

*République Algérienne Démocratique et Populaire*  
*Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique*  
**Université A. MIRA -Bejaia**

*Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie*  
*Département physico-chimique*  
*Spécialité : biochimie fondamentale*



***Mémoire de Fin de Cycle***  
**En vue de l'obtention du diplôme**  
**MASTER**

Présenté par :

***OUBELAID Zaina & ABERBOUR Ouardia***

***Thème***

---

***Propriétés physico-chimique et antioxydant de l'huile de soja  
avec et sans enrichissement avec pistacia lentiscus***

---

Soutenu le 22 /06/ 2023 devant le jury composé de :

<i>PR BEJOU</i>	Professeur	Président
<i>MOULAOU I</i>	MCB	Examineur
<i>Pr. ATMANI.D</i>	Professeur	Promoteur
<i>Mme DJAFFRI.K</i>	/	Co-
Promoteur		

**Année universitaire 2022 – 2023**

## **Remercîments**

*Au terme de ce travail, je tiens à exprimer mes remerciements les  
Plus sincères et les plus profonds à :*

*Au bon DIEU tout puissant, de nous à avoir donné le courage, la patience  
et la volonté pour accomplir ce travail.*

*Notre promoteur monsieur ATMANI Djebbar, d'avoir accepté de nous encadrer et pour tous  
les efforts qu'il a consentis tout au long de l'élaboration de ce modeste travail, ses  
encouragements, ses précieux conseils qui nous ont été d'une grande aide, nous espérant  
qu'il trouve ici l'expression de notre profonde gratitude.*

*Nos remerciements vivement notre Co-promotrice Mme DJAAFARI. K, qui nous a soutenus  
vraiment, pour son accueil, d'avoir mis tous les moyens à notre disposition et pour ces  
précieux conseils.*

*Nous tenons à remercier Mme MOULAOUI Kenza notre enseignante avant d'être notre jury  
qui nous a vraiment aidés et avoir accepté de nous diriger dans l'élaboration de ce travail,  
ses critiques et suggestions nous ont permis d'enrichir nos acquis et surtout d'approfondir  
nos connaissances.*

*Nos remerciements sont destinés aussi à Mme BEDJOU.F qui nous a fait l'honneur de  
présider le jury de soutenance de ce mémoire et accepté de juger ce modeste travail.*

*Nous remercions également Mme Zehira l'ingénieur de laboratoire qui nous a vraiment  
soutenu tout au long de la réalisation de notre stage pratique.*

## *Dédicace*

*Je dédie ce modeste travail à :*

*Les deux personnes qui me sont les plus chers au monde mon père et ma mère  
aux qu'ils je dois le mérite d'être arrivée là, qu'ils trouvent ici l'expression ma  
profonde gratitude et mon affection pour leurs soutiens et leurs sacrifices tout  
Au long de ma vie et auxquels je ne rendrais jamais assez.*

*Mon frère youba et mes sœurs Mélissa et Narimane et*

*à ma copine kenza auxquels je souhaite*

*la joie et la réussite dans*

*leurs études .*

*et ma camarade ouardia avec qui j'ai partagé ce modeste travail*

*Mes amis et tous ceux que me sont chers.*

*A votre bénédiction la plus sainte.*

*Je présente mon travail.*

*Zaina*

*Je dédie ce travail spécialement à mes plus chères dans le monde*

*Ma mère mon héros qui m'a toujours soutenu et qui a été tout*

*le temps à mes côtés depuis qu'elle m'a mis au monde,*

*que dieu te garde pour moi*

*A mon père qui s'est toujours sacrifié pour me voir réussir,*

*et pour voir le sourire toujours sur mon visage,*

*et mon bon exemple éternel que dieu te garde pour moi*

*A mes chères sœurs Melissa et Fatima*

*A mon cher frère Yahia et mon petit ange Rayane*

*A ma camarade Zaina avec qui*

*j'ai partagé les bons et les mauvais moments de début au fin de ce travail*

*Et à tous mes chers amis.*

*Ouardia*

## Résumé

Dans cette étude, nous avons examiné l'effet de l'oxydation de l'huile de soja de marque la belle en utilisant une plaque chauffante à différentes températures. De plus, nous avons évalué l'impact de l'enrichissement de l'huile de soja avec différentes concentrations d'alpha tocophérol, d'huile et d'extrait pâteux des fruits du pistachier lentisque, *Pistacia lentiscus*, sur l'indice de peroxyde ainsi que l'activité antioxydante en utilisant le test de DPPH.

Les résultats ont montré que l'oxydation de l'huile de soja était influencée par la température, avec une augmentation significative de l'indice de peroxyde et de l'acidité et le pourcentage d'inhibition des radicaux libres de DPPH à des températures plus élevées. Cependant, l'enrichissement de l'huile de soja avec de l'alpha tocophérol et les fruits de pistachier lentisque a atténué cette augmentation, suggérant un effet protecteur contre l'oxydation. De plus, une concentration plus élevée de ces composés protecteurs a conduit à une plus grande réduction des paramètres d'oxydation. De plus, l'huile de pistachier lentisque a montré une faible activité anti-oxydante.

Ces résultats suggèrent que l'alpha tocophérol et les fruits de pistachier lentisque pourraient être utilisés comme agents protecteurs efficaces contre l'oxydation de l'huile de soja, afin de contribuer à prolonger la durée de conservation des huiles alimentaires et à maintenir leur qualité nutritionnelle. Des études complémentaires sont nécessaires pour mieux comprendre les mécanismes sous-jacents de cet effet protecteur et évaluer d'autres paramètres de qualité des huiles enrichies.

## Abstract

In this study, we investigated the effect of oxidation of la belle brand soybean oil using a hot plate at different temperatures. Additionally, we assessed the impact of fortifying soybean oil with different concentrations of alpha tocopherol, oil, and paste extract from the fruit of the mastic tree, *Pistacia lentiscus*, on the peroxide index. as well as antioxidant activity using the DPPH test.

The results showed that the oxidation of soybean oil was influenced by temperature, with a significant increase in peroxide number and acidity and the percentage of inhibition of free radicals of DPPH at higher temperatures. high. However, enrichment of soybean oil with alpha tocopherol and mastic pistachio fruits attenuated this increase, suggesting a protective effect against oxidation. In addition, a higher concentration of these protective compounds led to a greater reduction in oxidation parameters. In addition, mastic pistachio oil showed weak antioxidant activity.

These results suggest that alpha tocopherol and mastic pistachio fruit could be used as effective protective agents against soybean oil oxidation, to help extend the shelf life of edible oils and maintain their nutritional quality. . Further studies are needed to better understand the mechanisms underlying this protective effect and to assess other quality parameters of fortified oils.

## ملخص

في هذه الدراسة، درسنا تأثير أكسدة زيت فول الصويا ماركة لايبيل باستخدام صفيحة ساخنة عند درجات حرارة مختلفة. بالإضافة إلى ذلك، قمنا بتقييم تأثير تقوية زيت فول الصويا بتركيزات مختلفة من ألفا توكوفيرول والزيت ومستخلص العجينة من ثمار شجرة المصطكي، *Pistacia lentisque*، على مؤشر البيروكسيد. وكذلك نشاط مضادات الأكسدة باستخدام اختبار DPPH. أظهرت النتائج أن أكسدة زيت فول الصويا تأثرت بدرجة الحرارة مع زيادة معنوية في عدد البيروكسيد والحموضة ونسبة تثبيط الجذور الحرة لـ DPPH عند درجات الحرارة المرتفعة. ومع ذلك، فإن إثراء زيت فول الصويا بألفا توكوفيرول وفاكهة عدس الفستق قلل من هذه الزيادة، مما يشير إلى تأثير وقائي ضد الأكسدة. بالإضافة إلى ذلك، أدى التركيز العالي لهذه المركبات الواقية إلى انخفاض أكبر في معاملات الأكسدة. بالإضافة إلى ذلك، أظهر زيت الفستق المستكة نشاطاً ضعيفاً لمضادات الأكسدة. تشير هذه النتائج إلى أنه يمكن استخدام ألفا توكوفيرول وفاكهة الفستق المستكة كعوامل وقائية فعالة ضد أكسدة زيت فول الصويا، للمساعدة في إطالة العمر الافتراضي للزيوت الصالحة للأكل والحفاظ على جودتها الغذائية. هناك حاجة إلى مزيد من الدراسات لفهم الآليات الكامنة وراء هذا التأثير الوقائي بشكل أفضل وتقييم معايير الجودة الأخرى للزيوت المدعمة.

## Sommaire

### Liste de figures

### Liste des tableaux

<b>Introduction</b> .....	1
<b>Synthèse bibliographique</b>	
1 Généralités sur les corps gras .....	3
1.1 Définition.....	3
1.2 Composition des corps gras.....	3
1.2.1 Les constituants majeurs.....	3
2 Les huiles végétales.....	3
2.1 Composition.....	3
2.2 L'huile de soja .....	4
2.2.1 Origine de l'huile de soja .....	5
2.2.2 Les graine de soja .....	5
2.2.3 Classification botanique du soja .....	5
2.2.4 Extraction de l'huile de soja.....	5
2.2.5 Propriétés de l'huile de soja.....	7
2.3 Pistachier lentisque : <i>Pistacia lentiscus</i> .....	8
2.3.1 Caractéristiques de pistachier lentisque.....	8
2.3.2 Taxonomie .....	8
2.3.3 Propriétés de l'huile du pistachier .....	9
3 Constituants secondaires des huiles végétales.....	9
3.1 Composés phénoliques.....	9
3.2 Vitamine E .....	10
3.2.1 Structure.....	10
3.2.2 Rôle.....	10
4 Phénomène d'oxydation .....	11
4.1 Oxydation des acides gras.....	11
4.2 L'Auto oxydation.....	11
4.2.1 Initiation.....	11
4.2.2 Propagation .....	11
4.2.3 Terminaison .....	12
6. Enrichissement des huiles végétales .....	13

## Matériels et méthodes :

1. Analyses physico-chimiques	14
1.1. Analyses chimiques	14
1.1.1. Indice d'acidité	14
Principe	14
Mode opératoire	14
1.1.2. Indice de peroxyde	15
Principe	15
Mode opératoire	15
1.1.3. Indice d'iode	15
Principe	15
Mode opératoire	16
1.1.4. Test de Kreis	16
Mode opératoire	17
1.1.5. Piégeage des radicaux de DPPH	17
Principe	17
Mode opératoire	17
1.2. Analyses physiques	18
1.2.1. Indice de couleur	18
Principe	18
Mode opératoire	18
1.2.2. Indice de réfraction	18
Principe	18
2. Echantillonnage	19
2.1. Enrichissement de l'huile de soja avec l'alpha tocophérol	19
2.2. Enrichissement de l'huile de soja avec l'huile de pistachier lentisque	20
2.3. Enrichissement de l'huile de soja avec le fruit de pistachier lentisque.....	21

## Résultats et discussion

1. Chauffage sur une plaque chauffante	23
1.1. Analyse d'indice de peroxyde	23
1.1.1. L'enrichissement de l'huile de soja en alpha tocophérol	23
1.1.2. L'enrichissement de l'huile de soja avec l'huile de pistachier lentisque	24

1.1.3	L'enrichissement de l'huile de soja avec l'extrait pateux de fruits de pistachier lentisque.....	25
1.2	Analyse de l'indice d'acidité .....	27
1.2.1	L'enrichissement de l'huile de soja avec l'alpha tocophérol .....	28
1.2.2	Enrichissement de l'huile de soja avec l'huile de pistachier lentisque .....	28
1.2.3	L'enrichissement de l'huile de soja avec l'extrait pateux de fruits de pistachier.....	29
1.3	Analyse de couleur.....	30
1.3.1	L'enrichissement de l'huile de pistachier avec l'alpha tocophérol.....	30
1.3.2	L'enrichissement de l'huile de soja avec l'huile de pistachier .....	30
1.3.3	L'enrichissement de l'huile de soja avec l'extrait pateux de fruits de pistachier .....	31
1.4	Analyse d'indice d'iode .....	31
1.4.1	L'enrichissement de l'huile de soja en alpha tocophérol .....	31
1.4.2	L'enrichissement de l'huile de soja avec l'huile de pistachier lentisque .....	32
1.4.3	L'enrichissement de l'huile de soja avec l'extrait pattue de fruits de pistachier.....	32
1.5	Indice de réfraction .....	32
1.5.1	L'enrichissement de l'huile de soja en alpha tocophérol .....	33
1.5.2	L'enrichissement de l'huile de soja avec l'huile de pistachier len tisque .....	33
1.5.3	L'enrichissement de l'huile de soja avec l'extrait pattue de fruits de pistachier lentisque.....	33
1.6	Test de Kreis (test de rancidité) .....	35
1.6.1	L'enrichissement de l'huile de soja en alpha tocophérol .....	35
1.6.2	L'enrichissement de l'huile de soja avec l'huile de pistachier lentisque .....	36
1.6.3	L'enrichissement de l'huile de soja avec l'extrait pattue des fruits de pistachier lentisque.....	36
1.7	Test de piégeage des radicaux de DPPH .....	36
1.7.1	L'huile sans antioxydant (l'huile témoin) .....	37
1.7.2	L'enrichissement de l'huile de soja avec l'alpha tocophérol .....	37
1.7.3	L'enrichissement de l'huile de soja avec l'huile de pistachier .....	38
1.7.4	L'enrichissement de l'huile de soja avec l'extrait pateux de pistachier .....	39

<b>Conclusion.....</b>	<b>40</b>
------------------------	-----------

<b>Références bibliographique.....</b>	<b>41</b>
--	-----------

## **Résumé**

## Listes de figures

<b>Figure 1</b> : l'extraction de l'huile brut de soja.....	6
<b>Figure 2</b> : schéma représentant les étapes de raffinage de l'huile brut en huile raffinée.....	7
<b>Figure 3</b> : représentation schématique du mécanisme réactionnel de l'auto oxydation.....	12
<b>Figure 4</b> : Variation de l'indice de peroxyde en fonction des température d'huile enrichie avec l'alpha tocophérol.....	23
<b>Figure 5</b> : Variation de l'indice de peroxyde de différents échantillons d'huile enrichie avec l'huile de pistachier en fonction de la température.....	24
<b>Figure 6</b> : Evolution de l'indice de peroxyde en fonction de la température de l'huile enrichie avec d'extrait pâteux des fruits de pistachier.....	25
<b>Figure 7</b> : la cinétique d'oxydation des acides gras.....	26
<b>Figure 8</b> : représentation graphique de l'évolution de l'indice d'acidité en fonction de les température d'huile enrichie en alpha tocophérol.....	27
<b>Figure 9</b> : Evolution de l'indice d'acidité de différents échantillons en fonction de les température d'huile enrichie avec l'huile de pistachier.....	28
<b>Figure 10</b> : Evolution d'indice d'acidité en fonction de température d'huile de soja enrichie en fruits de pistachier.....	29
<b>Figure 11</b> : représentation graphique de changement d'indice de réfraction de l'huile de soja enrichie en alpha tocophérol en fonction de température.....	33
<b>Figure 12</b> : représentation graphique de changement d'indice de réfraction de l'huile de soja enrichie avec l'huile de pistachier.....	33
<b>Figure 13</b> : représentation graphique du changement d'indice de réfraction de l'huile de soja enrichie avec l'extrait pâteux des fruits de pistachier en fonction de température.....	34
<b>Figure 14</b> : représentation graphique du pourcentage d'inhibition de DPPH par l'huile témoin (sans antioxydant).....	36
<b>Figure 15</b> : représentation graphique du pourcentage d'inhibition de DPPH par l'huile enrichie en alpha tocophérol.....	36
<b>Figure 16</b> : représentation graphique du pourcentage d'inhibition du DPPH par l'huile enrichie avec l'huile de pistachier.....	37
<b>Figure 17</b> : représentation graphique du pourcentage d'inhibition du DPPH par l'huile enrichie de soja avec l'extrait pâteux de fruits de pistachier .....	38

## Listes des tableaux

<b>Tableau I :</b> La classification botanique de soja .....	5
<b>Tableau II :</b> la classification botanique de pistachier lentisque .....	9
<b>Tableau III :</b> Certificat de conformité de l'huile de soja à analyser .....	19
<b>Tableau IV :</b> Les paramètres d'huile brut de pistachier utilisés pour l'enrichissement .....	21
<b>Tableau X :</b> Evolution changement de la couleur de l'huile de soja enrichie en alpha tocophérol en fonction de la température. ....	31
<b>Tableau VI :</b> évolution de la couleur de l'huile de soja enrichie avec l'huile de pistachier en fonction de température. ....	30
<b>Tableau VII :</b> représentatif de changement de couleur d'huile de soja enrichie avec l'extrait pâteux de fruits de pistachier en fonction de température.....	31

## Listes des abréviations

**COGB** : Groupe la belle société des corps gras.

**Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>** : le thiosulfate de sodium.

**DPPH** : 2,2-diphényl-1-picrylhydrazine

**DMSO** : diméthylsulfoxyde.

**Ms** : Matière sèche

**AG** : Acide gras

**AGI** : Acide gras insaturé

**AGPI** : acide gras poly insaturé.

**UV** : Ultra-violet

# *Introduction*

## Introduction

---

Les huiles et les graisses ont toujours été une partie importante de l'alimentation humaine (**Prior, 2003**). Les huiles végétales offrent une grande variété d'options en termes de goût, d'utilisation, de prix et de qualité mais quelle que soit l'huile, la teneur en lipides reste la même. La différence entre les huiles est la qualité des acides gras qui les composent, de part leur nature (**Alais et Linden, 1997 ; Frénot et Vierling, 2001**).

Ces huiles sont sujettes à des réactions chimiques, telles que l'auto-oxydation acide, en raison de leur richesse en acides gras monoinsaturés et/ou polyinsaturés (**Cuvelier et Maillard, 2012**). Cependant, sous l'influence d'une élévation importante de la température, les corps gras se dégradent suivant des processus parfois mal connus qui aboutissent à la formation de composés d'oxydation, de polymérisation, d'isomérisation et d'hydrolyse dont on peut craindre la toxicité pour l'organisme humain (**Floch et al., 1968**).

Cette auto-oxydation dépend de plusieurs facteurs, comme la composition initiale de l'huile, la présence et la teneur en composés secondaires à activité antioxydante (minéraux, tocophérols, carotène, chlorophylle) et les conditions de stockage (**Dandjouna et al., 2008**). En ce sens, la stabilité oxydative des huiles peut être améliorée en ajoutant des antioxydants naturels ou synthétiques. Cependant, il a été révélé que les antioxydants peuvent être impliqués dans un certain nombre de risques pour la santé, notamment les lésions hépatiques et le cancer. Pour cette raison, les industries alimentaires, pharmaceutiques et cosmétiques ont accru leur intérêt pour les antioxydants naturels riches en polyphénols (**Maria del Pilar, 2020**).

Ces molécules sont des métabolites secondaires des plantes, présents dans différentes parties (fruits, feuilles, écorces, graines, etc.) et doté d'un effet protecteur ou ralentisseur sur l'oxydation des lipides (**Dagmey, 2020**). Un de ces arbres qui pousse spontanément dans tout le bassin méditerranéen est le pistachier, connu pour ses vertus cicatrisantes (**Abdeldjelil, 2016**). En effet, des études approfondies ont montré que ses feuilles sont riches en métabolites secondaires, notamment en polyphénols, qui lui confèrent diverses activités biologiques (**Salhi et al., 2019**).

De ce fait l'enrichissement des huiles raffinées avec des extraits botaniques est le meilleur moyen de maintenir la stabilité oxydative de l'huile et de restaurer les composés perdus lors du raffinage.

## Introduction

---

L'objectif de notre étude est une contribution à l'évaluation de l'effet de la température sur la stabilité thermo-oxydative d'une huile végétale commercialisée dénommée « La Belle » enrichie à plusieurs concentrations de différents antioxydants au cours du chauffage à plusieurs températures (chauffage sur une plaque chauffante, chauffage dans le micro-onde), au sein du laboratoire de l'entreprise COGB La Belle, et étudier l'impact de cet enrichissement sur la composition et la stabilité oxydative de l'huile.

Cette étude s'organise en trois parties ;

- La première est consacré à une revue bibliographique sur les huiles végétales et leur composition et les antioxydants, ainsi que l'oxydation des lipides.
- La deuxième partie est une partie expérimentale qui détaille le matériel et les méthodes utilisés pour la réalisation de la partie pratique de cette étude.
- La troisième partie est consacrée aux différents résultats obtenus et leurs interprétations.

Au final, une conclusion générale qui résume les résultats essentiels de notre étude et présenté suivre des références bibliographiques.

# *Synthèse bibliographique*

## 1 Généralités sur les corps gras

### 1.1 Définition

Les acides gras correspondant à la partie « graisse neutre », sont des Lipides sous forme de gouttelettes dans certains tissus animaux et végétaux, substances constituées de plusieurs composants, tels que les triglycérides apolaires et hydrophobes (**Gornay, 2006**), phospholipides, stérols, tocophérols, etc (**Pagès et Morin, 2012**).

### 1.2 Composition des corps gras

#### 1.2.1 Les constituants majeurs

##### ➤ Triglycérides

Ce sont des triesters d'acides gras et de glycérol. Ce sont des molécules Hydrophobe. Formé à partir de glycérol sous forme de triol, les triglycérides peuvent donc être obtenu par Les acides gras forment des mono-, di- ou triesters (mono-, di- ou triglycérides) (**Cuvelier et al., 2004**).

##### ➤ Acide gras

Il s'agit d'un acide mono carboxyliques, généralement avec une chaîne droite avec un nombre pair d'atomes de carbone. Ils peuvent être saturés ou insaturés (**Malewiak et al., En 1992**). Les acides gras saturés contiennrnt des atomes de carbone entièrement saturé d'hydrogènes de formule  $\text{CH}_3\text{-(CH}_2)_n\text{-COOH}$  (**Mendy, 2016**). Les acides gras insaturés peuvent avoir un ou plusieurs exemplaires de liaisons mono insaturées ou polyinsaturées (**Naudet, 1992**).

## 2. Les huiles végétales

Les huiles végétales se caractérisent par leur insolubilité dans l'eau et dans les solvants organiques (éthers, hexane, benzène) (**Lecerf, 2011**). Ces huiles sont collectées sous forme de petites gouttelettes enfermées dans des cellules huileuses (**Salas et al., 2009**), et sont extraites naturellement par pressage à froid ou à chaud des matières premières.

### 2.1. Composition

Les huiles végétales sont principalement composées de triglycérides et d'acides gras, accompagnés de lipides auxiliaires non glycéridiques, tels que des hydrocarbures saturés ou insaturés, des phytostérols, des alcools terpéniques, des alcools gras et des vitamines (comme la vitamine E).

Outre ces lipides dits simples, les huiles contiennent également une certaine quantité de lipides complexes, tels que les phospholipides et les glycolipides (**Guichard, 1967**). Cependant, les huiles végétales n'ont pas de composition fixe car elles varient selon la variété, la culture des plantes et la saison (**Evrard et al, 2007**).

L'huile végétale comestible peut être distinguée selon le processus de préparation et le degré de raffinage de l'huile.

- Les huiles vierges sont obtenues à partir de matières premières d'une qualité spécifiée par des moyens mécaniques (par exemple pression à froid, centrifugation).
- Les huiles raffinées sont obtenues par extraction sous pression et/ou à l'aide de solvants, suivie d'un raffinage alcalin, d'une décoloration et éventuellement d'une désodorisation, ou d'un raffinage physique **Alimentarius (1999, Bodjolle D'Almeida, 2018)**.

## 2.2. Huile de soja

L'huile de soja est fluide avec une couleur jaune qui varie selon le type de graines et les méthodes d'extraction, avec une forte saveur d'haricot qui s'estompe progressivement. Elle est riche en AGPI particulièrement en acide alpha linoléique, dont l'organisme humain ne peut pas synthétiser (**Cossut et al., 2002**). Comme toutes les huiles végétales, l'huile de soja est dépourvue de cholestérol, contient de faibles niveaux de graisses saturées et est abondante en AGI dont le corps a besoin. Elle est protégée la peau est adoucissante et anti d'eczémateuse. De par l'ajout de vitamine E, bénéfique pour la peau et ses irritations, elle a une valeur nutritive (**Labouret, 2005**).

### 2.2.1. Origine de l'huile de soja

Les trois principaux producteurs d'huile de soja sont la Chine, l'Amérique latine et les Etats Unis. Seuls 2% de l'huile de soja européenne sont produits en France (**Claude, 2013**).

### 2.2.2. Graines de soja

La répartition chimique en termes de pourcentage de matière sèche (MS) des graines de soja est la suivante : 40% de protéines, 35% de sucre, 20% de lipides et 5% de minéraux. C'est donc une céréale riche en protéines comme un haricot ou un pois, mais avec une teneur en huile plus élevée, créant ainsi un double intérêt pour une éventuelle utilisation industrielle (Snyder et Kwon, 1987).

### 2.2.3. Classification botanique du soja

La taxonomie de l'huile de soja est présentée dans le tableau I.

Tableau I : La classification botanique de soja

Règne	Viridiplantae
Espèce	Cicer arietinum L
Division	Tracheophyta
Sous classe	Magnoliophyta
Classe	Rosidae
Ordre	Fabales
Famille	Fabaceae
Sous famille	Papilionoideae
Tribu	Phaseoleae
Genre	Glycine

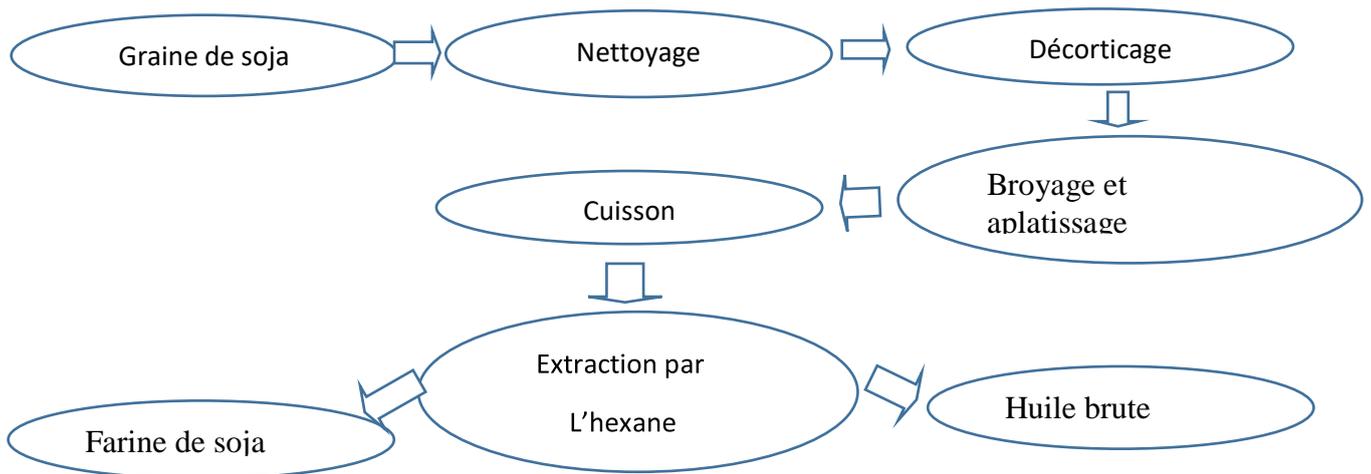
### 2.2.4. Extraction de l'huile de soja

L'huile de soja est extraite à partir des graines de soja, qui doit être raffiné pour obtenir une huile comestible (Platon, 1988). Ce traitement doit garantir aux consommateurs que le produit a un aspect attrayant, un goût neutre, qu'il résiste à l'oxydation, qu'il est adapté à l'usage auquel il est destiné et qu'il est exempt de substances toxiques ou nocives. Elle doit au mieux prendre en compte un certain nombre de composés dont on souhaite qu'ils restent dans le produit final (Denise, 1992).

Tout d'abord, l'huile est extraite par pression, puis elle est extraite à l'aide de solvants. La matière première est pressée en continu dans des presses à vis pour donner de l'huile brute d'un côté et un résidu solide ou tourteau contenant encore 10 à 20 % d'huile de l'autre.

## Synthèse bibliographique

Le tourteau subit ensuite une extraction à l'hexane. Le tourteau préalablement entamé et le solvant se déplacent dans le sens inverse des aiguilles d'une montre à l'intérieur de l'extracteur. Le mélange solvant- huile résultant est distillé pour éliminer le solvant. Le pinceau déshuilé, qui ne contient que 1% d'huile, est imprégné d'un solvant qui sera détruit par chauffage. le solvant est récupéré pour de nouvelles applications, et les tourteaux sont employé pour l'alimentation animale (**Mohtadji-lambalais, 1989**). Les étapes de l'extraction de l'huile brute de soja sont présentées dans le schéma ci- dessous :



**Figure 1** : Extraction de l'huile brute de soja (**Bakhouche, 2013**).

Après, l'huile brute subit un processus de raffinage qui consiste à éliminer les impuretés, le dégomme, la décoloration, la désodorisation, l'élimination de la cire, afin d'obtenir une huile raffinée. La figure 2 représente les étapes de raffinage chimique.

# Synthèse bibliographique

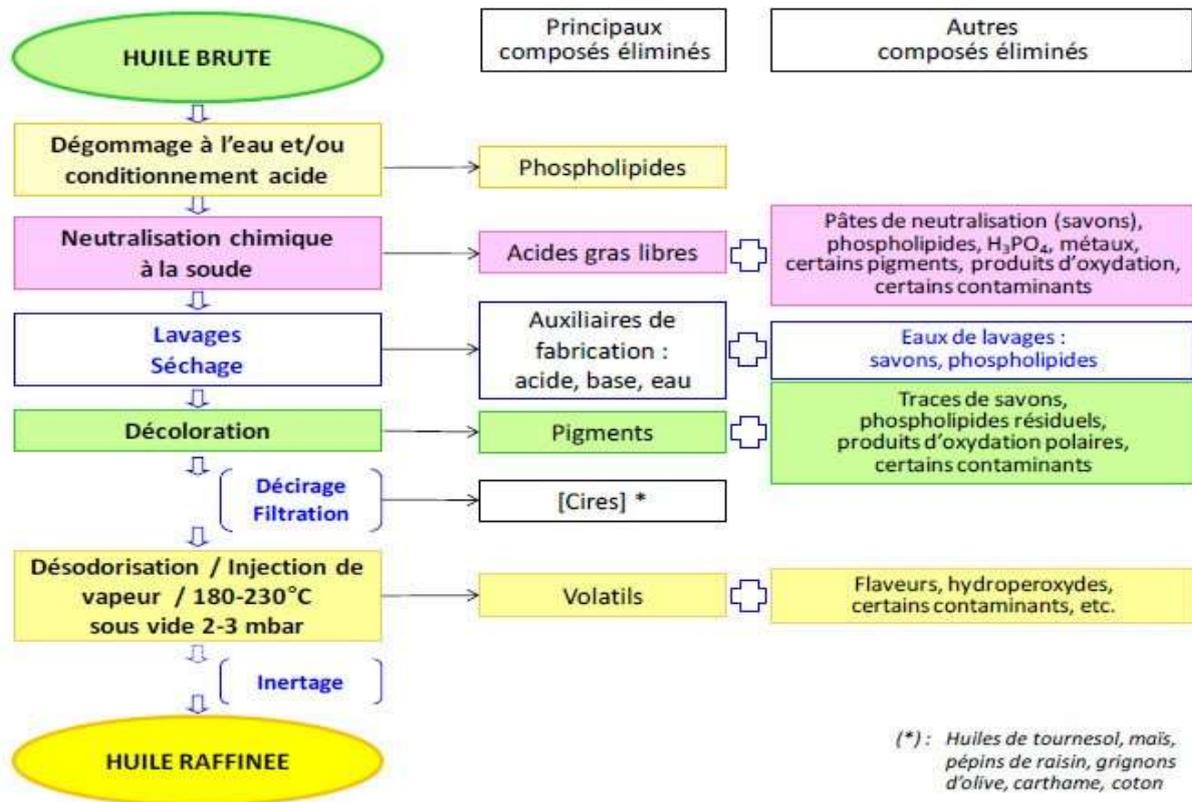


Figure 2 : Etapes de raffinage de l'huile brute en huile raffinée (Evrard et al., 2007)

## 2.2.5. Propriétés de l'huile de soja

Selon **Lester Brown** la majorité de la production est utilisée pour nourrir les animaux en croissance, principalement sous forme de farine et de tourteaux. 15 millions des tonnes sont consommées directement par l'homme sous forme de tofu, yaourt, lait de soja.... Le reste est transformé en huile de qualité agro carburant avec une production de 33millions de tonnes de farine de tourteau de soja.

La valeur de l'huile de soja dans l'alimentation humaine est très appréciée et elle offre la plus forte concentration d'acides gras polyinsaturés. Sa forte concentration en acide linoléique lui confère également une valeur nutritionnelle supérieure à celle des autres huiles végétales (Asiedu, 1991).

## Synthèse bibliographique

L'huile de soja est bénéfique pour la peau, les muqueuses, le système nerveux son efficacité dans le traitement de l'hypercholestérolémie et de l'athérosclérose est particulièrement remarquable (Cossut, 2002), tout comme les vitamines liposolubles et aux propriétés anti-oxydantes qui contribuent à la stabilité de l'état oxydatif de l'huile (Roche, 2005). En raison de sa teneur élevée en l- lécithine, elle est précieuse pour régénérer les cellules cérébrales et nerveuse.

### 2.3. Pistachier lentisque : *Pistacia lentiscus*

Appelé pistachier lentisque ou bien tidekt en kabyle cette plante appartient à la famille des Anacardiaceae. Pistachier lentisque est un nanophanérophyte de 1 à 3m de hauteur (Pottier-Alapetit, 1979), c'est une espèce sauvage thermophile, rencontrée en Europe, en Asie et en Afrique (Rauf et al., 2017).

#### 2.3.1. Caractéristiques de pistachier lentisque

Ayant une odeur résineuse forte, le mastic est le nom de la résine jaune clair qui est produit en été par incision du tronc, l'essence utilisée en parfumerie est obtenue par distillation de la résine. Ces fruits sont de couleur rouge et deviennent noirs à maturité. Les feuilles de couleur verte foncée sont persistant et formées de 4 à 10 folioles (Pottier- Alapetit, 1979).

#### 2.3.2. Taxonomie

La taxonomie de pistachier lentisque est présenté dans le tableau II.

Le pistachier lentisque est classifié selon Quezel et Santa, (1963) comme suit :

**Tableau II** : Classification botanique du pistachier lentisque.

Règne	Plantae
Famille	Anacardiacées
Embranchement	Spermaphytes
Sous embranchement	Angiospermes
Classe	Dicotylédones
Sous classe	Apétale
Ordre	Sapindales
Genre	Pistacia
Espèce	pistacia Lentiscus

### 2.3.3. Propriétés de l'huile de pistachier

L'huile de pistachier lentisque est appréciée pour ses qualités nourrissantes et ses bienfaits.

**Propriétés hydratantes** : l'huile de pistachier est riche en acides gras essentiels dont les acides linoléique et oléique, qui aident à hydrater et lisser la peau. Afin de maintenir l'hydratation de la peau et d'éviter son dessèchement, elle est fréquemment utilisée dans les produits de soin de la peau.

**Propriétés anti-oxydantes** : Cette huile contient des composés antioxydants, comme la vitamine E, qui aident à neutraliser les radicaux libres responsables des dommages cellulaires et du vieillissement prématuré de la peau.

**Propriétés inflammatoire** : Certaines substances contenues dans l'huile de Pistachier, telles que les phytostérols et les acides gras, ont des propriétés anti-inflammatoire. Ils pourraient aider à réduire l'inflammation corporelle, ce qui pourrait être avantageux pour la santé globale.

**Propriété régénérante** : En raison de ses propriétés rajeunissantes, cette huile favorise la cicatrisation de la peau et peut aider à atténuer la visibilité des cicatrices et des défauts cutanés.

**Propriétés antimicrobiennes** : l'huile de pistachier lentisque inhibe efficacement la croissance bactérienne, en particulière celle des espèces streptococciques.

## 3. Constituants secondaires des huiles végétales

### 3.1. Composés phénoliques

Les feuilles du pistachier lentisque se distinguent par leur abondance en composés phénoliques. Elles contiennent entre 5 et 7% de gallotanins, en particulier les acides mono-di-tri-O-gallolyle quinquiques et l'acide gallique (**Romani et al., 2002**).

Selon **Longo et al., 2007**, les graines de lentisque contiennent 5 à 4mg/ml d'anthocyanines, principalement composées de cyanidine-3-O-glucoside (70%), delphinidines-3-O-glucoside (20%), et de cyanidine-3-O-arabinoside (10%). D'autre composés phénoliques ont été isolés des herbiers lenticulaires, notamment les acides digallique et gallique (**Bhouri et al., 2011**), ainsi que le 1, 2, 3, 4, 6-pentagolloylyglucose (**Abdelwahed et al., 2007**).

## 3.2. Vitamine E

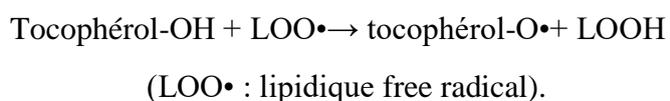
La vitamine E est considérée comme un antioxydant en raison de sa capacité à inhiber la peroxydation des lipides (**Cheeseman et Slater, 1993**). La biosynthèse de la vitamine E se produit dans les plantes, les algues et les champignons, elle est plus abondant dans les céréales et les huiles végétales.

### 3.2.1. Structure

Une étude détaillée des structures chimiques de ces molécules est importante pour comprendre les méthodes d'analyse, le métabolisme et le mode d'action de la vitamine E, la structure chimique du tocophérol est constituée d'un cycle mono méthyl, diméthyle ou triméthylchromane auquel est attachée une chaîne carbonée latérale (chaîne phytyle) saturée de 16 atomes de carbone (**Fernholz, 1938**). La seule différence entre les tocophérols est que le nombre et la disposition des groupes méthyles autour du cycle benzénique du chromane sont différents et, du point de vue de la structure chimique, ce sont des molécules chirales avec différents stéréo-isomères.

### 3.2.2. Rôle

La vitamine E participe à la protection des huiles grâce à sa capacité à capter les radicaux libres (**Reboul et al., 2007**) et constituer un critère analytique pour le contrôle de la pureté d'une huile. La vitamine E est souvent utilisée comme conservateur alimentaire (E306 à E309) pour prévenir le rancissement des aliments par les radicaux libres (**Choe et al., 2009**). Les tocophérols protègent les acides gras polyinsaturés contre l'oxydation naturelle. Une molécule de tocophérol peut protéger  $10^6$  molécules d'acides gras polyinsaturés. L'activité antioxydante des tocophérols repose principalement sur l'existence du système de réduction tocophérol tocophérylquinone. En effet, une molécule de tocophérols peut réduire deux radicaux lipidiques en formant une molécule de l' $\alpha$ -tocophérylquinone (**Sebei et al., 2007**).



## 4. Phénomène d'oxydation

### 4.1. Oxydation des lipides

L'oxydation des lipides peut se produire par divers mécanismes. Cependant, la composition des produits de la réaction est essentiellement la même et indépendante du mécanisme (**Perrin, 1992**). Sauf dans les circonstances les plus extrêmes, l'oxygène attaque les liaisons doubles ou les groupements méthyle voisins de ces derniers. La plupart du temps, les liaisons carbone-hydrogène appartenant aux systèmes saturés produisent des radicaux libres, et les rendant beaucoup plus stables à des températures inférieures à 200°C pour le chauffage. A des températures supérieures à 200°C, on peut voir l'isomérisation des doubles liaisons et des réactions de polymérisation qui sont également déclenchées par les radicaux libres (**Pokorney, 2003**).

#### 4.1.1. Auto-oxydation

L'auto-oxydation des lipides est une réaction auto-catalytique. Il s'agit d'un enchaînement de réactions radicalaires se déroulant en trois étapes (**Eymard, 2003**).

##### 4.1.1.1. Initiation

Aucune altération évidente ne peut être détectée pendant la phase de démarrage ou d'induction. Au fil du temps, de plus en plus de produits de dégradation des AGI se forment et sont détectables. La perte de protons lors de l'amorçage des réactions se traduit par la production de radicaux libres dans un AG typiquement non saturé selon la réaction suivante :



La formation de lipides, la température et l'énergie du rayonnement solaire ou ionisant augmentent la vitesse de début de la réaction (**Prior, 2003**).

## 4.1.1.2. Propagation

Elle est caractérisée par une accélération forte de la production des acides gras libres. Ce n'est que pendant cette période que des quantités importantes de peroxydes s'accumulent. La propagation est une réaction radicalaire en chaîne. Les  $R^\circ$  formés fixent l'oxygène moléculaire et forment des radicaux peroxydes ( $ROO^\circ$ ). Ces derniers peuvent réagir avec une nouvelle molécule d'AG pour former des hydro peroxydes ( $ROOH$ ) et un autre  $R^\circ$  selon les réactions suivantes :



Lorsque la vitesse d'amorçage est faible, la vitesse de propagation de la réaction est lente ; cependant, elle s'accélère à mesure que la température augmente et que le degré de lubrification des huiles augmente. La présence d'antioxydants inhibe la réaction en chaîne (Pokorny, 2003).

## 4.1.1.2. Terminaison

Selon la réaction suivante, elle correspond à l'interaction entre deux radicaux libres, donnant naissance à une large gamme de composés non radicalaires (aldéhydes, cétones, hydrocarbures...) (Alais et al., 2003).



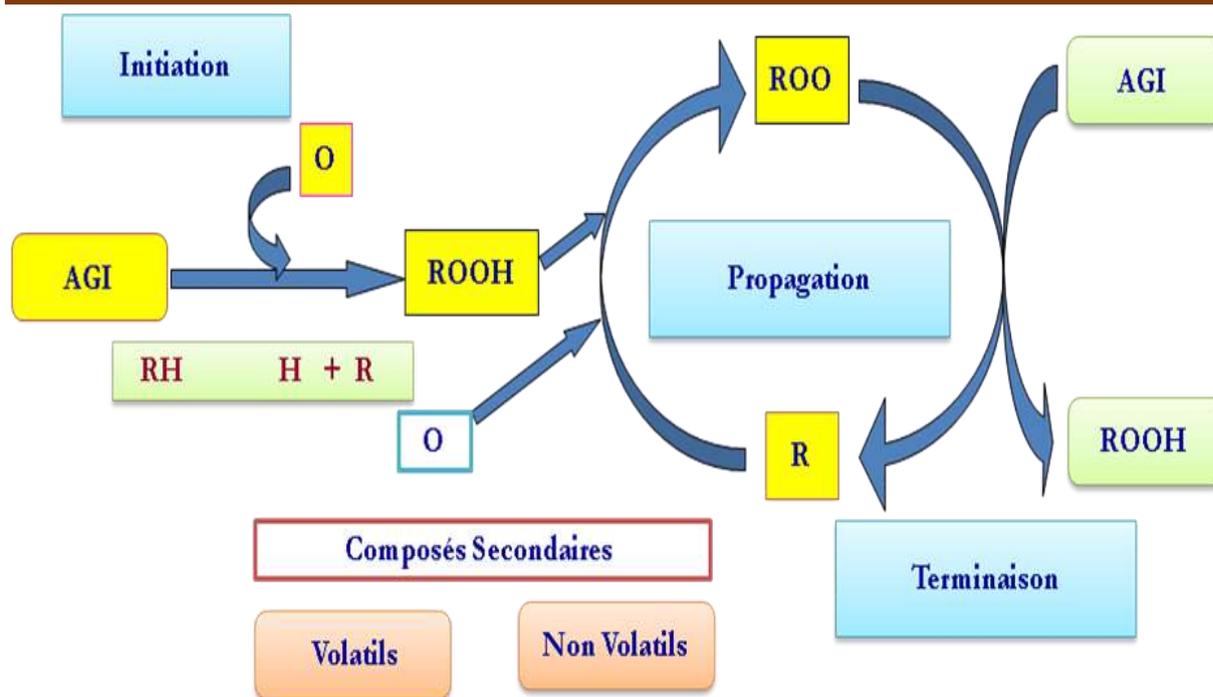


Figure 3 : Mécanisme réactionnel de l'auto-oxydation (Villère et Genet, 2006 ; Cuvelier et Maillard, 2012).

### 5. Enrichissement des huiles végétales

L'enrichissement des aliments est une solution approuvée, durable, rentable et à fort impact pour remédier aux carences en micronutriments. Les huiles végétales comestibles commerciales ont été enrichies ou aromatisées avec succès en utilisant des composés bioactifs de plantes ou d'autres matières végétales pour améliorer leur valeur nutritionnelle et leurs qualités organoleptiques, prolonger la durée de conservation et prévenir ou retarder les processus d'oxydation (Kivilompolo et al., 2008 ; Gramza-Michalowska et al., 2011).

La stabilité et la qualité de l'huile sont déterminées en mesurant l'acidité, l'indice de peroxyde, l'absorbance UV et la viscosité. L'enrichissement de l'huile par des composés bioactifs affecte ces paramètres. Plusieurs études ont porté sur l'effet de l'enrichissement sur les paramètres de qualité de l'huile concentrée.

# *Matériels et méthodes*

L'objectif de la présente étude est de faire le suivi et contrôle des paramètres physico-chimiques de l'huile de soja enrichies en différents antioxydants et non enrichies, ce suivi consiste en une série d'analyses effectuées au niveau du laboratoire de la raffinerie d'huile du complexe La BELLE qui assure au final un produit conforme destiné à la consommation.

## 1 Analyses physico-chimiques

Plusieurs analyses physico chimiques ont été appliquées sur l'huile fini comme :

### 1.1 Analyses chimiques

#### 1.1.1 Indice d'acidité

##### Principe

Il représente la quantité d'hydroxyde de potassium en milligramme, nécessaire pour neutraliser les acides gras libre contenus dans un gramme d'huile végétale. Cet indicateur chimique a été déterminé suivant la méthode NFV 03-906(Afnor, 1984). Les acides libres sont neutralisés à partir d'une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium de concentration connue (Houma et al., 2016).

##### Mode opératoire

Une quantité d'un gramme d'huile brut été introduite dans un bécher avec 75ml d'alcool (10g pour les autres huiles). L'échantillon a été bouilli à l'aide d'une plaque chauffante, suivi d'une titration avec une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium jusqu'au virage de couleur (rose).

L'indice d'acidité est calculé suivant la formule (NA\_273/1990) :

$$IA = V \times C \times 56,11 \div m$$

Avec :

V : volume de la solution d'hydroxyde de potassium utilisée pour le titrage en(ml).

C : concentration de la solution d'hydroxyde de potassium en (mol\L)

m : masse (de la prise d'essai en g)

56,11 : masse molaire de l'hydroxyde de potassium en g/mol.

### 1.1.2. Indice de peroxyde

#### Principe

L'indice de peroxyde définit le degré d'oxydation des huiles végétales et représente le nombre de microgrammes d'oxygène actif des peroxydes contenus dans un kilogramme de matière grasse.

L'indice de peroxyde est calculé par la formule suivante :

$$IP = (v-v_0) \cdot N/m$$

Avec :

IP : indice de peroxyde ;

V : volume de (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) utilisé pour la prise d'essai ;

V<sub>0</sub> : volume de (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) utilisé pour l'essai à blanc ;

N : normalité de (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) à (0.01N)

M : poids en gramme de la prise d'essai utilisée.

#### Mode opératoire

Dans une fiole 2g d'huile finie ont été mélangés avec 10ml de chloroforme, 15ml d'acide acétique et 1ml de KI. La solution a été mise dans l'obscurité pendant 5min, puis additionnée de 75ml d'eau distillée avec quelques gouttes d'amidon. La solution a été titrée avec le thiosulfate de sodium (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) à 0.01N et un changement de couleur a été observé (apparence de couleur noire indique la présence des peroxydes) (NA-289/1990).

### 1.1.3. Indice d'iode

#### Principe

L'indice d'iode est un indicateur de la quantité en grammes d'iode fixé par 100g de matière grasse (Wolf, 1968).

### Mode opératoire

Une quantité de 0,2g de matière grasse ont été mises dans un erlenmeyer de 250 ml, puis ont été dessoudées dans un mélange cyclohexane/acide acétique glacial, additionnés de 25 ml de réactif de Wijs, à l'aide d'une burette (sous hotte) puis l'erlenmeyer a été bouché et bien agité et a été placé dans l'obscurité pendant 1 heure, ensuite une quantité de 20 ml de solution d'iodure de Potassium à 100 g/l fraîchement préparée additionné de 150 ml d'eau.

La formation de deux phases non miscibles a été observé, Agiter vigoureusement l'erlenmeyer bouché, titrer l'iode pour libérer 0,1 mol/l de thiosulfate de sodium et mélanger les deux phases. Lorsque la couleur jaune d'iode a presque disparu, ajouter quelques gouttes de solution d'amidon et continuer à titrer jusqu'à ce que la couleur bleue disparaisse. Faire des blancs d'œufs (sans matière grasse) dans les mêmes conditions

L'indice d'iode est déterminé par la méthode de Wij's.

L'indice d'iode est calculé suivant la formule

$$I_i = N(v_0 - v) \cdot 12,69 / P$$

Avec :

N : normalité de thiosulfate de sodium ;

I<sub>i</sub> : indice d'iode ;

V<sub>0</sub> : volume en ml, de la solution de (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) utilisé pour l'essai à blanc ;

V : en ml, de la solution (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) utilisé pour le titrage ;

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

### 1.1.4. Test de rancidité

#### Définition

Le rancissement semble être principalement dû à l'oxydation des acides gras désaturés et ils sont d'autant plus oxydable qu'ils sont plus désaturés, Par conséquent, il existe un phénomène de destruction des acides gras essentiels. La couleur rose de l'échantillon indique le rancissement et la décomposition de tous les peroxydes et production des aldéhydes et des cétones.

### Mode opératoire

Une quantité de 10 ml d'huile dissoute dans 10 ml d'acide chlorhydrique, mélanger avec 10 ml de solution d'éther éthylique de phloroglucinol à 0,1% ont été agités dans un tube à essai pendant 20 secondes. Une couleur rose indique le rancissement et produit des aldéhydes et des cétones. Norme de l'entreprise (NE 1.2.44.88)

### 1.1.5. Piégeage des radicaux de DPPH

#### Principe

Le test de DPPH est une méthode développée par **Blois (1958)** dans le but de déterminer l'activité antioxydante en utilisant un radical libre stable alpha, alpha-diphényl-béta-picrylhydrazyl (DPPH ; C<sub>18</sub>H<sub>12</sub>N<sub>5</sub>O<sub>6</sub>, M=394,33).

Le dosage est basé sur la mesure de la capacité de piégeage des antioxydants à son égard. L'électron impair de l'atome d'azote dans le DPPH est réduit en recevant un atome d'hydrogène des antioxydants à l'hydrazine correspondante (**Contreras-Guzman et Srong 1982**). L'absorbance est mesurée à 517nm.

#### Mode opératoire

Une solution mère de DPPH stable a été préparée : une quantité de 0.0236g de DPPH a été placée dans une fiole jaugée de 10 ml additionnées de l'éthanol.

- Préparation des dilutions des échantillons :

Différent échantillons de l'huile de soja enrichie par différents antioxydants et non enrichie ont été dilués avec le DMSO (50%, 25%, 12.5%, 6.25%).

- Préparation des microplaques :

Une quantité de 20ul de chaque échantillon a été ajoutée à différentes concentrations dans 180ul de DPPH. Ces échantillons ont été placés dans une microplaque, et comparés à un blanc (20ul de l'échantillon a été additionnés de 180ul de l'éthanol). Trois essais ont été effectués pour chaque échantillon, les microplaques préparées ont été conservées dans l'obscurité pendant 30 min et puis l'absorbance a été mesurée à l'aide d'un spectrophotomètre à une longueur d'onde de 517 nm.

Est estimée selon l'équation ci-dessous :

$$\% \text{ de piégeage du DPPH} = ((\text{contrôle} - \text{test}) / \text{contrôle}) * 100$$

**Control** : absorbance du contrôle / **test** : absorbance du standard / DPPH

## ➤ Analyse statistique

Les résultats des différents tests du DPPH réalisés sont présentés en moyenne de pourcentage +- écartype. L'analyse statistique a été réalisée sont à l'aide du logiciel Excel.

## 1.2. Analyses physiques

### 1.2.1. Indice de couleur

#### Principe

La couleur de la lumière propagée à travers l'huile a été comparée à la lumière dérivée toujours de la même source transmise à travers des lames colorées standardisées. L'analyse de la couleur se fait à l'aide d'un appareil (Lovibond) composé de deux séries de verres de couleur jaune et rouge.

#### Mode opératoire

La cuve a été lavée avec l'échantillon deux fois. Après, l'huile a été versée et la cuve a été mise dans lovibond qui indique deux valeurs XJ et YR (NA 270-1990).

Où :

X, Y : les valeurs déterminées par lovibond

J : la couleur jaune

R : la couleur rouge

### 1.2.2. Indice de réfraction

#### Principe

L'indice de réfraction est considéré comme une norme de pureté pour les huiles. Il varie avec la longueur d'onde de la lumière incidente et en fonction de la température à laquelle l'analyse a été effectuée. Cet indice est proportionnel au poids moléculaire des acides gras et leurs niveau d'insaturations **Alimentarius (2009)**.

L'indice de réfraction a été mesuré à l'aide d'un appareil réfracteur.

## 2. Echantillonnage

### 2.1. Enrichissement de l'huile de soja avec l'alpha tocophérol

Certificat de conformité de l'huile à analyser

- Produit Analysé : Huile raffinée 2Lpét (la Belle)
- Date de production : 14\02\2023
- Date de péremption : 13\02\2025
- Date d'analyse : 14\02\2023

**Tableau III : Certificat de conformité de l'huile de soja à analyser**

Détermination	Résultat	Normes	Méthodes
Indice de peroxide	1, 2mg\kg	10mg\kg max	NA 274/1990
Teneur en Eau et matière volatiles	Néant	0.2%max	NA272/1990
Teneur en impuretés insoluble	ABS	0.05%max	NA271/1990
Couleur lovibond cellule pouces	0, 0\0, 6	--	NA2221/1991
Traces de savon	ABS	0, 005%max	NA6341/1993
Caractéristique organoleptiques	Caractère	Caractéristique	MO.8242-15
Datage	Conforme	Conforme	MO8242-14
Acide oléique	0, 07	0, 20%max	NA273/1990

Echantillon 1 : Contient 200 g de l'huile de soja sans ajouter un antioxydant.

Echantillon 2 : Contient 0,2g de l'alpha tocophérol avec l'addition de 200 g de l'huile, donc une concentration de 100g/l.

Echantillon 3 : Contient 0,4g de l'alpha tocophérol avec 200 g de l'huile (200mg/l).

Echantillon 4 : Contient 0,6g de l'alpha tocophérol avec l'addition de 200 g de l'huile, donc une concentration de 300g/l

Des analyses ont été effectuées sur les 4 échantillons avant et après l'exposition au chauffage sur une plaque chauffante et chauffage au micro-onde à différentes températures pendant 5 min afin de connaître l'indice d'acidité, l'indice de peroxyde et la couleur.

### **2.2. Enrichissement de l'huile de soja avec l'huile de pistachier lentisque**

Quatre échantillons différents d'une même huile de soja finie ont été pris en considération.

L'extraction d'huile de pistachier a été effectuée à l'aide d'un appareil de type soxhlet. C'est une technique utilisée pour isoler des composés actifs d'origine végétales qui permet d'exécuter à plusieurs reprises le cycle d'extraction avec du solvant jusqu'à ce que toute la solution ait été complètement libérée dans le matériau de départ.

Le soxhlet est un récipient en verre qui contient une cartouche de filtre en papier épais (un matériau pénétrable pour le solvant), un tube siphon et un tube de distillation. L'extracteur est monté sur un ballon qui contient le solvant d'extraction. Le ballon est chauffé afin de faire bouillir son contenu, au-dessus duquel est placé un réfrigérant servant à liquéfier les vapeurs du solvant.

Le ballon chauffé provoque l'éruption du liquide et les vapeurs de solvant traversent le tube de distillation, elle se condensent dans le réfrigérant. Le condensat retombe ensuite dans le corps de l'extracteur sur la cartouche, macérant l'extrait dans le solvant condensé qui s'accumule dans l'extracteur jusqu'au sommet du tube siphon, puis il retourne dans le ballon avec les matières étrangères qui s'y trouvent encore. De ce fait, le solvant contenu dans le ballon s'enrichit progressivement en composants solubles. L'extraction se poursuit jusqu'à ce que la matière solide dans la cartouche se vide.

Le dispositif rotavapeur est utilisé pour séparer le solvant de l'extrait, le ballon est mis en rotation tout en s'évaporant et émerge dans un bain de liquide chauffé. L'appareil dispose d'un réfrigérant avec un ballon collecteur de condensation. La rotation de ballon crée une zone d'échange plus grande et plus réapprovisionnée, en permettant au solvant de s'évaporer à une température plus basse, la réduction de pression empêche une dégradation thermique potentielle des constituants.

## *Matériels et méthodes*

Les paramètres d'huile brut du pistachier lentisque sont présentés dans le tableau IV.

**Tableau IV : Les paramètres d'huile brut de pistachier utilisés pour l'enrichissement.**

Paramètres	Résultats	Lois	Normes
Indice de peroxide	9.3 ml	Volume de chute de burette (équivalent d'oxygène par g d'échantillon)	Entre 7.07 et 22.96 Selon les normes CDI2015 : <20
Indice d'acidité	Pe = 1g    Vch= 2.4 ml N Noah=0.036 A=2.72%	%A= 282×N Noah ×Vch ×100 / Pe ×1000	les normes COI2015 : <3.3%
Indice de refraction	1.4658	Appareil : Refractomètre ABBE T= 20°C	Entre 1.46576 et 1.46591
L'humidité	P0=47.8622g (creusé) Pe =3.7143g Pf =51.4604g H= 3.125%	H= (P0+Pe) -Pf /Pe ×100	Entre 1.43% a 3.62%

Quatre échantillons ont été utilisés :

Echantillon 1 : Contient 200 g d'huile de soja sans antioxydant.

Echantillon 2 : Contient 200 g d'huile de soja avec l'addition de 100mg/l de l'huile brut de pistachier.

Echantillon 3 : Contient 200 g d'huile de soja avec l'addition de 200 mg/l de l'huile brut de pistachier.

Echantillon 4 : Contient 200 g d'huile de soja avec l'addition de 300 mg/l d'huile brut de pistachier.

Les différents échantillons ont été chauffés à des températures diverses à l'aide d'une plaque chauffante (température ambiante, 50°C, 100°C, 150°C, 200°C) et un micro-onde (600W, 900W, 1200W).

### **2.3. Enrichissement de l'huile de soja avec le fruit de pistachier lentisque**

Une patte a été obtenue après broyage des fruits de pistachier, des différentes concentrations ont été utilisées pour l'enrichissement de l'huile de soja.

Echantillon 1 : 200 g de l'huile de soja ont été pesé sans antioxydant.

Echantillon 2 : 200 g de l'huile de soja ont été pesé avec l'addition de 100mg/l d'extrait pâteux de fruits de pistachier.

Echantillon 3 : 200 g de l'huile de soja ont été pesé avec l'addition de 200 mg/l d'extrait pâteux de fruits de pistachier.

Echantillon 4 : 200 g de l'huile de soja ont été pesé avec l'addition de 300 mg/l d'extrait pâteux de fruits de pistachier.

Les différents échantillons ont été chauffés à les températures différentes à l'aide s'une plaque chauffante (température ambiante, 50°C, 100°C, 150°C, 200°C) et un micro-onde (600W,900W,1200W).

## *Résultats et discussion*

# Résultats et discussion

L'objectif de cette présente étude est de faire le suivi et contrôle des paramètres physico-chimiques de l'huile de soja enrichis en différents antioxydants et non enrichis après chauffage à différentes températures sur une plaque chauffante et dans un micro-onde, et de représenter les résultats trouvés.

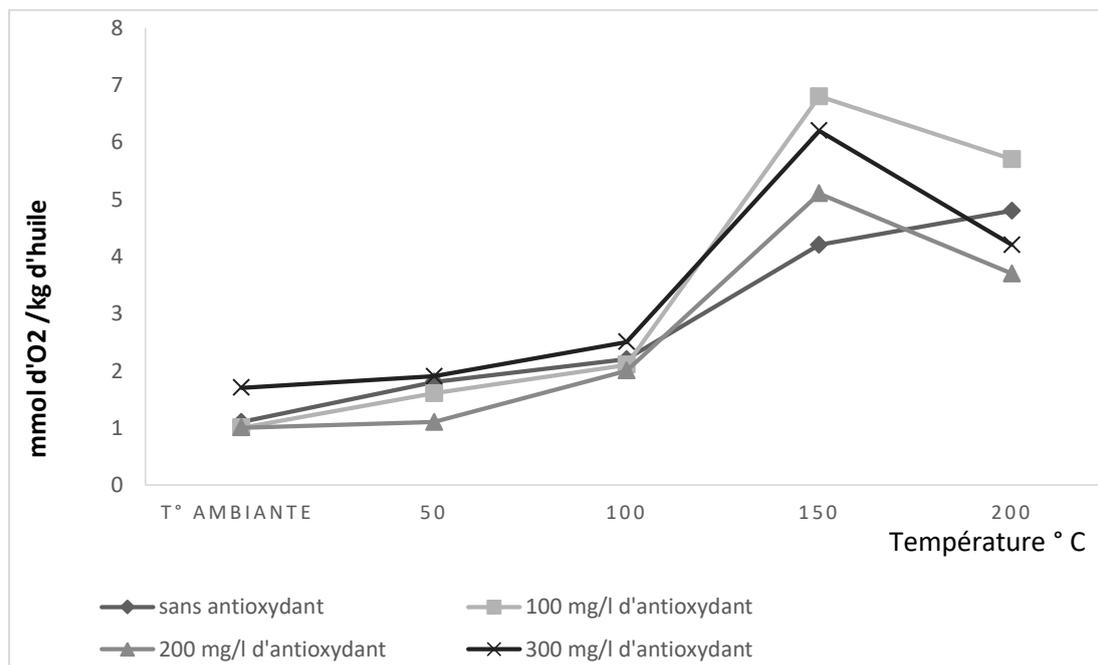
## 1. Chauffage sur une plaque chauffante

Les différents résultats obtenus dans les analyses physico-chimique dans le chauffage sur une plaque chauffante à différentes températures et à différentes concentration d'antioxydant réalisés au niveau de laboratoire de l'entreprise COGB La belle.

### 1.2. Analyse d'indice de peroxyde

#### 1.2.1. Enrichissement de l'huile de soja en alpha tocophérol

La figure 04 montre les résultats trouvés dans l'indice de peroxyde au cours du chauffage pour l'enrichissement d'huile de soja avec l'alpha tocophérol.



**Figure 04 :** Variation de l'indice de peroxyde en fonction de température d'huile enrichie avec l'alpha tocophérol.

On remarque que l'indice de peroxyde augmente avec l'augmentation de la température dans le premier échantillon et celui d'huile témoin, et une augmentation légère pour le deuxième et le troisième échantillon, qui due de la formation des peroxydes à cause l'oxydation d'huile par

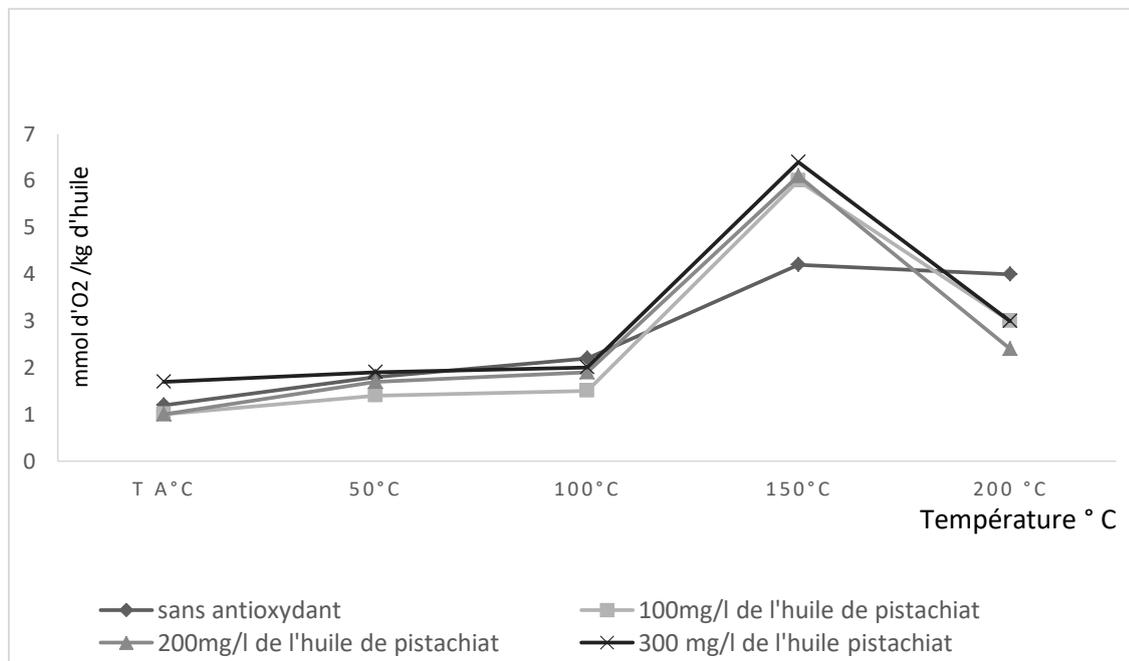
## Résultats et discussion

le chauffage. Ce qui conclut que l'alpha tocophérol a une activité antioxydante.

Les tocophérols (classés comme vitamine E) sont des antioxydants des huiles végétales (Kiokias *et al.*, 2008 ; Seppanen *et al.*, 2010). Leur activité anti oxydantes est en raison de la possibilité de donner de l'hydrogène phénolique aux radicaux lipidiques libres Retardant ainsi la réponse de propagation (Burton et Inglood, 1981 ; Seppanen *et al.*, 2010).

### 1.2.2. Enrichissement de l'huile de soja avec l'huile de pistachier lentisque

Les résultats trouvés dans l'indice de peroxyde au cours de chauffage pour l'enrichissement d'huile de soja avec l'huile de pistachier lentisque sont présentés dans la figure 05.



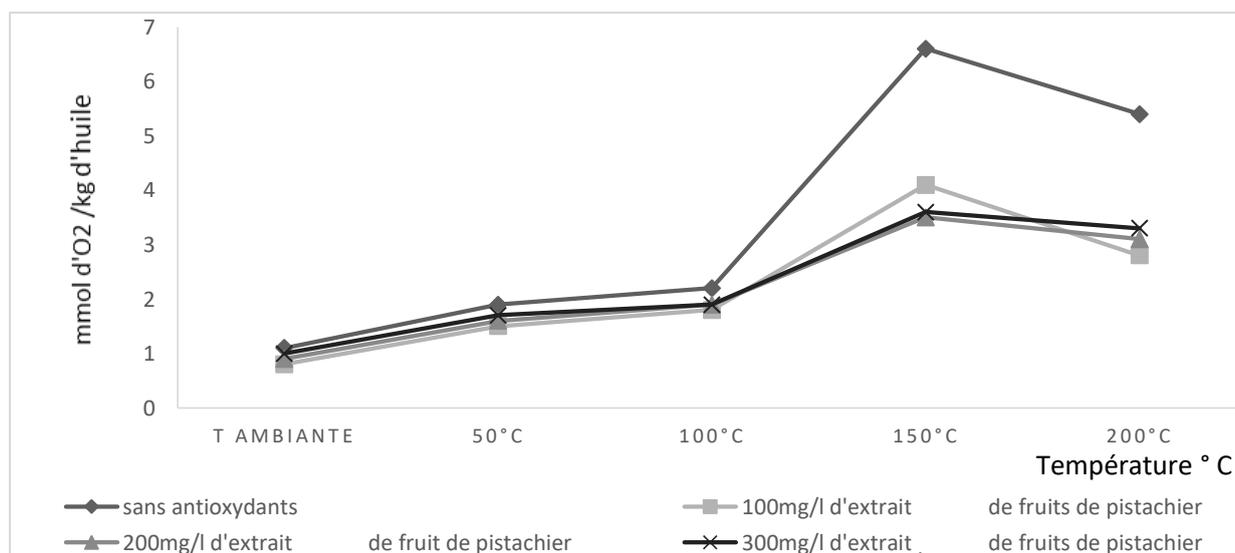
**Figure 05 :** Variation de l'indice de peroxyde de différents échantillons d'huile enrichie avec l'huile de pistachier en fonction de la température.

L'huile de soja enrichie avec l'huile de pistachier lentisque montre une augmentation de l'indice de peroxyde jusqu'à la température 150°C, puis il commence à diminuer jusqu'à la température 200°C. L'huile de pistachier lentisque présente un indice de peroxyde élevé ce qui provoque l'augmentation de ce dernier dans l'huile de soja enrichie en huile de pistachier.

La teneur élevée en acides gras insaturés d'huile de soja enrichie avec l'huile de pistachier lentisque provoque la sensibilité à l'oxydation à cause du chauffage.

### 1.2.3. Enrichissement d'huile de soja avec l'extrait pâteux de fruits de pistachier lentisque

Les résultats trouvés dans l'indice de peroxyde au cours de chauffage pour l'enrichissement d'huile de soja avec l'extrait pâteux de fruits de pistachier lentisque sont présentés dans la figure 06.



**Figure 06 :** Evolution de l'indice de peroxyde en fonction de la température d'huile enrichie avec d'extrait pâteux des fruits de pistachier.

D'après les résultats obtenus, on remarque que la valeur de l'indice de peroxyde pour l'huile fraîche est conforme à la norme *ISO 3960*, on remarque dans la figure 06 que l'indice de peroxyde augmente au cours de chauffage dans tous les échantillons jusqu'à la température 150°C, mais cette augmentation est légèrement inférieure à l'huile témoin (sans additif), et commence à se diminuer à partir de la température 150°C.

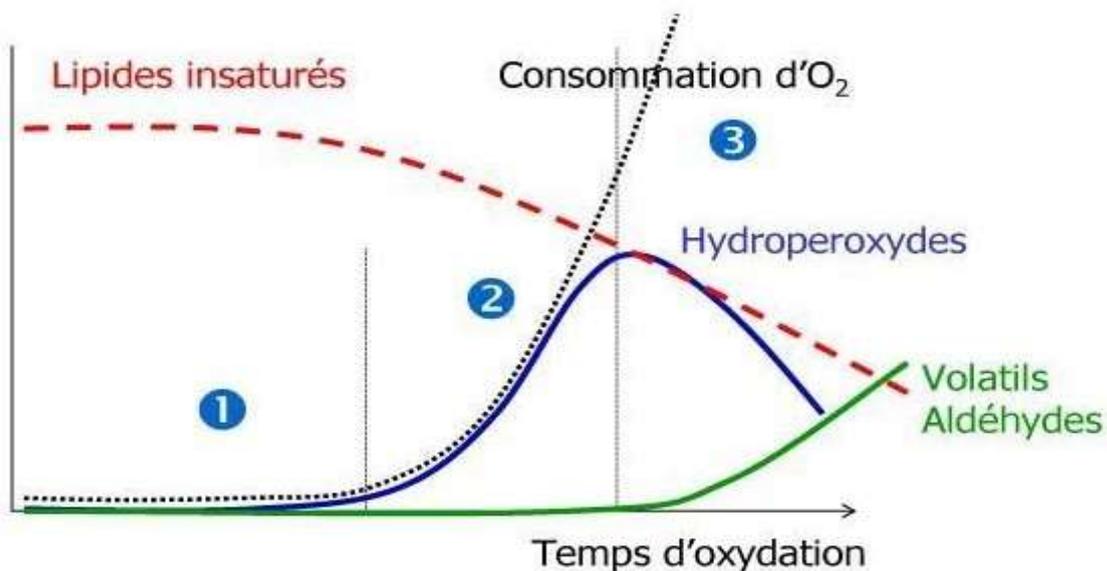
Ces résultats indiquent que l'enrichissement avec l'extrait pâteux de fruits de pistachier lentisque a ralenti la formation des peroxydes, donc l'augmentation de concentration des fruits de pistachier dans l'huile de soja diminue la sensibilité à la thermo-oxydation. Les fruits de pistachier sont riches en polyphénols qui sont des molécules organiques hydrosolubles, Parmi les activités biologiques remarquables des composés phénoliques, les activités anti oxydantes ont été largement étudiées, notamment le piégeage des radicaux libres, l'inhibition de l'oxydation des lipides et la réduction de la formation d'hydro peroxydes. Un grand nombre d'expériences in vitro ont prouvé que les composés Phénoliques sont les principaux composés de la capacité antioxydante des plantes (Saiah.,2017).

## Résultats et discussion

En analysant les trois figures nous pouvons déduire qu'à partir de la température 150°C l'indice de peroxyde commence à diminuer, indiquant la formation des cétones et des aldéhydes à cause de la décomposition totale des peroxydes c'est à dire la disparition des composés secondaires contenus dans l'huile (les vitamines et les composés phénoliques).

En comparant les trois enrichissements on trouve que l'alpha tocophérol et l'extrait pâteux de fruits de pistachier ont une activité antioxydante par rapport à l'huile de pistachier, selon **Guillén et al. (2005)**, la tendance à la réduction d'indice de peroxyde est liée à la décomposition des hydro peroxydes en produits d'oxydation secondaires tels que : les hydrocarbures, alcools, cétones et aldéhydes

Une étude antérieure **Tao et al., (2017)** a montré que l'enrichissement des huiles d'arachide et de lin avec de l'extrait huileux de romarin (EHR) et de la poudre d'extrait de romarin (ERP) entraînait la diminution de l'indice de peroxyde, et ce malgré le fait que l'huile de lin est sensible à l'oxydation en raison de sa haute teneur en acide linoléique. Aussi, il a été démontré que l'enrichissement de l'huile de colza avec différentes herbes (sauge, argousier, camomille romaine) a réduit l'auto-oxydation de l'huile (**Bandoniène et al.,2000**).



**Figure 07** : La cinétique d'oxydation des acides gras insaturés (**Judde2004 ; Cuvelier & Maillard 2012**).

## Résultats et discussion

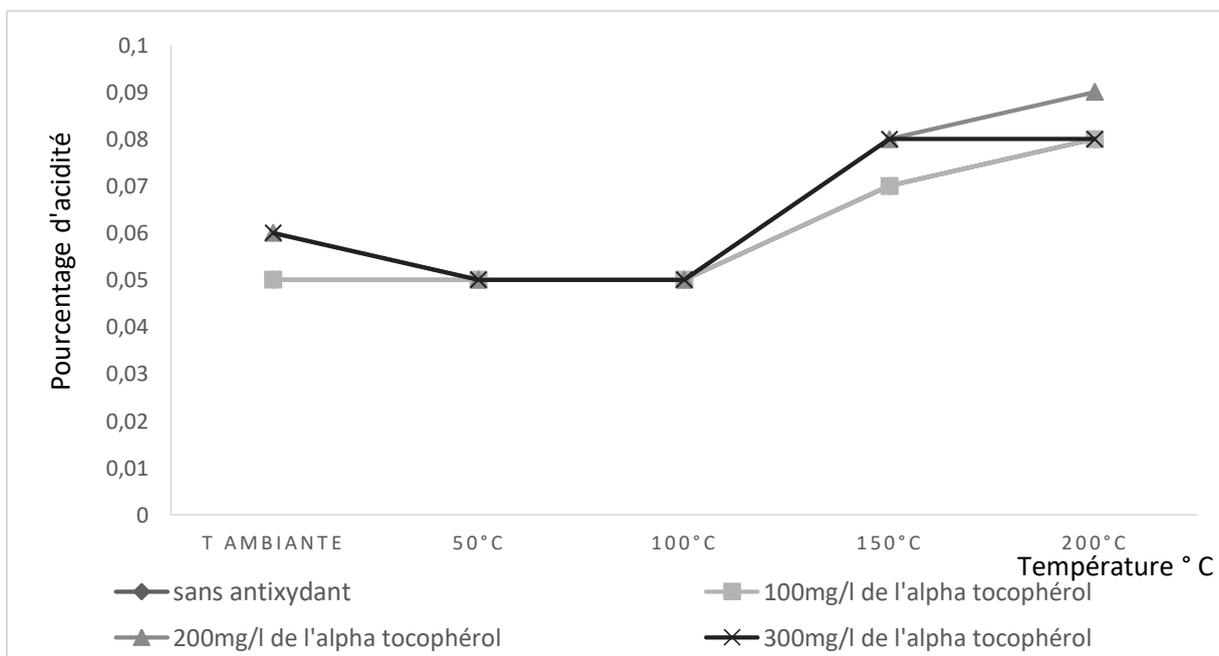
La diminution de l'indice de peroxyde peut s'expliquer par la transformation des hydroperoxydes en oxoacides puis en divers composés d'oxydation secondaire, par deux voies principales : la première voie est appelée « scission » et conduit à la libération de composés volatils, tels que les aldéhydes et les cétones les plus répandus, par clivage de liaison, la seconde est appelée « remaniement » ; elle conduit à la formation d'AG oxydés (cétones, dicétones et hydroxyacides insaturés) et de polymères oxydés (Judde, 2004).

### 1.2. Analyse de l'indice d'acidité

Ce paramètre de qualité est un indicateur de la concentration en acides gras libres (généralement exprimé en pourcentage d'acide oléique). Les faibles valeurs d'IA sont caractéristique des huiles de haute qualité (Sanchez de Medina et al., 2011), l'acidité de l'huile utilisée dans les échantillons est de 0.06% ; cette valeur est en concordance avec la norme (NA 1169 – 1990) requise (max 0,20%).

#### 1.2.1. Enrichissement de l'huile de soja avec l'alpha tocophérol

Les résultats obtenus de l'indice d'acidité au cours du chauffage pour l'enrichissement de l'huile de soja avec l'alpha tocophérol sont présentés dans la figure 08.



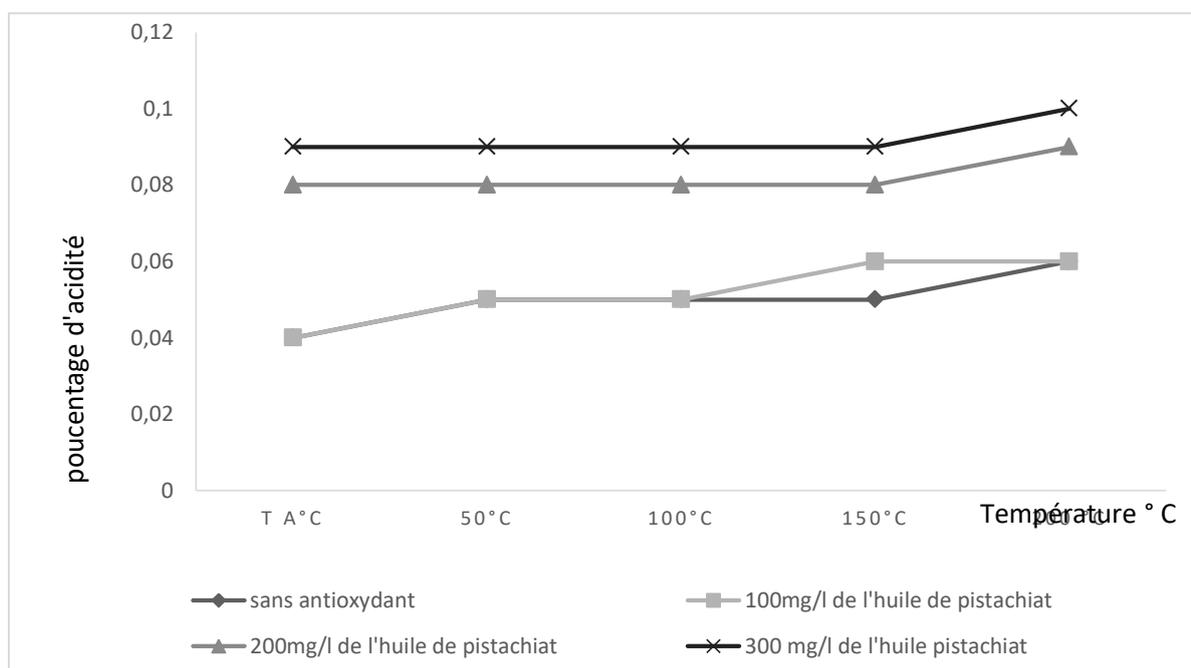
**Figure 08** : Evolution d'indice d'acidité en fonction de température d'huile enrichie en alpha tocophérol

## Résultats et discussion

La figure 08 montre la stabilité de l'acidité jusqu' à la température 100°C à cause de la formation des peroxydes, A partir de cette température on peut voir une augmentation importante d'acidité en raison de la décomposition de ces peroxydes eu des composés volatils (cétones et aldéhydes).

### 1.2.2. Enrichissement de l'huile de soja avec l'huile de pistachier lentisque

Les résultats obtenus de l'indice d'acidité au cours du chauffage pour l'enrichissement de l'huile de soja avec l'huile de pistachier lentisque sont présentés dans la figure 09.

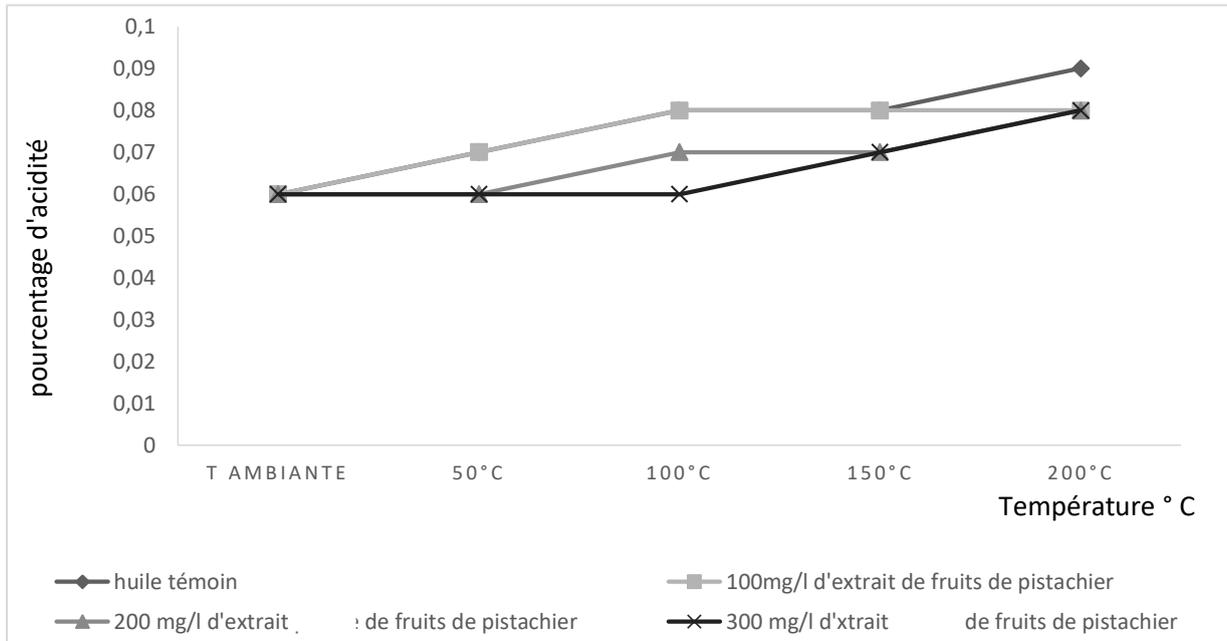


**Figure 09 :** Evolution de l'indice d'acidité de différents échantillons en fonction de températures d'huile enrichie avec l'huile de pistachier.

On observe dans la figure 09 la stabilité des valeurs d'indice d'acidité (0.05-0.06%) au cours du chauffage pour les échantillons sans antioxydants et ceux avec une concentration de 100mg/l de l'huile de pistachier. Pour les autres concentrations l'indice d'acidité est élevé par rapport à l'huile témoin et l'huile enrichie à 100mg /l, à cause de l'acidité initiale élevée de l'huile de pistachier. A la température de 200°C on peut voir une augmentation légère de l'acidité pour tous les échantillons.

### 1.2.3. Enrichissement de l'huile de soja avec l'extrait pâteux de fruits du pistachier

La figure 10 montre les résultats d'indice d'acidité au cours de chauffage par l'enrichissement d'huile de soja avec l'extrait pâteux de fruits de pistachier lentisque.



**Figure 10** : Evolution d'indice d'acidité en fonction de température d'huile de soja enrichie en fruits de pistachier.

On observe dans la figure 10 que l'acidité augmente au cours de chauffage pour tous les échantillons enrichie mais légèrement inférieur à huile témoin (sans antioxydant), donc l'enrichissement d'huile de soja avec l'extrait pâteux de fruits de pistachier lentisque a fait diminué l'acidité d'huile par rapport à huile témoin qui est sans antioxydant.

L'enrichissement avec l'extrait pâteux des fruits du pistachier lentisque et avec l'alpha tocophérol aboutit à un moindre indice d'acidité que dans l'enrichissement avec l'huile de pistachier et celui d'huile témoin. Dans le cas de l'étude menée par **Tao et al (2017)** sur le suivi de l'IA des huiles de lin (HL) et d'arachide (HA) lors du stockage accéléré, une augmentation significative a été observée lors du stockage des huiles. L'enrichissement de ces huiles en extrait huileux de romarin (EHR) et en poudre d'extrait de romarin (ERP) a permis d'observer une augmentation de fréquence plus faible par rapport à l'huile témoin (non enrichie).

## Résultats et discussion

### 1.3. Analyse de la couleur

Les résultats obtenus dans l'analyse d'indice de couleur au cours de chauffage sur une plaque chauffante à des températures différentes et à différentes concentrations.

#### 1.3.1. Enrichissement de l'huile du pistachier avec l'alpha tocophérol

**Tableau X** : Changement de la couleur de l'huile de soja enrichie en alpha tocophérol en fonction de la température.

Température °C	Huile témoin	100 mg/l alpha tocophérol	200 mg/l alpha tocophérol	300 mg/l alpha tocophérol
T° Ambiante	0/0,6	0/0,6	0/0,6	0/0,6
50	0/0,7	0/0,7	0/0,6	0/0,6
100	0/0,7	0/0,8	0/0,5	0/0,6
150	0/0,6	0/0,8	0/0,6	0/0,6
200	0/0,8	0/0,8	0/0,6	0/0,8

Dans le tableau X on constate que l'assombrissement de la couleur d'huile augmente proportionnellement avec l'augmentation de la température à cause de la combustion d'huile, l'indice de couleur de nos échantillons est de 0/0.6 à 0/0.8 est élevé en comparant à la norme de l'entreprise (NA 270-1990) qui est de 0/0.6. L'augmentation de l'assombrissement d'huile revient au chauffage d'huile à différentes températures.

#### 1.3.2. Enrichissement de l'huile de soja avec l'huile du pistachier

**Tableau VI** : Changement de la couleur de l'huile de soja enrichie avec l'huile de pistachier en fonction de température

	Huile témoin	100 mg/l de l'huile de Pistachier	200 mg/l de l'huile de Pistachier	300 mg/l de l'huile de Pistachier
T Ambiante °C	0,0/0,6	0,0/0,7	0,0/0,8	0,0/0,8
50 °C	0,0/0,6	0,0/0,8	0,0/0,8	0,0/0,8
100 °C	0,0/0,7	0,0/0,8	0,0/0,8	0,0/0,8
150°C	0,0/0,7	0,0/0,9	0,0/0,9	0,0/0,9
200°C	0,0/0,8	0,0/0,9	0,0/0,9	0,0/0,9

On remarque dans le tableau VI l'augmentation des valeurs d'indice de couleur d'huile de soja dans tous les échantillons, donc un assombrissement de couleur d'huile à cause de la combustion d'huile à des grandes températures.

### 1.3.3. Enrichissement de l'huile de soja avec l'extrait pâteux de fruits de pistachier

**Tableau VII :** Changement de la couleur d'huile de soja enrichie avec l'extrait pâteux de fruits de pistachier en fonction de température.

	Huile témoin	100 mg/l de l'extrait de fruits de pistachier	200 mg/l de l'extrait de fruits de pistachier	300 mg/l de l'extrait de fruits de pistachier
T A °C	0,0/0,6	0,0/0,7	0,0/0,8	0,0/0,8
50 °C	0,0/0,7	0,0/0,8	0,0/0,8	0,0/0,8
100 °C	0,0/0,7	0,0/0,8	0,0/0,8	0,0/0,8
150°C	0,0/0,6	0,0/0,9	0,0/0,9	0,0/0,9
200°C	0,0/0,8	0,0/0,9	0,0/0,9	0,0/0,9

Dans le tableau VII on constate que l'indice de couleur augmente de 0/0,6 et 0/0,9, cette augmentation est due à la combustion d'huile.

En mentionnant les résultats trouvés dans les trois enrichissements de l'indice de couleur qui change en fonction de température, la couleur d'huile de soja devienne foncée dans les grandes températures à la combustion d'huile.

### 1.4. Analyse de l'indice d'iode

Il exprime le degré d'insaturation du corps gras et sa propension à l'oxydation, il est plus sensible à l'oxygène lorsque le corps gras est constitué d'un grand nombre de doubles liaisons.

#### 1.4.1. Enrichissement de l'huile de soja en alpha tocophérol

On observe dans l'enrichissement d'huile de soja avec l'alpha tocophérol que l'indice d'iode dans le chauffage varie de 128 dans les températures ambiantes et diminuer jusqu' à 110g.I<sub>2</sub>/ d'huile de soja au cours de chauffage en comparant à la norme d'entreprise qui entre 120 à 143g.I<sub>2</sub>/ d'huile de soja, nous savons qu'avec l'augmentation de la température le niveau d'insaturation de l'huile augmente et donc un indice d'iode bas.

### **1.4.2. Enrichissement de l'huile de soja avec l'huile du pistachier lentisque**

La valeur d'indice d'iode a baissé en comparant à la norme d'entreprise qui entre 120 à 143g.I<sub>2</sub>/ d'huile de soja dans l'enrichissement d'huile de soja avec l'huile de pistachier lentisque 130g d'iode/ 100g d'huile de soja dans les températures ambiantes en raison de la valeur initiale élevé de l'indice d'iode de l'huile brut de pistachier à 135g d'iode/ 100g d'huile de soja, et commence à diminuer jusqu'à 98g.I<sub>2</sub>/ d'huile de soja après le chauffage à différentes températures à cause de l'augmentation de degré d'insaturation.

### **1.4.3. Enrichissement de l'huile de soja avec l'extrait pâteux des fruits du pistachier**

On observe une diminution de l'indice d'iode de 130 jusqu'à 101g.I<sub>2</sub>/ d'huile de soja en comparant à la norme d'entreprise qui entre 120 à 143g.I<sub>2</sub>/ d'huile de soja durant le traitement thermo-oxydatif à cause de l'augmentation de degré d'insaturation des acides gras.

En parlant sur les trois enrichissements quand a fait l'indice d'iode est inversement proportionnelle à la température. Selon **Gertez (2008)**, la diminution de cet indice reflète une diminution significative de l'insaturation globale de l'huile dégradée. Cette destruction est due à l'action combinée de la chaleur (pour favoriser la polymérisation) et de l'oxygène (pour favoriser l'oxydation) sur les doubles liaisons AGI de l'huile fraîche. Plus l'huile est insaturée, plus la perte d'AGE est importante et donc la diminution du nombre de doubles liaisons dans la chaîne hydrocarbonée.

En comparant avec l'étude de **Bouhdad et Imrahene (2018)** la valeur la plus basse enregistrée de 114 g d'iode/100 g d'huile la belle a été utilisé dans les fritures. **Lardjene et Hafaf (2018)** obtiennent une baisse valeur de cet indice qui est de 102,15g d'iode /100g pour l'huile de marque fleurial.

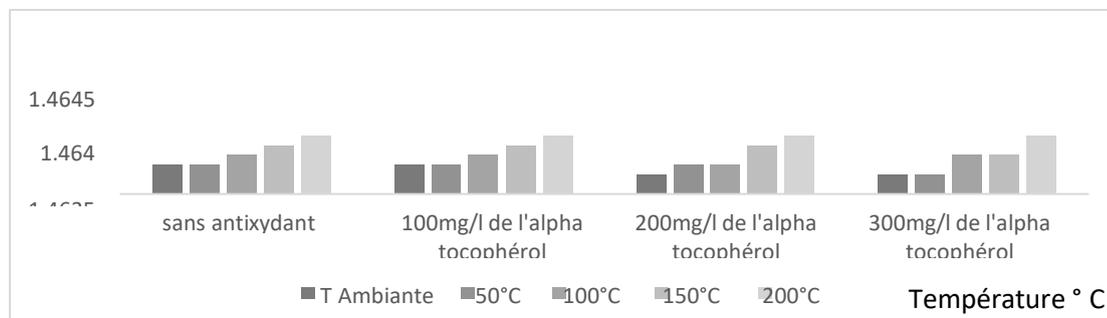
## **1.5. Indice de réfraction**

L'indice de réfraction (IR) nous indique la pureté de l'huile. Cela dépend de la composition chimique de l'huile et de la température. Les différentes valeurs trouvés dans l'analyse d'indice de réfraction durant le chauffage sur une plaque chauffante à différentes températures et à différentes concentrations d'antioxydants.

## Résultats et discussion

### 1.5.1. Enrichissement de l'huile de soja en alpha tocophérol

La figure 11 montre les résultats trouvés dans l'indice de réfraction au cours de chauffage d'huile enrichie en comparant avec l'huile témoin (sans antioxydant).



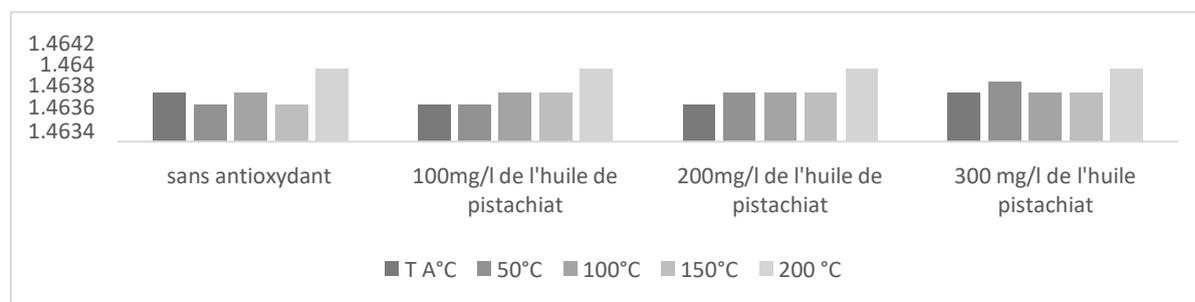
**Figure 11** : Changement de l'indice de réfraction d'huile de soja enrichie en alpha tocophérol en fonction de température.

Dans la figure 11 on remarque l'augmentation des valeurs d'indice de réfraction durant le chauffage mais dans les échantillons d'huile de soja enrichie en alpha tocophérol à 300 et 200 mg/l sont inférieures aux valeurs trouvées dans l'huile témoin. Cela indique que le degré d'insaturation des échantillons enrichis en grande concentration d'antioxydants est inférieur par rapport aux échantillons de faible concentration (100mg/l) et ce d'huile témoin, une augmentation d'indice de réfraction dans tous les échantillons.

Donc une augmentation de l'insaturation des acides gras et la longueur de la chaîne hydrocarbonée. (Cherrat et Mendel, 1997)

### 1.5.2. Enrichissement de l'huile de soja avec l'huile du pistachier lentisque

La figure 12 montre les résultats trouvés dans l'indice de réfraction au cours de



chauffage d'huile enrichie avec l'huile de pistachier en comparant avec l'huile témoin.

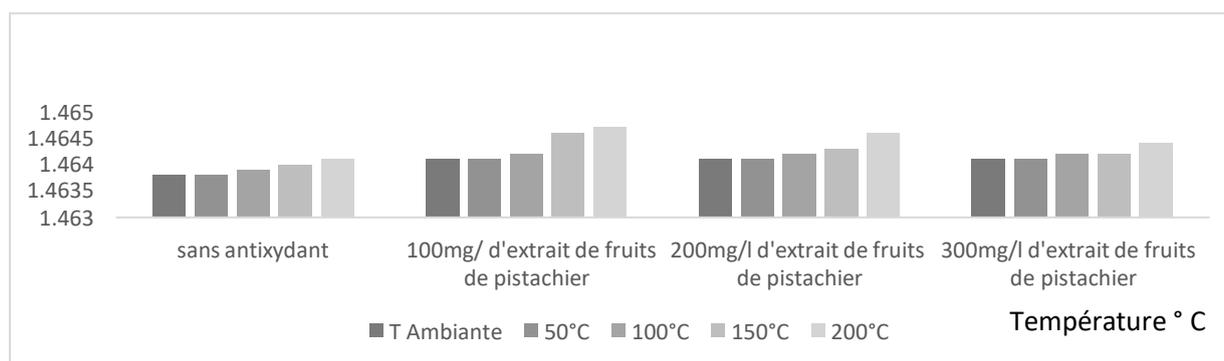
**Figure 12** : Changement de l'indice de réfraction d'huile de soja enrichie avec l'huile du pistachier

## Résultats et discussion

On remarque une augmentation dans les valeurs d'indice de réfraction au cours de chauffage dans tous les échantillons, en comparant avec la norme d'entreprise qui est de 1.4638.

### 1.5.3. Enrichissement de l'huile de soja avec l'extrait pâteux des fruits du pistachier lentisque

La figure 13 montre les résultats trouvés dans l'indice de réfraction au cours du chauffage d'huile enrichie avec l'extrait pâteux de fruits de pistachier lentisque en comparant avec l'huile témoin.



**Figure 13** : Changement de l'indice de réfraction d'huile de soja enrichie avec l'extrait pâteux fruits de pistachier en fonction de température.

La figure 13 nous montre une augmentation de l'indice de réfraction durant le chauffage dans l'enrichissement avec l'extrait pâteux de fruits de pistachier. On remarque que à l'augmentation de la température l'indice de réfraction augmente, donc cet indice est proportionnel au niveau d'insaturation des acides gras et à la température. Les valeurs d'indice de réfraction sont basses dans les échantillons enrichis par rapport aux échantillons sans antioxydants mais sont comprises dans la fourchette de Codex **Alimentarius (1999)**.

L'indice de réfraction détermine l'impureté d'huile. Par conséquent, nous pouvons utiliser à partir d'une simple lecture de réfraction, gagner une confiance des échantillons ont été falsifiés. C'est ce qui fait un réfractomètre pour l'examen de la graisse. D'autre part, c'est de toute évidence, une indexation correcte n'est pas une preuve de pureté, puisque le proxy L'exposant falsifié peut se rapprocher de celui du matériau pur, ou des produits ajoutés peuvent avoir été sélectionnés et dosés pour compenser leurs changements d'indice respectifs Pris seul. En comparant avec l'étude de **Aissi, (2009)** les valeurs d'indice de réfraction d'huile végétale de coton sont de (1,470-1,473) et selon **Ali et EL-Waseif, 2009** a enregistré une valeur de 1,4703+- 0.0004 dans l'huile d'olive.

## *Résultats et discussion*

---

**Ghiduruş et Varga (2017)** ont suivi les changements infrarouges lors de la friture dans de l'huile de tournesol enrichie en extrait de romarin. Les résultats ont montré que l'IR variait selon les trois étapes de l'auto oxydation. La valeur maximale est atteinte pendant la phase de propagation. Les antioxydants fournis par le romarin, tels que les flavonoïdes et les dérivés de polyphénols, empêchent l'oxydation de l'huile pendant la friture, réduisant ainsi l'indice de réfraction de l'huile concentrée.

### **1.6. Test de Kreis (test de rancidité)**

La principale cause de rancissement semble être l'oxydation des acides gras désaturés, et ils deviennent plus oxydable à mesure qu'ils deviennent plus désaturés. Par conséquent, les éléments acides gras essentiels sont détruits (**Holman et Greenberg, 1954**)

Le rancissement est une série de réactions chimiques impliquant des graisses qui entraînent la formation de Composés désagréables, selon le type de réactions mises en jeu, il existe deux types de rancissement : le rancissement hydrolytique et oxydation. Rancissement oxydatif Le rancissement oxydatif peut être considéré comme le résultat d'une réaction entre l'oxygène atmosphérique et la matière grasse, en particulier les acides gras qui les composent.

Le test de rancidité nous montre le même résultat dans les trois enrichissements. La couleur rose de l'échantillon indique que le chauffage à 150° sur une plaque chauffante les peroxydes sont transformé en aldéhydes et en cétone. Ce type d'oxydation se déroule en deux étapes distinctes et se caractérise par la formation de constituants chimiques différent. Le premier produit d'oxydation est les peroxydes d'acides gras, appelés produits d'oxydation composant principal des lipides. Ces composés sont relativement stables et inodores, mais sont facilement décomposer et produire de nombreuses petites molécules telles que les aldéhydes et les cétones, appelés produits secondaires d'oxydation, qui sont les véritables responsables de l'odeur rance (**Simone, 2001**).

#### **1.6.1. Test de piégeage des radicaux de DPPH**

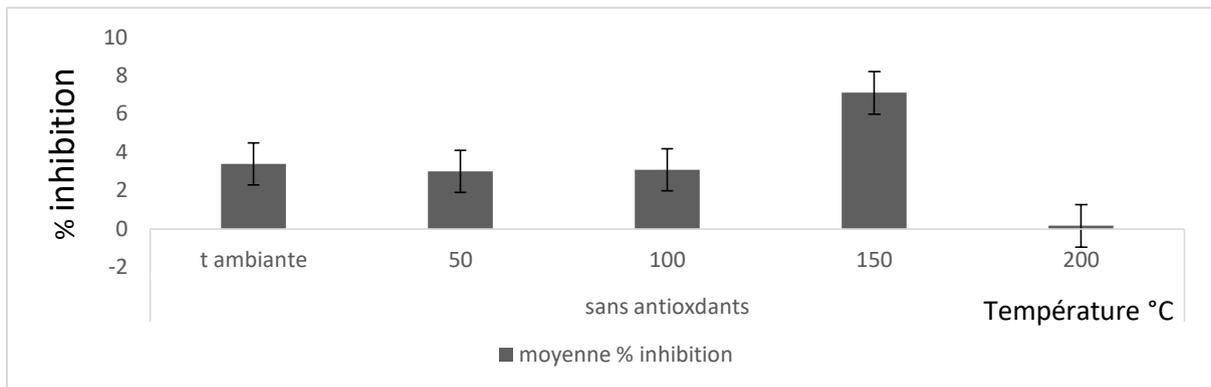
Il existe plusieurs méthodes pour évaluer l'activité antioxydante des extraits végétaux dans les huiles concentrées. Dans notre étude, plusieurs auteurs se sont penchés sur l'utilisation du test DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazine), qui est basé sur la mesure de la capacité des composés à transférer des atomes d'hydrogène labiles vers les radicaux libres. Cette méthode habituellement standardisée par rapport au Trolox.

## Résultats et discussion

Les résultats sont exprimés en concentration effective à 50 % (CE50) qui traduit la concentration d'antioxydant nécessaire pour l'obtention de 0,5 d'absorbance.

### 1.6.2. L'huile sans enrichissement (l'huile témoin)

Les résultats trouvés dans le test d'antioxydant d'huile témoin (sans antioxydant) représentent dans la figure 14.

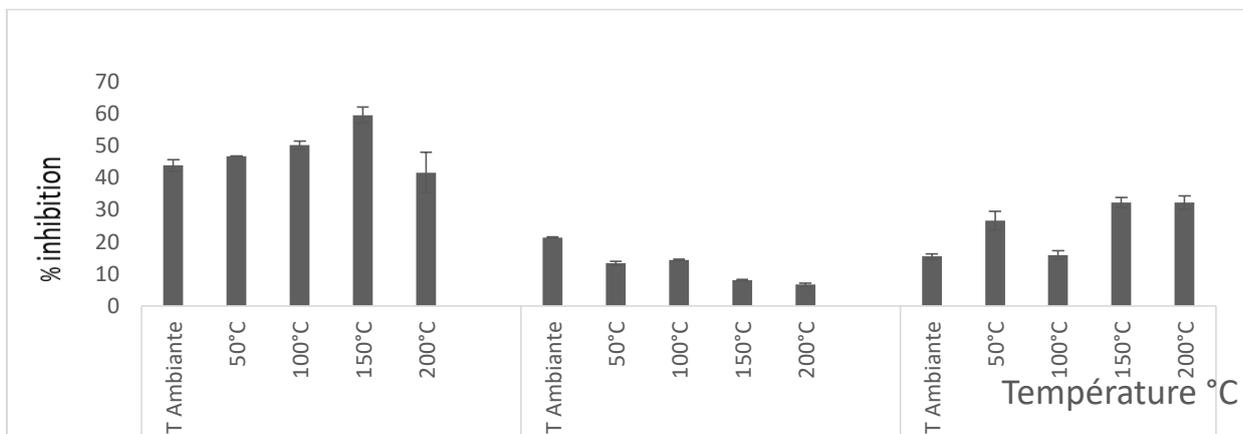


**Figure 14** : pourcentage d'inhibition de DPPH d'huile témoin (sans antioxydant).

Les résultats de test d'activité radicalaire sont représentés dans la figure 14 indique que l'huile témoin (sans antioxydant) ne possède pas une activité antioxydante de 12 à 2 % au cours de chauffage en raison de la qualité d'huile qui a été raffinée et après un chauffage à différentes températures sur une plaque chauffante, donc les composés secondaires d'huile (les antioxydants) sont éliminés après chauffage.

### 1.6.3. Enrichissement de l'huile de soja avec l'alpha tocophérol

Les résultats trouvés dans le test d'antioxydant d'huile de soja enrichie avec l'alpha tocophérol représentent dans la figure 15.



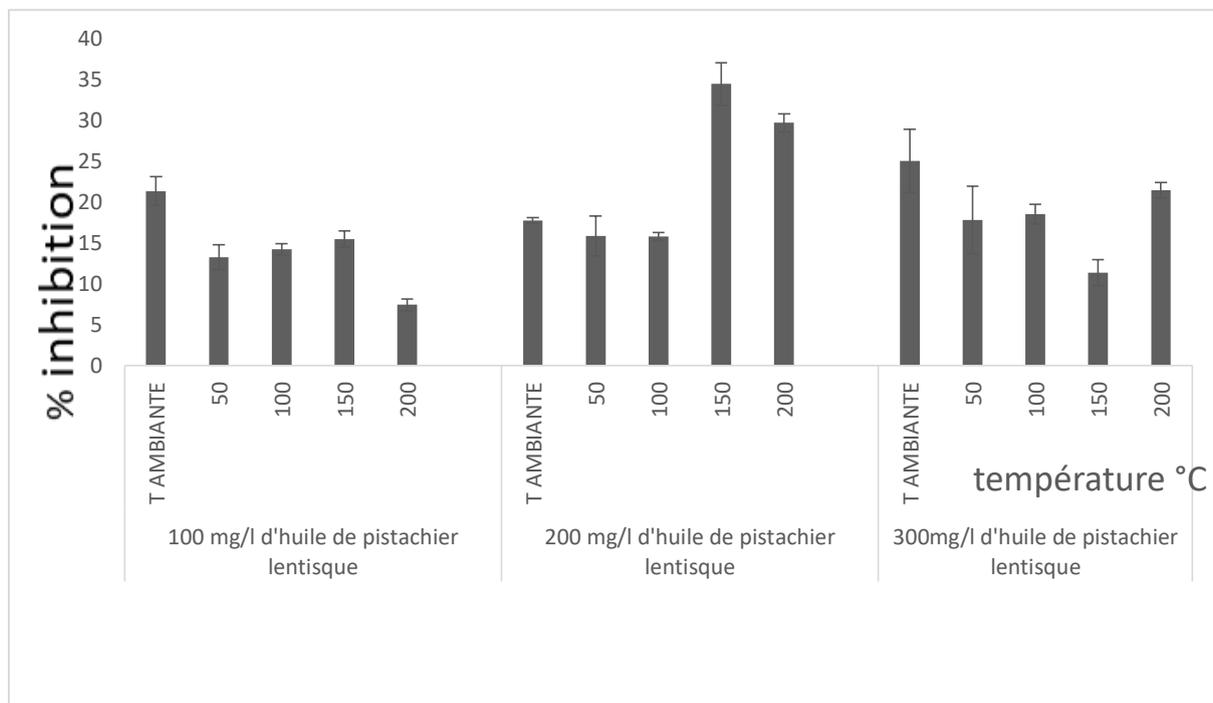
**Figure 15 :** Pourcentage d'inhibition de DPPH d'huile enrichie en alpha tocophérol

## Résultats et discussion

Les résultats trouvés dans la figure 15 indique que l'huile enrichie en alpha tocophérol avec une concentration de 100 mg/l a enregistré un faible pourcentage d'activité anti-radicalaire à cause de l'effet de l'antioxydant dans les températures ambiantes puis elle se diminue à cause de chauffage 20 à 10%, et on observe un pourcentage important d'activité anti-radicalaire 50 à 65% à cause de la concentration élevée de l'antioxydant dans l'huile enrichie avec 200 mg/l de l'alpha tocophérol. Après une diminution 20 à 10% de pourcentage d'inhibition anti-radicalaire en raison de l'excès en alpha tocophérol.

### 1.6.4. Enrichissement de l'huile de soja avec l'huile du pistachier lentisque

Les résultats trouvés dans le test d'antioxydant d'huile de soja enrichie avec l'huile de pistachier lentisque représentent dans la figure 16.

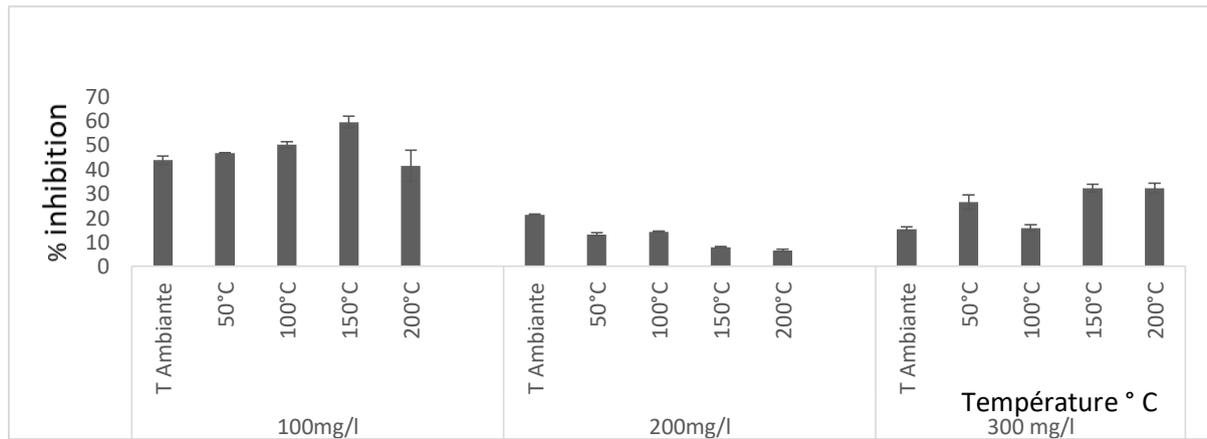


**Figure 16 :** Pourcentage d'inhibition du DPPH d'huile enrichie avec l'huile de pistachier

La figure 16 nous montrons que l'enrichissement avec l'huile de pistachier à un faible pourcentage d'activité anti-radicalaire varie de 25 à 5% au cours de chauffage avec différentes concentrations.

### 1.6.5. Enrichissement de l'huile de soja avec l'extrait pâteux de pistachier

Les résultats trouvés dans le test d'antioxydant d'huile de soja enrichie avec l'extrait pâteux de fruits de pistachier lentisque représentent dans la figure 17.



**Figure 17 :** Pourcentage d'inhibition du DPPH d'huile enrichie de soja avec l'extrait pâteux de fruits de pistachier

Dans la figure 17 on remarque un pourcentage important d'activité anti-radicalaire dans la concentration 100 mg/l d'extrait pâteux de fruits de pistachier mais supérieur à celui trouvé dans les autres concentrations varie de 50 à 15% au cours de chauffage. Cette activité pourrait être expliquée par la richesse naturelle des fruits de pistachier lentisque en polyphénols et des antioxydants.

On comparant entre les trois enrichissements on remarque que l'alpha tocophérol à une concentration de 200 mg/l à un pouvoir antioxydant important de même avec l'extrait pâteux de fruits de pistachier qui dévoilent des capacités anti-radicalaires très importantes par rapport à l'enrichissement avec l'huile de pistachier. D'autre côté en constatant que les huiles enrichies avec les antioxydants présentent une meilleure activité anti-oxydante par rapport à l'huile témoin (sans antioxydants).

Les résultats peuvent également être comparés à ceux de (Lavelli, 2002) qui ont testé 11 huiles italiennes différentes et dont l'activité antioxydante DPPH a enregistré des résultats allant de (32,0 0,5 g/ml) à (156 1 g/ml), qui sont plutôt supérieurs à ceux obtenus dans notre

présent travail.

Par conséquent, l'activité anti-radicalaire de l'extrait de fruits de pistachier lentisque est relativement dépendante de la teneur en composés phénoliques, ce qui explique pourquoi la capacité antioxydante des lentilles est très probablement due aux composés phénoliques présents dans les lentilles pistache, lesquels composés dits antioxydants ont la capacité pour piéger les espèces de radicaux libres et les espèces réactives de l'oxygène (**Turkmen et al., 2007**).

D'après l'analyse statistique des résultats du test de DPPH on trouve que l'enrichissement d'huile de soja avec différentes concentrations d'alpha tocophérol et l'extrait de fruits de pistachier a marqué une activité antioxydante mieux que celle enrichie avec l'huile de pistachier. Ces résultats pourraient s'expliquer par la richesse des fruits de pistachier lentisque en composés phénoliques et des vitamines et l'activité anti-oxydante importante de l'alpha tocophérol.

### **2. Chauffage au micro-onde**

Le chauffage d l'huile de soja dans un four à micro-ondes implique un mécanisme d'interaction basé sur les propriétés diélectriques de l'huile et les ondes électromagnétiques émises par le micro-ondes. L'effet principal est le chauffage par agitation moléculaire induite par les micro-ondes.

Lorsque les micro-ondes pénètrent dans l'huile de soja, elles provoquent des changements rapides du champ électrique au niveau moléculaire. Ces changements induisent des rotations et des mouvements de polarisation des molécules dans l'huile, ce qui entraîne un réchauffement de l'huile. Cependant, il est important de noter que le chauffage d'huile de soja dans un micro-onde a presque le même effet et des résultats très proches d'indice de peroxyde et d'acidité au chauffage avec la plaque chauffante.

# *Conclusion*

L'objectif de notre travail est d'étudier la résistance à l'oxydation d'une huile végétale 100%soja de marque « La Belle enrichie en alpha tocophérol, en huile de pistachier lentisque et en extrait pâteux de pistachier.

L'effet thermo-oxydatif de l'huile de soja peut entraîner une détérioration de sa qualité en augmentant à la fois l'indice de peroxyde et l'indice d'acidité. Cependant, l'utilisation d'antioxydants tels que l'alpha-tocophérol, les fruits de pistachier et l'huile de pistachier peut contribuer à atténuer cet effet indésirable.

Dans ce travail on a démontré que l'ajout d'alpha-tocophérol, un antioxydant naturellement présent dans certains aliments, peut inhiber la formation de peroxydes et retarder l'oxydation de l'huile de soja, en particulier lorsqu'il est utilisé à des concentrations appropriées.

L'ajout d'antioxydants tels que l'alpha-tocophérol (vitamine E), l'huile de pistachier et les fruits de pistachier a été étudié pour évaluer leur effet sur les paramètres de qualité de l'huile de soja. Les résultats ont montré que l'ajout de ces antioxydants à différentes concentrations a eu un effet bénéfique sur la stabilité de l'huile. Les antioxydants ont pu inhiber les réactions d'oxydation et réduire les niveaux d'oxydation, ce qui s'est traduit par des valeurs plus faibles d'indice de peroxyde et d'indice d'acidité.

De même, les fruits de pistachier et l'huile de pistachier, riches en composés antioxydants, peuvent offrir une protection contre l'oxydation de l'huile de soja. Ces composés agissent en piégeant les radicaux libres et en interagissant avec les espèces réactives de l'oxygène, empêchant ainsi la formation de peroxydes et la dégradation d'huile.

Il convient également dans cette étude de mentionner que les concentrations et les températures jouent un rôle crucial dans l'efficacité des antioxydants. Des concentrations plus élevées d'antioxydants peuvent offrir une meilleure protection contre l'oxydation, mais il est important de trouver un équilibre afin de ne pas altérer les caractéristiques sensorielles d'huile.

De plus, des températures élevées peuvent accélérer le processus d'oxydation, ce qui nécessite une attention particulière lors de la manipulation et du stockage de l'huile de soja pour prévenir les altérations indésirables.

## *Références bibliographiques*

## *Références bibliographiques*

---

- Abdeldjelil M. C.** Effets cicatrisants de produits à base d'huile de lentisque (*Pistacia lentiscus* L.) sur les brûlures expérimentales chez le rat thèse de doctorat en sciences vétérinaires Option. Université des Frères Mentouri Constantine 1p. (2016) ;142 : 2 -10.
- Abdelwahed, A., Bouhlel, I., Skandrani, I., Valenti, K., Kadri, M., Guiraud, P., Steiman R, Mariotte A.M, Ghedira K, Laporte F, Dijoux-Franca, M.G Chekir-Ghedira, L.** . Study of antimutagenic and antioxidant activities of Gallic acid and 1,2,3,4,6-pentagalloylglucose from *Pistacia lentiscus*. *Chemico-Biological Interactions*. (2007) 165:113.
- Abidi S.L., Thiam S., Warner I.M** Elution behavior of unsaponifiable lipids with various capillary electrochromatographic stationary phases. *J. Chromatogr. A*, (2002). 949, 195-207.
- Alais C., Linden G. et Miclo L.** *Biochimie alimentaire. 5eme Edition de L'abrégé.* Edition : Dunod, paris. (2003). : 56-60.
- Al-Samarrai, A. H., & Majeed, H. A.** Chemical composition and antimicrobial activity of *Pistacia lentiscus* L. essential oil in liquid and vapor phase against foodborne pathogens. *Journal of Food Safety*, (2014) : 34(4), 317-324.
- Bakhouch A et Belkebla N.** Etude comparative de deux procédés de raffinage chimique et enzymatique d'huile de soja au niveau de la raffinerie d'huile "CEVITAL" spa, mémoire de master. (2013) : p18.
- Brown, L.** The Food Security challenge in an Age of falling water tables and rising Temperatures. (2005).
- Burton, G. W., & Ingold K. U.** « Autoxidation of biological molecules. 1. Antioxidant activity of vitamin E and related chain-breaking phenolic antioxidants in vitro ». *Journal of the American Chemical Society* 103 (21): 6472-77. *Caspian Journal of Environmental Sciences*, 1981 : 17(3), 189–198.
- Cheeseman K.H., Slater T.F** An introduction to free radical biochemistry. *Br. Med.*

# *Références bibliographiques*

---

Bull., 1993, **49**, 481-493.

**Choe E., Min D.B.** Mechanisms of Antioxidants in the Oxidation of Foods, Compr.Rev. Food Sc, Food Saf, 2009 : 8: 345 358.

**Claude, L.** Les lipides – nutrition et santé : Ed Lavoisier. (2013) : 3.

**CODEX ALIMENTARIUS. 2009.** Normes alimentaires Internationales pour les huiles Végétales portant un nom spécifique CODEX STAN 210-1999. Adoptée en 1999. Amendement : 2005, 2011, 2013, 2015. Révision : 2001, 2003, 2009.

**Cossut J., Defrenne B., Desmedt C., Ferroul S., Garnet S., Humberi S., Roelstraete L., Vanuxeem M. et Vidal D.** Projet réalisé dans le cadre du DESS qualimapa (gestion de la qualité nutritionnelle et marketing des produits alimentaire). Institut Agro-alimentaire de LILLI. (2002).

**Cossut J., Defrenne B., Desmedt C., Ferroul S., Garnet S., Roelstraete L., Vanuxeem M., Vidal D.,** Les corps gras : Entre tradition et modernité. Dess Qualimapa (Gestion de la Qualité Nutritionnelle et Marketing des Produits Alimentaires), Institut Agro-alimentaire de Lille Université des Sciences et Technologies de Lille, Institut d'Administration des Entreprises de Lille(2002) : 21-64.

Critical Reviews in Food Science and Nutrition 48 (1): 78-93.

**Cuvelier M. E., & Maillard M. N.** Stabilité des huiles alimentaires au cours de leur stockage. OCL - Oléagineux Corps Gras Lipides, (2012) : 19(2), 125–132.

**Cuvelier ME, Maillard MN.** Stabilité des huiles alimentaires au cours de leur stockage. (2012) :19(2) :125-132.

**Dagmey A.** Enrichissement d'huiles alimentaires riches en acides gras polyinsaturés, par des composés phénoliques d'origine naturelle, afin de les protéger de la peroxydation lipidique, en vue d'une encapsulation pour augmenter la durée de conservation de ces huiles. Thèse de doctorat en Biotechnologie Université de Technologie de Compiègne. (2020) :2

**Dedoussis, G. V. Z., Kaliora, A. C., Psarras, S., & Chiou, A.** Phytochemical

## *Références bibliographiques*

---

- composition of the essential oils from three Greek Pistacia species (*P. lentiscus*, *P. lentiscus* var. *chia*, and *P. terebinthus* var. *palaestina*). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, (2004) : 52(7), 2070-2074.
- Evrard J, Pagèse-Xatart-Pares X, Argenson C, Morin O.** Procédés d'obtention et compositions nutritionnelles des huiles de tournesol, olive et colza. *Cah. Nutr. Diét* 2007 :42 :13-23.
- Eymard S.** Mise en évidence et suivie de l'oxydation des lipides au cours de la Conservation et de la transformation de chinchard (*Trachurus trachurus*) : choix des procédés. Thèse de doctorat. de Nantes, France.2003.
- Fernholz E.J .** Constitution of  $\alpha$ -tocopherol. *J. Am. Chem. Soc.*, 1938, **60**, 700-710.
- Firestone,D** « Détermination of the iodine value of oils and fats : summary of collaborative study » , *J. AOAC Int.* 1977 : 77,674-676.
- François Mendy .**Un regard passionné sur les lipides et les matières grasses EDP Sciences. 2016
- Gramza-Michalowska A., Sidor M., Hes J.** *Food Biochem.* 2011 : 35: 1723–1736.
- HOLMAN (R. T.), LUNN (W. O.) and MANN (T.).** Progress in the Chemistry of Fats and other Lipids, vol. II, Pergamon Press, Oxford, London, 1954.
- Judde A.** Prévention de l'oxydation des acides gras dans un produit cosmétique : mécanismes, conséquences, moyens de mesure, quels antioxydants pour quelles applications. *Oléagineux, Corps Gras, Lipides* 2004 (**11**) 6, 414-418.
- Julien Gornay.,** Transformation par voie thermique de triglycérides et d'acides gras. Application à la valorisation chimique des déchets lipidiques. Thèse doctorat. Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy, France.2006.
- Kiokias, S., Varzakas T., Oreopoulou V.** « In Vitro Activity of Vitamins, Flavonoids, and Natural Phenolic Antioxidants Against the Oxidative Deterioration of Oil-Based Systems ». 2008.
- Labouret P.** Les huiles alimentaires. vegetal oil : the different advantages of different

## *Références bibliographiques*

---

oils in Heath,2005 : pp : 1-6.

**Lavelli, V.** Comparison of the antioxidant activities of extra virgin olive oils. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2002 : 50(26), 7704-7708.

**Le Floch E., Acker P., Ramel P., Lanteaume M-T., Le Clerc A.-M.** Les effets d'un chauffage de type culinaires sur les principaux corps gras alimentaires. Ses incidences physiologiques et nutritionnelles. In Ann. Alim.1968 : 22, p.249-265.

**Lolita Bodjolle-D'almeida.** Intérêt des plantes issues de la biodiversité brésilienne et africaine dans les soins capillaires Université d'Aix-Marseille –Faculté de Pharmacie 2018 :p 15.

**Longo, L., Scardino, A., Vasapollo, G.** Identification and quantification of anthocyanins in the berries of Pistacia lentiscus L., Phillyrea latifolia L. and Rubia peregrina L.. Innovative Food Science and Emerging Technologies. 2007 : 8: 360-364.

**Malewiak M I, Leynaud. Rouaud C ,Berthier A M, et Yvonne S., (1992)**

**Maria del Pilar G M.** Enrichissement d'huiles végétales par des antioxydants de type phénolique en vue d'applications alimentaires. thèse de doctorat en Génie des procédés.

Université de bordeaux. 2020 : p :23 ,41.

**Mohtadji-Lamballais C.** Les aliments. Ed. Maloine. (1989) : p: 94-102.

**MOHTADJI-LAMBALLAIS C.** Les aliments. Ed. Maloine. (1989) : pp: 94-102.

**NA\_273/1990** : norme d'entreprise de la détermination d'indice d'acidité.

**NA-289/1990** : norme d'entreprise pour la détermination d'indice de peroxyde.

**Naudet, M.,** Manuel des corps gras, Tome 1. Ed technique et documentation, Lavoisier, Paris, (1992).

**Normes Françaises,** Huiles essentielles. Détermination de l'indice d'acide. NF ISO 1999 : 1242(T 75-103),1-8.

**Odile Morin., Xavier Pagès-Xatart-Parès** Huiles et corps gras végétaux : ressources fonctionnelles et intérêt nutritionnel, ITERG , France. (2012).

**Perrin J.L.** Evolution des corps gras au c Université ours de leurs utilisations alimentaires. In : Karlskind A. « manuel des corps gras ». ED : Tec & Doc, Lavoisier. Paris.1992.

## *Références bibliographiques*

---

**Platon J. F.** Raffinage de l'huile de soja. American Soybean Association, 1988 : 19: 3-30

**PokornY J.** . Problème de stabilité des produits alimentaires liés à la présence des Lipides. In : Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec & Doc, Lavoisier paris. 2003 : Pp :51-74.

**Pottier Alapetite, G.,** Flore dela Tunisie. Angiospermes-dicotyledones:

Apétales Dialypétales. Ouvrage publié par le Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique et le Ministère de l' Agriculture - Tunisie, 1979 : 651p.

**Prior E.** In lipides et corps gras alimentaires, Graille et al., Ed Tec & Doc. Lavoisier, 2003.

**Rauf, A., Patelb, S., Uddin, G., Siddiqui, Bina.S., Ahmad, B., Muhammad, N., Mabkhotg,**

**Y., Ben Haddah, T.** Phytochemical, ethnomedicinal uses and pharmacological profile of genus Pistacia. Biomedicine & Pharmacotherapy. 2017 : 86: 393-404.

**RohaniBinti, M. Z** : process design in degumming and bleaching of palm oil. Centre of lipids engineering and applied research, 2006 : 9-45 p.

**Romani, A., Pinelli, P., Galardi, C., Mulinacci, N., Tattini M.** Identification and quantification of galloyl derivatives, flavonoid glycosides and anthocyanins in leaves of

*Pistacia Lentiscus* L. Phytochemical Analysis. 2002 : 13: 79-86.

**Saiah H.** Caractérisation phytochimique et détermination des effets pharmacologiques des extraits de deux plantes médicinales : *Pistacia lentiscus* et *Zizyphus lotus*. Thèse de doctorat en sciences. Université d'Oran 1. 2017 : p :4,53

**Salhi A., Bellaouchi R., Barkany S., El, Rokni Y., Bouyanzer A., Asehraou A., Amhamdi H., Zarrouk A., & Hammouti B.** Total phenolic content, antioxydant and antimicrobial activities of extracts from *Pistacia lentiscus* leaves. 2019.

**Seppanen, C. M., Song Q., & Saari Csallany A.** « The Antioxidant Functions of Tocopherol and Tocotrienol Homologues in Oils, Fats, and Food Systems ». Journal of

## *Références bibliographiques*

---

the American Oil Chemists' Society 2010 : 87 (5): 469-81.

**Sifaoui, I., López-Arencibia, A., Martín-Navarro, C. M., Ticona, J. C., Reyes-Batlle, M., Mejri, M., & Piñero, J. E.** The effects of the essential oils from *Pistacia lentiscus* L. upon viability, ultrastructure and oxidative stress of the causative agents of cutaneous leishmaniasis and human vaginal candidiasis. *Journal of ethnopharmacology*, 2014 :153(3), 587-595.

**Simone Bellassai** Chimiste - OEnologue et expert en analyse des aliments et des boissons au CDR - **Lisa Mearelli** Chercheuse au laboratoire de chimie du CDR « Francesco Bonicolini »

**Snyder. H. E et Kwon. T. W.** Soybean Utilization. Van Nostrand Reinhold company INC, NEW-YORK.1987.

**Stocker, P., Yousfi, M., Djerridane, O., Perrier, J., Amziani, R., El Boustani, S., Moulin, A.** Effect of flavonoids from various Mediterranean plants on enzymatic activity of intestinal carboxylesterase. *Biochimie*. 2004 : 86: 919-925

**Vaya, J., Mahmood, S.** Flavonoid content in leaf extracts of the fig (*Ficus carica* L.), carob (*Ceratonia siliqua* L.) and pistachio (*Pistacia Lentiscus* L.). *Biofactors*,2006 : 28: 169-175.

**W.W.Narwar**, «Lipides »,O.R.fennema(dir.),Food Chemistry, 3eme édition. New York,Marcel Dekker, 1996 : p.225-319.