

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



CP 14/07

01
02

Université de Jijel
Faculté des sciences
Département de biologie moléculaire et cellulaire

Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du diplôme
d'ingénieur d'état En Biologie

Option : Contrôle de qualité et analyses

Thème

L'effet de la thermo-oxydation sur
quelques paramètres physico-chimiques et
nutritionnels d'une huile végétale alimentaire

Membres de jury :

Président : BOUTELBA. Nadia

Examineur : D^r LAHOUALE. Mesbah

Encadreur : M^r IDOUL. Tayeb

Réalisé par :

BÁZENIAR. Mohamed lamine.

AHMIA. Azzedine.

Promotion : 2007

Remerciements

Avant de présenter ce mémoire, nous tenons à remercier sincèrement toutes les personnes qui ont contribué à sa réalisation, plus particulièrement :

- **Mr IDOUI .T** qui a bien voulu diriger notre travail, nous avons apprécié sa patience, son aide technique durant toutes les expériences, son engagement extérieur, pour ce la nous l'assurons de notre sincère gratitude et notre profond respect.
- **Mme BOUTELBA N** d'avoir bien voulu accepter d'honorer de sa présence le jury, et d'en assurer la présidence.
- **Dr LAHOUALE. M** d'avoir bien voulu examiner ce mémoire et accepter de participer au jury.

Notre reconnaissance et nos remerciements vont également :

- Aux techniciens des laboratoires d'analyse microbiologie et biochimie pour leur aide précieuse, en particulier **ziad**.
- **Mr MHAMDIUA. A** personnel de l'hopétale de jejel pour leur aide fournie avec patience et gentillesse.
- **Mr DJALIT. A** chef de service à l'hopétale de jejel pour leur aide technique.

Enfin nous tenons à adresser nos remerciements aux enseignants du département de biologie, qui ont contribué à notre formation.



Sommaire

Lu le 10/04/07.
Hme Bouhelba - Benzagel N

Introduction.....	1
-------------------	---

Première Partie : Etude bibliographique

Chapitre I: Les huiles végétales alimentaires.

I.1. Généralités	3
I.2. Classification des huiles végétales alimentaires	3
I.2.2. En fonction de leur utilisation	3
I.2.2. En fonction de l'étiquetage	4
I.3. Utilisation des huiles végétales alimentaires à chaud (friture).....	4
I.3.1. Choix des huiles de friture	4
I.3.2. Stabilité des huiles de friture.....	4
I.4. Rôle biologique des corps gras alimentaires	6
I.4.1. Rôle énergétique.....	6
I.4.2. Rôle structural	6
I.5. Effet des huiles chauffées sur la santé animale.....	7

Chapitre II: Le procédé de production des huiles alimentaires végétales.

II.1. Traitement des graines	8
II.1.1. Nettoyage et préparation des graines	8
II.1.2. Décorticage	8
II.1.3. Broyage et aplatissage (laminage)	8
II.1.4. La cuisson	8
II.1.5. La pression.....	8
II.1.6. L'extraction.....	9
II.2. Traitement des huiles ou le Rafinage	9
II.2.1. La démulagination ou le dégommeage.....	9
II.2.2. La neutralisation.....	10
II.2.3. Lavage et séchage	10
II.2.4. La décoloration ou le blanchiment.....	10
II.2.5. La désodorisation	10
II.2.6. La frigélisation	10

Chapitre III : Traitement et altération des huiles végétales alimentaires.

III.1. La Friture.....	14
III.1.1 Définition	14
III.1.2. Types de friture.....	14
III.1.3 Les facteurs influant le processus de friture.....	14
III.1.4 Recommandation lors de l'utilisation des huiles en friture profonde.....	15

III.2 Altération des huiles a friture	16
III.2.1 Causes et conséquences d'altération des huiles a friture	16
III.2.2 Nature des réactions chimiques et des produits formés	18
III.2.2.1 L'oxydation	18
III.2.2.2. La thermo-oxydation :	19

Chapitre IV : Métabolisme des lipides.

IV.1 Digestion et absorption	24
IV.1.1. Digestion et absorption du cholestérol	25
IV.1.2. Transport des lipides dans le sang	25
IV.1.3. Intervention des principales lipoprotéines	27
IV. 2. Pathologies liées aux troubles métaboliques des lipoprotéines	27
IV. 2 .1. Lipides et obésité	27
IV. 2. 2. Lipides et hormones de croissance	27
IV.3.Effets physiologiques des huiles chauffées	28
IV.4. Digestion et absorption des produits d'oxydation	29

Deuxième partie : Etude expérimentale.

II. Matériel et Méthodes	30
II.1. Matériel	30
II.1.1. Huile à friture :	30
II.1.2. Pomme de terre	30
II.1.3. Animaux	30
II.1.4. Aliment	30
II.1.5. Appareillage	30
II.1.6. Réactifs et produits chimiques	31
II.2. Méthodes	31
II.2 .1. Préparation et prélèvement des échantillons	31
II.2.1.1.Traitement des huiles par la chaleur ou thermo oxydation des huiles	31
II.2.1.2. Prélèvement des échantillons	32
II.2.2. Contrôle physico-chimique des huiles à friture	32
II.2.2. 1. Indice de peroxyde	32
II.2.2. 2. Indice d'acide	32
II.2.2. 3. Indice de saponification	33
II.2.2. 4. Indice d'iode	34
II.2.2. 5. Humidité	35
II.2.2. 6. La densité	35
II.2.2. 7. L'aspect de couleur	35
II.2.3. Détermination de la composition des huiles traitées par GCMS	36
II.2.4. Effet de l'administration des huiles traitées sur le métabolisme lipidique du rat	37
II.2.4.1. Régime alimentaire et préparation des lots	38
II.2.4.2. Mesures pondérales	39
II.2.4.3. Contrôle de l'évolution des paramètres lipido- plasmatiques	39

Troisième partie : Résultats et discussion

III.1. Contrôle de la qualité des huiles traitées	41
III.1.1. Variation des indices physico-chimiques	41
III.1.1.1. Indice de peroxyde	41
III.1.1.2. Indice d'acide	43
III.1.1.3. Indice de saponification	45
III.1.1.4. Indice d'iode	47
III.1.1.5. La densité	49
III.1.1.6. L' Humidité	51
III.1.1.7. L'aspect de couleur	53
III.2. Résultats du contrôle des échantillons collectés auprès des restaurants	54
III.3. Etude chromatographique (Résultats d'analyse par GC-MS)	54
III.3.1. Variation de la composition en AG au cours du chauffage	55
III.3.2. Variation de la composition en AG au cours de la friture répétée	57
III.4. Etude in vivo	60
III.4.1. Mesure du poids corporel	60
III.4.2. Variation de l'indice hépato-somatique (IHS)	62
III.4.3. Etude de la variation du taux des lipides sériques	64
Conclusion	68
Références bibliographiques*	
Annexe	

Tableau .1 . : Composition en acides gras des principales huiles végétales en pourcentage du total des acides gras (Alain –KARLESKIND et al, 1992).

Tableau .2 . : Classification des huiles végétale alimentaire en fonction de l'étiquetage (Emilie-Fredot, 2005)

Tableau .3 . : L'opération élémentaires du Raffinage et leur effets sur les constituants mineurs et contaminant (François ,1974)

Tableau .4 . : La résistance à la chaleur des principaux huiles (Emilie Fredot. 2005),

Tableau .5 . : Coefficient d'hydrolyse par la vapeur d'eau dans diverses huiles en Fonction de la température de désodorisation (Casimiro-Soriguer, 1999).

Tableau .6 . : Degré d'isomérisation des acides linoléique (Bretillon, 2000).

Tableau .7 . : Type d'altérations, agent causal et types de produits formés Lors du chauffage des corps gras (Perrin, 1992. Dobarganes, 1998).

Tableau .8 . : Composition des 4 classes principales de lipoprotéines (Bruckert et al, 1988)

Tableau .9 . : Absorption intestinale des ECN chez le rat (Combe et al, 1978).

Tableau .10 . : Les conditions opératoires (OLLIVIER D et al, 2006).

Tableau .11 . : Evolution de l'indice de peroxyde en fonction de temps du chauffage

Tableau .12 . : Evolution de l'indice de peroxyde en fonction de nombre de la friture

Tableau .13 . : Evolution de l'indice d'acide en fonction de temps du chauffage

Tableau .14 . : Evolution de l'indice d'acide en fonction de nombre de la friture

Tableau .15 . : Diminution de l'indice de saponification en fonction de temps du chauffage

Tableau .16 . : Diminution de l'indice de saponification en fonction de nombre de la friture

Tableau .17 . : Evolution de l'indice d'iode en fonction de temps du chauffage

Tableau .18 . : Evolution de l'indice d'iode en fonction de nombre de la friture

Tableau .19 . : Evolution de la densité en fonction de temps du chauffage

Tableau .20 . : Evolution de la densité en fonction de nombre de friture

Tableau .21 . : La diminution d'humidité en fonction de temps du chauffage

Tableau .22 . : La diminution d'humidité en fonction de nombre de friture

Tableau .23 . : Résultats du contrôle physicochimique des échantillons et estimation du nombre de friture.

Tableau .24 . : Variation des teneur en AG en fonction de temps du chauffage

Tableau .25 . : Les variations des AG en fonction de nombre de friture

Tableau .26 . : Evolution pondérale moyenne en fonction de la durée de traitement

Tableau .27 . : Le gain de poids en fonction de la durée de traitement

Tableau .28 . : Variation d'Indice hépato-somatique (IHS)

Tableau .29 . : Variation des concentrations moyennes du cholestérol sérique en fonction de la durée de traitement

Tableau .30 . : Variation des concentrations moyennes des triglycérides sériques en fonction de la durée de traitement

Tableau .31 . : Variation des concentrations moyennes des HDL-cholestérol sériques en fonction de la durée de traitement

Tableau .32 . : Variation des concentrations moyennes des LDL-cholestérol sériques en fonction de la durée de traitement

Figure .1 . : Schéma d'obtention des huiles végétales alimentaire raffinées. (Emilie-Fredot, 2005).

Figure .2 . : Causes et conséquence d'altérations d'huiles de fritures profondes (Boutella et al.2000).

Figure .3 . : La décomposition de l'hydroperoxyde d'acide gras en radicaux libres.

Figure .4 . : Les produits d'altération thermo-oxydative volatils (Alain Karleskind et al ,1992)

Figure .5 . : Les produits d'altération thermo-oxydative non volatils (Alain Karleskind et al ,1992)

Figure .6 . : Le schéma général du déroulement de l'expérimentation.

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

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

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

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

Figure .11 . : Diminution de l'indice de saponification en fonction de temps de chauffage.

Figure .12 . : Diminution de l'indice de saponification en fonction de nombre de friture.

Figure .13 . : Diminution de l'indice d'iode en fonction de temps de chauffage.

Figure .14 . : Diminution de l'indice d'iode en fonction de nombre de friture

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

Figure .16 . : Evolution de la densité d'acide en fonction de nombre de friture.

Figure .17 . : Diminution d'humidité en fonction de temps de chauffage.

Figure .18 . : Diminution d'humidité en fonction de nombre de friture.

Figure .19 . : Chromatogramme représente les AG majeur dans l'huile fraîche.

Figure .20 . : Chromatogramme représente les AG majeur dans l'huile au cour du fumé.

Figure .21 . : Chromatogramme représente les AG majeur dans l'huile après 20min.

Figure .22 . : Chromatogramme représente les AG majeur dans l'huile après 40min.

Figure .23 . : Chromatogramme représente les AG majeur dans l'huile de la 5^{ème} friture.

Figure .24 . : Chromatogramme représente les AG majeur dans l'huile de la 9^{ème} friture.

Figure .25 . : Chromatogramme représente les AG majeur dans l'huile de la 15^{ème} friture.

Figure .26 . : Evolution de pondérale moyenne en fonction de la durée de traitement.

Figure .27 . : Le gain de poids en fonction de la durée de traitement.

Figure .28 . : Variation d'Indice hépato-somatique (IHS)

Photo .1 . : Voie d'administration des suppléments.

Photo .2 . : Evolution de la couleur en fonction de temps de chauffage

AG : Acides Gras.

AGI : Acides Gras Insaturé.

AGL : Acides gras libres.

AGMI : Acides gras Mono insaturé.

AG S : Acides Gras Saturé.

AGPI : Acides gras Polyinsaturé.

AGT : Acides gras Trans.

CM : Chylomicrons.

ECN : Espèces Chimiques Nouvelles.

g : gramme.

GCMS: Gas Chromatographic Mass Spectrometry.

GH: Growth hormon.

H0: Huile fraîche.

H1: Huile au cour du fumé.

H10: Huile après 10min du fumé

H20: Huile après 20min du fumé

H30: Huile après 30min du fumé

H40: Huile après 40min du fumé

HDL: High Density Lipoprotein.

HDL-C: HDL Cholestérol.

HTGL: L'hépatique triglycéride lipase.

LDL: Low density lipoprotein.

LDL-C: LDL Cholesterol.

LP: lipoprotéines.

LCAT: La lécithine cholestérol acyltransférase.

LPL: La lipoprotéine lipase.

Meq : milli équivalent

mg : milli gramme.

min : minute.

MDA : Malonyl Dialdéhyde.

Kg : Kilo gramme.

μl : microlitre.

I_a : Indice d'acide.

I_p : Indice de peroxyde.

I_s : Indice de saponification.

I_i : Indice d'iode.

IHS : Indice Hypato-somatique.

P : poids.

P_f : poids de foie.

PATO : Produits d'Altération Thermo oxydatives.

TG : Triglycéride.

VLDL: Very low density lipoprotein.

Vit : Vitamine.

Introduction

L'étude des relations susceptibles d'exister entre l'ingestion de certains aliments telles que les matières grasses et la santé publique et la politique de préventions se retrouvent en premières lignes, puisque leur implication en matière de santé est de plus en plus soulignée, étudiée et expérimentée.

Les lipides représentent une source concentrée de calories (9 cal /g), ils sont le seul véhicule qui permet d'apporter à l'organisme les vitamines liposolubles. D'autre part, les fractions insaponifiables des huiles ont été mises en avant, dans l'évolution favorable des paramètres lipidiques grâce à l'action antioxydant qu'elle exerce au niveau des membranes (Leger *et al*, 1997). Cette importance grandissante des lipides dans la ration a des implications importantes sur le plan nutritionnel, tant du point de vue quantitatif que qualitatif.

Les recommandations sont toujours portées à la connaissance des populations pour une plus grande consommation de matières grasses végétales, apportant des acides gras essentiels et poly insaturés bénéfique pour la santé. Ainsi, en 1998 la consommation des huiles végétales fluides alimentaires en Algérie, représente 11,6 kg/habitant /an (Luchetti, 1999).

Du fait de leur consistance et de leurs propriétés de surface, ils sont un des principaux ingrédients de la préparation alimentaire (Wolf, 1979). Cependant, lorsqu'ils sont extraits de leur contexte de protection naturelle, tous les corps gras subissent au cours de leur conservation ou de leur transformation des altérations du type oxydatif (Castral, 1995).

La thermo-oxydation lipidique conduit en général à des conséquences indésirables, en portant préjudice aux qualités organoleptiques, la valeur nutritive, et des substances toxiques peuvent se former (Guillaumin *et Genté*, 1997). Elle a fait l'objet de nombreuses études, notamment celles de (Guillaumin, 1969), (El-Shami *et al* 1992), (Sanchez M *et al*, 1998) et (Rouaki, 2000), qui ont mis en évidence les modifications physico-chimiques des huiles lors de leur chauffage, ainsi que la caractérisation et l'identification des composés néoformés.

Ces composés sont capables de perturber les structures membranaires et les fonctions cellulaires, certaines de ces réactions contribueraient à la survenue de maladies dégénératives de cancer et ou processus de vieillissement.

Les études sur les modèles animaux dont, celles de (Perkins, 1976; Potteau *et al*, 1977; Causeret, 1982 et Sanchez M *et al*, 1998) ont contribué à la détermination des effets physiopathologiques éventuels des huiles chauffées.

C'est dans ce contexte que cette étude a été entreprise. Dans un premier temps, on va faire une synthèse bibliographique touchant les différents mots clés de ce sujet et dans une deuxième partie expérimentale, on va étudier l'effet de la thermo-oxydation seule et en présence des frites sur les paramètres physicochimiques d'une huile à friture puis voir l'évolution de sa composition par GC-MS. En parallèle des échantillons prélevés auprès des restaurants vont subir le même contrôle. Dans une deuxième étude *in vivo*, on va déterminer chez le rat, l'existence d'effets physiopathologiques éventuels sous l'action d'un régime à base d'huile thermooxydée, en s'intéressant plus particulièrement à l'évolution des fractions lipidiques sériques face aux effets de la durée de traitement.

Première partie

Etude bibliographique

I.1. Généralités :

Les huiles sont des corps gras liquides à la température de 15°C. Si elles sont obtenues à partir d'une seule graine ou fruit, elles portent le nom de leur origine. S'il s'agit de mélange, elles s'appellent « huiles végétales » et les constituants du mélange sont indiqués sur l'étiquette, en ordre décroissant. Les huiles riches en acide linoléique doivent porter la mention « pour assaisonnement », leur emploi en friture étant déconseillé, les autres portent la mention « pour friture et assaisonnement ».

Le terme « première pression à froid » indique la méthode d'extraction qui est un traitement mécanique. Ces huiles de première pression à froid ne sont pas supérieures aux huiles raffinées par leur valeur nutritionnelle en dehors d'une préservation relative de la vitamine E. Seul l'aspect gustatif est à prendre en considération (KARLESKIND A et al, 1992). Le tableau 1, représente la composition de certaines huiles végétales.

Tableau .1 . : Composition en acides gras des principales huiles végétales (en % du total des acides gras) (KARLESKIND A et al, 1992).

	Acides gras saturés	Acides gras mono-insaturés	Acides gras poly-insaturés (oméga 6)	Acides gras poly-insaturés (oméga 3)
Huile de colza	8	61	22	9
Huile d'olive	18	68-75	7-14	<1
Huile d'arachide	20	60	20	0
Huile de tournesol	12	22	66	0,1
Huiles de soja	15	22	56	7
Mélange d'huiles	11	41	46,8	1,2

I.2. Classification des huiles végétales alimentaires : (Emilie F, 2005)**I.2.1. En fonction de leur utilisation : Il existe ainsi deux catégories d'huile :**

a- Huile végétale pour friture et assaisonnement » si la teneur en acide linoléique est inférieure ou égale 2% et si cette huile n'est pas à déconseiller dans certaines condition de chauffage. Exemples : huile d'arachide, de coprah, d'olive, de palme.

b- **Huile végétale pour assaisonnement** » si la teneur en acide linoléique est supérieure à 2%. Exemple : huile de colza, de soja, de tournesol

I.2.2. En fonction de l'étiquetage : Le tableau suivant résume cette classification.

Tableau .2 . : Classification des huiles végétale alimentaire en fonction de l'étiquetage (Emilie F, 2005)

Dénomination	Définition	Compléments de l'étiquetage	Exemples
Huile vierge de »	Huile alimentaire provenant d'une seule graine ou d'un seul fruit. Huile pure extraite et clarifiée par des moyens mécaniques. Huile ni raffinée, ni blanchie ou neutralisée par des moyens chimiques.	Huile vierge de..... (qualificatif de la graine ou du fruit)	Huile d'olive
Huile de »	Huile alimentaire raffinée provenant d'une seule graine ou d'un fruit.	Les huiles de colza dont la teneur en acide érucique est inférieur ou égale 5% sont dénommées « nouvelles de colza »	Huiles de tournesol, arachide, colza....
Huile végétale... »	Mélange d'huile végétale alimentaire	Indication obligatoire de la composition du mélange. L'ordre de grandeur des constituants est indiqué sous forme graphique.	

I.3. Utilisation des huiles végétales alimentaires à chaud (friture) :

I.3.1. 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 instable pour une utilisation dans les procédés de friture industriels à pression atmosphérique. Les corps gras très saturés tels que les matières grasses d'origine animale sont bon marché et très stable à la chaleur. Mais leur effet cholestérolémiant et les risques cardiovasculaires associés les font rejeter par les consommateurs. Le choix des matières grasses de friture résulte alors d'un compromis (Stockwell AC, 1988) entre la sensibilité à la thermooxydation et le bénéfice nutritionnel.

Les huiles ou matières grasses végétales riches en acide gras mono-insaturés et faible en C18 :2 et C18 :3 sont aujourd'hui privilégiées. Les huiles riches en acide linoléique contenant plus de 2% tels que l'huile de soja ou de colza, dégagent lors du chauffage une odeur désagréable car elles sont plus sensibles à la peroxydation. C'est pourquoi, ces huiles sont impropres à la friture. (Ranhotra GS, 1993)

Les huiles d'olives (faible point de fumée toutefois, voisin 191°C), palme, tournesol, coprah, colza et arachide sont naturellement riches en acides gras mono-insaturés et utilisées telles en friture. Les huiles de soja et de colza, riches en acides gras poly-insaturés et notamment en C18 :3, sont utilisées en friture après hydrogénation partielle.

Le choix de type ou du mélange d'huiles utilisées dépendra en outre de la perception et de l'acceptabilité du produit par le consommateur (odeur, texture, sensation en bouche, arrière goût, stabilité de l'huile lors de stockage avant utilisation ou dans le produit final).

I.3.2. Stabilité des huiles de friture :

La stabilité des huiles et graisses durant la friture est d'importance élevée afin de produire des aliments de haute qualité (Schuiaz. 2000).

La résistance d'une huile à l'oxydation dépend en premier lieu de sa composition en AG, en effet, les essais de stabilité en friture profond ont montré que les huiles à teneur élevée en acide oléique présentent une meilleure résistance au chauffage et à la friture à haute température comparées aux huiles riches en AGPI comme l'acide linoléique, qui s'oxyde rapidement (Kristt, 2000 ; Warner, 2002).

De plus, une évaluation du goût des aliments frits, tel que les croustilles de pommes de terres ou les frites préparées dans des huiles à teneur élevée en C18 :1 étaient moins savoureuses que lorsqu'ils étaient préparés dans des huiles renfermant des concentrations moyennes ou faibles d'acide oléique (Warner et Knowlton, 1997 ; Warner et al. 1997).

La composition en AG n'est pas le seul facteur qui influe la qualité et la stabilité des huiles comestibles ou celle de friture (Gertz et Kochlar ,2001), des stabilisants naturels, comme les tocophérols et les stérols peuvent jouer un rôle important dans l'inhibition de la dégradation des huiles (Warner ,2002).

I.4. Rôle biologique des corps gras alimentaires :

Outre le rôle des corps gras alimentaires dans l'industrie alimentaire, dans l'assaisonnement et la friture, les corps gras ont un rôle biologique important, les plus importants sont les suivants :

I.4.1. Rôle énergétique :

Le compartiment de réserve énergétique, tissu adipeux blanc est essentiellement constitué de TG. Pour l'essentiel, les AG de ce tissu sont d'origine alimentaire.

Les AG sont des substrats énergétique particulièrement important pour les muscles squelettiques, le muscle cardiaque et le foie (Couet, 1998).

I.4.2. Rôle structural :

Les corps gras contribuent à l'architecture membranaire, la bicouche lipidique est essentiellement constituée des lipides complexes dont 70 à 90 % sont représentée par des phospholipides, le cholestérol est également un élément constitutif important. L'abondance respective du cholestérol et des phospholipides et la composition en AG des phospholipides contribuent à moduler la fluidité membranaire et interagir avec les lipoprotéines membranaires à activité biologique telles que les enzymes, les transporteurs membranaires et les récepteurs hormonaux.

I.5. Effet des huiles chauffées sur la santé animale :

(Potteau et al, 1977) ont rapporté que l'administration des huiles chauffées à des rats gestantes et allaitantes entraînait une forte mortalité chez les jeunes rats, de plus on a constaté une concentration importante des monomères cycliques au sein des tissus.

Selon (Potteau *et al.* 1977 et Causert 1982), l'ingestion de l'huile chauffée engendre une augmentation de la taille du foie et des reins par rapport au témoin fraîche, ceci est probablement dû à l'implication de ces deux organes dans le mécanisme de la détoxification. En effet, (Castes P 1982), note que l'organisme dispose de plusieurs « lignes de défense » chimique (couple vit E/ vit C) et enzymatique (superoxyde dismutase, catalase, et peroxydase).

II.1. Traitement des graines :

Généralement, les procédés de trituration de graine oléagineuse riche en huile incluent les étapes de nettoyage et la préparation des graines, le décorticage, le broyage et aplatissage, la cuisson, la pression et l'extraction (Karleskind, 1996) :

II.1.1. Nettoyage et préparation des graines : L'objectif de l'étape de nettoyage est d'éliminer les impuretés de grande taille tel que les tiges, feuilles, Caillaux, pièces métalliques ... et les poussières, grâce a des tamis rotatifs et vibrants.

II.1.2. Décorticage : Le décorticage est l'opération permettant de séparer l'amande de la coque. Cette opération a pour objectif de diminuer la fiction et l'usure dans les presses, d'améliorer la qualité de l'huile et du tourteau (Isobe et al, 1992) et bien sur d'augmenter le rendement de l'étape de pressage (Karleskind, 1996).

II.1.3. Broyage et aplatissage (laminage) : Le broyage est réaliser dans un broyeur a marteau au a cylindres cannelés au sur des broyeurs lamineurs, il a pour objectif d'augmenter le rapport surface / volume. L'aplatissage est une opération de laminage réalisée par écrasement entre des cylindre lisses a une T° de 40°C permettent d'augmenter la plasticité de la grain.

II.1.4. La cuisson : La cuisson est une étape de préparation des graines très importante pour l'efficacité de pressage et la qualité des huiles, elle est menée dans des cuiseurs verticaux aux horizontaux continus à température inférieur à 100°C et sans perte d'humidité (88°C et 8-9% d'eau dans le cas grains de tournesols) (Williams, 1997).

Elle permet de stériliser les grains en détruisant les bactéries et les champignons,, d'inactiver les enzymes susceptible d'affecter la qualité de l'huile et de tourteau et de coaguler les protéines membranaires assurant ainsi la libération des gouttelettes lipidiques. La chaleur fragilise aussi les cellules végétales et les dilate afin de faciliter la sortie ultérieure d'huile de la patte (Emilie F, 2005)

II.1.5. La pression : Les graines sont pressées d'une façon progressive pour obtenir une huile encore charger de particules solides, celles-ci seront donc éliminées par

passage dans des centrifugeuses ou des filtres presse, on obtient ainsi une huile brute de pression (Emilie-Fredot, 2005).

Historiquement la production commerciale d'huile d'oléagineux était réalisée dans des presses hydrauliques très efficaces, permettant d'atteindre des pressions exercées de l'ordre de 500 kg/cm^2 ($\approx 490.4 \text{ bar}$) (François, 1974).

II.1.6. L'extraction : Les particules solides restants après pression, s'appellent des tourteaux. Ils contiennent encore 10 à 15% d'huile qui sera extraite à l'aide d'un solvant tel que l'hexane. Après élimination du solvant par évaporation on obtient une huile brute d'extraction, qui sera mélangé avec l'huile brute de pression précédemment obtenue et des tourteaux déshuilés qui sont des produits riches en protéines qui serviront de matière première pour l'alimentation du bétail ou comme engrais (EmilieF, 2005) .

II.2. Traitement des huiles ou le Raffinage:

Les huiles brutes obtenues par pressage et extraction des graines oléagineuses contiennent de nombreuses autre substances que les TG, en proportion minoritaires, Le raffinage, des huiles brutes est donc obligatoire pour fournir un produit neutre de goût, résistant à l'oxydation, adapté à l'emploi désiré et débarrassé de ses substances toxiques ou nocives (Karleskind et Wolff. 1992 ; Gbon et Tirtiaux 1998).

Le raffinage comprend ainsi différents traitements strictement réglementés :

II.2.1. La démulagination ou le dégomme : Cette opération, consiste à éliminer de l'huile les composés susceptibles de devenir insoluble par hydratation (phospholipides) au d'être élimines avec une phase aqueuse (glycérides, sucre, protéines...). L'ensemble de ses produits est souvent désigné sous le nom de gomme.

L'objectif principal de dégomme est cependant l'élimination des phospholipides, donc, le dégomme permet d'éliminer les cires et les mucilages (substances gélifiants) qui provoqueraient des dépôts dans les bouteilles lors du stockage et le moussage des baigns de friture (Emilie F, 2005).

Il y'a aussi élimination des glucides, des protéines et une partie de chlorophylle.

II.2.2. La neutralisation : L'étape de neutralisation vise essentiellement à éliminer les acides gras libres. La neutralisation à la soude est la plus répandue.

Elle se fait par addition de soude qui se combine avec les acides gras libres en donnant une pâte de neutralisation (savon insoluble), que l'on sépare par centrifugation, l'huile ainsi formée est appelée une huile neutre (Emilie F, 2005).

II.2.3. Lavage et séchage : L'huile neutralisée, est ensuite lavée à l'eau en vue d'éliminer toute trace de savons insolubles. Ces lavages sont suivis d'une déshydratation sous vide à environ 90°C. On obtient de l'huile sèche (Emilie F, 2005).

II.2.4. La décoloration ou le blanchiment : Cette opération vise à éliminer les pigments colorés que la neutralisation, elle fait intervenir un phénomène physique : l'adsorption sur des terres décolorantes, du charbon actif, des silices spéciales ou des combinaisons (Karleskind et Wolff, 1992 ; Baranowsky et al, 2001). La mise en contact avec des agents oxydants (peroxydes d'hydrogène, hypochlorites) permet aussi la décoloration (Kirk O, 1992).

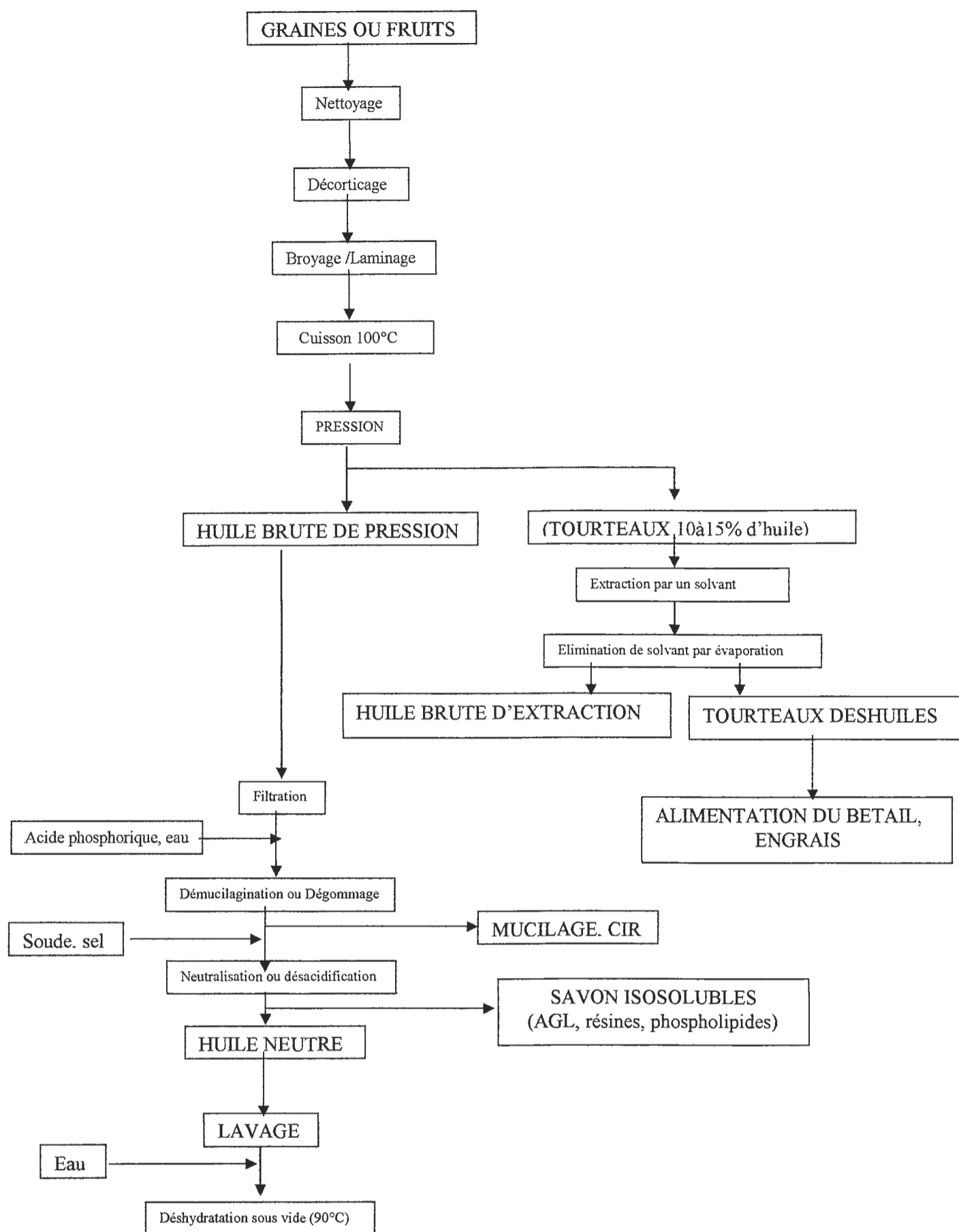
Pendant la décoloration sont aussi adsorbés des produits primaires d'oxydation des métaux, des savons des composés phosphatidiques et polyaromatiques ainsi que certains composés tels que les tocophérols (Denise, 1982). L'huile obtenue est appelée : huile décolorée.

II.2.5. La désodorisation : On utilise le principe de la distillation pour éliminer toutes les substances responsables de goût ou d'odeur désagréables telles que les AGL résiduels, des produits de décomposition, des peroxydes et des pesticides. Ces substances étant volatiles, peuvent être éliminées en chauffant l'huile à 246°C sous vide ce qui évite l'oxydation et la polymérisation de l'huile. Cette étape élimine aussi les tocophérols à hauteur de 30% environ (Emilie F, 2005).

II.2.6. La frigélisation : L'huile est refroidie, ce qui élimine les TG à points de fusion élevée (AG saturés, AG trans), elle est ensuite filtrée entraînant ces produits concrets et on obtient une **huile raffinée** (Emilie F, 2005). **Le tableau .3** résume l'effet du raffinage sur les constituants mineurs et contaminants des huiles végétales.

Tableau .3 . : Les opérations élémentaires du raffinage et leur effets sur les constituants mineurs et contaminants (François, 1974).

Raffinage	Composants	Composants parasites introduit
Stockage	-	AGL
Dégommage	Mucilage, phospholipides et composés protidiques	Eau
Neutralisation	AGL Phosphatides résiduels Composés de dégradation d'origine oxydative, composés métalliques gossypol (coton) Aflatoxine (arachide) Insecticides organophosphorés	Savon Eau
Lavage	Savon, traces de soude phosphatides résiduels	Eau
Séchage	Eau	-
Décoloration	Pigments (caroténoïde et chlorophylliens, savon Hydrocarbures polycycliques	Destruction des peroxydes et formation d'isomères à double liaison conjugués AGL
Décirage	Cires et substances insolubles à basse température	-
Désodorisation	AGL Substances volatiles responsable de l'odeur et du goût peroxydes et produits de dégradation pesticides Stérols et tocophérols	Formation des isomères géométriques



Chapitre II Le procédé de production des huiles alimentaires végétales

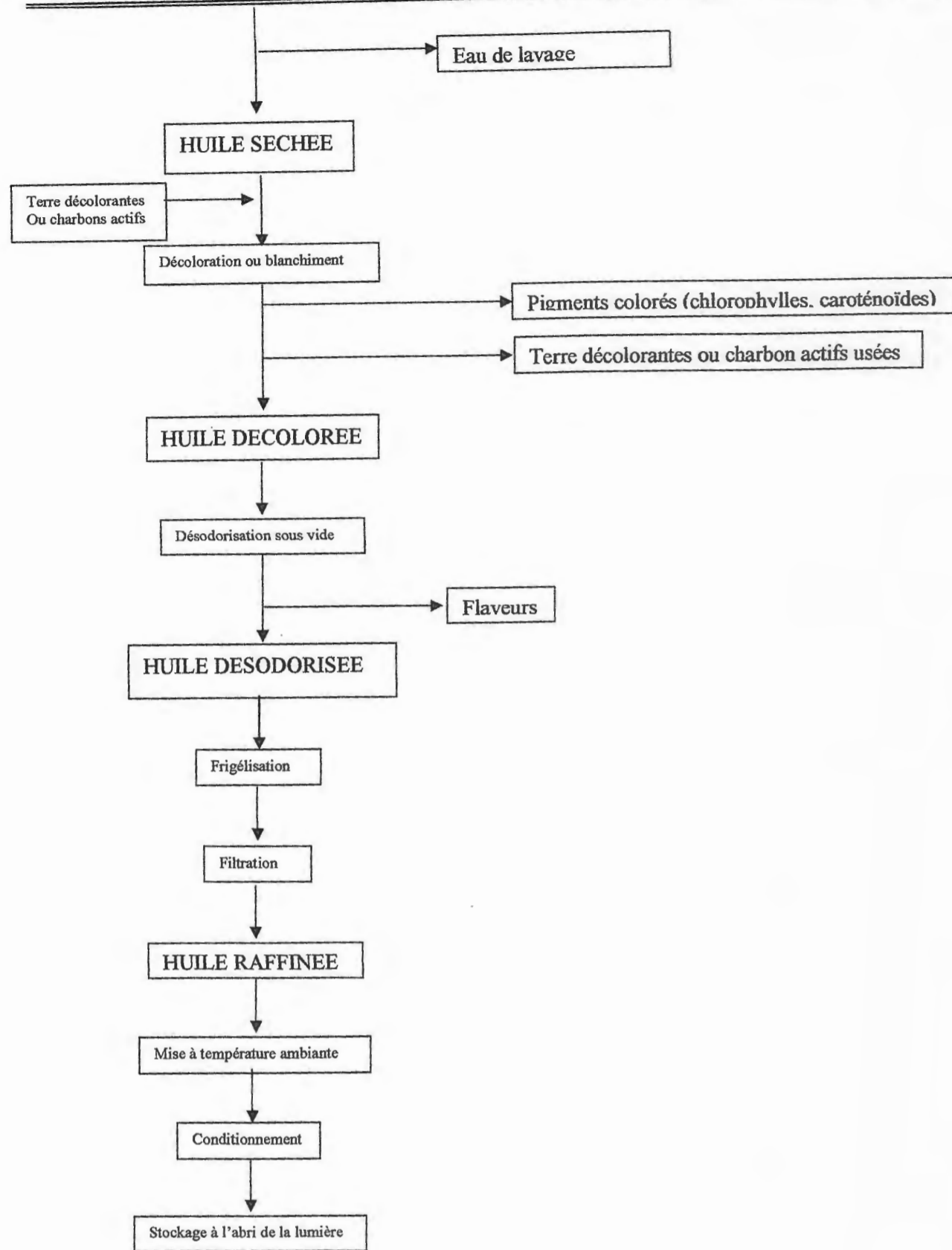


Figure .1 . : Schéma d'obtention des huiles végétales alimentaire raffinées. (Emilie F, 2005).

III.1. La Friture :**III.1.1 Définition :**

La friture est un procédé de cuisson et de séchage (Dobarganes, 1998), qui consiste à plonger les aliments dans de la matière portée à des températures élevées (Gertz, 2000). Ainsi, elle constitue un excellent moyen de transfert de chaleur, qui permet la cuisson rapide des aliments tout en les rendant digestible et leur conférant des caractéristiques sensorielles : de chaleur, d'aspect, saveur et texture désirées (Kaufmann et al. 2001).

III.1.2. Types de friture : On distingue deux types de friture :

a. Friture plate : Elle correspond à la cuisson d'un aliment dans une petite quantité de corps gras dans une grande surface en présence d'air. L'oxydation thermique est certes maximal mais le corps gras n'est utilisé qu'une seule fois (Linden et al, 1994).

b. Friture profonde : Elle se différencie de la friture plate par un plus faible contact du corps gras avec l'air, un grand volume du corps gras et une réutilisation de bain d'huile pour plusieurs opérations de friture (Linden et al, 1994).

Le bain d'huile va subir plusieurs cycles thermiques :

- Montée de la T° en absence de l'aliment jusqu'à 180°C maximum.
- Ajout de l'aliment ce qui abaisse la température.
- Maintien de la température pendant la friture de l'aliment.
- Retour à la température ambiante.

III.1.3 Les facteurs influant 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).

a- Ceux dépendant du processus : Les plus importants sont :

- La température et temps.
- La méthode de friture : poêle et Friteuse (continue ou Discontinue).
- Matériel du récipient.

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

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

III.1.4 Recommandation lors de l'utilisation des huiles en friture profonde :

D'après (Emilie F,2005), est pour avoir une meilleure friture il faut :

- choisir un corps gras supportant des températures élevées de façon répétée.
- vérifier le niveau d'huile afin de respecter un rapport huile-aliment de 6/1.
- Ne pas mélanger deux corps gras d'origine différent (risque de production de mousse et de débordements).
- Frire les aliments par petite quantité (pour limiter les chocs thermique lors du cycle).
- Rincer et essorer rigoureusement les aliments humides (pour éviter le bouillonnement et les projections).
- Eliminer tous les excédents de farine, mie de pain et pâte à frire dont les déchets carbonisés détériorent le bain de friture.
- Contrôler la température du thermostat en fonction de l'aliment et ne jamais dépasser la température de **180 C°**.
- Limiter le nombre de chauffages subis par le même bain d'huile.
- Préférer les fritures en continu plutôt que les remontées successives de température.
- Filtrer le bain de friture après chaque service et nettoyer la friteuse.

- Conserver l'huile à l'abri de la chaleur et de la lumière entre deux fritures.
- Contrôler la quantité de triglycérides oxydés grâce à des tests colorimétrique de dépistage.

Le tableau résume le seuil de température à utiliser pour les principales huiles.

Tableau .4 . : La résistance à la chaleur des principales huiles (Emilie Fredot. 2005).

Huile de :	palme	tournesol	colza	soja	mais	olive	arachide
T° Critique (°C)	230	200	210	220	220	215	218
T° Maximales conseillées (°C)	180	170	170	170	170	180	180
Huile utilisée pour les fritures profondes	+						+

III.2 Altération des huiles a friture

III.2.1 Causes et conséquences d'altération des huiles a friture

Sous l'effet de température, de l'eau, de l'air (oxygène) et de l'aliment (**fig.2.**), l'huile chaude subit plusieurs transformations chimiques conduisant à son altération :

- ① L'aliment perd de l'eau : 57% pour les allumettes, 74% pour les chips.
- ② L'aliment retient une grande quantité de matière grasse : 12 à 19% pour les allumettes 36 à 47% pour les chips.
- ③ L'aliment cède des lipides dans le bain de friture (le poisson cède des lipides fortement insaturés et fragiles).
- ④ 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 AGL, des produits d'altération thermo-oxydative se combinent et donnent des ECN.

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

⑤ 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.

⑥ Lors de la libération de l'eau de constitution de l'aliment frit, il se Produit une hydrolyse des TG, les AG sont libérés, sous l'action de la Chaleur ces AGL s'oxydent et se combinent (polymérisation).

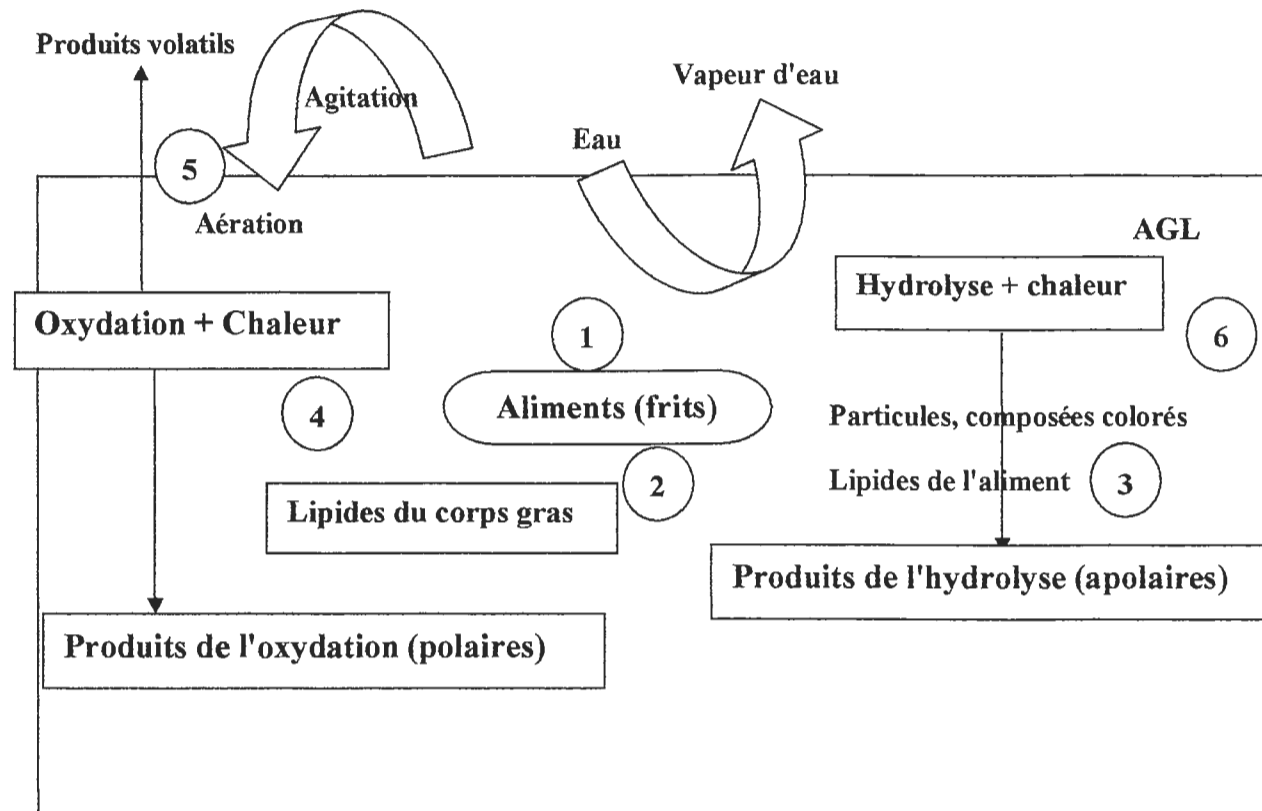


Figure 2 : Causes et conséquence d'altérations d'huiles de fritures profondes (Boutella et al, 2000).

III.2.2 Nature des réactions chimiques et des produits formés :

Lors des fritures , les corps gras sont chauffés en présence d'air , donc d'oxygène , de ce fait , les acides gras insaturés vont subir des modifications de nature purement , bien que favorisées par la température , vont précéder les altérations d'ordre strictement thermique .

III.2.2.1 L'oxydation :

Au contact de l'oxygène de l'air , elles provoquent l'apparition d'arômes et de changements de couleur , souvent indésirables , dans les huiles de friture ou dans les produits frits , ces composés d'oxydation indésirables dérivent des hydroperoxydes composés primaires de l'oxydation (Melton *et al.* 1994) . Les réactions en chaînes responsables de leur formation sont auto catalysées, car initiées par l'apparition de composés radicalaires issus eux mêmes de l'oxydation des triglycérides du bain (Perkins. 1988).Les cations métalliques comme le fer ou le cuivre peuvent aussi initier et accélérer les réactions d'oxydation (Stevenson *et al.* 1984).

Comme pour l'auto oxydation à température ambiante, il y a successivement formation de produits « **primaires** » de l'oxydation (=hydroperoxydes d'acides gras), puis transformation de ceux-ci en produits « **secondaires** » dans le cas de fritures, et notamment des fritures « profondes ».

a- Les facteurs influençant le processus d'oxydation :

L'oxydation des corps gras est un phénomène spontané, donc inévitable dans l'absolue, mais dont la cinétique d'apparition peut être accélérée ou ralentie sous l'effet de différents paramètres à savoir la nature des lipides (composition en AG), la température, la présence de lumière (UV en particulier), la teneur en éléments traces pro oxydant (métaux), l'état d'hydrolyse (présence d'eau et d'enzymes lipolytiques) et la présence de molécules antioxydants.

Les antioxydants ralentissent le phénomène d'oxydation mais ne les suppriment pas définitivement (Gère, 1984).

III.2.2.2. La thermo-oxydation :

A température élevée, lors de friture plate (en surface) ou profonde (bain d'huile), les réactions d'oxydation vont s'accélérer et donner des réactions secondaires plus variées, telles que des isomérisations, des polymérisations et des hydrolyses :

a. L'hydrolyse : Elle est de loin la plus nombreuses dans les conditions normales de friture, elle conduit à la formation, au contact de la vapeur d'eau, d'acide gras libres, mono glycérides, diglycérides et glycérol. Ces composés sont alors très sensibles aux réactions de goût ou d'odeur (Blumenth *et al.*, 1997).

Du point de vue de la résistance à l'hydrolyse, les graisses se montrent beaucoup plus fragiles que les huiles. Il n'est pas rare de rencontrer des graisses de friture avec des valeurs d'acidité de 4 ou 5% en acide oléique, les huiles par contre ont des acidités normalement inférieure à 1,5% en acide oléique (Conte et Stauffer, 1996).

Tableau. 5. : coefficient d'hydrolyse de diverses huiles en fonction de la température de désodorisation (Casimiro S, 1999).

Type d'huile	240°C	250°C	260°C
Tournesol	0,0167	0,0342	0,0355
Soja	0,0157	0,0270	0,0369
Mais	0,0236	0,0484	0,0666

b- La polymérisation : La température élevée favorise des réactions de polymérisation et de cyclisation : polymères radicalaires à structure acyclique, polymères thermiques à structure cyclique (Perrin, 1992).

Elle produit des réarrangements inter et intramoléculaires qui sensibilisent l'huile de friture à l'oxydation et conduisent à l'augmentation de la viscosité apparente des huiles.

Au cours de chauffage d'une matière grasse, il se crée des liaisons entre les chaînes de triglycérides d'AG d'un même TG et entre les chaînes de TG différents, il peut s'agir de liaison carbonée très polaire ou de liaisons de type éther (C-O-C) plus polaires (Bourre, 1993). La présence des isomères trans, facilite la formation d'acides cycliques quand les huiles sont employées dans des conditions sévères tel que la friture profonde (Denise, 1982).

c- L'isomérisation : Il s'agit d'un changement de configuration tout en gardant la même composition chimique de l'acide gras, en particulier, ces réactions aboutissent à la formation d'isomères de position par migration de doubles liaisons et /ou à des acides gras trans.

L'isomérisation géométrique, qui n'est pas un phénomène négligeable lors des fritures, peut se produire surtout avec l'acide linoléique et l'acide linoléique des huiles (Bretillon *et al*, 1999).

Tableau .6 . : Degré d'isomérisation des acides linoléique (Bretillon, 2000).

Température (°C)	Degré d'isomérisation de l'acide linoléique (1)		
	Durée de chauffage (heure)		
	2	4	20
170	0.002	0.004	0.02
200	0.03	0.07	0.34
220	0.18	0.37	1.83

(1) : Degré d'isomérisation est définie comme le % des isomères C18 :2 trans ou C18 :3 trans par rapport au total des isomères C18 :2 cis ou C18 :3 cis.

d. Les produits issus de la thermoxydation :

Le tableau résume la nomenclature des produits issus de cette altération.

d1. Produits primaires: Ce sont les mêmes que ceux de l'oxydation, c'est a dire des radicaux peroxydes, des hydroperoxydes, des radicaux libres.

d2. Produits secondaires : La température élevée favorise la décomposition de l'hydroperoxyde d'acide gras en radicaux libres :

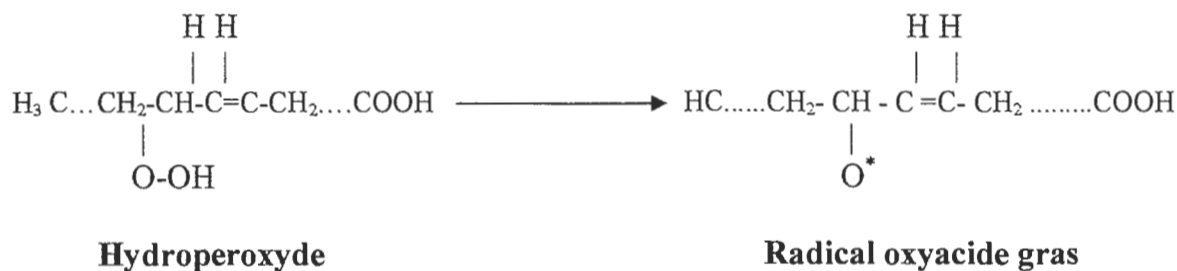


Figure -3 - : la décomposition de l'hydroperoxyde d'acide gras en radicaux libres.

Le radical libre oxyacide gras est très instable, il donne naissance à des produits volatils et non volatils (produits d'altération thermoxydative « **PATO** »).

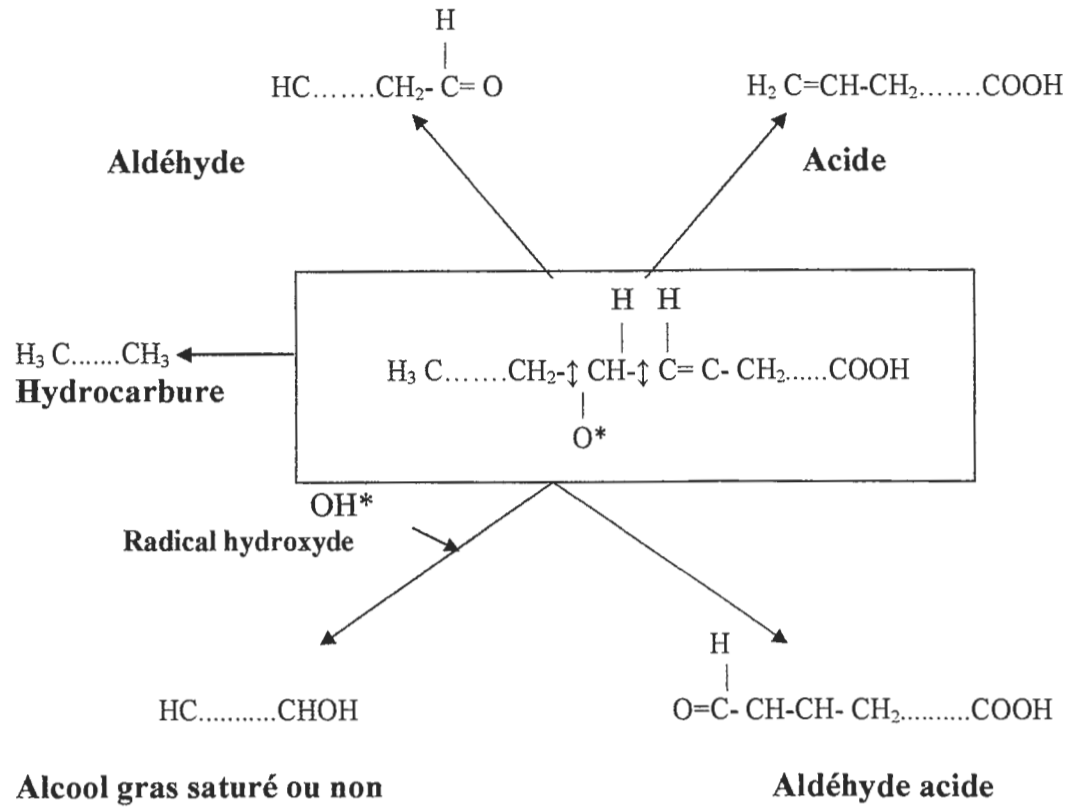


Figure .4 . : Les produits d'altération thermoxydative volatils (Karleskind A et al ,1992).

Ces produits volatils à la température de friture ne resteront pas dans l'aliment frit et ne seront pas ingérés avec lui, ils sont responsables de l'odeur de friture.

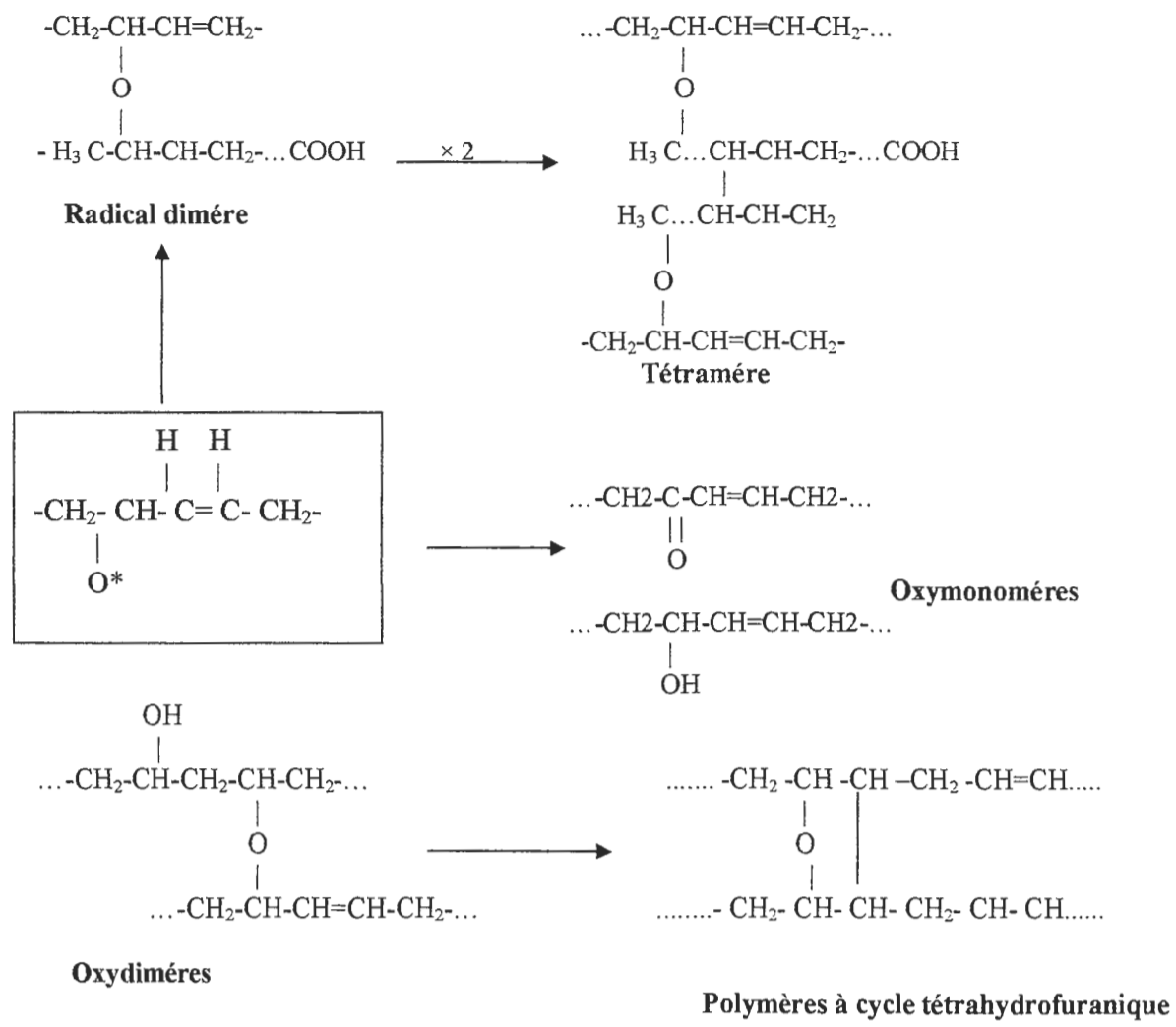


Figure 5 . : Les produits d'altération thermoxydative non volatils (Karleskind A et al ,1992).

Tableau .7 . : Type d'altérations, agent causal et types de produits formés

lors du chauffage des corps gras (Perrin, 1992.; Dobarganes, 1998).

Type d'altération	Agent causal	Composés résultants
Oxydative	Air (Oxygène)	Produits non volatiles : -Monomères oxydés. -dimères et oligomères. -polymères oxydés. produits volatils : -Hydrocarbures, cétones, Aldéhydes, alcools.
Thermique	température	-Monomères cycliques. -Dimères apolaires. -polymères -Acides gras trans. (AGT)
Hydrolytique	Humidité	-Acides gras libres (AGL). -Diglycérids. -Mono glycérides. -glycérol.

IV.1 Digestion et absorption :

L'emulsification des lipides dans le tube digestif est une première étape fondamentale dans le processus de digestion et assimilation des lipides, processus très complexe car basé sur une cascade d'événements physico-chimique et enzymatique dont la synergie conditionne la bio- disponibilité des nutriments lipidiques.

Les TG, après hydrolyse en AG et 2 monoacylglycérol, sont captés par les entérocytes, les AG à chaîne courte relativement hydrosolubles, parviennent au foie via la veine porte. En revanche les AG à longue chaîne et 2 monoacylglycérols, plus hydrophobes sont estérifiés puis incorporés dans les lipoprotéines essentiellement chylomicrons et lipoprotéines de basse densité (Besnard *et al*, 1997).

Au cours de l'absorption intestinale on observe de grandes différences de comportement entre les TG à chaîne moyenne et ceux à longue chaîne. Les TG à chaîne moyenne sont hydrolysés par la lipase pancréatique plus rapidement et plus complètement que les TG à chaîne longue, la lipase pancréatique hydrolyse préférentiellement les AG fixés sur le glycérol formant des 2 mono glycérols.

Dans l'entérocyte, les AG à chaîne longue sont rapidement activés sous forme d'acyle CoA pour être réincorporés dans les TG et les chylomicrons, les AG à courte et moyenne chaîne ne sont pas ré estérifiés.

Les acides gras à chaîne moyenne et à courte chaîne au lieu d'empreinter la voie lymphatique comme les acides gras à chaîne longue, vont passer directement sous forme acide , dans la veine porte pour arriver au foie très rapidement dans la veine porte, le transport plasmatique des acides gras s'effectue grâce l'albumine , précurseurs de molécules d'acétyle CoA, ils ne semblent pas augmenter le taux de cholestérol mais présentent un caractère cétogène, ces caractéristiques originales les font utiliser pour améliorer la nutrition au cours de certaines conditions pathologiques (Breton, 1988).

IV.1.1. Digestion et absorption du cholestérol :

Il semblerait que le cholestérol alimentaire ne se mélange pas de façon homogène avec le cholestérol endogène d'origine biliaire, en effet, celui-ci pourrait être absorbé plus vite que le cholestérol alimentaire, le cholestérol est hydrolysé en totalité dans la lumière intestinale, sous l'action d'une cholestérase d'origine pancréatique.

Dans le cycle entérohépatique, deux organes sont impliqués, le foie et l'intestin :

- a- Le foie métabolise, le cholestérol en acides biliaires primaires entraînés vers l'intestin via le canal cholédoque.
- b- La flore bactérienne de l'intestin transforme les acides primaires en acides secondaires.
- c- Après réabsorption au niveau des entérocytes, il est entraîné vers le foie par la circulation sanguine.
- d- Les selles biliaires sont déversées dans l'intestin, ils favorisent l'emulsification des graisses, et aident aussi à l'absorption des vitamines liposolubles (Gaignaut, 1997).

IV.1.2. Transport des lipides dans le sang :

Les lipides sont transportés sous forme de lipoprotéines (Delplanque, 1994) :

a- Les lipoprotéines :

Les lipoprotéines sont des complexes macromoléculaires qui permettent le transport des lipides dans le plasma, ces particules sphériques de structure pseudomiscellaire peuvent être séparées sur la base de leur densité hydratée en quatre grandes classes. L'ultracentrifugation séquentielle permet la séparation successive des lipoprotéines en fonction de leur densité, cette technique est la référence mais ne peut être utilisée en routine (Bruckert *et al*, 1988).

Le tableau résume la composition des différentes lipoprotéines.

Tableau .8 . : Composition des 4 classes principales de lipoprotéines (Bruckert et *al*, 1988)

Lipoprotéines	Chylomicrons	VLDL	LDL	HDL
Proteine (%)	2	6	25	48
Cholestérol libre (%)	7	14	15	8
Cholestérol estérifié (%)	7	17	36	18
TG (%)	75	53	9	Traces
Phospholipides (%)	9	10	15	25

- **Les HDL (High Density Lipoprotein) :** Les HDL sont les particules les plus denses, isolées entre les densités 1,063 et 1,21. Elles contiennent 50% de protéines et 50% de cholestérol.

- **Les LDL (Low density lipoprotein):** Les LDL, résultent du catabolisme des VLDL par action de la lipolyse, les LDL assurent le transport du cholestérol vers les tissus, chaque particule contient une seule Apo B qui sert de clé pour son catabolisme par le LDL- récepteur, dans les tissus périphériques et surtout par le foie.

- **Les VLDL (Very low density lipoprotein) :** Synthétisées par le foie, riche en TG, les VLDL, apportent les acides gras libérés par la lipolyse aux différents tissus, chaque particule de VLDL contient une seule Apo B.

- **Les Chylomicrons :** Très grosses particules d'origine exogène formées à partir de l'intestin. Ils sont très riches en TG et ne contiennent que 2 à 3 % de protéines, essentiellement de l'Apo B 48, d'origine exclusivement intestinale.

Les lipoprotéines sont impliquées dans la captation du cholestérol cellulaire, première étape du transport de retour du cholestérol aux cellules induisant son accumulation dans la zone initiale des artères , et ce sont les HDL qui sont susceptibles de recapter le cholestérol cellulaire pour le ramener au foie pour son élimination sous forme de sels biliaires, c'est pourquoi les LDL sont qualifiées de particules athérogènes et les HDL des particules anti-athérogènes, tout déséquilibre dans la balance entre ces deux phénomènes peut conduire à l'athérosclérose : par excès de LDL et ou manque de HDL (Delplanque, 1994).

IV.1.3. Intervention des principales lipoprotéines :

Le foie met en circulation de nouvelles lipoprotéines : les VLDL subissent l'action de la **LP lipase** qui les transforme en **IDL**, une petite partie subira l'action de la lipase hépatique qui les transforme en LDL. Les **LDL**, sont reconnus par un récepteur spécifique des apolipoprotéine au niveau de la membrane des hépatocytes et des autres cellules périphériques.

Les **HDL** sont synthétisés par le foie, mais proviennent également en partie de l'hydrolyse directe des **LP** riches en TG (CM, VLDL). Elles vont capter le cholestérol libre au niveau de la membrane plasmique des cellules périphériques et le ramenant au foie (Turpin *et al*, 1994).

IV. 2. Pathologies liées aux troubles métaboliques des lipoprotéines :

IV. 2 .1. Lipides et obésité :

L'obésité correspond à une augmentation excessive de la masse grasse de l'organisme dans une proportion telle qu'elle peut avoir une influence sur la santé. En effet l'obésité est de plus en plus reconnue comme un problème de santé publique.

Les relations entre apports alimentaires lipidiques et obésité sont aujourd'hui l'objet de controverse pour les uns, il est possible d'affirmer que les graisses alimentaires jouent un rôle majeur dans l'augmentation de la prévalence de l'obésité observée dans de nombreux pays, en concédèrent sur la base des études épidémiologiques publiées, qu'il n'est pas possible de tirer des conclusions définitives dans ce domaine. Pour d'autres, un régime riche en graisses n'est pas la cause de la prévalence élevée de l'obésité actuellement et la réduction des lipides alimentaires ne sera une solution (Oppert, 1999).

IV. 2. 2. Lipides et hormones de croissance :

A côté des effets cellulaires et tissulaires mieux connus, l'hormone de croissance, GH (Growth hormon) a des effets métaboliques complexes sur le métabolisme lipidique (Hormone lympholytique).

Sur le plan lipidique, le syndrome de déficit en GH est associé à une élévation des taux des TG sanguins, du cholestérol total, LDL-cholestérol et de l'Apo B, avec une baisse du HDL-cholestérol.

Le traitement par GH corrige le profil lipidique à risque cardio-vasculaire, et diminue le taux des LDL-C en augmentant le taux des HDL-C, l'effet sur le cholestérol et TG est constant. Par contre le taux de Lp (a) s'élève sous traitement de manière significative.

L'action des GH sur le métabolisme lipidique est complexe, l'effet majeur, et constant étant une diminution du LDL-C et une augmentation de la Lp (a) (Taubert, 2000).

IV.3.Effets physiologiques des huiles chauffées :

Les **AGPI**, de par leur nature (enchaînement malonique régulier) et leur agencement dans les membranes cellulaires, sont la cible des réactions radicalaires incontrôlées et propageables, génératrices de profonds désordres structuraux et fonctionnels (Castes de Paulet, 1988). Parmi les composés néoformés au cours du chauffage des corps gras on trouve les acides gras trans (**AGT**), 35 à 39% des AGT proviennent de la consommation d'huiles végétales partiellement hydrogénées (les huiles végétales chauffées à température supérieure à 190°C, lors de l'opération de la désodorisation et de friture, ou les AGT formés sont des isomères des acides linoléique et surtout linoléique (Combe et al, 2000). La teneur en AGT, tous isomères confondus, est en moyenne de 2,3% par rapport aux acides gras totaux du tissu adipeux (Sebédio et Chadigny, 2000).

Certaines études ont montré que les AGT alimentaires entraînent une augmentation des paramètres athérogènes que sont le cholestérol plasmatique lié au LDL et à la lipoprotéine Lp (a) (Ledoux et al., 1999).

Plusieurs hypothèses ont été émises quant au mécanisme d'action des AGT alimentaires sur le profil lipoprotéinique, le taux de HDL-C serait associé à une réduction, par les AGT, de l'activité de la lécithine cholestérol acyl-transférase (LCAT) qui associe la synthèse des esters de cholestérol au niveau des HDL.

Contrairement à l'acide oléique, qui augmente non seulement les LDL-C, mais aussi les HDL-C, l'acide élaidique dans certains cas, diminuait les HDL-C (avec 11% AGT) dans le régime (Bretillon et al., 1999). Selon (Causert, 1982), la mortalité n'est constatée que lors de l'administration de la fraction des monomères cyclique, car elle est beaucoup plus toxique et c'est l'acide linoléique qui est incriminé dans la formation de ces composés. Les effets de retards de croissance corporelle chez les animaux ont été constatés par tous les auteurs ayant réalisés des travaux sur les huiles oxydées.

IV.4. Digestion et absorption des produits d'oxydation :

L'ingestion d'ECN, présents dans une huile chauffée (dans les conditions de friture) s'accompagne d'un passage de ces composés dans la lymphe avec les taux d'absorption suivant la nature de l'ECN considéré (Combe et al, 1978). De nombreux travaux ont été consacrés à l'étude des modifications chimiques subies par les corps gras au cours de leur utilisation et sur l'incidence de cette transformation sur leur valeur nutritionnelle et leurs propriétés physiologiques.

Celles-ci provoquent un rancissement donnant lieu à des odeurs qui rendent les aliments inacceptables, ensuite la formation de composés constituant un danger potentiel pour la santé de l'homme (Capella, 1989).

Dés, Combe et al., 1976) ont montré que parmi les ECN issus de l'huile de soja chauffée, 50% des monomères oxydés traversent la paroi intestinale chez le rat, alors que peu de polymères oxydés ou non suivent le même chemin.

Les acides cycliques aromatiques et acides cyclique non aromatiques présentent un taux d'absorption respectivement de 50 à 60% et de 90 à 98% (Tableau.9.).

Selon (Marquez R et al, 1992; Gonzalez et al, 1998), la digestibilité des huiles oxydées se trouve réduite de 30% par rapport à celle des huiles fraîches chez le rat

Tableau .9 . : Absorption intestinale des ECN chez le rat (Combe et al, 1978).

Nature des ECN	% de passage dans la lymphe
ECN totaux	41
Composés oxydés	53
Composés polymères	14
Composées cycliques	94

Deuxième partie

Étude expérimentale

II.1. Matériel

II.1.1. Huile à friture :

Au cours de cette partie pratique de notre étude on a utilisé une huile à friture, produite par la raffinerie du complexe agroalimentaire Cévital (Bejaia), cette dernière est un mélange de trois huiles à savoir l'huile de tournesol, de soja et de palm.

II.1.2. Pomme de terre :

L'aliment utiliser dans la friture est la pomme de terre blanche (Ostara), sa composition est relativement simple et majoritairement glucidique et contenant des quantités réduites de graisse ce qui fait d'elle un substrat de choix pour notre étude.

Le fait d'être pratiquement presque exempte de graisse, simplifie énormément le travail car au cour de la friture il se produit des interactions complexes (relargage, ajout de gras, changement de composition,...) entre la graisse de friture et celle contenue dans l'aliment.

II.1.3 Animaux :

Cette étude a été réalisée sur des rats males de souche « Wistar » provenant de l'animalerie de l'institut pasteur de kouba , ce choix a été établi en se référant aux travaux de Bourre (1989) qui affirme que si l'on prend en considération les métabolismes respectifs de l'homme et du rat , les vitesses différentes de leur croissance , les différences entre les rapports des poids du cerveau et du corps ainsi que la composition en acides gras de leur membrane nerveuse , les résultats obtenus chez le rat sont nécessairement extrapolable à l'homme

II.1.4 Aliment :

L'étude in -vivo a été réalisée avec un régime standard. L'aliment se présente sous forme de granulé.



II.1.5 Appareillage :

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

- Un Bain marie.
- Une Centrifugeuse.
- Une Balance analytique.
- Une Plaque chauffante.

- Un GCMS de marque SHIMADZU.
- Un Automate.

II.1.6 Réactifs et produits chimiques :

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

- Acide acétique 0.5 N.
- Chloroforme.
- Iodure de potassium.
- Thiosulfate de sodium 0.002 N.
- Empois d'amidon.
- Isobutanol éthanolique.
- Potasse alcoolique.
- Acide chlorhydrique.
- Phénol phtaléine.
- Tétrachlorure de carbone.
- Réactif de Huiib.
- Solution méthanolique d'acide chlorhydrique.
- Hexane. *Heptane*
- Sulfate de sodium.
- Acide phosphotungstique.

II.2. Méthodes

II.2 .1. Préparation et prélèvement des échantillons :

II.2.1.1.Traitement des huiles par la chaleur ou thermo oxydation des huiles

L'étude consiste à provoquer une thermo - oxydation de l'huile à friture seule et en présence d'un aliment amylicé, la pomme de terre.

La friture a été réalisée dans un bain de friture couvert pour diminuer le contact avec l'air. Un volume de 2 litre d'huile est chauffé à 200°C pendant 45mn. Nous avons employé 360 grammes de pomme de terre blanche, épluchés et coupés avec une coupe frits, puis on a réalisé 15 fritures (3mn/ friture), le prélèvement des échantillons globaux a été réalisé une fois sur deux fritures, pour un volume de 250 ml à chaque fois.

En parallèle la même huile fraîche est mise en bain de friture, mais elle est chauffée sans aliment et dans les mêmes conditions précédentes du chauffage pendant 40 minutes.

L'objectif du traitement de l'huile sans aliment est d'évaluer l'effet de l'aliment sur le degré d'altération des huiles.

II.2.1.2. Prélèvement des échantillons :

Au cours de notre travail on a mené une petite enquête de motivation et de consommation dont des échantillons d'huile à friture ayant déjà servies ont été prélevés auprès de quelques restaurants de la région de Jijel. L'échantillonnage consiste à remplir des flacons de verre de capacité de 250ml au 2/3. Les échantillons vont subir un contrôle physico-chimique et les résultats ainsi obtenus seront comparés à ceux des huiles traitées au laboratoire.

II.2.2. Contrôle physico-chimique des huiles à friture :

II.2.2. 1. Indice de peroxyde.

L'indice de peroxyde est le nombre de milliéquivalent d'oxygène actif fixé sous forme de peroxyde contenu dans un gramme d'huile (Lecoq, 1965).

Le mode opératoire est le suivant :

Peser 2g d'huile puis ajouter 10ml de chloroforme et agiter pour dissoudre la prise d'essai ; après avoir ajouter 15ml d'acide acétique, puis 1ml d'iodure de potassium, agiter pendant 1min, boucher l'Erlen et laisser à l'abri de la lumière et à température ambiante pendant 5min, ajouter 75ml d'H₂O et agiter vigoureusement, enfin rajouter 3 à 5 gouttes d'empois d'amidon et titrer avec le thiosulfate de sodium 0,002N (Lecoq, 1965) et (Morelle J, et al, 1965). L'indice de peroxyde et donner par la formule :

$$I_P = (V_h - V_t) 80 / 5 P \text{ (Mécq d'O}_2\text{/g d'huile)}$$

- V_h : Volume de thiosulfate de sodium utilisé dans l'essai (ml);
- V_t : Volume de thiosulfate de sodium utilisé pour le témoin (ml) ;
- P : La prise d'essai (g);

II.2.2. 2. Indice d'acide :

Les matières grasses s'altèrent par vieillissement en donnant naissance, par hydrolyse, à des acides gras. Cette acidité peut être mesurée par alcalimétrie, en milieu éthéro-alcoolique, à l'aide de potasse alcoolique titrée. L'indice d'acide est le nombre de

milligramme de potasse nécessaire pour neutraliser les acides gras libres contenus dans 1 g de matières grasses (Morelle J, et al, 1965).

Le mode opératoire est le suivant :

Dans un erlen Mayer de 250 ml ajouter : 0.784g (1g) d'huile ; 20ml de solvant isobutanol-éthanolique ; 20ml de potasse alcoolique et 3 à 5 gouttes de phénol phtaléine puis titrer avec l'acide chlorhydrique 0, 5N jusqu' à décoloration.

Effectuer parallèlement une réaction à blanc, dans les mêmes conditions que précédemment sans huile (Lecoq, 1965).

L'indice d'acide est calculé comme suit :

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

- P : Prise d'essai (g) ;
- V : Volume de l'acide chlorhydrique utilisé (ml) ;
- N : Normalité de l'HCl ;
- PM : Poids moléculaire de la potasse alcoolique.

II.2.2. 3. Indice de saponification :

L'indice de saponification est la quantité de potasse en milligramme nécessaire pour saponifier un gramme de corps gras. La saponification est obtenue à chaud avec une quantité connue de potasse alcoolique en excès. L'excès de réactif est ensuite titré par une solution acide, en présence de phénophtaléine (Karleskind, 1992).

Le mode opératoire est le suivant :

Introduit dans un Erlen Mayer de 250ml une prise d'essai d'environ 1g d'huile. Ajouter 25ml de potasse alcoolique. Agiter pour dissoudre et porter à l'ébullition au bain-marie bouillant pendant 30min en agitant de temps à autre.

Ajouter à la solution 3 à 5 gouttes de phénophtaléine et titrer à chaud l'excès de potasse avec l'acide chlorhydrique 0,5N jusqu'à décoloration.

Effectuer parallèlement une réaction à blanc, dans les mêmes conditions que précédemment, mais sans huile pour titrer la solution de potasse (Lecoq, 1965).

L'indice de saponification est donné par la formule :

$$I_s = (N - N') \cdot 28,05 / P$$

- **N** : Nombre de ml d'HCl utilisé pour lors de réalisation de témoin ;
- **N'** : Nombre de ml d'HCl nécessaire pour le dosage proprement dit ;
- **P** : Prise d'essai (g).

II.2.2. 4. Indice d'iode :

Les liaisons éthyléniques ou acétyléniques des acides gras sont susceptibles de fixer l'iode ou ses dérivés halogènes (chlorure ou bromure d'iode) ce qui permet de mesurer l'insaturation des corps gras. Par définition l'indice d'iode exprime le nombre de gramme d'iode fixé par **100g** de corps gras, mais il peut varier grandement avec les techniques ou lorsque les techniques choisies ne sont pas rigoureusement suivies. (Karleskind, 1992) Le mode opératoire est le suivant :

Introduire **0.3g** d'huile dans l'eren-Meyer en tenant compte des indications notées plus haut. La dissoudre dans **10ml** de tétrachlorure de carbone. Ajouter **25ml** de réactif de **Huiib**. Boucher et agiter. Abandonner la fiole à l'obscurité pendant **12 à 24 h** (un contact de **24h** est nécessaire pour les huiles siccatives). Simultanément, effectuer une réaction à blanc sans matière grasse.

Le temps de contact écoulé, ajouter **20ml** de solution d'iodure de potassium à **30%** et **300ml** d'eau distillée. Titrer et calculer l'indice d'iode selon la formule suivant (Lecoq, 1965) :

$$I_i = 1.269 (n - n') / P$$

- **P** : prise d'essai en g ;
- **n** : nombre de millilitre de thiosulfate **0.1N** versés dans le dosage proprement dit ;
- **n'** : nombre de millilitre de thiosulfate **0.1N** versés dans le blanc ;

II.2.2. 5. Humidité

La présence de l'eau libre augmente l'activité de l'eau A_w , ce qui influence directement sur l'oxydation des lipides. Un échantillon est étuvé à 104°C, et toute diminution du poids après séchage indique la présence d'humidité (Lecoq, 1965).

Les résultats sont calculés selon la formule suivant :

$$\text{Humidité (\%)} = (P_1 - P_2) \cdot 100 / P_1 - P_0$$

- P_0 : poids du récipient ;
- P_1 : poids de l'échantillon avant séchage ;
- P_2 : poids de l'échantillon après séchage.

II.2.2. 6. La densité :

La masse volumique désignée dans le langage courant par l'appellation de densité renseigne sur le groupe auquel appartient une huile. L'augmentation de la densité peut atteindre 5% de la valeur initiale (Guillaumin, 1969).

Dans un bêcher, peser un volume bien déterminé d'huile (20ml), puis peser le même volume d'eau (20ml) après appliquer la formule suivant (CACQE,2002).

$$\text{Densité} = m / m'$$

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

II.2.2. 7. L'aspect de couleur :

Il y a un groupe de paramètres utilisés comme critères de qualité, comme l'aspect organoleptique et la détermination de la couleur, paramètres très appréciés par le consommateur, il est à noter que l'analyse de la couleur n'est pas vraiment un test très fiable, car elle est faite à l'œil nu et pour cela elle est subjective. (AOCS CC.12c.1992)

Pour réaliser ce test, on a comparé l'aspect couleur des différentes huiles mises au test visuellement.

II.2.3. Détermination de la composition des huiles traitées par GCMS :

Pour la détermination de la composition en acides gras des différentes huiles, on a utilisé le protocole suivant : Introduire dans la fiole de verre **0,2 g** de matière grasse préalablement déshydratée au sulfate de sodium et filtrée, ainsi que **2 ml** de solution méthanolique d'acide chlorhydrique. Fermer la fiole à la flamme. Maintenir la fiole dans un bain à **100 °C** durant quarante minutes. Refroidir la fiole à l'eau courante, ouvrir, ajouter **2 ml** d'eau distillée et **1 ml** d'hexane. Centrifuger et prélever la phase hexanique, qui est prête à l'emploi (OLLIVIER D et al, 2006).

Les conditions opératoires à respecter, pour avoir un chromatogramme sont portées sur le tableau 10.

Tableau 10: Les conditions opératoires (OLLIVIER D et al, 2006).

Variables	Valeurs/Conditions
Colonne	Longueur: 2 à 4 m. Diamètres intérieurs: 4 mm.
Support	Granulométrie entre 160 et 200 µm.
Taux d'imprégnation de la phase stationnaire	15 à 25 % (m/m).
Gaz vecteur	Hélium, ou à défaut hydrogène, à teneur aussi faible que possible en oxygène.
Gaz auxiliaires	Néant.
Température de l'injecteur	De 40 à 60 °C.
Température de la colonne	180 à 200 °C.
Débit du gaz vecteur	Généralement compris entre 60 et 80 ml/min.
Quantités injectées	Généralement comprises entre 0,5 et 2 µl.

II.2.4. Effet de l'administration des huiles traitées sur le métabolisme lipidique du rat :

L'expérimentation animale consiste à déterminer chez le rat les effets éventuels physiopathologiques des régimes contenant de l'huile fraîche ainsi que de l'huile thermo oxydée, sur la croissance corporelle et les lipides sérique à savoir, le cholestérol, TG, le cholestérol des lipoprotéines sériques (HDL, LDL).

Le schéma expérimental de cette partie pratique est le suivant :

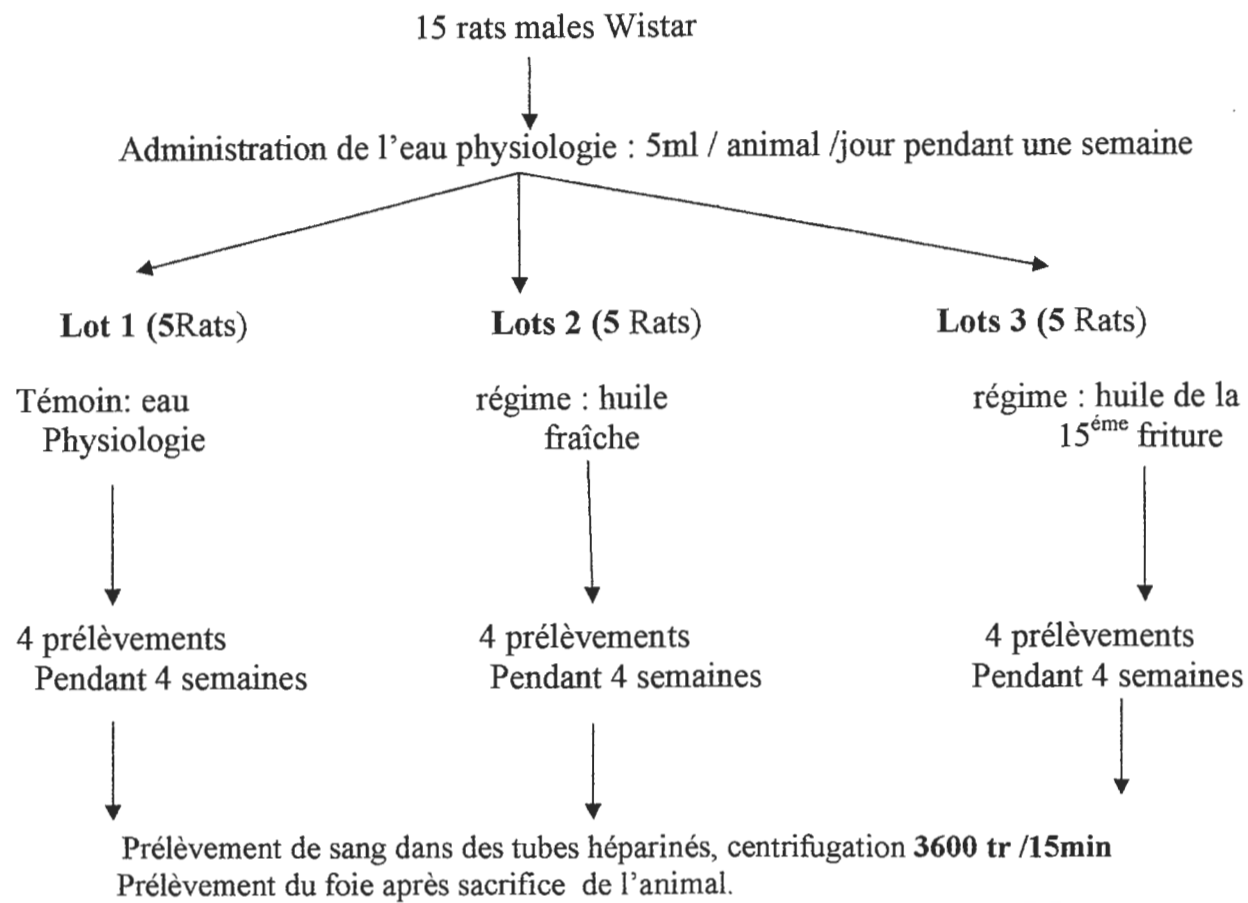


Figure .6. : Le schéma général du déroulement de l'expérimentation

II.2.4.1. Régime alimentaire et préparation des lots :

Quinze rats de sexe masculin ont été répartis sur trois lots. Les animaux ont été soumis à une adaptation à l'eau physiologie (5ml/animal / jour) durant une semaine avant le début de traitement.

Les animaux reçoivent le même régime alimentaire mais la différence réside en ce qui suit :

Lot 1 : Lot témoin traité par l'eau physiologie à raison de **2. 1,5 ml / animal / jour.**

Lot 2 : Lot traité par l'huile fraîche à raison de **2. 1, 5 ml / animal / jour.**

Lot 3 : Lot traité par l'huile de la 15^{ème} friture à raison de **2. 1,5 ml / animal / jour.**

L'administration des suppléments, eau physiologique et huile à friture a été faite par voie orale pendant 4 semaine. **La photo.1.** illustre la méthode utilisée.



Photo .1 . : Voie d'administration des suppléments.

Les animaux reçoivent les régimes respectifs durant 4 semaines, le premier prélèvement de sang et la pesée se font juste après la semaine d'adaptation puis l'opération est répétée chaque semaine.

II.2.4.2. Mesures pondérales :

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

a- Courbe de croissance : Une courbe de croissance est établie à partir des poids moyens des rats avant chaque prélèvement. *Semaine*

b- Gain de poids : Le gain de poids est la différence entre le poids finale et initial *du rat*. Nous pesons les animaux avant et après chaque période de manipulation (le nombre de répétition est de quatre).

c- Indice hépato - somatique :

L'indice hépato- somatique est calculé à partir du rapport entre le poids du foie et celui du corps, multiplié par cent (Varela et al. 1995).

Les animaux sont pesés avant leur sacrifice. Après le sacrifice d'un animal de chaque lot expérimental, le foie est prélevé et pesé. L'indice hépato- somatique est déterminé selon la formule suivante :

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

Selon (Varela et al. 1995), cet indice nous renseigne sur l'hypertrophie du foie.

II.2.4.3. Contrôle de l'évolution des paramètres lipido- plasmatiques

a- Prélèvements sanguins:

La technique de prélèvement du sang se fait par ponction du sinus rétro orbitale en utilisant des micro- hématocrites. On recueille le sang dans des tubes héparinés pour éviter la coagulation, le sérum est récupéré par centrifugation à 3600 tr/15 min, puis transféré à l'aide d'une micro-pipette dans des tubes eppendorf secs. *la coupure veine jugulaire*

b- Les paramètres à évaluer :

b.1- Dosage des triglycérides (TG) et du cholestérol total (CT) :

Le mode opératoire est le suivant :

Un volume de 250 µl de sérum, et après une agitation et un repos pendant 10mn, on centrifuge 20 min à 3600tr/min puis on passe à la lecture dans un appareil de type Automate (BURSTEIN, et al, 1970).

b.2- Dosage des HDL-Cholestérol sérique :

Les chylomicrons et les VLDL précipitent par addition d'acide phosphotungstique et de Chlorure de magnésium, le surnageant obtenu après centrifugation contient les HDL qui seront dosés par le réactif de cholestérol liquicolor.

Le mode opératoire est le suivant :

Un volume de 250 µl de sérum est additionné de 25 ml de réactif de cholestérol. Après une agitation et un repos pendant 10mn, on centrifuge 20 min à 3600tr/min puis on passe à la lecture dans un appareil de type Automate (BURSTEIN, et al, 1970)

b.3- Calcul du taux LDL-Cholestérol sérique :

La concentration des LDL- cholestérol est calculée selon la formule de (Freidewald et al. 1972) :

$$\text{LDL-C} = \text{TC} - \text{HDL-C} - \text{TG} / 5 \quad (\text{mg /dl})$$

Ou :

LDL-C: Concentration LDL cholestérol

HDL-C : Concentration HDL cholestérol

TG : Concentration triglycérides

Troisième partie

Résultats et discussion

III.1. Contrôle de la qualité des huiles traitées :

III.1.1. Variations des indices physico-chimiques :

III.1.1.1. Indice de peroxyde :

L'augmentation de l'indice de peroxyde est liée à l'évolution de la concentration en hydroperoxydes formés au cours de la thermo oxydation ou de l'autoxydation des AG insaturés. Les tableaux ci-dessous nous donnent les résultats obtenus en meq d'O₂ /kg d'huile.

Il apparaît clairement que la thermo -oxydation fait augmenter l'indice de peroxyde de 3.2 à 5.77 après 40minutes de traitement donc une augmentation de 80.3%. Cependant, on assiste à une augmentation plus marquée de cet indice en présence de la pomme de terre pour laquelle ce paramètre chimique augmente de + 92.81% après 15fritures.

Tableau .11 . : Evolution de l'indice de peroxyde en fonction du temps de chauffage

Huile	H0	H1	H10	H20	H30	H40
Temps (minutes)	0min	Point de fumée	10 min	20 min	30 min	40mn
Indice de peroxyde : I _p	3.2	3.74	4.20	4.86	5.23	5.77

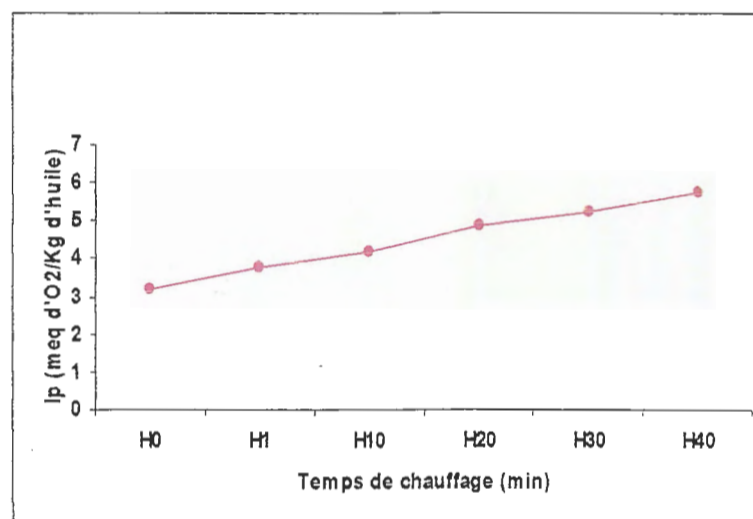


Figure .7 . : Evolution de l'indice de peroxyde en fonction du temps de chauffage.

Tableau .12 . : Evolution de l'indice de peroxyde en fonction de nombre de friture.

Nombre de fritures	Huile	1 ^{er} friture	3 ^{ème} friture	5 ^{ème} friture	7 ^{ème} friture	9 ^{ème} friture	12 ^{ème} friture	15 ^{ème} friture
Indice de peroxyde : I _p	3.2	3.9	4.37	4.80	5.14	5.57	5.91	6.17

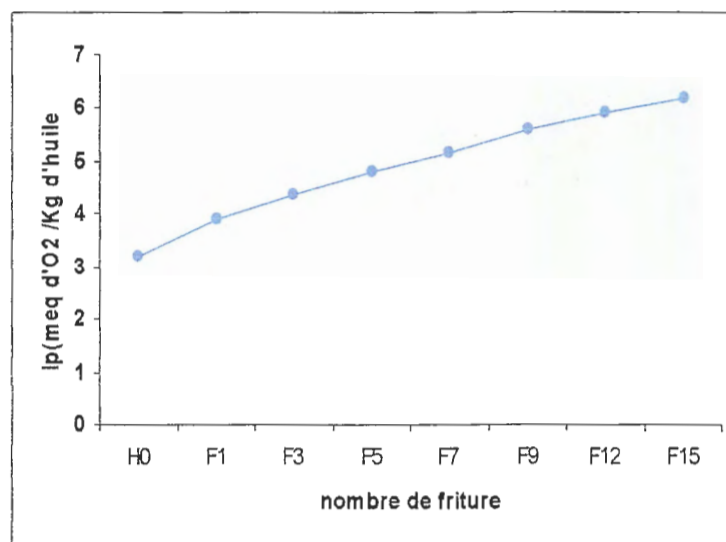


Figure .8 . : Evolution de l'indice de peroxyde en fonction de nombre de friture.

Les figures .7.8. confirment cette constatation, la différence entre l'indice de peroxyde de l'huile chauffé sans aliment à 40min et celui de l'huile fraîche est de 2.75, tandis que la différence entre l'huile à la 15^{ème} friture et l'huile fraîche est de 2.97.

Au fur et à mesure que le temps de chauffage et le nombre de friture augmente l'indice de peroxyde augmente, la même constatation a été trouvée par (Guillaumin, 1969), (EL-Shmi et al. ,1992) et Rouaki, (2000). La différence de degré d'oxydation entre l'huile chauffée sans aliment et l'huile chauffée avec l'aliment (friture) peut être interpréter par l'effet de l'aliment, ce dernier à un double effet : d'une part il accélère l'oxydation grâce à sa teneur élevé en eau, qui favorise l'hydrolyse des acides gras insaturés, d'autre part il protège l'huile contre l'oxydation, car il libère dans le bain de friture des glucides qui sont des bon capture des radicaux libres. D'après les résultats obtenus, on constate que la thermo- oxydation est plus prononcée en présence de l'aliment.

III.1.1.2. Indice d'acide :

L'indice d'acide donne un aperçu sur la teneur en acides gras libres, résultant de l'hydrolyse thermique des glycérides.

Les résultats obtenus sont regroupés dans les tableaux ci-dessous, ces derniers sont exprimés en mg KOH /g d'huile. D'après ces résultats du tableau .13. , on constate que la thermo oxydation de l'huile à elle seule provoque une évolution croissante de l'indice d'acide, il passe de 0.67mg KOH/g d'huile fraîche à 1.36 lorsque l'huile atteint son point de fumée. Au-delà de ce stade, le facteur temps agit en faveur d'une augmentation de l'hydrolyse thermique des triglycérides dont il y a une évolution de cet indice de +1,39 après 10min de traitement. La libération des acides gras se poursuit au cours de l'application de ce traitement physique pour aboutir à un indice d'acide de 7.01 après 40minutes (H40).

Tableau .13 . : Evolution de l'indice d'acide en fonction du temps de chauffage.

Huile	H0	H1	H10	H20	H30	H40
Temps (minutes)	0min	Point de fumée	10 min	20 min	30 min	40mn
Indice d'acide : I_a	0,67	1, 36	2,75	3,54	4,65	7,01

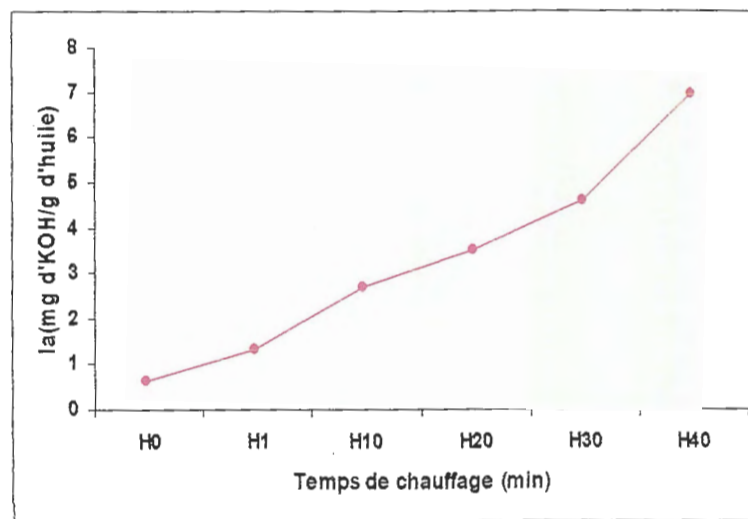


Figure .9 . : Evolution de l'indice d'acide en fonction du temps de chauffage.

Cependant, il est bien élucidé d'après les résultats du **tableau .14.** , que la présence de l'aliment amylacé, la pomme de terre accélère le processus de l'hydrolyse des triglycérides. L'indice d'acide évolue rapidement après une première friture pour passer de 0.67 à 2.04 donc une différence de + 1.37. De même, cette évolution persiste en fonction des fritures répétées ou l'indice d'acide atteint une valeur maximale estimée à 8.40 après la dernière friture.

Tableau .14 . : Evolution de l'indice d'acide en fonction de nombre de friture.

Nombre de fritures	Huile	1 ^{er} friture	3 ^{ème} friture	5 ^{ème} friture	7 ^{ème} friture	9 ^{ème} friture	12 ^{ème} friture	15 ^{ème} friture
Indice d'acide : I_a	0,67	2,04	4,16	4,81	5,61	6,18	6,94	8,40

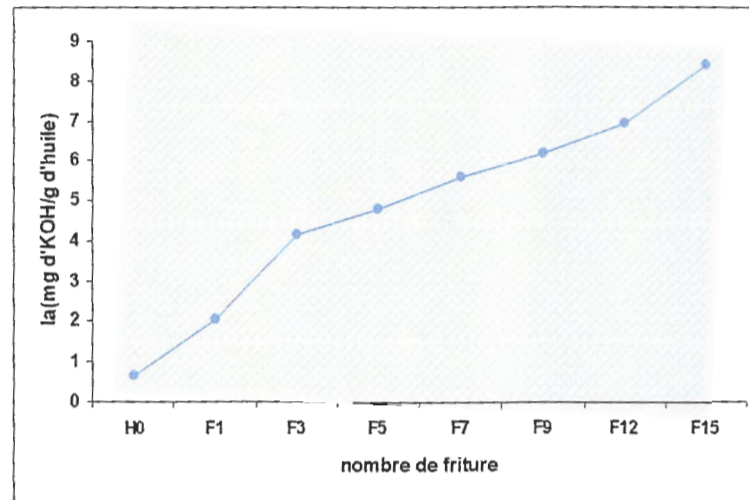


Figure .10 . : Evolution de l'indice d'acide en fonction de nombre de friture.

Les figure.9. 10. montrent l'évolution de l'indice d'acide dans les deux cas, on constate qu'il y a une différence entre l'indice d'acide de l'huile chauffée sans aliment après 40min et celui de l'huile fraîche estimée de + 6,23, alors que la différence entre la valeur de l'huile fraîche et de l'huile à la 15^{ème} friture est de +7,83.

Au vu de ces résultats, au fur et à mesure que le temps de chauffage et le nombre de friture augmente l'indice d'acide augmente ceci a été constaté également par **Guillaumin**, (1969), **EL-Shmi et al**, (1992) et **Rouaki**, (2000). La différence de degré d'oxydation entre l'huile chauffé sans aliment et l'huile chauffé avec l'aliment (friture) peut s'expliquer aussi par l'apport de l'eau par la pomme de terre, ou l'activité de l'eau couplée à la température

favorise à mieux les réactions d'hydrolyse, des triglycérides ayant comme conséquence une augmentation de l'indice d'acidité et une évolution du reste des paramètres physicochimiques. Toutefois, malgré que les aliments glucidiques protègent l'huile contre l'oxydation, par une libération des agents capteurs de radicaux libres, les glucides, nos résultats montrent que les réactions d'hydrolyses l'emportent sur les réactions de protection car, la pomme de terre utilisée est très riche en eau.

III.1.1.3. Indice de saponification : Nos résultats sont regroupés dans les tableaux ci-dessous, ces derniers sont exprimés en mg KOH /g d'huile.

Les résultats montrent que l'effet du traitement thermique persiste, l'indice de saponification est nettement affecté. Ce dernier passe de 198 à 195.25 une fois l'huile atteint son point de fumée puis diminue progressivement en fonction du temps de l'application du traitement physique pour aboutir à une valeur de 174.3. Cette diminution témoigne d'une disparition progressive de certains composés gras du milieu.

Tableau .15 . : Diminution de l'indice de saponification en fonction du temps de chauffage.

Huile	H0	H1	H10	H20	H30	H40
Temps (minutes)	0min	Point de fumée	10 min	20 min	30 min	40mn
Indice de saponification : I_s	198	195.25	194.4	187.9	184.25	174.30

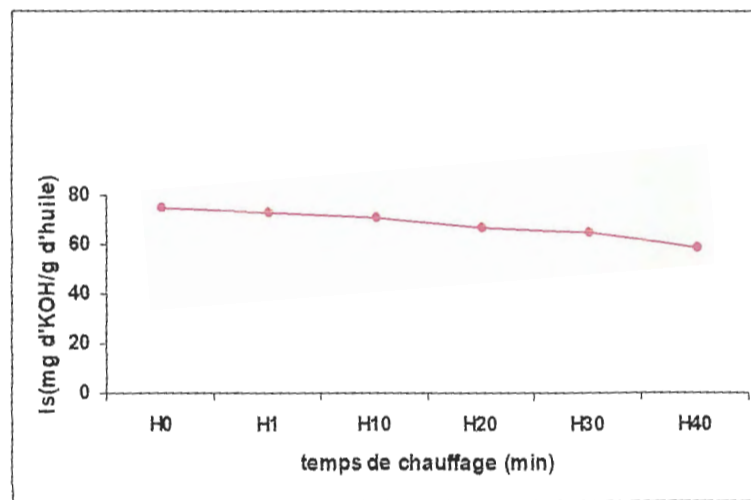


Figure .11 . : Diminution de l'indice de saponification en fonction du temps de chauffage.

Par ailleurs, il semble que le traitement thermique couplé à l'apport de pomme de terre affecte également ce paramètre chimique. Les résultats montrent une diminution progressive de l'indice de saponification en fonction des fritures répétées, cet état de fait est élucidé par les valeurs de cet indice qui évolue de 198 pour l'huile fraîche à 171.61 après la 15^{ème} friture.

Tableau .16 . : Diminution de l'indice de saponification en fonction de nombre de friture.

Nombre de fritures	Huile	1 ^{er} friture	3 ^{ème} friture	5 ^{ème} friture	7 ^{ème} friture	9 ^{ème} friture	12 ^{ème} friture	15 ^{ème} friture
Indice de saponification : I_s	198	193.87	189.75	185.62	181.09	178.37	175.65	171.61

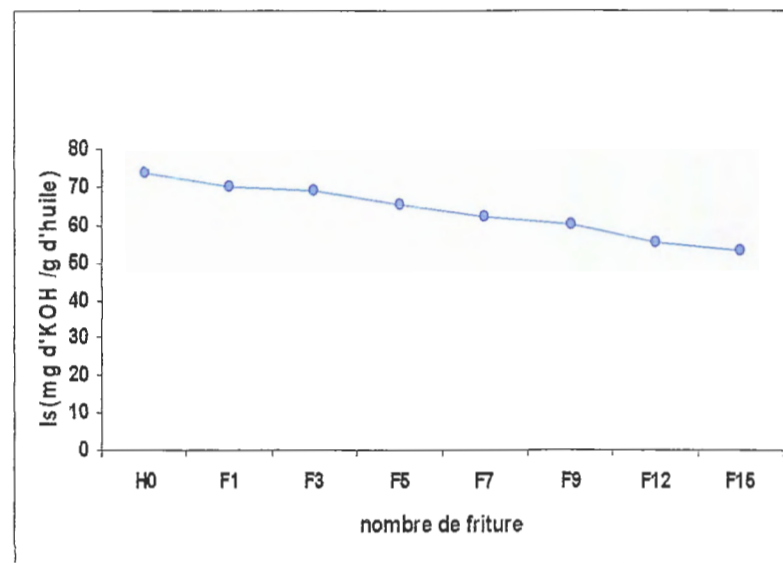


Figure .12 . : Diminution de l'indice de saponification en fonction de nombre de friture.

Il est clair que cet indice évolue d'une façon décroissante, avec une différence entre l'huile chauffée sans aliment pendant 40min et l'huile fraîche, cette différence est de 23.7, alors que la différence entre l'huile de la 15^{ème} friture et l'huile fraîche est de 26.39. De ce fait, la friture en présence de la pomme de terre reste toujours un facteur défavorable pour la future qualité des huiles à friture.

Les figures.11, 12. Illustrent bien la diminution de l'indice de saponification avec le temps de chauffage aussi bien qu'avec le nombre de friture, ce qui expliquerait une rupture probable des doubles liaisons qui se caractérisent par une réduction de la longueur des chaînes carbonées.

III.1.1.4. Indice d'iode :

L'indice d'iode représente une mesure exacte de nombres totaux des doubles liaisons, présents dans une graisse et diminue dans une huile de friture usagée dont la mesure ou les doubles liaisons ont été attaquées par la chaleur « thermo-oxydation » (Kurt, 1984). Nos résultats sont regroupés dans les tableaux ci-dessous, ces derniers sont exprimés en g d'iode /100g d'huile.

A l'instar des résultats du tableau 17, l'indice d'iode a connu une évolution décroissante lors du traitement thermique de l'huile à friture. La matière première, l'huile à friture fraîche renferme une teneur en lipides insaturés lui conférant son aspect fluide dont l'indice d'iode était de 104.05, en revanche, il apparaît qu'il y a une évolution de ces composants fluides vers d'autres composés moins insaturés pour lesquels, l'indice d'iode chute progressivement jusqu'à la valeur de 87.56 après un traitement de 40mn. L'évolution de cet indice (-15.85% comparé au témoin) laisse supposé qu'il y aura une augmentation de la viscosité de l'huile à cause de déséquilibre entre les solides et les liquides de cette huile et apparition de polymères à haut poids moléculaire.

Tableau .17 . : Diminution de l'indice d'iode en fonction du temps de chauffage

Huile	H0	H1	H10	H20	H30	H40
Temps (minutes)	0 min	Point de fumée	10 min	20 min	30 min	40min
Indice d'iode : I _i	104.05	100.25	97.71	94.75	89.67	87.56

On constate, d'après les résultats du tableau 18, que la friture répétée en présence de la pomme de terre influence le taux de composés insaturés du milieu. L'indice d'iode a connu une décroissance plus prononcée comparativement à celle enregistrée avec l'effet thermo oxydation seule, il passe de 100.67 lorsque l'huile arrive au point de fumée vers une valeur de 83.75 après 15 fritures.

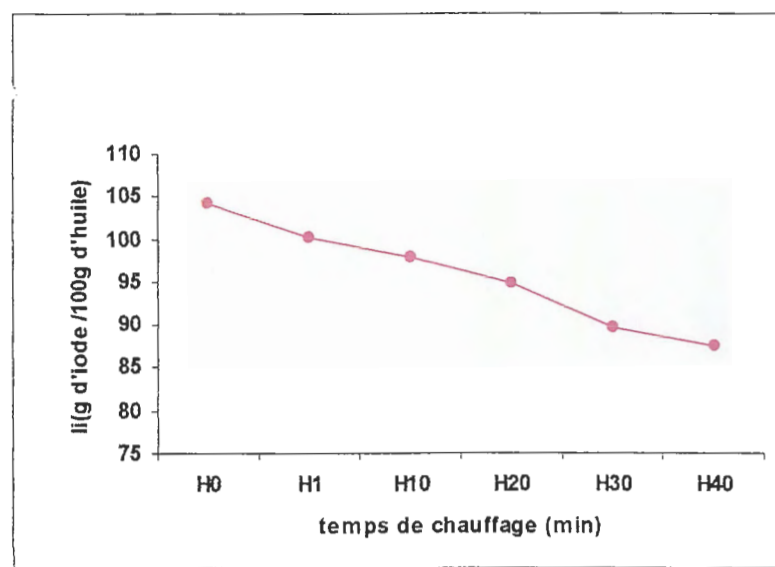


Figure .13 . : Diminution de l'indice d'iode en fonction du temps de chauffage

Ces résultats, mettent en évidence l'effet défavorable de la friture répétée sur la qualité des huiles à friture ou il y aura apparition dans le milieu de nouveau composés saturés ayants traies et la densité et la viscosité de l'huile traitée.

Tableau .18 . : Diminution de l'indice d'iode en fonction de nombre de friture.

Nombre de fritures	Huile	1 ^{iere} friture	3 ^{eme} friture	5 ^{eme} friture	7 ^{eme} friture	9 ^{eme} friture	12 ^{eme} friture	15 ^{eme} friture
Indice d'iode : I _i	104.05	100.67	98.13	93.90	91.73	88.40	85.86	83.75

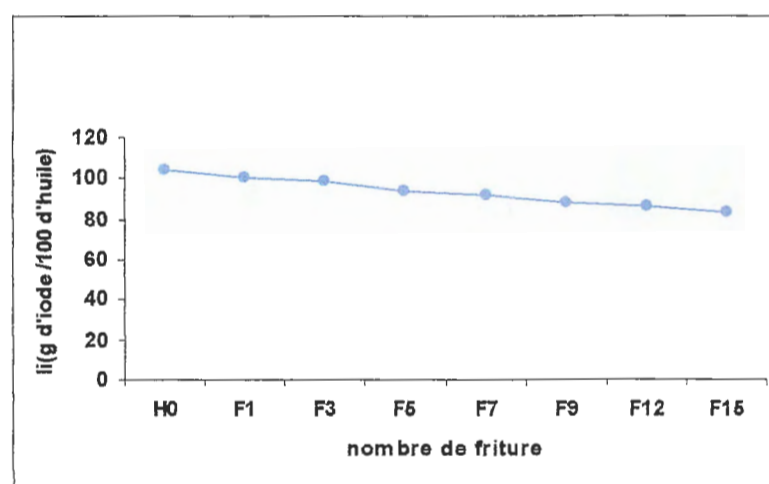


Figure .14. : Diminution de l'indice d'iode en fonction de nombre de friture

D'une manière globale, cet indice diminue d'une façon décroissante (figures.13.et 14.), avec une différence entre l'huile chauffée sans aliment à 40min et l'huile fraîche estimée à - 16.49, alors que

la différence entre l'huile de la 15^{ème} friture et l'huile fraîche est de - 20.3. Cette diminution est due principalement à la richesse d'huile en acide « linoléique » qui aurait tendance à se saturer ou s'oxyder, donc le nombre de double liaison va diminuer.

III.1.1.5. La densité :

Les résultats trouvés sont portés sur les tableaux 19et 18. La densité augmente avec le temps de chauffage aussi bien qu'avec le nombre de friture. D'après les résultats obtenus lors de la thermo oxydation de l'huile, il apparaît une évolution chiffrée de la densité de ce produit alimentaire. Ainsi, après des traitements à intervalle de temps de 10min, la densité de l'huile a passé de 0.920 à 0.951 après un traitement de 40 minutes. Ces résultats mettent en évidence une évolution et une modification de la qualité physicochimique de l'huile à friture.

Tableau .19 . : Evolution de la densité en fonction du temps de chauffage

Huile	H0	H1	H10	H20	H30	H40
Temps (minutes)	0min	Point de fumée	10 min	20 min	30 min	40mn
Densité	0.913	0.920	0.925	0.934	0.938	0.951

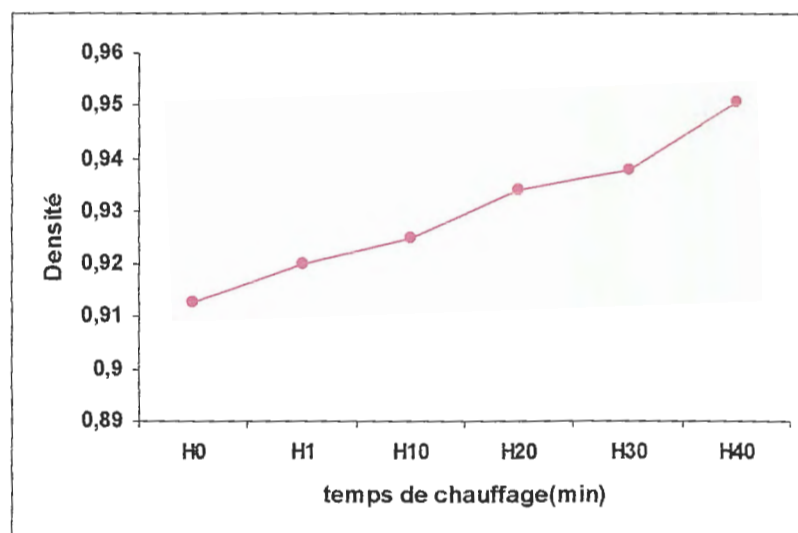


Figure .15 . : Evolution de la densité en fonction du temps de chauffage

Cependant, la même constatation a été observée avec les fritures répétées ou la densité de l'huile passe de 0.913 à 0.942 lors de la dernière friture, cela dit, il est clair que la modification de ce paramètre physique est une conséquence de l'application du catalyseur de l'oxydation des matières lipidiques, la chaleur ; cette dernière agit en premier lieu sur les composés insaturés de l'huile et inverse le rapport solide / liquide d'où la densité de l'huile augmente.

Tableau .20 . : Evolution de la densité en fonction de nombre de friture.

Nombre de fritures	Huile	1 ^{er} friture	3 ^{ème} friture	5 ^{ème} friture	7 ^{ème} friture	9 ^{ème} friture	12 ^{ème} friture	15 ^{ème} friture
Densité	0.913	0.917	0.921	0.925	0.927	0.932	0.936	0.942

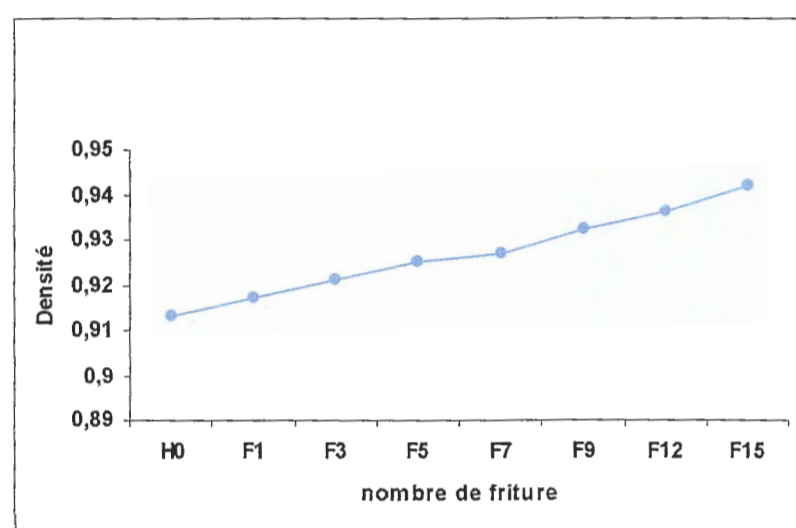


Figure .16 . : Evolution de la densité en fonction de nombre de friture.

D'après les figures 15 et 16, on observe une augmentation de la densité en fonction du temps de chauffage aussi bien qu'en nombre de friture, la différence entre l'huile chauffée sans aliment à 40min et l'huile fraîche est de 0.038, soit une augmentation de 4.16%, tandis que la différence entre l'huile de la 15^{ème} friture et l'huile fraîche est de 0.029, soit une augmentation de 3.17%. Ces résultats sont en accord avec les données bibliographiques dont Guillaumin, (1969) rapporte que l'augmentation de la densité des huiles à friture peut atteindre 5% de la valeur initiale.

L'augmentation de la densité au cours du chauffage et de la friture est une conséquence de réaction de **polymérisation**, c'est-à-dire apparition d'un des produits de la phase d'arrêt lors de l'oxydation des lipides alimentaires, ce sont des polymères de haut poids moléculaires (EL-Shami et al, 1992).

III.1.1.6.L' 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 et la catalyse minérale exerce son plein effet (Alain Karleskind et al ,1992). Les résultats de la détermination du taux d'humidité des huiles sont regroupés dans les tableaux ci-dessous.

Les résultats du **tableau.21.** , montrent une diminution de l'humidité en fonction du temps de traitement dont la figure 17 illustre cette régression, l'huile fraîche avait une humidité moyenne de 1.05 %, donc une activité en eau très basse qui limiterai son oxydation mais suite à l'application du traitement thermique, le taux d'humidité a chuté à une valeur les plus basses après 40 min (0.32%). La différence entre l'huile chauffée pendant **40min** et l'huile fraîche est de **0.73%**.

Tableau .21 . : Diminution de l'humidité en fonction du temps de chauffage.

Huile	H0	H1	H10	H20	H30	H40
Temps (minutes)	0min	Point de fumée	10 min	20 min	30 min	40mn
Humidité (%)	1.05	0.97	0.73	0.64	0.56	0.32

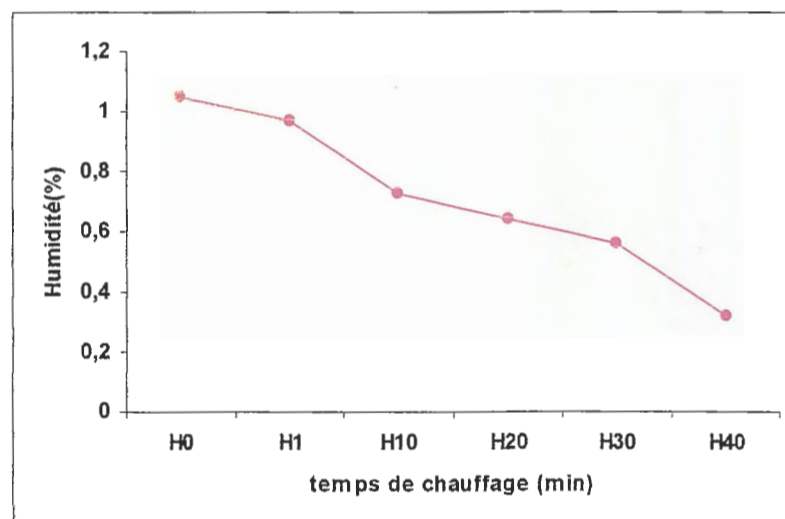


Figure .17 . : Diminution de l'humidité en fonction du temps de chauffage

Par ailleurs, d'après les résultats du tableau .22. , on constate que le taux d'humidité de l'huile traitée en présence des frites a connu des fluctuations (figure 18), ainsi on observe une augmentation de l'humidité pour les quatre premières fritures dont les différences respectives étaient de +1.74% ; 1.27% ; 0.94% et 0.08%. Cette augmentation est due principalement à l'apport de l'eau par l'aliment et à l'exsudation de cette dernière sous l'effet du sel (salting out). En revanche, sous l'effet des fritures répétées, le taux d'humidité a diminué progressivement à partir de la 9^{ème} friture pour atteindre le taux de 0.65% lors de la dernière manipulation. L'évaporation de l'eau sous l'effet de la chaleur a laissé apparaître une perte en humidité de **0.4%** après 15 fritures comparativement à l'huile fraîche.

Tableau .22 . : Diminution de l'humidité en fonction de nombre de friture.

Nombre de fritures	Huile	1 ^{er} friture	3 ^{ème} friture	5 ^{ème} friture	7 ^{ème} friture	9 ^{ème} friture	12 ^{ème} friture	15 ^{ème} friture
Humidité (%)	1.05	2.79	2.32	1.99	1.13	0.77	0.66	0.65

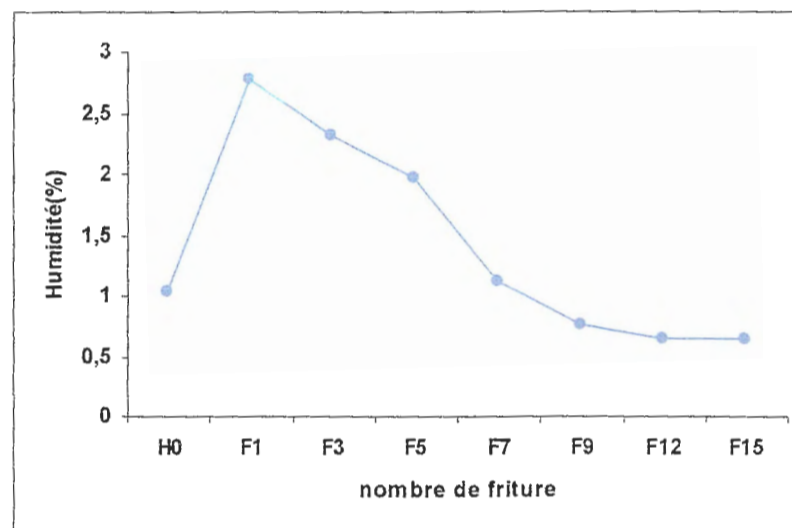


Figure .18. : Diminution de l'humidité en fonction de nombre de friture.

Enfin, il semble qu'il y a une différence très nette entre les deux traitements sur le taux d'humidité de l'huile à friture. Le traitement thermique à lui seul conduit à une humidité de 0.32% par contre la friture répétée laisse ce paramètre physique à une valeur plus importante estimée à 0.65%.

III.1.1.7. L'aspect de couleur :

La photo 2, montre l'évolution de la couleur de l'huile à friture en fonction du temps de chauffage. Il apparaît d'après cette photo, que la couleur de l'huile s'intensifie en fonction des traitements appliqués ou la couleur la plus sombre est notée après 40 minutes de la thermo oxydation. Cette évolution est due à un phénomène de brunissement non enzymatique sous l'effet de la chaleur, qui consiste à la formation des polymères bruns (pigment de PM élevé) colloïdaux, ces polymères vont aussi augmenter la viscosité en fonction du temps de chauffage (Gutierrez et Dobarganes, 1988).



Photo .2 . : Evolution de la couleur en fonction de temps de chauffage

III.2. Résultats du contrôle des échantillons collectés auprès des restaurants :

Après avoir récupéré des échantillons de l'huile à friture auprès de certains restaurateurs, ils ont été soumis à un contrôle de la qualité physicochimique afin d'estimer le nombre de friture ayant déjà subis. Les résultats trouvés sont regroupés dans le tableau 23. 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 E₄ estimé à 6.15 alors que l'huile à friture la moins chargée en peroxyde est celle représentée par l'échantillon E₂ pour laquelle l'Ip était de 3.88. Par ailleurs, les valeurs des indices d'acide ; de saponification et d'iode ont montré que l'huile E₄ est la plus altérée avec des indices respectifs de 6.06 ; 53.62 et 85.02. Les caractéristiques chimiques de cette huile avaient une nette incidence sur le paramètre physique, le point de fumé dont il était de 180°C. Par comparaison des résultats de cet échantillon à ceux trouvés avec notre huile, on peut déduire que cette huile approximativement 15 fritures.

Tableau .23 . : Résultats du contrôle physicochimique des échantillons et estimation du nombre de friture.

	Ip	Ia	Is	Ii	Densité	H (%)	Pt de fumée (°C)	Nombre de friture
E ₁	4.70	5.50	61.17	92.20	0.922	0.72	176	4 à 5 friture
E ₂	3.88	4.86	64.62	93.06	0.921	0.89	175	1 à 2 friture
E ₃	4.75	5.61	63.11	90.94	0.924	0.78	175	4 à 5 friture
E ₄	6.15	6.06	53.62	85.02	0.923	0.68	180	≈15 friture
E ₅	5.49	5.55	61.09	90.52	0.930	0.95	173	7 à 9 friture
E ₆	4.35	4.81	68.75	98.55	0.938	1.13	177	3 à 4 friture
E ₇	5.60	6.18	58.32	87.56	0.931	0.98	179	7 à 9 friture

Cependant, l'échantillon codé E₂ a présenté des caractéristiques physicochimiques meilleurs, le point de fumée était de 175°C et la densité de 0.921. En se basant sur ces données chiffrées, cette huile a subi approximativement 1 à 2 fritures.

III.3. Etude chromatographique (Résultats d'analyse par GC-MS) :

Selon Guillaumin, (1973), la Chromatographie phase gazeuse des esters méthyliques donne des résultats très dispersés en début de chauffage des huiles, elle ne devient valable que lorsque la quantité d'AG dégradée dépasse un certain seuil (6 à 8 %).

III.3.1. Variation de la composition en AG au cours du chauffage :

A partir des chromatogrammes GC-MS et des résultats obtenus portés sur les tableaux de l'annexe I, on établit le **tableau 24** qui présente la variation des teneurs des différents AG en fonction de temps de chauffage.

D'après les résultats du **tableau 24** l'huile fraîche renferme des lipides liquides et ceux solides à des proportions permettant de donner au produit son aspect fluide grâce à la dominance de l'acide linoléique (52.35 %). Toutefois, il apparaît que le traitement thermique provoque une modification de la proportion des composants majeurs de cette huile à friture ; ainsi, le taux d'apparition respectif des AGS à savoir l'acide palmitique et l'acide stéarique est augmenté en fonction de temps de chauffage, cette augmentation est beaucoup plus significative pour l'Acide stéarique, ce dernier représente 32.47 % du total majeur après 40 minutes de chauffage. Ce résultat est concluant car il explique la part de vérité trouvée avec le paramètre densité dont les valeurs trouvées justifient l'apparition de corps solides dans l'huile.

En revanche le taux d'apparition des AGMI et AGPI est diminué en fonction du temps de chauffage. Ces résultats sont documentés car sous l'effet de la température les AGMI et AGPI deviennent au fur et à mesure saturés.

Tableau .24 . : Variations de la composition en AG en fonction de temps de chauffage

		Durée de chauffage (min)			
		HO huile fraîche	H1 Point de fumée	H 20 20 min	H40 40min
AGS	C ₁₆ : 0	13.95 %	11.55 %	13.59 %	12.47 %
	C ₁₈ : 0	4.7 %	16.43 %	20.33 %	32.47 %
AGMI	C ₁₈ : 1	28.99 %	23.6 %	20.57 %	16.25 %
AGPI	C ₁₈ : 2	52.35 %	48.39 %	45.50 %	38.79 %

Les chromatogrammes illustrés par les figures 19, 20, 21 et 22 montrent 4 pics majeurs dominants représentés par les AG suivants :

- ⬇ Le Pic 1 représente l'acide Hexadécanoïque qui est l'acide palmitique (C₁₆ : 0) ;
- ⬇ Le Pic 2 représente l'acide 9,12-octadécadénoïque qui est l'acide linoléique (C₁₈ : 2).

- ✦ Le Pic 3 représente l'acide 8-octadécénoïque qui est un analogue de l'acide Oléique avec une double liaison au niveau de l'atome de carbone 8 (C₁₈:1).
- ✦ Le Pic 4 représente l'acide octadécanoïque qui est l'acide stéarique (C₁₈:0).

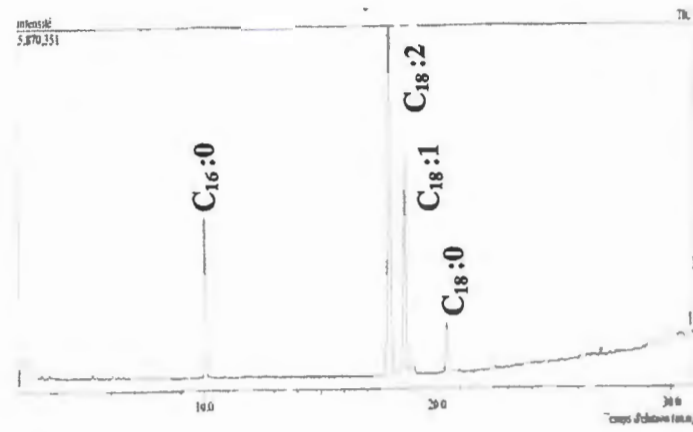


Figure .19 . : Chromatogramme des AG majeur dans l'huile fraîche.

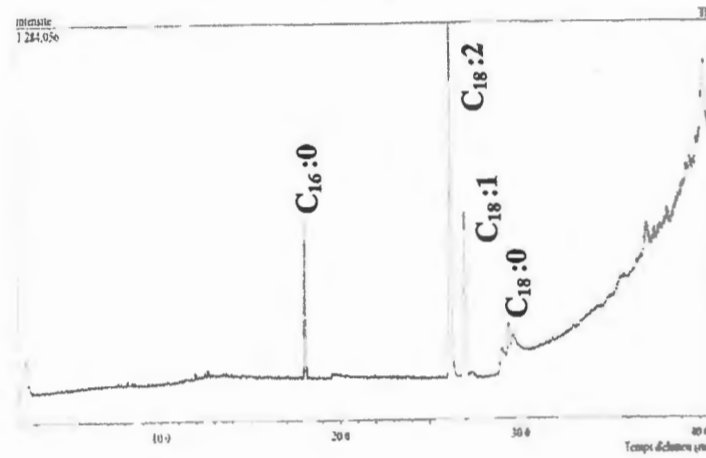


Figure .20 . : Chromatogramme des AG majeurs de l'huile au cours de la fumée.

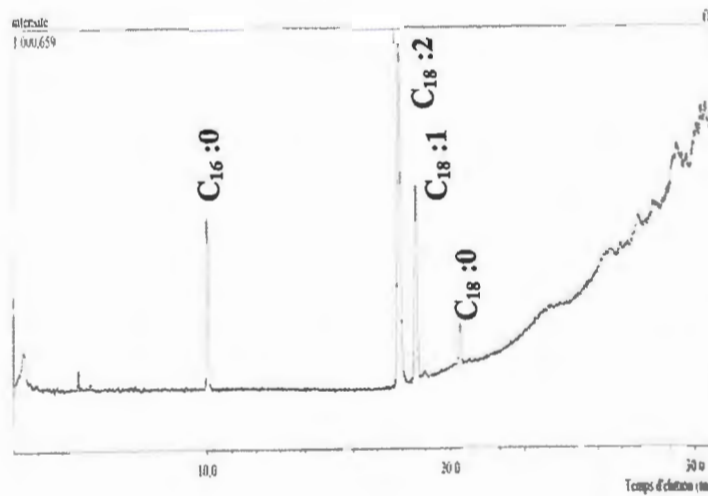


Figure .21 . : Chromatogramme des AG majeurs de l'huile après 20min.

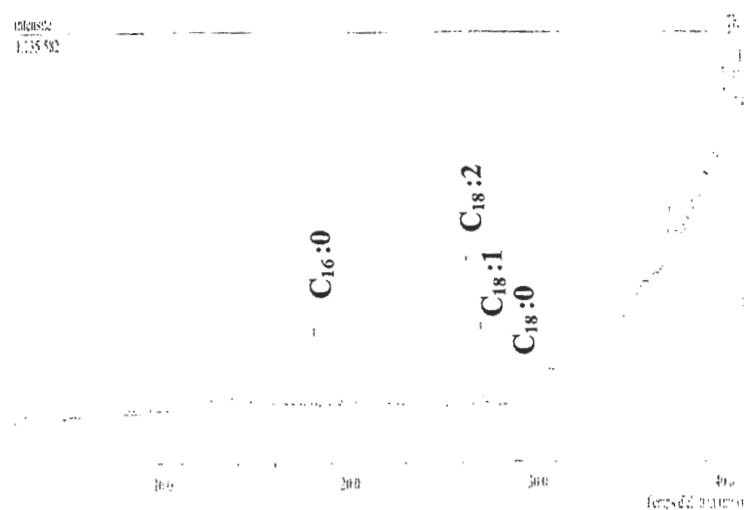


Figure .22 . : Chromatogramme des AG majeurs de l'huile après 40min.

L'apparition de l'analogue d'acide Oléique est probablement liée au traitement technologique de modification à savoir l'hydrogénation et la transestérification. Le taux d'apparition des AGS dans chaque cas est inférieure à celui-ci des AGPI et AGMI ,il nous semble que ce taux d'apparition est tout à fait normale, étant donnée qu'on doit respecter le rapport solide/liquide afin de préserver la qualité de l'huile , particulièrement sa viscosité .

III.3. 2. Variation de la composition en AG au cours de la friture répétée:

Les résultats du tableau 25 montrent les variations du taux des AG en fonction de nombre de friture, qu'on a établit a partir des chromatogrammes et les résultats des tableaux de l'annexe II.

Au vu de ces résultats, il apparaît qu'il y a une différence nette entre l'évolution de la composition en AG de l'huile à friture comparé à celle traitée par la chaleur. La composition finale est tout à fait différente dont l'apport de l'aliment a minimisée le taux d'apparition des acides gras saturés à C16 et C18, donc la conversion des acides gras insaturés en leurs analogues saturés. Cet état de fait confirme le résultat trouvé avec la densité pour laquelle la valeur finale était inférieure à celle trouvée avec l'huile thermo-oxydée uniquement.

On remarque que le taux d'apparition des AGS est augmenté en fonction de nombre de friture, le taux d'apparition de l'acide stéarique évolue de 3.29% lors de la 5^{ème} friture vers 7.58% à la dernière friture, donc une augmentation d'apparition de + 130.39%. De même, il est remarquable que le composé le moins touché par ce traitement est le C18 :1, dont le taux d'apparition après les fritures est peu variable.

Ces résultats sont étroitement liés à l'instabilité des acides gras insaturés aux traitements thermiques car la sauvegarde des propriétés des huiles lors du chauffage fait appel généralement à l'utilisation du vide.

Tableau .25 . : Variations de la composition en AG en fonction de nombre de friture.

		Durée de chauffage (min)		
		5 ^{ème} friture	9 ^{ème} friture	15 ^{ème} friture
AGS	C ₁₆ : 0	7.77 %	7.97 %	10.20 %
	C ₁₈ : 0	3.29 %	3.39 %	7.58 %
AGMI	C ₁₈ : 1	28.99 %	26.64 %	27.40 %
AGPI	C ₁₈ : 2	62.95 %	62.00 %	54.80 %

De même les chromatogrammes représentés par les figures 23,24 et 25 ont montré 4 pics majeurs représentés par les mêmes AG sus - cités.

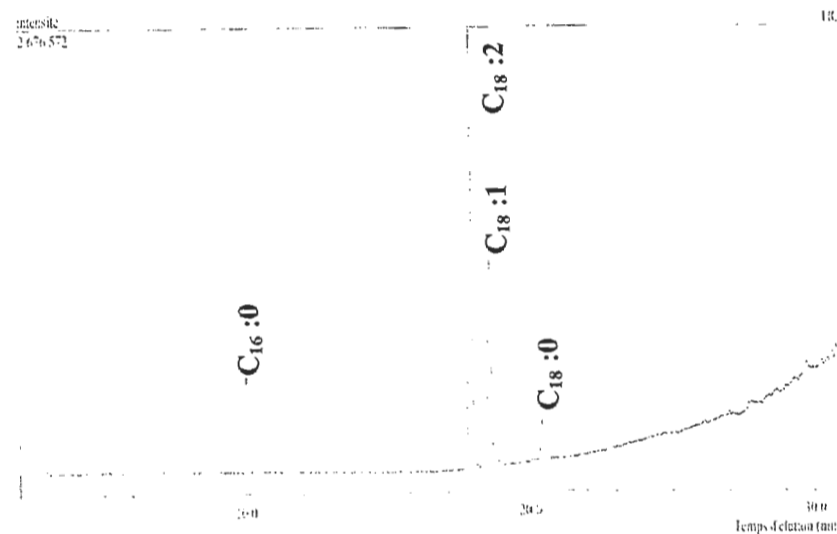


Figure .23 . : Chromatogramme de l'huile de la 5^{ème} friture.

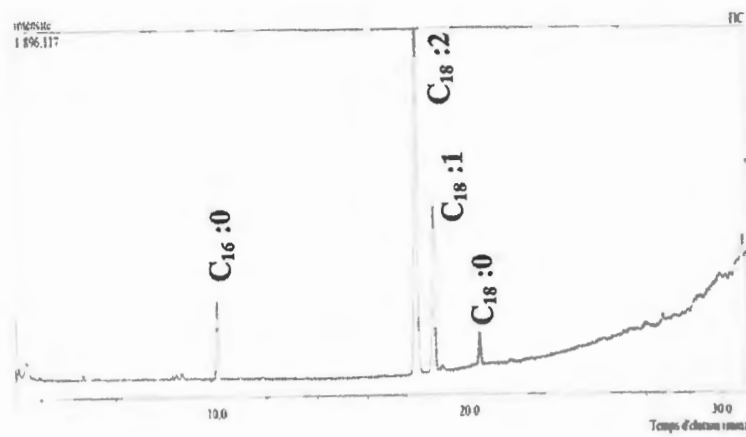


Figure .24 . : Chromatogramme des AG majeurs de l'huile de la 9^{ème} friture.

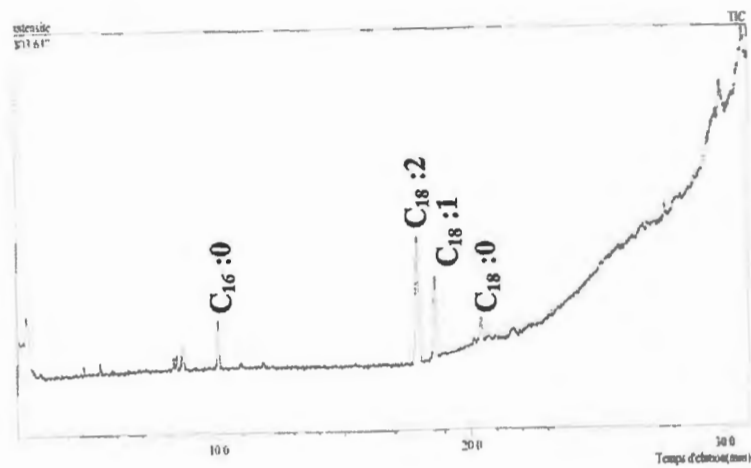


Figure .25. : Chromatogramme des AG majeurs de l'huile de la 15^{ème} friture.

Enfin, nous pouvons conclure que nos résultats dans les deux cas (huile chauffé et friture), sont confirmés par les travaux réalisés par (Leclerc et al., 1966-1968), qui trouvent une déperdition en AGMI et AGPI dans les corps gras chauffés à une température supérieure ou égale 200°C.

III.4. Etude in vivo :

III.4.1. Mesure du poids corporel :

a- Evolution pondérale moyenne :

Les résultats de ce paramètre sont portés sur le tableau .26 . et illustrés par la figure .26 . Les résultats montrent que la première semaine est caractérisée par un poids pondéral moyen presque identique entre les animaux des trois lots mais au-delà de cette période, on assiste à une évolution croissante pour l'ensemble des lots. Le poids en fin de l'étude était 282.90 g, 295,15 g et 296,15g au profit des sujets du lot 1, 2 et 3 respectivement.

On constate que les animaux recevant l'huile à friture enregistrent les écarts les plus importants avec des différences en période 5 de +12.25 g et +13.25g au profit des animaux du lot 2 et 3 respectivement et par comparaison au lot témoin.

Tableau .26 . : Evolution pondérale moyenne en fonction de la durée de traitement.

		Durée de traitement (semaine)				
		1	2	3	4	5
Evolution pondérale moyenne (g)	Lot 1	260,66	266,5	267,12	270,16	282,90
	Lot 2	255,26	281,83	291,90	294,16	295,15
	Lot 3	260,75	276,92	278,85	281,50	296,15

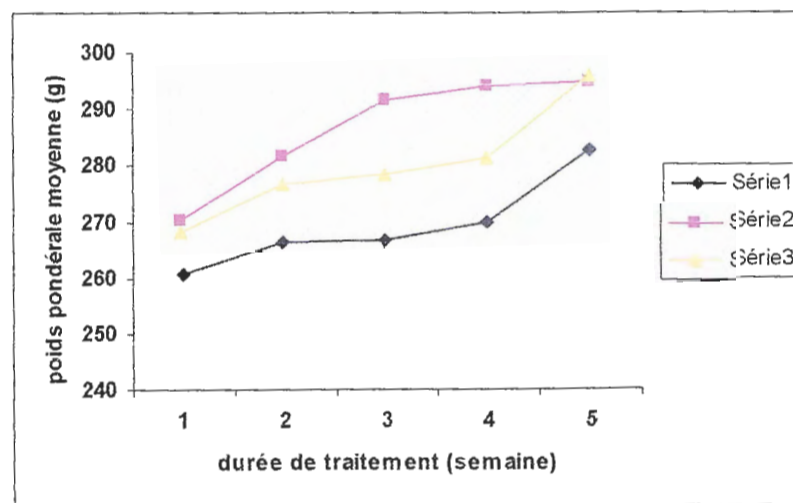


Figure .26 : Evolution pondérale moyenne en fonction de la durée de traitement.

La figure .26 . Illustre une différence nette entre le poids moyen des différents lots dont la courbe témoin se détache des restes à partir de la deuxième semaine de l'étude. Ces résultats, peuvent s'expliquer par la valeur calorifique de ces huiles qui contribuent à la satisfaction des besoins énergétiques de l'animal, le surplus de l'énergie servira pour la lipogenèse aussi bien que pour la protéogenèse d'où le battissement des muscles corporels de l'animal qui fait ressortir cette différence de poids.

Les résultats trouvés montrent également que la vitesse de croissance est plus importante chez les animaux recevant l'huile fraîche notamment pendant les 4 premières périodes, cela est lié à la bonne digestion de ces composés comparativement à ceux ayant déjà subis une oxydation, cette justification est appuyée par (Marquez Ruiz et al, 1992) et (Gonzalez et al, 1998) qui rapportent que la digestibilité des huiles oxydées se trouve réduit de 30% par rapport à celle des huiles fraîches. Cette réduction est due à l'arrêt de l'activité de la lipase pancréatique par l'action des composés issus de l'oxydation.

b- Gain de poids moyen:

Le gain de poids permet l'estimation de la croissance corporelle. Les résultats sont regroupés dans le **tableau .27 .** et illustrés par la **figure .27 .**

Tableau .27 . : Le gain de poids en fonction de la durée de traitement.

	Poids moyen initial (g)	Poids moyen final (g)	Gain de poids (g)
Lot 1	260,66	282,90	22,24
Lot 2	255,26	295,15	39,91
Lot 3	260,75	296,15	35,40

L'analyse de ces résultats fait ressortir que les rats du 2^{ème} lot enregistrent le gain de poids le plus important (39,9 g) par rapport au rats du lot 3 (35,40 g) et du lot témoin (22.24g) qui accusent un retard de croissance reflété par une différence de - 17.66g et - 13.16g comparativement à leurs congénères des lots 2 et 3.

Il est claire que le retard de croissance observé chez les rats témoins est lié au régime alimentaire démunie d'un apport en lipides alimentaires ayant un rôle primordiale dans le maintien de l'hypothermie, l'apport en acides gras essentiels et de vitamines liposolubles.

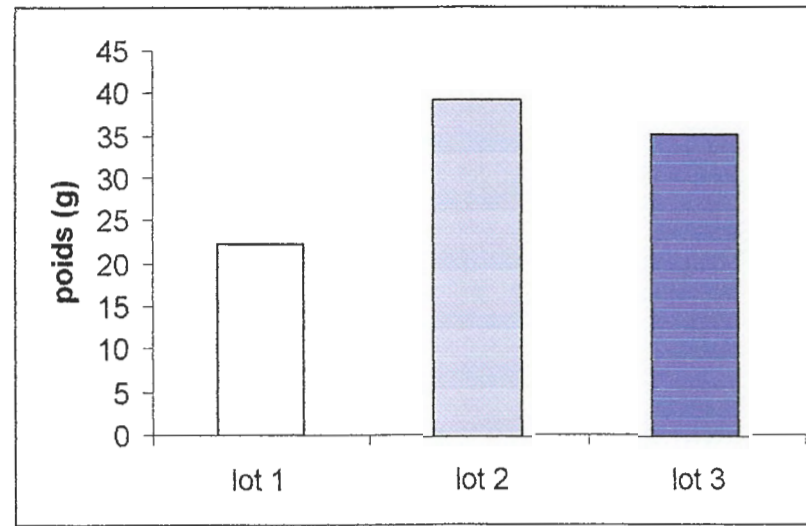


Figure .27: Le gain de poids en fonction de la durée de traitement.

Toutefois, la différence enregistrée entre les animaux des lots supplémentés en huile fraîche et thermooxydée peut s'expliquer selon Varela et al. (1995) et Sanchez-Munize et al. (1998) par une diminution de la prise alimentaire à cause de la mauvaise odeur de l'huile oxydée, une diminution de l'apport en acides gras essentiels (C18 : 2 et C18 : 3) suite à leur oxydation, ainsi que la diminution de leur absorption intestinale. D'autre part, (Henrik et al. 1985) et (Hidalgo et al. 1992) ont rapporté que la diminution de la disponibilité en acides aminés (lysine et le tryptophane) considérés comme indispensable à la croissance suite à la complexation des acides aminés avec les produits de l'oxydation est à la base du retard de la croissance.

III.4.2. Variation de l'indice hépato-somatique (IHS) :

Les variations de l'IHS chez les animaux des 3 lots sont données dans le tableau...

Il apparaît d'après ces résultats que le poids du foie des animaux recevant l'huile thermo oxydée enregistre des valeurs assez importantes comparativement à celui du reste des animaux, ainsi la deuxième semaine on remarque que le poids de l'animal pris pour le sacrifice est le plus faible (278,4g) mais le poids de son foie est le plus important (13,8g), il dépasse celui du rat témoin de + 4.2g et celui supplémenté avec l'huile fraîche de + 2.4 g. D'autres observations similaires sont enregistrées, cette augmentation témoigne d'une hypertrophie du foie

phénomène constaté notamment par (Potteau *et al.*, 1977), (Causert, 1982) et (Sanchez-Muniz *et al.* 1998). Les auteurs concluent souvent à une hépato toxicité des produits de l'oxydation de l'huile.

Tableau .28 . : Variation de l'indice hépato-somatique (IHS).

	Durée de traitement (semaine)												M _{IHS}
	1			2			3			4			
	p	Pr	IHS	p	Pr	IHS	p	Pr	IHS	p	Pr	IHS	
Lot 1	293,5	9,4	3,2	288,6	9,6	3,3	254,8	10,1	3,9	280,4	9,8	3,5	3,47
Lot 2	257,9	8,9	3,4	306,3	11,4	3,7	300,6	11,5	3,8	299	13,6	4,5	3,85
Lot 3	286,1	9,4	3,2	278,4	13,8	4,9	266,5	10,1	3,7	333,1	14,6	4,3	4,02

La figure .28 . illustre la différence entre les moyennes de l'indice hépato-somatique chez les animaux des trois lots. Cette figure indique que les sujets témoins enregistrent l'indice le plus faible avec une moyenne de 3.47 alors que les sujets recevant l'huile thermo oxydée ont eu la valeur moyenne extrême, 4.02.

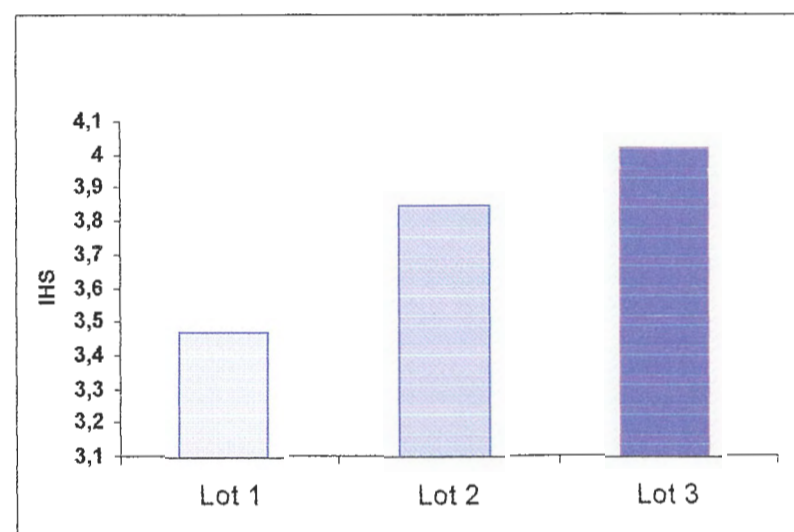


Figure .28: Variation de l'indice hépato-somatique (IHS).

Ces résultats montrent que le foie est la cible des produits de l'oxydation des lipides alimentaires dont leur détoxification dépend de ce dernier mais au fur et à mesure qu'il y a un apport permanent de ces résidus, il y aura un dysfonctionnement du rôle accordé à cet organe et on voit apparaître des symptômes de la naissance de certaines maladies à savoir, le foie gras, les cirrhoses hépatiques et autres maladies. Les résultats de l'indice hépatosomatique témoignent l'effet néfaste de l'apport de l'huile thermo oxydée sur la taille du foie.

III.4. 3. Etude de la variation du taux des lipides sériques:

a- Variation des concentrations moyennes du cholestérol sérique:

Le **tableau .29** présente les variations des concentrations moyennes du cholestérol sérique chez les trois lots durant la période de traitement.

Tableau .29 . : Variation des concentrations moyennes du cholestérol sérique.

	Durée de traitement (semaine)				Moyenne (g/l)
	1	2	3	4	
Lot 1	0.84	0.93	1.04	1.17	0.99
Lot 2	0.89	0.98	1.13	1.23	1.05
Lot 3	0.97	0.92	0.86	0.78	0.88

Les résultats obtenus nous permettent de constater qu'il y a une petite augmentation de la concentration du cholestérol sérique des sujets du lot 2 (1,05 g/l) par rapport au lot témoin (0,99 g/l), à l'opposé le lot 3 a enregistré une diminution significative de la concentration du cholestérol, arrivant jusqu'à 0,88 g/l.

Les résultats trouvés chez les sujets témoins sont logiques car les animaux ne reçoivent pas le supplément lipidique en revanche chez les animaux du lot 3, le taux de cholestérol sérique est minime. Emerit *et al*, (1989) ont rapporté qu'un régime alimentaire mono insaturé (huile oxydée) réduit la concentration du cholestérol total dans le sang, ou le cholestérol peut être transformé en acide biliaires (Turpine *et al*, 1994. Olson, 1998).

D'autre part, Sanchez-Maniz *et al*, (1996) et Rouaki (2000) ont rapporté que la diminution de la concentration du cholestérol sérique serait due à une réduction de la biosynthèse du cholestérol au niveau du foie, résultant de la diminution de l'activité de la LCAT, elle-même due à une réduction de la biosynthèse des VLDL au niveau hépatique.

b- Variation des concentrations moyennes des triglycérides sériques:

Le **tableau .30** illustre les variations des concentrations moyennes des triglycérides chez les animaux des trois lots.

Tableau .30 . : Variation des concentrations moyennes des triglycérides sériques.

	Durée de traitement (semaine)				Moyenne g/l
	1	2	3	4	
Lot 1	0.53	0.57	0.73	0.68	0.62
Lot 2	0.74	0.78	0.89	1.12	0.88
Lot 3	0.67	0.63	0.58	0.63	0.62

D'après ces résultats, on enregistre une augmentation des concentrations des TG (0,88 g/l) chez les rats du lot 2 Par rapport aux sujets témoins et ceux du lot 3, ces dernier ont une moyenne identique de 0,62 g/l.

Après la prise alimentaire de l'huile fraîche pendant la durée de traitement on constate une augmentation de taux moyen des TG, cette augmentation est due probablement à une augmentation de la synthèse des particules riche en TG, les chylomicrons et les VLDL ou encore à une activité accrue des enzymes de métabolisme, particulièrement les LpL. Par contre les rats nourris par l'huile oxydée ont un taux moins faible cela peut s'expliquer probablement par une inhibition des enzymes lipolytiques hépatique par les produits de l'oxydation des huiles alimentaires.

c- Variation des concentrations moyennes des HDL-Cholestérol sérique:

Le **tableau .31** . Présente les variations des concentrations moyennes de l'HDL-cholestérol chez les rats durant la période expérimentale.

Le taux de l'HDL doit être supérieur à 0,35 g/l, il est en effet démontré qu'un taux régulièrement inférieur à 0,35 g/l est un facteur de risque cardiovasculaire. (Turpine et al, 1994. Olson, 1998).

Tableau .31 . : Variation des concentrations moyennes des HDL-cholestérol sériques

	Durée de traitement (semaine)				Moyenne g/l
	1	2	3	4	
Lot 1	0.6	0.54	0.56	0.49	0.54
Lot 2	0.55	0.57	0.49	0.46	0.51
Lot 3	0.51	0.35	0.47	0.44	0.44

Les résultats portés sur le **tableau .31 .** montrent que le taux moyen de l'HDL-C est supérieur à 0,35 g/l pour l'ensemble des animaux, mais il est remarquable que ce paramètre plasmatique est le plus faible chez les animaux recevant l'huile thermo- oxydée dont les valeurs enregistrées en témoignent.

Les valeurs moyennes enregistrées sont de 0,54 g/l pour le lot témoin, 0,51g /l chez les sujets du lot 2 et 0,44g/l pour les animaux du lot 3. De ce fait le facteur épurateur du cholestérol est mieux représenté dans le sang des sujets témoins. Toutefois, la réduction de l'HDL – C est probablement due à diminution de l'activité de la « lipoprotéine lipase » qui joue un rôle essentiel dans le métabolisme de l'HDL.

D'une manière générale, l'apport de l'huile thermo oxydée dans la ration du rat affecte le taux de lipoprotéine plasmatique de type HDL.

d- Variation des concentrations moyennes des LDL-Cholestérol sérique:

Le **tableau .32 .** Présent les variations des concentrations moyennes des LDL-cholestérol chez les animaux des trois lots.

Les valeurs obtenus, nous ont permis de déduire qu'il y à une augmentation de taux moyen en LDL - C chez les rats du lot témoin et celui supplémenté avec l'huile fraîche. Les valeurs moyennes étaient respectivement de 0,31g/l et 0.35g/l, en revanche le lot 3 enregistre le taux moyen le plus faible, 0.25g/l.

Tableau .32 . : Variation des concentrations moyennes des LDL-cholestérol sériques

	Durée de traitement (semaine)				Moyenne g/l
	1	2	3	4	
Lot 1	0.13	0.27	0.33	0.54	0.31
Lot 2	0.18	0.25	0.46	0.54	0.35
Lot 3	0.32	0.22	0.27	0.21	0.25

Cette différence entre le taux moyen en LDL- C est probablement liée à une production hépatique élevée des VLDL chez les sujets témoins et ceux du lot 2, l'inverse peut être juste chez les sujets du lot 3.

Conclusion

Les produits d'altération, générés au cours de chauffage des huiles, soit au niveau de la chaîne de production (raffinage : désodorisation), soit au cours des fritures profondes est l'un des sujets d'études les plus importants qui est pleinement justifié vu les éventuelles répercussions biologiques et biochimique de ces produits sur la santé humaine.

Afin de mettre en évidence l'effet de la cuisson et des fritures répétées sur la qualité des huiles à friture, nous avons dans une première étape chauffé une huile de large consommation en présence et en absence d'un aliment, la pomme de terre de variété *Ostara* puis on a procédé à l'évaluation de son degré d'oxydation par le contrôle de quelques paramètres physicochimiques.

Les résultats obtenus ont montré que la présence de l'aliment provoque une altération profonde de l'huile à friture par l'apport d'un catalyseur potentiel, l'eau. D'autre part le chauffage répété d'huile provoque une altération moins profonde avec des modifications communes des différents indices et de la densité de l'huile.

Par ailleurs, l'analyse chromatographique a montré que les deux traitements modifient la composition en acide gras de cette huile avec une évolution des proportions initiales des acides gras majeurs saturés.

Dans une deuxième étape, et afin d'évaluer l'impact de l'huile thermooxydée sur l'organisme animale, nous avons procédé à une expérimentation in- vivo ou le régime alimentaire a été supplémenté par l'huile à friture fraîche et celle thermo oxydée, les résultats obtenus se traduisent par :

- ✓ Un gain de poids très important pour les rats du lot 2 par apport au témoin , par contre les rats du lot 3 ont connus un retard de croissance avec un gain de poids plus réduit par apport au lot 2.
- ✓ Une augmentation de l'indice hépato-somatique chez les rats du lot 3 comparativement à ceux du lot 2. il est utile de noter qu'une réalisation des coupes

histologiques aurait probablement conforté les hypothèses émises en faveur des valeurs enregistrées ;

- ✓ Une diminution des concentrations moyenne du cholestérol et les TG chez les rat du lot 3 par rapport au lot 2 ;
- ✓ Une baisse des lipoprotéines sériques à savoir les HDL-C et les LDL-C chez les rats du lot 3.

Notre conclusion, traduit d'une part une grande incidence de la cuisson sur la qualité physicochimique de l'huile à friture et d'autre part, elle traduit probablement la prudence actuelle dans le débat sur les effets physiopathologiques des huiles oxydées, néanmoins ces résultats laissent apparaître une implication de l'huile oxydée dans le désordre du métabolisme lipidique chez les animaux sans pour autant provoquer de mortalité.

Beaucoup d'interrogations subsistent quant à l'impact réel des huiles oxydées , sur le métabolisme et la santé de l'homme, des études épidémiologiques à long terme sur l'animal devraient apporter des renseignements complémentaires, la poursuite de ses travaux de recherche, devraient arriver à des conclusion plus fermes notamment dans :

- ✓ Mesurer l'activité de la LCAT au niveau hépatique, afin de déterminer l'origine de la baisse du cholestérol ;
- ✓ L'évaluation de l'effet des AGT ;
- ✓ L'incidence du stress oxydatif, par le dosage de MDA ;
- ✓ L'évaluation de l'effet de la vitamine E, dans certains organes autres que le foie.

Référence Bibliographiques

ABC

- **Alain. K, Wolff. J, P et Guthmann. F** (1992) : Manuel des corps gras. pp : 83-92.
- **Armand M, Pasquier.B, Boret .P, andré .M et Lairon. D,** (1997).Emulsion et absorption des lipides importance des propriétés physico-chimiques .OCL, Vol 4, pp : 178-185.
- **Arroy R,** (1992). *Hight performance size exclusion chromatographie studies on polar components formed in sunflowre used for frying.* 69, 6, pp:575.
- **Bernard. P, Niot. I, Poirier. H, Bernard. A et Casselli. C** (1997). Aspect cellulaire et moléculaire de l'absorption intestinale des acides gras. OCL, Vol 4. pp: 185-191.
- **Blumenthal MM** (1997): *The science and technology of frying. Food Technology International.* pp: 69 – 70.
- **Boatella B, Riera J, Codony R, Rafecas M and Guardiola F,** (2000). *Recycled cooking oils: Assesment of risks for public health. Ed.: Head of STOA Team pp: 71.*
- **Bourre. J. M.** (1993): Besoin en acides gras essentiel nutrition pratique. Vol. 3: n° 2 pp: 14.
- **Bourre JM , Francois M , Youyou A , Weidner A , Dumont O ,Piciotti M , Pascal G and Durand G ,** (1989). *The effect of dietry alpha linolenic acid on the composition of the nerve membances, enzymatic activity, amplitude of electrophysiological parameters resistance to poisons and performance of learning tasks in rats.* *J. Nutr n 119, pp: 1880 – 1892.*
- **Bretillon L, Sebedio J. L. et Chardigny J. M.** (1999). Revue sur le devenir métabolique des acides gras trans. poly insaturés. O . C . L, Vol . 6, n 2, pp: 180 – 194 .
- **Bruckert E, Girai. P, Dariou. F et De Gennes .JL** (1988). Lipoprotéines de haute densité cholestérol : métabolisme et rôle dans l'athérosclérose. La presse Médicale.Vol 17, pp : 862-866
- **BURSTEIN, et al,** (1970). Lipide Res .11.pp: 583.
- **CACQE,** (Centre Algérienne de Contrôle de Qualité) 2002. Méthodes d'analyse : Huile et graisse : Détermination de la densité relative à température 20°C, N°11, 95, 02 Revo.
- **Capella. P** (1989). Produits de l'évolution des hydroperoxydes. RFCO, N° 8, pp : 313-323.
- **Castes de Paulet** (1988). Oxygène et lipides : in biologie des lipides chez l'homme de la physiologie. Doust-Bazy. L, Mendi. I. CNRS-CNERNA. Techniques et documentation. Lavoisier, pp: 338.
- **Castra-Rossignol .A** (1995). Nouvelle approche des antioxydants.OCL, vol1, N° 2, pp : 113-321.

- Causeret .J (1982): Chauffage des corps gras et risques de toxicité. Cah. Nutri. Diet, Vol 17, pp: 19-33.
- Combe. N, Boué. C et Entressangles B. (2000): Consommation des AGT, et risque cardio-vasculaire. OCL, vol 7, N° 1, pp: 30-34.
- Combe. N, Boué. C et Entressangles B. (1978) : Etude sur les huiles chauffées IV. Absorption intestinale des espèces chimique nouvelles (E. C. N.) formées lors du chauffage des huiles. R. F. C. G. N° 1 ; pp : 27 – 28.
- Conte J. A. and Stauffer K. R (1996): *Free fatty acid removal from used frying fat. Campbell Soup Company Camden. N. J: US patent*, pp: 5600.
- Cuesta. C, Sanchez-Muniz.F. J and Varela. G (1988). Nutrition value of frying fats In: Varela G, Bender A .E. ad Morton I.D. *Fraying of food. Ed. Ellis Horwood Lid, Chichester (England)*, pp: 112-12.

DEFG

- Delplanque B, (2000. Intérêt nutritionnel des huiles de tournesols : tournesol linoléique et tournesol à haut teneur oléique. O. C. L ; Vol .7 ; n°06 ; pp : 447-472
- Denise J. (1982). Raffinage des corps gras E.d. Tec. Et Doc ; Lavoisier ; Paris ; 2 ; pp : 789-881.
- Emerit. J, Bonnefont. D et Galli. A (1989). Role de la peroxydation lipidique dans la constitution de la plaque d'athérome. La Presse Médicale. Vol 18 N° 16, pp: 832-836.
- Friedwald. C (1972). Dosage des LDL par la méthode enzymatique. Clin. Chem. 18. 499.
- Gagnault. J.C, Bidel. D, Gaillard. M et Perronnet, J (1997). Sterols et stéroïdes .318 p.
- Gertz C. ET Kochhar P (2001). *A new method to determine oxydative stability of vegetable fats and oils at simulated frying temperature. O.C.L; vol 8, N°1, pp:82-91.*
- Gonzalez-Munoz. J.M, Bastida.S, and Sanchez-Muniz.F. J (1998). *Short-term in vivo digestibility of triglycerides polymers, dimmers and monomers of thermoxidizrd palm olefin used in deep-frying. J. agri. Food chem. Vol. 46, N° 12, pp 5188-5193.*
- Guillaumin. R (1969). *Composition volatiles formés lors des fritures : R.F.C.G. vol10, N°3, pp : 189-204*

- **Guillaumin .R and Genté. M (1977).** Etudes sur les huiles chauffées .Dégradation des composés non volatiles formé lors des fritures. R.F.C.G. N°10 pp : 477 – 481
- **Gutierrez GR and Dobarganes MC (1988).** *Analyticity procedure for the evuation of used frying fats.* In: Varela G, Bender AE, Motorn ID, *Frying of food, Prin – ciples, Changes, New Appoaches.* Ellis Harwood, Chichester, Royaume – Uni, pp: 141- 154.
- **Guy-Grand. B (1965).** pathologie médicale N°11. Ed.Flammarion, Médecine sciences, pp : 13.
- **Grandgirard A et J ulliard F.** Influence de divers paramètres sur la dégradation d’huiles végétales au cours du chauffage nature de l’huile, température et durée de chauffage. R. F. C. G; 1987; Vol. 34; n 4; 213 – 219.
- **Grard.Globa.A (1986).** Lipides et santé : Les matières grasses alimentaires dans l’organisme : Des lipides alimentaires ou des lipoprotéines Boulogrie, Lessieur pp:48-57.

H K L

- **Henrik . K . N, Finot . P. A, and Hurell. R. F (1985).** *Reaction of proteins with xidizing lipids.* *British journalof nutrition*, Vol. 53, pp: 75 – 86.
- **Hidalgo. F. J, Zamoray. R et Giron. J (1992).** Modification en las proteinas aliment arias por su interaction con lipido peroxidados. III. Consecuencias nutricionales y toxicologicas. *Grasasa y accessits.* Vol. 43. Fax. 2, pp : 97 – 100.
- **Kaufmann. A, Ryser. B and Suter. B (2000).** *Comparison of different methods to determine polar compounds fraying oils.* *Eur Food Technol.* Vol.213. pp: 377-380.
- **Kurt G, (1984).** *Analysis and characterization of oils fats and fats products, vol 1, Interscience publishers LONDON.* pp:110 – 118.
- **Kristott J. (2002).** *Performance of high – olic oils during frying in comparision with palm olien.* *Britannia Food Ingredients Ltd – Technical Communication 11 .* pp: 1 – 17.
- **Lecoq R (1965).** *Manwel d’analyses alimentaires et d’expertises usuelles.* 3^{ème} édit; Paris; Vol. II. pp: 1302-1312.
- **Leger. C.L, Lemoine. A et Narbonne.J.F (1997).** Vers la prise en charge de la prévention de certaines pathologies dans la définition des apports vitaminiques conseillés .O.C.L, vol7. N°5 pp : 91- 94.

- Linden G. et Lorient D (1994). Biochimie agro – industrielle : Valonsation de la production agricole. 1994 : 98 – 100.
- Luchetti.F (1999). Importance des huiles d'olive dans le monde .O.C.L, vol 6.N°1, pp : 416 45

MOP

- Marian .A, Monique. R et Michèle. D (2004). Diététique et nutrition, 6^e éditions. pp : 331 – 332.
- Marquez – Ruiz, Perez – Camino M. C. and Dobarganeses M. C (1992). Digestibility of fatty acid monomers, dimers and polymer in the rat. *J. A. O. C. S.* Vol. 69. N°09, pp: 903 – 934.
- Melton SL, Sykes D and Tigriano MK (1994). Review of stability measurement for frying oils and fried food flavor. *J Am Oil Chem Soc*, 7, pp: 1301 – 1308.
- Olson Robert. E (1998). *Discovery of lipoproteins, their role in fat transport and their significance as risk factors.* *J. Nutr*; Vol . 128, pp: 4395 – 4435 .
- OLIEVERF. D, Artaud . J, Pinatel. C, Durbec. J. P et Guerere.M. (2006). *Differentiation of french virgin olive oil RDO₅ by sensory characteristics, fatty acid and triacyl glycerol composition and chemistry*,97, pp:382-393.
- Oppert. J.M (1999). Lipides et obésité. OCL. Vol 6, pp: 252-257.
- Perkins Edward .G (1976). *Chemical, nutritional and metabolic studies of heated fats* .R.F.C.G.N°5 pp:257 – 270
- Poteau. B, Grangiard. A, L'Huissier. M, et Causeret.J (1977). Recherches récentes sur les effets physiopathologiques d'huiles végétales chauffées. *Biblhca Nutr. Dieta.* Vol .25, pp: 122-133

RST

- Rouaki.F (2000). Effet des huiles oxydés sur certaines paramètres structuraux et fonctionnels chez le rat on croissance .Thèse de magister en science agronomique. Option technologie agroalimentaire, INA, El-Harrach, pp:101.
 - Sanchez-Muniz. F. G, Varela. L. S, Polonio.G. C. M, and Cuesta. C (1998). *Dietary effect on growth, liver peroxides and serum and lipoprotien lipid s in rats fed a thermoxidised and polymerised sunflower oil* .*J. Sci. Food agri* ,vol76 pp364-372
 - Sebedio. JL et Chardigny. JM (2000). Acids gras poly insaturés trans.: Aspects métabolique. OCL, Vol 7 N° 1, pp: 163 – 164
 - Stevenson SG, Vaisey Genser M and Eskin NAM (1984). *Quality control in the use of deep frying oils.* *J AM Chem Soc* , 61, pp: 1102 – 1108 .
-

- Tauber. M (2000). Hormone de croissance et lipides. Article INTERNET google. 4 pages
- Turpin G, Bruckert E. et Beucker I. (1994). L'exploration du métabolisme lipidique, médecine et nutrition, Tome 30, N° 6, pp:283-29.

VW

- Varela . L . S, Sanchez – M . F . J and Cuesta . C (1995). *Decreased food efficiency ratio, growth retardation and changes in liver fatty acid composition in rat consuming thermally oxidized and polymerized sunflower oil used for frying . Ed . Chem . Toxic, Vol . 33, N° 3, pp: 181 – 189 .*
- Warner K. and Knowlton S (1997). *Frying quality and oxidative stability of high oleic corn oils. J. Am. Oil. Chem . Vol . 74, pp: 1317-1322.*
- Warner K. p. and Glynn M (1977). *Effect of fatty acid composition of oils on flavor and stability of fried foods .J.AM...Oil chem. Vol .74, pp: 347-356.*
- Wolf. L. M (1979). Nutrition métabolisme et diététique. In : Nutrition, métabolisme et diététique de Tchobroutsky. G et Guy Grand .2^{ème} édition 11. Pathologie médicale. Flammarion. Médecine. pp: 416.



ANNEXE I

Tableau .I . : Rapport de chromatogramme d'huile fraîche

Peak #	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area %	Name
1	10.041	9.933	10.158	12648207	13.95	Hexadecanoic acid (C ₁₆ :0)
2	17.975	17.767	18.158	47451751	52.35	9,12-Octadecadienoic acid (C ₁₈ :2)
3	18.648	18.475	18.792	26276996	28.99	8-Octadecenoic acid (C ₁₈ :1)
4	20.419	20.325	20.525	4262446	4.7	Octadecanoic acid (C ₁₈ :0)
				90639400	100	

Tableau .II . : Rapport de chromatogramme d'huile au cours de fumée

Peak #	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area %	Name
1	18.077	18.000	18.183	2098700	11.55	Hexadecanoic acid (C ₁₆ :0)
2	26.209	26.058	26.383	8786666	48.39	9,12-Octadecadienoic acid (C ₁₈ :2)
3	26.968	26.833	27.150	4285808	23.60	8-Octadecenoic acid (C ₁₈ :1)
4	29.450	28.940	29.730	2983712	16.43	Octadecanoic acid (C ₁₈ :0)
				18154886	100	

Tableau .III . : Rapport de chromatogramme d'huile après 20min

Peak #	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area %	Name
1	10.029	9.950	10.125	1852021	13.59	Hexadecanoic acid (C ₁₆ :0)
2	17.920	17.783	18.067	6200599	45.50	9,12-Octadecadienoic acid (C ₁₈ :2)
3	18.615	18.508	18.750	2803152	20.57	8-Octadecenoic acid (C ₁₈ :1)
4	20.430	20.385	20.684	2770590	20.33	Octadecanoic acid (C ₁₈ :0)
				13626362	100	

Tableau .IV . : Rapport de chromatogramme d'huile après 40min

Peak #	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area %	Name
1	18.074	18.000	18.175	982233	12.47	Hexadecanoic acid (C ₁₆ :0)
2	26.199	26.075	26.358	3055599	38.76	9,12-Octadecadienoic acid (C ₁₈ :2)
3	26.273	26.875	27.125	1280610	16.25	8-Octadecenoic acid (C ₁₈ :1)
4	29.368	29.316	29.477	2557468	32.47	Octadecanoic acid (C ₁₈ :0)
				78755910	100	

ANNEXE II

Tableau .I . : Rapport de chromatogramme d'huile de la 5^{ème} friture

Peak #	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area %	Name
1	10.030	9.942	10.133	2622455	7.77	Hexadecanoic acid (C ₁₆ :0)
2	17.936	17.750	18.125	21253308	62.95	9,12-Octadecadienoic acid (C ₁₈ :2)
3	18.622	18.475	18.775	8776135	25.99	8-Octadecenoic acid (C ₁₈ :1)
4	20.420	20.333	20.517	1110039	3.29	Octadecanoic acid (C ₁₈ :0)
				33761937	100	

Tableau .II . : Rapport de chromatogramme d'huile de la 9^{ème} friture

Peak #	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area %	Name
1	10.038	9.950	10.133	1904205	7.97	Hexadecanoic acid (C ₁₆ :0)
2	17.941	17.767	18.125	14815483	62.00	9,12-Octadecadienoic acid (C ₁₈ :2)
3	18.630	18.483	18.783	6365344	26.64	8-Octadecenoic acid (C ₁₈ :1)
4	20.426	20.342	20.525	810637	3.39	Octadecanoic acid (C ₁₈ :0)
				23895669	100	

Tableau .III . : Rapport de chromatogramme d'huile de la 15^{ème} friture

Peak #	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area %	Name
1	10.037	9.975	10.133	363768	10.20	Hexadecanoic acid (C ₁₆ :0)
2	17.925	17.783	18.083	1953636	54.80	9,12-Octadecadienoic acid (C ₁₈ :2)
3	18.621	18.517	18.742	976989	27.40	8-Octadecenoic acid (C ₁₈ :1)
4	20.434	20.347	20.532	270525	7.58	Octadecanoic acid (C ₁₈ :0)
				3564918	100	