prise d'essai en gramme.

### I.5.3. Détermination de l'indice d'iode

(ISO 3961 Troisième édition 01-06-1996)

#### ➤ Définition

L'indice d'iode est le nombre en gramme d'iode fixé par 100g de corps gras.

#### ➤ Principe

Cette réaction d'addition est utilisée pour déterminer qualitativement l'insaturation des corps gras.

#### ➤ Mode opératoire

## Matériel et méthodes

Introduire la prise d'essai exactement pesée dans un flacon de 300 à 500ml bouché à l'émeri préalablement lavé et séché, faire dissoudre dans 15ml de tétrachlorure de carbone, puis ajouter 25ml de réactif de Wijs, agiter légèrement et placer le flacon à l'obscurité pendant une heure. Au bout de ce temps ajouter 20ml d'iodure de potassium à 10% avec 150 ml d'eau, enfin agiter et titrer l'iode libéré avec le thiosulfate de sodium à 0,1N en présence de quelques gouttes d'empois d'amidon. Faire en parallèle un essai à blanc dans les mêmes conditions.

### ➤ Expression des résultats

$$Id = N (V2-V) \times 12,69/P$$

Tel que : Id : Indice d'iode.

VO : Volume de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc en ml.

V : Volume de thiosulfate de sodium utilisé pour titrer l'excès d'iode en ml.

N : Normalité de thiosulfate de sodium.

12,69 : Masse d'iode correspondant à 1ml de thiosulfate de sodium pour 100g de corps gras.

## I.5.4. Indice de réfraction

(ISO 6320 Quatrième édition 15-03-2000)

### ➤ Définition

On entend par indice de réfraction d'une substance le rapport entre la vitesse d'une lumière de longueur d'onde déterminée dans l'air et la vitesse de cette même lumière dans cette substance.

### ➤ Principe

Mesurer à 40°C à l'aide d'un réfractomètre approprié l'indice de réfraction de la matière grasse.

### ➤ Mode opératoire

Filtrer sur papier filtre une quantité d'huile à analyser disposer quelques gouttes entre prisme d'un réfractomètre (**Fig.14**) de façon à remplir complètement l'espace entre ces prismes, attendre quelques minutes pour permettre à la matière grasse d'atteindre la température des prismes. Effectuer la mesure.

## Matériel et méthodes



**Figure 15:** Réfractomètre

### ➤ Expression des résultats

$$N_D^{t'} = N_D^t + 0,00035 (t - t')$$

Où :

$t' = 40^\circ\text{C}$ .

$t$  : température de l'échantillon pendant l'analyse.

$N_D$ : indice de réfraction à la température  $t$ .

0,00035 : la variation de l'indice de réfraction des triglycérides par degré au voisinage  $40^\circ\text{C}$ .

### I.5.5. Détermination de la couleur des huiles

(ISO 15305 première édition 15-09-1998)

#### ➤ Définition

La mesure de la couleur de l'huile se fait par l'utilisation d'un « calorimètre Lovibond » qui est composé de deux séries de verres de couleur jaune et rouge.

#### ➤ Principe

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

#### ➤ Mode opératoire

On verse l'échantillon à analyser dans une cellule de (5 pouces et 1/4) (**Fig.15**) puis on détermine la couleur en faisant la comparaison avec les lames de la cellule standard.

## Matériel et méthodes



**Figure 16:** Lovibond

### ➤ Expression des résultats

Les valeurs de la couleur sont données comme suit :  $X_J$ ,  $Y_R$ . Où :

J : la couleur jaune.

R : la couleur rouge.

X, Y : les valeurs déterminées par Lovibond.

## I.5.6. Détermination des Chlorophylles

(AOCS CC 13d-55)

### ➤ Définition

Cette méthode est basée sur une quantification par spectrophotométrie, elle est applicable aux huiles neutralisées et blanchies, mais ne l'est pas aux huiles hydrogénées, désodorisées ainsi qu'aux produits finis.

### ➤ Mode opératoire

On filtre soigneusement l'échantillon d'huile. A l'aide d'un spectrophotomètre (**Fig.16**), on effectue aux longueurs d'ondes 630, 670 et 710nm les mesures de l'absorbance de l'échantillon dans une cuve de 1cm d'épaisseur, par rapport à une cuve témoin remplie de tétrachlorure de carbone ( $CCl_4$ ).



**Figure 17 :** Spectromètre

### ➤ Expression des résultats

## Matériel et méthodes

Les chlorophylles en partie par million (ppm) sont données par la relation suivante :

$$\text{Chlorophylles (ppm)} = [A_{670} (A_{630} + A_{710})/2]/0,1086 \times L$$

Tels que :

A : l'absorbance à la longueur d'onde indiquée.

L : L'épaisseur de la cuve (1 Cm).

K : coefficient d'extinction de la chlorophylle dans l'huile ( $K \approx 0.1086$ )

### I.5.7. Analyse de l'absorbance spécifique aux rayonnements UV (Diènes conjugués)

(NF EN ISO 3656)

#### ➤ Définition et Principe :

Elle est fondée sur le fait que les hydro peroxydes absorbent à 232 nm. Les produits non volatils de décomposition des hydro peroxydes sont représentés essentiellement par des « acides oxydes ». Ces derniers sont essentiellement des cétones insaturées absorbant à 270nm.

#### ➤ Expression des résultats :

L'extinction spécifique a une longueur d'onde  $\lambda$  est donnée par la relation suivante :

$$E_{1\text{cm}}(\lambda) = A_d / CD$$

$E_{1\text{cm}}$  : l'extinction spécifique à la longueur d'onde  $\lambda$ .

A : Densité optique à la longueur d'onde  $\lambda$ .

D (cm) : Epaisseur de la cuve.

C (g/l) : Concentration de la solution.

### I.5.8 Détermination du profil en acides gras par CPG

(ISO 5508, 2000)

Le profil en acides gras est déterminé par chromatographie en phase gazeuse de série 9000 GC avec détecteur à ionisation de flamme (F.)

#### ➤ Principe

Consiste à la transformation chimique des acides gras en esters méthyliques afin d'abaisser leurs températures d'ébullition et d'obtenir des dérivés thermostables et volatils, une fois rendus volatils, les différents composants de l'échantillon vont être emportés par le gaz

## Matériel et méthodes

vecteur (hélium, hydrogène) à travers la colonne et se séparent les uns des autres en fonction de leur affinité avec la phase stationnaire qui provoque un phénomène de rétention chromatographique avec les différents composés (appelés solutés). Plus le composé a d'affinité avec la phase stationnaire, plus il mettra de temps à sortir de la colonne (temps de rétention), à la sortie de la colonne, les composés rencontrent un élément essentiel qui est appelé détecteur qui évalue en continu la quantité de chacun des constituants séparés et envoie un signal électronique vers un enregistreur (sorte d'imprimante) qui dessinera les courbes de chaque pic en fonction de leur intensité.

### ➤ Mode opératoire

Les analyses d'acides gras dans l'huile de noyaux de dattes ont été effectuées dans un chromatographe GC-3800 (VARIAN) équipé d'un injecteur avec/sans division et d'un détecteur FID à l'aide d'une colonne capillaire (0,25 mm de diamètre interne × 50 m, épaisseur de film 0,25 µm). La température initiale de la colonne a été maintenue constante à 485 K, pendant 40 min puis programmée à 523 K à une vitesse de 288 K/min. La température a été maintenue à 523 K pendant 10,68 min, l'hélium a été utilisé comme gaz porteur avec un débit de 1,2 mL/min et les analyses ont été réalisées avec un injecteur et température du détecteur de 523 K et injection de 1 µL divisée avec divisé 1:100. Cependant, l'analyse de la teneur en acides gras nécessite leur conversion dans leurs esters méthyliques d'acides gras. Pour cette raison et avant d'effectuer les analyses passe par GC ; 100 µL d'huile-TBME (tert butylméthyl éther) l'échantillon d'huile a été ajouté à 50 µL de méthanol-TMSH (hydroxyde de triméthylsulfonium), et après agitation, 1 µL de la solution a été injecté dans la colonne de chromatographie (Chemie & Oldenbourg, 1983). (**Annexe 4**)

### I.5.9. Analyse des tocophérols

La teneur totale en tocophérols a été quantifiée par la méthode colorimétrique d'**Emmerie-Engel** décrite par **de Wong et al. (1988)** :

1 ml de solutions d'échantillons diluées a été mélangé avec 1 ml d'orthophénantroline, 0,4 % et 0,5 ml de FeCl<sub>3</sub> (éthanol) solution 0,12 %). Le mélange est incubé dans l'obscurité pendant 3 minutes et la couleur rouge-orange formée est mesurée au spectrophotomètre Shimadzu UV/VIS-1800 à 510 nm. L' $\alpha$ -tocophérol a été utilisé comme étalon pour l'étalonnage courbe. Les résultats sont exprimés en mg d'équivalent  $\alpha$ -tocophérol par gramme d'huile (mg  $\alpha$ -TE/g d'huile).

## Matériel et méthodes

Les composés de tocophérols ont été quantifiés par HPLC à l'aide d'un appareil Agilent 1290 Infinity équipé d'un système de mesure de l'humidité.

Pompe quaternaire modèle 1260, un échantillon de liquide automatique et un détecteur fluorimétrique (FLD 1260). Le détecteur a été fixé à 295 nm pour la longueur d'onde d'excitation et à 330 nm pour la longueur d'onde d'émission. La colonne de séparation était un SI60 (250 mm × 4,6 mm de diamètre intérieur, 5 µm, Lichrosorb, Merck KGa A Darmstadt, Allemagne). La phase mobile était n-hexane/isopropanol, 99/1, v/v, en mode isocratique, avec un débit fixé à 1 mL/min, pendant 20 min. Colonne a été réglé à 25°C. Étalon commercial ( $\alpha$ -tocophérol) et mélange ( $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  et  $\delta$ - tocophérol) ont été co-injectés avec des échantillons pour l'identification des isomères de tocophérol

### I.6. Test de stabilité oxydative (Rancimat 743)

(ISO 6886, 2006)

#### ➤ Définition

Ce test est très utilisé dans les cahiers de charges pour évaluer la stabilité oxydative des matières grasses. La spécification de Temps d'Induction au test Rancimat (TIR), exprimé en heures correspond au temps pendant lequel la matière grasse a résisté à un stress oxydatif.

#### ➤ Principe du test de Rancimat

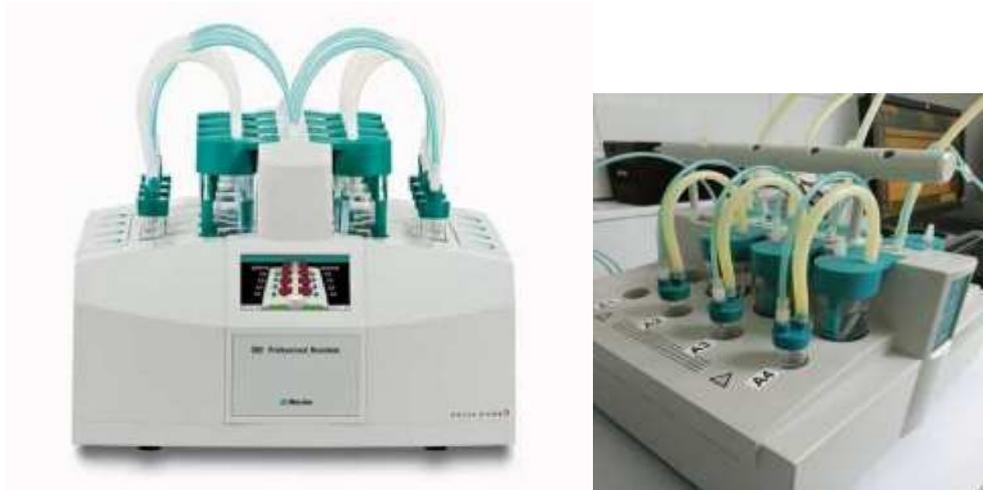
Le principe du test consiste à vieillir prématurément les matières grasses par décomposition thermique à une température spécifiée. Elle se fait généralement à une température comprise entre 90°C et 120°C, sous un bullage intensif d'air. Les acides organiques produits de dégradation sont entraînés par un courant d'air et recueillis dans une fiole contenant de l'eau distillée, dans laquelle est immergée une électrode de mesure de la conductivité. Le temps est déterminé par conductimétrie et correspond au TIR (temps d'induction au test de Rancimat).

Le test de Rancimat offre l'avantage de suivre plusieurs échantillons en parallèle, avec des durées d'analyse réduites et de déterminer automatiquement la stabilité à l'oxydation des huiles et des graisses, sans l'utilisation de réactifs nuisibles à l'environnement et sans titrages fastidieux, que ce soit dans des échantillons huileux ou graisseux. Cependant, ce test est peu représentatif des conditions normales de stockage. Aussi, faut-il interpréter les résultats de ce test avec précaution ; ils doivent surtout être utilisés en vue de comparer les stabilités oxydatives des matières grasses entre elles (**Rahmani, 2007**). (**Annexe 5**)

## Matériel et méthodes

### ➤ Mode opératoire

Le test de Rancimat est déterminé selon la norme ISO : 6886. Une prise d'essai de 3g d'huile est placée dans un bloc de chauffage de Rancimat (**Fig.17**), la température est maintenue à 121°C, le débit d'air est réglé à 10 l/h et les composés volatiles libérés pendant le processus de dégradation sont rassemblés dans un récipient contenant 60 ml d'eau distillée. Le logiciel du système de Rancimat a évalué les courbes résultantes automatiquement.



**Figure 18** : Appareil de Rancimat

## I.7 Formulation et élaboration d'une huile de friture enrichie

## Matériel et méthodes

Nous avons utilisé une huile de soja raffinée fraîche afin de formuler une huile enrichie (HE) en mélangeant 2% de l'huile de noyaux de dattes avec 98% d'huile de soja, suivi d'une homogénéisation à l'aide d'un agitateur (High shear) à 3000 tours pendant plusieurs minutes (**Fig.18**). Un aliquote de 100g (E<sub>0</sub>) du mélange est prélevé pour des analyses ultérieures.



**Figure 19:** Homogénéisation du mélange HE avec l'appareil high shear

### I.7.1 Procédé de friture :

#### I.7.1.1 Choix de l'aliment

Nous avons réalisé le test de friture sur la pomme de terre car c'est l'aliment le plus fréquemment employé et sa composition simple riche en glucide et très faible en matière grasse fait d'elle un substrat de premier choix pour notre étude. Les pommes de terre ont été épluchées et coupées en frites de taille plus ou moins égale, puis séchées avec du papier absorbant (**Fig.19**)

- Pour la friture nous avons utilisé une friteuse électrique de 2.5L, en fixant la température à 180 °C. Les fritures de pommes de terre ont été réalisées avec deux huiles ; l'huile de soja et le mélange huile de soja et huile de noyaux de dattes (HE).
- Le rapport entre la quantité de frites et la quantité d'huile dans la friteuse est indiqué dans le tableau 2 en respectant le ratio de **100**.



## Matériel et méthodes



**Figure 20** : Test de friture

**Tableau V** : Le ration fritte et huile de friture.

Nombre de friture	Quantité d'huile	Quantité de fritte
1 <sup>ere</sup>	2400	240
2 <sup>eme</sup>	2300	230
3 <sup>eme</sup>	2300	230
4 <sup>eme</sup>	2300	230
5 <sup>eme</sup>	2300	230
6 <sup>eme</sup>	2200	220
7 <sup>eme</sup>	2200	220
8 <sup>eme</sup>	2200	220
9 <sup>eme</sup>	2200	220
10 <sup>eme</sup>	2200	220

- Nous avons prélevé trois échantillons ( $E_1$ ) ( $E_2$ ) ( $E_3$ ) : la 1<sup>ère</sup> friture la 5<sup>ème</sup> et la 10<sup>em</sup> ; pour l'évaluation de comportements des huiles au cours de la friture par des analyses physicochimiques.

### I.8 Analyse de l'huile enrichie

Outre l'indice de peroxyde, l'indice d'acide, k 232/270, la couleur et la CPG et le test d'oxydation rapide (test de rancimat) qui ont été décrits ci-dessus, les paramètres suivants ont été mesurés pour l'huile formulé de friture avant et au cours de la friture ( $E_0$ ,  $E_1$ ,  $E_2$ ,  $E_3$  et l'huile témoin).

#### I.8.I Mesure des composés polaires

(ISO 8420, 2008)

##### ➤ Définition

Les composés polaires sont des composés formés lors du chauffage des corps gras à des températures élevées.

## Matériel et méthodes

### ➤ Principe

C'est la mesure des composés polaires à l'aide d'un appareil "Optifry de MIROIL" (Fig.20). Cet appareil permet une mesure précise des huiles de friture. Les composés polaires présents dans l'huile et une approche des polymères responsables de la dégradation.

### ➤ Mode opératoire

- Contrôler les différents paramètres de l'appareil
- La sonde de l'Optifry doit être propre et tiède (20° C)
- L'appareil doit être calibré par l'huile fraîche (avant friture)
- Tremper la sonde d'appareil dans l'huile de telle façon que les orifices de mesure soient complètement couverts (La température de la mesure de l'huile doit être ≈ de 40°C).
- Tenir le testeur dans l'huile à un angle d'environ 45° afin que l'air puisse s'échapper des orifices. Le résultat est affiché après environ 5 secondes sur l'afficheur de l'Optifry.



Figure 21 :Optifry.

## I.8.2 Suivi organoleptique de l'huile

La qualité organoleptique du mélange d'huiles, au cours du processus de friture, a été évaluée par un groupe de spécialistes du complexe agroalimentaire "Cevital".

Les critères organoleptiques suivis au cours de ce test sont l'odeur, la projection d'huile et la formation de mousse

## **Matériel et méthodes**

# Résultats et discussion

## Résultats et discussion

### II. Résultats et discussion

#### II.1 Caractérisation physico-chimique des huiles

La caractérisation a été réalisée sur l'huile de noyau de datte (HND), l'huile de soja (HS) et l'huile soja enrichi avec HND (HE)

##### II.1.1 Huile de noyau de dattes (HND)

Les résultats portant sur l'étude des paramètres physico-chimiques de l'HND sont présentés dans le tableau V, en comparaison avec d'autres travaux scientifiques.

**Tableau VI :** Résultats d'analyses physico-chimique de l'HND en comparaison a la littérature de travaux scientifique et nos résultats obtenus

Pays (région)	Variété	Technique extraction	(I <sub>a</sub> ) mgKOH/g	(I <sub>p</sub> ) meq O <sub>2</sub> /kg	(I <sub>d</sub> ) gI <sub>2</sub> /100g	Référence
Algérie (HND)	Deglet Nour	Presse à froid	0.22± 0.04	2.4± 0,59	47± 1.59	-
Tunisie (Degach)		Presse à froid	1.06	16	45.5	(Besbes et al., 2004)
Tunisie		Soxhlet	0.914	2.96	5.94	(Benmohamed et al., 2018)
		Presse à froid	0.914	0.99	2.3	

##### a. Indice d'acidité

L'indice d'acide d'un lipide est la quantité nécessaire de KOH en mg pour neutraliser l'acidité libre contenue dans un gramme de corps gras.

Le résultat obtenu est de 0.22 mgKOH/g, représentant l'indice d'acidité le plus bas comparativement aux travaux de **Besbes et al. (2004)** et **Benmohamed et al. (2018)**, peut indiquer la fraîcheur de notre échantillon. Cependant cette valeur dépasse la norme maximale recommandée, pour une huile végétale, par l'entreprise Cèvital, qui est de 0.15 mgKOH/g.

##### b. Indice de peroxyde

La détermination de l'indice de peroxyde exprimé en meq d'O<sub>2</sub>/kg d'un corps gras renseigne sur son état d'altération par oxydation (**AFNOR, 1988**).

La valeur obtenue pour l'HND est largement inférieure à celle de **Besbes et al. (2004)**, mais un peu plus élevé par rapport au résultat trouvé par **Benmohamed et al. (2018)**. Toutefois, l'indice de peroxyde de notre huile est conforme aux normes de l'entreprise (10 meq O<sub>2</sub>/kg max).

## Résultats et discussion

### c. Indice d'iode

L'indice d'iode est proportionnel au degré d'insaturation de l'huile ; le résultat de l'HND est de 47 g d'iode/ 100 g d'huile, qui est très proche de la valeur obtenue (45.5g d'iode/100 g) par **Besbes et al. (2004)**. Par ailleurs, notre indice d'iode est très élevé par rapport au résultat enregistré en Tunisie pour l'HND extraite soit par soxhlet ou par la presse à froid (**Benmohamed et al., 2018**).

### d. Indice de réfraction

Le tableau ci-dessous rapporte le résultat de l'indice de réfraction de l'HND comparé au résultat de **Benmohamed et al. (2018)**.

**Tableau VII** : Résultat de l'indice de réfraction de l'HND comparé à la bibliographie.

	Méthode d'extraction	Indice de réfraction
<b>HND (notre travail)</b>	Pression à froid	1.457± 0.16
<b>(Benmohamed et al., 2018)</b>	Soxhlet	1.446
	Pression à froid	1.454

L'indice de réfraction obtenu à 40° C ; est analogue à l'indice de réfraction déterminé à 40° C par **Benmohamed et al. (2018)**, qui reste conforme à la norme de l'entreprise (1.466-1.470).

L'indice de réfraction est particulièrement utile car il renseigne sur l'état de dégradation d'une huile. En effet, la présence d'acides gras libres abaisse fortement l'indice de réfraction (**Agueib et Messai, 2018**).

### e. Absorbance spécifique

La mesure de l'absorbance aux ultraviolets est l'une des méthodes de mesure de l'état d'oxydation de l'huile. Elle permet de suivre l'évolution de la peroxydation et de connaître la teneur en produits secondaires d'oxydation (**NF EN ISO 3656**).

Les résultats de l'absorbance spécifique de l'huile du noyau de dattes étudié pour **K<sub>232</sub>** et **K<sub>270</sub>** sont respectivement (1.07± 0.051, 0.624± 0.042), qui sont proches de ceux obtenus par **Besbes et al. (2004)**, de la même variété, Deglet Nour, (**K<sub>232</sub> = 1.2** et **K<sub>270</sub> = 0.5**)

## Résultats et discussion

### f. Chlorophylle

La chlorophylle possède une couleur fluorescente, le tableau suivant résume le résultat de l'HND comparé aux données obtenus par **Besbes et ses collaborateurs (2004)**.

**Tableau VIII** : Résultats de la teneur en chlorophylle

Auteur	Pays (région)	Variété	Chlorophylles (mg /kg)
<b>HND</b>	Algérie (Biskra)	Deglet Nour	$0 \pm 0.0$
<b>Besbes et al. (2004)</b>	Tunisie (Degach)	Deglet Nour	0.86

Nous constatons une légère différence dans la quantité de chlorophylle présente dans les huiles de noyau de datte de la Tunisie et celle d'Algérie. En effet, notre résultat révèle une absence totale de la chlorophylle, par contre cette valeur ( $0 \text{ mg/Kg}$ ) est dans l'intervalle de Norme fixée par l'entreprise Cevital ( $0 \text{ à } 0,8$ ).

### II.1.1.1 Dosage des polyphénols, flavonoïdes et tocophérols

#### a. Polyphénols totaux

L'un des solvants les plus courants pour extraire les composés phénoliques est le mélange méthanol/eau (**Mueller–Harvey, 2001**).

En utilisant le méthanol ou l'eau comme solvant d'extraction, la teneur en composés phénoliques totaux (polaires et apolaires) dans les extraits d'huile du noyau de datte est de  $61.66 \pm 1,02 \text{ mg EAA/100g d'huile}$  (Annexe I), cette valeur est bien inférieure comparativement au résultat trouvé par **Harkat et al. (2022)** qui est de l'ordre  $154.59 \text{ mg EAA/100g d'huile}$

Le temps, la température d'extraction, la nature du solvant utilisé et les conditions climatiques peuvent expliquer cette différence ou même les conditions de stockage de l'huile du noyau de datte, qui peuvent affecter la composition en polyphénols (**Marinova et Yanishlieva, 2003**).

#### b. Flavonoïdes

Ajouter du chlorure d'aluminium à la solution éthanolique de quercétine donne une couleur jaune. Les extraits d'HND ont également cette couleur, ce qui indique la présence de complexes de chélation des ions d'aluminium par les flavonoïdes.

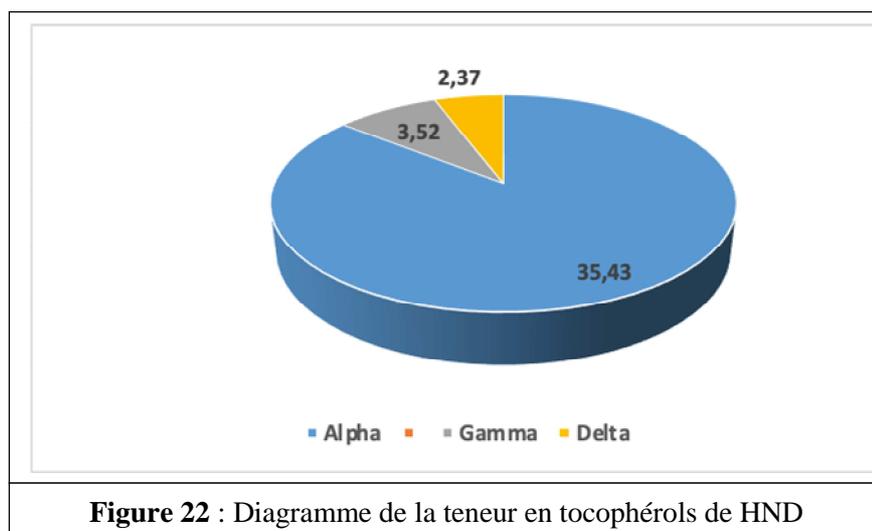
Selon le résultat recélé pour l'HND étudiée, une faible teneur en flavonoïdes ( $75.40 \pm 0,7 \text{ ppm}$ ) a été enregistrée. A notre connaissance, aucun travail n'a été fait dans ce sens.

## Résultats et discussion

### c. Tocophérols

La vitamine E (tocophérol) est un composant essentiel de l'alimentation humaine, nécessaire pour une bonne santé (Nehdi et al.,2013 ; Adikari et al.,2008). Ils ont un pouvoir antioxydant puissant et des propriétés anti radicalaires grâce à leur meilleure distribution dans les couches lipidiques des membranes cellulaires, ce qui leur donne un grand potentiel dans la prévention de diverses maladies humaines (Ahsan et al.,2002 ; Sen.K et al.,2006)

Les valeurs présentées dans la figure ci-dessus, sont les résultats des différents types de tocophérols, obtenus par HPLC dans l'HND.



D'après **Golshan Tafti et al. (2017)** les résultats que nous avons obtenus concernant les tocophérols  $\alpha$  (alpha),  $\gamma$  (gamma),  $\beta$  (beta) et  $\delta$  (delta)

Alpha  $\alpha$  est largement supérieure avec  $35.43 \pm 1.65$  ppm alors qu'elle doit être comprise [10.1 ppm, 18.6 ppm]. Tandis que les tocophérols  $\gamma$  gamma et  $\delta$  delta sont à de très faible quantité qui sont respectivement  $3.52 \pm 0.24$ ppm et  $2.37 \pm 0.56$  alors qu'elles doivent être compris [4 ppm, 7 ppm] et [6.1 ppm, 9.8 ppm] respectivement

Ces différences peuvent être probablement en raison des conditions analytiques, des facteurs génétiques, des variétés et des origines.

#### II.1.1.2 Activité antiradicalaire de l'HND

Le test de piégeage des radicaux libres, DPPH<sup>o</sup>, a été utilisé pour évaluer l'activité antioxydante de l'HND. La synthèse qui aborde cette évaluation des différentes variétés étudiées est représenté dans la figure suivante les résultats.

## Résultats et discussion

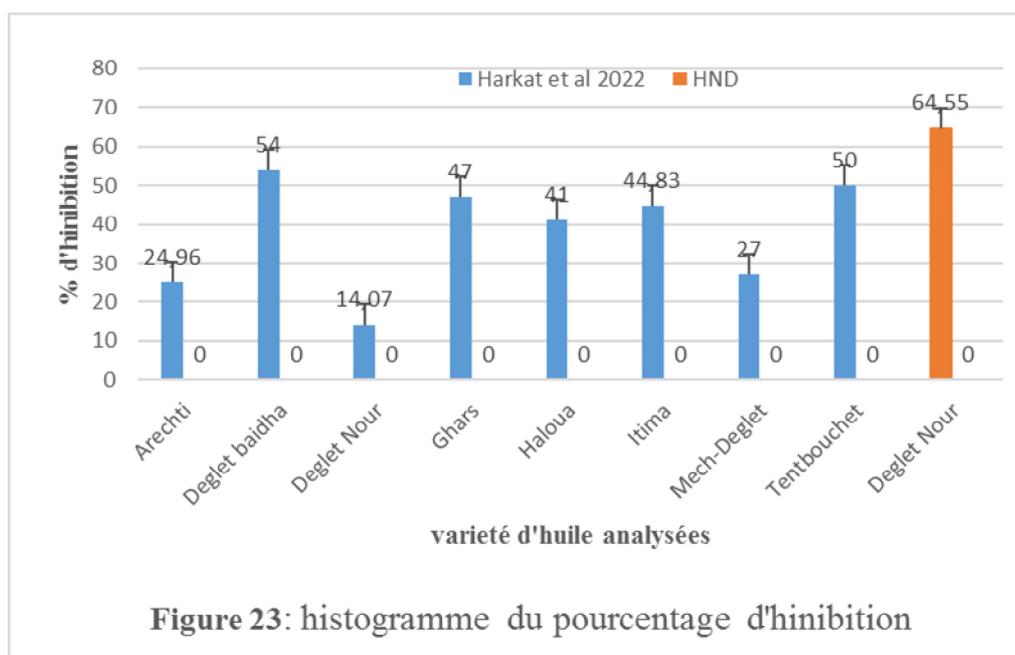


Figure 23: histogramme du pourcentage d'inhibition

Les résultats rapportés par **Harkat et al. (2022)**, clarifient la différence qui peut se trouver entre des variétés du même pays et aussi de la même variété mais de région différente. Puisque pour la même variété Deglet-Nour, notre résultat est largement plus élevé  $64.44 \% \pm 0.83$  contre  $14.07 \%$ .

Selon **Laghouiter et al., (2018)** les différents composants des huiles de noyaux de dattes contribuent à leur activité antioxydante. Certains composants autres que les acides gras, tels que les composés phénoliques, les stérols et les tocophérols, peuvent participer en partie à cette activité.

### II.1.1.2 Détermination des acides gras

Le tableau ci-après montre les résultats des acides gras obtenus dans l'HND (**Annexe 4**) en les comparant à ceux de Deglet noir de la Tunisie (**Besbes et al., 2004**)

**Tableau IX** : Synthèse du pourcentage des acides gras de l'huile de noyau de dattes

Acides gras	C10:0	C12:0	C14:0	C16:0	C18:0	C22:0	C16:1	C18:1	C18:2	C18:3
<b>HND 1</b>	-	13	9.02	11.89	5.28	0,40	-	50.2	8.54	0.40
<b>HND 2</b>	0.8	17.8	9.84	10.9	5..67	-	0.11	41.3	12.2	1.68

Unité : %, C10:0 (acide caprique), C12:0 (acide laurique), C14:0 (acide myristique), C16:0 (acide palmitique), C18:0 (acide stéarique), C22:0 (acide béhénique), C16:1 (acide palmitoléique), C18:1 (acide oléique), C18:2 (acide linoléique), C18:3 (acide linoléénique). HND1 : notre travail, HND 2 : **Besbes et al. (2004)**.

D'après les résultats que nous avons obtenus dans notre échantillon (HND 1) (**Tab IX**),

## Résultats et discussion

nous constatons que l'acide oléique représente 50.2 % du profil d'acides gras de l'HND Deglat Nour. C'est l'acide gras majoritaire et le plus abondant, qui va donc conférer ses propriétés à l'huile, est monoinsaturé et de type -  $\omega$  9. Cet acide gras est également très majoritaire dans l'huile d'olive. Quantitativement, le second acide gras rencontré dans cette huile est l'acide laurique avec un taux de 13 %, puis l'acide palmitique 11,89 % ; acide myristique 9,02 % ; acide linoléique 8,54 % ; acide stéarique 5,28 %, puis l'acide linoléique 1,44 %.

Selon la littérature, lorsque l'acide oléique est suivi par l'acide laurique, linoléique ou palmitique, l'huile est considérée comme étant de type oléique-laurique, oléique-linoléique ou oléique-palmitique, respectivement. Ainsi l'huile étudiée peut être donc considérée comme une huile oléique-laurique, ces résultats confirment l'aspect fluide de l'huile.

En comparant notre résultat avec les données d'un travail scientifique ultérieure de **Besbes et al. (2004)**, le profil d'acides gras d'huile de noyau de dattes, nous remarquons qu'il est caractérisé par la présence des cinq acides gras principaux (acide oléique (C18:1), acide linoléique (C18:2), acide palmitique (C16:0), acide myristique (C14:0) et acide laurique (C12:0), mais en quantités différentes de la teneur totale en acides gras. Certains acides gras ont été détectés en plus faibles quantités, notamment les acides capriques (C10:0), palmitoléique (C16:1) et linoléique (C18:3).

Selon **Besbes et al. (2004)**, ayant rapporté que les dattes tunisiennes contenaient plus d'acides gras insaturés que d'acides gras saturés. En effet, le principal acide gras insaturé était l'acide oléique (41-48%), tandis que le principal acide gras saturé était l'acide laurique (17,8%) pour le cultivar Deglet Nour.

En général, la composition en acides gras de l'huile de dattes peut varier en fonction de la variété et du stade de maturation, ainsi que de la méthode d'extraction (**Al Shahib et al., 2003**).

Nos résultats coïncident aussi avec ceux de **Habib et al. (2018)** et **Bouallègue et al. (2019)** respectivement, ayant révélé que l'huile de datte est une source d'acides gras saturés (acides laurique, myristique et palmitique), monoinsaturés (acides palmitoléique et oléique) et polyinsaturés (acides linoléique et linoléique) à hauteur de 50, 42 et 8 % respectivement.

En raison de leur stabilité exceptionnelle et de leur importance nutritionnelle, les huiles à forte teneur en acide oléique sont généralement très intéressantes. En raison de son faible niveau de saturation, de son potentiel de réduction du cholestérol dans le sang, de sa stabilité à l'oxydation et de ses effets préventifs sur certaines maladies cardio-vasculaires, l'acide oléique

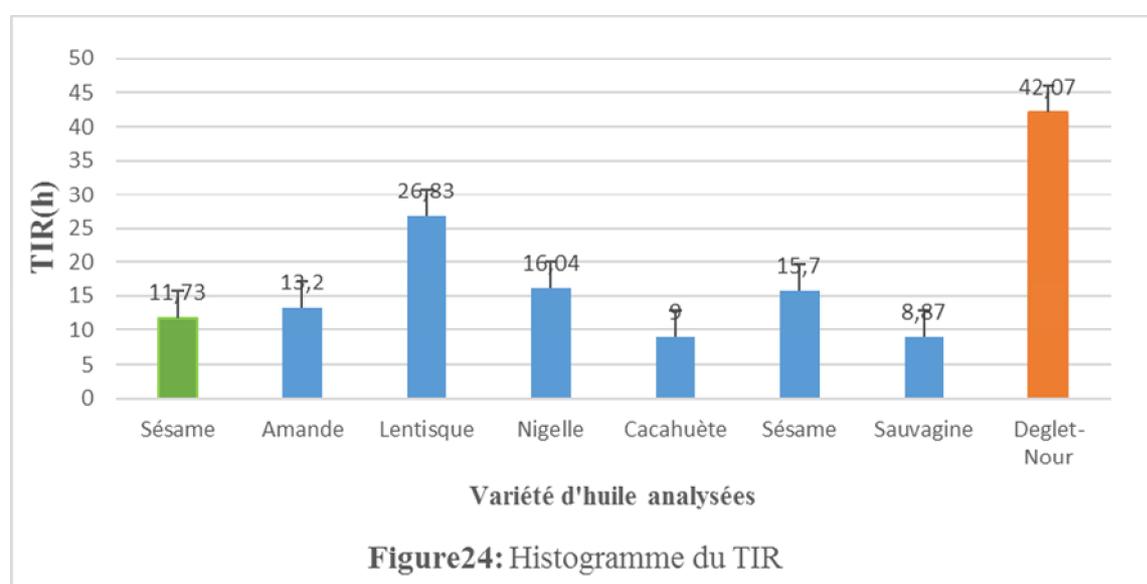
## Résultats et discussion

est considéré comme l'un des acides gras insaturés les plus importants dans l'alimentation humaine (Reddy et al., 2017).

### II.1.1.3 Test de stabilité oxydative (Rancimat)

Ce test est très utilisé dans les cahiers de charges pour évaluer la stabilité oxydative des matières grasses (Annexe 5). La spécification de TIR (Temps d'Induction au test Rancimat, exprimé en heures) correspond au temps pendant lequel la matière grasse a résisté à un stress oxydatif accéléré (Rahmani et al., 2007).

La figure suivante montre le temps d'induction de l'HND étudié compare à différentes huiles.



■ Ayouaz et al. (2022) ■ Benbouriche et al. (2022) ■ HND

Comme la démontre la figure ci-dessus, le résultat du TIR de notre huile présente le temps d'induction le plus élevé, et ce, en comparaison avec les huiles de lentisque, de nigelle, de sésame et de cacahuète.

Le TIR représente le temps nécessaire pour que les hydroperoxydes produits dans l'huile après oxydation soient décomposés par l'oxygène et la température (Benbouriche et al., 2022). Ce qui implique que plus le TIR est long en termes d'heures, plus l'huile est stable.

### II.1.2 Caractérisation de l'HS et l'HE :

Une analyse physico-chimique d'huile de soja (HS) récupérée à la fin de l'étape de désodorisation a été effectuée, au niveau du complexe agro-alimentaire Cèvital, ainsi que pour

## Résultats et discussion

l'huile enrichie (HE) avec l'HND. Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau ci-après.

**Tableau X** : Résultats d'analyses physico-chimiques de l'HS et de l'HE

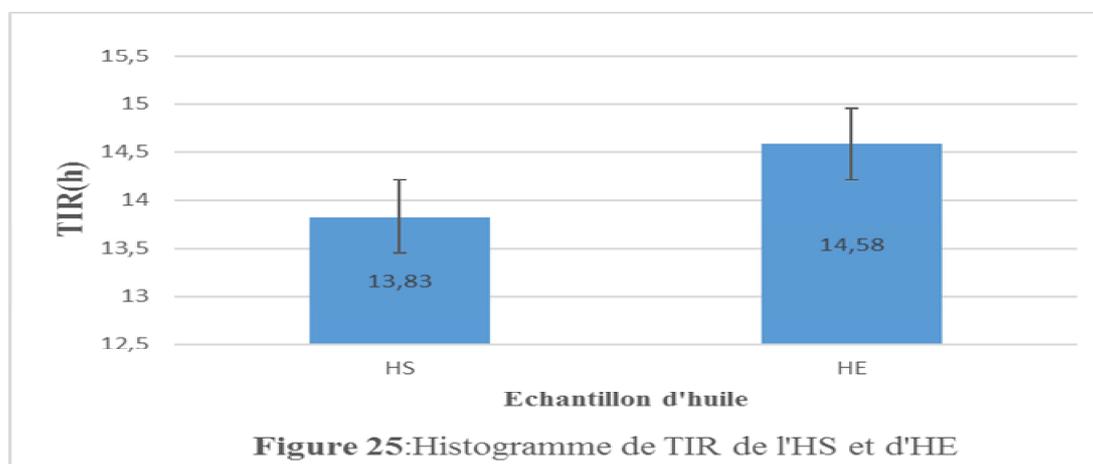
Les paramètres	HS	HE	Normes
Acidité (%)	0,04± 0.008	0.026± 0.001	0.3 max
Indice de peroxyde (meqO2/kg)	0,2± 0.16	2.6± 0.43	10max
Indice de réfraction	1,467± 0.43	1.467± 0.20	1.466-1.470
Indice de couleur (Jaune /Rouge)	10± 1.18/1 ± 0.08	20± 1.46 /2± 0.65	16/1.6

Les valeurs trouvées de la caractérisation physico-chimique de l'huile de soja sont inférieures aux normes fixées par l'entreprise, ce qui confirme que le procédé de raffinage de l'huile a été réalisé dans de bonnes conditions.

Tandis que pour l'HE, tous les paramètres physico-chimiques sont conformes aux normes citées, sauf pour la couleur qui est supérieure aux normes, nous suggérons pour remédier à ce défaut organoleptique de filtrer l'huile de noyau de datte avant le mélange avec l'huile de soja.

### II.1.2.1 Estimation de la stabilité oxydative de l'HS et l'HE

Pour estimer la stabilité ou la susceptibilité de l'huile de soja avec ou sans l'HND à l'oxydation, un test d'oxydation accéléré a été appliqué sous des conditions standardisées à l'aide d'un appareil Rancimat. Les résultats de ce test sont exprimés en temps d'induction (heures), déterminés à partir la courbe de conductivité (**Annexe 6 et 7**), sont présentés dans la figure suivante :



## Résultats et discussion

D'après les résultats obtenus nous constatons que le temps d'induction le plus faible est enregistré pour l'huile de soja témoin (13.82h).

Le temps d'induction de l'huile enrichie avec 2 % d'huile de noyau de datte est de 14.58 heures. Comparativement à l'huile de soja enrichie avec 2 % de l'huile de sésame (Ayouz et al., 2022) qui est de 11.73 heures le TIR du l'HND est beaucoup plus élevé. Cela indique que l'huile de noyau de datte offre une meilleure stabilité oxydative et il est recommandé d'utiliser cette huile pour améliorer la stabilité oxydative des huiles végétales.

### II.2. Test de friture

#### II.2.1 Suivi organoleptique de l'HS et l'HE

La qualité organoleptique des deux huiles (HS et HE), au cours du processus de friture, a été évaluée par un groupe de spécialistes du complexe agroalimentaire "Cevital".

Les résultats des critères organoleptiques suivis au cours de ce test sont l'odeur, la projection d'huile (PH) et la formation de mousse ainsi le taux de composés polaires (CP) sont illustrés dans le tableau XI.

**Tableau XI** : Les observations organoleptiques lors du test de friture et le taux de CP.

Observations	Huile de soja				Huile de soja enrichie			
	Odeur	PH	Mousse	CP (%)	Odeur	PH	Mousse	CP (%)
1 <sup>ère</sup> friture	Néant	Présence	Présence	1,8± 0.26	Caractéristique produit	Présence	Présence	2,5± 0.1
2 <sup>ème</sup> friture	Néant			***				***
3 <sup>ème</sup> friture	Néant			***				***
4 <sup>ème</sup> friture	Néant			***				***
5 <sup>ème</sup> friture	Néant			3,2± 0.65				3,5± 0.42
6 <sup>ème</sup> friture	Néant			***				***
7 <sup>ème</sup> friture	Présence			***				***
8 <sup>ème</sup> friture	Présence			***				***
9 <sup>ème</sup> friture	Présence			***				***
10 <sup>ème</sup> friture	Présence			8,5± 0.75				7,5± 0.62

PH : Projection d'huile, CP : Composé polaire

Les deux huiles avaient une odeur normale, mais l'huile de soja témoin présentait plus d'odeur

## Résultats et discussion

par rapport à l'huile enrichie, qui en présentait moins.

Les deux huiles produisaient de la mousse pendant la cuisson, mais nous n'avons pas d'informations détaillées sur l'intensité de la mousse dans chaque cas. Concernant le critère de projection d'huile L'HE présentait moins que l'HS.

Ces différences peuvent être attribuées à la présence de 2% d'huile de noyaux de dattes dans le mélange utilisé pour l'huile de soja enrichie.

Les observations notées démontrent que l'huile de soja enrichie présente une stabilité remarquable pendant le processus de friture.

- Une différence légère est enregistrée pour les composés polaires de l'HS ainsi que l'HE (détails ci-dessous)

### II.2.2 Suivi physicochimique de l'HS et de l'HE

L'effet de la friture sur les paramètres physico-chimiques d'huile de soja avec et sans huile de noyau de dattes est illustré dans le tableau suivant

**Tableau XII** : les indices de qualité de l'huile de soja et de l'huile enrichie

Friture	Huile de soja (témoin)				Huile enrichie			
	E <sub>0</sub>	E <sub>1</sub>	E <sub>2</sub>	E <sub>3</sub>	E <sub>0</sub>	E <sub>1</sub>	E <sub>2</sub>	E <sub>3</sub>
Acidité (%)	0.04± 0.008	0.06 ± 0.01	0.09± 0.007	0.14 ± 0.005	0.026± 0.002	0.04± 0.001	0.05± 0.006	0.05± 0.004
Indice de peroxyde (meqO <sub>2</sub> /kg)	0.2± 0.002	0.6± 0.004	3.2± 0.08	5.4± 0.15	2.4± 0.2	2.8± 0.4	3.2± 0.15	3.8± 0.16
Composés polaires (%)	0	1.8± 0.26	3.2± 0.65	8.5± 0.75	0	2.5± 0.1	3.5± 0.42	7.5± 0.62

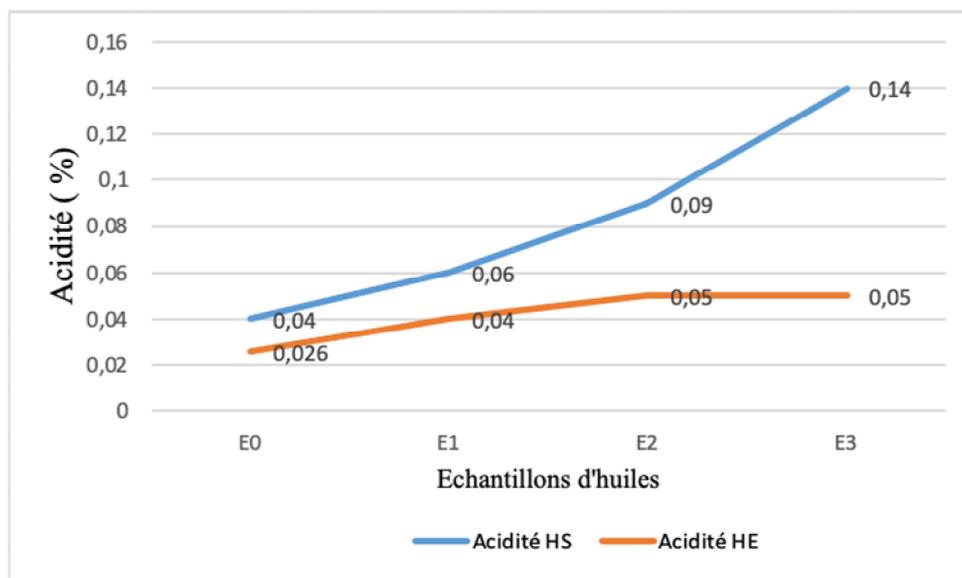
E<sub>0</sub> : avant chauffage. E<sub>1</sub> : après première friture E<sub>2</sub> : après cinquième friture E<sub>3</sub> : après dixième friture.

A partir du tableau ci-dessus, nous pouvons effectuer une étude comparative de discussion entre l'huile enrichie et l'huile de soja en termes d'acidité, d'indice de peroxyde et de composés polaires.

#### II.2.2.1 Acidité

La quantité d'acides gras libres présents, qui peut indiquer la détérioration de l'huile, des deux huiles (HS et HE) a été estimée et la figure suivante montre les résultats recélés.

## Résultats et discussion



**Figure 26 :** Acidité des huiles au cours de friture

Nous observons que l'huile de soja témoin présente une acidité initiale de 0,04, qui augmente progressivement à travers les différentes étapes de friture (E0, E1, E2, E3), atteignant une valeur de 0,14 à l'étape E3. En revanche, l'huile enrichie présente une acidité plus faible, avec des valeurs stables allant de 0,026 à 0,05 tout au long du processus de friture.

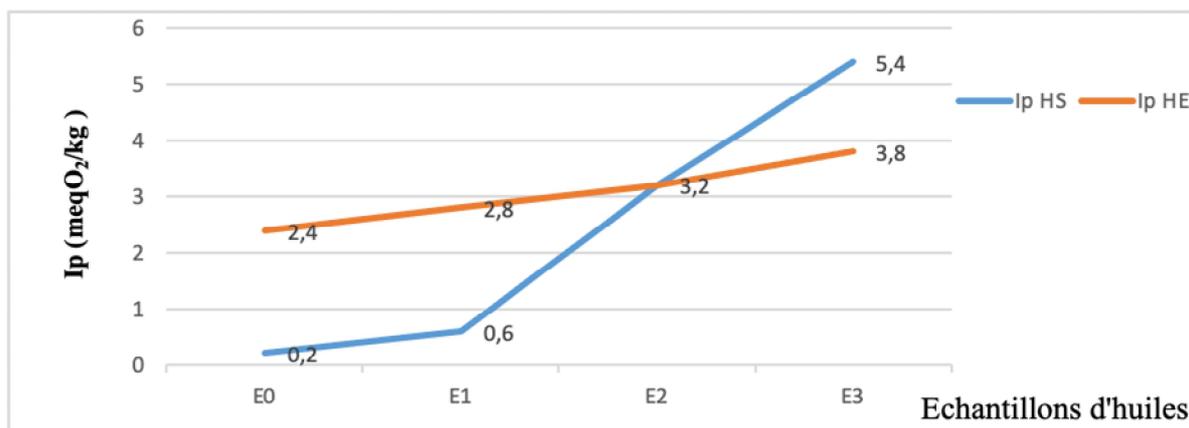
Cela suggère que l'huile enrichie est plus résistante à la détérioration et à l'accumulation d'acides gras libres, ce qui peut contribuer à maintenir la qualité de l'huile pendant la friture.

Selon plusieurs études (Vitrac et al., 2003 ; Avellan et Alfos, 2005), il a été rapporté que la fluctuation de l'acidité des huiles pendant la friture peut être attribuée à la dégradation hydrolytique des acides gras libres, induite par les températures élevées et la présence d'eau. Cependant, d'autres facteurs tels que la manipulation des échantillons et l'analyse elle-même peuvent également influencer les résultats. Il est donc essentiel de prendre en compte ces facteurs lors de l'interprétation des variations d'acidité observées dans les huiles utilisées pour la friture.

### II.2.2.2 Indice de peroxyde

La mesure de l'oxydation de l'huile, qui indique sa fraîcheur et sa stabilité, a été aussi évaluée. Des valeurs élevées d'indice de peroxyde peuvent indiquer une huile rance ou oxydée, la figure suivante représente le suivi de l'indice de peroxyde de l'HS et de l'HE.

## Résultats et discussion



**Figure 27** : Indices de peroxydes des huiles au cours de la friture

Dans le cas de l'huile de soja témoin, l'indice de peroxyde varie de 0.2 à 5.4 à travers les différentes étapes de friture, atteignant une valeur maximale de 5.4 à l'étape E3. En revanche, l'huile enrichie présente des valeurs plus stables et relativement faibles d'indice de peroxyde, allant de 2.4 à 3.8. Cela suggère que l'huile enrichie est plus résistante à l'oxydation, ce qui contribue à maintenir sa fraîcheur et sa stabilité pendant la friture.

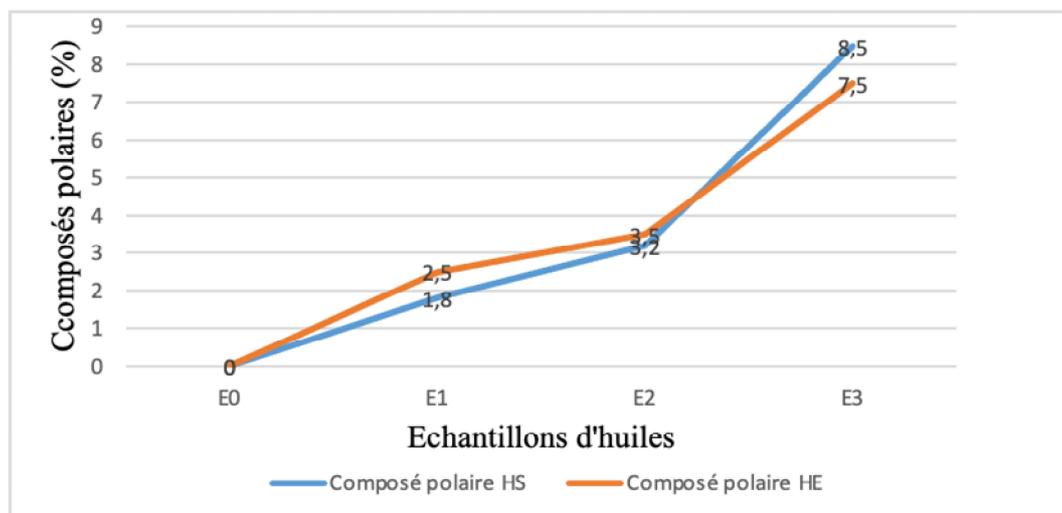
La formation de peroxydes (composés primaires) lors du processus de friture s'explique par l'exposition des huiles à une température élevée (180°C) et à l'oxygène de l'air. Cela favorise les réactions d'oxydation et entraîne une augmentation de l'indice de peroxyde (**Osawa et al., 2012**). Ces peroxydes primaires se transforment ensuite en produits secondaires tels que les aldéhydes et les cétones (**Vitrac et al., 2003**), ce qui explique l'augmentation de l'indice de peroxyde après plusieurs fritures.

Selon les résultats obtenus, l'huile de soja enrichie avec de l'huile de noyau de dattes présente une meilleure résistance à la chaleur par rapport à l'huile de soja seule, qui est probablement due aux composés actifs de l'HND.

### II.2.2.3 Composés polaires

La quantité de composés indésirables formés (la dégradation de l'huile) pendant la friture a été analysée et la figure 27 représente les résultats de suivi des composés polaires formés au cours de friture dans les deux huiles étudiées.

## Résultats et discussion



**Figure 28** : Les composés polaires des huiles au cours de la friture

Nous remarquons une augmentation progressive de la teneur en composés polaires dans l'huile de soja témoin au fur et à mesure du nombre de fritures. Ces résultats sont cohérents avec des études antérieures telles que celle réalisée par **Driss Izbaim et al. (2010)**, passant de 0% avant la friture à 8.5% après 10 fritures. En revanche, pour l'huile enrichie, la teneur en composés polaires augmente également, mais de manière plus modérée, passant de 0 % à 7.5% après 10 fritures. En comparant ce dernier avec le travail de **Ayouaz et al. (2022)** qui a obtenu un taux de 28.33 % dès la première friture atteignant 36.5 % (10<sup>ème</sup> friture), une donnée dépassant largement le seuil de 25 %, le pourcentage maximum de composés polaires autorisé en Algérie.

Le résultat noté pour HE est conforme aux normes : la teneur en composés polaires augmente modérément après 10 fritures. Nous pouvons dire que l'huile de noyau de datte a permis une stabilité et une résistance plus conséquente que l'huile de soja, en comparaison avec l'HS qui passe lors de la dixième friture.

L'ensemble des résultats de la caractérisation physico-chimique de l'HS et l'HE suggèrent que l'huile enrichie a une meilleure stabilité pendant la friture, avec une formation plus limitée de composés polaires indésirables.

## Conclusion

### Conclusion

Le présent travail vise à utiliser l'huile de noyaux de datte comme alternative aux antioxydants et à l'intégrer dans l'huile de soja raffinée afin de protéger les huiles végétales contre la détérioration oxydative pendant la friture.

Les résultats ont démontré que l'huile de noyau de datte, issue de la variété Deglet Nour, est une huile laurique-oléique, très riche en polyphénols (61,66 mg/kg d'huile) et en vitamine E, présentant une activité antioxydante remarquable et élevée, avec un taux de piégeage du radical libre DPPH° de 64.55 %.

Une résistance oxydative intéressante (TIR =42.07 h), cela implique que cette huile peut être considérée comme l'un des ingrédients fonctionnels dans la formulation d'un produit alimentaire, comparable à celle de l'huile de consommation courante.

Des essais de fritures, au nombre de dix fritures successives à une température de 180 C° avec aliments, sont réalisés, avec un suivi organoleptique et physico-chimique (l'acidité, l'indice de peroxyde, les composés polaires) des huiles ont démontré que :

- Les caractéristiques organoleptiques de l'HE sont mieux conservées.
- Les paramètres physico-chimiques, la teneur en composé polaire d'HE à la dixième friture (7.5 %) est inférieure à HS.

Le retard d'altération d'huile enrichie est dû à l'effet des antioxydants présents dans l'huile des noyaux de datte tel est le cas des acides gras, des composés phénoliques, des tocophérols. De ce fait, cette étude a confirmé les avantages de l'ajout d'huile de noyau de datte à l'huile de friture.

Les perspectives futures incluent le développement de méthodes d'extraction améliorées et une meilleure compréhension des effets de cette huile sur la santé humaine, afin d'exploiter pleinement son potentiel en tant qu'ingrédient fonctionnel dans l'industrie alimentaire.

# Références bibliographique

## Références bibliographique

### A

Adhikari, P., Hwang, K. T., Shin, M. K., Lee, B. K., Kim, S. K., Kim, S. Y., ... & Zu Kim, S. (2008). Tocols in caneberry seed oils. *Food Chemistry*, 111(3), 687-690.

Ahsan, H., Ahad, A., Iqbal, J., & Siddiqui, W. A. (2014). Pharmacological potential of tocotrienols: a review. *Nutrition & metabolism*, 11, 1-22.

Agueib, Z., & Messai B.M. (2018). Valorisation des arachides (*Arachis hypogaea L.*) cultivées à la Wilaya D'El-Oued.

Ali, M. A., Al-Hattab, T. A., & Al-Hydary, I. A. (2015). Extraction of date palm seed oil (*Phoenix dactylifera*) by soxhlet apparatus. *International Journal of Advances in Engineering & Technology*, 8(3), 261.

Almana, H. A., & Mahmoud, R. M. (1994). Palm date seeds as an alternative source of dietary fiber in Saudi bread. *Ecology of food and nutrition*, 32(3-4), 261-270.

Al-Shahib, W., & Marshall, R. J. (2003). The fruit of the date palm: its possible use as the best food for the future? *International journal of food sciences and nutrition*, 54(4), 247-259.

Al-Sumri, A., Al-Siyabi, N., Al-Saadi, R., Al-Rasbi, S., & Al-Dallal, A. (2016). Study on the extraction of date palm seed oil using soxhlet apparatus. *Int. J. Sci. Eng. Res*, 7, 1266-1270.

Aris, N., Norhuda, I., & Adeib, I. (2013). Extraction of Phoenix Dactylifera (Mariami) seeds oil using supercritical carbon dioxide (SC-CO<sub>2</sub>). *International Journal*, 4(1).

Avellan, A. V., & Alfos, C. (2005). Valorisation non alimentaire des huiles de friture usagées en tant que lubrifiants biodégradables. *Oléagineux, Corps gras, Lipides*, 12(4), 290-294.

Ayouaz, S., Bensadia, D., Hamitri-Guerfi, F., Muhammad, D. R. A., Mouhoubi, K., Arab, R., ... & Madani, K. (2022). Impact of incorporating sesame oil (*Sesamum indicum L.*) in an Algerian frying oil and margarine formulation. *The North African Journal of Food and Nutrition Research*, 6(14), 165-177

### B

Benbouriche, A., Haddadi-Guemghar, H., Bachir-bey, M., Boulekbache-Makhlouf, L., Hadjal, S., Kouadri, L., ... & Madani, K. (2022). Improvement of thermo-resistance and quality of soybean oil by blending with cold-pressed oils using simplex lattice mixture design. *OCL*, 29, 33.

Ben-Youssef, S., Fakhfakh, J., Breil, C., Abert-Vian, M., Chemat, F., & Allouche, N. (2017). Green extraction procedures of lipids from Tunisian date palm seeds. *Industrial Crops and Products*, 108, 520-525.

Besbes, S., Blecker, C., Deroanne, C., Bahloul, N., Lognay, G., DRIRA, N. E., & Attia, H. (2004). Date seed oil: phenolic, tocopherol and sterol profiles. *Journal of food lipids*, 11(4), 251-265.

Besbes, S., Blecker, C., Deroanne, C., Drira, N. E., & Attia, H. (2004). Date seeds: chemical composition and characteristic profiles of the lipid fraction. *Food chemistry*, 84(4), 577-584.

Bianco, A., & Uccella, N. (2000). Biophenolic components of olives. *Food Research International*, 33(6), 475-485.

Bouallegue, K., Allaf, T., Besombes, C., Younes, R. B., & Allaf, K. (2019). Phenomenological modeling and intensification of texturing/grinding-assisted solvent oil extraction: case of date seeds (*Phoenix dactylifera* L.). *Arabian Journal of Chemistry*, 12(8), 2398-2410.

Boulbeau, S. (2010). Biotechnologie du palmier dattier. *Editrice scientifique Frédérique AberlencBertossi*.

Brahmi, F., Merchiche, F., Mokhtari, S., Smail, L., Guemghar\_Haddadi, H., Yalaoui\_Guellal, D., ...& Boulekbache, L. (2021). Optimization of some extraction parameters of phenolic content from apple peels and grape seeds and enrichment of yogurt by their powders: A comparative study. *Journal of Food Processing and Preservation*, 45(2), e15126.

## C

Chira, K., Suh, J. H., Saucier, C., & Teissèdre, P. L. (2008). Les polyphénols du raisin. *Phytothérapie*, 6(2), 75-82.

Chung, J., Lee, J., & Choe, E. (2004). Oxidative stability of soybean and sesame oil mixture during frying of flour dough. *Journal of food science*, 69(7), 574-578.

Combe, N., & Rossignol-Castera, A. (2010). Huiles végétales et friture. *Cahiers de Nutrition et de Diététique*, 45(6), S44-S51.

Cossut, J., Defrenne, B., Desmedt, C., Ferroul, S., Garnet, S., Roelstraete, L., ... & Vidal, D. (2002). Les corps gras: Entre tradition et modernité. *Projet du DESS QUALIMAPA, Université des Sciences et Technologies de Lille, France*.

Cuvelier, M. E., & Maillard, M. N. (2012). Stabilité des huiles alimentaires au cours de leur stockage. *OCL Oilseeds and fats crops and lipids*, 19(2), 125-132.

## D

Dana, D., & SAGUY, I. S. (2001). Frying of nutritious foods: obstacles and feasibility. *Food science and technology research*, 7(4), 265-279.

Debnath, S., Bhat, K. K., & Rastogi, N. K. (2003). Effect of pre-drying on kinetics of moisture loss and oil uptake during deep fat frying of chickpea flour-based snack food. *LWT-Food Science and Technology*, 36(1), 91-98.

Djerbi, M. (1994). Précis de phoeniciculture. Ed. FAO, Rome, 24(4).

## E

Espiard, E. (2002). *Introduction à la transformation industrielle des fruits [Texte imprimé]*. Éd. Tec & Doc

## G

Genot, C., Meynier, A., Riaublanc, A., & Chobert, J. M. (2003). Protein alterations due to lipid oxidation in multiphase systems. *Lipid oxidation pathways*, 265-292.

Golshan Tafti, A., Solaimani Dahdivan, N., & Yasini Ardakani, S. A. (2017). Physicochemical properties and applications of date seed and its oil. *International Food Research Journal*, 24(4).

## H

Habib, H. M., Kamal, H., Ibrahim, W. H., & Al Dhaheri, A. S. (2013). Carotenoids, fat soluble vitamins and fatty acid profiles of 18 varieties of date seed oil. *Industrial Crops and Products*, 42, 567-572.

Harkat, H., Bousba, R., Benincasa, C., Atrouz, K., Gültekin-Özgüven, M., Altuntaş, Ü., ... & Özçelik, B. (2022). Assessment of biochemical composition and antioxidant properties of Algerian date palm (*Phoenix dactylifera* L.) seed oil. *Plants*, 11(3), 381.

## I

Izbaim, D., Faiz, B., Moudden, A., Taifi, N., & Aboudaoud, I. (2010, April). L'utilisation des ultrasons pour l'évaluation de l'huile de friture. In *10ème Congrès Français d'Acoustique*.

## J

Jadhav, A. J., Holkar, C. R., Goswami, A. D., Pandit, A. B., & Pinjari, D. V. (2016). Acoustic cavitation as a novel approach for extraction of oil from waste date seeds. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 4(8), 4256-4263.

Jassim, S. A., & Najji, M. A. (2010). In vitro evaluation of the antiviral activity of an extract of date palm (*Phoenix dactylifera* L.) pits on a *Pseudomonas* phage. *Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine*, 7, 57-62.

Juárez, M. D., Osawa, C. C., Acuña, M. E., Sammán, N., & Gonçalves, L. A. G. (2011). Degradation in soybean oil, sunflower oil and partially hydrogenated fats after food frying, monitored by conventional and unconventional methods. *Food Control*, 22(12), 1920-1927.

## K

Katragadda, H. R., Fullana, A., Sidhu, S., & Carbonell-Barrachina, Á. A. (2010). Emissions of volatile aldehydes from heated cooking oils. *Food Chemistry*, 120(1), 59-65.

## L

Laghouiter, O. K., Benalia, M., Gourine, N., Djeridane, A., Bombarda, I., & Yousfi, M. (2018). Chemical characterization and in vitro antioxidant capacity of nine Algerian date palm cultivars (*Phoenix dactylifera* L.) seed oil. *Mediterranean Journal of Nutrition and Metabolism*, 11(2), 103-117.

Lecerf, J. M. (2011). Les huiles végétales: particularités et utilités: Vegetable oils: Particularities and usefulness. *Médecine des maladies Métaboliques*, 5(3), 257-262.

Louaer, M., Zermane, A., Larkeche, O., & Meniai, A. H. (2019). Experimental study and optimization of the extraction of Algerian date stones oil (*Phoenix dactylifera* L.) using supercritical carbon dioxide. *Journal of Food Process Engineering*, 42(4), e13049.

## M

Mahamdioua, M., & Benmohammed, M. (2018). Automatic adaptation of SIFT for robust facial recognition in uncontrolled lighting conditions. *IET Computer Vision*, 12(5), 623-633.

Marinova, E. M., & Yanishlieva, N. V. (2003). Antioxidant activity and mechanism of action of some phenolic acids at ambient and high temperatures. *Food Chemistry*, 81(2), 189-197.

Metoui, M., Essid, A., Bouzoumita, A., & Ferchichi, A. (2019). Chemical Composition, Antioxidant and Antibacterial Activity of Tunisian Date Palm Seed. *Polish Journal of Environmental Studies*, 28(1).

Mottram, D. S., Wedzicha, B. L., & Dodson, A. T. (2002). Acrylamide is formed in the Maillard reaction. *Nature*, 419(6906), 448-449.

Mueller-Harvey, I. (2001). Analysis of hydrolysable tannins. *Animal feed science and technology*, 91(12), 3-20.

Munier, P. (1973). Le pays de Dilmoun et la culture du palmier-dattier. *Fruits*, 28(9), 641-642.

## N

Nani, A., & SADANI, N. (2020). Influence de stockage des dattes sur la qualité nutritionnelle de datte de la **variété**-Deglet Nour.

Nayak, P. K., Dash, U. M. A., Rayaguru, K., & Krishnan, K. R. (2016). Physio\_chemical changes during repeated frying of cooked oil: A Review. *Journal of Food Biochemistry*, 40(3), 371-390

Nehdi, I. A., Sbihi, H., Tan, C. P., & Al-Resayes, S. I. (2013). Evaluation and characterisation of Citrullus colocynthis (L.) Schrad seed oil: Comparison with Helianthus annuus (sunflower) seed oil. *Food chemistry*, 136(2), 348-353.

## O

Osawa, C. C., Gonçalves, L. A. G., Gumerato, H. F., & Mendes, F. M. (2012). Study of the effectiveness of quick tests based on physical properties for the evaluation of used frying oil. *Food Control*, 26(2), 525-530

## P

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

Pandey, S., Fartyal, D., Agarwal, A., Shukla, T., James, D., Kaul, T., ... & Reddy, M. K. (2017). Abiotic stress tolerance in plants: myriad roles of ascorbate peroxidase. *Frontiers in plant science*, 8, 581

## R

Rahmani, M. (2007). Méthodes d'évaluation de la stabilité oxydative des lipides. *Les technologies de laboratoire*, 2(2).

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

## S

Sacan, O., & Yanardag, R. (2010). Antioxidant and antiacetylcholinesterase activities of chard (Beta vulgaris L. var. cicla). *Food and chemical toxicology*, 48(5), 1275-1280.

Sánchez-Moreno, C. (2002). Methods used to evaluate the free radical scavenging activity in foods and biological systems. *Food science and technology international*, 8(3), 121-137.

Santos, J. C. O., Santos, I. M. G., & Souza, A. G. (2005). Effect of heating and cooling on rheological parameters of edible vegetable oils. *Journal of food Engineering*, 67(4), 401-405

Sen, C. K., Khanna, S., & Roy, S. (2006). Tocotrienols: Vitamin E beyond tocopherols. *Life sciences*, 78(18), 2088-2098.

Searles, S. K., & Armstrong, J. G. (1968). A modification of the Emmerie-Engel procedure for the determination of vitamin E in butter. *Canadian Institute of Food Technology Journal*, 1(1), 1-2

Singleton, V. L., & Rossi, J. A. (1965). Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdicphosphotungstic acid reagents. *American journal of Enology and Viticulture*, 16(3), 144-158.

Suresh, S., Guizani, N., Al-Ruzeiki, M., Al-Hadhrami, A., Al-Dohani, H., Al-Kindi, I., & Rahman, M. S. (2013). Thermal characteristics, chemical composition and polyphenol contents of date-pits powder. *Journal of Food Engineering*, 119(3), 668-679.

## V

Villière, A., & Genot, C. (2006). Approche physico-chimique et sensorielle de l'oxydation des lipides en émulsions. *Oléagineux, Corps gras, Lipides*.

Vitrac, O., Raoult-Wack, A. L., & Trystram, G. (2016). Influence of liquid water transport on heat and mass transfer during deep-fat frying. In *Transport Phenomena in Food Processing* (pp. 467-484). CRC Press.

Vitrac, O., Trystram, G., & Raoult-Wack, A. L. (2003). Continuous measurement of convective heat flux during deep-frying: validation and application to inverse modeling. *Journal of Food Engineering*, 60(2), 111-124.

Vitrac, O., Trystram, G., & Raoult-Wack, A. L. (2003). Procédé de friture et produits frits.

## W

Wong, M. L., Timms, R. E., & Goh, E. M. (1988). Colorimetric determination of total tocopherols in palm oil, olein and stearin. *Journal of the American oilchemists society*, 65(2), 258-261.



## Résumé

Ce travail consiste à enrichir l'huile de soja raffinée en y ajoutant de l'huile de noyau de dattes ( Deglat Nour).La caractérisation des huiles HND (huile de noyau de dattes), HS (huile de soja) et HE (huile enrichie) réalisées démontre une forte stabilité d'HND et d'HE, le test de friture d'HE a démontré une forte stabilité de cette huile et la préservation de sa qualité organoleptique.

La composition d'HND stable et riche en antioxydants indique qu'elle peut être utilisée comme additif pour améliorer la résistance à l'oxydation des huiles de friture.

**Mots-clés :** Huile de soja, huile de noyau de dattes, propriétés antioxydantes, friture, stabilité oxydative.

## Abstract

This work consists of enriching the refined soybean oil by adding data core oil ( Deglat Nour).The characterization of the oils HND (datte core oil), HS (soya oil) and HE (enriched oil) demonstrates high stability of HND and HE, the frying test of HE has demonstrated the stability and preservation of its organoleptic quality.

The stable and antioxidant-rich HND composition indicates that it can be used as an additive to improve the oxidation resistance of frying oils

**Keywords:** Soybean oil, date kernel oil, antioxidant properties, frying, oxidative stability.

## ملخص

يتمثل هذا العمل في اغناء زيت الصويا (HS) عن طريق اضافة زيت نواة التمر (HND) من نوع (دقلة النور) لنتحصل على زيت غني(HE) توصيف هذه الزيوت تظهر ثبات قوي في العوامل الفيزيوكيميائية واحتفاظا بالخصائص الحسية.

مكونات الثابتة والغنية بمضادات الاكسدة تؤهله لان يكون عوضا عن مضادات الاكسدة الاصطناعية لمقاومة اكسدة الزيوت خلال القلي.

الكلمات المفتاحية: زيت الصويا، زيت نواة التمر، الخصائص المضادة للأكسدة، القلي، الاستقرار التأكسدي.