جامعة محمد الصديق بن يحيى
كلية علوم الطبيعة و الحياة
المكتبة
رقم الجرد : 1305
cq.10/08

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

Université de JIJEL
Faculté des Sciences
Département de Biologie Cellulaire et Moléculaire

Mémoire de Fin d'Etudes en vue de L'Obtention du Diplôme d'Ingénieur d'Etat En Biologie

Option : Contrôle de Qualité et Analyses

Thème

Influence de la thermooxydation sur la qualité des huiles de friture.
Evaluation de leur toxicité et les bienfaits des alicaments

Membres de jury :
Président : *Dr Lahouel M*
Examinatrice : *Mme Boutalba N*
Encadreur : *Dr Idoui T*

Réalisé Par :
Ayad Ryma
Khelaifia Amina
Mellit Zineb

Dr. LAHOUEL

Promotion 2008

Remercients

Au nom du dieu, le bienfaiteur très miséricordieux :
En premier lieu, nous remercions DIEU tout puissant de nous avoir donné courage, force et patience pour réaliser ce travail.

Nous tenons à exprimer notre gratitude et nos remerciements au:

***Dr Idoui T** qui nous a encadré avec une disponibilité et une bonne humeur sans faille, en mobilisant tous les moyens possibles pour la réalisation de ce travail.*

*Membres du jury **Dr Lahouel M** et **Mme Boutalba N** de l'honneur qu'ils nous ont fait d'accepter de juger ce modeste travail.*

*Un très grand merci à **Dr Aissani M** médecin spécialiste en anatomie pathologique pour leur grand aide dans l'aboutissement de ce travail.*

*Un très grand merci à **Mr Bouzennoune H** ingénieur d'etat en informatique pour leur grand aide dans l'aboutissement de ce travail.*

*Nous apprécions très vivement l'aide de **Mr Djalit.A** chef de service à l'hôpital de Jijel pour son aide technique.*

Toutes nos gratitudes aux enseignants de la faculté des sciences de la vie et de la nature qui ont engagé à nous enseigner pendant les cinq ans.

Enfin nous exprimons toutes nos gratitudes à tous ce qui ont contribué à l'élaboration de ce mémoire de fin d'études, la liste en serait longue et risquerait d'être incomplète, mais ils se reconnaîtront ; qu'ils trouvent ici toutes nos reconnaissances pour leurs conseils avisés.

Sommaire

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE 02

I: Etude bibliographique

Chapitre I : Les huiles végétales.

I.1. Introduction 06
I.2. Historique 06
I.3. Définition 06
I.4. Procédé d'extraction des huiles 06
I.4.1. Nettoyage 06
I.4.2. Décorticage 07
I.4.3. Broyage et aplatissage 07
I.4.4. La cuisson 07
I.4.5. Pression 07
I.4.6. L'extraction 07
I.4.7. Le raffinage 07
1. Démucilagination 08
2. Neutralisation 08
3. Lavage 08
4. Séchage 08
5. Décoloration 08
6. Décirage 08
7. Désodorisation 09
I.5. Composition des huiles 09
I.5.1. composition en acides gras 09
1. les acides gras saturés 09
2. les acides gras monoinsaturés 09
3. les acides gras polyinsaturés 09
I.5.2. les vitamines 09
I.5.3. Les phytostérols 09
I.5.4. Les Composés phénoliques 09
I .5.5. Les Caroténoïdes 12
I.6. Classification 12
I.6.1.Par catégorie d'acides gras 12
1. Les huiles oléiques 12
2. Les huiles linoléiques 12
3. les huiles α-linolénique 12
I.6.2-Selon leur utilisation 12
1. Huile végétale pour friture et assaisonnement 12
2. Huile végétale pour assaisonnement 12
I.7.Techniques de modification des huiles 12
I.7. 1. L'hydrogénation 12

I.7.2. Le fractionnement....12
I.7.3. L'interestérification....12
I.8. Les huiles végétales, sources indispensables de nutriments variés....13
I.9. Rôle des huiles dans la technologie alimentaire....13
I.9.1. Agents de transfert de chaleur....13
I.9.2. Aide technologique....13
I.9.3. Rôle de barrière à l'humidité, à l'air et perte d'arôme....13
I.9.4. Protection contre les attaques microbiennes....13

Chapitre II : l'altération thermo-oxydative des huiles végétales

II.1. Introduction....15
II.2. Friture....15
II.2.1. Définition....15
II.2.2. Principe de base....15
II.3.Types de friture....15
II-3-1-Friture plate....15
II-3-2-Friture profonde....15
II.4. Les modifications entraînées par les traitements thermiques....16
II.4.1. réaction d'oxydation....16
II.4.1.1. Définition....16
II.4.1.2. Mécanisme général de l'oxydation....16
II.4.2. réaction de polymérisation....16
II.4.3. réaction d'hydrolyse....16
II.5. Les facteurs influant le processus de friture....17
II.6. Causes et conséquences d'altération des huiles de friture....17
II.7. Choix d'huile de friture....17
II.8. Gestion des huiles de friture....18
II.8.1. Evaluation de la qualité des huiles de friture....18
II.8.2. Réduction du niveau de dégradation des huiles de friture....18

Chapitre III : les huiles végétales et la santé

III.1. Introduction....20
III.2. Métabolisme des lipides....20
III.2.1. Digestion et absorption des lipides....20
III.2.2. Digestion et absorption du cholestérol....21
III.2.3. Synthèse et sécrétion des lipoprotéines....21
III.3. Les effets bénéfiques des AGPI....22
III.4. Les effets physiopathologiques des produits de dégradation des huiles de friture....23
III.4.1. L'effet des monomères cycliques....23
III.4.2. L'effet des acides gras trans....23
III.4.3. Effet sur le foie et le rein....23
III.4.4. Effet sur la mortalité....23

II. Etude expérimentale

II. Matériel et méthodes

II.1.Matériel 27
II.1.1. Les huiles végétales 27
II.1.2. Pommes de terre 27
II.1.3.Animaux 27
II.1.4. Aliment 27
II.1.5. Souches Bactériennes 28
II.1.6. Lait fermenté 28
II.1.7. Appareillage 28
II.1.8.Réactifs et produits chimiques 28
II.2.Méthodes
II.2.1. Echantillonnage et prélèvement des échantillons 29
II.2.2.Traitement des huiles par la chaleur ou thermo-oxydation 29
II.2.3. La préparation du lait fermenté 30
II.2.4.Contrôle physico-chimique des huiles 31
II.2.4.1. Indice de peroxyde 31
II.2.4.2. Indice d'acide 31
II.2.4.3. Indice d'iode 31
II.2.4.5. Indice de saponification 31
II.2.4.6. pH 32
II.2.4.7. Humidité 32
II.2.4.8. Densité 33
II.2.4.9. Détermination du point de fusion et de solidification 33
II.2.4.10. Détermination du point de fumée 33
II.2.5. Détermination de la composition en acides gras par GC-MS 33
II.2.6. Etude de la toxicité des huiles thérmooxydées (*in vivo*) 34
II.2.6.1. Régime alimentaire et répartition des lots 34
II.2.6.2.Paramètres évalués et coupes histologiques 35
a. Mesures pondérales 35
b. Les paramètres lipido – plasmatiques 35
c. Coupes histologiques 36

III. Résultats et Discussion

III.1.Contrôle physicochimique des huiles fraîches 39
III.2. Résultats d'analyse par GC-MS 40
III.3.Contrôle physicochimique d'huile au cours de la thermooxydation 43
III.3.1. Indice de peroxyde 43
III.3.2.Indice d'acide 44
III.3.3.Indice de saponification 45
III.3.4.Indice d'iode 47
III.3.5.Densité 48
III.3.6.Humidité 49

III.3.7.Influence de la thermooxydation sur la couleur.....50
III.4. Physicochimie des échantillons collectés auprès des restaurateurs.....51
III.5.Détermination de la composition en acides gras après thermooxydation en absence et en présence d'aliment (CPG).....52
III.6. Toxicité des huiles de friture et rôle des laits fermentés : Etude menée *in vivo*.....55
III.6.1. Effet de l'apport de l'huile thermooxydée sur le comportement des souris.....55
III.6.2.Effet sur le poids des organes.....55
III.6.3. Le gain de poids.....57
III.6.4. Effet sur l'indice hépato-somatique.....57
a. En période d'apport de l'huile thermooxydée.....57
b. En période d'apport de lait fermenté.....58
III.6.5. Effet de l'alimentation lactofermentée sur le comportement des souris.....60
III.6.6.Etude de la variation du taux des lipides sériques.....60
III.6.7.Etude histologique.....62
a. Tissu hépatique des souris témoins.....62
b. Tissu hépatique des souris traitées.....62

CONCLUSION GENERALE.....67

Références bibliographiques
Annexe

LISTE DES ABREVIATION

AGS : Acides gras saturés

CPG : Chromatographie en phase gazeuse

E : Echantillon

F : Friture

GC-MS : Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse

H : Huile de la 30ème friture

H0: Huile fraîche

R : Huile de restauration

T : Témoin

TGO: Glutamate oxaloacétate transaminase

TGP : Glutamate pyruvate transaminase

LISTE DES TABLEAUX

Tableau.1. La composition en acides gras des principales huiles végétales (en % du total des acides gras **(Withney et Rolfes, 1993)** 9

Tableau .2. Les principaux produits de dégradation des huiles de friture et leurs effets physiopathologiques après leur ingestion **(Boutella et *al.*, 2000)** 24

Tableau .3. La composition de la pomme de terre blanche 27

Tableau.4. Caractéristique de l'appareillage et barème 34

Tableau .5. Les caractéristiques physicochimiques des quatre huiles 39

Tableau .6. La composition en acides gras des quatre huiles 40

Tableau .7. Évolution de l'indice de peroxyde en fonction du temps de chauffage et du nombre de friture 43

Tableau .8. Évolution de l'indice d'acide en fonction du temps de chauffage et du nombre de friture 45

Tableau .9. Évolution de l'indice de saponification en fonction du temps de chauffage et du nombre de fritures 46

Tableau .10. Évolution de l'indice d'iode en fonction du temps de chauffage et du nombre de friture 47

Tableau .11. Évolution de la densité en fonction du temps de chauffage et fonction du nombre de fritures 48

Tableau .12. Diminution de l'humidité en fonction du temps de chauffage et du nombre de fritures 50

Tableau .13. Résultats du contrôle physicochimique et estimation du nombre de fritures des échantillons collectés auprès des restaurateurs 52

Tableau .14. Variation de la composition en acides gras au cours de la friture 52

Tableau 15. Effet des huiles thermooxydées sur le poids des organes 56

Tableau.16. Le gain de poids au cours de la période d'apport de l'huile thermooxydée 57

Tableau .17. Variation de l'indice hépatosomatique au cours de la période d'apport de l'huile thermooxydée 58

Tableau. 18. Variation de l'IHS au cours de la période d'apport de lait fermenté 59

Tableau.19. La variation des concentrations des lipides sériques au cours des deux étapes de traitement 61

LISTE DES FIGURES

Figure .1. Schéma d'obtention des huiles végétales alimentaire raffinées 11

Figure .2. organigrame de la conduite expérimentale de la friture 30

Figure .3. Chromatogramme des acides gras de l'huile de safia 41

Figure .4. Chromatogramme des acides gras de l'huile de safinor.....42

Figure .5. Chromatogramme des acides gras de l'huile de Elio 42

Figure .6. Chromatogramme des acides gras de l'huile de Bonal 43

Figure .7. Evolution de l'indice de peroxyde en fonction du temps de chauffage.....44

Figure .8. Evolution de l'indice de peroxyde en fonction de nombre de friture 44

Figure .9. Evolution de l'indice d'acide en fonction du temps de chauffage.....45

Figure .10. Evolution de l'indice d'acide en fonction de nombre de friture 45

Figure .11. Evolution de l'indice de saponification en fonction du temps de chauffage 46

Figure .12. Evolution de l'indice de saponification en fonction de nombre de friture 46

Figure .13. Evolution de l'indice d'iode en fonction du temps de chauffage.....48

Figure .14. Evolution de l'iode en fonction en fonction de nombre de friture.....48

Figure .15. Evolution de la densité en fonction du temps de chauffage 49

Figure .16. Evolution de la densité en fonction de nombre de friture.....49

Figure .17. Diminution de l'humidité en fonction du temps de chauffage 50

Figure .18. Diminution de l'humidité en fonction de nombre de friture.....50

Figure .19. Chromatogramme des acides gras de l'huile de la 15^{éme}friture.....53

Figure .20. Chromatogramme des acides gras de l'huile de la 30^{éme}friture.....53

Figure .21. Chromatogramme des acides gras de l'huile de restauration **(E 2)**.....54

Figure .22. Gain de poids au cours de la période d'apport de l'huile thermooxydée 57

Figure.23. Variation de l'indice hépatosomatique au cours de la période d'apport de l'huile thermooxydée 58

Figure .24. Variation de l'indice hépatosomatique au cours de la période d'apport de lait fermenté.....59

LISTE DES PHOTOS

Photo.1. La répartition des lots 35

Photo.2. Technique de prélèvement du sang.....35

Photo.3. La fixation du foie sur les lames 37

Photo.4. Évolution de la couleur en fonction de temps de chauffage 51

Photo.5. Évolution de la couleur en fonction de nombre de friture 51

Photo.6. Perte de poils chez les souris des lots expérimentaux.....55

Photo.7. Disparition des séquelles de toxicité après l'apport de lait fermenté.....60

Photo.8. Aspect histologique de foie de souris male témoin (x 40).....62

Photo.9a.9b et 9c. Aspect histologique de foie des souris males traitées Lot H (x100).....64

Photo.10a.10b. Aspect histologique de foie des souris males traitées du lot R (x100).....65

Introduction Générale

Introduction générale

Depuis le tournant de siècle, les huiles végétales ont progressivement remplacés les huiles animales comme sources principales de graisse alimentaire. En fait, les huiles végétales comptent pour plus de 70% de la population de graisses alimentaires dans le monde **(Anonyme, 1998).**

La production mondiale d'huile est directement liée au comportement en production de sept principales cultures oléagineuses (soja, colza, tournesol, arachide, coton, coprah et palmiste). En effet la quasi-totalité de la récolte mondiale de ces graines est broyée pour obtenir des huiles et matières grasses destinées à l'alimentation humaine ou à des usages industriels ainsi que des tourteaux et des farines entrant dans la composition des aliments de bétail **(Meunier ,2002)**.

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)**.

En Algérie, l'utilisation de l'huile alimentaire dans la consommation des ménages a connu une évolution considérable notamment à partir de la seconde moitié des années 1980, période durant la quelle l'industrialisation a modifié profondément le modèle de consommation de la population **(Boukella ,1992)** .

En introduisant l'huile dans sa consommation courante, l'homme venait de franchir un pas décisif dans son évolution. Il venait de passer du stade des produits de chasse grillés à l'introduction des plats cuisinés tout en découvrant que la richesse de l'huile ne s'arrêtait pas uniquement à la saveur agréable et la facilité qu'elle prodiguait mais son importance lipidique et son rôle nutritionnel la font grimper au rang de produit de première nécessité qui est liée beaucoup plus à leur apport énergétique (9 cal/g), à leurs acides gras essentiels et vitamines liposolubles. Les huiles jouent un rôle organoleptique par leur contribution à la texture et à la sapidité des aliments ainsi que par leurs emplois culinaires **(Boukella ,1992)** .

Dans le cas du chauffage des huiles, les phénomènes oxydatifs mettent en jeu des réactions complexes, qui associent une dégradation oxydative (autooxydation) et une dégradation thermique. Ces réactions ont des effets sur les caractéristiques fonctionnelles, nutritionnelles et organoleptiques de l'huile, et peuvent aboutir à la formation des composés qui ont des effets nocifs sur la santé **(Chimi et *al.*, 1990)**, par contre, les probiotiques, microorganismes vivants, qui lorsqu'ils sont consommés en quantités adéquates , produisent un bénéfice pour la santé de l'hôte, ces derniers font l'objet de nombreuses publications scientifiques visant à démontrer les effets bénéfiques d'une alimentation contenant ces groupes bactériens **(Boclé et Thomann ,2005).**

C'est dans ce contexte liant alimentation et santé, que notre étude a été entreprise. Dans une première partie, on va faire une synthèse bibliographique englobant les différents mots clés de ce sujet. Dans une deuxième partie expérimentale, on va étudier les points suivants:

- Contrôle physico-chimique de quatre marques d'huiles végétales et détermination de leur composition en acides gras par GC-MS afin de déterminer qu'elle huile faut il choisir pour la friture;

- Détermination de l'effet de la thermooxydation seule et en présence de frites sur les paramètres physico-chimiques de l'huile choisie puis suivre l'évolution de sa composition par GC-MS;
- Parallèlement, des échantillons collectés auprès des restaurateurs vont subir le même contrôle;
- Une étude in vivo, durant la quelle on déterminera chez les souris:
  - L'existence d'effets physiopathologiques éventuels sous l'action d'un régime à base d'huiles thermooxydése, en s'intéressant à l'évolution des paramètres lipidiques sériques ainsi que l'évolution du poids des différents organes face aux effets de la durée de traitement.
  - L'existence d'effets histopathologiques sur l'architecture tissulaire du foie.
  - L'existence d'effets bénéfiques de lait fermenté par des souches probiotiques.

Etude bibliographique

Chapitre I

Les huiles végétales

I.1.Introduction : Il est utile de noter qu'en remontant dans l'histoire des civilisations antiques, la fabrication de l'huile, originaire du pourtour méditerranéen, est très ancienne. En Afrique du Nord, probablement avant l'arrivée des Phéniciens, on savait greffer l'oléastre et produire de l'huile, il y a plus de trois mille ans, comme en témoignent les ruines d'huileries jusqu'aux confins du Sud algérien **(Chabour , 2002).**

De la graine à l'huile, vont se succéder différentes étapes industrielles commençant par la trituration des graines (procédé d'extraction de l'huile brute) puis se poursuivant par le raffinage permettant d'obtenir une huile de qualité et répondant aux souhaits du consommateur. L'huile suit un parcours technologique spécifique visant à préserver son goût si particulier. Au final, les huiles ont des profils nutritionnels spécifiques que l'on peut classer selon les dominances des différents acides gras (saturés, monoinsaturés et polyinsaturés) et qui légitiment d'en varier la consommation **(Evrard et *al.*, 2007).**

I. 2. Historique : De tout temps, l'homme s'est intéressé aux **lipides** : en brûlant des corps gras, l'homme des cavernes savait s'éclairer et l'Égyptien de la haute antiquité savait isoler les huiles et les graisses pour les utiliser aussi bien en cosmétologie qu'en médecine ; de nombreuses graines, des graisses d'animaux sont citées dans les textes anciens qui témoignent de la connaissance empirique de nos lointains ancêtres **(Klere, 1992).**

Cependant, il fallut attendre la fin du **XVIIe siècle** pour qu'apparaissent, avec les travaux d'**Otto Tachen**, les premières hypothèses sur la constitution des corps gras mais ce sont, à partir de **1813**, les travaux de **Chevreuil** qui vont faire progresser significativement nos connaissances scientifiques qui, dès lors, vont s'amplifier jusqu'à la fin du **XIXe siècle** où la structure des corps gras est connue pour l'essentiel. Parallèlement, les travaux de **Claude Bernard**, dès **1889**, ouvrent la voie à la compréhension du rôle des corps gras dans l'organisme **(Klere, 1992).**

I. 3. Définition: Les huiles sont des corps gras liquides à la température de 20°C. Si elles sont obtenues à partir d'une seule graine ou fruit, elles portent le nom de leur origine. S'il s'agit d'un mélange, elles s'appellent **"huiles végétales"** et les constituants du mélange sont indiqués sur l'étiquette, en ordre décroissant **(Apfelbaum et Nillus, 1999).**

I. 4. Procédé d'extraction des huiles : L'huile contenue dans les graines oléagineuses (42% à 43% pour le colza, 44 à 45% pour le tournesol) est stockée dans les cellules oléifères sous forme de globules, organes de stabilisation et de stockage des réserves lipidiques des graines appelés oléosomes. La trituration des graines met en œuvre un ensemble d'opérations technologiques dont l'objectif est de déstructurer les oléosomes afin de libérer l'huile dans les cellules et de l'extraire ensuite avec un rendement optimum **(Deymié et *al.*, 1998).**

La transformation des graines en huile et tourteau, dénommée techniquement trituration, est réalisée industriellement par la série d'opérations mécaniques suivantes **(Dupin, 1992) :**

I.4.1.Nettoyage : Les graines en provenance des organismes stockeurs sont nettoyées lors de leur réception en usine afin d'éliminer tous les corps étrangers qui pourraient nuire à la qualité des huiles et des tourteaux par tamisage (tamis rotatifs, tamis vibrants) et par passage entre des aimants **(Evrard et *al.*, 2007 ; Isobe et *al.*, 1992).**

I .4.2.Décorticage: C'est l'une des opérations les plus importantes de la trituration et en tout cas, celle influant de plus sur les rendements **(Mountasser et El Hadek, 1999).**
Le décorticage des graines est réalisé sur les graines oléagineuses en fonction de l'importance de la coque et de la facilité avec laquelle cette coque peut être enlevée. L'intérêt du décorticage est d'éliminer les matières sans valeur pour l'alimentation animale, mais surtout de faciliter les traitements **(Karleskind, 1992).**

I .4.3.Broyage et aplatissage: Cette opération a pour but de réduire la dimension des fruits ou des oléagineux afin de faciliter le travail des presses ou l'action du solvant. Elle s'effectue sur des broyeurs à cylindres cannelés **(Trémoliéres et *al.*, 1984).**
Pour l'aplatissage, les graines chauffées à 60°C, sont ensuite laminées entre des cylindres lisses. Cette opération contribue largement au rendement d'extraction de l'huile **(Evrard et *al.*, 2007).**

I .4.4. La cuisson : La cuisson est une étape de préparation des graines très importante pour l'efficacité de pressage et la qualité des huiles **(Williams, 1997).**
Les graines sont cuites à une température voisine de 80-90°C **(Evrard et *al.*,2007).**

La cuisson permettra **(Karleskind, 1992) :**
- ✓ Un réglage de l'humidité entre 3 à 5% selon les graines.
- ✓ Un accroissement de la fluidité de l'huile.
- ✓ Un accroissement de la plasticité des graines.
- ✓ La rupture des parois de cellules grasses supplémentaires.
- ✓ La coagulation des fractions protéiques de la graine.
- ✓ La stérilisation détruisant des salmonelles par exemple.
- ✓ La désactivation des enzymes thermosensibles (myrosinases).
- ✓ La destruction de substances toxiques thermolabiles.

I .4.5.Pression: Les flocons cuits, puis séchés, passent dans des presses continues. Cette opération permet d'extraire 50% environ de l'huile contenue dans la graine. L'huile recueillie dite **"huile brute de pression"**, chargée de matières solides est clarifiée par tamisage et décantation avant stockage. Les graines partiellement déshuilées au cours de l'opération de pression, encore appelées **"écailles de presse"**, **"tourteaux gras"** ou **"tourteaux expellers"**,contiennent encore 20% d'huile **(Evrard et *al.*, 2007).**

I .4.6.Extraction: La récupération de l'huile résiduelle contenue dans les "écailles de presse " se fait par extraction au solvant (hexane). Cette opération est pratiquée dans des extracteurs continus à percolation dans lesquels le solvant est pulvérisé sur le tourteau puis recyclé plusieurs fois. Le solvant s'enrichit progressivement en huile tandis que le tourteau s'appauvrit en matières grasses **(Evrard et *al.*, 2007).**

Deux produits résultent de cette opération: un mélange huile-solvant (miscella) qui doit être distillé pour récupérer l'huile et un tourteau déshuilé (2% d'huile résiduelle) mais imprégné de solvant qui doit être déssolvanté **(Evrard et *al.*, 2007).**

I .4.7 .Raffinage : Les huiles végétales brutes, issues de la trituration des oléagineux, doivent être purifiées ou raffinées avant consommation, afin d'éliminer les impuretés (aspect trouble, couleur prononcée, flaveurs typées) **(Evrard et *al.*, 2007).**

Le raffinage a pour but de débarrasser ces impuretés en s'attachant, avec une efficacité toujours optimisée, à respecter les propriétés intrinsèques de l'huile en maintenant à leur niveau initial tous les micronutriments bénéfiques pour la santé (tocophérols, stérols, vitamines….) **(Evrard et *al.*, 2007).**
Les opérations du raffinage des huiles et graisses sont les suivantes:

I .4.7.1. Démucilagination (dégommage): Cette opération a pour but d'éliminer les cires et mucilages pour éviter des dépôts ultérieurs dans les bouteilles et la formation de mousses à la friture. La démucilagination est effectuée par lavage de l'huile avec de l'eau légèrement acidulée ou

additionné de phosphate. Les mucilages sont récupérés sous forme de pâtes de démucilagination **(Trémoliéres et *al.*, 1984).**

I .4.7.2. Neutralisation: La neutralisation vise à éliminer les acides gras libres, présents dans la matière grasse, qui risquent de lui donner un goût désagréable **(Dupin ,1992).** La neutralisation par des bases élimine les acides gras sous forme de savons appelés communément « pâtes de neutralisation » ou « soapstocks » que l'on sépare ensuite par centrifugation en même temps que d'autres impuretés **(Dupin ,1992 ; Karleskind, 1992).**

I .4.7.3. Lavage : L'huile de neutralisation retient toujours de petites quantités de savon en solution ou en fines suspensions qui sont éliminées par deux lavages successifs ; le premier avec une solution aqueuse de Na Cl à 8-10% chauffée à la température de 95°C qui provoque la coagulation des petites particules de savon, le second avec de l'eau chaude à 80-85 C°d'un volume de 7 à 10 % du volume de l'huile. La séparation se fait par décantation **(Tritiaux et Gibon , 1997).**

I .4.7.4. Séchage: Le séchage consiste à débarrasser l'huile de l'eau qu'elle contient après lavages. L'huile lavée est séchée à la température de 105-110°C en agitant jusqu'à la disparition de la mousse formée en surface **(Tritiaux et Gibon, 1997).**

I .4.7.5. Décoloration: On recherche a éliminer les pigments et autres matières colorantes, dissouts dans l'huile et préjudiciables à sa couleur et sa bonne conservation **(Dupin ,1992).**
La décoloration fait intervenir un agent d'adsorption introduit (de 0.2 à 2%) dans le décolorateur. L'huile chauffée vers 90°C /110°C est agitée vigoureusement sous vide pendant 30 minutes environ; l'huile est ensuite refroidie et filtrée. Parmi les adsorbants autorisés, la pratique emploie principalement les terres décolorantes activées (argiles du type montmorillonites) et la silice **(Evrard et *al.*, 2007).**

I .4.7.6. Décirage: La wintérisation ou décirage consiste à provoquer la cristallisation et la maturation des cristaux de ces cires par refroidissement de l'huile vers 5-10°C. L'étape suivante de séparation est généralement réalisée par filtration en présence d'un adjuvant de filtration (de 0.2 à 1% environ), identique à celui utilisé à l'étape de décoloration **(Evrard et *al.*, 2007).**

Une étape de prédécirage peut éventuellement être mise en œuvre au niveau de la neutralisation: l'huile est alors refroidie vers 30°C, maturée à cette température et la fraction des cires cristallisées est ensuite séparée au niveau de la centrifugation, en même temps que les pâtes de neutralisation **(Evrard et *al.*, 2007).**

I .4.7.7. Désodorisation: Le but de la désodorisation étant d'obtenir un produit sans odeur ni goût désagréables, de couleur claire, de faible acidité et exempte de peroxydes. La qualité de l'huile désodorisée doit satisfaire à des valeurs normalisées en goût, couleur, acidité, indice de peroxyde, stabilité oxydative, les résidus de pesticides et de mycotoxines éventuellement présents **(Tritiaux et Gibon , 1997).**
Cette étape constitue en général l'étape finale du raffinage. L'opération consiste à simple injection de vapeur d'eau dans l'huile chauffée à haute température (180-240°C) et sous un vide très poussé; au terme de cette étape, l'huile présente un goût neutre; elle est par la suite conditionnée sous azote afin de la protéger contre l'oxydation **(Evrard, 2007).**

I. 5.Composition:

I.5.1.Composition en acide gras : Constituants majoritaires, ils se classent en trois groupes **(Evrard et *al.*, 2007)**:

a. les acides gras saturés (AGS): Chaînes hydrocarbonées sans insaturation (ou doubles liaisons), avec principalement des longueurs de chaîne comprises entre 16 (acide palmitique) et 18 atomes de carbones (acide stéarique).

b. les acides gras monoinsaturés (AGMI): Chaînes hydrocarbonées comportant une double liaison, dont le principal représentant est l'acide oléique (C18:1, n-9 ou ω9).

c. les acides gras polyinsaturés (AGPI): Chaînes hydrocarbonées comportant plusieurs doubles liaisons, dont on connaît les deux principaux qui sont les acides linoléique (C18 : 2n-6 ou ω6) et α-linolénique (C18: 3n-3 ou ω3), acides gras essentiels et indispensables, chefs de file des séries d'AGPI correspondantes (ω6) et (ω3).

Le tableau 1, résume la composition de quelques huiles végétales.

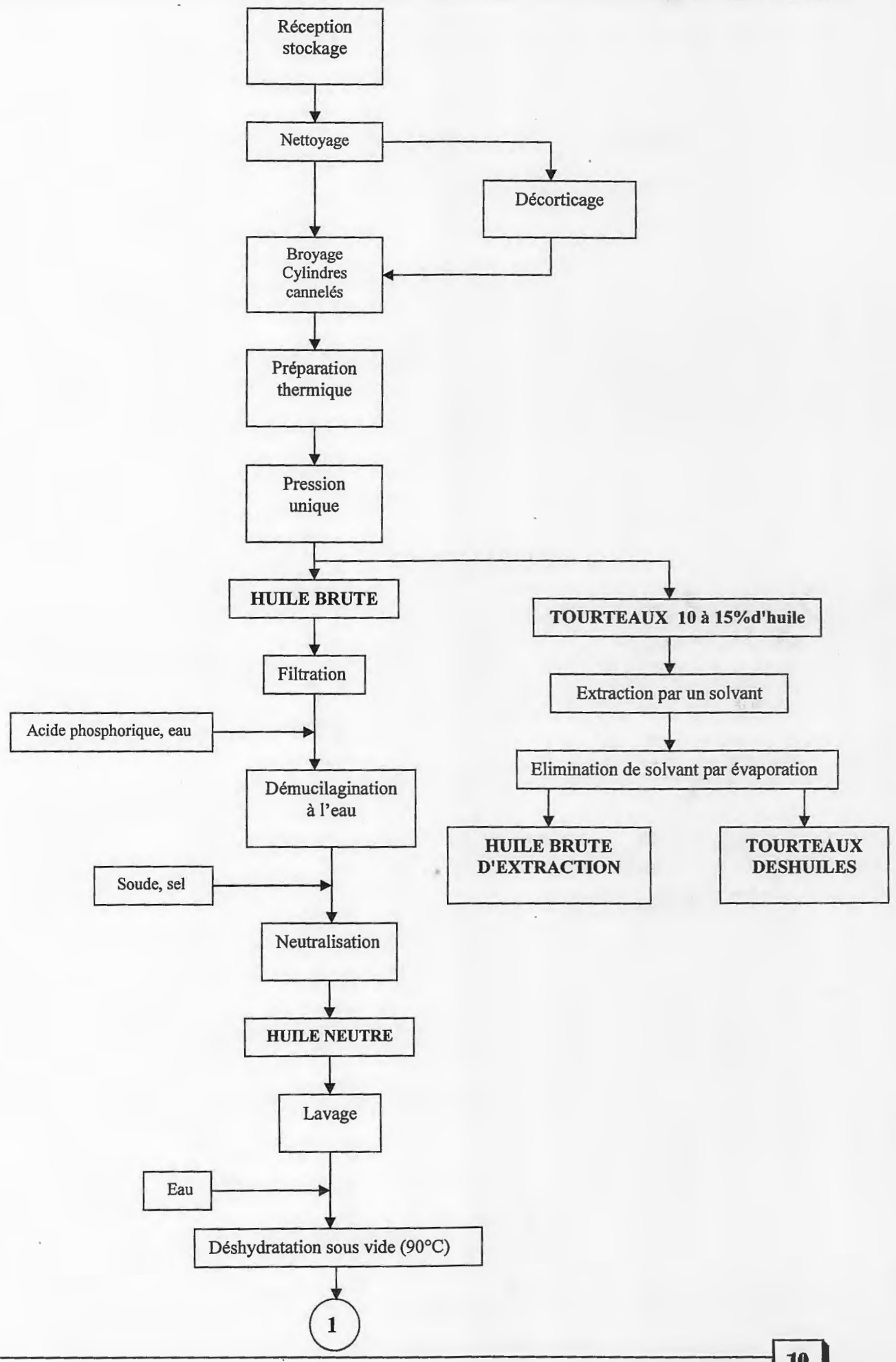
Tableau.1. La composition en acides gras des principales huiles végétales (en % du total des acides gras **(Withney et Rolfes,1993)**

	Arachide	**tournesol**	**Olive**	**Soja**	**Maïs**	**Colza**
AGS	21	14	12	16.5	13.5	7
AGMI	57	22	81	25.5	28.9	81
AGPI	22	64	7	58	57.6	12

I.5.2.les vitamines: Les corps gras peuvent renfermer une quantité plus ou moins importante de vitamines A,D et K, cette dernière étant présente dans tous les lipides naturels, alors que les deux autres ne sont rencontrées que dans des corps gras bien particuliers **(Graille, 2003).**

I.5.3.Les phytostérols: Toutes les huiles végétales contiennent des phytostérols (en moyenne de 0.1 à 0.5%) qui présentent une analogie de structure avec le cholestérol **(Evrard et *al.*, 2007).**

I.5.4. Les composés phénoliques: Ces constituants encore appelés "biophénols", sont des substances naturelles aux importantes propriétés antioxydantes, présentes dans les huiles d'olives vierges **(Evrard et *al.*, 2007).**


Réception stockage
Nettoyage
Décorticage
Broyage Cylindres cannelés
Préparation thermique
Pression unique
HUILE BRUTE
TOURTEAUX 10 à 15%d'huile
Filtration
Extraction par un solvant
Acide phosphorique, eau
Elimination de solvant par évaporation
Démucilagination à l'eau
HUILE BRUTE D'EXTRACTION
TOURTEAUX DESHUILES
Soude, sel
Neutralisation
HUILE NEUTRE
Lavage
Eau
Déshydratation sous vide (90°C)
1

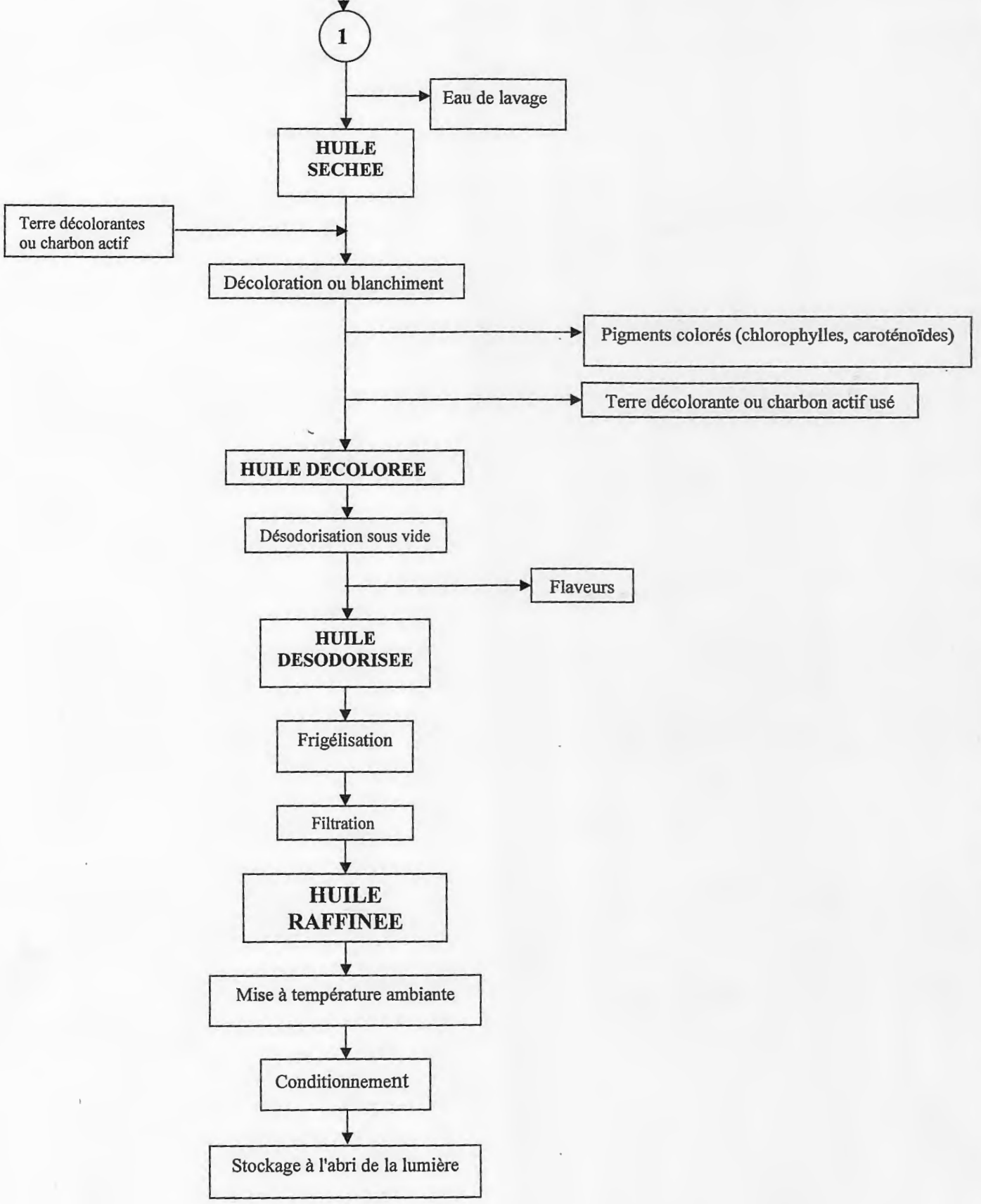


Figure1: Schéma d'obtention des huiles végétales alimentaires raffinées **(Emilie, 2005)**

I.5.5. Les caroténoïdes: Pigments lipophiles sensibles aux rayons ultraviolet et à la chaleur, les caroténoïdes et plus particulièrement le trans-β-caroténe, sont des précurseurs de la vitamine A. Les caroténoïdes sont en grande partie éliminés au cours du raffinage **(Evrard et *al.*, 2007).**

I.6.Classification:

I.6.1.Par catégorie d'acides gras : La classification se résume en **(Evrard et *al.*, 2007):**

a. Les huiles oléiques (AGMI): Olive, colza, tournesol oléique, ... avec des pourcentages relatifs en acide oléique compris entre 55 et 85%.

b. Les huiles linoléiques (AGPI, C18 : 2 ω6): Telles que le tournesol; les huiles de ce groupe ont des pourcentages relatifs en acide linoléique compris entre 55 et 75%.

c. les huiles α-linoléniques (AGPI, C18 :3 ω3): Telles que le colza; ces huiles ont des pourcentages relatifs en acide α-linolénique compris entre 7 et 13% environ, selon les huiles. L'acide α-linolénique n'est pas le composant majoritaire mais l'acide gras caractéristique de ces huiles. Celles-ci se différencient entre elles selon leur acide gras majoritaire: l'acide oléique pour le colza par exemple, l'acide linoléique pour les autres.

I.6.2. Selon leurs utilisations: En fonction de leurs compositions, l'utilisation des huiles est différente, donc il existe deux catégories d'huiles **(Emilie, 2005) :**

a. Huile végétale pour friture et assaisonnement: Si la teneur en acide linoléique est inférieure ou égale à 2% et si cette huile n'est pas à déconseiller dans certaines conditions de chauffages. Exemple l'huile d'arachide étant la plus répandue.

b. Huile végétale pour assaisonnement: Si la teneur en acide linolénique est supérieure à 2%. C'est le cas de l'huile de soja, huile de tournesol, l'huile de mais et de colza.

I.7.Techniques de modification des huiles: L'objectif essentiel des techniques de modification est de changer les propriétés physico-chimiques des huiles et graisses; ceci peut être obtenu par une réduction du degré d'insaturation des groupements acyles (hydrogénation), par une redistribution des acides gras sur le glycérol (interestérification) ou par séparation physique (cristallisation fractionnée) des constituants triglycéridiques (fractionnement à sec) **(Kellens, 1998).**

I.7.1.L'hydrogénation : Opération industrielle qui consiste à fixer des molécules d'hydrogène sur les doubles liaisons des acides gras mono et polyinsaturés (hydrogénation catalytique) et qui permet **(Graille, 2003)** :

- D'accroître la stabilité de l'huile (diminution de l'indice d'iode) ;
- D'augmenter son point de fusion.

I.7.2.Le fractionnement: Opération industrielle qui a pour but de diviser un corps gras donné en deux ou plusieurs fractions, présentant chacune des meilleures propriétés ou utilisations que le corps gras d'origine. C'est donc la séparation d'un corps gras en une phase solide (proprement dite Stéarine) et une phase liquide (dénommée Oléine) par cristallisation suivie d'une séparation solide/liquide **(Graille, 2003)**.

I.7.3.L'interestérification: Opération industrielle dont l'objet principal est le changement du comportement du corps gras au cours de la cristallisation et aussi de la fusion de manière à obtenir une amélioration de ce dernier au plan des qualités sensorielles **(Graille, 2003)**.

I.8.Les huiles végétales, sources indispensables de nutriments variés :

Le statut nutritionnel mesuré à l'aune des apports nutritionnels conseillés (ANC) doit s'entendre au niveau d'une alimentation globale (non d'un produit isolé) et d'une population (non d'un

individu).Les huiles végétales (en état,combinées ou en tant qu'ingrédient) peuvent contribuer notablement ,en fonction de leurs compositions en acides gras, à améliorer l'équilibre global de la part lipidique d'une alimentation **(Evrard et *al.*, 2007).**

Elles remplissent, comme les corps gras en général, quatre rôles principaux **(Evrard et *al.*, 2007) :**

- Nutritionnel (apport d'énergie et de nutriments): acides gras, vitamines liposolubles, constituants mineurs d'intérêt tels que les phytostérols ou les composés phénoliques.
- Organoleptique: flaveurs et support d'arômes.
- Rhéologique: texture.
- Technologique: fluide caloporteur, par exemple une utilisation dans la friture.

Elles sont principalement composées de triglycérides (90-99%) eux-mêmes essentiellement constitués d'acides gras (90-95%) et de glycérol (3-5%), et de constituants mineurs naturels (1-5%) regroupant des composés de structures variées tels que les stérols, tocophérols, caroténoïdes, ou phospholipides (0.1-0.2%) **(Evrard et *al.*, 2007).**

I.9.Rôle des huiles dans la technologie alimentaire : Les corps gras forment l'un des composants principaux de notre nourriture. Sans lipides, la plupart des produits alimentaires n'existeraient pas. Selon leurs applications les lipides remplissent beaucoup de rôles dont les plus importants sont :

I.9.1.Agents de transfert de chaleur: Cette propriété est employée en friture. La chaleur de la source est transférée aux aliments *via* la graisse de friture **(Evrard et *al.*, 2007).**

I.9.2.Aide technologique : La matière grasse joue souvent un rôle d'aide technologique, par exemple pour empêcher que les aliments ne collent pas. La matière grasse entrant dans la formulation alimentaire joue aussi un rôle important pour empêcher les produits d'adhérer pendant la fabrication **(Graille, 2003).**

I.9.3.Rôle de barrière à l'humidité, l'air et la perte d'arôme: Les lipides en particulier les cires, sont utilisés depuis des siècles pour protéger certains produits alimentaires contre les desséchements. C'est le cas par exemple des agrumes. Ils sont largement employés dans l'industrie à cette fin **(Graille, 2003).**

I.9.4. Protection contre les attaques microbiennes : Les graisses et les huiles sont utilisées traditionnellement pour protéger diverses gammes de produits alimentaires contre la détérioration due aux micro-organismes. En général, les corps gras ne sont pas sujets aux attaques microbiennes du fait de la faible activité de l'eau. Cependant, les graisses contenant des acides gras à chaînes courtes, peuvent se dégrader par hydrolyse en raison de la présence de la lipase microbienne active à des activités de l'eau très basses **(Graille, 2003).**

Chapitre II

Thermo-oxydation des huiles végétales

II.1.Introduction : L'utilisation à froid des corps gras raffinés (huiles) pour l'alimentation pose peu de problèmes en dehors de celui de leur stabilité au stockage. Par contre, leur utilisation comme fluide caloporteur pour frire, cuire ou rôtir certains aliments, s'accompagne inéluctablement d'attaques thermo oxydatives qui vont élever très fortement la teneur en produits d'altération et par conséquent, modifier leurs caractéristiques physico-chimique et nutritionnelles **(Perrin,1992).**

Ainsi, le chauffage d'huile en présence d'air et d'aliment à des températures élevées et pendant des longues durées, entraîne de nombreuses transformations chimiques résultantes surtout de la destruction des liaisons insaturées: il se forme des produits à courtes longueurs de chaînes qui sont volatils responsables de la mauvaise odeur **(Marquez-Ruiz et Debarganes ,1996 ; Takeoka et *al.*,1996),** et de produits de hauts poids moléculaires, constitués de composés cycliques et de polymères d'acides gras et de triglycérides **(Dobarganes, 1998).**

II.2.La Friture : La friture est l'un des plus anciens procédés d'élaboration des aliments. Elle peut être réalisée à la poêle en présence de peu de matière grasse ou dans un grand volume d'huile ou de matière grasse **(Varela , 1998).**

II.2.1.Définition : La friture est une opération de déshydratation et de cuisson à température supérieure à la température d'ébullition, elle peut être réalisée à pression atmosphérique ou sous vide **(Vitrac et *al.*, 1999)** . Ainsi elle constitue un excellent moyen de transfert de chaleur, qui permet la cuisson rapide des aliments tout en les rendant digestibles et leurs conférant des caractéristiques sensorielles : de chaleur, d'aspect, de saveur et de texture désirées **(Kaufmanne et *al.*, 2001).**

II.2.2.Principe de base : Le procédé de friture consiste à mettre en contact un matériau généralement humide avec une couche ou un bain de matière grasse portée à des températures supérieures à l'ébullition de l'eau. L'huile et l'eau sont deux liquides non miscible et dont les températures d'ébullition sont très différentes. L'huile est utilisée pour transférer de la chaleur au matériau jusqu' à la vaporisation quasi-totale de l'eau contenue dans le matériau. Cette dernière se produit à une température généralement voisine de la température d'ébullition de l'eau pure pour les matériaux riches en eau et à une température supérieure pour les matériaux à humidité intermédiaire et dont l'eau fortement adsorbée **(Vitrac et *al.*, 2003).**

L'eau s'échappe sous forme de jets de bulles de vapeur caractéristiques du comportement « explosif » de la friture caractérisée par la forte turbulence au voisinage de matériau immergé dans un grand volume d'huile ou par les projections des matières grasses ou de l'huile dans le cas de la friture plate **(Vitrac et *al.*, 2003).**

II.3.Types de fritures :

II.3.1. Friture plate : Caractérisée par une grande surface de corps gras en contact avec l'air et un petit volume de corps gras qui favorise l'oxydation thermique de l'huile ; il est impératif de n'utiliser qu'une seule fois le corps gras pour éviter la formation de composés toxiques **(Linden et Lorient, 1994).**

II.3.2. Friture profonde : La friture par immersion profonde est réalisée par immersion forcée ou par flottaison du matériau dans un grand volume d'huile **(Rani et Chauhan , 1995)**. L'immersion forcée offre en outre une répartition uniforme de la

chaleur à la surface de matériau et donc une cuisson elle aussi plus régulière. Au cours de la friture profonde, la même surface extérieure est utilisée pour transférer la chaleur au matériau et pour évacuer en retour la vapeur générée **(Dornier et *al.*, 1998).**

II.4.Les modifications entraînées par les traitements thermiques : À des températures élevées (160°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 **(Graille, 2003)**.

II.4.1. Réactions d'oxydation :

II.4.1.1. Définition : Au contact de l'oxygène de l'air, elles provoquent l'apparition d'aromes et le changement de couleur, souvent indésirables, dans l'huile de friture ou dans les produits frits. Ces composés d'oxydation indésirables dérivent des hydro- peroxydes 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 de bain **(Graille, 2003)**. Les cations métalliques comme le fer ou le cuivre peuvent aussi initier et accélérer les réactions d'oxydation **(Raoult-wack et *al* ., 1997).**

II.4.1.2. Mécanisme général de l'oxydation: Le processus de l'oxydation commence par l'abstraction d'atomes d'hydrogènes des acides gras poly-insaturés et l'apparition de radicaux libres, il se poursuit avec l'addition d'oxygène et la formation d'hydroperoxydes lipidiques conjugués instables, ils se décomposent par la suite en aldéhydes saturés, cétones et alcools **(Combe, 1996).**

La grande réactivité de ces composés aboutit à l'apparition d'aldéhydes à chaînes plus courtes, d'acides, d'alcools, d'hydrocarbures, de dioxydes de carbone…..qui constituent les produits terminaux **(Combe, 1996 ; Dabarganes et Marquez-Ruiz ,1996).**

On distingue dans l'oxydation trois types de réactions :

a- Les réactions d'initiation: qui à partir d'acides gras non saturés, conduisent à la formation de radicaux libres ou de peroxydes lipidiques. Ces réactions qui ont une énergie d'activation élevée sont favorisées non seulement par des températures élevées mais surtout par la lumière et les traces de certains métaux **(Alais et Linden ,1997).**

b- Les réactions de propagation: elles constituent l'étape d'oxydation des lipides insaturés par l'oxygène gazeux. Elles se caractérisent par une accumulation de peroxydes. L'énergie d'activation de ces réactions est très faible **(Alais et Linden ,1997).**

c-Les réactions d'arrêt : au cours des quelles les radicaux libres s'associent pour donner des composés non radicalaires très faibles **(Alais et Linden ,1997).**

II.4.2. Réactions de polymérisation : Un deuxième type de processus de dégradation des huiles pendant la friture, est la formation de monomères cycliques, dimères et polymères par polymérisation. Cela menera à des changements des propriétés physiques d'huile de friture comme la couleur, la viscosité, la densité et les caractéristiques de solidification **(Graille, 2003).**

L'augmentation de la densité et la viscosité d'huile de friture est due à la réaction de polymérisation **(Stauffer, 1996).**

II.4.3. réactions d'hydrolyse: La décomposition chimique principale de l'huile pendant la friture est l'hydrolyse. En présence d'humidité de l'aliment pendant la friture, la structure de triglycérides subie de profonds changements (Hydrolyse). En conséquence, les acides gras libres, monoglycérides, diglycérides et glycérol sont formés ce qui accélérera la dégradation du maintien des triglycérides en permettant une émulsification plus grande d'eau de l'aliment dans l'huile. Cependant, la plupart des acides gras libres (AGL) produits pendant la friture est volatilisée **(Perkins, 1976).**

II.5.Les facteurs influençant le processus de friture : Plusieurs facteurs influent le processus de friture et contribuent à l'optimisation des conditions de friture pour chaque type d'altération. Les principaux facteurs à considérer sont **(Boutella et *al.*, 2000) :**

-Ceux dépendant de processus : Les plus importants sont la température, le temps de friture et la méthode de friture (poêle et friteuse en continue ou discontinue).

- Ceux dépendant de l'huile de friture: Ils dépendent de la composition de l'huile (AGS, AGI) et des additifs.

- Ceux dépendant de l'aliment : Ils sont liés à l'humidité et la composition en gras.

II.6.Causes et conséquences d'altération des huiles de friture: Sous l'effet de température, de l'eau, de l'air (oxygène) et de l'aliment, l'huile chaude subit plusieurs transformations chimiques conduisant à son altération **(Boutella et *al.*, 2000)**:

- L'aliment perd de l'eau : 57% pour les allumettes, 74% pour les chips ;
- L'aliment retient une grande quantité de matière grasse:12 à 19% pour les allumettes 36 à 47% pour les chips ;
- L'aliment cède des lipides dans le bain de friture (le poisson cède des lipides fortement insaturés et fragiles) ;
-L'aération du bain de friture est favorisée par le bouillonnement de l'eau de l'aliment et provoque l'oxydation de l'huile, l'oxydation crée à partir des acides gras libres, des produits d'altération thermo-oxydative se combinent et donnent des espèces chimiques nouvelles.

L'oxydation se poursuit aussi pendant le refroidissement, il se forme des hydro peroxydes qui se servent d'initiateurs d'altération lors du chauffage.

Des produits volatils sont responsables de l'odeur particulière de la friture (plus de 200 composés répertoriés) .Ces produits ne sont pas ingérés, au-delà de 300 °C il y a libération d'acroléine provenant de la dégradation du glycérol, il est toxique et irritant pour les muqueuses. Lors de libération de l'eau de constitution de l'aliment frit, il se produit une hydrolyse des triglycérides (TG), les acides gras sont libérés, sous l'action de la chaleur ces AGL s'oxydent et se combinent (polymérisation) **(Boutella et *al.*, 2000).**

II.7.Choix des huiles de friture : Les corps gras dont le point de fumée à l'état frais se situe en deçà de 200°C sont généralement considérés comme trop instables pour une utilisation dans les procédés de fritures industriels à pression atmosphérique. Le choix des matières grasses de friture résulte alors d'un compromis entre la stabilité à la thermo-oxydation et le bénéfice nutritionnel **(Graille, 2003)**.

Les huiles ou matières grasses riches en acides gras mono-insaturés (AGMI) et faibles en C18 :2 et C18 :3 sont aujourd'hui privilégiées **(Ikediala et Corraia, 1996)**. Le choix du type ou de mélange d'huiles utilisées dépendra en outre de la perception et de l'acceptabilité du produit frit par le consommateur (odeur, texture, sensation en bouche, arrière goût, stabilité d'huile au cours de stockage avant utilisation ou dans les produits finis) **(Graille, 2003)**.

II.8.Gestion des huiles de friture : Indépendamment de toute considération réglementaire, les huiles de friture qui présentent des teneurs en produits de thermodégradation supérieures à 25%,taux de composés polaires ou des taux de polymères dépassant 10 à 16% ou encore des points de fumée inférieurs à 170°C donnent des produits qui développeront très rapidement un goût de rance lors de leur conservation **(Singh, 1995)**.

II.8.1.Evaluation de la qualité des huiles de friture : On évalue la qualité des huiles par un contrôle visuel de couleur, des vapeurs à la surface du bain et /ou une identification des odeurs ou des goûts de rance. On a l'habitude d'appeler produits de dégradation tous les composés dont le poids moléculaire est inférieur à celui des triglycérides **(Singh, 1995)**.

L'estimation de la fonction polaire de ces composés est généralement considérée comme une bonne estimation des corps gras et il est plus admis que des matières grasses dont le taux de composés polaires dépasse 25-27% sont impropres pour la friture **(Graille, 2003).**

Voici les principales méthodes d'évaluation du niveau de dégradation des huiles **(Lamair et *al.*, 1997)**:

- Les méthodes standards : taux des composée polaires, teneur en acides gras conjugués, composition en acides gras dont le rapport en C18 :2/C16 :0 ;
- Les tests rapides : constante diélectrique, test RAU, fritest, spot test, mesure rapide du taux de composés alcalins ;
- Les procédures complexes : chromatographie en phase liquide, chromatographie d'exclusion.

II.8.2. Réduction du niveau de dégradation des huiles de friture : Pour la réduction du niveau de dégradation des huiles de friture, il est conseillé ce qui suit **(Lamair et *al.*, 1997)** :

- Ne pas chauffer les huiles au-delà de 191°C ;
- Déshydrater au préalable les matériaux riches en eau ;
- Nettoyer et rincer régulièrement l'ensemble de l'installation de friture ;
- Mesurer et limiter le taux de contaminants métalliques (fer, cuivre, etc.)
- Utiliser des rapports volume de produits frits et huile dans un rapport de l'ordre de 1/6.

Chapitre III

Les huiles végétales et la santé

III.1.Introduction : Quatre vingt quinze pour cent des lipides alimentaires sont des triglycérides, eux-mêmes constitués pour 95 % d'acides gras (AG). Après un repas, ces lipides sont hydrolysés, et leurs produits d'hydrolyse sont absorbés au niveau de l'intestin par les entérocytes qui les utilisent à leur tour pour les exporter sous forme de triglycérides véhiculés dans le sang par des lipoprotéines. Sous l'action de la lipoprotéine lipase, les acides gras des lipoprotéines sont libérés et pénètrent dans les cellules de différents tissus (adipeux, hépatique, musculaire…). Leurs rôles sont nombreux et souvent essentiels. Il est établi aujourd'hui qu'ils interviennent non seulement comme pourvoyeurs d'énergie et éléments structuraux de base des membranes biologiques, mais aussi dans la signalisation cellulaire et dans la modulation de l'expression de nombreux gènes (métabolites des acides gras) **(Léger et *al.*, 2005)**.

Il existe deux famille d'acide gras: les saturés et les insaturés parmi cette dernière on a un groupe de très faible proportion généralement industriel qui sont les acides gras trans; dont plusieurs études seront consacrées à l'influence de ces acides sur des pathologies dont la prévalence est notoire: l'obésité, les maladies cardiovasculaires, le cancer. L'utilisation de l'ensemble de ces données permettra de formuler des propositions visant à prévenir des consommations préjudiciables à la santé **(Léger et *al.*, 2005)**.

III .2. Métabolisme des lipides :

III.2.1. Digestion et absorption des lipides : Les principaux lipides de l'alimentation humaine ou animale sont constitués essentiellement de triacylglycérols (triglycérides), de phospholipides et de stérols. La digestion de ces lipides est sous la dépendance des enzymes pancréatiques et des sels biliaires, elle consiste en réactions d'hydrolyse qui vont transformer les lipides non directement absorbables en molécules plus simples absorbables **(Karleskind, 1992 ; Zinsou, 2002).**

Les lipides que l'alimentation apporte sont essentiellement constitués d'acides gras à longueschaînes(AGLC, nombre de carbones > 16). Ces TG, ne pouvant pas franchir les membranes cellulaires, ils doivent être hydrolysés par le couple lipase /co-lipase pancréatique en acides gras libres et 2-monoglycérides avant d'être absorbés. Les acidesgras à longuechaînes ainsi libérés sont immédiatement incorporés dans des micelles mixtes ce qui augmente leur solubilité dans les phases aqueuses et facilite leur captage par les entérocytes **(Shiau, 1985).**

Une fois dans l'entérocytes, les AGLC sont pris en charge par les *fatty acid-binding proteins* (FABPs). Ce sont des polypeptides solubles de 14–15 kDa appartenant à une famille multigénique comportant 16 membres **(Niot et Besnard, 2003).** Les acides gras à longues chaines (AGLC) pour être métabolisés doivent être estérifiés par le coenzyme A. Les acyl-CoA ainsi formés sont soit directement métabolisés, soit pris en charge par *l'Acyl-CoA-binding protein* (ACBP) **(Knudsen, 2000).**

Les acides gras à chaînes courtes et moyennes ne sont ni captés par la FABP, ni activés en acyl- CoA qui ne présente pas d'affinité pour ces acides gras. Il en résulte que les acides gras à chaînes courtes et moyennes qui ont été libérés par la lipase pancréatique à partir des triglycérides alimentaires, dans la lumière intestinale, ne participent pas à la resynthèse des triglycérides dans les entérocytes. Ces acides gras quittent les entérocytes sous forme libre, passent dans le sang de la veine porte où ils se lient au sérum albumine et gagnent le foie **(Karleskind, 1992).**

Au niveau du grêle, les acyl-CoA sont préférentiellement orientés vers les voies d'estérification aboutissant à la formation de TG et de phospholipides **(Bell et *al.*, 1981)**. Les TG néosynthétisés pénètrent dans les citernes du réticulum endoplasmique par l'intermédiaire de *la microsomal triglyceride transfer protein* ou MTP **(Lin et *al.*, 1994)**. Cette protéine joue un rôle essentiel dans la synthèse et la sécrétion des lipoprotéines riches en TG (chylomicrons et VLDL) **(Xie et *al.*, 2006)**.

La synthèse de l'apoprotéine B48 intervient dans le réticulum endoplasmique rugueux et l'assemblage des préchylomicrons a lieu principalement dans le réticulum endoplasmique lisse. Ces lipoprotéines intermédiaires sont progressivement enrichies en TG puis sont transférées via un transport vésiculaire vers le Golgi où elles achèvent leur maturation **(Cartwright, 2000 ; Hussain, 2005)**.
Après maturation dans l'appareil de Golgi, les chylomicrons fusionnent avec la membrane plasmique basolatérale des entérocytes permettant ainsi leur exocytose dans les espaces intercellulaires de l'épithélium intestinal et leur sécrétion dans la lymphe .Les lipoprotéines rejoignent enfin la circulation sanguine via le canal lymphatique thoracique **(Château et *al.*, 2005 ; Mansbach et Dowell, 2000)**.

III.2.2.Digestion et absorption du cholestérol : Les apports de cholestérol alimentaire sont d'environ 300 à 450 mg dans l'alimentation occidentale courante. Ils s'ajoutent aux 1000 mg environ de cholestérol endogène provenant de la bile (acides biliaires). Au total, ce sont environ 1300 à 1500 mg de cholestérol pénétrant dans la lumière de l'intestin grêle, et susceptibles d'être absorbés **(Dawsone et Rudel, 1999).** Dans l a lumière intestinale, les esters de cholestérol provenant des micelles sont hydrolysés par le cholestérol estérase pancréatique. Le cholestérol libre diffuse passivement à travers la paroi des cellules de la muqueuse intestinale **(Westergaard et Dietschy, 1976)**. Dans la cellule intestinale, le cholestérol libre est ré- estérifié avec des acides gras grâce à une enzyme, l'acyl-CoA cholestérol acyl transférase (ACAT). Une combinaison de cholestérol libre et d'esters de cholestérol est ensuite incorporée dans les chylomicrons qui sont excrétés au pôle basal de l'entérocytes dans la lymphe mésentérique **(Turley, 1999 ; Turley et Dietschy, 1981).**

III.2.3.Synthèse et sécrétion des lipoprotéines : L'absorption des graisses alimentaires requiert diverses molécules et organisation moléculaire afin de masquer leur hydrophobicité : micelles mixtes, lipid binding proteins solubles et lipoprotéines. Parmi celles-ci, la synthèse et la sécrétion des lipoprotéines intestinales font l'objet de nombreuses recherches. Il s'agit d'un phénomène complexe qui n'est pas encore totalement compris **(Bell et *al.*, 1981).**

Les lipoprotéines sont les principaux transporteurs de triglycérides et de cholestérol dans le sang. Les lipoprotéines circulantes sont classées selon leur taille, leur densité et leur comportement électrophorétique **(Mahley et Keisgraber, 1974).**

Quatre classes majeures de lipoprotéines sont identifiées:

- **Les chylomicrons :** Ils contiennent 98% de lipides, dont 90% sont des triglycérides, le reste des phospholipides. Le risque athérogène, s'il existe, est très faible. La fonction première de ces lipoprotéines est le transport des glycérides jusqu'au foie **(Serge, 1985).**

- **Les lipoprotéines de très basse densité ou VLDL (Very Low Density Lipoproteins) :**

• **Les lipoprotéines de très basse densité ou VLDL (Very Low Density Lipoproteins) :**
Contiennent plus de 90% de lipides à répartition variable dont au moins la moitié de triglycérides. Elles font courir un risque athérogène élevé. La fonction première de ces lipoprotéines est le transport des triglycérides **(Serge, 1985).**

• **Les lipoprotéines de basse densité ou LDL (Low Density Lipoproteins) :**
Contiennent environ 20% de protéines contre 80% de lipides ainsi constitués : cholestérol libre et estérifié plus de 60%, phospholipides 20%, triglycérides 20% environ. Elles transportent la plus grande partie du cholestérol et font courir un risque athérogène très élevé. La fonction première de ces lipoprotéines est le transport du cholestérol **(Serge, 1985).**

• **Les lipoprotéines de haute densité ou HDL (High Density Lipoproteins)** :
Contiennent environ moitié protéines- moitié lipides, dont environ moitié de phospholipides, le tiers de cholestérol, le reste (moins de 10%) en triglycérides. Il est prouvé que ces HDL sont un facteur de protection contre l'athérosclérose. Fonction première : transport des phospholipides du foie aux tissus **(Serge, 1985).**

Les particules des chylomicrons contenant des lipides sont libérées par l'intestin dans la circulation. L'hydrolyse des triglycérides par la lipoprotéine lipase au sein des chylomicrons libère des acides gras et diminue le taux de triglycérides des chylomicrons, créant des chylomicrons résiduels. En outre, il y a un échange d'apoprotéines entre les HDL et les chylomicrons. Les chylomicrons cèdent l'apoprotéine A aux HDL en échange des apoprotéines C et E. Les restes de chylomicrons formés sont rapidement éliminés de la circulation par les récepteurs de l'apoprotéine E dans les cellules hépatiques **(Mahley et Weisgraber,1989).**

Les VLDL sont synthétisés par les hépatocytes et constituent un important transporteur de triglycérides. Les VLDL se lient à la lipoprotéine lipase qui hydrolyse les triglycérides présents dans les VLDL. Ce processus peut créer des restes de VLDL qui sont éliminés par le foie **(Mills et *al.*, 1971).**

Les HDL transfèrent l'apoprotéine E aux VLDL, créant une particule d'IDL (Intermediate Density Lipoproteins). Avec la perte ultérieure de triglycérides, de phospholipides et d'apoprotéines, il se forme des LDL **(Goldstein et Brown, 1984).**

III.3.Les effets bénéfiques des acides gras polyinsaturés (AGPI): Il n'est pas évident d'un point de vue clinique, qu'une forte consommation d'AGPI puisse conduire à des effets néfastes. Au contraire, des résultats montrent que lorsque l'on place des graisses saturées par des AGPI en n-6, les patients sont moins enclins à développer des complications athérothrombotique **(De Caterina et *al.*, 1994 ; Harker et *al.*, 1993).**

Dans de nombreux cas, l'effet athérothrombotique des AGPI en n-3 est relativement faible, mais l'accumulation de ces différents effets sur les facteurs de risque diminue très significativement le risque cardiovasculaire, notamment via les facteurs de croissance, les cytokines et les molécules de signalisation; particulièrement lorsque ces AGPI sont consommés à long terme, par des individus en bonne santé. Cela permettent de dire qu'ils auraient un effet bénéfique sur la prévention du risque de cancer **(Lennan et *al.*, 1988).**

Généralement, lorsque les AGPI remplacent les acides gras saturés dans le régime, la concentration en cholestérol diminue **(Graille, 2003)**.

III.4. Les effets physiopathologiques des produits de dégradation des huiles de friture :

III.4. 1.Effet des monomères cyèliques: Les monomères cycliques ne sont présents qu'en très faibles quantités dans les corps gras (de 0.1 à 0.5% des acides gras d'huiles de friture). Cependant, ils ont été suspectés depuis longtemps de figurer parmi les composés les plus nocifs contenus dans les corps gras chauffés. Des études ont montré que les monomères cycliques formés à partir de l'acide linolénique sont beaucoup plus toxiques que ceux formés à partir de l'acide linoléique **(Compbe et Grangirard ,1992).**

III.4. 2.Effet des acides gras trans (AGT): Les acides gras trans sont des acides gras (AG) insaturés ayant au moins une double liaison en configuration trans qui sont produits par hydrogénation d'huile végétale, lors d'une friture ou d'un chauffage à haute température.
Les AGT ont des effets défavorables sur le taux de graisses dans le sang (entre autres, augmentation des taux de cholestérol -LDL, hausse de la teneur en triglycérides) et augmentent ainsi le risque des maladies athérosclérotiques (= vaisseaux bouchés). L'action des AGT alimentaires est prés de deux fois plus forte sur le rapport LDL/HDL que celle des acides gras saturés, c'est-à-dire que le risque de développer une maladie cardio-vasculaire est plus grand en cas de forte consommation des AGT que les acide gras saturés. De plus, les AGT favorisent les inflammations, influent sur le métabolisme des AG essentiels et augmentent le risque de diabète de type 2 chez les femmes. En plus de l'hypertension, les allergies qui sont provoquées par une consommation excessive des AGT dans l'alimentation, ces derniers peuvent contenir des agents mutagènes, promoteurs et carcinogènes, porteurs d'un risque de cancer du colon ou de l'appareil digestif **(Berne,2006 ; Pampeo,1989).**

III.4.3.Effet sur le foie et le rein: Les composés polaires formés dans les huiles de friture dégradées, entraînent l'augmentation du volume du foie et des reins, ce-ci est du a l'implication de ces deux organes dans. le mécanisme de détoxification **(Marques Ruiz et *al.*, 1992 ; Saari Csallany A, 1997).**

III.4. 4.Effet sur la mortalité: Selon **Causert (1982),** la mortalité est due à l'administration de la fraction de monomères cycliques, car elle est beaucoup plus toxique que la fraction de polymères et c'est surtout l'acide linolénique qui est incriminé dans la formation de ces composés.

La toxicité et les risques sanitaires de l'utilisation et l'abus des huiles et graisses de friture reste encore un grand souci pour les nutritionnistes et les toxicologues, car il y a graisse et graisse : toutes ne réagissent pas de la même manière à un type de chauffage déterminé **(Causert ,1982)**.

Plusieurs études de toxicité sur des composés de dégradation des huiles de friture tirent des conclusions qui devraient être considérées avec prudence en raison de la diversité des effets défavorables et pathologiques engendrés **(Boutella et *al.*, 2000)**. Le tableau ci-dessous résume les effets toxiques des espèces chimiques nouvelles sur la santé humaine.

Tableau. 2 . Les principaux produits de dégradation des huiles de friture et leurs effets physiopathologiques après leur ingestion **(Boutella et *al.*, 2000)**

Les produits de dégradation	**Absence relative**	**Les effets toxiques**
Hydro peroxydes	faible	-Dysfonctionnement enzymatique de la muqueuse intestinale. - Induction de la prolifération cellulaire du colon
Epoxydes, triglycérides et acides gras oxydés	Moyenne	-Hypertrophie hépatique. -Dysfonctionnement des enzymes hépatiques
Les composés secondaires	Moyenne élevée	-Hépatotoxicité, mutanogénocité.
Les monomères cycliques oxydés	Moyenne faible	-Retardement de croissance et mortalité.
Dimères et oligomères non oxydés	Moyenne élevée (à 200°C et faible teneur en O_2)	-Diarrhées
Dimères oxydés	Prédominant (T° élevée avec aération)	-Retardement de la croissance
Oligomères oxydées	Prédominant (temps et avec aération)	-Retardement de la croissance
Oxystérols variables	Athérogénocité	Cytotoxicité et mutagenocité.
Acides gras trans (AGT)	Moyenne faible	Risque de maladies cardiovasculaires.

Etude expérimentale

Matériel et Méthodes

المكتبة

II.1.Matériel:

II.1.1. Les huiles végétales:

Au cours de notre étude, quatre marques d'huiles végétales (Elio, Bonal, Safinor et Safia), les plus commercialisées dans la wilaya de Jijel aussi bien à travers le territoire national, ont été soumises à une analyse physicochimique afin de choisir l'une ayant une qualité inférieure. Cette dernière, nous servira pour le reste de notre étude.

Chaque huile a été caractérisée par ses indices de peroxyde, d'acide, de saponification, d'iode, et par sa composition en utilisant la Chromatographie Phase Gazeuse. ~~Le choix de~~ l'huile à friture ~~est basé sur son degré~~ d'insaturation (son ~~instabilité~~).

II.1.2. Pommes de terre:

Le projet a été réalisé sur la pomme de terre blanche, car c'est l'aliment le plus employé dans la friture. Sa composition relativement simple est majoritairement glucidique et ne contenant pratiquement pas de graisse fait d'elle un substrat de choix pour notre étude. Maniable et facile à découper en des formes géométriques différentes"frites" **(Arroyo, 1992)**.

Par ailleurs, le fait d'être pratiquement exempte de graisse simplifie énormément le travail car lorsqu'on frit des aliments gras, il se produit des interactions complexes (relargage, ajout, changements de composition,...) entre la graisse de friture et celle contenue dans l'aliment.

Le tableau 3 illustre la composition de la pomme de terre blanche (Variété *Ostara*)

Tableau .3. La composition de la pomme de terre blanche **(Arroyo, 1992)**.

composées	quantité
Glucide (matière fraîche)	77 ± 0.9%
Protéine (matière fraîche)	20.5 ± 0.2%
Matière grasse (matière fraîche)	0.2 ± 0.05%

II.1.3.~~Animaux~~:

Les animaux utilisés dans cette étude sont des souris mâles de souche **nmri suiss** (23-37g) fournis par l'institut Pasteur- Alger. Les 21 souris ont été soumises à une adaptation pendant 3 jours aux conditions environnementales de l'animalerie (température,…), avec eau et nourriture à volonté.

II.1.4. Aliment :

L'étude in vivo a été conduite avec un régime standard. L'aliment se présente sous forme de croquettes.

II.1.5. Souches Bactériennes:

Les bactéries lactiques utilisées lors de cette étude sont de genre *Lactobacillus*, présentant des aptitudes probiotiques *in vitro*. C'est *Lactobacillus plantarum*, *Lb.casei* ssp.*tolerans* et *Lb.delbrueckii* ssp.*bulgaricus* ayant comme origine les selles de Bébé et *Lactobacillus helveticus* et *Lactobacillus delbrueckii* ssp *delbrueckii* ayant comme origine le Jabot du poulet.

II.1.6. Lait fermenté :

Lors de notre étude on a utilisé un lait fermenté comportant les bactéries lactiques citées en **II.1.5**. Ce lait fermenté a été utilisé pour tester l'efficacité des produits lactofermentés à rétablir les séquelles causées par les huiles thermo oxydées chez les souris.

II.1.7. Appareillage :

L'essentiel du matériel utilisé lors de notre étude est le suivant :

- Un bain Marie;
- Une centrifugeuse électrique;
- Une balance analytique;
- Une plaque chauffante;
- Un appareil de chromatographie gazeuse couplée à la spectroscopie de masse GC - MS pour l'analyse des acides gras des huiles étudiées;
- Thermomètre pour mesurer la température;
- Vortex électrique pour homogénéiser les préparations ;
- Un bistouri
- Des lames en verre ;
- Une étuve pour sécher les coupes afin qu'elles ne se décollent pas ;
- Microtome.

II.1.8.Réactifs et produits chimiques :

Les produits chimiques et réactifs utilisés lors de notre étude se résument en :

- Solution acide acétique 0.5N;
- Solution de chloroforme;
- Solution iodure de potassium 30%, 133.33%;
- Solution thiosulfate de sodium0.1N;
- Amidon pour la préparation d'empois d'amidon;
- Solution Potasse alcoolique 0.5N, 1N;
- Solution aqueuse d'acide chlorhydrique 0.5N
- Solution alcoolique de phénol phtaléine à 1% comme indicateur de couleur;
- Solution de tétrachlorure de carbone pour la détermination de l'indice d'iode;
- L'iode en poudre pour la préparation du réactif de Hübl utilisé pour la détermination de l'indice d'iode;
- Chlorure mercurique en poudre, entre également dans la préparation de réactif de Hübl ;
- Solution méthanolique d'acide chlorhydrique.
- Solution hexane;
- Solution heptane utilisée pour la préparation des esters méthyliques lors de la séparation des acides gras par la chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse;
- Solution d'isobutanol-éthanolique pour le calcule de l'indice d'iode;
- Solution méthanolique d'acide chlorhydrique;
- Plasma sanguin;
- Formol neutre : Formaldéhyde (35 à 40 %) 10 ml ; Eau distillée (90 ml);
- Solution Bouin alcoolisée;
- Solution toluéne;
- Solution alcool éthylique;
- Solution hématoxyline de Harris;
- Solution éosine.

II.2.Méthodes:

II.2.1. Echantillonnage et prélèvement des échantillons:

Lors de notre étude, quatre marques d'huiles végétales ont été achetées auprès de quatre magasins « Superettes », dont le volume est à raison d'un litre pour chaque marque par superette.

Parallèlement, on a mené une petite enquête de motivation et de consommation dont des échantillons d'huiles à friture ayant déjà servi ont été prélevés auprès de quelques restaurants de la Daïra de Jijel. L'échantillonnage consiste à remplir des flacons de verre de capacité de 250ml. Les échantillons vont subir un contrôle physico-chimique et les résultats ainsi obtenus seront comparés à ceux des huiles traitées au niveau du laboratoire.

II.2.2.Traitement des huiles par la chaleur ou thermo-oxydation:

Ce test a pour but de provoquer la thermo oxydation d'une huile végétale en absence et en présence d'aliment, pomme de terre, dans des conditions de friture profonde (240°C), le chauffage a été réalisé dans une friteuse ménagère couverte (pour diminuer le contact avec l'air).

Pour la thermooxydation en présence d'aliment, le bain d'huile renfermant 4 litres d'huile est chauffé pendant 30minutes où la température atteint 240°C. A ce moment, on introduit 300 g de pomme de terre épluchée, coupée et égouttée dans le bain d'huile jusqu'à cuisson des frites (10 min / friture). Cette huile est utilisée pour 30 fritures (figure 2).

Pour chaque trois fritures, on prélève 100 ml d'huile. Les échantillons ainsi prélevés sont conservés à température ambiante et à l'abri de la lumière (enveloppés dans du papier aluminium).

A noter que la cuisson des frites a été réalisée sans sel afin d'empêcher la déshydratation.

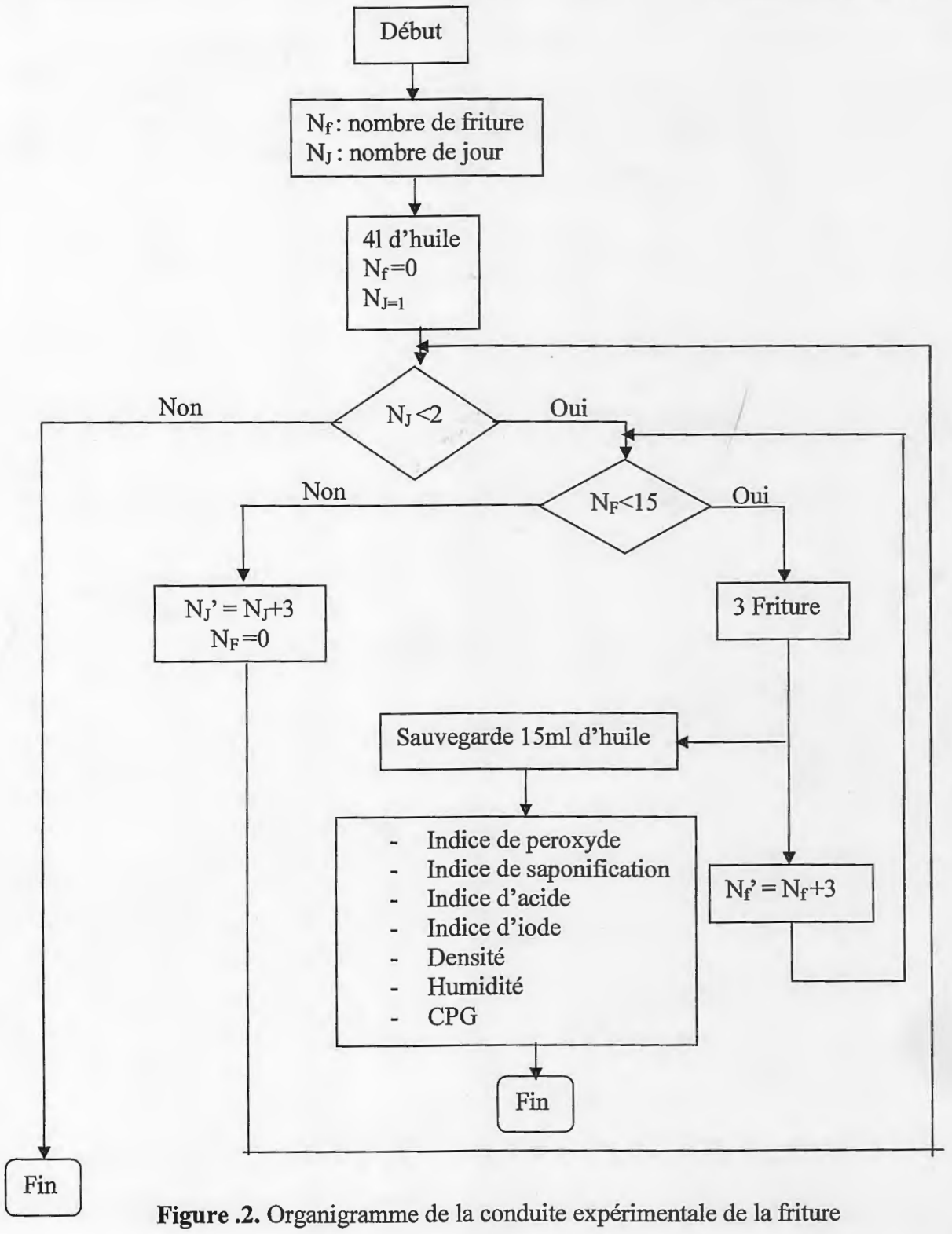


Figure .2. Organigramme de la conduite expérimentale de la friture

II.2.3. La préparation du lait fermenté :

La préparation du lait fermenté consiste à dissoudre 12g du lait écrémé dans 100ml d'eau distillée suivie d'une pasteurisation au bain Marie bouillant durant 15 min. Après le refroidissement du lait à 37°C, on procède à son ensemencement avec un mélange de bactéries lactiques composé d'espèces citées en **II.1.5.** Le lait ainsi ensemencé est incubé à 37°C jusqu'à coagulation.

II.2.4.Contrôle physico-chimique des huiles :

II.2.4.1. Indice de peroxyde: Il a été réalisé selon la méthode **Harwood (1984).** Cette méthode consiste d'abord à préparer les produits et réactifs suivants : Un mélange acide acétique/chloroforme dans les proportions 3v/2v. Une solution d'iodure de potassium (KI) est obtenue en dissolvant 13.33 g de KI dans 10 ml d'eau distillée dans un flacon brun, celle d'amidon a été obtenue en dissolvant 1g d'amidon dans 200 ml d'eau distillée (la solution a été portée à ébullition pendant quelques secondes, puis mise au réfrigérateur). Une solution de thiosulfate de sodium (0,1 N) a été utilisée pour le titrage.

Pour la détermination de cet indice : 5 g d'huile a été dissout dans 30 ml du mélange acide acétique/chloroforme. La solution de KI a été ajoutée à raison de 0,5 ml, suivie d'une agitation pendant 1 min exactement. La réaction a été arrêtée par l'addition de 30 ml d'eau distillée. La titration a été réalisée par la solution de thiosulfate de sodium 0,1 N en présence de 20 gouttes d'empois d'amidon.

L'indice de peroxyde est donné par la formule :

$$I_p = (V_{blanc} - V_{essai})\ 80 / 5P \quad (\text{Meq d'}O_2 / \text{g d'huile})$$

- V_{essai}: volume de thiosulfate de sodium utilisé dans l'essai (ml)
- V_{blanc} : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour le témoin (ml)
- **P** : la prise d'essai (g)

II.2.4.2. Indice d'acide (Lecoq, 1965):

On pèse 10 ml d'huile, puis on ajoute 10 ml de KOH, 10 ml de solution d'isobuthanol-éthanol et 3 gouttes de solution de phénophtaléine. La titration est réalisée avec de l'acide chlorhydrique 0.5 N jusqu'à décoloration.

L'indice d'acide est donné par la formule :

$$I_a = (V_{témoin} - V_{essai})\ N_{HCl}\ PM_{KOH} / P$$

- V_t : le volume en ml de l'HCL utilisé pour le titrage de la potasse du blanc
- N_{HCL} : normalité de la solution de l'hydroxyde de chlorure ;
- PM_{KOH}:la masse moléculaire du KOH titré;
- **P** : poids en gramme de la prise d'essai.

II.2.4.3.L'indice d'iode (Lecoq, 1965):

La détermination de cet indice nécessite la préparation du réactif de **Hübl** 24 heures à l'avance et le conserver à l'abri de la lumière. Sa préparation consiste à dissoudre d'une part 25g d'iode dans 500ml d'alcool éthylique pur à 96°; et d'autre part 20g de chlorure mercurique dans la même quantité d'alcool. Le réactif est obtenu par le mélange à volumes égaux des deux solutions précédentes.

Détermination de l'indice : On pèse 0.3 g d'huile dans un Erlen Meyer et le dissoudre dans 10 ml de tétrachlorure de carbone, puis on ajoute 25 ml de réactif de Hübl. L'Erlen est bouché et agité. Cette préparation est abandonnée à l'obscurité pendant 12 à 24heures.

Après cette période, on ajoute 20 ml de la solution d'iodure de potassium à 30% et 300 ml d'eau distillée. La titration d'iode libéré se fait par le thiosulfate de sodium 0.1 N en présence d'empois d'amidon. A noter qu'il faut agiter énergiquement à la fin du dosage

pour permettre à l'iode dissous dans le tétrachlorure de carbone de repasser en solution aqueuse.

On effectue simultanément une réaction à blanc sans huile.

L'indice d'iode est exprimé par la formule suivante :

$$\mathbf{I_i} = 1.269\ (N_{\text{témoin}} - N_{\text{essai}}) / P$$

- $\mathbf{N_{essai}}$**:** le nombre de ml de thiosulfate de sodium **0.1N** versés dans le dosage proprement dit ;
- $\mathbf{N_{blanc}}$ **:** le nombre de ml de thiosulfate de sodium **0.1N** versés dans le témoin ;
- **P** : la prise d'essai (g).

II.2.4.5. Indice de saponification (Lecoq, 1965) :

Dans un Erlen de Meyer, introduire 1 g d'huile et 25 ml de potasse alcoolique, agiter pour dissoudre puis porter le mélange à ébullition au bain marie bouillant pendant 5 minutes; avec agitation de temps en temps.
Verser ensuite 5 gouttes de phénophtaléine et titrer l'excès de potasse avec l'acide chlorhydrique 0.5 N jusqu'à décoloration. Effectuer parallèlement une réaction à blanc dans les mêmes conditions que précédemment décrites mais sans matière pour titrer la solution de potasse en jeu .

L'indice de saponification est donne par la formule :

$$\mathbf{I_s = (N_{HCl\ témoin} - N_{HCl\ essai})\ N_{HCl}\ PM_{KOH} / P}$$

- $\mathbf{N_{essai}}$**:** le nombre de ml d'HCl **0.5N** utilisé lors du dosage proprement dit ;
- $\mathbf{N_{témoin}}$ **:** le nombre de ml HCl **0.5N** utilisé dans le témoin ;
- **P** : la prise d'essai (g) ;
- $\mathbf{PM_{KOH}}$ **:** 56.1 g/ml.

II.2.4.6. pH (Lecoq, 1965): La mesure du pH consiste à plonger l'électrode du pH-mètre dans l'échantillon et lire la valeur enregistrée sur l'écran.

II.2.4.7. Humidité (Lecoq, 1965):

5 g d'échantillon est pesé dans un creuset déjà séché et pesé, le creuset contenant l'échantillon à tester est laissé pour une heure dans l'étuve fixée à 104°C. Ensuite cette portion est laissée refroidir puis pesée.
Les opérations de chauffage, de refroidissement et de pesage sont répétées plusieurs fois et ceci en utilisant des périodes successives de 15 minutes jusqu'à ce que la perte en masse entre deux pesés successives est nulle.

Les résultats sont calculés selon la formule suivante :

$$\textbf{Humidité (\%)} = (P_1 - P_2).\ 100/P_1 - P_0$$

Avec :

- $\mathbf{P_0}$**:** poids du récipient vide;
- $\mathbf{P_1}$**:** poids de l'échantillon et du récipient avant séchage;
- $\mathbf{P_2}$ **:** poids de l'échantillon après séchage.

II.2.4.8. La densité (Lecoq, 1965):

Dans un bêcher, on pèse un volume bien déterminer d'huile **(20ml)**, dans un autre bêcher on pèse le même volume d'eau **(20ml).** La densité est obtenue par application de la formule suivante:

$$\textbf{Densité} = m/m'$$

Avec :

- **m:** masse de 20ml d'huile;
- **m':** masse de 20ml d'eau.

II.2.4.9.Détermination du point de fusion et de solidification (Tremolieres et *al.*,1984) :

Un échantillon d'huile étudiée est introduit dans un tube à essai. L'échantillon est ensuite laissé pendant quelque temps au réfrigérateur en vérifiant l'état de solidification de temps à autre. Dés qu'on observe la prise en masse de l'échantillon, on le retire et on détermine la température de solidification à l'aide d'un thermomètre. Ensuite, le même tube est porté au bain marie tiède, pour la détermination de la température de fusion.

II.2.4.10. Détermination du point de fumée (Lecoq, 1965):

Un volume de **20ml** de l'huile étudiée est transféré dans un creuset. Celui-ci est placé sur une plaque chauffante pour être chauffé jusqu'à ce que la fumée devienne visible. A ce moment, on enlève le creuset et on mesure par un thermomètre la température.

II.2.5. Détermination de la composition en acides gras par GC-MS (Ollivier et *al.*, 2006):

Dans un tube à bouchon vissant, on pèse 20mg d'huile, on ajoute 0.5 ml d'heptane et on agite, on ajoute ensuite 0.2 ml de la solution méthanolique (2N) d'hydroxyde de sodium, le tube et bouché à l'aide d'un joint et porté au bain thermostaté à 60°C pendant 30 secondes à 1 minute puis on agite pendant 10 secondes, on ajoute ensuite 0.2 ml d' HCl à 2 moles/l, après agitation, on transvase dans un tube en verre, on laisse décanter.

Après la décantation, on prélève 100µl de la phase supérieure dans un tube en verre, et on fait évaporer en milieu ventilé. On fait reprendre cette quantité par 50µl d'heptane. On laisse séparer jusqu'à ce que la phase supérieure devienne claire. Enfin la phase supérieure contenant les esters méthyliques est récupérée.

Les esters méthyliques sont injectés dans un chromatographe phase gazeuse de type SHIMADZU QP2010, les conditions opératoires à respecter, pour avoir un chromatogramme sont portées sur le tableau 4.

Tableau .4. Caractéristiques de l'appareillage et barème.

Variables	**Valeurs/conditions**
Colonne	Longueur: 2 à 4m. Diamètre intérieurs: 4mm
Support	Granulométrie entre 160 et 200 µm
Taux d'imprégnation de la phase stationnaire	15 à 25%
Gaz vecteur	Hélium
Gaz auxiliaires	Néant
Température de l'injection	De 40 à 60°C
Température de la colonne	180 à 200°C
Débit de gaz vecteur	Généralement compris entre 60et 80 ml/min
Volume injecté	0.5 µl

II.2.5. Etude de la toxicité des huiles thérmooxydées (*in vivo*):

L'expérimentation animale consiste dans une première étape à déterminer chez les souris les effets physiopathologiques des régimes contenant de l'huile de la dernière friture (30ème friture) ainsi que l'huile la plus altérée collectée auprès des restaurateurs.

Dans une deuxième étape, les souris ont reçu des régimes contenant du lait fermenté afin de révéler les effets bénéfiques d'une alimentation lactofermentée (Alicament).

Au cours des deux périodes d'étude, les taux des lipides sériques à savoir, le cholestérol, les triglycérides et les lipoprotéines sériques (HDL, LDL) ont été déterminés. En plus de ces paramètres, la croissance corporelle, le poids des organes et l'indice hépatosomatique ont été également évalués.

Parallèlement des coupes histologiques ont été réalisées.

II.2.5.1. Régime alimentaire et répartition des lots:

21 souris de sexe masculin ont été réparties en 3 lots. Les animaux ont reçu le même régime alimentaire en période d'adaptation (3 jours).
Lors de la période expérimentale, les souris reçoivent le même régime alimentaire mais la différence réside en ce qui suit:
Lot T: les souris de ce lot témoin reçoivent l'aliment standard ;
Lot H: les animaux de ce lot reçoivent l'aliment imbibé d'huile de la dernière friture (30^{éme} friture). Chaque animal consomme une moyenne de 2 à 2.5 ml d'huile par Jour / 10j.
Lot R: Les animaux de ce lot reçoivent l'aliment imbibé d'huile le plus altérée récupérée des restaurants. Chaque animal consomme une moyenne de 2 à 2.5 ml d'huile par Jour / 10j.
Après 10 jours de traitement avec de l'huile, les animaux des lots 2 et 3 reçoivent du lait fermenté pendant une période équivalente de 10 jours.

Photo.1. La répartition des lots

II.2.5.2.Paramètres évalués et coupes histologiques :

a. Mesures pondérales: Au cours de cette étude in vivo, on a mesuré quelques paramètres pondéraux à savoir:

• **Gain de poids:**Le gain de poids est la différence entre le poids final et initial de la souris .Nous pesons les animaux avant chaque période de manipulation.

• **L'indice hépato somatique (IHS) (Varela et *al.*, 1995) :** Les animaux sont pesés avant leur sacrifice. Après le sacrifice de deux animaux de chaque lot expérimental, le foie est prélevé et pesé. L'indice hépato somatique est déterminé selon la formule suivante:

$$IHS = \frac{\text{Poids du foie (g)}}{\text{Poids du corps (g)}} \times 100$$

• **Poids des organes** : On a pris en considération le poids des organes suivants : le cœur, le foie, les reins, les poumons, le duodénum, l'estomac et le pancréas.

b. Les paramètres lipido - plasmatiques:

• **Prélèvement sanguins:** La technique de prélèvement du sang se fait par l'incision de la veine jugulaire gauche en utilisant une lame Gillette. On recueille le sang dans un tube hépariné pour éviter la coagulation, le sérum est récupéré par centrifugation à 3600tr/15min, puis transféré à l'aide d'une micropipette dans des tubes eppendrof secs.
Deux prélèvement de sang ont été réalisés : au 10ème jour, après l'arrêt de la supplémentation en huiles thérmooxydées et au 20éme jours de l'expérimentation (après 10 jours de l'apport de lait fermenté).

Photo .2. Technique de prélèvement du sang

• **Les paramètres à évaluer:** On a procédé au dosage des paramètres suivants :

Dosage des triglycérides (TG) et du cholestérol total (CT) (Burstein et *al.*, 1970): Un volume de 250 µl de sérum est additionné de cholestérol estérase . Après une agitation et un repos de 10 min, on centrifuge 15 min à 3600tr/min puis on passe à la lecture dans un appareil de type **semi-automate.**

Dosage des HDL-Cholestérol sérique (Burstein et *al.*, 1970): Un volume de **250**µl de sérum est additionné de 25 µl de réactif de cholestérol. Après une agitation et un repos de 10 min, on centrifuge15 min à 3600tr/min puis on passe à la lecture dans un appareil de type **semi-automate**

Calcul du taux LDL-Cholestérol sérique (Freidewald , 1972): La concentration des LDL-cholestérol est calculé selon la formule suivante:

LDL -Cholestérol= CT- (HDL - Cholesterol) – TG /5 (mg/dl).

Où:
CT : cholestérol total ;
LDL-C: concentration LDL- cholestérol ;
HDL-C: concentration HDL- cholestérol;
TG: Concentration des triglycérides.

c. Coupes histologiques (Chamkhia et *al.*, 2003) :

Les coupes histologiques ont été réalisées sur le Foie. Le protocole technique pour l'étude histopathologie, utilisé lors de notre étude est le suivant :

1. Fixation: Elle doit se faire immédiatement après le prélèvement des organes, par immersion de ces derniers dans un grand volume de liquide de Bouin (au moins 10 fois supérieur à celui du matériel à fixer).

2.La déshydratation : se fait directement dans des bains successifs de 20 minutes d'éthanol de degré croissant (60°,80°,95° et 100°), afin que les fluides se substituent les uns aux autres jusqu'à l'imprégnation dans la paraffine.
• Un éclaircissement est fait par du Xylène.
3. Imprégnation en paraffine : Elle est effectuée dans une paraffine maintenue à l'état liquide par un séjour dans une étuve dont la température est réglée légèrement au-dessus de son point de fusion. Lorsque l'imprégnation est complète, la pièce est retirée et placée dans un bain de paraffine que l'on fait durcir à la température du laboratoire : on obtient ainsi un bloc prêt à être coupé.

4. La « mise » en blocs : Une fois les pièces imprégnées de paraffine, elles sont incluses dans un bloc de paraffine afin de permettre la coupe au microtome : C'est l'enrobage

5. Le refroidissement : Le refroidissement est généralement obtenu en laissant reposer la paraffine à la température du laboratoire.

6. La finition du bloc : Si l'on ne dispose pas de cassettes d'inclusion, le bloc, après refroidissement et démoulage, doit être retaillé afin de nécessiter un minimum de dégrossissage au microtome et permettre une coupe plus aisée

- **Angle du rasoir :** il doit être réglé à 3 à 5°, ce qui donne de bons résultats pour des blocs d'une consistance moyenne. Incliner un peu plus le rasoir si la coupe est difficile. Ex : tissus mous.

- **Dégrossissage du bloc** : il est d'abord nécessaire, pour obtenir la totalité de la surface du prélèvement inclus en paraffine, de **dégrossir le bloc**.

7. Coupe et étalement : chaque bloc est débité à l'aide d'un microtome en coupes sériées de 5µm d'épaisseur, les coupes sont étalées et collées sur des lames avec un gel de la gélatine à 2%puis séchées pendant une nuit dans une étuve réglée à une température de35-42°C.

8. Coloration et montage: avant la coloration on procède au déparaffinage des coupes avec trois bains successifs de 15 minutes chacun dans le toluène et deux bains d'alcool éthyliques absolu. Les coupes sont ensuite réhydratées par l'eau distillée (1 à 2min), puis sont colorées par l'Hématoxyline de Harris pendant 4 minutes suivie de l'éosine (5 à 7min). Après la coloration, les lames sont passées dans deux bains successifs d'alcool éthylique absolu pendant 15 minutes. Le montage se fait à l'aide de l'Eukit placé entre lame et lamelle. La préparation est séchée à température ambiante.

- Observation microscopique

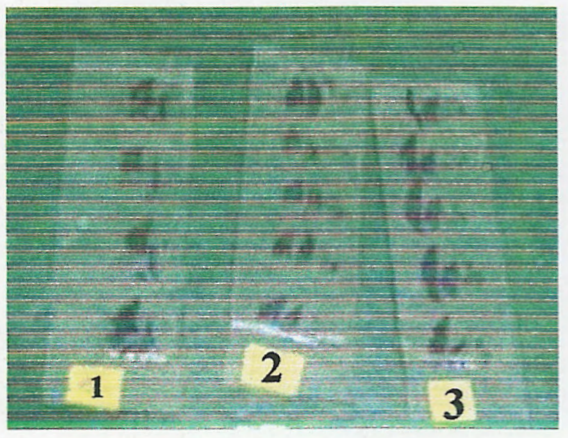


Photo.3. La fixation sur les lames

Résultats et Discussion

III.1.Contrôle physicochimique des huiles fraîches:

Les caractéristiques de base des différentes huiles présentées dans le tableau 5 confirment le caractère insaturé des acides gras des huiles, Bonal et Safinor avec des indices d'iode respectifs de 133.45 g d'iode/100g et 116.53 g d'iode/100g d'huile. Toutefois l'huile à labelle Safia, avait un indice d'iode de 86.29 g d'iode/100g, et apparaît ainsi comme l'huile la plus concrète.

On remarquera toutefois que l'huile de marque Elio, en raison de son indice de saponification élevé (220.64 mg de KOH/g) par rapport à celui des autres huiles, sembla plus riche en acides gras saturés à courte ou moyenne chaîne.

Tableau .5. Les caractéristiques physicochimiques des quatre huiles.

Caractéristiques physicochimiques	**Elio**	**Bonal**	**Safia**	**Safinor**
Indice de peroxyde (meq d'O_2/Kg)	2.56	2.56	2.88	2.24
Indice d'iode (g d'iode/100g)	89.04	133.45	86.29	116.05
Indice de saponification (mg de KOH/g)	220.64	215.89	145.86	117.81
Indice d'acidité (mg de KOH/g)	8.62	1.80	9.84	5.99
pH	6.64	6.59	6.51	6.48
Humidité (%)	0.19	2.10	0.46	2.60
Densité (g/cm^3) à 20°C	0.66	0.72	0.97	0.88
Impuretés (%)	0.40	0	0.20	0.40
Point de solidification (°C)	0	1.80	3.10	1.00
Point de fumée (°C)	226	233	227	233
Point de fusion (°C)	14.0	14.2	15.2	15.0

Il convient toutefois de souligner que les valeurs relativement élevées de l'indice d'acide des trois huiles, Elio, Safia et Safinor peuvent être attribuées au fait que ces dernières étaient conservées pendant plus de six mois au froid ; ce qui suppose qu'il y ait pu avoir une initiation à la dégradation de leurs triglycérides lors de leur stockage **(Ndjouenkeu, 2001).** Par contre, la marque Bonal présente un indice d'acide relativement faible (1.80 mg de KOH/g) par rapport à celui du reste, ceci renseigne sur un taux faible en acides gras libres dans cette huile.

Par ailleurs, les résultats montrent que les quatre huiles présentent un indice de peroxyde faible qui ne dépasse pas la norme (max10 meq d'O_2 /Kg d'huile) ce qui permet de dire qu'il y a formation d'une faible quantité de peroxydes. Selon **Adrian et *al.* (1998),** la formation de cette faible quantité de peroxydes signifie que l'on se situe aux premiers stades de l'oxydation.

D'après les résultats du même tableau, l'huile Safia à le point de fusion le plus élevé estimé à 15.2°C et par conséquent elle a le point de solidification le plus grand évalué à 3.1°C, elle se caractérise également par la densité la plus élevée, 0.97g/cm^3 qui semble être supérieure aux normes limites 0.910 - 0.916 g/cm^3.

Cependant l'huile Elio a le point de fusion le plus faible, estimé à 14°C et par conséquent le point de solidification le plus bas et elle se caractérise par la densité la plus basse (0.66 g/cm^3) qui est inférieure à la norme. Toutefois, les deux marques d'huiles restantes présentent des résultats intermédiaires.

Les résultats des valeurs du pH ont montré que ce paramètre vari entre pH 6.48 et pH 6.64 dont la valeur maximale, 6.64 est observée avec l'huile Elio. Ces résultats sont en accord avec ceux rapportés par **Baccioni (2002)** qui signale que le pH optimum doit être proche du neutre avec des variations tolérables se situent entre pH5.5 et pH8.

Concernant, l'humidité des huiles, il apparaît que cette dernière varie de 0.19% à 2.6% dont la valeur maximale, 2.6% est enregistrée avec l'huile Safinor. Ainsi et d'après ces résultats, il apparaît clairement que les quatre huiles présentent des valeurs supérieures à la norme (max 0.05 à 0.1%) ce qui révèle leur caractère humide. Ce taux d'humidité aura des conséquences sur la qualité future de l'huile lors de son entreposage.

La lecture des résultats ci dessus montre que les huiles étudiées présentent des teneurs faibles en impuretés dont la teneur maximale est trouvée avec les huiles, Safinor et Elio 0.4%, en revanche les résultats montrent que l'huile Bonal a subit une excellente purification pour laquelle, elle est indemne d'impuretés (0%).

Enfin, à l'exception de l'huile Bonal, les résultats obtenus avec les trois autres huiles confirment qu'il y a une défaillance dans leur raffinage, car ce dernier vise essentiellement à éliminer les impuretés **(Evrard et *al.*, 2007).**

III.2. Résultats d'analyse par GC-MS :

Les résultats de l'analyse chromatographique des esters méthyliques sont résumés dans le tableau 6. Ces résultats permettent de constater que les quatre huiles renferment toutes des acides gras courants, avec une nette prédominance de l'acide linoléique C18 :2 qui varis entre 51.44 % et 60.55%, suivi de l'acide oléique C18 :1 avec une teneur variable entre 20.97% et 23.78% et de l'acide palmitique C16 :0, ce dernier était compris entre 10.96% et 24.50%. Toutefois, on note une faible quantité d'acide stéarique C18 :0 dont les proportions étaient de 4.71%, 3.60%, 3.09% et 3.85% au profit des huiles de marque Safia, Safinor, Elio et Bonal respectivement.

L'huile Safia montre le plus fort pourcentage en acide linoléique, 60.55% et en acide oléique 23.78% à la fois. La plus forte teneur en acide palmitique est obtenue avec l'huile Elio (24.5%). L'acide stéarique, composant, minoritaire, a approximativement le même pourcentage pour les quatre huiles.

Tableau.6. La composition en acides gras des quatre huiles.

	AG	Safia	Safinor	Elio	Bonal
AGS	**C16 :0**	10.96%	18.18%	24.50%	15.53%
	C18 :0	4.71%	3.60%	3.09%	3.85%
AGMI	**C18 :1**	23.78%	21.45%	20.97%	23.06%
AGPI	**C18 :2**	60.55%	56.77%	51.44%	57.57%

Les chromatogrammes illustrés par les figures 3,4 , 5 et 6 représentent les résultats de la séparation des acides gras des huiles étudiées par la GC-MS.

Ainsi, pour l'huile Safia, l'analyse chromatographique dure 24 minutes et fait montrer 5 piques. Le 1er pique apparaît après 10 min d'élution avec un pourcentage de 10.96% de l'ensemble de la surface des piques révélés, l'analyse qualitative fait montrer qu'il s'agit d'un C16 :0 qui correspond à l'acide palmitique ; le 2ème pique semble le plus représentatif pour cette huile, il apparaît après 19 min d'élution avec un pourcentage de 60.55% de l'ensemble des surfaces des piques révélés, il correspond à un C18 :2 qui est l'acide linoléique.

Le 3ème et le 4ème piques représentent le même acide gras qui est le C18 :1 qui correspond à l'acide oléique avec un pourcentage de 23.78%. Le dernier pique représente l'acide stéarique C18 :0 avec un pourcentage de 4.71%.

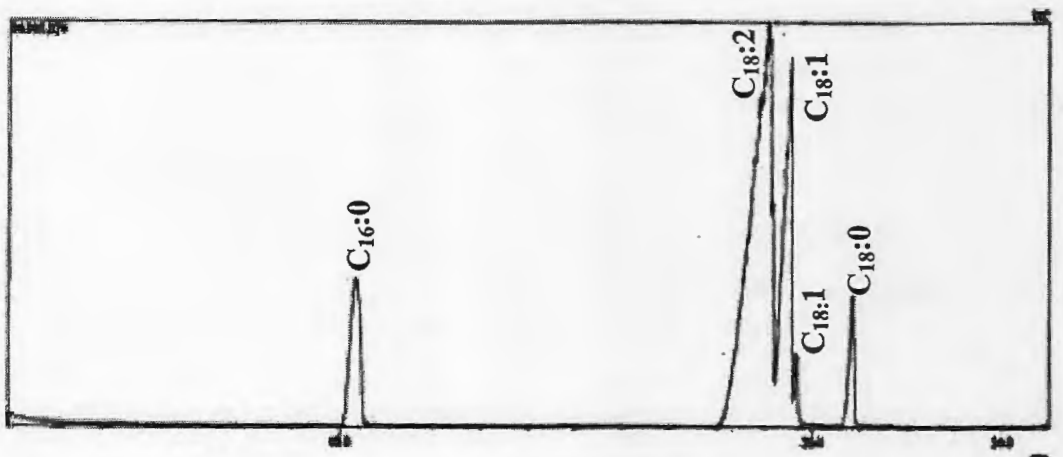


Figure .3. Chromatogramme des acides gras de l'huile Safia

Pour l'huile Safinor, l'analyse chromatographique dure 24 minutes et fait montrer 5 piques dont le 1er apparaît après 10 min d'élution avec un pourcentage de 18.18% de l'ensemble de la surface des piques révélés, l'analyse qualitative a montré qu'il s'agit d'un C16 :0 qui correspond à l'acide palmitique ; le 2ème pique semble le plus représentatif pour cette huile, il apparaît après 18 min d'élution avec un pourcentage de 56.77% de l'ensemble des surfaces des piques révélés, il correspond à un C18 :2 qui est l'acide linoléique.

Le 3ème et le 4ème piques représentent le même acide gras qui est le C18 :1 qui correspond à l'acide oléique avec un pourcentage de 21.45%. Le dernier pique représente l'acide stéarique C18 :0 avec un pourcentage de 3.60%.

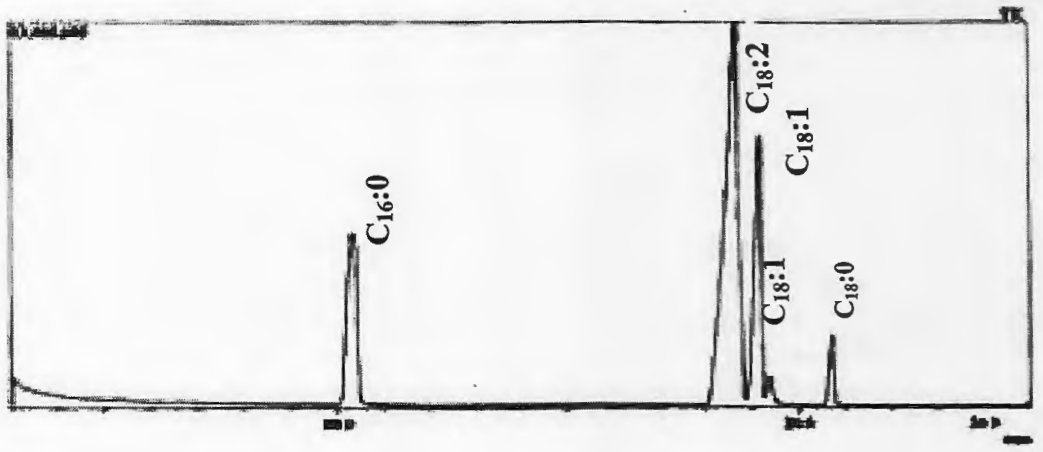


Figure.4. Chromatogramme des acides gras de l'huile Safinor

Pour l'huile Elio, l'analyse chromatographique dure 24 minutes et fait montrer 5 piques, le 1er pique apparaît après 10 min d'élution avec un pourcentage de 24.50% de l'ensemble de la surface des piques révélés, et correspond à un C16 :0 qui est l'acide palmitique ; le 2ème pique semble le plus représentatif pour cette huile, il apparaît après 18 min d'élution avec un pourcentage de 51.44% de l'ensemble des surfaces des piques révélés, il correspond à un C18 :2 qui est l'acide linoléique.

Le 3ème et le 4ème piques représentent le même acide gras qui est le C18 :1 qui correspond à l'acide oléique avec un pourcentage de 20.97%. Le 5ème pique représente l'acide stéarique C18 :0 avec un pourcentage de 3.09%.

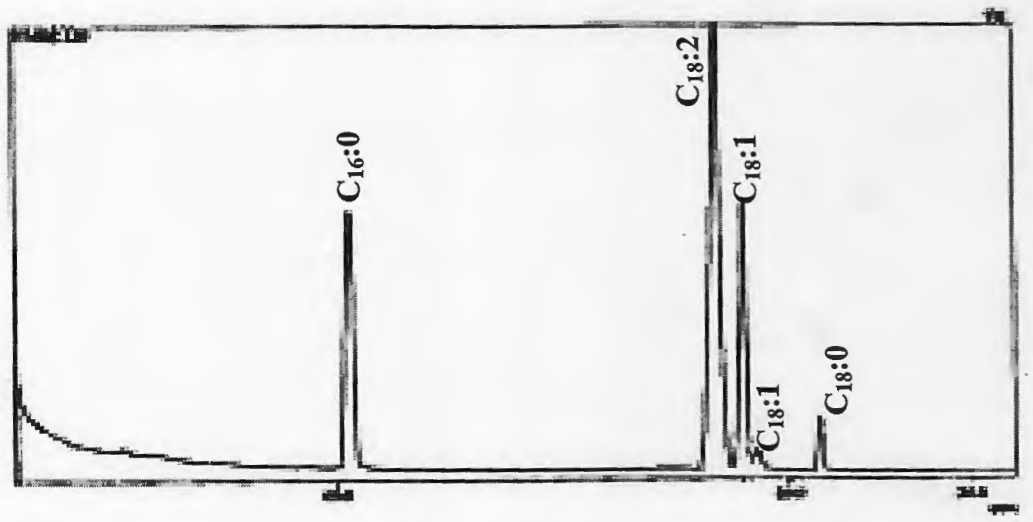


Figure.5. Chromatogramme des acides gras de l'huile Elio

Enfin, pour l'huile Bonal, l'analyse chromatographique (Figure 5) dure 24 minutes et fait montrer 5 piques, le 1er pique apparaît après 10 min d'élution avec un pourcentage de 15.53%, dont l'analyse qualitative fait montrer qu'il s'agit d'un C16 :0 qui correspond à l'acide palmitique ; le 2ème pique semble le plus représentatif pour cette huile, il apparaît après 18 min d'élution avec un pourcentage de 57.57% de l'ensemble des surfaces des piques révélés, il correspond à un C18 :2 qui est l'acide linoléique.

Le 3ème et le 4ème piques représentent le même acide gras qui est le C18 :1 qui correspond à l'acide oléique avec un pourcentage de 23.06%. L'acide stéarique C18 :0 est représenté par le 5ème pique avec un pourcentage de 3.85%.

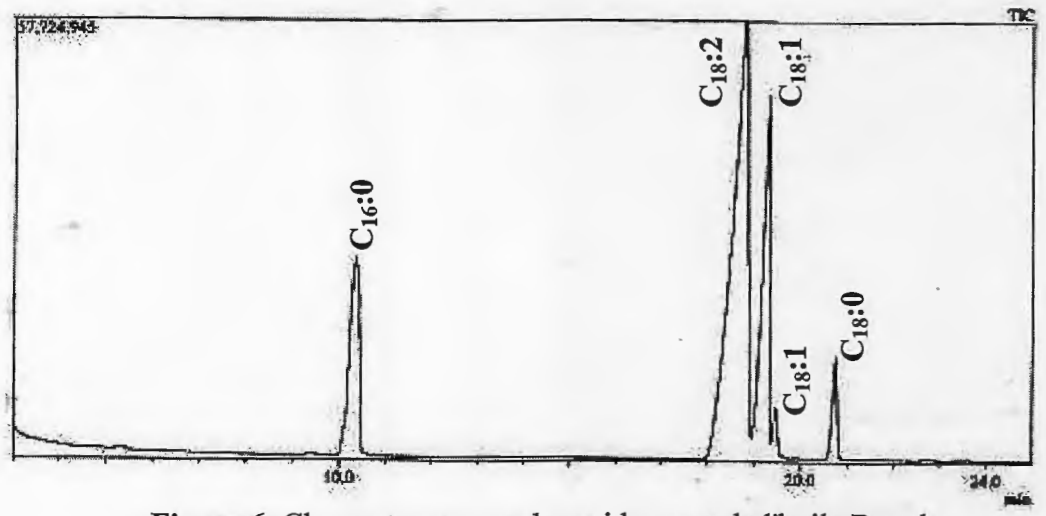


Figure.6. Chromatogramme des acides gras de l'huile Bonal

En se basant sur les résultats de la chromatographie en phase gazeuse et ceux de l'indice d'iode des quatre marques d'huiles analysées, on a choisi celle de Bonal pour faire la thermooxydation en présence et en absence des frites.

III.3.Contrôle physicochimique d'huile au cours de la thermooxydation :

III.3.1. Indice de peroxyde:

L'augmentation de l'indice de peroxyde est liée à l'activation oxydative due au traitement thermique. Le tableau ci-dessous nous donne les résultats obtenus en meq d'O_2/kg d'huile.

La lecture des résultats de tableau 7 nous montre une évolution progressive de l'indice de peroxyde de l'huile fraîche au cours de la période de l'oxydation thermique répétée jusqu'à atteindre un niveau maximal, estimé à 7.91 meq d'O_2/kg d'huile après une application répétée de 15 fois (H15). En revanche, au-delà de cette période, l'effet inverse est observé, où on assiste à une diminution très nette de cet indice pour atteindre une valeur de 2.30 meq d'O_2/kg à la dernière analyse correspondant à une thermo oxydation de 300minutes (H30).

Tableau.7. Evolution de l'indice de peroxyde en fonction du temps de chauffage et du nombre de fritures.

Huiles	Temps (min)	Ip (meq d'O_2/Kg)	Nombre de friture	Ip (meq d'O_2/Kg)
H0	0	2.56	**huile**	2.56
H3	30	3.36	**3éme Friture**	3.90
H6	60	4.82	**6éme Friture**	5.75
H9	90	5.72	**9éme Friture**	7.90
H12	120	6.22	**12éme Friture**	8.25
H15	150	7.91	**15éme Friture**	10.25
H18	180	6.55	**18éme Friture**	9.60
H21	210	5.98	**21éme Friture**	8.01
H24	240	4.21	**24éme Friture**	7.22
H27	270	3.11	**27éme Friture**	6.82
H30	300	2.30	**30éme Friture**	5.72

L'analyse des résultats du même tableau, nous laisse constaté que la friture répétée entraîne une augmentation de cet indice de manière analogue à l'application de la thermooxdation sans aliment mais avec des différences de chiffre. Il apparaît également que cet indice augmente progressivement pour atteindre un maximum de 10.25 meq d'O_2/kg après 15ème friture, au-delà, il regresse pour atteindre une valeur finale de 5.72 meq d'O_2/kg d'huile. On peut dans ce cas supposer que les peroxydes formés, en raison de leur caractère instable, sont complètement décomposés au cours du chauffage, d'où la décroissance de l'indice de peroxyde **(Ndjouenkeu, 2001)**.

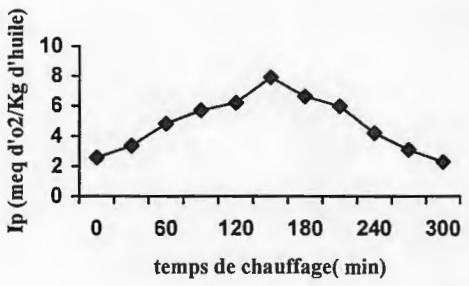


Figure .7. Evolution de l'**Ip** en fonction du temps de chauffage

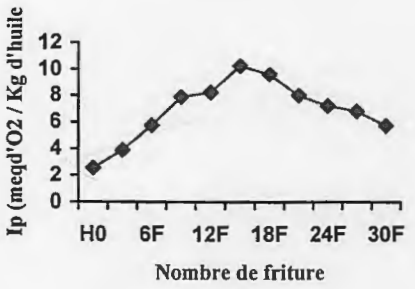


Figure .8. Evolution de l'**Ip** en fonction de nombre de friture.

Ceci a été constaté par plusieurs auteurs dont **Guillaum (1969), El-Shami (1992), Petukov (1993) et Kristott (2002),** qui ont rapporté que la formation de peroxydes à partir des AGI dépendrait de leur libération, à partir des triglycérides, par hydrolyse.

La comparaison de la variation des valeurs de l'indice de peroxyde de l'huile chauffée sans aliment (thermooxydation) et celle de l'huile chauffée avec aliment (friture) montre que l'activation oxydative de l'huile est plus importante en présence d'aliment qu'à son absence, ceci peut être justifié par l'effet de l'aliment qui en raison de sa teneur élevée en eau favorise l'hydrolyse des acides gras insaturés.

III.3.2.Indice d'acide:

L'indice d'acide est la principale mesure de la dégradation hydrolytique des huiles, il sert à mesurer la quantité des acides gras libres dans l'huile. Cette hydrolyse aboutit aux acides gras libres, diglycérides, monoglycérides et glycérol. Le tableau 8 résume les résultats obtenus exprimés en mg de KOH/g d'huile.

Les résultats obtenus montrent que l'indice d'acide de l'huile évolue en fonction du temps, il passe de 1.8 mg de KOH/g d'huile pour l'huile fraîche à un indice de 8.95 mg de KOH/g d'huile au bout de la 30ème thermooxydation c'est à dire une différence de + 7.15 mg de KOH/g d'huile.

Parallèlement il est bien élucidé d'après les résultats du tableau 8, que la présence de l'aliment amylacé, la pomme de terre, accélère le processus de l'hydrolyse des triglycérides. Cette présence provoque une altération profonde ayant comme conséquence, une hydrolyse plus accélérée des triglycérides de l'huile, accompagné d'une libération prononcée d'acides gras dans le milieu. Ainsi, on constate que l'indice d'acide évolue rapidement au cours de la friture pour passer de 1.8 mg de KOH/g à 12.68 mg de KOH/g d'huile après 30 fritures, ceci engendre donc une différence de + 10.88 mg de KOH/g d'huile.

Tableau.8. Evolution de l'indice d'acide en fonction du temps de chauffage et du nombre de fritures.

Huiles	Temps (min)	Ia (mg de KOH/g)	Nombre de friture	Ia (mg de KOH/g)
H0	0	1.8	huile	1.8
H3	30	2.27	3éme Friture	2.66
H6	60	2.86	6éme Friture	3.99
H9	90	3.62	9éme Friture	4.27
H12	120	4.12	12éme Friture	6.35
H15	150	4.80	15éme Friture	7.27
H18	180	5.38	18éme Friture	7.93
H21	210	5.62	21éme Friture	9.47
H24	240	6.79	24éme Friture	10.24
H27	270	8.02	27éme Friture	11.94
H30	300	8.95	30éme Friture	12.68

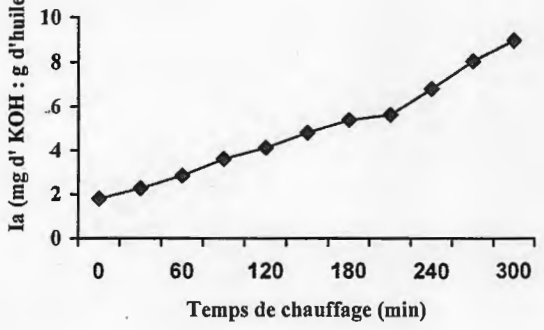


Figure.9. Evolution de l'**Ia** en fonction du temps de chauffage

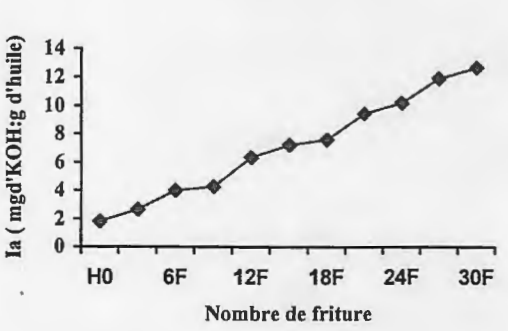


Figure .10. Evolution de l'**Ia** en fonction de nombre de friture.

Les figures 9 et 10 montrent qu'il y a une augmentation de l'indice d'acide dans les deux cas, ceci est expliqué par le fait que le chauffage conduit à l'hydrolyse des triglycérides.

À l'optique de ces résultats, le fait que l'augmentation de l'indice d'acide de l'huile est plus importante en présence d'aliment qu'à son absence est attribuée à la composition de l'aliment qui en raison de sa richesse en eau favorise l'hydrolyse des triglycérides.

Le fait que la pomme de terre est un aliment glucidique conduit à dire qu'elle joue un rôle protecteur contre l'oxydation, et cela par une libération des agents capteurs des radicaux libres, dans notre cas, nos résultats montrent que les réactions d'hydrolyse sont plus prédominantes que les réactions de protection.

III.3.3.Indice de saponification :

L'indice de saponification indique la teneur en acides gras saturés à courte ou moyenne chaîne de l'huile. Le tableau 9 résume les résultats obtenus exprimés en mg de KOH/g d'huile.

D'après ces résultats, il apparaît clairement qu'il y a une diminution progressive de cet indice que ce soit au cours de la thermooxydation ou bien au cours de la friture. Pour l'huile chauffée sans aliment, cet indice passe d'une valeur de 215.18 mg de KOH/g pour l'huile fraîche à une valeur de 89.76 mg de KOH/g au bout de la 30ème thermooxydation ce qui veut dire une différence de - 125.42 mg de KOH/g.

Tableau. 9. Evolution de l'indice de saponification en fonction du temps de chauffage et du nombre de fritures.

Huiles	Temps (min)	Is (mg de KOH/g)	Nombre de friture	Is (mg de KOH/g)
H0	0	215.18	**Huile fraiche**	215.18
H3	30	201.96	**3^{éme} Friture**	204.76
H6	60	179.52	**6^{éme} Friture**	182.32
H9	90	162.69	**9^{éme} Friture**	171.10
H12	120	157.08	**12^{éme} Friture**	165.49
H15	150	129.03	**15^{éme} Friture**	148.66
H18	180	117.81	**18^{éme} Friture**	132.36
H21	210	112.20	**21^{éme} Friture**	112.64
H24	240	106.59	**24^{éme} Friture**	109.39
H27	270	100.98	**27^{éme} Friture**	98.05
H30	300	84.15	**30^{éme} Friture**	89.76

Par ailleurs, la même constatation est notée à l'égard de cet indice avec l'huile chauffée en présence d'aliment. On note une diminution très nette avec le nombre de friture pour laquelle, cet indice passe de 215.18 mg de KOH/g pour l'huile fraîche à une valeur de 84.15 mg de KOH/g au bout de la 30ème friture, donc une différence de - 131.03 mg de KOH/g.

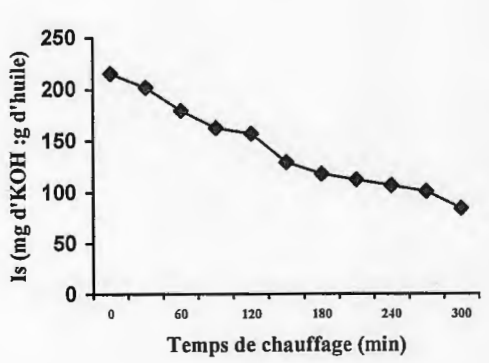


Figure .11. Evolution de l'**Is** en fonction du temps de chauffage

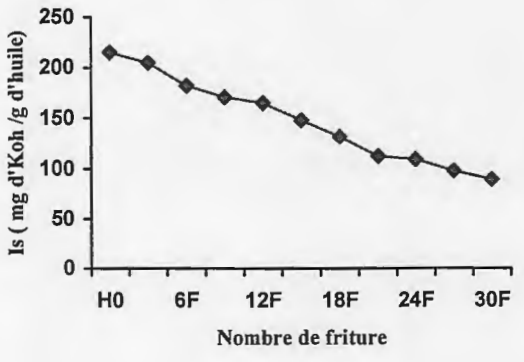


Figure .12. Evolution de l'**Is** en fonction de nombre de fritures

Les figures 11,12 confirment bien la décroissance de cet indice avec le temps de chauffage, ce qui expliquerait une rupture probable des doubles liaisons qui se caractérisent par une réduction de la longueur des chaînes carbonées.
Il est remarquable également que la différence est plus importante pour l'huile chauffée avec aliment que celle de l'huile chauffée sans aliment , ceci est due à la présence de la

pomme de terre qui reste toujours un facteur défavorable pour la future qualité des huiles à friture.

III.3.4.Indice d'iode :

L'indice d'iode indique le caractère insaturé de l'huile. Le tableau 10 résume nos résultats exprimés en g d'iode /100g d'huile.

Au cours du chauffage, l'évaluation de l'évolution de l'indice d'iode de l'huile avec ou sans aliment montre une diminution progressive de cet indice. En effet, après 5 heures de chauffage à 240°C, l'indice d'iode de l'huile chauffée sans aliment passe de 133.45 g d'iode/100g à 85.13 g d'iode/100g au bout du 30 ^{ème} friture c'est-à-dire une différence de - 48.32 g d'iode/100g.

Cependant, l'effet néfaste de la présence de la pomme de terre est reproductible dont les résultats du même tableau indiquent une diminution plus importante de cet indice en fonction du nombre de friture. La friture répétée fait passer de 133.45 g d'iode/100g à 91.90 g d'iode/100g au bout de la 30 ^{ème} chauffage donc une différence de - 41.55 g d'iode/100g.

Ces résultats témoignent que la désaturation et où la dégradation des acides gras insaturée est plus prononcée en présence de l'aliment en raison des implications directe des composants de ce produit dans l'altération progressive de l'huile à friture.

Tableau .10. Evolution de l'indice d'iode en fonction du temps de chauffage et du nombre de fritures.

Huiles	Temps (min)	I_i (g d'iode/100g)	Nombre de friture	I_i (g d'iode/100g)
H0	0	133.45	**Huile fraîche**	133.45
H3	30	130.24	**3^{éme} Friture**	129.52
H6	60	126.88	**6^{éme} Friture**	124.69
H9	90	122.69	**9^{éme} Friture**	121.69
H12	120	120.96	**12^{éme} Friture**	115.10
H15	150	116.25	**15^{éme} Friture**	110.01
H18	180	112.05	**18^{éme} Friture**	100.78
H21	210	100.58	**21^{éme} Friture**	95.78
H24	240	98.25	**24^{éme} Friture**	90.13
H27	270	95.64	**27^{éme} Friture**	87.22
H30	300	91.90	**30^{éme} Friture**	85.13

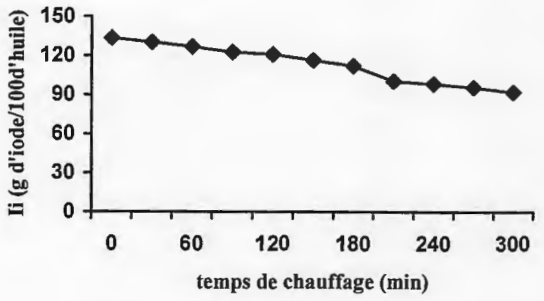


Figure .13.Evolution de l'**Ii** en fonction du temps de chauffage

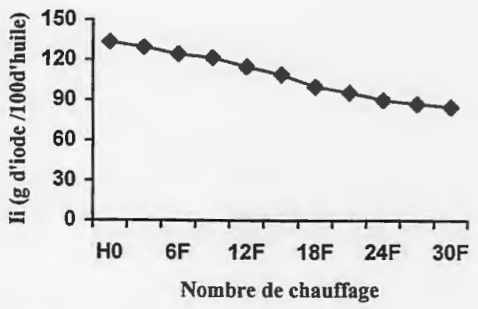


Figure .14. Evolution de l'**Ii** en fonction de nombre de fritures

Les figures13,14 montrent clairement que l'indice d'iode est en train de diminuer au fur et à mesure que le nombre de chauffage s'élève,ceci est du principalement au fait que l'huile est riche en acide linoléique qui aurait tendance à se saturer ou s'oxyder en premier.

III.3.5.La densité :

Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau11. D'après ces résultats, il apparaît clairement que la densité augmente avec le temps de chauffage que ce soit pour l'huile chauffée avec ou sans aliment.

Dans le cas de l'huile thermooxydée, la densité passe de 0.722 à 0.772. La même constatation a été observée avec les fritures répétées où ce paramètre passe de 0.722 à 0.791.

Tableau .11. Evolution de la densité en fonction du temps de chauffage et du nombre de fritures.

Huiles	Temps (min)	Densité (g/cm^3)	Nombre de friture	Densité (g/cm^3)
H0	0	0.722	**Huile fraîche**	0.722
H3	30	0.726	**3éme Friture**	0.724
H6	60	0.729	**6éme Friture**	0.735
H9	90	0.731	**9éme Friture**	0.740
H12	120	0.733	**12éme Friture**	0.753
H15	150	0.738	**15éme Friture**	0.785
H18	180	0.741	**18éme Friture**	0.763
H21	210	0.725	**21éme Friture**	0.773
H24	240	0.758	**24éme Friture**	0.783
H27	270	0.765	**27éme Friture**	0.789
H30	300	0.772	**30éme Friture**	0.791

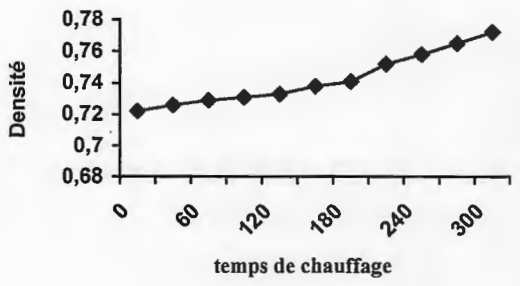


Figure.15. Evolution de la densité en fonction du temps de chauffage

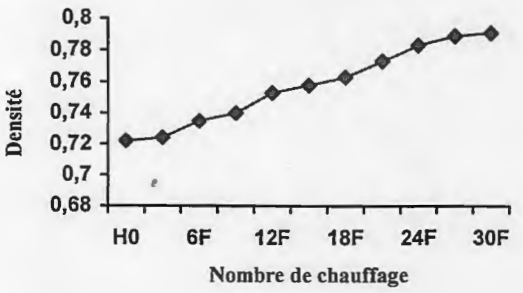


Figure.16. Evolution de la densité en fonction de nombre de fritures

Les figures 15 et 16 confirment bien cette constatation ou bien cette augmentation qui révèle qu'il y a un changement de la composition de l'huile au cours du chauffage, cette augmentation de la densité est expliquée par le phénomène de polymérisation, ce dernier donne naissance à des composés de haut poids moléculaire, donc on pourrait supposer que l'huile est altérée avec probablement formation de dimères et polymères dont le poids moléculaire est largement supérieur à celui des constituants d'huile fraîche.

III.3.6.Humidité:

La présence d'humidité confirme qu'il y a une activité de l'eau (a_w) importante, cette dernière accélère l'oxydation des lipides par la diffusion des catalyseurs métalliques vers les sites d'oxydation **(Karleskind, 1992).**

Les résultats de la détermination d'humidité au cours de la thermooxydation et de la friture sont résumés dans le tableau 12. Ces résultats montrent une diminution en humidité au fur et à mesure que le temps de chauffage augmente allant de la valeur de 2.1% pour l'huile fraîche à 0.33% au bout de la 30ème thermooxydation donc avec une différence de -1.77%. Cette diminution est due à l'évaporation de l'eau sous l'effet de la chaleur.

Par ailleurs, il est bien établi d'après les résultats du même tableau qu'il y a une humidification importante de l'huile fraîche au cours des cinq première fritures avec un maximum enregistré lors de la première friture ou l'humidité de l'huile a pu atteindre une valeur de 3.84%, donc un apport en humidité de + 1.73% comparé à l'huile fraîche. L'augmentation de l'humidité dans ce cas est due à l'apport de l'eau par l'aliment.

Cependant, l'application répétée des fritures a conduit à une réduction de ce paramètre à des valeurs très basses dont la plus faible est obtenue lors de sa détermination à la 30^{éme} friture, estimée à 0.63%. Cette humidité diminue, ce ci est dû comme on a dit préalablement à l'évaporation de l'eau sous l'effet de la chaleur (figure 17 ,18).

Tableau .12. Diminution de l'humidité en fonction du temps de chauffage et du nombre de fritures.

Huile	Temps (min)	Humidité (%)	Nombre de fritures	Humidité (%)
H0	0	2.1	**Huile fraîche**	2.10
H3	30	1.8	**3^{éme} Friture**	3.84
H6	60	1.65	**6^{éme} Friture**	3.22
H9	90	1.28	**9^{éme} Friture**	2.89
H12	120	1.03	**12^{éme} Friture**	2.68
H15	150	0.95	**15^{éme} Friture**	2.32
H18	180	0.83	**18^{éme} Friture**	1.89
H21	210	0.70	**21^{éme} Friture**	1.60
H24	240	0.66	**24^{éme} Friture**	0.98
H27	270	0.45	**27^{éme} Friture**	0.77
H30	300	0.33	**30^{éme} Friture**	0.63

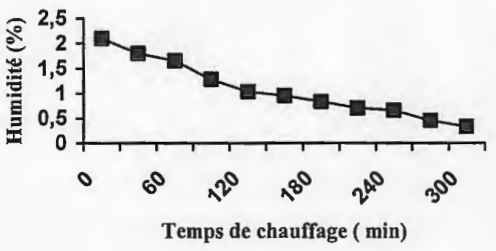


Figure .17. Diminution de l'humidité en fonction du temps de chauffage

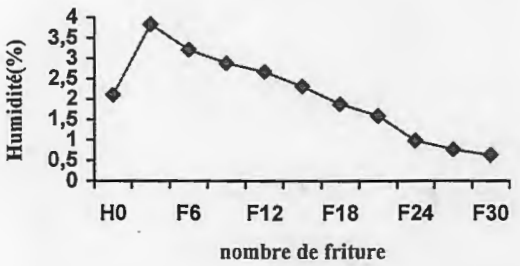


Figure .18. Diminution de l'humidité en fonction de nombre de fritures.

III.3.7.Influence de la thermooxydation sur la couleur :

D'après les photos 4 et 5, il apparaît clairement que la couleur de l'huile à friture s'intensifie au fur et à mesure que le temps de traitement thermique augmente. La couleur la plus sombre est observée au 30ème chauffage.

On note la même constatation avec l'huile ayant subi des fritures répétées mais avec des couleurs plus intenses que celles obtenues au cours de la thermooxydation.

Photo.4. Évolution de la couleur en fonction de temps de chauffage

Photo.5. Évolution de la couleur en fonction de nombre de fritures

Cette intensité de couleur est due au brunissement non enzymatique provoqué par la chaleur, qui consiste à la formation des polymères bruns (pigments de PM élevé) colloïdales, ces polymères vont aussi augmenter la viscosité en fonction du temps de chauffage **(Gutirrez et Dobarganes, 1988)**.

III.4. Physicochimie des échantillons collectés auprès des restaurateurs :

Dix échantillons d'huiles à friture utilisés par certains restaurateurs, ont été soumis à un contrôle physicochimique afin d'estimer le nombre de friture ayant déjà subi. Les résultats trouvés sont regroupés dans le tableau 13.

D'après ces résultats, les échantillons ne forment aucun groupe homogène sur le plan qualité physicochimique. L'indice de peroxyde le plus élevé est trouvé avec l'échantillon E_3 estimé à 9.60 meq d'O_2/kg, alors que l'huile à friture la moins chargée en peroxydes est celle représentée par l'échantillon E_4 pour laquelle l'Ip était de 3.52 meq d'O_2/kg. Par ailleurs, les valeurs de l'indice d'acide, de saponification et d'iode ont montré que l'huile E_2 est la plus altérée avec des indices respectifs de 6.93 mg de KOH/g, 99.57 mg de

KOH/g, 86.66 g d'iode/100g. Les caractéristiques physicochimiques de cette huile avaient une nette incidence sur le paramètre physique, le point de fumée, dont il était de178. En comparant les résultats de cet échantillon à ceux trouvés avec notre huile, on peut déduire que cette huile avait subie approximativement 27 fritures.

Dans l'ensemble, et vu les résultats obtenus, la moitié des échantillons collectés avait servi pour un minimum de 15 fritures et un maximum de 27 fritures.

Tableau.13. Résultats du contrôle physicochimique et estimation du nombre de fritures des échantillons collectés auprès des restaurateurs.

Echantillons	I_a	I_s	I_i	I_p	Point de fumée (°C)	Nombre de friture
E_1	6.05	141.65	118.44	8.03	182.1	9 à 12
E_2	6.93	99.57	86.66	6.50	178	27
E_3	4.86	105.18	104.90	9.60	176.8	18
E_4	2.46	134.64	129.43	3.52	196.7	2 à 3
E_5	3.25	196.35	120.36	5.60	214	3 à 6
E_6	9.88	110.67	94.99	4.96	223	21 à 24
E_7	3.03	123.42	105.07	9.24	219	18 à 21
E_8	4.60	134.05	80.37	9.28	184.2	15 à 18
E_9	4.16	173.91	104.90	8.02	132.8	9 à 12
E_{10}	3.96	182.32	142.97	5.65	175.6	6

Cependant, l'échantillon codé E_4 a présenté les meilleures caractéristiques physicochimiques avec un point de fumée de196.7°C. En se basant sur ces données chiffrées, cette huile avait subie approximativement 2 à 3 fritures.

III.5.Détermination de la composition en acides gras après thermooxydation en absence et en présence d'aliment (CPG) :

À partir des Chromatogrammes GC-MS et des résultats portés sur les tableaux de l'annexe 2 on a établi le tableau 14 qui présente la variation des teneurs des différents acides gras en fonction de temps de l'huile ayant subie 15 et 30 fritures.

D'après les résultats du tableau 14, l'huile fraîche renferme des acides gras saturés et insaturés à des proportions permettant de donner au produit son aspect fluide grâce à la dominance de l'acide linoléique (57.57%).Toutefois, il apparaît que le traitement thermique provoque une modification de la proportion des composants majeurs de cette huile, ainsi, le taux d'apparition des AGS est augmenté par rapport à celui de l'huile fraîche, cette augmentation est plus significative pour l'acide stéarique, ce dernier représente un pourcentage de 31.02% dans l'huile de la 30ème friture.

Tableau.14 .Variation de la composition en acides gras au cours de la friture.

	AG	H_0	H.15ème F	H.30ème F
AGS	C16 :0	15.53	22.96	31.02
	C18 :0	3.85	5.15	4.99
AGMI	C18 :1	23.06	22.44	21.85
AGPI	C18 :2	57.57	57.05	31.04

En revanche, le taux d'apparition des AGMI et AGPI est diminué en fonction du nombre de fritures, il est remarquable que l'acide oléique est le moins touché par ce traitement dont on remarque une petite variabilité au cours des fritures.

Ces résultats sont logiques car la température contribue à la saturation des AGMI et AGPI. De même ces résultats corroborent à ceux trouvés avec la densité pour laquelle on a enregistré une augmentation de ce paramètre au fur et à mesure que le nombre de fritures augmente.

Les chromatogrammes illustrés par les figures19,20 et 21 montrent 05 piques majeurs représentés par les acides gras suivants :

- Le pique 01 : représente l'acide hexadécanoique qui correspond à l'acide palmitique (C16 :0) ;
- Le pique 02 : représente l'acide 9,12-octadécadénoique qui correspond à l'acide linoléique (C18 :2) ;
- Le pique 03 et 04 : représentent les acides 9-octadécanoique et 11-octadécanoique respectivement qui correspondent à l'acide oléique (C18 :1) ;
- Le pique 05 : représente l'acide octadécanoique qui correspond à l'acide stéarique (C18 :0).

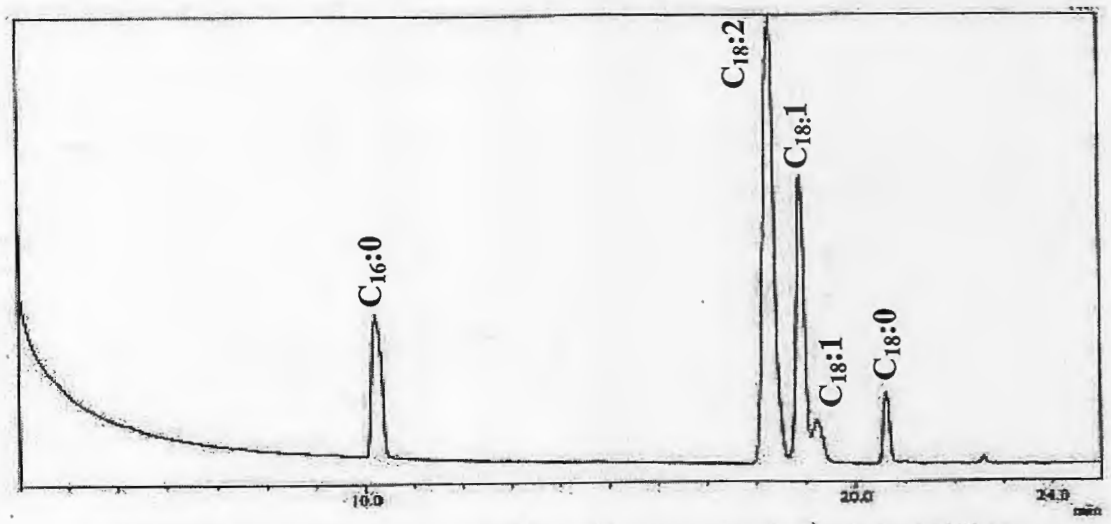


Figure .19. Chromatogramme des acides gras de l'huile de la 15emefriture

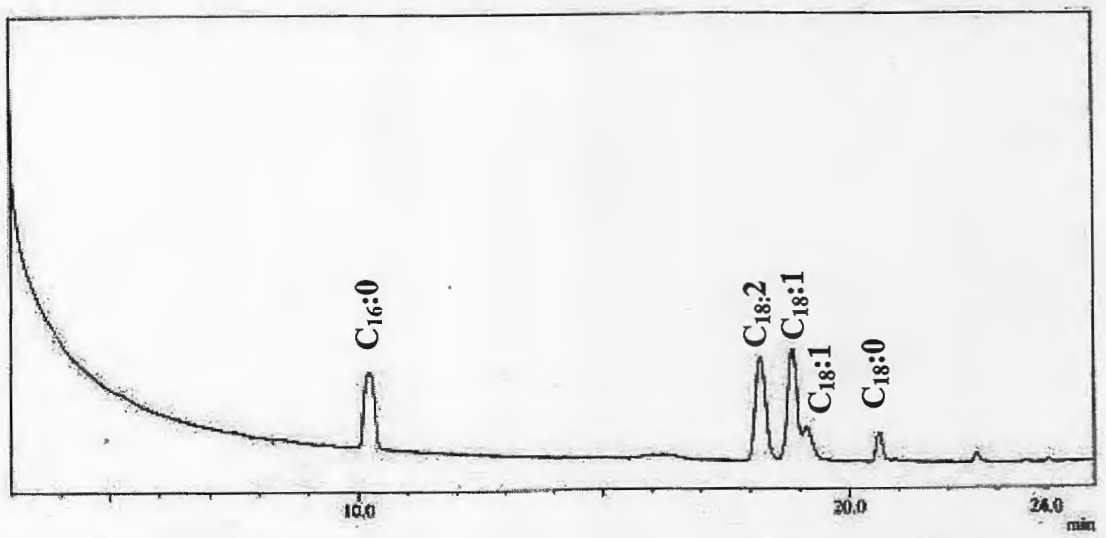


Figure .20. Chromatogramme des acides gras de l'huile de la 30èmefriture

Par ailleurs, l'analyse chromatographique des esters méthyliques de l'huile de restauration fait montrer un nombre de piques analogue à celui des notre, 5 piques ont été détectés :

- Le 1er pique apparaît après10min d'élution avec un pourcentage de 31.02%, il correspond à l'acide palmitique C16 :0 ;
- Le 2ème pique représente l'acide linoléique avec un pourcentage de 33.19% ;
- Le 3ème pique correspond à l'acide oléique avec un pourcentage de 26.27% ;
- Le 4ème pique correspond à l'acide 9,12-Octadecadienoyl chloride avec un pourcentage de 4.53% ;
- En fin le dernier pique représente l'acide stéarique avec un pourcentage de 4.99%.

L'apparition de l'acide 9,12-Octadecadienoyl chloride peut être expliquée soit par le contact entre l'huile et l'emballage dont sa composition contient le venyl monochloride, qui est libéré dans l'huile, soit que la défaillance réside dans le processus de lavage de la poêle au cours duquel le restaurateur a utilisé l'hypochlorite de sodium.

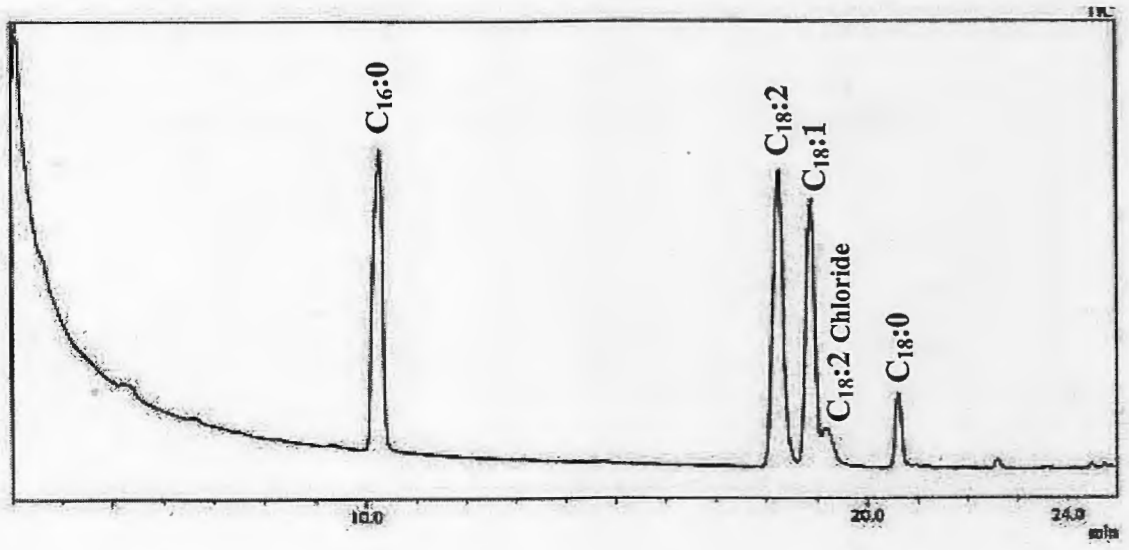


Figure .21. Chromatogramme des acides gras de l'huile de restauration **(E 2)**

III.6. Toxicité des huiles de friture et rôle des laits fermentés : Etude menée *in vivo* :

III.6.1. Effet de l'apport de l'huile thermooxydée sur le comportement des souris :

Au cours de cette partie expérimentale, les sujets des deux lots expérimentaux codés H et R ont reçu un supplément d'huile de la 30^{éme} friture et celle récupérée auprès d'un restaurateur respectivement. L'apport de ce supplément pendant 10 jours, a permis l'apparition des signes cliniques suivants:

• Une perte de poils telle que la montre la photo 6, cette anomalie est de plus en plus prononcée en fonction de la période de diète de ce supplément. Cet état est lié au stress alimentaire résultant d'une part à l'apport de ce supplément, l'huile thermo oxydée, et d'autre part à un déséquilibre entre les composantes du régime alimentaire. Par ailleurs, il est possible que cette perte de poils soit liée à un dysfonctionnement de l'ouverture/ fermeture des pores suite probablement à une défaillance relative à la protéine, la porine, soit par un manque de cette protéine elle-même, soit par une augmentation de la fluidité membranaire liée à un déséquilibre de la proportion protéine/ lipide d'où la prédominance des composants lipidiques. Cependant ce signe clinique observable, témoigne, une toxicité de ce supplément et il est fort probable que les animaux soient atteints de cancer (photo 6).

Cependant, il est bien établi que lors du chauffage des huiles (Effet oxygène et effet température), certains de ses composants se dégradent et forment des composés toxiques irritants pour les voies respiratoires et le système digestif, voire cancérigène par induction des enzymes telles que l'azoréductase, B-glucuronidase, B-glucosidase et la nitroréductase qui facilitent le passage des procarcinogènes en carcinogènes. Cependant, si on avait fait le dosage des transaminases (TGO et TGP), on aurait pu avoir une activité importante témoignant notre justification.

• Une faiblesse, un manque de mouvement avec un retard de croissance qui s'est traduit par un faible poids. Tous les signes cliniques observés peuvent avoir comme origine, le supplément alimentaire, en l'occurrence l'huile thermooxydée, cela dit que le déséquilibre alimentaire résultant contribue à une prédominance du métabolisme lipidique en défaveur du métabolisme protéique ce qui conduit a une faiblesse et retarde ainsi la croissance, période durant laquelle l'animal demande beaucoup plus de protéines pour son développement musculaire.

Lot T **Lot H** **Lot R**

Photo.6. Perte de poils chez les souris des lots expérimentaux.

III.6.2.Effet sur le poids des organes :

Sur le tableau 15, figure l'évolution du poids des organes et le rapport poids organe/poids souris. D'après ces résultats on remarque que la plupart des organes étudiés ne donne aucune différence remarquable relative au paramètre poids à l'exception des deux organes : le foie et le pancréas, cette stabilité de poids est confirmée par les travaux de **(Turchetto et Borri, 1969)**. La même constatation est trouvée avec le paramètre rapport.

Les résultats montrent que le poids du foie des animaux des lot H et R était de 2.31 ± 0.31g et 2.41 ± 0.22 g respectivement. Donc, le poids de cet organe épurateur dépasse celui des animaux témoins de + 0.48 g et + 0.58g au profit des sujets de lot codé H et R respectivement. La même remarque est trouvée avec le paramètre rapport. Cette différence nettement remarquable, témoigne une hypertrophie de l'organe. En effet, la présence de composés toxiques s'accompagne fréquemment d'un accroissement du poids de foie (une hypertrophie), ceci peut être expliqué par le fait que le foie est le principal site de détoxification.

Tableau .15. Effet des huiles thermooxydées sur le poids des organes..

	Lot T	**Lot H**	**Lot R**
Poids souris (g)	31.29 ± 1.51	32.07 ± 3.73	30.64 ± 1.81
Poids foie (g)	1.83 ± 0.30	2.31 ± 0.31	2.41 ± 0.22
Poids coeur (g)	0.15 ± 0.03	0.17 ± 0.02	0.17 ± 0.01
Poids pancréas (g)	0.78 ± 0.09	0.18 ± 0.01	0.11 ± 0.03
Poids duodénum (g)	0.22 ± 0.007	0.27 ± 0.02	0.22 ± 0.007
Poids estomac vide (g)	0.25 ± 0.02	0.25 ± 0.08	0.24 ± 0.05
Poids reins (g)	0.45 ± 0.04	0.44 ± 0.02	0.46 ± 0.03
Poids poumons (g)	0.26 ± 0.04	0.26 ± 0.05	0.28 ± 0.09
Indices = Poids / poids x100	**Lot T**	**Lot H**	**Lot R**
foie/souris x100	5.41 ± 0.07	7.16 ± 0.68	7.92 ± 1.05
coeur/souris x100	0.44 ± 0.09	0.54 ± 0.06	0.56 ± 0.007
pancréas/souris x100	2.49 ± 0.49	0.58 ± 0.01	0.38 ± 0.09
duodénum/souris x100	0.69 ± 0.014	0.97 ± 0.007	0.75 ± 0.07
estomac vide/souris x100	0.96 ± 0.03	0.8 ± 0.24	0.79 ± 0.13
reins/souris x100	1.47 ± 0.01	1.39 ± 0.01	1.66 ± 0.002
poumons/souris x100	0.79 ± 0.12	0.84 ± 0.14	1.10 ± 0.38

III.6.3. Le gain de poids :

Le gain de poids permet l'estimation de la croissance corporelle. Les résultats du gain de poids sont regroupés dans le tableau 16. L'analyse de ces résultats permet de constater que les souris du lot témoin enregistrent le gain de poids le plus important par rapport à leurs congénères des deux autres lots.

Il est bien établi d'après ces résultats que les animaux témoins atteindrent un poids vif moyen de 32.34g après une période de 10jours, ceux du lot H et R enregistrent un poids de 30.41g et 31.31g respectivement au cours de la même période expérimentale. Ces résultats témoignent un retard de croissance chez les animaux traités avec l'huile de friture, avec une différence de - 0.09 g pour le lot H et de - 0.33 g pour le lot R.

Tableau.16. Le gain de poids au cours de la période d'apport de l'huile thermooxydée.

Lots	**Poids initial (g)**	**Poids final (g)**	**Gain de poids (g)**
Lot T	30.29	32.34	2.05
Lot H	28.45	30.41	1.96
Lot R	29.59	31.31	1.72

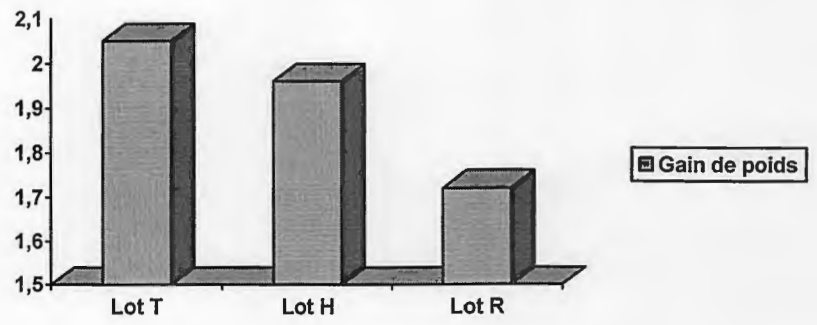


Figure .22. Gain de poids au cours de la période d'apport de l'huile thermooxydée

La figure 22 fait apparaître la différence du gain de poids entre les souris des trois lots où on remarque que le gain le plus faible est enregistré au niveau du troisième lot (lot R).
Toutefois, la différence enregistrée entre les animaux témoins et ceux des deux autres lots peut être expliquée par une diminution de prise alimentaire à cause de la mauvaise odeur de l'huile chauffée. Ceci est confirmé par les travaux de **Varela et *al.* (1995)** et **Sanchez-Muniz et *al.* (1998).** Comme, cette différence peut avoir comme explication, une diminution de la valorisation de l'aliment par les animaux suite à un déséquilibre de la flore endogène causée par les huiles thermooxydées.

III.6.4. Effet sur l'indice hépato-somatique :

a. En période d'apport de l'huile thermooxydée :

Les variations de l'IHS chez les animaux des 03 lots sont regroupées dans le tableau 17. D'après ces résultats, il apparaît clairement que l'IHS des animaux du 03ème lot, recevant l'huile de restauration la plus altérée, enregistre la valeur la plus élevée comparativement à celui des animaux des autres lots. Il dépasse celui du témoin de + 2.01. Cette augmentation révèle qu'il y a une hypertrophie du foie. Le même phénomène a été constaté par **Potteau et *al.* (1977), Causert, (1982)** et **Sanchez-Muniz et *al.* (1998).** Ces auteurs concluent souvent que les produits d'oxydation des huiles contribuent à une hépatotoxicité.

Tableau .17. Variation de l'indice hépatosomatique au cours de la période d'apport de l'huile thermooxydée.

	P (g)	P_f (g)	IHS (%)
Lot T	31.29 ± 1.51	1.837 ± 0.30	5.41± 0.07
Lot H	32.07 ± 3.73	2.315 ± 0.31	7.16 ± 0.68
Lot R	30.64 ± 1.81	2.415 ± 0.22	7.92± 1.05

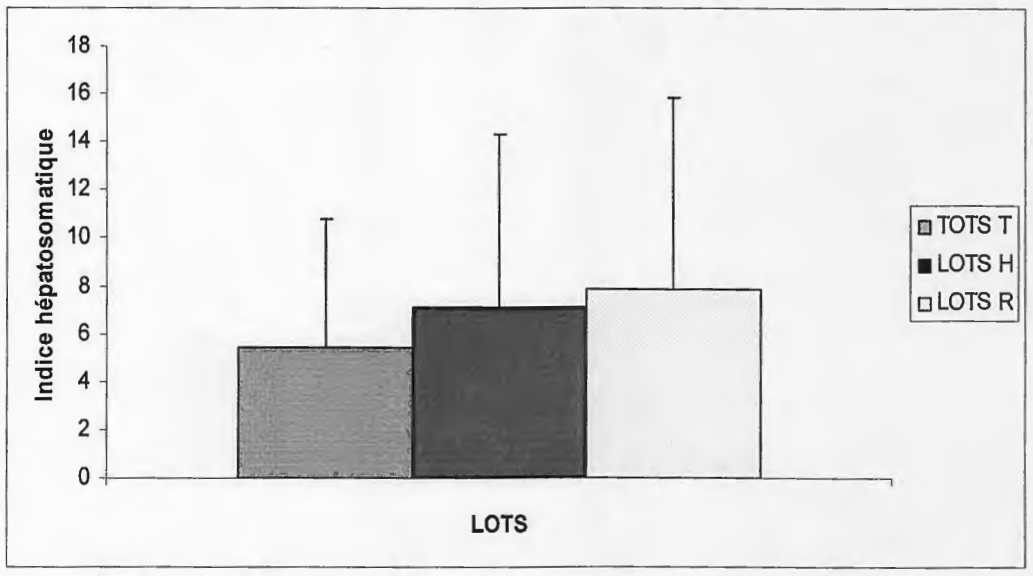


Figure.23. Variation de l'indice hépatosomatique au cours de la période d'apport de l'huile thermooxydée.

La figure 23 illustre bien la différence entre les valeurs de l'indice hépatosomatique chez les animaux des trois lots. D'après cette figure, on remarque que les souris témoins enregistrent l'indice le plus faible avec une valeur de 5.41% alors que les souris recevant l'huile de restauration ont eu la valeur la plus importante : 7.92%. Les souris du 02ème lot, recevant l'huile de la 30ème friture, elles même enregistrent un IHS de 7.16%, valeur proche de celle de leurs congénères du lot R.

Ces résultats montrent que le foie est la cible des produits d'oxydation des lipides alimentaires dont leur détoxification dépend de ce dernier, ceci confirme donc ce qu'on a déjà constaté lorsqu'on a évoqué le paramètre poids des organes.

Au fur et à mesure qu'il y a un apport permanent de ces composés toxiques, il y aura un dysfonctionnement du rôle accordé à cet organe d'où la naissance des symptômes de certaines maladies à savoir : le foie gras, les cirrhoses hépatiques...

b. En période d'apport de lait fermenté :

Les résultats du tableau 18 montrent, que suite à l'arrêt de la supplémentation de la ration par les huiles de friture et leur remplacement par du lait fermenté par des bactéries lactiques probiotiques, l'indice hépatosomatique a connu une amélioration. Ce paramètre a connu une diminution de – 0.91% et – 1.85% au profit des sujets du lot H et R respectivement et comparativement aux valeurs trouvées lors du traitement par les huiles de friture.

Cette diminution de l'IHS chez ces sujets, est liée au fait que le poids de foie a diminué, donc commence à reprendre sa taille normale. Cette diminution est logique étant donné qu'on a cessé l'apport de supplément contenant les substances toxiques.

D'autre part, l'apport de lait fermenté contribue à rééquilibrer la flore endogène qui contribue significativement à la valorisation du contenue de la ration et agit également sur la régulation du métabolisme lipidique par utilisation de lipides alimentaires pour la satisfaction de leur besoin et par action directe sur certaines enzymes telles que les réductases **Fukushima et Nakao, 1995** .

Tableau. .18. Variation de l'IHS au cours de la période d'apport de lait fermenté

	P (g)	P_f(g)	IHS (%)
Lot T	33.83 ± 4.98	1.98 ± 0.16	5.85 ± 0.07
Lot H	38.88 ± 4.90	2.43 ± 0.28	6.25 ± 0.09
Lot R	35.71 ± 2.93	2.17 ± 0.26	6.07 ± 0.049

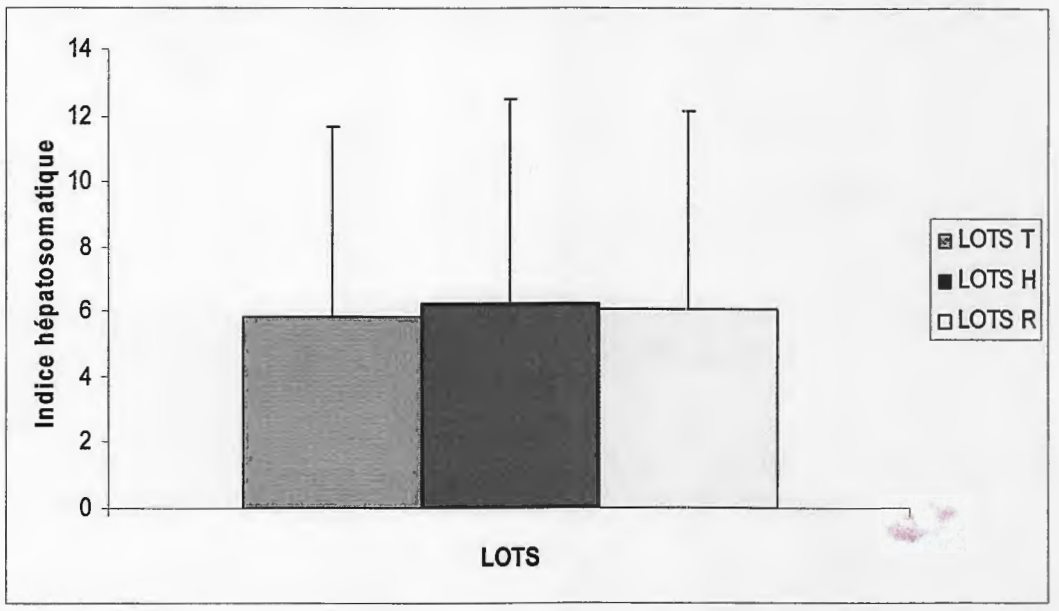


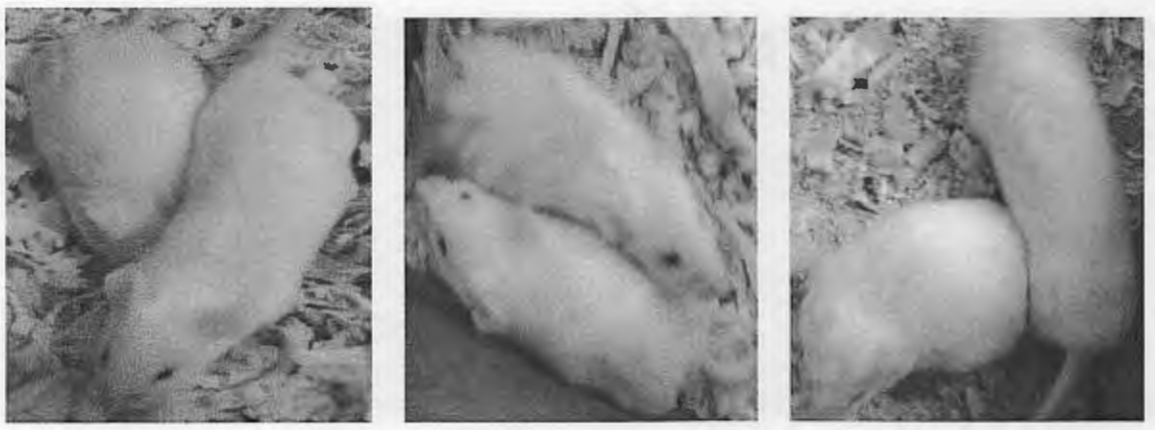
Figure .24. Variation de l'indice hépatosomatique au cours de la période d'apport de lait fermenté

III.6.5. Effet de l'alimentation lactofermentée sur le comportement des souris

Après un apport du supplément alimentaire, lait fermenté, on a eu à voir que les séquelles précédemment citées en **III.6.1** ont disparu. Ainsi, il est à penser que le changement de régime alimentaire (huiles thermooxydées par le lait fermenté) permet de rééquilibrer le métabolisme cellulaire pour lequel la protéogénèse reprend son cours normal d'où l'augmentation du poids de l'animal, sachant que nos animaux sont en période de croissance qui demande beaucoup plus de protéines que d'énergie. D'autre part, les bactéries lactiques probiotiques agissent sur la caséine ce qui donne des polypeptides à chaîne courte ou longue plus des acides aminés libres d'où une meilleure absorption intestinale.

On constate que les bienfaits santé de lait fermenté peuvent être à l'origine de cette disparition de signes cliniques. Il est vraisemblable que le lait fermenté agit en faveur de la valorisation maximale du régime alimentaire en contribuant à l'amélioration du coefficient d'utilisation digestive (C.U.D) par l'apport de facteurs tels que: l'acide lactique et autres acides organiques qui influent le pH, d'où une meilleure dégradation de l'aliment suivie d'une absorption intestinale.

Au niveau intestinal, l'apport de supplément agit sur le rétablissement de la flore intestinale autochtone ayant déjà subi un stress par l'apport des huiles thermooxydées. Cette flore, a un rôle incontestable dans la dégradation des composantes de la ration. Et de ce fait, la réinstallation de cette flore agit favorablement sur le cours de la digestion- absorption.



Lot T **Lot H** **Lot R**

Photo.7. Disparition des séquelles de toxicité après l'apport de lait fermenté.

La photo 7, illustre le rétablissement de la fourrure des animaux suite à l'arrêt de l'apport des huiles de friture et la supplémentation par le lait fermenté.

III.6.6.Etude de la variation du taux des lipides sériques :

Les résultats du tableau 19 présentent les variations des concentrations moyennes des lipides sériques chez les animaux des trois lots durant la période de traitement.

Les résultats de la première étape de l'expérience dont laquelle les souris sont alimentées avec l'huile de friture nous laisse constater qu'il y a une diminution de la concentration des triglycérides de -0.82g/l et -0.98g/l respectivement chez les animaux du lot H et lot R par rapport au lot témoin.

Par contre, on enregistre une augmentation de la concentration du cholestérol sérique de +0.57g/l et de +0.62g/l, de la concentration en HDL de +0.51% et de+0.54% ainsi que l'augmentation de la concentration du LDL de + 0.23% et de +0.42% chez les animaux des lots H et R respectivement et comparativement au témoin.

Tableau.19. La variation des concentrations des lipides sériques au cours des deux étapes de traitement.

Première étape (10 jours) Huiles de friture					**Deuxième étape (10 jours) Lait fermenté**				
	TG (g/l)	**Chol (g/l)**	**HDL (%)**	**LDL (%)**		**TG (g/l)**	**Chol (g/l)**	**HDL (%)**	**LDL (%)**
Lot T	1.46	0.91	0.55	0.06	**Lot T**	1.18	1.08	0.83	0.014
Lot H	0.64	1.48	1.06	0.29	**Lot H**	2.26	1.03	0.86	0.28
Lot R	0.48	1.53	1.09	0.48	**Lot R**	1.07	1.24	0.96	0.06

Dans le sang, les lipoprotéines lipases hydrolysent les triglycérides portés par les chylomicrons et libèrent les acides gras pour les tissus, raison pour la quelle la concentration des triglycérides est diminuée.

L'augmentation de la concentration des LDL est due à l'augmentation du taux de cholestérol, car ces derniers ont pour rôle d'apporter le cholestérol aux tissus périphériques qui captent les LDL grâce à leurs récepteurs. Dans les tissus le cholestérol peut être stocké sous forme

d'esters. Les HDL transportent le cholestérol excédentaire des tissus vers son site d'élimination (le foie), ceci est probablement expliqué par l'augmentation de la concentration des HDL car ces derniers ont un rôle épurateur.

D'autre part les résultats de la deuxième étape dont la quelle les souris ont été alimentées par le lait fermenté nous laisse constaté qu'il y a un changement de la concentration des paramètres sériques mesurés, dont on enregistre une augmentation de la concentration des triglycérides par rapport à celle trouvée au cours de la première étape avec une différence de +1.62g/l pour le deuxième lot H et de +0.59g/l pour le troisième lot R.

Concernant le taux de cholestérol, on enregistre une diminution de ce dernier au niveau des deux lots expérimentés par rapport aux résultats trouvés au cours de la première étape avec une différence de -0.45g/l pour les animaux du lot H et de - 0.29g/l au niveau du lot R.

La diminution du taux de cholestérol peut être liée à l'effet des bactéries lactiques probiotiques et qui peut être expliquée par l'un des 5 mécanismes suivants **(Rao DR et *al.*, 1981 ; Grunervald ,1982 ; Suzuki et *al.*, 1991 ; Fukushima et Nakao, 1995 ; Beena et Prasad, 1997 ;Hashimoto et *al.*,1998) :**

1. Les produits de fermentation des bactéries lactiques inhibent l'activité des enzymes responsables de la synthèse du cholestérol, notamment HMG- CoA réductase et cela réduit la production du cholestérol;
2. Les bactéries lactiques facilitent l'élimination de cholestérol du corps dans les fèces;
3. Les bactéries inhibent l'absorption inverse du cholestérol en se liant avec le cholestérol;
4. Les bactéries interviennent dans le recyclage des sels biliaires (produits du métabolisme du cholestérol) et facilitent leur élimination, qui augmentent la demande en sels biliaires synthétisés à partir du cholestérol et de cette façon résulte sur la consommation corporelle en cholestérol;
5. Due à l'assimilation du cholestérol par les bactéries lactiques. Le cholestérol de l'organisme hôte est incorporé dans la membrane cellulaire ou la paroi cellulaire des bactéries afin d'augmenter la résistance de la membrane cellulaire bactérienne au changement environnemental, de cette façon, le cholestérol de l'organisme hôte est réduit.

De même, le taux des LDL a diminué dans les deux lots de -0.01% pour les souris du lot H et de -0.42% pour les souris du 3^{ième} lot, ainsi que pour le la concentration des HDL, on enregistre une diminution de -0.2% pour les animaux du lot H et de -0.13% pour celle du lot R par rapport aux résultats trouvés lors de la première étape de traitement.

La diminution de la concentration des HDL et LDL est le résultat de la diminution du taux de cholestérol total dans le sang car, les LDL sont la forme de transport du cholestérol dans le sang et les HDL jouent un rôle épurateur en transportant le cholestérol excédentaire des tissus vers son site d'élimination : le foie.

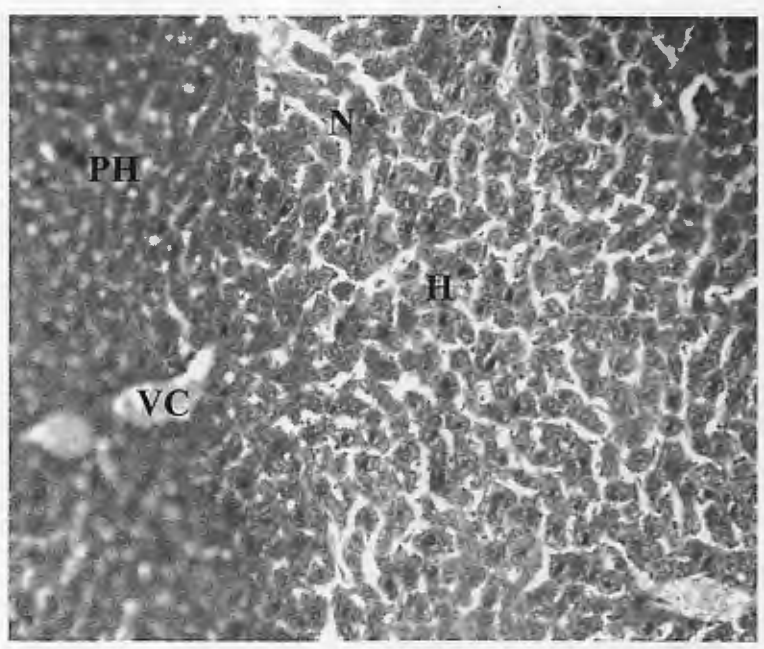
III.6.7.Etude histologique:

a.Tissu hépatique des souris témoins:

L'observation microscopique des coupes histologiques réalisées au niveau du foie des souris témoins **(photo 8)** montre que le foie est formé d'unités structurales et fonctionnelles appelées lobules hépatiques, dont chaque lobule a une forme hexagonale. Au centre du lobule, se trouve la veine centrolobulaire. L'espace porte est limité par un réseau de petites cellules, de vaisseaux sanguins et les branches des canaux biliaires.

Le parenchyme est intact bien organisé où les hépatocytes sont bien conservées, bien délimitées et ont une forme polygonale. Chaque cellule possède un noyau arrondi parfois

deux généralement semblables avec une bonne répartition de chromatine. Les espaces sénusoïdales sont bien conservés.



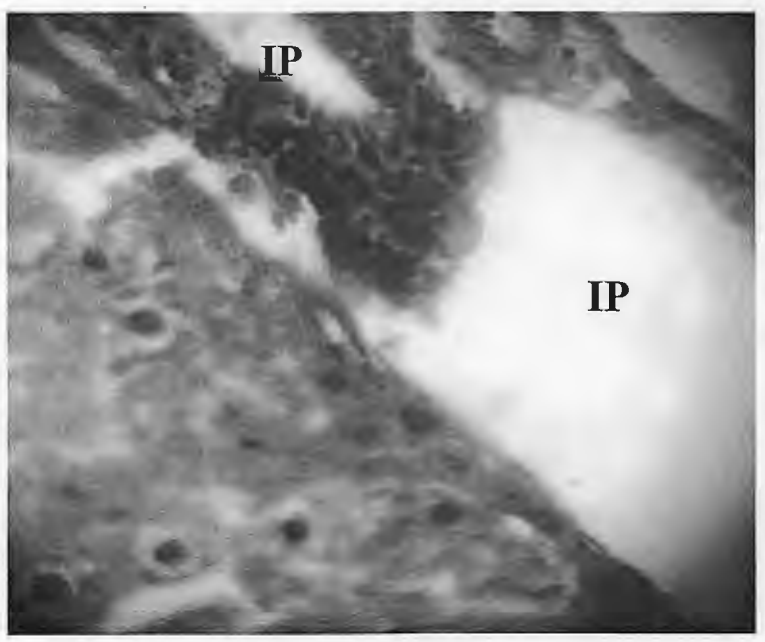
H *: hépatocyte N : noyau* **PH** *: parenchyme hépatique* **VC** *: veine centrolobulaire.*
Photo.8. Aspect histologique de foie des souris males témoins (x 40)

b. Tissu hépatique des souris traitées:

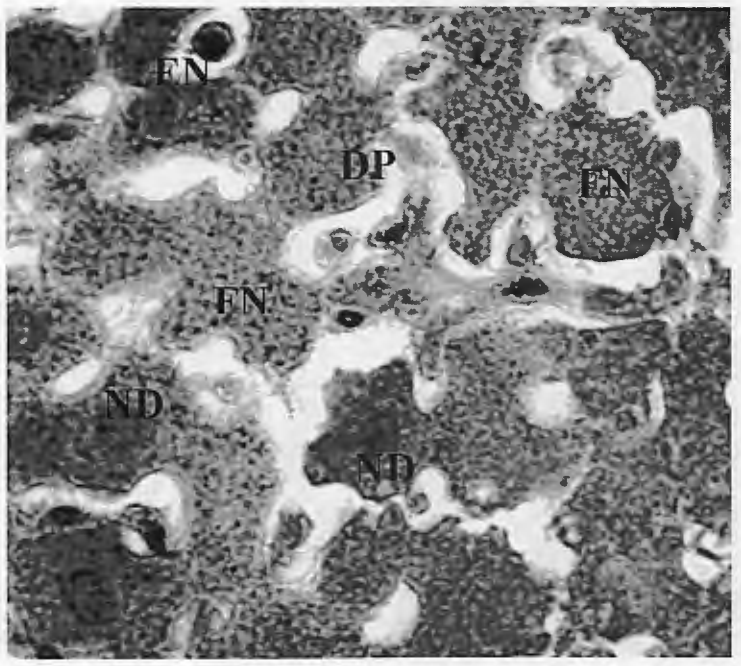
- Avec l'huile de la 30ème friture (photo 9a.9b.9c) :

L'examen histologique montre non seulement la présence d'une inflammation portale, mais aussi des foyers de nécroses hépatocytaires ainsi qu'une suspicion d'apoptose de quelques cellules. Ce qui est remarquable aussi, l'apparition d'un espace élargi autour de plusieurs noyaux avec désorganisation parenchymateuse.

On a aussi une petite ischémie des cellules qui entourent la veine centrolobulaire, dont les noyaux ne sont pas très développés et les pourtours ne sont pas très clairs.

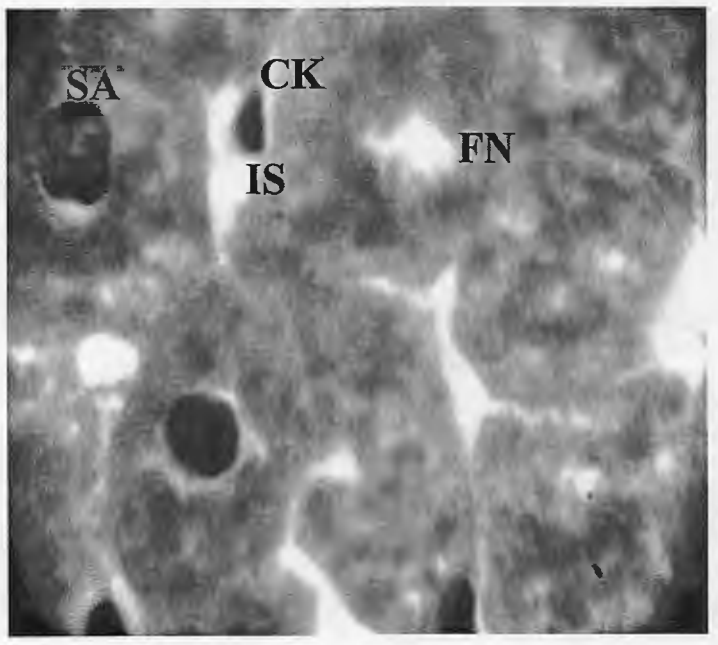


IP : inflammation portale
(9.a)



DP : désorganisation parenchymateuse EN : espace élargi au tour du noyau ND : noyau au cours du dégénérescence.

(9.b)



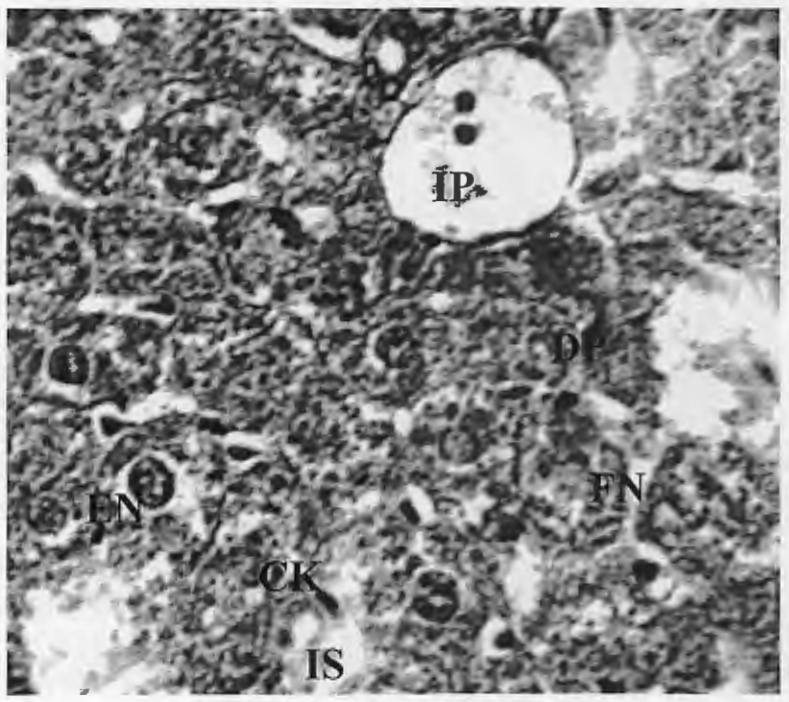
CK : cellule Küpfferiènne FN : foyer de nécrose IS : inflammation sénusoïdale SA : suspicion d'apoptose.

(9.c)

Photo.9a.9b et 9c. Aspect histologique de foie des souris males traitées Lot H (x100)

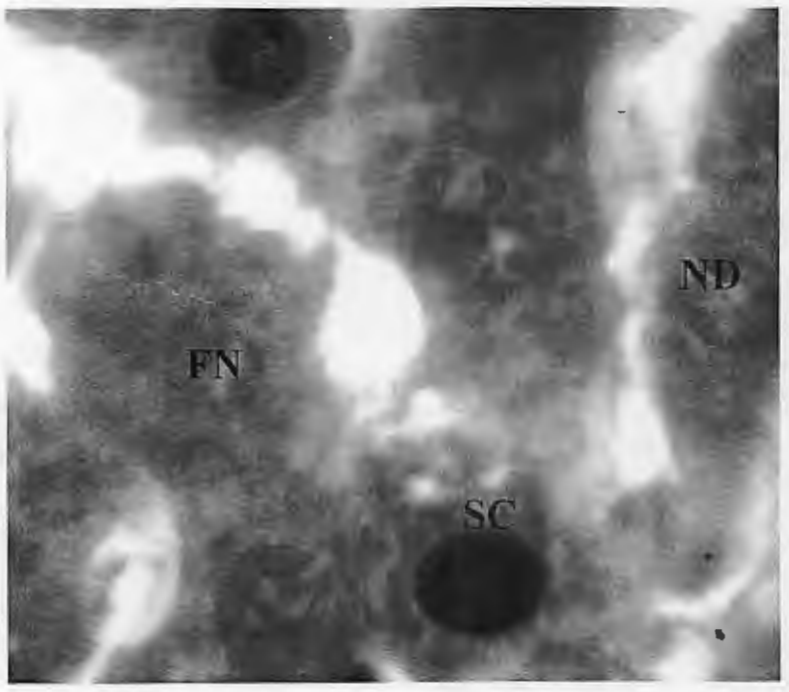
- Avec l'huile de restauration (photo10a.10b) : Dans ce cas on observe:
-Une désorganisation parenchymateuse avec une inflammation portale ;
-Une souffrance des cellules péri centrolobulaires;

-En plus de la présence de quelques hépatocytes nécrosées et suspicion d'apoptose, on enregistre une hypoactivité nucléaire chez d'autres ;
-Une inflammation sénusoïdales avec une forte activité Küpfferiènne.
-Augmentation du volume du noyau qui occupe la moitié du cytoplasme, ce la veut dire qu'il y a une forte activité cellulaire et qui peut être signe d'un début du cancer.



CK : cellule Küpfferiènne DP : désorganisation parenchymateuse EN : espace élargi au tour du noyau IP : inflammation portale IS : inflammation sénusoïdale

(10.a)



FN : foyer de nécrose ND : noyau au cours de dégénérescence SC : suspicion de cancer

(10.b)

Photo.10a.10b. Aspect histologique de foie des souris males traitées du lot R (x100)

Conclusion Générale

Conclusion Générale

Lors d'une première partie expérimentale, on a choisi une huile végétale parmi les quatre ayant le degré d'insaturation le plus élevé. Ainsi, le contrôle physicochimique des ces marques d'huiles végétales à savoir Elio, Safinor, Safia et Bonal a permis de déterminer le caractère insaturé de l'huile Bonal avec un indice d'iode de 133.45 mg d'I/ 100g du produit. De même, l'analyse de la composition chimique de ces 4 huiles par GC-MS a mis en évidence la richesse de celles-ci en acides gras insaturés.

En se basant sur les résultats de l'indice d'iode et ceux de l'analyse chromatographique on a choisi l'huile Bonal pour réaliser la deuxième partie expérimentale qui consiste à soumettre cette huile à une thermooxydation en présence et absence de frites.

Nos résultats ont révélé une altération prononcée de l'huile à friture en présence d'aliment qu'à son absence (thermooxydation). Ceci est confirmé par l'évolution des paramètres physicochimiques au cours des fritures répétées. D'autre part, l'analyse chromatographique a montré que les deux traitements thermiques modifient la composition en acides gras saturés, cette augmentation est accompagnée par une diminution des pourcentages initiaux des acides gras insaturés.

Par ailleurs, des échantillons ayants déjà servi aux fritures par des restaurateurs ont été soumis au contrôle physicochimique dont les résultats ont montré que l'échantillon E_2 est le plus altéré avec un nombre de fritures de 27 par contre l'échantillon E_4 est le plus frais avec un nombre de fritures de 2 à 3 et ceci en se basant sur une comparaison avec les résultats de notre étude.

Dans une autre étape, et afin d'évaluer les incidences sanitaires des huiles thermooxydées ainsi que les effets bénéfiques d'une alimentation lactofermentée, nous avons procédé à une étude *in vivo* durant laquelle et dans un premier temps, les souris ont reçu l'aliment imbibé par l'huile de la 30^{ieme} friture ainsi que celle de restauration, les résultats obtenus se traduisent par :

-l'apparition des séquelles suivantes :

- perte de poils ;
- faiblesse et manque de mouvement.
- Retard de croissance.

- Une stabilité du poids des organes a l'exception de celui du foie et pancréas
- Un retard de croissance exprimé par une diminution de gain de poids enregistré pour les souris des deux lots traités par rapport à celui des témoins.
- Une augmentation de l'indice hépatosomatique chez les souris traitées avec les huiles chauffées par rapport à celui des souris témoins. Il faut noter que cette augmentation est plus importante chez les souris ayant reçu l'huile du restaurateur
- Une diminution de la concentration des triglycérides sériques chez les souris des deux lots traités par rapport à celle des souris témoins
- Une augmentation de la concentration du cholestérol sérique ainsi que celle des lipoprotéines: HDL-C, LDL-C chez les souris traitées par l'huile thermooxydé et de restaurateur par rapport à celle d témoins.
- La réalisation des coupes histologiques nous a permis de mettre en évidence l'effet néfaste des huiles thermooxydées sur l'architecture tissulaire du foie dont nous avons enregistré l'apparition de quelques modifications parmi les quelles :

- Des foyers de nécroses ;
- Inflammation portale ;
- Inflammation sénusoïdale avec une hyperactivité des cellules küpfferiènnes ;
- Désorganisation parenchymateuse ;
- Suspicion de cancer.

Dans un 2ème temps, et sous l'action d'une alimentation lactofermentée par des souches probiotiques, nos résultats nous ont permis de constater qu'il y a :
-une disparition des séquelles précédemment citées ;
Une diminution de l'indice hépatosomatique par rapport à celui constaté lors de la supplémentation du régime de base en huiles themooxydées ;
-une augmentation de la concentration des triglycérides accompagnée par une diminution du taux de cholestérol sérique ainsi que celui des lipoprotéines HDL-C, LDL-C chez les souris traitées.

Lors de la consommation des frites, nous recommandons d'utiliser une alimentation lactofermentée afin d'éviter les effets néfastes des huiles thermooxydées sur la santé.

Références bibliographiques

A-B

Adrian J., Potus J., Poiffait A., 2006.
Introduction à l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaires. *Tec.* et *Doc. Lavoisier*, 165-173.

Anonyme, 1998. Issues and Methodologies, F.A.I.M. Concerted Action, Eurofins *Scientific*, n°AIR3-CT94- 2452, 214-257.

Apfelbaum M., Nillus P., 1999. Diététique et nutrition. *MASSON.* **(5),** 332-335.

Arroyo R., 1992. Height performance size exclusion chromatographique studies on polar components formed in sunflowere used for frying. *J.A.O.C.S.*. **(69)**, 570- 575.

Baccioni L., 2002. Développement de l'oléiculture, valorisation des sous produits. *Chambre nationale de l'agriculture –Alger.*

Beena A., Prasad B., 1997. Effect of yogurt and bifidus yogurt fortified with skim milk powder. Condensed whey and lactose hydrolysed Condensed whey on serum cholesterol and triacyl glycerol levels in rats. *J Dairy Res.* **(64),** 453-457.

Bell R.M., Ballas L.M., Coleman R.A., 1981. Lipid topogenesis. *J Lipid Res.***22 (3)**, 391–403.

Berne A, 2006. Les acides gras trans .*office fédéral de la santé publique.* **(25),** 1-3.

Boclé J, Thomann C,2005. Effets des probiotiques et prébiotiques sur la flore et l'immunité de l'homme adulte. *Afssa.***5(2),** 1-128.

Boukella M. ,1992. Politiques alimentaires, marchés internationaux et dépendance : la filière des huiles végétales en Algérie 1962-1988 (Thèse de doctorat Univ. Lumière Lyon). 1-386.

Boutella B., Riera J., Codony R., Rafecas M., Guardiola F., 2000. Recycled cooking oils: Assessment of risks for public health. *Head of STOA Team.* **(71)**, 69-78.

Burstein M., Scholnick HR, Morfin R., 1970. Lipide. *RES.* **(11),** 583-584.

C-D

Cartwright I.J., Plonne D., Higgins J.A., 2000. Intracellular events in the assembly of chylomicrons in rabbit enterocytes. *J Lipid Res.* **41(11),** 1728–39.

Causeret J.,1982. Chauffages des corps gras et risque de toxicité. *Cah. Nutri.Diet.* **17(1)**, 82-92.

Chabour M., 2002. Production oléicole en Algérie, situation et perspectives. *Agroligne* **(25),** 63-64.

Chamkhia N., Ben Rhouma K., Sakly M., 2003. Quelque aspect de la cytotoxicité du styrène chez le rat male. *F.S. B.* **(2)**, 25-27.

Chateau D., Pauquai T., Delers F., Rousset M., Chambaz J., Demignot S., 2005. Lipid micelles stimulate the secretion of triglyceride-enriched apolipoprotein B48-containing lipoproteins by Caco-

2 cells. *J Cell Physiol.* **202(3)**,767–76.

Chimi H., Rahmani M., Cillard J., Cillard P., 1990. Autooxydation des huiles d'olive : Rôle descomposés phénoliques. *Rev. Fse Corps Gras.* **(22) ,**15-17.

Combe N., 1996. les techniques d'analyses de l'oxydation lipidique. *O.C.L.* **(17)**, 8-14.

Compbe N., GRANGIRARD A., 1992. Incidence nutritionnelle des produits formés au cours des transformations des corps gras IN Manuel des cors gras. *Tec et Doc*, 633-654.

Dawson P.A., Rudel L.L., 1999. Intestinal cholesterol absorption. *Curr Opin Lipidol.* **(10)**, 315–320.

De Catrina R., Cybulsky M.I., Clinton S.K. , 1994. The omega-3 fatty acid docosahexaenoate reduces cytokine-induced expression of proatherogenic and proinflammatory proteins in human endothelial cells. *ArteriosclerThromb.* **(14)**, 1829-1836.

Déymie B., Multon J.L., Simon D., 1998. Analyse des constituants alimentaires .Techniques d'analyse et de contrôle des industries agro-alimentaires. *Tec et Doc Lavoisier.* **(4),** 114-147.

Dobarganes C., 1998. Formation and analysis of high molecular weight compounds in frying fats and oils. *O.C.L.* **5(1),** 41-52.

Dornier M., Dubois C., Aw B., 1998. Optimisation des conditions de confisage friture de tranche d'ananas par la méthodologie des plants d'expériences. *Sci Alim.* **(18),** 313-322.

Dupin H., Cuq J.L., Malewiak M.I., Leynaud-Rouaud C., Berthier A.M., 1992. Alimentation et nutrition humaines. *ESF*, 866-907

E-F

El-Shami S.M., Zaki S.I, El Anwar I.M., EL mallah M.H, 1992. Dielectric propriety for monitoring the quality of heated oils. *A.J.O.C.S.* **60(5),** 995-1004

Emelie F., 2006. Connaissance des aliments, Bases alimentaires et nutritionnelles de la diététique. *Tec et Doc.* **(3),** 295-314.

Evrard J., Pagès X., Pares X., 2007. Huile et santé. *Cahiers de Nutrition et de Diététique.* **(42)**, 13-23.

Fukushima M., Nakao M., 1995. The effect of a probiotic on feacal and liver lipid classes in rats. *Br J Nutr.* **(73),** 701-710.

Goldstein J.L., Brown M.S., 1984. Progress in understanding the LDL receptor and HMG-CoA reductase, two membrane proteins that regulate the plasma cholesterol. *J Lipid Res*. **25(13)**, 1450-1461.

G-H

Graille J., 2003. Lipides et corps gras alimentaires. *Tec.* et *Doc. Lavoisier*, 162-187.

Grunewald K.K., 1982. Serum cholesterol levels in rats fed skim milk fermented by lactobacillus acidophilus. *J Food Sci.* **(47),** 2078-2079.

Guillauman R., 1969. Composés non volatiles formés lors des fritures. *R.F.C.G.* **10(3),** 189-204.

Gutirrez G., Dobarganes M.C., 1988. Analyticity procedure for the evaluation of used frying fats. *Ellis Harwood,* 141-154.

Harker L.A., Kelly A.B., Hanson S.R., 1993. Interruption of vascular thrombus formation and vascular lesion formation by dietary n-3 fatty acids in fish oil in nonhuman primates. *Circulation.* **(87),** 1017-1029.

Harwood H.J., 1984. Oleochemicals as a fuel: Mechanical and economic feasibility. *J. Am. Oil Chem. Soc.* **(61),** 315–324.

Hashimoto H., Yamazaki K., Arai Y., Kawase M,M., He F., Hosoda M., Hosono A., 1998. Effect of lactic acid bacteria on serum cholesterol level in rats fed cholesterol diet. *Anim Sci Technol.* **(69)**, 702-707.

Hussain M.M., Fatma S., Pan X., Iqbal J., 2005. Intestinal lipoprotein assembly.*Curr Opin Lipidol.* **16(3),** 281–285.

I-K

Ikediala J.N., Corraia L.R., 1996.finite element modeling of heat transfert in meat patties during single-sided pan-frying. *J Food Sci.* **(61)**, 796-802.

Isobe, S., Zuber, F., Uemura K., Noguchi, A., 1992, A new twin-screw press design for oil extraction of dehulled sunflower seeds, *J. Am. Oil Chem. Soc.*. **(69)**, 884-889.

Karleskind A., Wolff J.P., Guithsman J.F., 1992. Manuel des corps gras. *Tec* et *Doc Lavoisier.* **(1, 2),** 220-1199.

Kaufmann A., RYSER B. , SUTER B., 2000: Comparaison of différent methods to détermine polar compound frying oils. *Eur Food technol.* **(213)**, 377-380.

Kellens M., 1998. État des lieux et évaluation des procèdés de modification des matières grasses par combinaison de l'hydrogénation, de l'intrestérification et du fractionnement. *OCL.* **5(5)**, 91-384.

Klere J., 1992. Histoire des corps gras in *Manuel des corps gras. Tec* et *Doc, Lavoisier.* **(1),** 220-227.

Knudsen J., Neergaard T.B., Gaigg B., Jensen M.V., Hansen J.K., 2000. Role of acyl-CoA binding protein in acyl-CoA metabolism and acyl-CoAmediated cell signaling. *J Nutr.* **130(2),** 294–298.

Kristott J., 2002. Performance of high- oleic oils during frying in comparison with palm oleic. *Britannia food Ingredients Ltd- Technical Communication.* ***(11),*** 1- 17.

L-M

Lamair H., Reynes M., Ngalani J.A., 1997. Aptitude à la friture de cultivars plantain et bananes à cuir. *Fruits.* **(29),** 273-282.

Lecoq R., 1965. Manuel d'analyses alimentaires et d'expertises usuelles. *Doin.* **(2),** 1304 – 1311.

Léger C., Berta J., Razanamahefa L., Combe N., 2005. Risques et bénéfices pour la santé des acides gras trans apportés par les aliments – Recommandations. *Afssa*, 11-14.

Lin M.C., Arbeeny C., Bergquist K., Kienzle B., Gordon D.A., Wetterau J.R., 1994. Cloning and regulation of hamster microsomal triglyceride transfer protein.The regulation is independent from that of other hepatic and intestinal proteins which participate in the transport of fatty acids and triglycerides. *J Biol Chem.* **269(46),** 29138–45.

Linden G et Lorient D, 1994. Biochimie agro-industrielle : valorisation alimentaire de la production agricole. *Masson*, 98-100.

Mahley R.W., Weisgraber K.H., 1974. Canine lipoproteins and atherosclerosis. I. Isolation and characterization of plasma lipoproteins from control dogs. *Circ Res.* **35(5),** 713-721.

Mansbach C.M., Dowell R., 2000. Effect of increasing lipid loads on the ability of the endoplasmic reticulum to transport lipid to the Golgi. *J Lipid Res.* **41(4), 605–612.**

Marques Ruiz G., Pirez- Comini M.C. et Dobargane M.C, 1992. Degestibility of fatty acid monomers, dimers and polymers in the rat. *J.A.O.C.S.* .**70 (9),** 930-934.

Marquez-Ruiz G. et Debargane C., 1996. Short- chain fatty acid formation during thermo-oxidation and frying. *J Sci Food Agric*. **70(1),** 120-127.

McLennan P.L., Abywardena M.Y., Charnock J.S., 1988. Dietary fish oil prevents ventricular fibrillation following coronary artery occlusion and reperfusion. *Am Heart J.* **(116),** 709-717.

MEUNIER J., 2002. Marché des hybrides en Europe. *Maisadour semences*. **(34),** 168-170.

Mills G.L., Taylaur C.E., 1971. The distribution and composition of serum lipoproteins in eighteen animals. *Comp Biochem Physiol B*; **40(2),** 489-501.

MOUNTASSER A., EL HADEK ,1999 .Optimisation des facteurs influençant l'extraction de l'huile par presse .*OCL*, **06(03),** 273-279.

N-O

Ndjouenkeu R., Ngassoum M., 2001. Etude de la valeur en friture de quelques huiles vegetales. *J. Food Eng., ELSEVIER..***(52),** 121-125.

Niot I., Besnard P., 2003. Intestinal fat absorption: roles of intracellular lipidbinding proteins and peroxisome proliferator-activated receptors. In: Duttaroy AK, editor. Cellular proteins and their fatty acids in health and disease. *S.F. Germany: Wiley-VCH Verla.,* 359–381.

Ollivier D., Artaud J., Pinatel C., Durbec J. P. ,Guerere M., 2006. Differentiation of french virgin olive oils RDOs by sensory characteristics, fatty acid and triacyl glycerol compositions and chemometrics. *Food Chemistry*, **(97),** 382-393.

P- R

PAMPEO C., (1989): Les produits de l'évolution Des hydroperoxydes *R..F.C.G.* **(6)**, 251-253.

Perkins E.G., Vachha S.M., Kummerow O. A., 1970. Absorption by the rat of non-volatile oxidation products of labelled randomized corn oil. *J. Nutrition.* **(100),** 725-731.

Perkins E.G., 1976. Chemical, nutritional and metabolic studies of heated fats. *R..F.C.G.* **(5),** 257-270.

Perrin J.L., 1992, Détermination de l'altération **In** Manuel des corps gras. *Tec et Doc:Lavoisier.* **(2)**, 1198-1218

Petukov J., Malcomson L.J., Przybylski R. ,Arinstong L., 1993. Frying performance of genetically modified canola oils. *Canola Oil.* **(28)**, 287-296.

Potteau B., Grangiard A., L'Huissier M., Causert J., 1977. Recherches récentes sur les effets physiopathologiques d'huiles végétales chauffées. *Bibthca Nutr Dieta.* **(25)** ,122-133.

Rani M., Chauhan G.S., 1995. Effect of intermittent frying and frying medium on the quality of potato chips. *Food Chem.* **(54),** 365-368.

Rao D.R., Chaowan C.B., Pulusani S.R., 1981. Influence of milk and Thermophilus milk on plasma cholesterol levels and hepatic cholesterogenesis in rats. *J Food Sci.* **(46)**, 1339-1341.

Raoult-wack Al., Lisse I., Mouzière A., 1997. Séchage des produits gras par friture : cas des fruits oléagineux et de sous produits carnés. *Réc Prog Gén Proc.* **(11),** 69-76.

S-T

Saari Csallany A., 1997: Lipid oxidation research analyses degradation compounds in vegetable oils. *Food Sci and Nutri.* 35-37.

Sanchez-Muniz F.G., Varela L.S., Polonio G.C.M, Cuesta C., 1998. Dietary effect on growth liver peroxides and serum and lipoprotein lipids in rats fed a thermooxidised and polymerized sunflower oil. *J. Sci. Food agric.* **(176)**, 364-372.

Serge B., 1985. Biochimie clinique: instruments et techniques de laboratoire. *Maloine.* 164-169.

Shiau Y.F., Fernandez P., Jackson M.J., Mc Monagle S., 1985. .Mechanisms maintaining a low-pH microclimate in the intestine. *Am. J. Physiol.* **248(6 Pt 1),** 608–617.

Singh R.B., 1995. Heat and mass transfer in food during deep-fat frying. *Food technol-Chicago.* **(49),** 134-137.

Stauffer C. E., 1996. Frying Fats. In Fats and Oils. *Eagan Press.* 81-90.

Suzuki Y., Kaizu H., Yamauchi Y., 1991. Effect of cultured milk on serum cholesterol concentrations in rats which fed high cholesterol diets. *Animal Sci Technol.* **(62)**, 565-571.

Takeoka G., Perrino C.J.R , Buttery R., 1996. Volatile constituents of used frying oils. *J. Agric. Food. Recherche*. **(44)**, 654-660.

Trémoliéres J., Serville Y., Jacquot R., Dupin.A, 1984. Manuel d'alimentation humaine. Les ALIMENTS. *E.S.F Lavoisier*. **9(2),** 217-232.

Trémoliéres J., Vaisey Genser M., Eskin N.A.M., 1984. Quality control in the use of deep frying oils .*JAm Chem Soc*. **(61)**, 1102-1108.

Tritiaux A., Gibon V., 1997. La désodorisation. *OCL*. **4(1)**, 45-55.

Turchetto E, Borri P, 1969. Brain fatty acids and dietary lipids. Hypothesis: different EFA requirement of rat brain during aging. *Eur Rev Nutr Diet N.C.B.I*. **11(1),** 34-43.

Turley S.D. ,1999. Dietary cholesterol and the mechanisms of cholesterol absorption. *Eur Heart J* **(1),** 29-35.

Turley S.D., Dietschy J.M., 1981. The contribution of newly synthesized cholesterol to biliary cholesterol in the rat. *J Biol Chem*. **256(5),** 2438-46.

V-W-X-Z

Varela L., Sanchez M.F.J., Cuesta C. , 1995. Deceased food efficiency ratio, growth retardation and change in liver fatty acid composition in rat consuming thermally oxidized and polymerized sunflower oil used for frying. *Chem. Toxic,* .**33(3),** 181-189

Varela G., 1998. Current facts about the frying of food. Principles changes. *VCH Publisher,* 9-23.

Vitrac O., Baillères H, Méot J, 1999. Procédé et dispositif pour le traitement du bois ou du materiaux similaires. *Brevet Français.* **(4),** 54-58

Vitrac O., Raoult- Wack A.L., Trystram G., 2003. Continuous measurement of convective heat flux during deep frying: validation and application to inverse modelling.*J Food Eng.* **(58),** 441-443.

Westergaard H., Dietschy J.M., 1976. The mechanism whereby bile acid micelles increase the rate of fattyb acid and cholesterol uptake into the intestinal mucosal cell. *J Clin Invest*. **58(1),** 97-108.

Williams, M.A., 1997, Extraction of lipids from natural sources, dans Gunstone. *F.D., Lipid technologies and applications. Inc*. 23-65.

Withney M., Rolfes K.L., 1993. Understanding nutrition. The lipids: triglycerides, phospholipids, and sterols. *West Publisher*. **(6)**, 131-168.

Xie Y., Newberry E.P., Young S.G., Robine S., Hamilton R.L., Wong J.S., 2006. Compensatory increase in hepatic lipogenesis in mice with conditional intestine-specific Mttp deficiency. *J Biol Chem*. **281(7)**, 4075–4086.

Zinsou C., 2002. Cours de métabolisme, *J Sci Food Agric*.**(15),** 112-115.

ANNEXE

ANNEXE I

Tableau.1. Rapport chromatogramme d'huile de safia

Peak	R.Time	Area	Area%	Height	Height%	Name
1	10.333	277386399	18.18	19412322	18.84	Hexadecanoic acide C_{16}:0
2	18.694	866350818	56.77	42697626	41.44	9,12- Octadecadinoic acid C_{18}:2
3	19.192	302383248	19.81	29899644	29.02	9- Octadecenoic acid C_{18}:1
4	19.392	24953073	1.64	3205662	3.11	11- Octadecenoic acid C_{18}:1
5	20.727	54986566	3.60	7817639	7.59	Octadecenoic acid C_{18}:0
		1526060104	100.00	103032893	100.00	

Tableau.2. Rapport chromatogramme d'huile de elio

Peak	R.Time	Area	Area%	Height	Height%	Name
1	10.320	117115178	24.50	9671253	24.73	Hexadecanoic acide C_{16}:0
2	18.451	245891805	51.44	16602205	42.46	9,12- Octadecadinoic acid C_{18}:2
3	19.040	93232680	19.50	10130757	25.91	9,12- Octadecenoic acid C_{18}:1
4	19.326	7036497	1.47	695113	1.78	9,12- Octadecadienoyl chlorid (Z-Z)
5	20.691	14780389	3.09	2003119	5.12	Octadecenoic acid C_{18}:0
		138765775	100.00	10590391	100.00	

Tableau.3. Rapport chromatogramme d'huile de safinor

Peak	R.Time	Area	Area%	Height	Height%	Name
1	10.354	441822502	10.96	30048622	13.24	Hexadecanoic acide C_{16}:0
2	19.77	2440102785	60.55	80684683	35.56	9,12- Octadecadinoic acid C_{18}:2
3	19.550	892318583	22.14	74998330	33.05	9,12- Octadecenoic acid C_{18}:1
4	19.654	66278801	1.64	14132943	6.23	9,12- Octadecadienoyl chlorid (Z-Z)
5	20.846	189635384	4.71	27042963	11.92	Octadecenoic acid C_{18}:0
		4030158055	100.00	10590391	100.00	

Tableau.4. Rapport chromatogramme d'huile de bonal

Peak	R.Time	Area	Area%	Height	Height%	Name
1	10.340	372008154	15.53	25891024	17.43	Hexadecanoic acide C_{16}:0
2	18.777	1379427177	57.57	57067508	57.57	9,12- Octadecadinoic acid C_{18}:2
3	19.300	508873499	21.24	46129407	21.24	9,12- Octadecenoic acid C_{18}:1
4	19.462	43680065	1.82	6438525	1.82	9,12- Octadecadienoyl chlorid (Z-Z)
5	20.752	92159693	3.85	13027306	3.85	Octadecenoic acid C_{18}:0
		4030158055	100.00	10590391	100.00	

ANNEXE II

Tableau.1. Rapport chromatogramme d'huile de la 15^{éme} friture

Peak	R.Time	Area	Area%	Height	Height%	Name
1	10.261	32727166	14.59	2452065	14.64	Hexadecanoic acide C_{16}:0
2	18.315	116763678	52.06	7639232	45.61	9,12- Octadecadinoic acid C_{18}:2
3	18.910	55008886	21.16	4916936	29.36	9- Octadecenoic acid C_{18}:1
4	19.308	95911551	1.28	544342	3.25	11- Octadecenoic acid C_{18}:1
5	20.629	10193556	4.54	11966378	7.14	Octadecenoic acid C_{18}:0
		224284837	100.00	16748953	100.00	

Tableau.2. Rapport chromatogramme d'huile de la 30^{éme} friture

Peak	R.Time	Area	Area%	Height	Height%	Name
1	10.242	13018648	22.96	926534	21.72	Hexadecanoic acide C_{16}:0
2	18.217	17595129	31.04	1239538	29.06	9,12- Octadecadinoic acid C_{18}:2
3	18.863	18535459	20.69	1367293	32.06	9- Octadecenoic acid C_{18}:1
4	19.166	4623970	1.16	386307	9.06	11- Octadecenoic acid C_{18}:1
5	20.619	2919893	5.015	345637	8.10	Octadecenoic acid C_{18}:0
		56693099	100.00	4265309	100.00	

Tableau.3. Rapport chromatogramme d'huile de restauration

Peak	R.Time	Area	Area%	Height	Height%	Name
1	10.268	43049887	31.02	3299676	31.16	Hexadecanoic acide C_{16}:0
2	18.268	46059108	33.19	3195561	30.17	9,12- Octadecadinoic acid C_{18}:2
3	18.899	36458834	26.27	2889339	27.28	9,12- Octadecenoic acid C_{18}:1
4	19.192	6279599	4.53	410141	3.87	9,12- Octadecadienoyl chlorid (Z-Z)
5	20.629	6918347	4.99	795674	7.51	Octadecenoic acid C_{18}:0
		138765775	100.00	10590391	100.00	