



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



Université Amar Thelidji- Laghouat

FACULTE : SCIENCES

DEPARTEMENT : SCIENCES AGRONOMIQUES

MEMOIRE DE MASTER

Présenté par : Bedjera Fatma

DOMAINE : SCIENCE DE LA NATURE ET DE LA VIE

FILIERE : SCIENCE AGRONOMIQUE

OPTION : AGRO-ALIMENTAIRE ET CONTROLE DE QUALITE

Thème

**LA QUALITE DES HUILES DE FRITURE PHYSIQUE
ET CHIMIQUE DE QUELQUES RESTAURANTS DE
LA VILLE DE LAGHOuat**

Jury de soutenance :

Nom et Prénom	Grade	qualité
M ^{me} . Touati Siham	M.C.A	Président
M ^r . Gouzi Hichame	M.C.A	Examineur
M ^{me} . Lounici Safia.	M.A.A	Rapporteur

Promotion : Juin - 2016



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



Université Amar Thelidji- Laghouat

FACULTE : SCIENCES

DEPARTEMENT : SCIENCES AGRONOMIQUES

RESUME DE MEMOIRE DE MASTER

Domaine : SCIENCE DE LA NATURE ET DE LA VIE .

FILIERE : AGRONOMIE.

OPTION : CONTROLE DE QUALITE AGROALIMENTAIRE.

Thème : LA QUALITE DES HUILES DE FRITURE PHYSIQUE ET CHIMIQUE DE
QUELQUES RESTAURANTS DE LA VILLE DE LAGHOUAT

Présenté par : BEDJERA FATMA

Encadré par : LOUNICI SAFIA

Résumé :

Le présent travail vise la détermination de quelques indices physico-chimiques reflétant le degré d'altération des huiles de friture utilisées dans quelques restaurants de la ville de Laghouat.

Pour ce la, La conformité des huiles a la norme de codex alimentarius exige la détermination des certains paramètre physique (l'indice de réfraction) et chimique (indice d'acide, indice de peroxyde, indice de saponification et indice d'iode) pour élargir notre contrôle on a ajouté analyses de dosage de composant polaire..

par l'étude du huiles friture de quelque restaurants on constate huiles de restaurant 4 qu'il est altérée et très nocifs pour la santé par rapporte huile de restaurant 1 est de bonne qualité alors que les deux autres huiles représentent une qualité intermédiaire

Mots clés : huile, friture, indice, altération, oxydation, restaurant.

DEDICACES

Tout d'abord, louange à « Allah » qui m'a guidé sur le droit chemin tout au long de mes études et m'a inspiré les bons pas et les justes réflexes.

A mes chers parents :

Aucune dédicace ne saurait exprimer tout ce que je ressens pour vous. Je vous remercie pour tout le soutien exemplaire et l'amour exceptionnel que vous me portez depuis mon enfance et j'espère que votre bénédiction m'accompagnera toujours

Celui qui je respecte le plus, mon exemple de courage et de sagesse, celui à qui je dois cette réussite ; Mon très cher **PERE MOHAMAD**

L'être le plus cher qui à vie pour ma réussite et mon bien être, à la source de tous mes bonheurs, à ma **MÈRE AOuatef**

A Ma grande mère M. Djamilia, je vous souhaite une longue vie pleine de santé.

A mes chers frères et mes sœurs : Belkacem, Taha Bachire, Omar Amine, Marwane, Nadjah Et Djamilia

A mon petit Angel Adam

A mes chères oncles : B.Salah, B.Ahmad ; A mes tantes : Malik, Bakhata

A ma sœur et mon amie intime : WAIM

A tous mes collègues du département D'Agronomie

A tous les membres de la famille de Bedjera, Belalemie et Mammeri

Remerciements

Je tiens à exprimer tous mes remerciements et mes sentiments de reconnaissance à tous ceux et toutes celles qui m'ont apporté leur soutien moral et matériel tout au long de ce projet de fin d'études.

Je voudrais adresser mes gratitudes à ma promotrice : Madame **Lounici Safia** Pour son dévouement, ses conseils qui m'ont aidé dans l'élaboration de ce travail.

Mes parents : **B. Mouhamed , Belalmi Aouatef et Ma grande mère Djamilia**

Je remercie **Les membres du jury** d'avoir accepté de juger et examiner mon travail.

À tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin pour l'élaboration de ce travail en particulier :

Monsieur **Ben Chetouh**, *Chef du département*

Monsieur: **Gouzi Hichame**

Mesdames : **Touati Sihame, Houyou Zohra et Mammeri Sarah**

Les ingénieurs du laboratoire : **Taibi Halima et Renane Zahra**

Mes amies : **Ben Guettache Rebieha, Rezzoug loubna et, Nadjah Bedjera**

Je tiens également à remercier tous les enseignants qui m'ont encadré tout au long de mon cursus universitaire.

SOMMAIRE

Sommaire

Dédicaces

Remerciement

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des photos

Liste des tableaux

Introduction

Partie I Synthèse bibliographique

• **Chapitre 1. Les huiles alimentaires**

N° Page

1. Définitions	3
1.1 Les lipides alimentaires	3
1.2 Les huiles alimentaires	3
2. Classification	3
2.1 Classification des lipides	3
2.1.1 Classification selon l'origine	3
2.1.2 Classification selon la composition en acides gras	4
2.2 Classification des huiles alimentaires	4
2.2.1 Classification selon l'origine	4
2.2.2 Classification selon le procédé d'extraction.	4
3. Composition	5
4. Consommation des huiles alimentaires	5
4.1 Consommation mondiale.	5
5. Technologie de fabrication des huiles alimentaires	6
5.1 Principes généraux de la trituration	6
5.2 Procédé d'extraction des huiles	7
5.2.1 L'extraction par la presse	7
5.2.1.1 Les principaux paramètres influençant le rendement d'extraction par pressage	7
5.2.2 L'extraction par solvant	8
5.2.2.1 Les different type d'extracteur	9
5.2.2.2 Les principaux paramètres influençant le rendement d'extraction par solvant	9
5.2.3 L'extraction assistée par micro onde	10
5.2.4 L'extraction par ultrasons	11
5.2.5 L'extraction par voie biologique	11
6. Le raffinage des huiles alimentaires	11
6.1 Les procédés de raffinage	12
7. Conservation	13

• **Chapitre 2. Composition et altérations des huiles alimentaires**

1. Composition chimique des huiles	15
1.1 les triglycérides	15
1.2 Les acides gras	15
1.2.1 Définition	15
1.2.2 Classification	15
1.2.2.1 Les acides gras saturés	16
1.2.2.2 Les acides gras insaturés	16
1.2.2.2.1 Les acides gras monoinsaturés	16
1.2.2.2.2 Les acides gras polyinsaturés	16
1.3 Les constituants mineurs	16
1.3.1 L'insaponifiable	16
1.3.1.1 Les tocophérols	17
1.3.1.2 Les stérols	17
1.3.1.3 Les caroténoïdes	17
1.3.1.4 Les chlorophylles	17
1.3.1.5 Les hydrocarbures	17
1.3.2 Les phospholipides	18
1.3.3 Les cires	18
2. Qualités organoleptiques des huiles alimentaires	18
3. Le rôle biologique et nutritionnel des lipides	18
3.1 Elément de structures cellulaires	19
3.2 Importantes sources d'énergie et de réserve	19
3.3 Sources de vitamines	19
3.4 Importantes sources d'acides gras essentiels	19
4. Altération des huiles alimentaires	19
4.1. Les différents types d'altérations des huiles	19
4.1.1 Altérations biologiques	20
4.1.2. Altérations chimiques	20
4.1.2.1 Phénomène d'acidification (d'hydrolyse)	20
4.1.2.1.1 Hydrolyse enzymatique	20
4.1.2.1.2 Hydrolyse spontanée	20
4.1.2.2 Phénomène d'oxydation	21
4.1.2.2.1 L'oxydation par l'oxygène de l'air	21
4.1.2.2.2 L'oxydation chimique	21
4.1.2.2.3 Les facteurs favorisant l'oxydation	21
4.1.2.2.4 Les différentes phases d'oxydation	23
4.1.2.2.4.1 Initiation	23
4.1.2.2.4.2 Propagation	23
4.1.2.2.4.3 Terminaison	24
4.1.2.2.5 Les indicateurs d'oxydation	24
4.1.2.2.5.1 L'indice d'acide	24

4.1.2.2.5.2. L'indice d'iode	24
4.1.2.2.5.3. L'indice de peroxyde	24
4.1.2.2.5.4. Coefficients d'absorption spécifique (valeurs d'absorbance UV)	25

- **Chapitre 3. Les huiles fritures**

1. Objectifs de l'opération de friture	26
2. Les variables opératoires de l'opération de friture	26
2.1 Durée de friture	26
2.2 Température de l'huile	27
2.3 Pression réduite	27
3. Utilisation des huiles alimentaires comme huiles de friture	27
3.1 Les différentes huiles alimentaires « utilisées pour la friture » et commercialisées en Algérie	29
4. Modification de la Composition des huiles lors de la friture	30
4.1 Réactions d'oxydation	30
4.2 Réactions de polymérisation	30
4.3 Réactions d'hydrolyse	31

Partie II Expérimentation et résultats

- **Chapitre 1. Matériels et méthodes**

1.1. Matériels et réactifs utilisés	32
1.2. Echantillonnage	32
1.3. Caractérisations chimiques	32
1.3.1 L'indice d'acidité	32
1.3.2 L'indice de saponification	33
1.3.3 L'indice de peroxyde	35
1.3.4 L'indice d'iode	37
1.3.5 Dosage des composés polaires (Chromatographie sur colonne)	38
1.4. Caractéristiques physiques	40
1.4.1. L'indice de réfraction	40

- **Chapitre 2. Résultats et discussion**

1. Résultats et discussions	42
1.1. L'indice d'acide	42
1.2. L'indice de saponification	43
1.3. L'indice de peroxyde	44
1.4. L'indice d'iode	45
1.5. Dosage des composés polaires	46
1.6. L'indice de réfraction	47

Conclusion

Références bibliographies

Annexes

Liste des Tableaux

N°	Titre	Page
1	Effet de la durée de reflux dans le soxhlet sur le rendement en huile extradite.	10
2	Influence de la quantité d'hexane sur l'extraction d'huile.	2
3	Aspects de quelques huiles végétales.	18
4	Température critique de quelques huiles alimentaires.	28
5	Origine des huiles alimentaires fabriquées et utilisées en Algérie.	30

Liste des Figures

N°	Titre	Page
1	Consommation mondiale d'huile (million de tonnes).	6
2	Différentes huiles alimentaires commercialisées en Algérie	29
3	Les indices d'acide des 4 huiles de friture analysées.	42
4	Les indices de saponification des échantillons analysés.	43
5	Les indices de peroxyde des échantillons analysés.	44
6	Les indices d'iodes des échantillons analysés	45
7	La teneur des composants polaires des échantillons analysés	47
8	Les indices de réfractions des échantillons analysés	48

Liste des photos

N°	Titre	Page
1	Détermination de l'indice de saponification.	34
2	Chromatographie sur colonne.	39
3	Evaporateur rotatif sous-vide.	40
4	Détermination de l'indice de réfraction.	41

Liste des abréviations

AFNOR	Association française de normalisation
AG	Acide gras
cm	centimètre
FAO	Food and Agriculture Organisation of the United Nations
I.I	Indice d'iode
I.P	Indice de peroxyde
I.R	indice réfraction
I.S	Indice de saponification
g	Gramme
Kg	Kilogramme
M	Masse
m	Mètre
M	masse molaire
Max	Maximum
meq	Milliéquivalence
mg	Milligramme
min	Minute
ml	Milliliter
Mm	Millimeter
N	Normalité
NF	norme française
Nm	Nanometer
OMS	Organisation mondiale de la Santé
p	Pression
S	Seconde
S	base sèche non huileuse
sat	Saturation à l'équilibre liquide-vapeur
T	Température (°C)
t	Temps
UV	Ultraviolet
V/V	Volume / volume

V	Volume
λ	longueur d'onde
°C	degré Celsius
∞:	Ambiant

INTRODUCTION

Introduction

Les lipides alimentaires, comme les autres nutriments occupent une place très importante dans l'alimentation humaine (page ,1980). Ils sont indispensables au bon fonctionnement de l'organisme et fournissent une quantité d'énergie supérieure à celle apportée par les glucides (9Kcal/g de lipides soit 37KJ/g) (Quile *et al* 2002. Psomiadou *et al* ,2002). Les lipides sont impliqués dans le transport de molécules organiques et dans plusieurs processus biologiques déterminants alors que certains constituent une source de composés essentiels, ne pouvant être synthétisés par le corps humain (Bockish, 1993).

Les lipides sont des produits naturels largement répandus dans le règne animal et végétal. Ils regroupent les huiles et les graisses.

Les huiles alimentaires commercialisées doivent faire l'objet d'une protection aux phénomènes d'oxydations parce qu'elles sont sources des acides gras (AG) essentiels (Benatti, 2004).

Les lipides visibles apportent, environ la moitié des lipides de la ration (Souci, 2000). Outre leur importance pour le maintien de l'équilibre, les huiles alimentaires sont omniprésentes dans les pratiques culinaires modernes. En effet, les consommateurs, naturellement attirés par certains goûts dans leur choix alimentaire, semblent avoir toujours manifesté une préférence pour les aliments gras.

La friture est un mode de cuisson très apprécié dans le monde. Toutefois, les huiles utilisées pour ce genre de cuisson contiennent très souvent une grande quantité d'AG insaturés. Ainsi, lors d'une utilisation prolongée de l'huile de friture, diverses réactions de dégradation se produisent. Parmi celles-ci, l'oxydation des AG en produits plus polaires, tels que des peroxydes, des alcools et des aldéhydes, est la réaction de dégradation la plus importante (Frankel, 1984 ; Dana et Saguy, 2001 ; Marquez-Ruiz et Dobarganes, 2007). Les composés qui sont alors créés sont reconnus comme étant nocifs pour la santé. D'autres produits, tous aussi nocifs, peuvent également être formés. Parmi ceux-ci, on retrouve les AG trans et conjugués (Orthoefer et List, 2007).

Les produits frits font l'objet d'une attention particulière des communautés scientifiques et industrielles. Les huiles de friture absorbées et la consommation élevée de produits frits sont soupçonnées d'être toxiques et de prédisposer le consommateur à certaines pathologies (hypertension artérielle, accidents vasculaires cérébraux, diabète de type 2, ...) (Cornet et Masseboeuf, 2006).

Suite aux dangers liés à la consommation d'huiles alimentaires altérées « oxydées », et vue la consommation excessive des pommes de terre frites, surtout durant les dernières années en Algérie, notre étude vise :

- Contrôle la qualité des huiles de friture dans quelques restaurants de la wilaya de Laghouat –utilisées pour les pommes de terre- en déterminant quelques indices importants.
- Et la Comparaison entre la qualité les huiles de friture des quatre restaurants.

PARTIE I

Synthèse bibliographique

Chapitre 1. Les Huiles Alimentaires

1. Définitions

1.1. Les lipides alimentaires

Les lipides alimentaires sont des corps gras qui comprennent principalement les huiles et les graisses d'origine végétale ou animale, beurres et margarines... On distingue les lipides alimentaires visibles : donc aliment constitué dans sa totalité ou presque de lipides (huile, beurre, margarine, graisse...). Et les lipides cachés : aliments contenant une certaine proportion de lipides (noix, graines oléagineuses, de nombreux fromages et les produits de charcuterie, biscuits,.....).

Les lipides alimentaires sont extraits et préparés à partir de graines ou de fruits oléagineux, germes ou pépins de certaines productions végétales ou à partir de tissus adipeux d'animaux terrestres ou marins. Les lipides alimentaires sont subdivisés en huiles et graisses. On différencie généralement les huiles des graisses par leur point de fusion.

Les huiles sont des corps gras liquides à la température de 15° C alors que les graisses sont plus ou moins solides à cette température (Uzzan, 1984 ; Frenot et Vierling, 2001).

1.2. Les huiles alimentaires

Une huile alimentaire est une substance organique, destinée à l'alimentation, insoluble dans l'eau. Il s'agit de corps gras comestibles, fluide (liquide) à la température ambiante (15 degrés), essentiellement formés de triglycérides, eux-mêmes constitués d'acides gras (Uzzan, 1984).

2. Classification

2.1. Classification des lipides alimentaires

Plusieurs classifications existent :

2.1.1. Classification selon l'origine : Selon Uzzan (1992) on subdivise les huiles et les graisses alimentaires en plusieurs classes :

- Huiles végétales fluides : huile d'arachide, de colza, de germe de maïs, de tournesol, de soja, d'olive.
- Huiles végétales concrètes (graisses) : coprah (provenant de la noix de coco), huile de palme.
- Huiles et graisses d'origine animale (animaux terrestres) : saindoux (graisse de porc), suif (graisse de bœuf ou de mouton), huile de cheval et graisse d'oie.

- Huiles et graisses d'animaux marins : mammifères marins (baleine), et de poissons (Sardines, hareng, morue,....).
- Corps gras élaborés : beurre et margarines.

2.1.2. Classification selon la composition en acides gras

Les huiles et graisses alimentaires peuvent être classés selon la nature des acides gras qui les constituent (Alais, 2003) :

- Corps gras saturés : plus de 90% des acides gras sont saturés,
- Corps gras riches en acide oléique et acides gras saturés
- Corps gras riches en acides gras insaturés : des huiles de tournesol, soja, carthame.
- Corps gras intermédiaires.

2.2 Classification des huiles alimentaires

2.2.1. Classification selon l'origine

Chazan et *al.* (1992), classent les huiles alimentaires selon leurs origines en :

➤ Huiles d'origine végétale

Les huiles alimentaires d'origine végétale, qui sont les plus répandues, peuvent être extraites à partir de :

- Fruits charnus (tels que l'olive) ;
- Fruits à coque ;
- Germes de céréales ;
- Graines d'oléagineux ;
- Légumineuses.

➤ Huiles d'origine animale

Les plus importantes sont :

- Lard ;
- Poissons ;
- Oie et volaille.

➤ Huiles d'origine microbienne

Elles peuvent être produites à partir de :

- Algues ;
- Levures ;
- Moisissures ;
- Bactéries.

2.2.2. Classification selon le procédé d'extraction

On distingue l'huile vierge et l'huile raffinée (Cheftel, 1995).

- **Huile vierge**

L'huile vierge est issue d'une seule pression à froid, d'où la dénomination complète huile vierge de première pression à froid sans additifs. Elle conserve ainsi tous ses nutriments (vitamines, oméga-3, oméga-6, ...) et donc une saveur et une couleur très marquées. Elle est toujours pure (pas de mélange des matières premières ni des produits finis).

- **Huile raffinée**

Après son extraction, l'huile est sujette à une opération de raffinage. La composition de l'huile est altérée (diminution des composants bénéfiques, anti-oxydants, vitamine E et oméga-3 par exemple, apparition d'acides gras trans, très néfastes pour la santé), et des traces de produits chimiques peuvent subsister : on obtient un corps gras neutre et dénaturé (Cheftel, 1995).

3. Composition

Les huiles alimentaires sont constituées à 100 % de lipides :

- 97 à 99% de triglycérides ou acylglycérols ;
- 1 à 2% d'acides gras libres, de phospholipides, mono et diglycérides ;
- 0 à 1 de composés mineurs : hydrocarbures,

Elles ne contiennent pas d'eau et sont très caloriques (1g d'huile = 9 Kcal = 37,6 Kj). Les huiles sont un mélange de triglycérides différents. Leur teneur élevée en acides gras mono-insaturés ou poly-insaturés est bénéfique pour la santé. Chaque huile a une composition en acides gras différente (Uzzan, 1984)..

4. Consommation des huiles alimentaires

Les huiles alimentaires sont très utilisées en cuisine pour assaisonner les salades, comme huiles de cuisson ou pour les fritures. Dans l'industrie, elles sont largement utilisées pour les mêmes usages, mais en quantités beaucoup plus importantes.

4.1. Consommation mondiale

L'importance des huiles alimentaires à travers le monde est due à la forte poussée de la demande enregistrée au cours des 25 dernières années ayant conduit à la fourniture d'un effort substantiel de production de graines oléagineuses dans les pays traditionnellement exportateurs (Meunier, 2002).

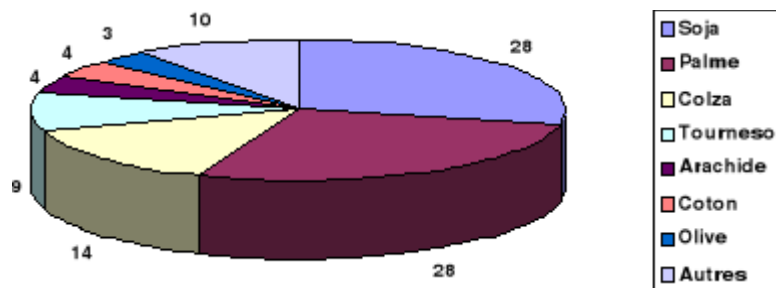
Ainsi, pratiquement depuis un quart de siècle, la consommation d'huiles alimentaires au niveau mondial et de graisses végétales, a augmenté régulièrement avec un léger

fléchissement durant les années 1993/1994. Cette augmentation est estimée à près de 5% par an (Costes, 2002).

La demande se concentre dans les pays à forte population. Ce sont en particulier, dix grands pays consommateurs, parmi lesquels par ordre d'importance de consommation en huile : la Chine, l'Union Européenne, les USA, l'Inde et le Brésil. Ces pays utilisent environ 70% des 114 millions de tonnes utilisées dans le monde en 2005 (OIl Word ,2006)

L'Union Européenne est restée le premier consommateur jusqu'en 2000/2001 où elle s'est faite doublée par la Chine. La consommation européenne représente aujourd'hui 13% de la consommation mondiale.

Les huiles les plus consommées sont celles de soja, de palme et de colza (figure 01).



Source Oil Word 2005.

Figure 1. Consommation mondiale des différentes huiles (en millions de tonnes).

5. Technologie de fabrication des huiles alimentaires

5.1 Principes généraux de la trituration

Le pressage est la principale opération unitaire d'extraction de l'huile contenue dans les graines. Les premières presses utilisées en huilerie étaient les presses hydrauliques, où l'huile est exsudée de la matière première à presser sous l'effet d'une force uniaxiale. Les presses à vis, assurant un pressage en continu des graines, sont apparues en huileries vers 1900 avec les presses Anderson (Williams, 2005). En plus d'une pression mécanique exercée sur les graines, celles-ci subissent des contraintes de cisaillement, ce qui permet d'obtenir des rendements plus importants en comparaison au pressage hydraulique.

Actuellement, la presse à vis est principalement utilisée en huilerie, l'utilisation des presses Hydrauliques reste limitée à un certain type de matières premières (cacao, olives). Pour cette raison, le pressage à vis sera étudié comme procédé de référence. L'extraction par solvant est aussi utilisée (Savoire, 2008).

Les principales étapes de la trituration sont :

- Nettoyage des graines oléagineuses et leur séchage ;
- Dénoyautage et dépelliculage ;
- Broyage
- Extraction proprement dite.

5.2 Procédé d'extraction des huiles

5.2.1 L'extraction par la presse

Ce processus d'extraction d'huile, effectué en plusieurs étapes, utilise des presses mécaniques et respecte les bonnes pratiques de fabrication en optimisant les paramètres de transformation (Chriqi et *al.*, 2003; Chimi, 2005). Les différentes étapes peuvent être résumées comme suit:

- Pressage : L'extraction s'effectue par des presses mécaniques.
- Décantation : L'huile obtenue est décantée pendant une durée de 15 jours.
- Filtration : Après décantation l'huile est filtrée dans un filtre presse.

5.2.1.1 Les principaux paramètres influençant le rendement d'extraction par pressage

Plusieurs paramètres ont été étudiés pour contribuer à l'optimisation du rendement en huile extraite par pression (Mountasser et El hadek., 1999).

- **Effet du type de presse**

Dans leur étude, Mountasser et El hadek (1999) ont développé et utilisé deux types de presse, une presse hydraulique et une presse continue.

1. Les presses hydrauliques, constituées d'un four, de plaques cylindriques trouées (110 trous par plaque), de toiles filtrantes et d'un récipient. Les amandes séchées et broyées sont agencées entre les plaques, puis pressées pendant 10 min. L'huile extraite est filtrée.

2. Les presses continues, quant à elles, ont une capacité de 10 kg. Elles sont réglées manuellement et la température est fixée de manière automatique.

L'extraction moderne, en plus de l'amélioration des rendements et de la qualité de l'huile qu'elle génère, contribue aussi à la réduction du temps de travail. Une fois l'huile obtenue, elle est conditionnée dans des bocal ou des bouteilles en verre.

- **Effet de la charge**

Le rendement en huile augmente au fur et à mesure que la charge augmente jusqu'à atteindre une charge d'épaisseur de 0,4 cm (Mountasser et El hadek., 1999).

- **Effet de la granulométrie**

Selon Hammonds (1991) in Kouiche (2001), le rendement en huile est optimal lorsque les amandes sont finement broyées et que le diamètre des particules est inférieur à 2 mm. La pulvérisation des amandes à des particules fines, facilite l'extraction des huiles et renforce leur rendement. Avec une granulométrie de 800 μm , le taux d'huile extraite a pu atteindre une valeur optimale (35,5%).

- **Effet de la pression**

Plusieurs auteurs rapportent qu'au fur et à mesure que la pression augmente, le rendement en huile extraite s'accroît. Par leurs travaux sur le son du riz Silvala et *al.*, (1991) in Kouiche (2001), ont montré que le rendement en huile atteint une valeur maximale lorsque la pression est élevée (4,9 à 32,4 MPa). De même, certaines études conduites sur les amandes d'abricot, ont montré que pour des pressions élevées, le rendement en huile extraite passe de 10,09 % pour une pression de 100 bars à 22,95 % pour des pressions avoisinant les 150 à 200 bars (Koiche, 2001).

- **Effet de la température**

La torréfaction des amandes semble, elle aussi, influencer le rendement en huile lors de l'extraction. En effet, les résultats, de l'étude menée par Mountasser et El hadek (1999), ont montré que la torréfaction des amandes augmente le rendement en huile ; le rendement passe de 26,5%, pour les amandes non torréfiées, à 34,9 % pour les amandes séchées dans l'étuve à 40 °C et même il passe à 39,8 % pour des amandes torréfiées de façon artisanale.

La cuisson des matières oléagineuses joue un rôle primordial dans l'extraction des huiles. Elle permet de réduire l'humidité, de favoriser la rupture des lipocytes, d'augmenter la plasticité des graines et d'accroître la fluidité de l'huile (Karleskind, 1992). La cuisson permet aussi la coalescence des gouttelettes d'huile en large gouttes par destruction de l'émulsion protéine - lipide (Wolf, 1992; Lanoiselle et Bouvierj, 1994).

Les faibles températures (25 °C et 75 °C) influencent négativement le rendement en huile lors de l'extraction. Cependant, des températures élevées (> 75 °C) paraissent plus efficaces et augmentent le rendement en huile jusqu'à atteindre un optimal vers des températures avoisinant les 200 °C (Mountasser et El hadek., 1999).

5.2.2 L'extraction par solvant

A l'échelle du laboratoire, l'extraction chimique se fait avec du solvant par le biais d'un appareil nommé soxhlet (Wolf, 1992).

A l'échelle industrielle, l'extraction par solvant est réalisée par plusieurs appareils (Karleskind, 1992).

5.2.2.1 Les différents types d'extracteur

- **Extracteur à percolation**

Le principe de la technique consiste à mettre le solvant sur une touffe de particules posée sur une toile filtrante. Les appareils servant à ce type d'extraction sont moins encombrants puisque les volumes de solvant utilisés sont plus faibles et la manutention de grosses masses est plus facile (Karleskind, 1992).

- **Extracteurs à chaînes**

La matière oléifère est transportée par deux chaînes à barrettes cloisons tournantes. Ces barrettes véhiculent la matière vers deux sections qui retiennent le produit en laissant passer le solvant (Karleskind, 1992).

- **Extracteurs à bande perforée**

Le produit est porté par une bande perforée. Un râteau sépare les zones d'arrosage du solvant. Le système permet une multiplication des arrosages avec solvant de plus en plus pauvres (Karleskind, 1992).

5.2.2.2 Les principaux paramètres influençant le rendement d'extraction par solvant

Plusieurs paramètres influencent le rendement en huile extraite par solvant (Karleskind, 1992). Les plus importants sont :

- **La granulométrie**, du produit soumis à l'extraction, est d'une énorme importance, le produit doit être bien préparé et très fin. La granulométrie doit bien serrée.
- **L'indice de percolation**, représente le temps qu'il faut pour passer un litre de solvant (Hexane) à travers le produit (200g) entrant à l'extraction.
- **L'humidité**, des produits, a énormément d'importance, en effet les problèmes de collage dans les paniers commence lorsque les produits gras renferment une humidité supérieure à 9,5 %
- **La température du solvant** joue aussi un rôle important. il est souhaitable de travailler à des températures inférieures à 60° C afin d'améliorer la diffusion.
- **Durée d'extraction** : Selon Mountasser et El hadek (1999), la durée d'extraction influence le rendement en huile. En effet, au fur et à mesure que la durée

d'extraction augmente la quantité d'huile obtenue augmente, le rendement optimal (54 %) est atteint pour une durée de 18 heures (tableau 1)

Tableau 1. Effet de la durée de reflux dans le soxhlet sur le rendement en huile extradite.

Durée d'extraction en heure	Masse d'huile extraite/ Poids des amandes séchées (%)
4	49,2
6	52,6
8	52,6
10	53,6
14	53,8
18	53,9

Source : Mountasser, 1999

- **La quantité de l'hexane employée** lors de l'extraction influence aussi le rendement en huile extraite. Le rendement en huile semble augmenter avec l'augmentation de la quantité du solvant et atteint son maximum (53,7 %) lorsque le rapport est de 5 ml/g d'amande séchée (tableau 2) (Mountasser et El hadek., 1999)

Tableau 2. Influence de la quantité d'hexane sur l'extraction de l'huile.

volume d'hexane/ masse des amandes (ml/g)	Masse d'huile extraite/ poids des amandes séchées (%)
1,5	45,3
2,5	51,0
3,25	53,3
4,00	53,4
5 ,00	53

Source : Mountasser, 1999

5.2.3 L'extraction assistée par micro onde

En 1986, Ganzler *et al*, furent les premiers à présenter une technique d'extraction par solvant assistée par micro-ondes en vue d'une analyse chromatographique. Cette technique

permettait de réduire les temps d'extraction et donc les dépenses en énergie par rapport à une méthode conventionnelle. En 1992, Paré, ont déposé un premier brevet européen, sur «l'extraction de produits naturels assistée par micro-ondes ». Ils proposaient d'irradier le matériel végétal en présence d'un solvant transparent aux micro-ondes comme hexane.

5.2.4 L'extraction par ultrasons

Le mécanisme le plus probable par lequel les ultrasons opèrent est l'intensification du transfert de masse et la facilitation de l'accès du solvant à l'intérieur des cellules végétales (Assis, 2007).

5.2.5 L'extraction par voie biologique

Fulbrook (1993), a montré qu'il était possible d'accroître les rendements d'extraction d'huile par un solvant après modifications enzymatiques à l'aide d'hydrolases (issues de *Bacillus subtilis* et *Aspergillus niger*) et il a affirmé que l'utilisation de systèmes enzymatiques donnait d'excellents rendements d'extraction.

D'autre part, ce type d'extraction permet une réduction de la quantité de l'huile dans les tourteaux et d'améliorer la stabilité au stockage de l'huile en augmentant la quantité d'antioxydants (Oberfoll, 1997).

6. Le raffinage des huiles alimentaires

Le raffinage est l'ensemble des opérations qui servent à transformer l'huile brute en un produit comestible en éliminant les impuretés qui le rendent impropres à la consommation en l'état.

En effet, les huiles contiennent de nombreux composés : certains sont très utiles (vitamines, acides gras polyinsaturés, ...), d'autres sont nuisibles à leur qualité (gommes, acides gras libres, pigments, agents-odorants,...).

Quel que soit le mode d'extraction employé, les huiles obtenues ont rarement le degré de pureté pour les usages auxquels elles sont destinées.

Le raffinage des corps gras bruts doit garantir aux consommateurs un produit d'aspect engageant avec un goût neutre, résistant à l'oxydation, adapté à l'emploi désiré et débarrassé de ses substances toxiques ou nocives (Denise, 1992) ; et le produit final doit être stable et ne forme ni trouble ni dépôt au cours de la conservation.

Pour qu'une huile soit saine, loyale et marchande, elle doit subir les opérations du raffinage chimique : démulcination, neutralisation, lavage, séchage et désodorisation.

6.1 Les procédés de raffinage

On utilise principalement deux procédés de raffinage pour les graisses et les huiles comestibles brutes: le raffinage chimique/alcalin et le raffinage physique. Ces deux procédés se différencient essentiellement par le mode d'élimination des acides gras libres (Fediol, 2006).

- Le raffinage chimique comprend la démucilagination (ou dégomme), la neutralisation, la fragilisation, la décoloration et la désodorisation.
- Le raffinage physique comprend la démucilagination, la frigélisation, la décoloration et la désodorisation.

Ces opérations altèrent la composition de l'huile : diminution des composants bénéfiques, anti-oxydants, vitamine E et oméga-3 par exemple, et apparition d'acides gras *trans*, très néfastes pour la santé. Ainsi des traces de produits chimiques peuvent subsister : on obtient un corps gras neutre et dénaturé (Cheftel, 1995).

- **La démucilagination (ou dégomme)**

Cette opération sert à éliminer les mucilages (cires, lécithines ou gommes) qui se trouvent en faible quantité de l'ordre de 1% à l'état colloïdal dans les huiles brutes.

Le dégomme est pratiqué par injection de vapeur ou introduction d'eau salée qui hydrate et fait flocculer les « mucilages ». Les phospholipides précipités sont alors séparés par centrifugation (Denis, 1983).

- **La neutralisation**

Lors de cette étape, les acides gras libres présents dans l'huile et qui risquent de donner un goût désagréable et d'accélérer l'oxydation de l'huile sont éliminés.

La neutralisation s'effectue par addition de soude caustique qui transforme les acides gras libres en savons appelés communément « pâte de neutralisation ou « *soap-stocks* ». Le savon qui est insoluble dans l'huile se dépose entraînant de nombreuses impuretés qui seront ensuite éliminées par centrifugation ou filtration (Denis, 1983).

- **Le lavage**

Cette opération consiste en l'élimination de substances alcalines ainsi que certains pigments colorés et les dernières traces de métaux présents dans l'huile après neutralisation.

Le lavage est plus efficace lorsqu'il est effectué en deux fois : le premier avec une solution aqueuse de NaCl à 8-10 % chauffée à la température de 95°C, le second avec de l'eau chaude à 80-85°C. La séparation se fait par décantation.

- **Le Séchage**

L'huile lavée devient humide ce qui provoque une augmentation de l'acidité. Il est donc nécessaire de procéder au séchage. Cette opération se fait à une température de 85°C à 90°C (Karleskind, 1992).

- **La décoloration**

Elle sert à éliminer les pigments colorés qui confèrent à l'huile une teinte plus au moins foncée et que la neutralisation n'a que partiellement détruits.

Elle fait intervenir un phénomène chimique (oxydation, réduction) ou des méthodes physiques (agents adsorbants). Ces derniers sont généralement des terres décolorantes, charbons actifs, silices spécialisées ou une combinaison de substances (Karlsekind, 1992)

- **La filtration**

Cette étape permet d'obtenir une huile limpide aux reflets brillants. Elle se déroule en deux temps : une première filtration sur toile de coton qui élimine des déchets solides et une deuxième filtration sur papier buvard qui élimine les cires et les traces d'humidité.

- **La désodorisation**

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

Elle s'effectue par distillation sous vide à température élevée (180-200°C). En outre, la désodorisation est effectuée pour améliorer la qualité organoleptique de l'huile ainsi que sa stabilité à l'oxydation (Faur ,1989).

7. Conservation

Les huiles doivent être protégées de l'air et de la lumière (à cause de l'oxydation), ainsi que de la chaleur. La réaction d'oxydation ou rancissement se produit lorsque les acides gras insaturés fixent l'oxygène de l'air : les doubles liaisons sont cassées et elles sont remplacées par des liaisons avec des atomes d'oxygène. L'oxydation a lieu encore plus vite sous l'effet des rayons ultraviolets ou de la chaleur. Elle modifie le goût et des composés indésirables (acides gras libres et peroxydes) apparaissent, qui peuvent être dangereux pour la santé.

Les huiles pressées à froid contiennent naturellement plus de substances anti-oxydantes que les huiles raffinées. Lorsque les antioxydants contenus dans l'huile sont épuisés, elle commence à rancir : elle prend un goût âcre et une odeur désagréable (elle n'est alors plus consommable).

Les huiles vierges pré-emballées peuvent se conserver jusqu'à un an dans leur bouteille d'origine, à l'abri de la lumière de préférence; après ouverture, il faut les mettre :

- A l'abri de la lumière (à température ambiante ou au réfrigérateur) : pour les huiles d'arachide, de carthame oléique, d'olive, de pépins de courge, de tournesol oléique ou de sésame ;
- Au réfrigérateur et pas plus de 6 mois pour les plus riches en acides gras poly-insaturés ;
- Au réfrigérateur entre 1 et 3 mois pour les plus riches en acides alpha-linoléniques ;
- L'huile de lin est à consommer très rapidement.

Certaines huiles ont tendance à se solidifier en formant des « flocons » à la température du réfrigérateur : ce phénomène n'a aucune incidence sur leur qualité et ces amas redeviennent liquides à température ambiante. Les huiles les plus riches en acides gras mono-insaturés (comme l'huile d'olive) se figent complètement, il est donc plus pratique de les conserver à température ambiante.

Les huiles majoritairement trouvées dans le commerce sont des huiles raffinées, plus stables, et sans arrière-goût végétal car les mucilages, les gommes, la lécithine et d'autres composés végétaux indésirables ont été éliminés lors du raffinage. Plus une huile contient des acides gras polyinsaturés, plus elle nécessite de précautions pour sa conservation. Mais son intérêt nutritionnel est plus grand également (Karlsekind, 1992 ; Cheftel, 1995).

Chapitre 2. Composition et altérations des huiles alimentaires

1. Composition chimique des huiles végétales

Les huiles végétales sont principalement des esters d'acides gras et de glycérol, et sont ainsi insolubles dans l'eau mais solubles dans les solvants organiques.

Les huiles végétales comestibles contiennent rarement des acides gras à chaînes ramifiées, ou avec un nombre impair de carbones, ou des acides gras insaturés dont le nombre de carbone est moins de seize ou plus de vingt atomes de carbone. Leur composition en triacylglycérols suivent généralement un modèle dans lequel les acides gras en position-2 de la molécule de glycérol sont insaturés avec de l'acide linoléique, étant plus favorisé que l'acide oléique et linoléique. Des acides gras saturés sont trouvés en position-2, uniquement quand il y a une concentration globale très élevée en acides gras saturés dans la graisse (Kiritsakis et Christie, 2000).

1.1. les triglycérides

Ces molécules résultent de l'estérification d'une molécule de glycérol par trois molécules d'acides gras. Si les trois molécules sont identiques, le triglycéride formé est homogène. Les triglycérides hétérogènes contiennent deux ou trois acides gras différents (Paré, 1992).

1.2. Les acides gras

1.2.1. Définition

Les acides gras sont des acides carboxyliques à chaîne carbonée. Ces composés peuvent être saturés, ou insaturés, hydroxylés ou ramifiés (Weil, 1996)

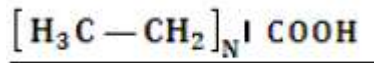
La fonction acide carboxylique réagit avec les alcools et les amines pour former des esters et des amides, c'est sous cette forme combinée qu'ils existent dans les aliments (Frenot *et al*, 2001).

1.2.2. Classification

Les acides gras sont classés en trois classes en fonction des types des liaisons reliant les atomes de carbone de l'acide gras.

1.2.2.1. Les acides gras saturés

Ils ont pour formule générale



Dans les huiles les acides les plus fréquemment rencontrés sont l'acide palmitique (C 16 :0) et l'acide stéarique (C 18 :0) les acides gras saturés ayant un nombre de carbone supérieur à 10 sont solides et assez stables à la température ambiante (Weil, 1996).

La libre rotation autour de chacune des liaisons carbonées rend ces molécules extrêmement flexibles (Roseff *et al*, 2002)

1.2.2.2. Les acides gras insaturés

De nombreux acides gras contiennent une ou plusieurs doubles liaisons, ils sont dits insaturés (Evans *et al*, 2002).

Au niveau d'une double liaison il manque deux atomes d'hydrogène du même côté de la molécule, l'espace ainsi libéré crée un point de faiblesse dans la chaîne qui entraîne une angulation (Karleskind, 1992).

1.2.2.2.1. Les acides gras mono insaturés

On parle d'acide mono-insaturé lorsqu'il n'y a qu'une seule double liaison. Les acides gras mono-insaturés sont linéaires.

1.2.2.2.2. Les acides gras polyinsaturés

Ce sont des acides qui contiennent plusieurs insaturations, et qui se distinguent les uns des autres par le nombre et la position de l'insaturation. Il existe deux familles d'acides gras polyinsaturés essentiels, nommés n-3 (ou oméga-3) et n-6 (ou oméga-6) par rapport à la position de la dernière double liaison et à C terminale. Deux acides gras sont à l'origine de ces familles. Il s'agit de l'acide α -linoléique, le précurseur des oméga-3, et l'acide linoléique qui est le précurseur de la famille des oméga-6.

Ces deux acides gras sont indispensables car ils ne sont synthétisables par l'organisme. Seule l'alimentation peut nous les fournir.

1.3. Les constituants mineurs

1.3.1. L'insaponifiable

C'est l'ensemble des composés qui ne sont pas esters, mais tous autres produits de constitution plus ou moins complexe.

La teneur des corps gras en ces produits est généralement très faible à 1% (Bockisch, 1993)

1.3.1.1. Les tocophérols

La vitamine E fait partie de la famille de tocophérols, nom proposé pour la première fois en 1936 par Evans et collaborateurs, (1936). Le terme « tocophérols » recouvre en fait plusieurs composés (α -tocophérol, β -tocophérol, γ -tocophérol). Présents dans les huiles végétales alimentaires, ils assurent la protection vis-à-vis de l'oxydation (anti oxygènes) l' α -tocophérol est la vitamine E. Parmi les huiles végétales, les huiles riches en acides gras polyinsaturés (maïs, colza, tournesol, soja) sont celles qui sont susceptibles d'apporter le plus de tocophérols totaux. Les corps gras animaux eux ne renferment pas de tocophérols (Wolff ; 1968)

1.3.1.2. Les stérols

Les stérols sont des stéroïdes complétant au moins un groupement hydroxyle « OH » dans la plupart des cas sur le carbone 3 (Nesmyc *et al.*, 1980 ; Roseff *et al.*, 2002).

Selon l'origine biologique (Gaignaut *et al.*, 1989) on peut classer les stérols en quatre répartitions, les stérols animaux « Zoo stérol » stérols végétales « phytostérols », stérols des champignons inférieurs « Mycostérol » et les stérols des algues.

1.3.1.3. Les caroténoïdes

Les caroténoïdes ce sont des hydrocarbures fortement insaturés, de couleur jaune à l'orange (Alais, 2004). Ils comprennent les carotènes et les xanthophylles. Les principaux carotènes rencontrés dans les huiles végétales sont les β carotènes, mais on les trouve également chez les animaux, car la demi molécule α , β , et γ est la vitamine A (Alais et Linden, 1997).

1.3.1.4. Les chlorophylles

Ce sont les pigments verts des végétaux, elles jouent un rôle fondamental dans la photosynthèse. Elles sont liposolubles notamment du fait de la présence de la chaîne phytyle. (Tremolière, 1980).

1.3.1.5. Les hydrocarbures

Ce sont des paraffines de 11 à 35 atomes de carbone, se trouvent à l'état de trace dans l'huile (François, 1974).

1.3.2. Les phospholipides

Une molécule de phospholipide est construite à partir de quatre constituants : des acides gras, une plate-forme à laquelle sont fixés les acides gras, un phosphate et un alcool lié au phosphate. La plate-forme sur laquelle les phospholipides construits peut être le glycérol, alcool à trois carbones, ou la sphingosine, alcool plus complexe (Stryer *et al.*, 2003)

1.3.3. Les cires

Les cires naturelles sont des esters d'acides gras et de mono alcool aliphatique (Naudet *et al.*, 1992)

2. Qualités organoleptiques des huiles alimentaires

Les critères organoleptiques varient d'une huile à l'autre. En effet chaque huile présente des caractères qui lui sont propres. La qualité d'une huile de friture peut être appréciée relativement sur la base de sa viscosité, sa couleur et son odeur. L'huile de palme par exemple est de teinte rouge contrairement aux autres qui ont des teintes allant du jaune, jaune/clair au jaune très foncé. Cette différence de coloration peut s'expliquer par la différence de composition de ces huiles (FAO/OMS, 1993).

L'odeur de l'huile est caractéristique du type d'oléagineux utilisé pour la fabrication. On peut parfois noter une certaine ambiguïté pour la reconnaissance d'une huile (tableau 3). Ce qui s'explique d'une part par l'addition de deux huiles différentes. D'autre part, par une utilisation d'oléagineux altérés lors de la fabrication de l'huile. Ce qui entraîne l'apparition de saveurs rances dues aux acides et aux cétones, ainsi qu'aux aldéhydes (Juliette *et al.*, 2002)

Tableau 3. Aspects de quelques huiles végétales.

Aspects désignation	Huile Mais	Huile Soja	Huile d'arachide	Huile Tournesol
Consistance	Liquide limpide	Liquide	Liquide	Liquide
Couleur	Jaune pale jaune	Jaune foncé	Jaune foncé	Jaune foncé
Odeur	Relativement inodore	Quasi sans odeur	Franche de graine	Franche de graine

Source : Ndeye, 2001

3. Le rôle biologique et nutritionnel des lipides

Selon Hamadou *et al.*, (1995) Les corps gras alimentaires constituent un élément nutritif indispensable chez l'homme et ce, en raison des diverses propriétés biologiques. Ces

propriétés sont essentiellement des sources d'énergie, des vitamines liposolubles, d'acides gras essentiels et d'élément de structure cellulaires.

3.1. Élément de structures cellulaires

Les membranes endoplasmiques cellulaires sont constituées essentiellement par des couches biomoléculaires des phospholipides sur lesquelles sont absorbées des protéines globulaires.

3.2. Importantes sources d'énergie et de réserve

L'homme tire son énergie de trois éléments : les protéines, les lipides et les glucides. Ce sont les lipides qui offrent la plus forte valeur énergétique : 9 Kcal (37.7 KJ/g) contre 4Kcal (16.7KJ/g) pour les protéines et les glucides.

3.3. Sources de vitamines

Les huiles végétales servent de véhicule aussi pour certaines vitamines liposolubles (la vitamine A. la vitamine E. la vitamine D et la vitamine K).

3.4. Importantes sources d'acides gras essentiels

En plus des vitamines les corps gras constituent une source importante d'acides gras essentiels. Les principaux acides gras essentiels sont: l'acide linoléique et l'acide linoléique.

Les acides gras essentiels ont des fonctions biologiques importantes pour l'organisme. Ils exercent une action déterminante sur le système endocrinien, réduisent le taux de cholestérol dans le sang, entrent dans la composition cellulaires et sont nécessaires à la synthèse des prostaglandines.

Evidemment la qualité des huiles joue un rôle fondamental. En termes de richesse alimentaire, les huiles s'étagent ainsi, en partant de la meilleure : carthame, pavot, noix, pépin de raisin, soja, germe de blé, tournesol, sésame.

L'huile de lin est un cas à part, elle est une source nutritive exceptionnelle assez spécifique pour la myéline des nerfs et les neurones par ses acides gras poly-insaturés spécifiques que l'on ne trouve dans aucune autre huile (Labouret, 2005).

4. Altération des huiles alimentaires

4 .1. Les différents types d'altérations des huiles

Le problème d'altération des huiles alimentaires constitue un problème majeur en industrie des corps gras. En effet, il est évident que l'oxydation des huiles conduit en général à des conséquences indésirables en portant préjudice aux qualités organoleptiques, nutritionnelles et dans des conditions extrêmes, des substances toxiques peuvent se former. Ces altérations peuvent causer des pertes considérables tant sur le plan alimentaire que sur le plan économique. Ainsi les deux altérations pouvant se produire pendant le stockage d'une huile à savoir l'acidification et le rancissement par oxydation entraînent l'altération de la flaveur (Benseghier, 2014) On distingue généralement :

4.1.1 Altérations biologiques

Des micro-organismes sont généralement introduits par l'atmosphère ambiante, par l'appareillage de traitement non stérilisé, par les emballages, par le contact humain et par les insectes.

L'action de ces micro-organismes a pratiquement pour résultat la formation d'enzymes génératrices d'acides gras, de produits d'oxydation, d'aldéhydes et de cétones ; ce qui se traduit par des modifications d'apparence, de texture, de saveur et aussi par l'apparition de produits toxiques Le cas le plus généralement étudié est celui d'une altération par *Aspergillus flavus* (François, 1974).

4.1.2. Altérations chimiques

Les facteurs d'altération chimique sont induits par deux phénomènes :

4.1.2.1. Phénomène d'acidification (d'hydrolyse)

Les lipides sont susceptibles de s'hydrolyser en glycérols et en acides gras libres en présence de lipases (soit endogènes ou exogènes) (Alais et Liden, 1997).

Il existe deux types d'hydrolyse :

4.1.2.1.1. Hydrolyse enzymatique

Cette réaction met en jeu un substrat insoluble ou peu soluble dans un milieu aqueux avec une enzyme soluble. Il est donc nécessaire que la réaction s'effectue en présence d'agents émulsifiants qui permettront la fabrication de micelles (Bouquelet, 2008)

4.1.2.1.2. Hydrolyse spontanée

Elle a lieu au cours du stockage et du traitement thermique des huiles, elle est favorisée par la présence des acides gras libres et le taux d'humidité.

Cette hydrolyse s'accompagne par une oxydation, car les acides gras libres s'oxydent 10 fois plus vite que les triglycérides (Tremoliere ,1984).

4.1.2.2. Phénomène d'oxydation

C'est l'ensemble des transformations que peuvent subir les matières grasses et leurs dérivés sous l'action de l'oxygène ou par un oxydant chimique. On distingue :

4.1.2.2.1. L'oxydation par l'oxygène de l'air

Les principaux substrats de cette oxydation sont les acides gras insaturés qui s'oxydent plus vite à l'état libre. Cette réaction dite réaction d'autocatalyse des huiles et des graisses a une vitesse qui peut être augmentée sous l'action de la lumière, l'activité de l'eau, et la température.

4.1.2.2.2. L'oxydation chimique

C'est une réaction qui se fait par un oxydant puissant tel que le permanganate de potassium (Cas des huiles végétales). Cette oxydation a lieu au cours du traitement et durant la conservation des huiles (Diffenbacher et *al*, 2000).

Il faut noter que les autres substances non saturées comme les vitamines A et E, les caroténoïdes, et certains hydrocarbures présentes dans les huiles peuvent subir des oxydations analogues dites secondaires (Cheftel ,1980).

4.1.2.2.3. Les facteurs favorisant l'oxydation

L'oxydation des lipides est une réaction lente, particulièrement à basse température. La phase d'initiation de l'oxydation des lipides peut être déclenchée par plusieurs facteurs tels que l'oxygène activé, les enzymes, la température, la lumière ou les traces de métaux (Brimberg et Kamal-Eildin, 2003 ; Andreo et *al.*, 2003 ; Marc et *al.*, 2004).

a- L'influence de la composition en acides gras :

La composition des acides gras est très importante pour la stabilité à l'oxydation d'une huile. En effet plus la teneur en acides gras insaturés est élevée plus l'oxydation sera plus rapide (Cheftel, 1980).

b- L'influence de l'eau :

Les huiles végétales parfaitement anhydres sont plus stables vis-à-vis de l'oxydation que les huiles contenant des quantités mineures d'eau en solution. La vitesse de formation du peroxyde et la vitesse d'oxydation croient avec l'augmentation de la teneur en eau (Pokorny, 2003).

c- Influence de la concentration en oxygène et de la température

Durant la réaction d'oxydation, une grande interaction existe entre la température et la concentration d'oxygène. Ainsi, il est assez difficile d'évaluer l'effet de ces facteurs individuellement. La solubilité de l'oxygène est très élevée à température ambiante ou à basse température (Andreo *et al.*, 2003).

d- Effet des métaux

Les métaux de transition jouent un rôle important dans la génération des radicaux libres de l'oxygène, ils sont les premiers activateurs des molécules d'oxygène (Laval *et al.*, 1980). Les traces de métaux pro-oxydants (fer et cuivre sous forme libre) augmentent les cinétiques de formation des radicaux et de décomposition des hydroperoxydes pour des teneurs faibles (Frankel, 1998).

e- Effet de la lumière

La lumière (les ultraviolets) joue le rôle d'accélérateur des cinétiques des réactions d'oxydation, les mécanismes chimiques restent les mêmes. Elle intervient dans la photo oxydation qui constitue une voie importante de production d'hydroperoxydés en présence d'oxygène, d'énergie lumineuse et de photos sensibilisatrices telles que les hémoprotéines ou la riboflavine (Kiahouli, 2010).

f- Effet des enzymes

La lipoxygénase ou linoléate oxygène oxydoréductase initialement isolée à partir du soja, puis de différentes légumineuses, est en fait présente chez de nombreuses plantes. En présence d'oxygène moléculaire, l'enzyme catalyse la formation d'hydroperoxydes (Crouzet, 1998).

L'oxydation enzymatique se produit même à basse température. Durant le stockage à l'état congelé l'activité enzymatique est très faible. Cependant, une fois la décongélation amorcée et des températures de 0°C à 4°C atteintes, il semblerait que cette activité reprenne et s'accroisse (Frankel, 1998).

g- Influence de potentiel d'hydrogène (pH).

Le pH influence le déroulement de l'oxydation par le biais de plusieurs mécanismes (Genot *et al.*, 2003). Premièrement, pour les réactions d'oxydo-réduction faisant intervenir des protons (H^+), le potentiel redox décroît linéairement avec le pH. Un pH acide favorise donc la réaction d'oxydation, le pH intervient également dans la solubilité des composés impliqués dans l'initiation de la réaction. Le pH modifie aussi les interactions entre constituants du fait d'attractions et de répulsions électrostatiques liées à la charge des molécules (Eymard, 2003).

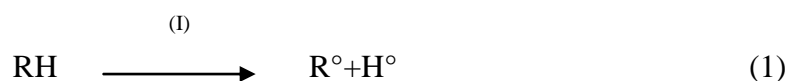
4.1.2.2.4 .Les différentes phases d'oxydation

L'oxydation concerne les matières grasses insaturées et comporte trois étapes qui sont l'initiation, la propagation et la terminaison.

Au cours de l'initiation, il y a formation de radicaux libres puis de radicaux hydroperoxydes en position α d'une double liaison. La chaleur, la présence de traces de sels de métaux de transition et la lumière ultraviolette sont des agents d'initiation. Cette première étape, appelée également période d'induction, correspond à une période d'absorption lente de l'oxygène atmosphérique. La deuxième étape est la propagation, au cours de laquelle on assiste à une formation plus accélérée d'hydroperoxydes, ce qui se traduit par une forte consommation d'oxygène. La dernière étape consiste à la production d'espèces non radicalaires (Yaaoub, 2009).

4.1.2.2.4.1. Initiation :

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).



4.1.2.2.4.2. Propagation :

Le radical alkyle, très réactif, fixe une molécule d'oxygène, pour former un hydroperoxyde instable, centré sur l'oxygène (2). Celui-ci arrache à son tour un hydrogène labile d'un deuxième acide gras, formant un hydroperoxyde non radicalaire plus stable (3), mais générant une nouvelle espèce radicalaire sur le deuxième acide gras.



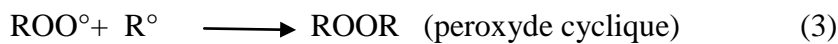
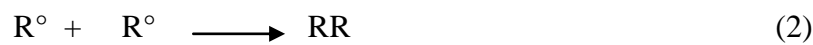
La phase de propagation peut donc, elle-même être décomposée en deux étapes séquentielles (Judde, 2004) :

- La première étape correspond à l'apparition des peroxydes, composés primaires d'oxydation, à partir des radicaux libres instables : la quantité de peroxydes formés peut être évaluée analytiquement grâce à la détermination de l'indice de peroxyde.
- La deuxième étape se traduit par l'évolution des hydroperoxydes en composés secondaires d'oxydation, par deux voies principales :

- a- **La scission** : conduisant par coupure à la libération de composés volatiles (chaines carbonées courtes et moyennes), notamment aldéhydiques, responsables des saveurs de rance, caractérisés par un seuil de détection très faible.
- b- **Le remaniement** : conduisant suite à différents types de pontage intra- ou inter-acides gras ou suite à l'apparition de fonctions oxydées. A ce stade dit de rancissement, le goût rance est bien entendu perceptible.

4.1.2.2.4.3. Terminaison :

Pendant cette phase, les espèces radicalaires réagissent entre elles pour donner des espèces non radicalaires, mettant ainsi fin aux cycles réactionnels. (Jude et *al.*, 2003)



4.1.2.2.5. Les indicateurs d'oxydation

On utilise comme indicateur d'oxydation différents indices, dont chacun a une signification dans sa propre limite, c'est-à-dire qu'ils ne peuvent pas tenir compte de l'ensemble du phénomène de rancissement qui comporte beaucoup trop de réactions complexes, mais qui tout de même donnent une idée sur l'état d'oxydation des acides gras. On distingue ainsi :

4.1.2.2.5.1. L'indice d'acide

L'indice d'acide est le nombre de milligramme d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser les acides gras libres présents dans un gramme de corps gras (Njussa, 1999). Cet indice permet de mesurer la quantité d'acide gras libre résultant des réactions d'hydrolyse et d'oxydation des triglycérides. Les huiles destinées à la consommation doivent contenir moins de 1% d'acides libres (Ndeye, 2001).

4.1.2.2.5.2. L'indice d'iode

L'indice d'iode est le nombre de grammes d'iode fixé sur les doubles liaisons de 100 grammes de matières grasses. Il exprime le degré d'insaturation d'un corps gras et par suite sa prédisposition à l'oxydation (Djom, 1993). Un corps gras est plus sensible à l'oxygène lorsqu'il est constitué d'un nombre élevé de doubles liaisons.

4.1.2.2.5.3. L'indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est le nombre de microgrammes d'oxygène actif pour un gramme de matière grasse (Njussa, 1999). Il permet d'apprécier le degré d'oxydation d'une huile. Cet indice permet de suivre l'état de conservation d'une huile ou état d'avancement de l'oxydation (Djom, 1993). Lorsqu'une huile n'est pas soumise à de bonnes conditions de conservation ou à un bon traitement, sa qualité peut se détériorer de diverses manières, mais le plus souvent par hydrolyse ou par oxydation. Elle devient ainsi impropre à la consommation (Ndeye, 2001).

4.1.2.2.5.4. Coefficients d'absorption spécifique (valeurs d'absorbance UV)

La détermination des coefficients d'absorption spécifique (extinction spécifique) dans le domaine de l'ultraviolet est nécessaire pour l'estimation de la phase d'oxydation de l'huile. L'absorption à des longueurs d'onde spécifiées à 232 nm et 270 nm dans la région ultraviolette est liée à la formation de diènes conjugués et triène dans le système de l'huile, du fait des procédés d'oxydation ou de raffinage. Les composés de l'oxydation des diènes conjugués contribuent à 232 alors que les composés d'oxydation secondaire (aldéhydes, cétones, etc) contribuent à 270 (Kiritsakis, 2002).

Chapitre 3. Les huiles des fritures

1. Opération de friture

La friture est une opération intégrée et « multifonctionnelle » qui permet en une seule étape de déshydrater, cuire, texturer, imprégner et développer des saveurs. L'opération s'appuie sur la forte différence entre la température d'ébullition de l'eau dans le produit et la température du bain d'huile. Des flux d'énergie (sous forme de chaleur) intenses sont ainsi générés (Vitrac *et al.*, 2003). La qualité finale du produit frit résulte du couplage particulier entre les transferts d'énergie, de matière, et des transformations localisées à l'échelle macroscopique (épaisseur de la matrice alimentaire), microscopique (structure et microstructure) ou moléculaire (constituants) (Bohuon *et al.*, 2006).

2. Les variables opératoires de l'opération de friture

2.1. Durée de friture

Le temps de séjour de la matrice alimentaire dans le bain d'huile varie pour une même composition initiale avec la forme du matériau (surface d'échange, épaisseur...) et ses propriétés physicochimiques. Les mécanismes responsables de la vaporisation et du départ d'eau ne diffèrent pas fondamentalement avec la géométrie, la composition initiale et l'état final du produit (Bohuon *et al.*, 2006). Le temps de friture peut varier de 1 à 3 Minutes (min) pour l'obtention de chips, à plusieurs minutes (de 5 à 10 min) pour des frites (Moreira *et al.*, 1995 ; Singh, 1995). Les matériaux très « thermosensibles » comme certains fruits très riches en sucres réducteurs, certains produits amylacés comme la patate douce et les oignons, ne peuvent être frits à la pression atmosphérique que sous forme de fines tranches (Elustondo *et al.*, 1996 ; Ling *et al.*, 1998)

Le temps de maintien du matériau à une température au-delà de $T=100^{\circ}\text{C}$ et à pression atmosphérique peut être réduit par un prétraitement de déshydratation (à « froid », cas des fruits riches en eau) et/ou par l'utilisation de morceaux de faible épaisseur et/ou par l'utilisation d'un procédé de friture sous vide. Bien entendu, pour une même quantité d'eau éliminée, plus la température du bain d'huile sera haute et plus le temps de friture sera court.

Le temps de friture détermine les caractéristiques physiques (degré de gélatinisation, niveau de déshydratation) et sensorielles (couleur rouge ou marron-dorée, croustillance, arômes) spécifiques des produits finis. Pour les composés thermosensibles d'intérêt

nutritionnel, le taux de dégradation augmente avec le temps de friture (Pokorny, 1999). Par exemple, Augustin *et al.* (1981) observent une rétention d'acide ascorbique multipliée par trois pour des frites de courte taille par rapport à des frites de longue taille (le temps de friture ayant été multiplié par deux).

2.2. Température de l'huile

Les températures maximales du bain d'huile sont voisines de 180 °C, car le développement de composés toxiques potentiels a entraîné réglementairement l'utilisation de températures plus basses. En revanche, les températures trop basses (120°C) provoquent une imprégnation d'huile plus importante (Baumann et Escher 1995 ; Saguy et Pinthus, 1995 ; Ufheil et Escher, 1996). Il est difficile de discuter de l'effet de la température séparément du temps pour tout traitement thermique où la température (T) et le temps (t) sont liés.

D'après Pokorny (1999), l'utilisation de températures d'huile élevées ($T_{\infty} = 180^{\circ}\text{C}$) permet de diminuer les pertes des composés d'intérêt nutritionnel. En outre, certains auteurs observent que les fritures à plus basses températures ($T_{\infty} \leq 140^{\circ}\text{C}$) provoquent une dégradation des caroténoïdes moins importante qu'à plus haute température (Leskova *et al.*, 2006). Par contre, Sulaeman *et al.* (2003) montrent que les chips de carotte frites à 165°C ont une rétention plus importante du β -carotène qu'à 175°C et 185°C. Pokorny (1999) observe une meilleure rétention du b-carotène à basse température aussi.

2.3. Pression

La « friture sous vide » assure une déshydratation rapide tout en maintenant le matériau à des niveaux de température inférieurs à ceux obtenus lors de la friture à pression atmosphérique pour une même température.

Les réactions (Changements de couleur, destruction de vitamines, d'arômes...) activées par l'élévation de température sont alors fortement réduites ; ces conditions autorisent l'application de l'opération de friture à des produits très thermosensibles (fruits riches en sucres réducteurs,...) (Vitrac et Raoult-Wack, 2002 ; Torezan, *et al.*, 2006), et minimisent les réactions chimiques intervenant en surface (Granda et Moreira, 2005).

3. Utilisation des huiles alimentaires comme huiles de friture

La plupart des huiles végétales contiennent, des concentrations importantes en acides gras mono-insaturés et polyinsaturés et sont habituellement liquides à température ambiante.

Lorsque les huiles sont chauffées, celles-ci subissent des dégradations plus ou moins importantes. Les huiles riches en acides gras mono-insaturés, comme l'huile d'olive et l'huile d'arachide, sont plus stables et peuvent être réutilisées plusieurs fois après avoir été chauffées, à l'inverse des huiles riches en acides gras polyinsaturés telles que l'huile de maïs et l'huile de soja. Pour les fritures, il est important de ne pas surchauffer l'huile (ne pas dépasser 180°C) et de la remplacer fréquemment (toutes les 10 utilisations environ) (Graille, 1998).

Pour chaque huile, il existe une température critique (ou point de fumage) au-dessus de laquelle il ne faut pas chauffer l'huile (tableau 4). Quand l'huile atteint la température critique, ses composants se dégradent, forment des composés toxiques ou cancérigènes et l'huile fume. C'est pour cela que certaines huiles comme l'huile de noix dont la température critique est faible sont déconseillées pour la cuisson. Il est préférable de jeter une huile qui a fumé, ou même moussé.

Tableau 4. Température critique de quelques huiles alimentaires.

Origine	Température critique en °C
Arachide	220
Carthame	220
germe de maïs	140
Noix	140
Olive	210
Palme	240 à 260
pépin de courge	140
pépin de raisin	150
Sésame	150
Soja	150
tournesol	160 à 200

Source : wikipédia, 2009

Une friture atteint généralement 170°C., seules les huiles d'arachide, carthame de tournesol ou d'olive sont capables de la subir (pas plus de trois fois) donc elles sont les plus adaptées à la cuisson. Utiliser indifféremment l'une ou l'autre car elles perdent leur goût caractéristique (huile d'arachide et d'olives). La friture à l'huile d'arachide est tout de même plus digeste.

Sous l'effet de l'eau contenue dans les aliments, de l'air et des aliments eux mêmes, l'huile chaude subit des transformations chimiques conduisant à la formation de composés polaires, la diminution de certains composés d'intérêt nutritionnel, l'apparition de composés volatils responsables d'odeurs désagréables et l'apparition de composés non

volatils qui s'avèrent toxiques à fortes doses. Les huiles alimentaires usagées contiennent encore, malgré tout, une partie non dégradée importante.

Les huiles alimentaires sont principalement constituées de triglycérides (triesters d'acide gras de tailles variables ou/et d'insaturations différentes). Mais lors de la friture des huiles, un certain nombre de composés chimiques nouveaux se forment (Graille, 1998). La friture est le siège de réactions chimiques indénombrables sollicitant l'oxygène de l'air, les chaînes grasses des triglycérides et les aliments présents dans les huiles.

Une température élevée et une présence d'air favorisent des réactions de polymérisations créant des composés complexes. D'autres paramètres, tels le mode de friture (continu ou discontinu), le temps de friture, la réutilisation de l'huile ou encore le type d'aliments frits (riches en sucres et en protéines), induisent la formation de polymères, dimères, triglycérides oxydés et aussi des di-glycérides et acides gras libres. Tous ces composés sont hautement polaires et peuvent être mesurés par chromatographie. Ainsi on peut facilement évaluer la dégradation des huiles par sa quantité de composés polaires (Dobermans, 1998).

3.1. Les différentes huiles alimentaires « utilisées pour la friture » et commercialisées en Algérie.

Il existe sur le marché Algérien différentes marques d'huiles végétales alimentaires (figure 2), quelles soient pures (huile de soja et de tournesol) ou mélangées, celles-ci sont utilisées pour l'assaisonnement, la cuisson ou la friture (Chekroun, 2013).



Source : Chekroun, 2013

Figure 2. Différentes huiles alimentaires commercialisées en Algérie.

L'origine des différentes huiles alimentaires fabriquées en Algérie est représentée dans le tableau 5 :

Tableau 5. Origine des huiles alimentaires fabriquées et utilisées en Algérie.

Marque de l'huile	Origine de l'huile
Huile ELIO	80% Soja 20% Tournesol
Huile FLEURIAL	100% Tournesol
Huile AFIA	95% Soja 5% Mais
Huile HUILOR	100% Soja
Huile BONAL	100% Soja
Huile LYNOR	90% Soja 10% Palme
Huile SAFIA	100% Soja
Huile LABELLE	100% Soja

Source : Chekroun ,20 13

4. Modification de la Composition des huiles lors de la friture.

A des températures élevées (entre 160 °C et 180 °C), en présence d'eau et d'oxygène, les triglycérides subissent un grand nombre de réactions complexes qui peuvent être classées en trois grandes familles : oxydation, polymérisation et hydrolyse (Dobermans, 1998).

4.1. Réactions d'oxydation

Au contact de l'oxygène de l'air, elles provoquent l'apparition d'arômes et de changement de couleurs, souvent indésirables, dans les huiles de friture ou dans les produits frits. Ces composés d'oxydation indésirables dérivent des hydroperoxydes, composés primaires de l'oxydation. Les réactions en chaînes responsables de leur formation sont autocatalysées, car initiées par l'apparition de composés radicalaires issus eux-mêmes de l'oxydation des triglycérides du bain. Les cations métalliques comme le fer ou le cuivre peuvent aussi initier et accélérer les réactions d'oxydation (Melton et *al.*, 1994).

4.2. Réactions de polymérisation.

Elles sont responsables de réarrangements inter et intra-moléculaires qui sensibilisent l'huile de friture à l'oxydation et conduisent à l'augmentation de la viscosité apparente des huiles. Des composés semblables à des résines peuvent alors mousser à la surface du bain de friture et sur les parois.

En effet, Le chauffage des lipides à des températures supérieures à 100 voire 150 C°, conduit à la formation de polymères, de composés cycliques ou isoméris (Bouhadjra, 2011).

4.3. Réactions d'hydrolyse.

Elles sont de loin les plus nombreuses dans les conditions normales de friture. Elles conduisent, au contact de la vapeur d'eau, à la formation d'acides gras libres, de monoglycérides, de diglycérides, voire de glycérol. Ces composés sont alors très sensibles aux réactions précédemment citées (réactions d'oxydation et de polymérisation) et les produits qui en dérivent sont responsables des principaux défauts de goût ou d'odeur. La présence de résidus de produits de nettoyage caustique favorise les réactions d'hydrolyse (Blumenthal, 1997).

Au fur et à mesure de leur dégradation, les corps gras du bain sont de plus en plus volatils et le bain d'huile commence à fumer. Le point de fumée est la température à partir de laquelle le bain « fume » régulièrement et signale une dégradation continue et importante des matières grasses du bain. Les corps gras usuels ont des points de fumée initialement compris entre 180 et 230 °C. La dégradation des corps gras conduit à un abaissement significatif du point de fumée (170 °C et en dessous), augmente la viscosité des huiles et accroît la teneur en tensioactifs responsables de la formation de mousse à la surface du bain et de l'abaissement de la tension superficielle entre les aliments essentiellement aqueux et les huiles.

Etant donné le nombre de facteurs importants jouant sur la transformation des huiles (nature de l'huile, procédé de friture, température du bain...), il est impossible de donner une analyse chimique précise d'une huile de friture usagée d'autant plus qu'à ce jour, toutes les espèces chimiques n'ont pas été entièrement identifiées. En effet, on estime à plus d'un millier environ le nombre d'espèces chimiques nouvelles (ECN) formées dans les huiles de fritures usagées (Graille, 1998).

PARTIE II

Expérimentation et résultats

Chapitre 1. Matériels et méthodes

Les analyses réalisées au cours de notre étude ont été réalisées au niveau des laboratoires pédagogiques du département des sciences agronomiques, université de Laghouat.

Dans ce travail on vise la détermination de quelques indices reflétant le degré d'oxydation et d'altération de quatre (4) échantillons d'huile de friture de pomme de terre, utilisé dans 4 différents restaurant de la ville de Laghouat.

1.1. Matériels et réactifs utilisés

Tout le matériel et les réactifs utilisés sont notés en (annexe 01).

1.2. Echantillonnage

Pour la réalisation de notre expérimentation, des prélèvements d'huile de friture – **de marque ELIO-**, utilisée pour la friture des pommes de terre (frites), ont été prélevé de 4 différents restaurants dans la ville de Laghouat. Sur demande des propriétaires, on garde l'anonymat des restaurants (1, 2, 3 et 4).

Les échantillons d'huile ont été prélevés le jour (la matinée) de leur analyse, après avoir servir à quelques fritures (l'huile étant changé chaque jour) et c'est la même huile qui va encore servir à la préparation d'autres frites au cours de la journée.

L'huile a été prélevée dans des bocaux en verre, emballée avec du papier aluminium et bien fermé.

Plusieurs analyses ont été réalisées à savoir :

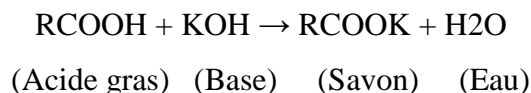
- Détermination de l'indice d'acide (I.A)
- Détermination de l'indice de saponification (I.S) ;
- Détermination de l'indice de peroxyde (I.P)
- Détermination de l'indice d'iode (I.I)
- Dosage des composés polaires
- Détermination de l'indice de réfraction.

1.3. Caractérisations chimiques

1.3.1. L'indice d'acidité (IA) (AFNOR NF T60-204).

L'indice d'acide est le nombre de milligramme d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser les acides gras libres présents dans un gramme de corps gras (Njussa, 1999).

La détermination de l'acidité des huiles a été effectuée conformément à la norme **AFNOR NF T60-204**. Elle consiste à déterminer la quantité d'une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium (0,1N) nécessaire pour neutraliser les acides gras libres présents dans l'huile selon l'équation suivante :



➤ Mode opératoire

- Peser à 0,01g près, 10 g d'huile,
- Dissoudre la prise d'essai dans 50 ml de solvant organique (25 ml d'éthanol et 25 ml toluène)
- Ajouter quelques gouttes de l'indicateur coloré : phénolphtaléine
- Titrer tout en agitant avec une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium 0,1N jusqu'à l'obtention d'une couleur rose qui persiste pour 10 secondes.
- Noter le volume V en millilitre (ml) de la solution d'hydroxyde de sodium utilisée,

➤ Expression des résultats

L'indice d'acide est donné par l'équation suivante :

$$IA = \frac{56,1 \cdot V \cdot N}{m}$$

56,1 : est la masse molaire, exprimée en grammes par mole, de l'hydroxyde de potassium ;

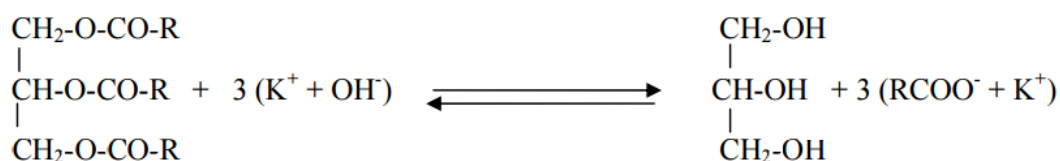
m : Masse de la prise d'essai en gramme ;

N : Normalité de la solution d'hydroxyde de potassium (0.01N) ;

V : Volume de titrage en ml.

1.3.2. Indice de saponification (IS) (AFNOR. NF T60- 206)

Il correspond au nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaires pour la saponification d'un gramme d'huile selon la réaction chimique suivante :



La valeur de l'indice de saponification nous permet d'estimer les longueurs des chaînes de carbone des acides gras constituant l'huile d'une part, et de calculer les masses moléculaires moyennes des acides gras et des triglycérides qui renferment l'huile.

➤ **Principe**

Une prise d'essai est portée à ébullition à reflux avec une solution d'hydroxyde de potassium, puis en présence de phénolphaléine, comme indicateur coloré, cette préparation est titrée avec de l'acide chlorhydrique HCl.

➤ **Mode opératoire**

- Peser 1.5 g d'huile de friture,
- Ajouter 20 ml de potasse éthanolique KOH (0.5N)
- Saponifier en Portant à ébullition avec réfrigérant à reflux pendant 30 min
- L'excès de KOH est neutralisé par de l'acide hydrochlorique (HCl) (0.5N) en présence de phénolphaléine comme indicateur coloré.
- Un essai à blanc est réalisé dans les mêmes conditions sans l'huile.

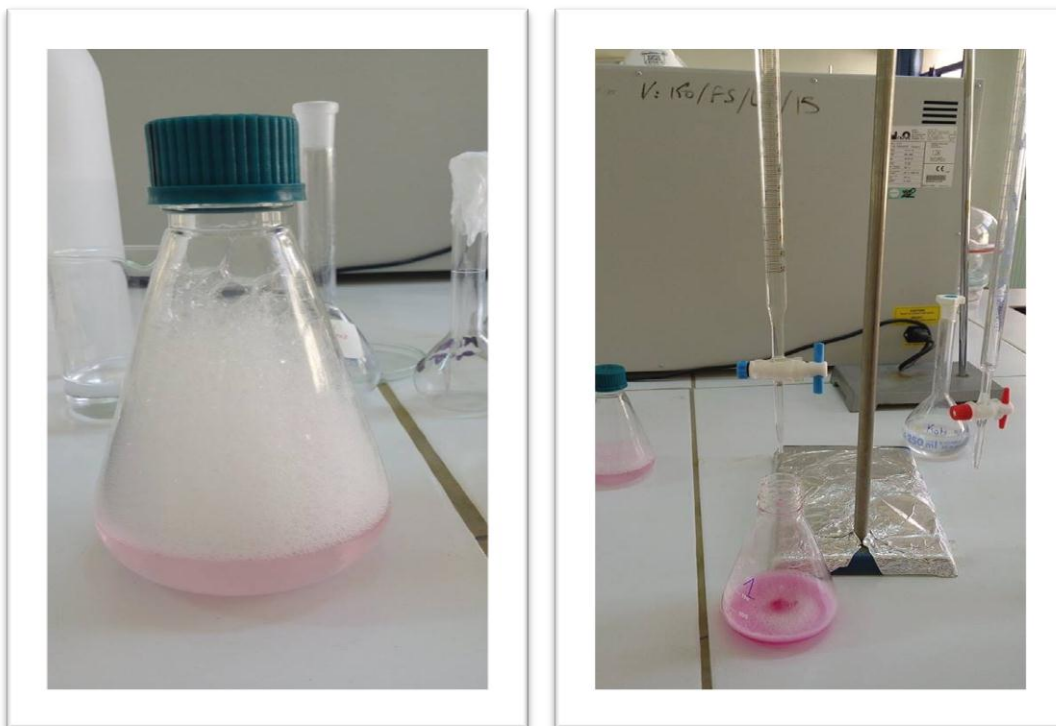


Photo1. Détermination de l'indice de saponification.

➤ **Expression des résultats.**

L'indice de saponification, donnée en mg de potasse par 1 gramme d'huile, est calculé par la relation suivante :

$$IS = \frac{(V_0 - V_1) \times 28}{m}$$

Avec :

IS : Indice de saponification ;

V₀ : volume de HCl, en ml, utilisé pour le test à blanc;

V₁ : volume de HCl, en ml, nécessaire pour neutraliser l'excès de la potasse dans l'huile ;

m : masse d'huile prise en gramme ;

N : la normalité de la solution potassique (0,5N).

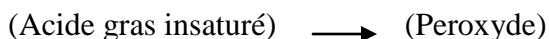
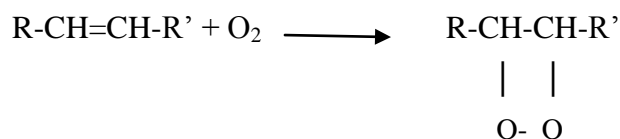
56,1 : masse molaire de KOH.

1.3.3. L'indice de peroxyde (IP) (AFNOR NF T60-220)

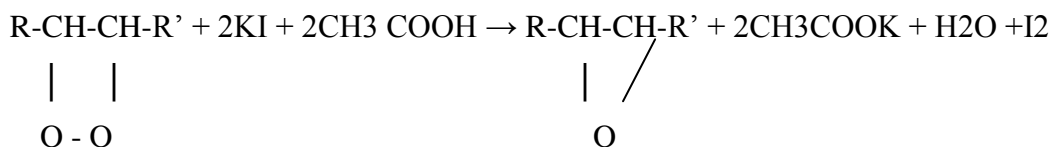
L'indice de peroxyde est le nombre ou milliéquivalent d'oxygène actif pour un gramme de matière grasse (Njussa, 1999).

➤ **Principe.**

En présence de l'oxygène de l'air, les acides gras insaturés s'oxydent en donnant les peroxydes selon la réaction suivante :



Sur une molécule de peroxyde, une molécule d'oxygène est fixée. Sur les deux atomes d'oxygène fixés, un seul est actif et est capable d'oxyder les iodures selon la réaction suivante :



➤ **Mode opératoire.**

- Peser dans un erlenmeyer de 250 ml, 1 g de matière grasse ;
- Ajouter 10mL de chloroforme, 15 mL d'acide acétique ;
- Ajouter 1 ml d'une solution de KI (iodure de potassium) ;
- Boucher l'erlenmeyer, bien mélanger pendant 1 min et placer à l'obscurité pendant 5 min ;
- après les 5 min, Ajouter 75 ml d'eau distillée et quelques gouttes d'empois d'amidon comme indicateur coloré et bien agiter ;
- Titrer l'iode libéré par le thiosulfate de sodium 0.01N en présence d'amidon comme indicateur ;
- Faire un blanc dans les mêmes conditions.

➤ **Expression des résultats.**

L'indice de peroxydes, exprimé en microgramme d'oxygène actif par gramme d'huile, est obtenu par la relation suivante :

$$IP(\mu\text{g/g}) = \frac{(V - V_0) * N * 8000}{P}$$

V₀ : Volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc en mL ;

V : Volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour la prise d'essai en mL ;

N : Normalité de la solution de thiosulfate de sodium (0,01N) ;

P : Masse de la prise d'essai en gramme.

1.3.4. L'indice d'iode (I.I) (AFNOR NFT 60-203)

L'indice d'iode est le nombre de grammes d'iode fixé sur les doubles liaisons de 100 grammes d'huile. Il exprime le degré d'insaturation d'un corps gras et par suite sa prédisposition à l'oxydation ((Mordet, 1992 ; Djom, 1993).

➤ **Principe**

Un excès d'iode (réactif de Wijs) est additionné à l'huile en solution dans le chloroforme. L'excès d'iode est déterminé par addition d'iodures de potassium et d'eau ; l'iode ainsi libéré est titré par une solution de thiosulfate de sodium (0,1N).

➤ **Mode opératoire**

- Peser dans un erlenmeyer de 250 ml une quantité de corps gras de l'ordre de 0,3 g ;
- solubilisée dans 10 ml de chloroforme ;
- Pipeter pour chaque essai 2 ml de cette solution les déposer dans un autre erlenmeyer de 250 ml et y ajouter 5 ml de réactif WIJS ;
- Pour le témoin, remplacer 2 ml de solution (huile/chloroforme) par 2ml de Chloroforme ;
- Bien mélanger et mettre les erlenmeyer à l'abri de la lumière pendant une heure ;
- Ajouter ensuite 2 ml de KI puis environ 50 ml d'eau distillée ;
- Dans les 2 cas (témoin qui représente le blanc et échantillon), titrer l'iode par le thiosulfate 0,1 N jusqu'à ce que la couleur jaune due à l'iode ait pratiquement disparu ;
- Ajouter alors quelques gouttes d'empois d'amidon et poursuivre le titrage jusqu'au moment où la couleur bleue disparaît après avoir agité vigoureusement le contenu (décoloration totale).

➤ **Expression des résultats**

Les résultats de l'indice d'iode, exprimés en grammes d'iode par 100 g d'huile, sont obtenus par l'équation suivante :

$$I.I = \frac{(V_0 - V) \times 12,7 \times C}{p}$$

Où :

I.I : Indice d'iode donné en (g d'iode /100g huile).

V0 : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour le témoin exprimé en ml ;

V : volume de thiosulfate de sodium nécessaire pour la neutralisation de l'excès d'iode dans l'huile, exprimé en ml ;

p = masse, en gramme, de la prise d'essai (huile).

1.3.5. Dosage des composés polaires (Chromatographie sur colonne)

La présente méthode a pour objet le dosage des composés polaires formés au cours du chauffage des matières grasses.

Elle s'applique à toutes les huiles et graisses d'origines animale et/ou végétale ; elle permet d'apprécier leur degré d'altération thermo-oxydative.

➤ Principe

Séparation par chromatographie sur colonne des composés polaires et non polaires : les composés polaires sont retenus sur la colonne, les composés non polaires sont élués et pesés. Dosage des composés polaires par différence entre la masse de la prise d'essai et celle de la fraction éluee.

➤ Mode opératoire

• Préparation de l'échantillon

Homogénéiser par agitation puis éliminer par filtration les impuretés visibles (en présence d'eau, utiliser un papier hydrophile).

• Préparation du gel de silice

- Mettre le gel de silice dans une capsule de porcelaine, sécher à 160 °C dans l'étuve, pendant quatre heures minimum et laisser refroidir à température ambiante dans un dessiccateur.
- Ajuster le gel de silice à une teneur en eau de 5% (m/m) : peser 152 grammes de gel de silice séché et 8 grammes d'eau dans un ballon de 500 ml. Fermer le ballon et agiter une heure à l'aide d'un agitateur mécanique approprié.

• Préparation de la colonne

- Rincer la colonne avec l'éthanol, introduire un tampon de coton hydrophile à la partie inférieure de la colonne et chasser l'air en pressant le coton.
- Dans un bécher préparer une pâte avec 75 grammes de gel de silice et environ 240 ml de solvant, mélange d'éther de pétrole et toluène, 87/13 (v/v).

- Transférer cette pâte dans la colonne à l'aide d'un entonnoir. Afin d'assurer un transfert total du gel de silice dans la colonne, rincer avec le solvant d'éluion.
- Ouvrir le robinet et soutirer le solvant d'éluion dans un second bécher jusqu'à ce que le niveau du solvant soit à 10 cm au-dessus du gel de silice.
- Taper légèrement sur la colonne pour niveler le gel de silice.
- **Chromatographie sur colonne**
 - Peser dans une fiole jaugée, à 0,001 gramme près, 2,5 gramme de l'échantillon préparé.
 - Dissoudre dans environ 20 ml du solvant d'éluion,
 - Introduire à l'aide d'une pipette jaugée 20 ml de cette solution dans la colonne préparée. Eviter de perturber la surface (Photo 2).
 - Sécher deux ballons de 250 ml dans l'étuve à une température de 103 ± 2 °C. Laisser refroidir à la température ambiante et peser exactement à 0,001 gramme près.
 - Placer l'un de ces ballons sous la colonne. Ouvrir le robinet et laisser s'écouler le liquide dans le ballon. Eluer les composés non polaires par 150 ml du solvant. Ajuster le débit afin que 150 ml traversent la colonne en 60-70 minutes.



Photo2. Chromatographie sur colonne.

- En fin d'élution, rincer l'extrémité inférieure de la colonne à l'aide du solvant.
- Utiliser l'évaporateur rotatif pour chasser sous-vide le solvant à une température n'excédant pas 60 °C (photo 3).



Photo 3. Evaporateur rotatif sous-vide.

➤ Expression des résultats.

La teneur en composés polaires (CP) en pourcentage de masse (m/m) est donnée par la formule :

$$\text{CP (\%)} = \frac{(m-m_1)}{m \times 100}$$

m_1 : est la masse, en gramme, de la fraction non polaire (éluée);

m : est la masse, en gramme, de l'échantillon contenu dans 20 ml de la solution déposée sur la colonne (prise d'essai de l'huile).

1.4. Caractéristiques physiques

1.4.1. L'indice de réfraction (IR) (AFNOR NFT 60-212)

L'indice de réfraction est le rapport entre les vitesses de la lumière dans le vide et sa vitesse dans la substance. En pratique, la vitesse de la lumière dans l'air est utilisée à la

place de celle dans le vide et la longueur d'onde choisie est celle de la moyenne des raies D du sodium 589,6 nm (photo 4).

Les mesures sont effectuées avec un réfractomètre d'ABBE, la température est fixée à 20°C.

➤ **Mode opératoire**

- Laver les prismes du réfractomètre à l'hexane ;
- Les essuyer avec un chiffon propre très doux ;
- Verser alors entre les prismes 2 à 3 gouttes d'huile ;
- Déplacer alors la lunette de visée pour que la ligne de séparation de la plage claire et de la plage sombre se situe à la croisée des fils du réticule ;
- Lire l'indice de réfraction de l'huile à $T^{\circ}\text{C}=20^{\circ}\text{C}$.



Photo 4. Détermination de l'indice de réfraction.

➤ **Expression des résultats**

Les valeurs de l'indice de réfraction sont déterminées par lecture directe sur le réfractomètre.

1. Résultats et discussions

1.1 Indice d'acide

Les valeurs d'Indice d'acide des quatre échantillons, d'huile de friture analysés, en milligramme (mg) de KOH/gramme (g) d'huile), sont illustrés par la figure 3.

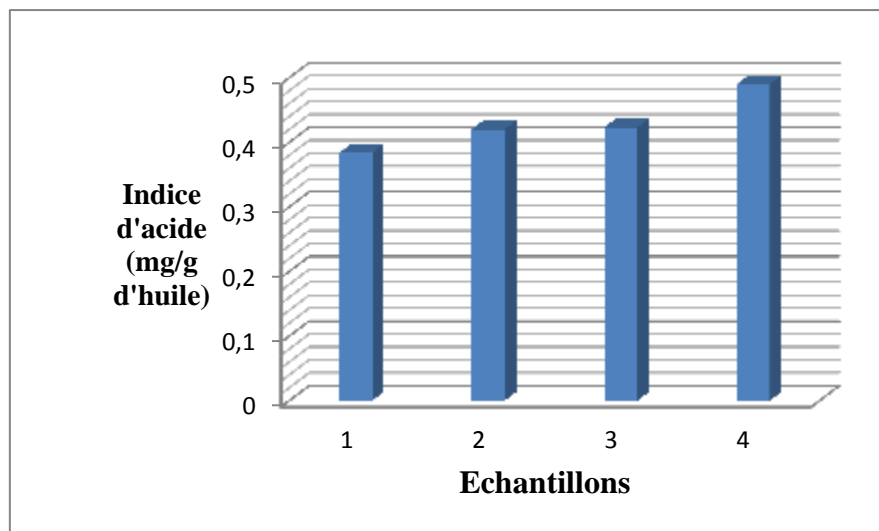


Figure 3. Les indices d'acide des 4 huiles de friture analysées.

Les valeurs d'indice d'acide trouvées sont très proches et varient de 0.38 mg KOH/g d'huile pour l'huile du restaurant 1 à 0.49 mg KOH/g d'huile pour l'huile du restaurant 4.

Toutes nos huiles semblent être conformes aux normes du Codex Alimentarius (1992) qui fixe la valeur maximale de l'indice d'acides, pour une huile végétale raffinée, à 0.6 mg de KOH/g d'huile. L'acidité libre peut provenir de la présence éventuelle de carboxyles appartenant à différents types d'acides : acides organiques (acide citrique, acide malique, acide malonique, acide oxalique,...), une huile à acides gras à chaîne carbonée courte provenant de l'oxydation des liaisons éthyléniques d'un lipide ou encore d'acides gras libres présents dans les extraits végétaux.

L'indice d'acide, indique l'acidité libre qui permet de contrôler le niveau de dégradation des chaînes d'acides gras ou triglycérides (Abaza et *al.*, 2002).

1.2 Indice de saponification

la figure 4 représentent les résultats de l'indice de saponification, en mg de KOH/ g d'huile, pour nos différents échantillons d'huile de friture.

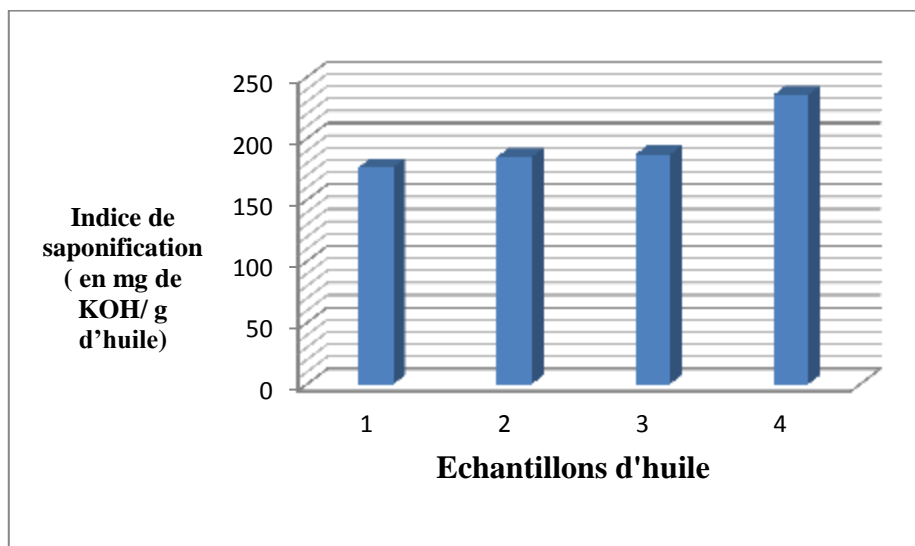


Figure 4. Les indices de saponification des échantillons analysés.

Nos résultats montrent que l'huile de friture issue du restaurant 1 représente l'indice de saponification le plus faible de 176,71mg/g ; les huiles des restaurants 2 et 3 ont des indices proches, de 185,13 et 187 mg/g respectivement, alors que l'huile de friture du 4^{ème} restaurant semble avoir un indice de saponification très élevé comparativement des autres : de l'ordre de 235,62mg/g.

Nos résultats, semblent en tout cas, être comparables avec les données du codex alimentarius (1992) qui donne des IS pour l'huile de soja de 187 à 192mg/g et pour l'huile de tournesol de 188 à 194 (Elio est un mélange de deux huiles : 20% tournesol et 80 % soja).

Chaib (2013) a obtenu un indice de saponification pour l'huile ELIO « non utilisée » de 76.44 mg/g et pour l'huile huile usée (de friture) 253.86 mg/g.

Ainsi nos résultats montrent que l'huile de friture du 4^{ème} restaurant contient plus d'acides gras à longue chaîne carbonée que les huiles du 2^{ème} et 3^{ème} restaurants. L'huile de friture du 1^{er} restaurant semble contenir moins d'acides gras à longue chaîne.

1.3 Indice de peroxyde (IP)

Les résultats obtenus ne reflètent pas le véritable indice de peroxydes, il s'agit d'une variation de cet indice, Ces résultats sont représenté par la figure 5.

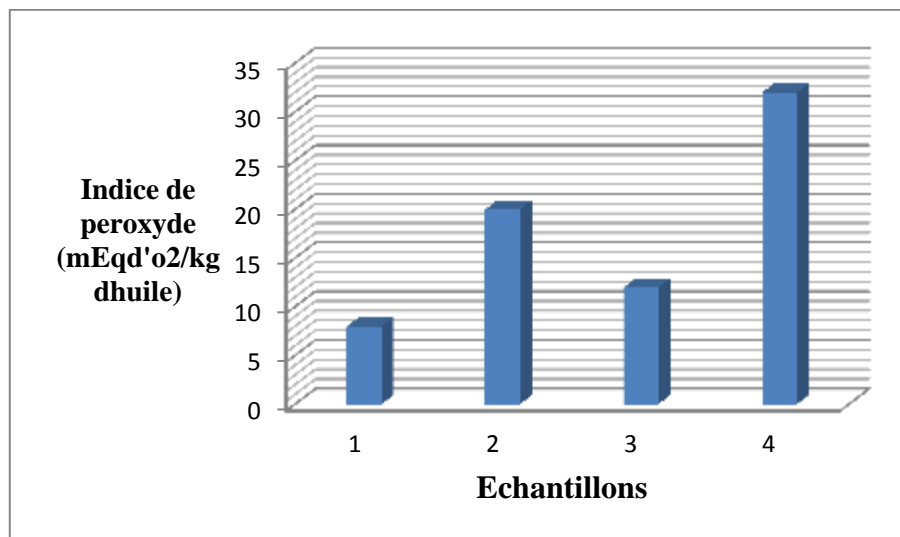


Figure 5. Les indices de peroxyde des échantillons analysés.

Les peroxydes sont les produits issus de la phase d'initiation de la réaction d'oxydation des acides gras insaturés (Cheftel, 1995). À partir de là, nous pouvons conclure que l'oxydation est plus poussée dans l'huile de friture issue du restaurant 4 (32még d'O₂/Kg) ; suivie de l'huile issue du restaurant 2 avec 20még d'O₂/Kg d'huile. Les huiles issues des restaurants 1 et 3 présentent des indices de peroxydes plus faibles de l'ordre de 8 et 12 mégd'O₂/Kg respectivement.

Selon le Codex Alimentarius, L'indice de peroxyde d'une huile ne doit pas dépasser les 10 még d'O₂/kg d'huile. Etant donné que nos huiles sont usées (de friture), l'huile du restaurant 1 semble avoir un IP très satisfaisant de 8 még d'O₂/kg d'huile. Les IP correspondants aux échantillons 2 et 3, 4 sont respectivement 20 et 12 ,32 még d'O₂/kg d'huile : ces huiles ont subis une détérioration oxydative (première phase conduisant aux peroxydes).

Ce phénomène chimique est dû à la succession dans le temps de différentes réactions chimiques conduisant à plusieurs familles de produits réactionnels et finaux irréversibles et alternatifs. En effet, cet indice dépend aussi des conditions de stockage (fermeture des bouteilles contenant l'huile après utilisation par exemple). L'attaque des huiles par l'oxygène atmosphérique conduit à des dégradations organoleptiques et fonctionnelles

affectant directement la qualité des huiles. L'odeur de rance et la couleur foncé de l'huile 4 traduit cette valeur élevée de l'IP.

1.4 Indice d'iode

Les résultats de l'indice d'iode, en gramme d'iode par 100 g d'huile, des quatre huiles de friture, sont illustrés par la figure 6 :

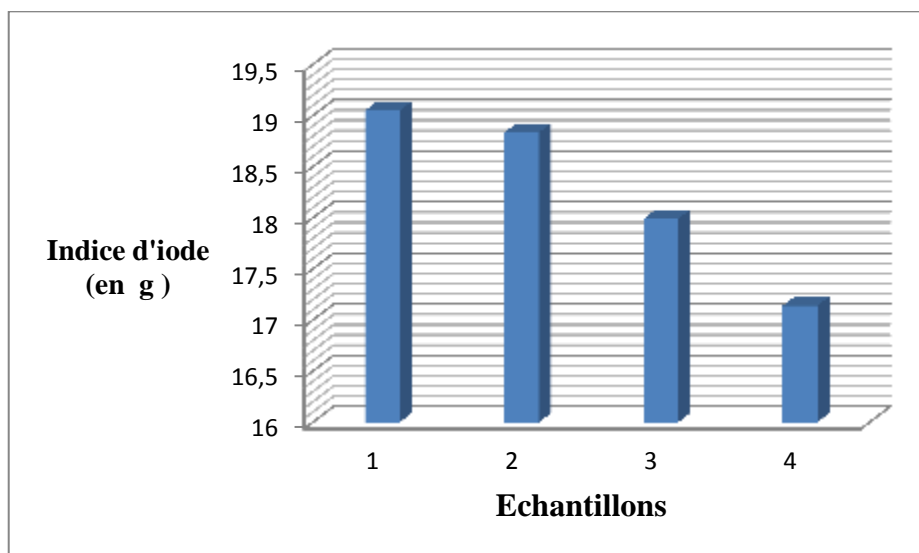


Figure 6. Les indices d'iodes des échantillons analysés.

On Remarque que les résultats obtenus montrent que les 4 échantillons d'huile de friture ont des indices d'iode très proche : l'huile de friture issue du restaurant 4 représente l'indice d'iode le plus bas avec $17,14 \pm 0,29$ g /100g de matière grasse ; l'huile de friture issue du 1^{er} restaurant présente l'indice d'iode le plus élevé de l'ordre de 19,05g/100g. Les autres huiles ont présenté des indices intermédiaires.

L'indice d'iode reflète le degré d'insaturation des lipides. L'huile de friture 1 semble contenir plus d'acides gras insaturés que les autres. Puisque il s'agit de la même huile de départ (Elio), cette diminution peut être due à une oxydation des lipides argumentée par l'indice de peroxyde élevé pour l'huile de friture 4 (Alais et Linden, 1997).

Nos résultats semblent être très loin de ceux obtenus par Boublenza (2011) de l'ordre de 86 g /100g. Ils sont inférieurs aussi comparativement aux normes du Codex Alimentarius (I.I = 122-129) et aux normes européenne (max 120).

Ces faibles valeurs des indices d'iode peuvent s'expliquer principalement par l'origine de l'huile : l'huile utilisée étant une huile à 80% Soja et 20% Tournesol donc des huiles

contenant moins d'acides gras insaturés comparativement à l'huile d'olive (donnée par le codex alimentarius).

1.5 Dosage de composé polaires

Les teneurs en composés polaires des quatre échantillons d'huile de friture, en gramme, sont données dans la figure 7 :

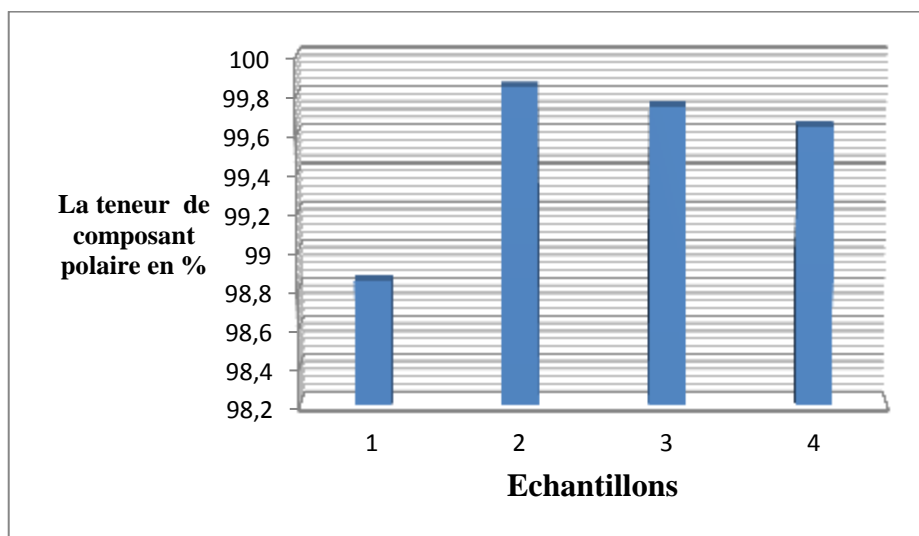


Figure 7. La teneur des composants polaires des échantillons analysés.

Les résultats des taux des composés polaires de nos échantillons d'huile, montrent que toutes les huiles de friture contiennent des taux très élevés (minimum 98,84%).

Nos résultats dépassent les normes qui fixent un seuil maximal de 25% (Norme française, le décret 2008-184 du 26 février 2008).

Les huiles non usagées ont une teneur initiale en composés polaires d'environ 7,5 % permet de satisfaire à la teneur limite de 25 % en composés polaires après chauffage. On ne sait pas la teneur de notre huile (non usagée). Toute huile dépassant ce taux semble être impropre à la consommation humaine. Une teneur en composés polaires inférieure à 25% après chauffage est de nature à protéger la sécurité sanitaire du consommateur et le respect de bonnes pratiques d'utilisation des huiles en friture est de nature à limiter l'apparition de composés chimiques indésirables.

Au cours d'une opération de cuisson par friture, des altérations chimiques de l'huile entraînent la formation d'un nombre considérable de produits. D'un point de vue chimique, les composés polaires regroupent une grande partie des composés de dégradation : les

acides gras libres, les mono et di-glycérides, les dimères et trimères de triglycérides (appelés polymères de triglycérides), ainsi que d'autres substances polaires oxydées (acides gras oxydés, triglycérides oxydés, etc.).

1.6 Indice de réfraction

Les valeurs des indices de réfraction des quatre échantillons d'huile de friture, sont représenté par la figure 8.

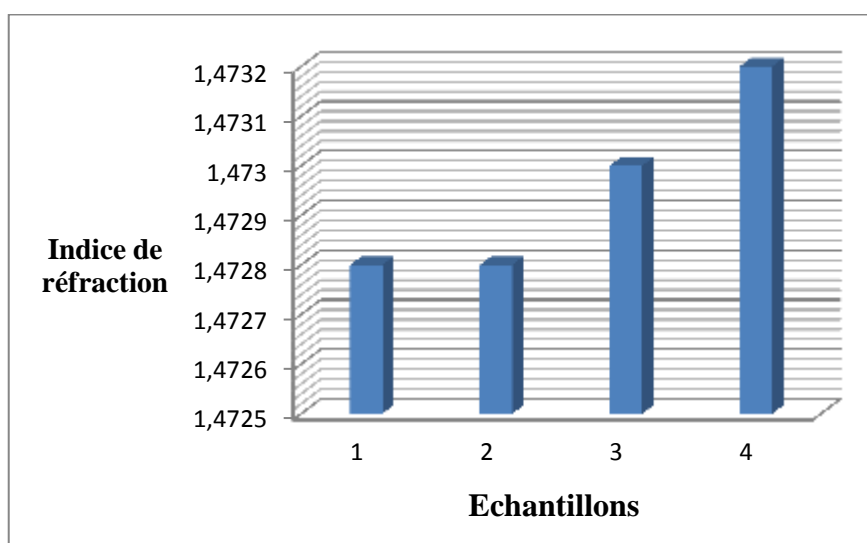


Figure 8. Les indices de réfractions des échantillons analysés

D'après les résultats (tableau 11), les IR varient de 1.472 à 1.473. Cela permet de classer nos échantillons d'huile de friture en huiles semi-siccatives ($1,470 < IR < 1,478$).

Ces valeurs sont respectées par les normes, des huiles alimentaires, énoncées par le codex alimentarius (1992) de l'ordre de (1.468-1.490).

On remarque que l'indice de réfraction est plus élevé pour l'huile 4, ce qui peut être traduit par le fait de la présence d'impuretés (polymères). L'indice de réfraction (IR) représente un critère de pureté de l'huile. Il dépend de la composition chimique des huiles et de la température. Généralement, l'indice augmente avec l'insaturation ou la présence de produits secondaires (Karleskind, 1992).

CONCLUSION

Conclusion

L'objectif de notre étude est de voir si les huiles de friture, utilisées pour la préparation des frites, utilisées dans quatre (4) restaurants de la ville de Laghouat, sont des huiles de bonne qualité alimentaires et qu'elles ne présentent pas des risques pour la santé du consommateur.

La qualité d'une huile dépend essentiellement de sa composition chimique. Cependant, suivant les conditions de fabrication et de conservation mais aussi d'utilisation, les divers éléments constitutifs de l'huile peuvent subir des modifications plus ou moins importantes pouvant porter préjudice à la qualité de l'huile et aussi ses utilisations.

Les huiles de friture doivent être d'une certaine qualité et ne doivent être utilisées si elles sont déjà altérées (suite à de nombreuses opérations de friture). Les produits issus des différentes réactions d'altération, notamment les peroxydes, semblent être très nocifs pour la santé.

Le contrôle analytique de nos échantillons d'huile de friture était basé sur la détermination de quelques indices chimiques et physiques (indices d'iode, de peroxydes, d'acides, indice de saponification et de réfraction) ainsi que le dosage des composés polaires.

Les résultats obtenus, montrent que :

- L'huile de friture issue du restaurant 1 semble être d'une très bonne qualité, tout les indices (IA = 0.38, IP = 8, II= 19.05) ont montré que cette huile n'est pas altérée et ne peut en aucun cas présenter un risque pour le consommateur.
- L'huile de friture du restaurant 4, semble être très altérée (IP= 32, IA =0.49) et peut présenter un risque pour les consommateurs, surtout comme nos prélèvements ont été pris le matin après quelques fritures seulement « d'après le propriétaire ». On suppose que à la fin de la journée, les frites servies dans ce restaurant est un véritable poison.
- Les huiles des restaurants 2 et 3 semblent être très proches et présentent des qualités intermédiaires comparativement aux 2 précédentes.

A l'issue de ces résultats, nous constatons que l'huile du 1^{er} restaurant semble être la meilleure et ne présente aucun danger pour les Consommateur. Alors que l'huile du 4^{ème} restaurant est très altérée et présente un risque pour le consommateur.

On peut dire pour tous les restaurant pour éviter les altérations et reste l'huile de friture a bonne qualité, il faut changer l'huile après la troisième friture au max et ne dépasse pas la température de friture 174 c° d'un autre part respect les conditions de stockage.

L'examen de ces résultats fait comprendre que des efforts doivent être renouvelés pour le contrôle de la qualité des huiles de friture des restaurants

RÉFÉRENCES

BIBLIOGRAPHIQUES

Référence bibliographiques

1. **Alais C.**, (2004). Biochimie alimentaire. 5ème édition. Bunod. Paris 250p.
2. **Alais C., Linden G.**, (1997). Lipides, vitamines in Abrégé de biochimie alimentaire. Ed. Masson, Paris ,70-112p.
3. **Andreo A.I., Doval M.M., Romero A.M., Judis M.A.**, (2003). Influence of heating time and oxygen availability on lipid oxidation in meat emulsion. Journal of lipid technology (105) : 207-213.
4. **Assis J. R., Dos Santos Freitas L.**, (2007). Flores Perez V., Dariva C., de Oliveira A.P., de Oliveira J .V., Bastos Caramao E. The use of ultrasound in the extraction of Ilex paraguariensis leaves:A comparison with maceration. Ultrasonics Sonochemistry, 1(14) : 6-12.
5. **Augustin J., Gail I., Marouzek, W. E. A. et Swanson, B. G.** (1981). Retention of some water-soluble vitamins during home preparation of commercially frozen potato products. Journal of Food Science, 46 : 1697 - 1700.
6. **Baumann, B. & Escher, F.** (1995). Mass and heat transfer during deep-fat frying of potato slices. I. Rate of drying and oil uptake. Lebensmittel-Wissenschaft and technologie, 28 : 395 - 403.
7. **Benatti P., Peluso G., Nicolai R., Calvani M.**, (2004). Polyunsaturated fatty acids:Biochemical, nutritional and epigenetic properties. Journal of the American College of Nutrition (23) : 281-302.
8. **Benseghier K et Khamed O.**, (2014). Huiles Alimentaire de graines Pinus pinea Extraction et Caractérisation physique-chimique, Master, Univ. Ouargla 6-97p.
9. **Blumenthal MM.**, (1997). The science and technology of frying. Food Technology International, 69-70p.
10. **Bockisch M.**, (1993). FATS and oils Handbook. AOCS press. Illinois, États-Unis. 838 p.
11. **Bohuon P., Broyart B. et Trystram G.**, (2006) Chapitre 4. Création et transformation de solides alimentaires. In: Mise en oeuvre des matières agroalimentaires (Colonna, P. et Della Valle, G., eds.), Lavoisier, Paris, 169 – 229 p.
12. **Bouhadjra, K.**, (2011). Etude de l'effet des antioxydants naturels et de synthèse sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge. mémoire de magister, université Tiziouzou 6-114 p.

13. **Bouquelet. S.**, (2008) . La matière grasse alimentaire », université des sciences et technologie –LILLE1 6-115p,
14. **Brimberg U.I et Eildin K.A.**, (2003). On the kinetics of autoxidation of fats : influence of pro-oxidants, antioxidants and synergists. Journal of lipid technology :83 91.
15. **Charles, A. et Den G.** (1997). Abrégé de Biochimie alimentaire. 4eme Edition : Masson, Paris, 225-232.
16. **Chazan J.B., Chone e., Denise J., Entress B., Karleskind A., Klere J., Marcou L., Mordret F., Naudet H., Parmentier J., Rocquelin G., Ucciani E., Vermeersch G., Wolf J.P. et Zwobada F.**, (1992) ; Manuel des corps gras : Tome 1 ; Ed. Tech et Doc. Paris, 787 p.
17. **Chaib F.,Khenfer A.**,(2013) .Synthèse de biodiesel par la transestérification des huiles commercialisées, Mastre ,univ ouregla,4-40 p.
18. **Cheftel J.C.**, (1980). Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments Paris,Tome 1 et 2.
19. **Cheftel, J.**, (1995) .Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments ; 2^{ème} édition Tec et Doc. ; Paris. 2—p.
20. **Chekroun N.**,(2013). Détermination de la capacité antioxydante des huiles végétales : Huile Afia. Memoire du Master en Chimie p 6-72.
21. **Chimi H.**, (2005). Conservations comparées de l'huile d'argan et de l'huile d'olive.Cahiers Agricultures 51 (14) : 467-471.
22. **Chriqi A., Balouk A., Houjjaji A., Adnan A., Bacha L. et Addebbous R.**, (2003). L'huile d'argan un produit de terroir : Quelle stratégie pour sa valorisation? Terre et vie. 70: 1-5.
23. **Codex Alimentarius .**, (1992)..Fats, Oils and related products (8).
24. **Codex Alimentarius.**, (1999). Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires. 2e Ed. Commission du codex alimentarius. codex@fao.org.
25. **Cornet P., Masseboeuf N.**,(2006). Le guide de l'alimentation équilibrée. Issy-les Moulinaux: Vidal,. 319 p.
26. **Costes M.**, (2002): Les marchés mondiaux. Revue Ingénieurs de la vie 458 :77-110.
27. **Crouzet J.**, (1998). Arômes alimentaires, Technique de l'ingénieur :8.

28. **Dana D.; Saguy I. S.,** (2001). Frying of Nutritious Foods: Obstacles and Feasibility. Food Sci. Technol. Res., 7, (4), 265-279.
29. **Denise J.** (1983). Le raffinage des corps gras. Ed. Westhoek, Paris, 531-550 p.
30. **Denise J.,** (1992). Raffinage des corps gras. Ed. westhock, effrois, Paris, 336-410p.
31. **Dieffenbacher A., Buxtorf U., Derungs R., Friedli R., Grob K., Zurcher K.** (2000). Manuel Suisse des denrées alimentaires: graisses comestibles, huiles comestibles et graisses émulsionnées. Ed. MSDA. Suisse, 1-249 p.
32. **Djom J. H.,** (1993). Suivi de la palmisterie du processus de fabrication de l'huile de palme et controle de qualite des produits finis. Memoire de fin d'etude. ENSIAAAC .Universite de Ngaoundere, 52 P.
33. **Dobarganes C.,** (2007). Formation and analysis of high molecular-weight compounds in frying fats and oils. OCL, 1(5) : 41-47.
34. **Elustondo, M. P., Pelegrina, A. H. et Urbicain, M. J.,** (1996). A Model for the Dehydration Rate of Onions. Journal of Food Engineering, 29 : 375 - 386.
35. **Evans J. C., Kodali D. R., Addis P. B.,** (2002). Optimal tocopherol concentrations to inhibit soybean oil oxidation. Journal of the American Oil Chemists Society (79), 47-51.
36. **Eymard S.,** (2003). Mise en évidence et suivi de l'oxydation des lipides au cours de la conservation et de la transformation du chinchard (*Trachurus trachuru*) : choix des procédés. Thèse doctoral, école polytechnique de l'université de Nantes, France, 217 P.
37. **FAO/OMS,** (1993). Les graisses et huiles dans la nutrition humaine : Rapport d'une commission mixte d'experts, Romme.
38. **Faur L.,** (1989). Influence des traitements de Raffinage et de transformation sur la qualité et la stabilité des corps gras. Rev. Fr. des corps gras, , 3(36) : 170-180 .
39. **Fediol L.,** (2006). Influence des traitements de Raffinage et de transformation sur la qualité et la stabilité des corps gras. Rev. Fr. des corps gras3(36) : 155-170.
40. **François. R ,** (1974). Généralités, huilerie in les industries des corps gras. Ed Tec et Doc, Lavoisier, 32-192p .
41. **Frankel E. N.,** (1984). Lipid oxidation: Mechanisms, products and biological significance. J. Am. Oil Chem. Soc, 61, (12), 1908-1917.
42. **Frankel E.N.,** (1998). Antioxidants in lipids and their impact on the food quality. 1996. Food chemistry 57:51-55.

43. **Frenot M et Vierling E.**, (2001) Biochimie des aliments. Diététique du sujet bien portant. Ed : Doin éditeurs, centre régional de documentation pédagogique d'Aquitaine. Bordeaux. 297P.
44. **Fullbrook P.D.**, (1993). The use of enzymes in the processing of oil seeds .J.A.O.C.S. 2(60) : 476-479.
45. **Gagnaut J C., Bitdet D., Gaillard M., Perronnet J.**, (1989). Stérols et Stéroïdes, Partie, Paris : 11-35.
46. **Ganzler K., Ganzler A., Salgo K., Valko L.**, (1986). Microwave extraction, a novel sample preparation method for chromatography J. Chromatogr 371 : 299–306.
47. **Genot C., Meynier A., Riaublanc A., Chobert J.M.**, (2003). Protein alterations due to lipid oxidation in multiphase systems : lipid oxidation pathways :265 292.
48. **Graille J.** (1998). Réactions chimiques induites par la friture. OCL 1 (5) : 36-40.
49. **Granda C., et Moreira, R.G.**, (2005). Kinetics of acrylamide formation during traditional and vacuum frying of potato chips. Journal of Food Process Engineering, 28 : 478 – 493.
50. **Hamadou F. et Arouche L.**, (1995). Les essais de régénération des huiles des friture a l'aide d'absorbants.
51. **Judde A.**, (2004). Prévention de l'oxydation des acides gras dans un produit cosmétique :Mécanismes , conséquences , moyens de mesure, quels antioxydants pour quelles applications : 11.
52. **Judde A., Villeneuve P.**, (2003). Antioxidant effect of soy lecithins on vegetable oil stability and their synergism with tocopherols.JAOCS 11(80) : 11-14.
53. **Juliette C., Sabine H., Benoît D., Ludovic R., Carole D., Matthieu V., Sophie F., Dorothée V., Sébastien G.**, (2002). Les Corps Gras :Entre Tradition et Modernité. Ed. USTL, Lille, 6-111 p.
54. **Kahouli I.**, (2010). Effet antioxydant d'extraits de plantes (laurus nobilis L. rosmarinus officinalis, organum majorana, oléa europea l.) dans l'huile de canola chauffée. Thèse doctorat, université de Laval, Quebec, 111p.
55. **Karleskind A.**, (1992)Manuel des corps gras Tome II, Ed. Tec et doc. Paris, 1-1565p.
56. **Karleskind A.**, (1992). Propriétés des corps gras : Manuel des corps gras. Ed. Lavoisier, Paris, 12-131 P.

57. **Kiritsakis A.K. et Christie W.W.**, (2000). Analysis of Edible Oils. In: Handbook of Olive Oil – Analysis and Properties – An Aspen Publication, Aspen Publishers, Inc., Gaithersburg, Maryland, USA, 129-158 p.
58. **Kiritsakis, A.K.** (2002). Flavour components of olive oil—A review. *Journal of the American Oil Chemists' Society* 75(6): 673-681.
59. **Koïche M.**, (2001). Extraction de l'huile d'amande d'abricot par voie physique et biologique. Thèse de magister INA, El Harrach, Alger, 106 p.
60. **Lanoiselle J.L. et Bouvier J. M.**, (1994). Le pressage hydraulique des oléagineux, mise au point. *Rev Franc. Des corps gras*, 61-72 p.
61. **Laval J., Artmane B. et Bergot C.**, (1980). Effet des liquides oléagineux sur la croissance et la composition du congrès international sur la valeur biologique de l'huile d'olive. Edition Ghjania, Crète, Grèce, Sept, 8-12 p.
62. **Leskova, E., Kubikova, J., Kovacikova, E., Kosicka, M., Porubská, J. et Holcikova, K.** (2006). Vitamin losses: Retention during heat treatment and continual changes expressed by mathematical models. *Journal of Food Composition and Analysis* : 252 - 276.
63. **Ling D., Gennadios A., Hanna M. A. et Cuppett S. L.**, (1998). Quality evaluation of deep-fat fried onion rings. *Journal of Food Quality* 21 : 95 - 105.
64. **List, G. R., Wang, T., Shukla, V., K.S.**, (2005). Storage, handling, and transport of oils and fats. dans: *Edible Oil and Fats Products: Processing Technologies in Bailey's Industrial Oil and Fat Products 6th Edition*. Eds Shahidi, F, 191-229 p.
65. **Marc F., Davin A., Delgène B.L., Ferrand C., Baccaunaud M., Fritsch P.**, (2004). Méthodes d'évaluation du potentiel d'antioxydant dans les aliments. *Médecine/sciences* 20 :458-463.
66. **Marquez-Ruiz G.; Dobarganes M. C.**, (2007). Nutritional and Physiological Effects of Used Frying Oils and Fats. In *Deep Frying*, 2e Ed.; AOCS Press: Urbana, 173-203 p.
67. **Melton S.L., Jafar S., Sykes D., Tigriano M.K.**, (1994). Review of stability measurements for frying oils and fried food flavour. *J. Am. Oil Chem. Soc.* 71 : 1301-1308 .
68. **Meunier J.**, (2002). Marché des hybrides en Europe (Maisadour semences) : 55-66.
69. **Mordret F.**, (1971) .Thèse d'Université, Etude DE l'Insaponifiable de l'Huile de Tournesol, Paris 2-160p,

- 70. Moreira, R. G., Palau, J., Sweat, V. E. & Xiuzhi, S.,** (1995). Thermal and physical of tortilla chips as a function of frying time. *Journal of Food Processing and Preservation* : 175-189.
- 71. Mountasser A. et EL-Hadek M.,** 1999. Optimisation des facteurs influençant l'extraction de l'huile d'argan par une presse 3(6):273-281.
- 72. Naudet M., Soulier J et Farines M.,** (1992). Principaux constituants chimiques des corps gras. In : manuel des corps gras.1 Ed : techniques et documentation Londres Paris New York 65-113p.
- 73. Ndeye A. K.,** (2001). Etude de la composition chimique et de la qualité d'huiles végétales artisanales consommées aux SENEGAL. These pour l'obtention du grade de docteur en pharmacie,1-76 p.
- 74. Nesmey A ., Nesmey v.,** (1980). Fundamentals of organic chemistry; Mir Publishers, Moscow (4) : 52-78.
- 75. Njussa M.,** (1999). Etude des propriétés physico-chimiques des huiles végétales camerounaises. Mémoire de fin d'étude en vue de l'obtention du D.I.P.E.S.II, 50 P.
- 76. Obergholl H. M.** (1997). The use of enzymes in the extraction of olive oil. *Oléagineux, Corps Gras, Lipides* 1(4) :35-7.
- 77. Orthofer, F. T.; List, G. R.,** (2007).Initial Quality of Frying Oil. In *Deep Frying*, 2e ed.; AOCS Press: Urbana, 33-48p .
- 78. OIL WORD :** Production mondiale d'huiles et graisses, Cultures et Marchés 2005-2006
- 79. Paré J.R.J.,** (1992). Microwave assisted process for extraction and apparatus therefore. Ed. Brevet ,canadien, 205-390 p.
- 80. Pokorny J.,** (2003). Problèmes de stabilité des produits alimentaires liés à la présence des lipides. In *Lipides et Corps Gras Alimentaires*, Graille J (éd). Collection Sciences & Techniques Agroalimentaires, Editions Tec et Doc: Paris (France); 470p.
- 81. Pokorny, J.** (1999). Chapitre 4. Changes of nutrients at frying temperatures. In: *Frying of Food. Oxidation, Nutrient and Non-Nutrient Antioxydants, Biologically Active Compounds and High Temperatures* (Boskou, D. & Elmadfa, I., eds.), Technomic Publishing Company, Inc., Lancaster, 69 – 96p.
- 82. Psomiadou E., Tsimidou M.,** (2002). Stability of Olive Oil. 1. Autoxidation Studies. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* (50) : 716-721.

- 83. Quiles JL, Ramirez T ., Huertas JR., Mataix J.,** (2002). Role of vitamin E and phenolic compounds in the antioxidant capacity, measured by ESR, of virgin olive, olive and sunflower oils after frying. *Food Chemistry* (76) : 461-468.
- 84. Roseff SJ,** (2002) .Improvement in sperm quality and function with French maritime pinere bark extract. *The Journal of Reproductive Medicine* (47) : 821-824.
- 85. Saguy, I. S. & Pinthus, E. J.** (2001). Oil uptake during deep-fat frying : factors and mechanism. *Food Technology* 49 : 142 - 152.
- 86. Savoie, R.,** (2008). Etude multi - échelles de la séparation solide - liquide dans la trituration du lin oléagineux. thèse de doctorat, Université de Technologie de Compiègne, Compiègne, France, 242 p.
- 87. Singh, R. P.,** (1995). Heat and mass transfer in foods during deep-fat frying. *Food Technology*, 49 : 134 - 137.
- 88. Stryer L., Berg J., Tymoczko J.,** (2003). *Biochimie*. Paris 323p.
- 89. Sulaeman, A., Keeler, L., Giraud, D. W., Taylor, S. L. & Driskell, J. A.,** (2003). Changes in carotenoid, physicochemical and sensory values of deep-fried carrot chips during storage. *International Journal of Food Science and Technology* : 603 - 613.
- 90. Torezan G. A. P., Menezes H. C., Pallet D., Reynes M. & Bohuon P.,** (2006). Effect of the application of vacuum of colour development during the deep fat frying of apple chips. 15th international Drying Symposium :114-150.
- 91. Tremoleires J.,** (1984). *Manuel d'alimentation humaine*. Tome 1 : les bases d'alimentation Ed : E.S.F. Paris, 553 P.
- 92. Tremoleires R.,** (1980). *Manuel d'alimentation humaine*. Tome 1 : les bases d'alimentation Ed : E.S.F. Paris. 553 P.
- 93. Ufheil G. & Escher F.,** (1996). Dynamics of Oil Uptake during Deep-fat Frying of Potato Slices. *Lebensmittel Wissenschaft und Technologie*, 29 : 640 - 644.
- 94. Uzzan A.,** (1984). Propriétés et emploi des huiles et graisses. In «*Manuel d'alimentation humaine*» JACQUOT.R, et al. Tome 2, Edition : ESF, Paris, 226-230 p.
- 95. Uzzan A.,** (1992). Olive et huile d'olive. In *Manuel des corps gras*. Karleskind, A. Tome 1, Ed : Lavoisier, Paris, 221-228 p.

- 96. Vitrac O. & Raoult-Wack A. L.,** (2002). Chapitre 12. Produits de grignotage et produits frits. In: Technologies Transformation des fruits (Varoqueaux, P., ed.), Tec & Doc Lavoisier, Paris, 383 - 420 p.
- 97. Vitrac O.,** (2000). Caractérisation expérimentale et modélisation de l'opération de friture. In: Thèse de Doctorat en Génie des Procédés, Massy, 262 p.
- 98. Vitrac O., Trystram G. & Raoult-Wack A.-L.,** (1999). Deep-fat-frying of various food and gel systems. 2nd European Congress of Chemical Engineering (ECCE2), Montpellier :55-.98.
- 99. 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 : 111-124.
- 100. Weil JH.,** (1996). Biochimie générale, 7ème Ed , Paris, 239p.
- 101. Williams, M. A.,** (2005). Recovery of oils and fats from oilseeds and fatty materials. dans: Bailey's Industrial Oil and Fat Products : Processing Technologies. Eds Shahidi, F., John Wiley & Sons, Inc., 99-189 p.
- 102. Wolf J.P.,** (1992). Manuel d'analyse des corps gras. Ed Tec et Doc, Lavoisier, Paris, 552 p.
- 103. Wolff P.,** (1968) Manuel d'analyse des corps gras .Paris, Azoulay 517p.
- 104. Yaacoub R.,** (2009). impact nutritionnel et sanitaire de la torréfaction des fruits et graines oléagineux , Thèse doctorat , , agro paris tech 6-100p.

Site et Référence électronique :

- 1. Bouquelet S.,** (2008). Polysaccharides alimentaires Université des Sciences et Technologies de Lille [en ligne]. Disponible sur : http://biochim-agro.univ-lille1.fr/polysaccharides/co/Contenu_3_c.html (consulté 11.05.2016).
- 2. Wikipédia,** (2009) . Encyclopédie scientifique : www.wikipédia.com.
- 3. Labourt** (2005). pascal, <http://www.chirosystem.com>.

ANNEXES

Annexes

Réactifs

- Acide acétique ;
- Acide chlorhydrique
- Chloroforme ;
- Coton hydrophile ;
- Eau distille.
- Empois d'amidon (solution aqueuse à 1%) ;
- Ethanol à 95 % en volume ;
- Ether de pétrole ;
- Gel de silice ;
- Phénolphtaléine ;
- Réactif de Wijs ; solution de chlorure d'iode de concentration molaire 0.2N dans l'acide acétique ;
- Solution d'hydroxyde de potassium ;
- Solution de thiosulfate de sodium $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0.01N);
- Solution saturée d'iodure de potassium ;
- Toluène.

Matériel

- Agitateur en verre ou polytétrafluoroéthylène longueur 60 cm environ ;
- Bain marie.
- Balance électronique OHAUS d'une précision de 10^{-4} g.
- Ballon de 500 ml avec bouchon rodé adaptable ;
- Ballons à fond rond de 250 ml adaptables à l'évaporateur rotatif ;
- Bêchers de 100 ml ;
- bêchers équipés de bouchons ;
- Colonne en verre pour chromatographie : diamètre intérieur 21 mm, longueur 450 mm ;
- Etuve réglable entre 120 et 160 °C ;
- Evaporateur rotatif sous-vide ;

- pipette jaugée de 25 ml ;
- pipette jaugée de 10 ml ;
- Un barreau magnétique ;
- Un erlenmeyer de 250 mL ;
- Une burette de 10 mL ;
- Une éprouvette graduée de 100 mL ;
- Une éprouvette graduée de 25 mL ;
- Une éprouvette graduée de 5 mL ;
- Une plaque chauffante avec agitation .

عنوان المذكرة : : الجودة زيوت القلي الفيزياء والكيمياء لبعض مطاعم بمدينة الأغواط

اللقب: بجرة الاسم: فاطمة المؤطر: لوني سي ص.
ملخص:

يهدف هذا العمل إلى تحديد بعض المؤشرات الفيزيائية التي تعكس درجة التغيير الزيوت القلي المستعمل في بعض المطاعم بمدينة الأغواط . لهذا , امتثال الزيوت للمواصفات الدستور الغذائي يتطلب تحديد بعض الخصائص الفيزيائية (معامل الانكسار)والكيماوية (القيمة الحمضية، وقيمة البيروكسيد، رقم التصبن وقيمة اليود) و من اجل توسيع مراقباتنا نضيف تحليل فحص عنصر القطبي

من خلال دراسة الزيوت القلي لبعض المطاعم هناك زيت زمطعم 4 تغيير وضارة جدا لصحة على عكس الزيت مطعم 1 هو من نوعية جيدة في حين اثنين من الزيوت الأخرى يمثلون جودة متوسطة

كلمات مفتاحية : زيت ، القلي، مؤشر، التجوية، والأكسدة، مطعم

Memory title : Quality Frying Oils From Physics And Chemistry Of Some Of The City Of Restaurants Laghouat

Name : bedjera

First name : Fatma

Directed by : Lounici S.

Abstract:

This work aims to determine some physicochemical indices reflecting the degree of alteration of frying oils used in some restaurants of the city of Laghouat.

In the, Compliance oils has Alimentarus Codex standard requires the determination of some physical parameter (refractive index) and chemical (acid value, peroxide value, saponification value and iodine number) to broaden our control was added analyzes of polar component dosing ..

by the study of frying oils from some restaurants on restaurant oil finds that 4 is altered and very harmful to health by reports 1 restaurant oil is of good quality while the other two oils represent an intermediate quality

Keywords: oil, frying, index, weathering, oxidation, restaurant.

Titre du mémoire : La Qualité Des Huiles De Friture Physique Et Chimique De Quelques Restaurants De La Ville De Laghouat

Nom: Bedjera

Prénom: Fatma

Encadreur: Lounici S.

Résumé

Le présent travail vise la détermination de quelques indices physico-chimiques reflétant le degré d'altération des huiles de friture utilisées dans quelques restaurants de la ville de Laghouat.

Pour ce la , La conformité des huiles a la norme de codex alimentarus exige la détermination des certains paramètre physique (l'indice de réfraction) et chimique (indice d'acide, indice de peroxyde, indice de saponification et indice d'iode) pour élargir notre contrôle on a ajouté analyses de dosage de composant polaire..

par l'étude du huiles friture de quelque restaurants on constate huile de restaurant 4 qu'il est altérée et très nocifs pour la santé par rapporte huile de restaurant 1 est de bonne qualité alors que les deux autres huiles représentent une qualité intermédiaire

Mots clés : huile, friture, indice, altération, oxydation, restaurant.

Le résumé doit être rédigé en deux langues différentes au moins