

**Republique algerienne democratique et populaire**  
**Ministere de l'enseignement superieur et de la recherche scientifique**

**Universite Abderrahmane Mira-Bejaia**  
**Faculte des Sciences de la Nature et de la Vie**  
**Département des Sciences Alimentaires**

## **Mémoire de Fin de Cycle**

**En vue de l'Obtention du Diplôme de Master II en Biotechnologie,**  
**Agro-Ressources Aliments et Nutrition**  
**Option : Corps Gras**

### **Thème**

**Contribution à l'étude de l'incorporation d'un extrait**  
**d'huile de noyau de dattes dans une huile de table de friture**

**Préparé par :**

M<sup>elle</sup> MEZIANI KAHINA

M<sup>elle</sup> ZIDAT RAHIMA

**Devant le jury :**

Présidente : Pr. MADANI KH.

Promotrice : M<sup>me</sup> HAMITRI F.

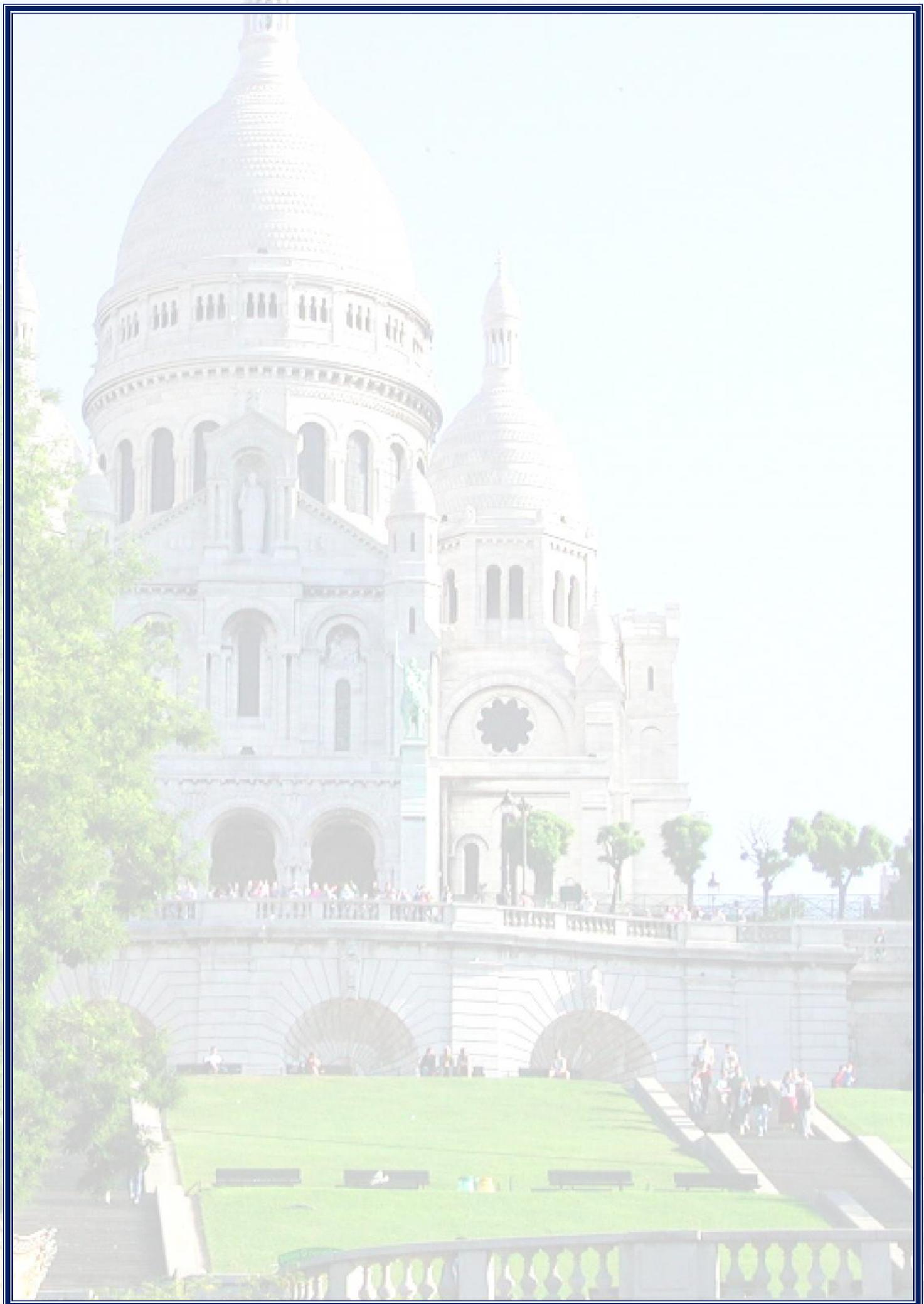
Examinatrice: M<sup>me</sup> GUEMGHAR H.

Examinatrice: Dr. ACHAT S.

Invite: Mr. HADJAL S.

Invite: Mr. ALIANE KH.

**Année universitaire 2013-2014**



# Remerciements

Ce travail a été réalisé au laboratoire de recherche & développement de Cévital et au Laboratoire de sciences Alimentaires de l'université de Bejaia.

On tien a remercier en premier lieu Dieu le tout puissant de nous avoir donné courage et Santé pour achever ce travail

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

Nous tenant à remercier notre promotrice Mme GUERFI .F. d'avoir accepté de diriger ce Travail et pour ces conseils qu'elle trouve ici l'expression de nos profonde gratitude.

Nous tenant de remercier Présidente : Mme ACHAT, Mme GUEMGHAR et Mme BERKATI d'avoir d'examiné ce travail.

# Dédicaces

Je dédie se modeste travail

À ceux qui m'ont tous donné sans rien en retour à ceux qui m'ont

Encouragé et soutenu dans mes moments les plus durs et ceux à qui dois tant

A mes chers parents pour leurs sacrifices

A mes très chères sœurs Ouarda, et Lynda (Dida).

A mes très chers frères Rahim, Nadjim, et Zakaria

A mon cousin Djahnine Mostapha pour son aide

A mes amis : très chère copine Zahra,

Salima, sihem et sont marie et leur petit enfant

A ma très chère Binôme kahina et à toute sa famille

A tous ceux qui me connaissent et que je n'ai pas pu citer

A toute ma promotion cors gras 2013/2014

# RAHIMA

# Dédicaces

Je dédie se modeste travail

À ceux qui m'ont tous donné sans rien en retour à ceux qui m'ont

Encouragé et soutenu dans mes moments les plus durs et ceux à qui dois tant

A mes chers parents pour leurs sacrifices

A mes très chères sœurs Naima, et Zakia et ces petite enfants.

A mes très chers frères zahir, Karim, fahim et louinase

A mon futur marie Djilali et sa famille

A mes amis Sabrina, ouinissa, samira, sihem, Roza,

A mon très cher binôme Rahima et à toute sa famille

A tous ceux qui me connaissent et que je n'ai pas pu citer

A toute ma promotion cors gras 201 3/2014

# KAHINA

## Liste de Tableaux

<b>Tableaux</b>	<b>Titre</b>	<b>Page</b>
<b>I</b>	Composition chimique de noyau de datte	<b>3</b>
<b>II</b>	Valeurs moyennes de quelques indices physiques de l'HND selon certains auteurs	<b>5</b>
<b>III</b>	Composition chimique de l'huile de soja en acide gras	<b>9</b>
<b>IV</b>	Rapport frite/volume d'huile pendant le procédé de friture	<b>20</b>
<b>V</b>	Caractéristiques morphologiques de la datte étudiée	<b>22</b>
<b>VI</b>	Caractéristiques physico-chimiques d'huile de noyau de datte	<b>24</b>
<b>VII</b>	Composition en acides gras de l'huile du noyau de datte	<b>27</b>
<b>VIII</b>	L'analyse physico-chimique de l'huile de soja	<b>31</b>
<b>IX</b>	Temps d'induction de l'huile et l'huile enrichie	<b>32</b>
<b>X</b>	Résultat d'observations faites au cours des tests de fritures	<b>33</b>
<b>XI</b>	Les indices de qualité de l'huile de soja sans et avec l'huile de noyau de dattes.	<b>34</b>

## Liste des Figures

<b>Figures</b>	<b>Titre</b>	<b>Page</b>
<b>1</b>	Photographie :A) Datte entière, B) Noyaux de datte, C) Poudre de Noyaux de datte	<b>13</b>
<b>2</b>	Extraction des composés phénolique de l'huile du noyau de datte	<b>17</b>
<b>3</b>	les pourcentages de la pulpe et du noyau de la datte entière	<b>23</b>
<b>4</b>	Photographie de l'huile extraite de noyau des dattes	<b>24</b>
<b>5</b>	Le taux d'acidité pour les huiles de soja avec et sans huile de noyau de datte	<b>35</b>
<b>6</b>	l'indice de peroxyde pour l'huile de soja avec et sont l'huile de noyau de datte	<b>36</b>
<b>7</b>	le taux des composés polaires pour l'huile de soja avec et sans huile de noyau de datte	<b>37</b>

## Liste des annexes

<b>Annexes</b>	<b>Titre</b>
<b>I</b>	Les Mode opératoire de la caractéristique du l'huile noyau de datte
<b>II</b>	Les courbes d'étalonnage et la fiche technique de l'huile de soja
<b>III</b>	Les Résultats (Teste de Rancimat est les chromatogrammes)
<b>IV</b>	Appareil utilise

# Sommaire

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des annexes

**Introduction générale ..... 1**

## *Partie théorique*

### **Chapitre I: Noyau de datte et L'huile du noyau de datte**

I. Introduction.....3

II. Caractéristiques des noyaux de dattes.....3

    II.1. Caractéristiques physiques du noyau de datte .....3

    II.2. Composition chimique du noyau de datte .....3

III. Différentes utilisation de noyau des dattes.....4

IV. Caractéristiques de l'huile du noyau des dattes .....5

    IV.1. Caractéristiques physiques de l'huile du noyau de datte .....5

    IV.2. Composition chimique de l'huile du noyau des dattes .....6

V . Les modifications des huiles au cours de l'utilisation .....8

### **Chapitre II : Les huiles végétales et les fritures**

I. Introduction.....9

II. Définition de l'huile végétale .....9

III. Composition chimique de l'huile de soja.....10

IV. L'influence du traitement de raffinage sur la qualité de l'huile .....10

V. La friture .....	11
V.1.Les étapes de friture.....	11
V.2.Altération de l'huile au cours de la friture.....	12

*Partie Pratique*

**Chapitre III : Matériel et méthodes**

I. Matériel végétal.....	13
II. Méthodes d'analyses .....	14
II .1. Extraction de l'huile.....	14
II.2.Caractérisation physico- chimique de l'huile.....	15
II .2.1. Etude physico- chimique de l'huile de datte.....	15
II .2.1.1. La couleur.....	15
II .2.1.2. Indice de réfraction.....	15
II .2.1.3. Absorbance dans l'ultraviolet.....	15
II .2.1.4. L'acidité.....	16
II.2.1.5. L'indice de peroxyde.....	16
II .2.1.6. L'indice d'iode.....	16
II .2 .1.7. Indice de saponification.....	16
II .2.1.8. Composition en acide gras.....	17
II.2.1.9. Dosage des antioxydants .....	18
II.2.1.10. Evaluation de la stabilité oxydative .....	20
II.3. Procédure de friture.....	20
II.1. Mesure des composés polaires.....	21
III. L'analyse statistique.....	21

## Chapitre IV : Résultats et discussion

I. Les caractéristiques morphologiques de la datte .....	22
II. Le rendement d'extraction .....	23
III. Caractéristiques physico-chimiques de l'huile.....	24
III.1. L'huile du noyau des dattes.....	24
III.1.1. Couleur.....	24
III.1.2. Indice de réfraction .....	25
III.1.3. Absorbance spécifique.....	25
III.1.4. Indice de peroxyde.....	26
III.1.5. Acidité.....	26
III.1.6. Indice d'iode.....	26
III.1.7. Indice de saponification.....	27
III.1.8. Composition en acides gras.....	27
III.1.9. Polyphénols de l'huile du noyau de datte.....	29
III.2. L'huile de soja.....	30
IV. L'incorporation de l'huile de noyau de dattes dans l'huile de soja .....	31
IV.1. Suivi de l'évolution de la qualité de l'huile de soja au cours de friture.....	34
Conclusion.....	39
Références bibliographiques	
Annexes	

# **Introduction**

### Introduction

Palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*) est une plante vitale pour les régions désertiques où il constitue une base de survie à leurs populations, ainsi, Le palmier dattier revêt une importance capitale dans la stabilité socio-économique du Sahara Algérien qui représente les (4/5) du territoire national (**Dubost, 1991**). Actuellement, de par le monde, plus de 2000, variétés ou cultivars existent, mais seul un nombre limité est valorisé pour la qualité de leurs fruits (**Al-Hooti et al., 2002**)

En 2012, la production mondiale de palmier dattier, a atteint 7,03 millions de tonnes (**FAO, 2012**). D'un point de vue quantitatif, la production Algérienne représente 11,24% de la production mondiale, d'environ 10 millions de palmiers dattiers plus de 940 cultivars, d'un point de vue qualitatif, elle occupe le premier rang grâce à une production dominante de la variété la plus appréciée mondialement « Degla Nour » (**Noui, 2007**).

Les sous-produits du palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*) (Feuilles, tronc, noyaux, pédicelles...etc.) , ont diverses utilisations dans les régions sahariennes. Les noyaux de dattes, en particulier, sont destinés à l'alimentation du bétail quand ils ne sont pas carrément jetés.

De nombreux travaux de recherche sont consacrés à la valorisation du noyau de datte sous différentes formes: charbon actif (**Girgis et al., 2002 ; El Nembr et al., 2007 ; Alhamed et al., 2009**), supplément en alimentation de bétail (**Hussein et Alhadrami, 2003** ), préparation de l'acide citrique et de protéines (**Abou-Zeid et al., 1983**), en médecine traditionnelle pour ses propriétés antimicrobienne et antivirale (**Ali et al., 1999**), (**Hamada et al., 2002**) et (**Sabah et al., 2007**).

Par ailleurs, l'utilisation des corps gras, comme fluide caloporteur, pour la friture des aliments est extrêmement répandue tant sur le plan ménager que sur le plan industriel et le problème de la stabilité des huiles alimentaires constitue un problème majeur en industrie des corps gras. En effet, la peroxydation et le rancissement des huiles affectent la qualité nutritionnelle de ces derniers. La stabilité de la qualité des huiles et des graisses, est le résultat de la résistance à l'oxydation et à l'hydrolyse.

Dans ce contexte, ce qui nous a motivé à réaliser cette étude c'est les résultats des études antérieures (**Lecheb, 2010 ; Djouab, 2007**), réalisées sur des extraits de noyaux de datte *Mech-*

*Degla* ; ces derniers montrent des caractéristiques bénéfiques et les propriétés antioxydante et anti radicalaires intéressantes, ainsi, notre contribution consiste à incorporer cette huile de dattes dans une l'huile de table destinée à la friture.

# Partie théorique

# Chapitre I

## I. Introduction

Les noyaux du palmier dattier sont des déchets de beaucoup d'industries de transformation des dattes. Ils constituent un sous-produit intéressant, en plus de leurs applications en pharmacologie, peuvent être une source potentielle d'huile table, sachant que l'huile de noyau des dattes possède des caractéristiques physico chimiques et organoleptiques intéressantes (Jassim et Naji, 2007 ; Djerbi, 1994).

## II. Caractéristiques physico-chimiques des noyaux de datte

La datte, fruit du palmier dattier, est une baie de forme allongée, oblongue ou arrondie. Elle est composée d'un noyau, ayant une consistance dure, entouré de chair les dimensions de la datte sont très variables, de 2 à 8cm de longueur et d'un poids de 2 à 8 grammes selon les variétés. Sa couleur va de blanc jaunâtre au noir passant par les couleurs ambre, rouges, brunes plus en moins foncées (Djerbi, 1994).

Le noyau présente 7 à 30 % du poids de la datte. Il est composé d'un album en blanc, dur et corné protégé par une enveloppe cellulosique (Espiard, 2002).

Les travaux de recherche menés sur la composition des noyaux de certaines variétés de datte d'Arabie Saoudite ont démontré la présence de protéines, de glucides, de lipides, et de minéraux (K, P, Ca, Na, Fe, Mn, Zn, Cu). (Al Hooti et al., 1998 ; Djouab ,2007).

**Tableau I :** Composition chimique de noyau de datte

Composition chimiques	Teneur	Références
Teneur en eau en %	7à19	Boudechiche et al., 2009
Matière protéique (Shahal) (% MS)	2,29	A-Farsi et al., 2007 (Variété Shahal)
Matière grasse en %	13,2	Amellal, 2008 ; Djouab, 2007
Fibres en %	70	Almana et al., 1994
Polyphénols (% MS)	0.0215- 0.0526	Besbes (2004b) (variété algérienne)
Sucres en %	4,4 à 4,6	Lecheb, 2010
Carbohydrates en %	60-86,89	Besbes ,2004b ; Al-Farsi et al., 2007
Les cendres :( % MS)	0.98-2.9	Rahmanet al, 2007 ;El-shazly et al,2009

### III. Différentes utilisations du noyau de dattes

Le palmier dattier est vénéré par les habitant oasiens car son utilité ne s'arrête pas à la production de datte. Dans le palmier dattier tout est utilisable de racine aux noyaux. Ces derniers montrent une large gamme de propriétés intéressants leurs confèrent une possibilité d'utilisation dans différent domaines.

#### ✓ Fabrication du pain

La richesse des noyaux de dattes en fibres diététiques totale est une caractéristique très recherchée pour la fabrication du pain. Avec un taux de 10%, la poudre de noyau de datte peut remplacer les autres sources de fibres non céréalières comme le son de blé par exemple, surtout dans les pays dont les conditions climatiques ne permettent pas de cultiver ce type de céréale et dont la production de datte est importante (**Almana et al., 1994**).

#### ✓ Extraction de polysaccharides

Les noyaux de dattes ont une fraction polysaccharidique très importante et ce qui peut être exploitée. Un travail consistant à valoriser la fraction polysaccharidique du noyau de datte variété *Degla Baïda* algérienne a donné des résultats encourageants (**Bouanani et al., 2007**).

Les polysaccharides végétaux sont des macromolécules qui forment au contact de l'eau des solutions colloïdales ou des gels, ces propriétés permettent d'obtenir des gélifiants, épaississants à usage industriel intéressant.

#### ✓ Alimentation animale

Du point de vue tonnage, les sous produits du palmier dattier sont disponibles en quantités appréciables, permettant leur intégration dans l'alimentation du bétail local (**Chehema, 2000**). Ainsi, pour augmenter le taux de croissance chez les animaux, la poudre du noyau de datte est additionnée à l'alimentation des (bovins, moutons, chameaux et les volailles), elle contribue à une augmentation des œstrogènes et /ou testostérones dans le plasma (**Jassim et Naji, 2007 ; Al-Farsi, 2008**).

De son côté, (**Osman et al., 1999**) ont signalé les effets semblables des noyaux et des pulpes de dattes dans l'alimentation des poissons et des animaux laitiers.

### ✓ Autres utilisations

Il est possible de fabriquer à partir de noyaux de datte de l'acide citrique et des protéines à l'aide des microorganismes suivants : *Candida lipolytica*, *Aspergillus oryzae* et *Candida utilis* (**Jassim et Naji, 2007**).

Selon (**Rahman et al.,2007**), le noyau de datte torréfié peut être additionné à une boisson traditionnelle décaféinée qui peut substituer le café . Une telle boisson est aussi utilisée depuis longtemps dans le monde arabe, un mélange de poudre du noyau de dattes grillées, de manière semblable, avec la poudre du café comme une boisson chaude, cette dernière permet de réduire le taux de caféine (**Al-Turki, 2008 ; Rahman et al., 2007**) .

## IV. l'huile de noyau de des dattes

### IV.1. Caractéristiques physiques de l'huile de noyau des dattes

L'huile extraite des noyaux de dattes est généralement de couleur jaunâtre verte pâle avec une odeur agréable l'intensité de cette couleur diffère selon les variétés, type de sol et l'origine (**Barreveld, 1993**).

Quelques indices physiques de l'huile du noyau de datte des différentes variétés étudiées par plusieurs auteurs sont reportés dans le tableau I

**Tableau II :** Valeurs moyennes de quelques indices physiques de l'HND selon certains auteurs.

Auteur / Caractérisation Physique	<b>El-Shurafa et al. , 1982</b>  (Dattes libyenne)	<b>Devshony et al. , 1992</b>  (Dattes Israéliennes)	<b>Mehran et Filsoof ,1974</b>  (Dattes Iraniennes)
Indice d'iode (II)	54,8	49,5	52,03
Indice de saponification (IS)	270	221,0	-
Indice d'acide (IA)	1,75	3,76	-
Insaponifiable (%)	-	0,78	-

## IV.2. Composition chimique de l'huile du noyau des dattes

### ✓ Composition en acide gras

Selon les études effectuées par plusieurs auteurs (**Barreveld, 1993**) ; (**Abdel Nabey, 1999**), (**Besbes et al., 2005**) le pourcentage en matières grasses de l'huile du noyau de datte varie de 7 à 13 % ce qui peut justifier sa valorisation ,

(**Besbes et al., 2004a, 2005**) a prouvé que l'huile de noyaux de deux variétés de dattes tunisiennes (*Daglet Nour et Allig*) est mono-insaturée, les acides gras de l'huile du noyau de datte se présentent sous deux formes : saturée et insaturée selon le type de noyaux.

D'autres études sur quatorze (14) variétés de dattes, montrent que 14 types d'acide gras peuvent exister dans l'huile du noyau de datte alors que seulement huit (8) sont relevés dans la pulpe du fruit et à de faibles concentrations, (**Al-Shahib et Marshall 2003 ;Besbes et al., 2004**).

La composition de L' HND est donnée en (annexe I).

### ✓ Composés en antioxydants naturels

Selon (**Besbes et al., 2007**), des auteurs suggèrent exploiter l'huile du noyau de datte comme source assez riche en antioxydants naturels : polyphénols, stérols, tocophérols et caroténoïdes.

Et autre part ces substances ont une activité antioxydants supérieure à celle des antioxydants synthétiques (BHA, BHT). D'autre part, elles présentent un avantage émanant de leur origine naturelle ; de ce fait, leur utilisation rationnelle n'implique pas de risque sur la santé humaine contrairement aux antioxydants synthétiques.

#### ➤ Les poly phénols

L'huile de noyaux de datte est riche en composés phénoliques, la composition en phénols de l'huile de noyaux de datte dépend des conditions de stockage. (**Besbes et al., 2004b**) ; (**Marinova et Yanishlieva, 2003**)

#### ➤ Les stérols

Les stérols contenus dans l'huile du noyau de dattes (3000 à 3500 mg/kg), sont plus élevés que ceux de l'huile d'olive (1500 mg/kg) (**Salvador et al., 2001**) ,selon ces auteurs, dans l'huile d'olive, le  $\beta$ - sitostérol est majoritaire (75 à 87 %) alors que (**Besbes et al., 2004b**) révèlent que dans l'huile du noyau de dattes cette molécule est associée au Campesterol (90 %) , tout en

notant la présence de  $\beta$ -sitostérol dans les huiles végétales (de grains de raisins, l'huile d'arachide, l'huile de tournesol).

### ➤ Les tocophérols

L'huile du noyau de dattes est une source importante en tocophérols, (30 g/100 g d'huile) sachant que l' $\alpha$ -tocophérol est la molécule prédominante, les autres stéréo-isomères ( $\beta$ ,  $\gamma$  et  $\delta$ ) sont présents à l'état de traces (**Besbes et al., 2004**).

Les tocophérols présentent une activité antioxydants importante en prévenant l'action de l'oxygène singlet, initiateur de la peroxydation des lipides.

Par son caractère hydrophobe, l' $\alpha$ -tocophérol peut s'insérer au niveau des membranes biologiques et neutraliser les radicaux peroxydes ( $LOO^\circ$ ) ; en outre, ce tocophérol présente un effet synergique avec le  $\beta$ -carotène en le protégeant contre l'oxydation (**Perrin, 1992**).

## V. Les modifications des huiles au cours de l'utilisation

Bien qu'il soit évident que l'oxydation des lipides suivent un certains schémas généraux et connues, chaque huile pose de problèmes spécifiques. Ainsi, les deux altérations les plus importantes d'une huile sont l'acidification et le rancissement par l'oxydation, qui entraînent des modifications de l'odeur et de saveur propres à cette huile.

### ➤ Oxydation

L'oxydation implique la fixation d'oxygène sur les doubles liaisons de la chaîne d'acide gras. Les premiers corps formés sont des hydro peroxydes qui, en une réaction en chaîne donne à leur tour des molécules plus complexe qui évoluent jusqu'à des acides, des aldéhydes, cétones et alcools à chaîne court volatiles responsables de la flaveur« rance » la flaveur dégagé par les produits d'oxydation est transportée entièrement à l'aliment dans lequel l'huile est utilisée, par conséquent, l'importance de la prévention a l'oxydation est évident.

Les stabilités oxydatives des huiles végétales dépend de plusieurs facteurs combinés y compris le degré d'insaturation et du taux des antioxydants, le taux des peroxyde et des conditions de stockage (exposition à la chaleur, lumière, oxygène, humidité.....).

### V. 1. Mécanismes généraux de l'oxydation

L'oxydation des lipides peut résulter de plusieurs voies réactionnelles en fonction du milieu et des agents initiateurs (**Eymard, 2003**).

### ➤ L'auto-oxydation

L'auto-oxydation semble donc être un mécanisme principal dans l'oxydation des lipides .Elle produit principalement des hydroperoxydes et des composés volatils, généralement par un processus triphasé (initiation, propagation et terminaison) (**Marc et al., 2004**)

**-L'initiation** : cette étape est initiée par la chaleur, la lumière ou les ions métalliques et aboutit à la formation des très réactives : ROO\* et R\*.

**-Propagation** : les espèces réactives formées s'attaquent aux molécules lipidiques (LH) d'où la formation des hydro peroxydes et la destruction de ces derniers donnent naissance à des composés responsables des goûts et odeurs de rance par rupture des liaisons O-O.

**-Terminaison** : apparition de nouvelles espèces moléculaires non radicalaires (formation des polymères entre les espèces réactives) (**Rolland, 2004**).

### ➤ Oxydation enzymatique

Divers enzymes tissulaires, les lipoxygénases, peuvent aussi, en présence d'oxygène, oxyder les restes d'acides gras insaturés. Il s'agit généralement d'une oxydation limitée qui peut se dérouler simultanément à l'auto-oxydation (**Fuhreret al., 2005**).

### ➤ Photo-oxydation

La photo-oxydation est une importante de production d'hydroperoxydes en présence d'oxygène, d'énergie lumineuse et de photo sensibilisateurs tels que les hémoprotéines ou la riboflavine (**Rahiet Marzouki, 2000**).

### ➤ Activité antioxydants

Un antioxydant est une substance qui inhibe ou retarde significativement l'oxydation d'un substrat, alors qu'elle présente une concentration très faible dans le milieu où elle intervient (**Halliwellet Gutteridge, 1990**).

# Chapitre II

## I. Introduction

Les huiles alimentaires sont des huiles végétales comestibles fluides à la température de 15°C, elles sont constituées d'environ 99% de triglycérides, de lécithines et de vitamine E, qui les protège contre l'oxydation, Chaque huile est caractérisée par sa composition en acides gras de l'espèce végétale dont elle est extraite. Elles assurent des fonctions technologiques, agents d'enrobage et de d'émouillage ou, supports d'arômes et de colorants lipophiles, Et aussi comme moyens de transfert de chaleur en cuisson (exemple des huiles de friture).

## II. Définition de l'huile végétale

Chaque huile possède une saveur, un parfum et une qualité nutritive spécifique. Les huiles alimentaires végétales sont donc des aliments importants qui apportent chacune des nutriments très utiles à la santé parmi ces huiles il y a l'huile de soja.

L'huile de soja est fluide et d'une couleur jaune plus ou moins foncé suivant la nature des graines et les procédés d'extraction à l'état Fraîche, elle a une saveur assez prononcée d'haricot qui s'atténue peu à peu. Elle est riche en acides gras polyinsaturés et notamment en acide gras essentiel alpha-linoléique. Elle est recommandée pour les assaisonnements, sa composition la rend précieuse pour la reconstitution des cellules nerveuses et cérébrales, (Cossut *et al.*, 2002).

## III. Composition chimique de l'huile de soja

Le soja est un oléagineux qui fournit une huile riche en acide gras mono- et polyinsaturés et contient en particulier de l'acide linoléique qui est un acide gras essentiel. Elle contient peu d'acides gras saturés. L'huile de soja est donc très sensible à l'oxydation.

**Tableau II** : composition chimique de l'huile de soja en acide gras (Codex Stan 210, 2005)

Type d'acide gras		Les quantités (%)
acides gras saturés	acide palmitique C16: 0	8.0 à 13.5
	acide stéarique C18: 0	2.0 à 5.4
	acide arachidique C20 :0	0.1 à 0.6
acides gras insaturé	acide oléique C18: 1	17.0 a30.0
	acide linoléique C18: 2	48.0 a59.0
	acide 3linoléique C18: 3	4.5 à 11.0

#### IV. L'influence du traitement de raffinage sur la qualité de l'huile

La qualité et la stabilité d'une huile raffinée sont indiscutablement liées aux caractéristiques chimiques ou physico-chimiques de cette huile. Elle dépend à leur tour des caractéristiques chimiques ou physico-chimiques de l'huile brute mise en œuvre et des conditions de raffinage appliquées. Chacune des étapes de raffinage élimine un certain nombre de produits indésirables. Ainsi, la valeur d'un procédé de raffinage se mesure par cout et la qualité du contenu obtenus.

Si l'on veut, donc ; établir une échelle de qualité, il faudra en premier lieu prendre en considération :

- ✓ l'importance de la composition en acide gras pour la stabilité.
- ✓ la qualité de la matière première.
- ✓ le procédé utilisé pour le traitement de la matière première.

Il s'agit en effet de l'aptitude à la conservation et à l'utilisation du produit fini.

#### Principales étapes de raffinage de l'huile de soja

Les huiles végétales destinées à l'alimentation humaine doivent être traitées, tant pour leur donner la qualité correspondante au désir du consommateur que pour faciliter leur conservation. En effet, le raffinage représente l'ensemble des différentes opérations qui permettent d'obtenir une huile raffinée à partir d'une huile brute. Le raffinage est destiné à débarrasser l'huile de toutes impuretés de l'huile.

Les différentes phases de raffinage enzymatique sont les suivantes dans l'ordre chronologique :

- **Dégommage enzymatique** : La déémucilagination enzymatique est un type de procédé physique performant, qui produit des rendements plus élevés. Il consiste à transformer les phospholipides non hydratables en lyso-phospholipides hydrophiles sous l'action d'une phospholipase (**kartika, 2005**).
- **Décoloration et désodorisation** : pour se débarrasser des pigments et des composés volatiles, respectivement (**cossut, 2002**).

## V. La friture

La friture est l'une des procédés les plus populaires pour faire cuire un aliment –tant chez soi que l'industrie qui fournit une alimentation savoureuse dans une période relativement courte de temps, cependant utilisation des huiles de friture à plusieurs reprises et à de haute température peut produire des constituants qui compromettent non seulement la qualité des aliments mais peuvent aussi promouvoir la formation d'une variété d'éléments de décomposition avec des implications nutritionnelles défavorables pour la santé humaine (Marquez-Ruiz, 1996).

Le choix d'huile à friture est une tâche très difficile, en tenant compte des facteurs comme la stabilité, le prix et la valeur nutritive.

### V.1. Les étapes de friture

#### ❖ Traitements pré friture

Lors de la pré-cuisson d'un aliment, la déshydratation de sa surface augmente sa porosité et donc sa capacité à absorber l'huile. Pour un même format de découpe, une pomme de terre crue absorbera moins d'huile qu'une pomme de terre précuite, peu importe le mode de cuisson ou de blanchiment (à l'eau ou à l'huile) qui sera choisi.

De plus, les pommes de terre ayant subi une double cuisson à l'huile (pré friture suivie de la friture finale) auront une teneur en gras davantage élevée.

#### • Température de friture

Pour assurer un bon transfert de chaleur, un brunissement rapide et un temps d'opération plus court, les températures de cuisson recommandées se situent entre 155 °C et 180 °C (311 °F et 356 °F). À ces niveaux, la température de friture n'influence pas l'absorption d'huile.

Des températures supérieures à 200 °C (400 °F) doivent être évitées afin de réduire la dégradation de l'huile et la formation d'acrylamide. Et des températures trop basses (moins de 140 °C) augmenteront la durée de la friture et, conséquemment, l'absorption d'huile par la pomme de terre (Ziaifar et Aman Mohammad, 2008 ; Delagoutte et Christian, 2007).

- **Rapport frite/huile**

Le rapport de poids frite/huile doit être maintenu inférieur à 1 pour 6. Ce rapport permet de maintenir la température de l'huile aux niveaux recommandés lors de l'immersion des pommes de terre.

- ❖ **Traitement post-friture**

L'égouttage rapide et mécanique (par secousses) des aliments à leur sortie du bain de friture éliminant une bonne partie de l'huile contenue à leur surface et influence leur teneur finale en gras. De fait, cette action réduit la quantité d'huile qui pourrait être absorbée au cours du refroidissement des aliments frits (**Ziaifar, Aman Mohammad, 2008**).

## **V. 2. Altération de l'huile au cours de friture**

Trois éléments principaux sont à l'origine du vieillissement de l'huile et mènent à sa dégradation : Au contact de l'huile, l'air (oxygène) provoque des réactions d'oxydation menant à la formation de composés polaires indésirables, l'eau rejetée par les aliments dégrade la qualité de l'huile en provoquant des réactions d'hydrolyse qui entraînent également la formation de composés polaires indésirables et aussi à des températures supérieures à 200 °C (392 °F), la chaleur détériore la qualité de l'huile en formant d'autres sortes de composés indésirables.

Les composés polaires sont davantage susceptibles de subir une oxydation et une détérioration thermique. Les composés indésirables formés dans une huile utilisée peuvent se retrouver dans les aliments et diminuer la valeur nutritionnelle de ces derniers. Certains de ces composés seraient également nocifs pour la santé.

La durée de vie d'une huile à friture dépend de son degré d'utilisation. Certains signes peuvent toutefois nous indiquer que notre huile est utilisée : Apparence foncée, texture épaisse ou visqueuse, Présence de dépôts, Saveur âcre et la Teneur en composés polaires supérieure à 25 %.

Une huile contenant plus de 25 % de composés polaires est impropre à la consommation (**Delagoutte et Christian.2007**).

# Chapitre III



La datte Mech-Degla est de forme stub-cylindrique légèrement rétréci à l'une de ces extrémités, teintés d'un marron peu prononcé. A maturité, la datte est plutôt beige claire, l'épicarpe est ridé, peu brillant et cassant. Le mésocarpe est plus charnu de consistance séchée de texture fibreuse (Buelguedj, 1996).

## II. Méthodes d'analyses

L'ensemble du travail réalisé sur les noyaux de dattes est subdivisé en trois parties principales :

- La préparation mécanique des noyaux, l'extraction de l'huile et calcul de rendement ;
- La caractérisation physico-chimique de l'huile extraite ;-L'incorporation de l'huile de noyaux de dattes dans une huile de table de friture pour étudier sa stabilité.

### II.1.Extraction de l'huile

L'extraction de l'huile a été effectuée en utilisant l'appareil de Soxhlet (annexe I), Il s'agit d'une extraction solide liquide. Quand on chauffe le ballon, le solvant se vaporise et passe par le tube d'adduction où il est condensé par le réfrigérant puis déversé dans la cartouche pour solubiliser le produit que l'on cherche à extraire du solide. Lorsque l'appareil Soxhlet est plein la solution siphonne et retourne dans le ballon. Le solvant se concentre produit recherché (l'huile), alors que le solide de départ s'en appauvrit. Ce cycle se répète jusqu'à l'épuisement. Le rendement d'extraction correspondant au taux de matière grasse obtenue est calculé selon la formule suivante :

$$MG\% = \frac{P_2 - P_1}{P_3} \times 100$$

Ou :  $P_1$  : Poids du ballon vide(g).

$P_2$  : Poids du ballon avec l'huile extraite (g).

$P_3$  : Poids de la prise d'essai (g).

### II.2.Caractérisation physico- chimique de l'huile

La caractérisation physico-chimique de l'huile a été réalisée aussi bien pour l'huile de noyau des dattes que pour l'huile de soja.

#### II.2.1. Etude physico- chimique de l'huile du noyau de datte

Les modes opératoires sont dans (annexe I)

### II.2.1.1. La couleur

La détermination de la couleur se fait à l'aide d'un colorimètre de type «LOVIBOND PX 880», en faisant comparer la couleur de l'échantillon avec des lames de couleurs standard jaune, rouge, et bleu dont la superposition permet de réaliser une couleur identique à celle de l'échantillon. L'échantillon à analyser est versé dans la cuve du Lovibond de 10 pouces. La lecture se fait par le réglage de deux faces jusqu'à l'obtention de la même couleur des deux côtés. Les résultats s'expriment en terme de nombre d'unité jaune, rouge et bleu nécessaires afin d'obtenir la couleur correspondante. La couleur est déterminée en appliquant la norme d'entreprise **(1.2-364, 1989)**

### II.2.1.2. Indice de réfraction

L'indice de réfraction d'une substance est le rapport entre la vitesse de la lumière à une longueur d'onde définie dans l'air et sa vitesse dans la substance, il permet de mesurer la pureté d'un échantillon. Les mesures sont effectuées au réfractomètre (40 °C) approprié à l'indice de réfraction de la matière grasse, **(NE - ISO 6320)**.

### II.2.1.3. Absorbance dans l'ultraviolet (UV)

La spectrophotométrie ultraviolette est basée sur les pouvoirs que possèdent certaines substances à absorber de l'énergie lumineuse, les méthodes UV reposent sur la détermination des coefficients d'extinction ( $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ ) à 230 et 270 nm approximativement, elles correspondent à l'absorption maximale des diènes et triènes conjuguées qui résultent de la composition de l'huile

La méthode est fondée sur le fait que les hydro peroxydes linoléiques absorbent à 232nm. Et que les produits non volatils de décomposition des hydro peroxydes, représentés essentiellement, par des acides oxydés (en particulier des cétones insaturées) absorbent à 270nm. L'extinction spécifique est déterminée par la méthode décrite par le règlement **(CEEn<sup>0</sup>2568/1991)**.

#### II.2.1.4.L'acidité

Le teneur en acide gras libre ou l'indice d'acide est un indicateur de la stabilité de l'huile (Ryan *et al.*, 1998).La détermination est réalisée selon la méthode ISO 660 (1998) et équivalent à la méthode A.O.C.S (64/1992).L'acidité est exprimé en % d'acide oléiques,

#### II.2.1.5. L'indice de peroxyde

L'indice de peroxyde (IP) est le nombre de milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme de corps gras oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode. La détermination de l'indice de peroxyde est réalisée selon la norme A.O.C.S (8-53/1992).

#### II.2.1.6.L'indice d'iode

L'indice d'iode est le nombre de gramme d'iode, fixé sur les doubles liaisons de 100 gramme de corps gras dans des conditions précisées. La détermination de l'indice d'iode est réalisée selon la norme (NE. 1. 2.96, 1988).

#### II.2.1.7.Indice de saponification

Il correspond au nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaires pour la saponification d'un gramme de corps gras, La valeur de l'indice de saponification nous permet d'estimer les longueurs des chaînes de carbone des acides gras constituant l'huile d'une part, et de calculer les masses moléculaires moyennes des acides gras et des triglycérides qui renferment l'huile. La détermination Indice de saponification est réalisé selon la norme (NF T60-206).

#### II.2.1.8.Composition en acides gras des huiles par Chromatographie de Phase Gazeuse

Généralement les acides gras sont analysés après dérivation sous forme ester. Cette transformation chimique permet d'abaisser leurs points d'ébullition et obtenir ainsi des dérivés thermostables. Les méthodes d'estérification sont nombreuses. Le choix s'effectuera en fonction des acides gras à analyser : présence d'acides gras libres, d'acides gras à chaîne courte et d'acides gras à fonction alcools ou acides. Le flux d'hydrogène, entraîne la migration des acides gras méthyles à travers la colonne chromatographique. L'hexane, n'ayant pas d'affinité pour la phase stationnaire, migre plus rapidement tandis que les acides gras méthyles migrent plus tardivement, en fonction de leur temps de rétention, Les acides gras sont identifiés grâce à l'utilisation de standards (Ollé, 2002 ; Djouab, 2007 ; Mimoun, 2010)

Les acides gras sont identifiés en fonction de leur temps de rétention au niveau de la colonne par comparaison à des acides gras étalons et le taux de chaque acide gras (%) est déterminé par le calcul des aires des pics correspondants (NE NF EN ISO 5508, 2000).

➤ **Préparation des esters méthyliques**

Les esters méthyliques sont préparés suivant la méthode E.C. (2002). Une aliquote de 0,5g d'huile est dissoute dans 5 ml d'hexane pour chromatographie, à laquelle sont ajoutés 0,5 ml d'une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium (2 N). Le tout est agité pendant 30 secondes, puis centrifugé à 3000 tours/min pendant 5 minutes. 2 gouttes du surnageant sont prélevées et mélangées avec 1ml d'hexane.

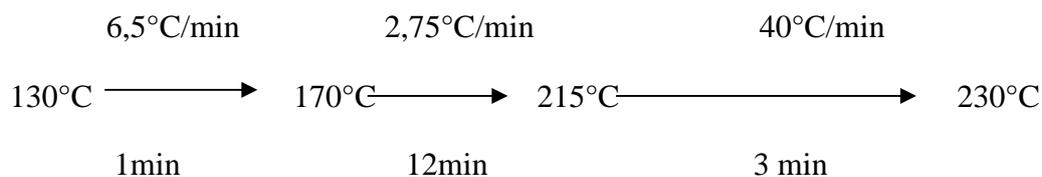
➤ **Dosage qualitatif et quantitatif**

Un volume de 1 µl des esters méthyliques sont injectés dans un chromatographe en phase gazeuse de type Chrompack C 9002 dont les conditions d'analyse sont décrites ci-après :

- ✓ Injecteur : SPLIT 1/100 ;
- ✓ Colonne capillaire DB 23 : (longueur : 30, diamètre intérieur : 0,32 mm et épaisseur :

0,25µm) ;

- ✓ Gaz vecteur : Azote ;
- ✓ Détecteur : FID ;
- ✓ Températures :(injecteur : 250 °C, détecteur : 250 °C, le four : 200 °C) ;
- ✓ Vitesse du papier : 0,5 cm/min ;
- ✓ Quantité injectée : 1µl ;
- ✓ Programme (gradient de température) :

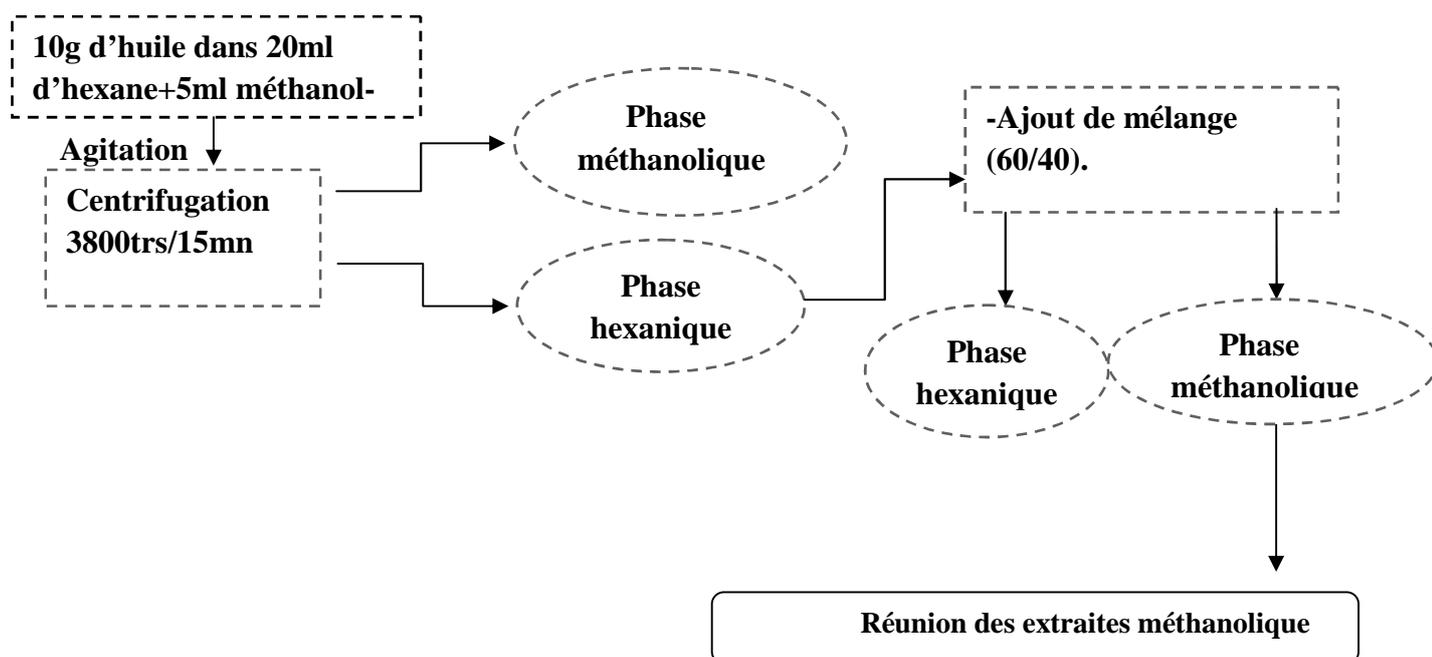


### II.2.1.9. Dosage des antioxydants

#### ➤ La teneur en polyphénols de l'huile du noyau de datte

##### ✓ Extraction des polyphénols

Les composés phénoliques l'HND sont extraits suivant la méthode proposée par **Gutfinger, (1981)** ainsi décrite dans le schéma ci-après :



**Figure1:** Extraction des composés phénolique de l'HND

#### ➤ Détermination de la teneur en polyphénols totaux

En présence des phénols, le mélange d'acide phosphotungstique et d'acide Phosphomolybdique est réduit en oxyde bleu de tungstène et de molybdène .La coloration bleue est proportionnelle au taux de composés phénoliques présents dans le milieu donne un maximum d'absorption à 760 nm (**Ribéreau-Gayon et al., 1982**).

Le dosage des polyphénols totaux est réalisé par la méthode décrite par **Juntachotet ces Collaborateurs (2006)** : Une quantité d'extrait (0,5ml) en présence de réactif de Folin-Ciocalteu's (0,5ml) est laissé au repos 3mn, ensuite (0 .5ml de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>+5ml d'eau distillée) sont additionnés pour faire la lecture à 760nm après 60mn d'incubation à température ambiante. La teneur en

composés phénoliques est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage obtenue avec l'acide gallique. Les résultats sont exprimés en mg équivalent d'acide gallique(EAG) par 100g d'échantillon.(Annexe II).

#### ➤ Détermination de la teneur en flavonoïdes

L'estimation quantitative des flavonoïdes totaux contenus dans l'extrait du noyau de datte est réalisée par la méthode colorimétrique de (**Barorun et al., 1996**) comme suite :1ml de chlorure d'aluminium est ajouter à 1ml d'extraits ,après 10mn d'incubation la lecture d'absorbance est réalisée à 430 nm. La quantité des flavonoïdes dans les extraits de ND est exprimée en se référant à la courbe d'étalonnage standard préparée avec de la Quercétine (annexe II).

#### ➤ Détermination du pouvoir antioxydant

L'activité antioxydant peut être évaluée par différentes méthodes biochimiques : mesure de pouvoir réducteur, test anti radicalaires, test du DPPH,...etc. (**Gulçin et al., 2004**).

##### ○ Pouvoir anti radicalaires

L'effet des extraits sur le radical 2,2-diphenyl -1-picrylhydrazyl (DPPH), a été mesurée en utilisant la méthode de **Sacan et Yanardag(2010)** : 3,9ml de DPPH est additionné à 0,5mld'extrait afin de réalisé une lecture à 517nm après 30mn d'incubation à température ambiante.

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

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

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

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

#### ➤ Détermination de la teneur en caroténoïdes

Les caroténoïdes sont extraits selon la méthode de **Sass-Kiss et al. (2005)** .20 ml du mélange hexane/acétone/éthanol (2 :1 :1) sont ajoutés à 5 g d'huile du noyau de datte. Après agitation pendant 30 min, la phase supérieure est récupérée. 10 ml d'hexane sont ajoutés pour une deuxième extraction. Le mélange des deux phases est utilisé pour le dosage des caroténoïdes totaux par

spectrophotométrie à 450 nm. La concentration des caroténoïdes est estimée en se référant à la courbe d'étalonnage de  $\beta$ -carotène et les résultats sont exprimés en mg/100g de HND,(annexe II)

### II. 2.1.10. Evaluation de la stabilité oxydative

Afin d'étudier l'influence de l'huile extraite à partir des noyaux des dattes sur la stabilité oxydative de l'huile de soja des séries de tests ont été effectués.

#### ✓ Détermination de la résistance à l'oxydation accélérée par le test Rancimat (ISO 6886, 2006) :

Pour évaluer la qualité des huiles étudiées, il convient d'estimer de façon simple et rapide, leur stabilité et durabilité par un test d'oxydation accéléré. Le principe du Rancimat consiste à vieillir prématurément les matières grasses par décomposition thermique à une température comprise entre 100 et 120°C, sous un bullage intensif d'air. Les acides organiques, produits de dégradation de cette oxydation poussée, Le temps d'induction est déterminé par conductimétrie et correspond au TIR.

La spécification de TIR (temps d'induction au test de Rancimat, exprimé en heures) correspond au temps pendant lequel la matière grasse a résisté à un stress oxydatif.

### II.3. Procédure de friture

L'huile de soja ont été soumises à un chauffage électrique par l'utilisation d'une friteuse électrique de marque **PHILIPS**, d'une capacité de 2.5 litre.

Des pommes de terre découpées en frites de tailles plus ou moins égales ont été réparti dans 10 groupes, chacun d'entre eux est constitué de 250g de frites. Le rapport frites/volume d'huile est respecté selon le tableau III, après chauffage du bain d'huile jusqu'à 180°C, la friture est entamée en introduisant la première pesée de frite sans salaison, tout en fixant la température et le temps de friture à (180°C/4 min), après la première friture Une quantité de 120 ml d'huile ont été prélevés et conservé à 4°C dans un tube (préforme de bouteille d'huile) après la première friture, la cinquième et deuxième friture, Le procédé de friture est repris dans les mêmes conditions après ajustement des paramètres du poids des frites et volume d'huile.

**Tableau III** : le rapport frite/volume d'huile pendant le procédé de friture

Nombre de fritures	Volume d'huile dans la friteuse en ml	Quantité de la pomme de terre dans chaque bain en g dont le rapport pomme de terre /huile est de 100g/l	
		100g	1L
Données			
1 <sup>ère</sup> friture	2500		250
2 <sup>ème</sup> friture	2380		238
3 <sup>ème</sup> friture	2380		238
4 <sup>ème</sup> friture	2380		238
5 <sup>ème</sup> friture	2830		238
6 <sup>ème</sup> friture	2260		226
7 <sup>ème</sup> friture	2260		226
8 <sup>ème</sup> friture	2260		226
9 <sup>ème</sup> friture	2260		226
10 <sup>ème</sup> friture	2260		226

### II.3.1. Mesure des composés polaires

La mesure des composés polaires de l'huile a été faite par l'utilisation d'un testeur type (**Testeur OPTIFRY**), cette appareil permet de donné une mesure précise des composés polaires présents dans une huile, cette technique est une approche des polymères responsable de la dégradation des huiles de friture. La mesure des composés polaires a été réalisée par l'immersion de testeur dans l'échantillon de l'huile prélevé du bain de friture, bien homogénéisé l'huile sans toucher les parois après environ 5second est le résultat est affiché sur l'écran, (**Achat et al.,2012**).

### III. L'analyse statistique

Les résultats représentent la moyenne des trios plus ou moins d'écart type Une étude statistique été réalisée pour la comparaison des résultats et la mise en évidence des différences significatives entre les échantillons, et ce, pour chaque paramètre en appliquant une analyse de la variance (ANOVA/MANOVA). Le degré de signification des résultats est prise à la probabilité de  $p < 0.05$ .



# Chapitre IV



# Résultats et discussion

### I. Les caractéristiques morphologiques de Mech-Degla

Les résultats détaillés de la caractérisation morphologiques des noyaux dattes de la variété Mech-Degla Algérienne sont résumés dans le tableau suivant :

**Tableau IV** : caractéristiques morphologiques de dattes et de noyau de la variété Mech-Degla :

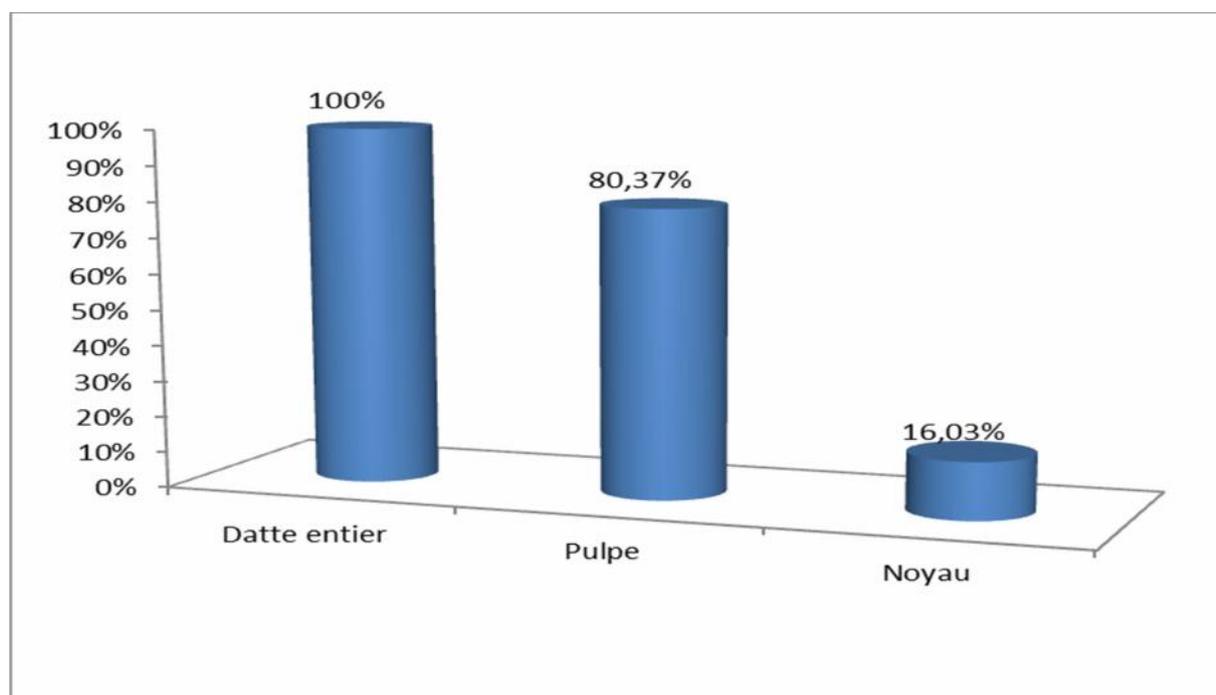
<b>Datte</b>	<b>PD(g)</b>	<b>PDP(g)</b>	<b>PND(g)</b>
<b>1</b>	6.30	5.20	1.05
<b>2</b>	3.75	3.06	0.67
<b>3</b>	5.92	4.94	0.98
<b>4</b>	4.80	3.73	1.00
<b>5</b>	4.54	3.86	0.68
<b>6</b>	5.48	4.42	1.07
<b>7</b>	5.34	3.92	1.32
<b>8</b>	3.42	2.67	0.20
<b>9</b>	3.66	2.81	0.84
<b>10</b>	4.22	3.45	0.77
<b>M±ET</b>	4.74±0.99	3.81±0.85	0.76±0.30

**PD** : poids de la datte, **PDP** : poids de pulpe de la datte, **PND** : poids de noyau de datte, **ET** : écart type, **M** : moyenne.

Les résultats concernant les caractéristiques morphologique sont légèrement inférieurs à ceux trouvé par, **khenfar, (2004) et Acourene et Tama, (1997)** et ceux trouve par **Noui, (2002)** pour la même variété Mech-Degla.

Dont le poids de la datte donnée est de (6.16±0.80g) le poids de noyau (1.06±0.02g) et pour le poids de la pulpe (5.10±0.81g). Par ailleurs nos valeurs sont analogues aux valeurs trouvés par (**Lecheb, 2010**), ce qui peut s'explique par les conditions dans lesquelles sont réalisé les mesures.

La figure (2) illustre les pourcentages de la pulpe et du noyau de la datte entière.



**Figure 2:** les pourcentages de la pulpe et du noyau de la datte entière.

Le rapport (pulpe/noyau) de la datte étudiée est de 5.01, il est légèrement supérieure à celui de la datte tunisienne Kentichi (variété sèche), qui est de 4.03 (Reynes et al., 1994).

## II. Le rendement d'extraction en matière grasse

Le rendement en matière grasse obtenu par extraction à chaud est de  $13,21\% \pm 0.2$  légèrement supérieure à celui trouvé par (Lecheb, 2010) pour la même variété Mech-Degla Algérienne (12.73%) et à celui trouvé par (Chaira et al., 2007) pour la variété Allig (12,73%), (Besbes et al., 2004) pour la variété Allig (12,67 %), et analogue à celui trouvé par (Hamada et al., 2002) pour la variété Khalas (13,2 %).

Al-Farsi et ses collaborateurs en 2007 et dans une étude effectuée sur des variétés tunisiennes (Mabsili, Um-Salah et Shahal), ont trouvé des valeurs (5 - 6%) beaucoup plus faibles que celle rapportées par les auteurs précédents.

### III. Caractéristique physico-chimique de l'huile

La caractérisation physico-chimique a été appliquée aussi bien sur l'huile de soja que l'extrait huileux obtenue.

#### III.1. L'huile de noyau des dattes

L'ensemble des résultats de la caractérisation de l'huile des noyaux de datte sont regroupés dans le tableau V.

**Tableau V** : les caractéristiques physico-chimiques d'huile de noyau de datte.

Les paramètres	teneurs moyennes
Indice d'iode (g d'iode /100 g de CG)	53
Acidité (%)	$0.37 \pm 0,17\%$
Extinction à l'UV	K232 : $1,528 \pm 0,060$ K270 : $0,06 \pm 0,016$
Indice de réfraction à 40° C	$1,4340 \pm 0,01$
Indice de peroxyde (még d'O <sub>2</sub> / kg deCG)	$1.1 \pm 0,08$
Indice de saponification 202mgKOH/g corpsgras	$202 \pm 0,004$
Indice de couleur	22J /2.3R

#### III.1.1. Indice de Couleur

L'observation visuelle (photo N°2) révèle que l'huile obtenue est d'une couleur jaune claire, présente un aspect brillant avec une odeur très agréable à la température ambiante cette huile est fluide. Les résultats sont exprimés en termes d'unités jaune et rouge, nécessaire pour l'obtention d'une couleur adéquate, c'est les couleurs Lovibond. Les principaux constituants responsables de la couleur de l'huile déterminée à leur maximum d'absorption parmi les pigments végétaux, les chlorophylles et les caroténoïdes, absorbent essentiellement les lumières bleues et les radiations jaunes. Notre huile est très colorée en jaune, la couleur de l'huile du noyau de dattes est de 2,3 rouges et 22,0 jaunes, (Besbes et al., 2009) a relié la couleur jaune à la quantité importante de pigments jaunes (caroténoïdes).



**Figure3** :photographie del'huile extraite de noyau des dattes

### III.1.1.Indice de réfraction

L'indice de réfraction dépend de la composition chimique de l'huile et de la température (**karleskind, 1992**), il est aussi influencé par l'acidité libre et l'oxydation (**Wolf, 1968**), L'indice de réfraction obtenu de notre huile à 40° C, est de  $1,4340 \pm 0,015$ , cette valeur correspond à celle trouvée par (**Basuny et al., 2010**) pour l'huile du noyau de datte de la variété Khalas 1,4595. Ces résultats sont par ailleurs tout à fait comparables à celle d'huile de table comme l'huile de soja qui est de 1.4680.

### III.1.2.Absorbance spécifique

La mesure de l'absorbance aux ultra-violets est l'une des méthodes de mesure de l'état d'oxydation de l'huile. Elle permet de suivre l'évolution de la peroxydation et de connaître la teneur en produits secondaires d'oxydation.

Les résultats de l'absorbance spécifique de l'huile du noyau de dattes étudiée (Tableau V) sont comparable avec ceux obtenues par (**Besbes et al., 2004**) pour des variétés *Deglet Nour* et *Allig* qui présentent des valeurs pour K232 (1,2-2,5) respectivement, alors que pour K270 la valeur trouvée pour les deux variétés est de 0,5.

Lorsque, nous comparons nos résultats à la norme **Codex Stan (1981)**, fixée pour l'huile de grignons d'olive, qui prévoit pour une longueur d'onde 232 nm, une extinction spécifique maximale de 3,5 pour l'huile d'olive vierge et une extinction spécifique maximale de 5,5 pour l'huile de grignons d'olives. Alors que pour l'absorbance à la longueur d'onde de 270 nm, la

norme prévoit une extinction spécifique maximale de 0,3 pour l'huile d'olive vierge et extinction spécifique maximale de 2,00 pour l'huile de grignon d'olives. Nous constatons que nos résultats sont inférieurs aux valeurs fixées par la norme ceci témoigne que notre huile contient une quantité très basse des produits d'oxydation.

### III.1.4. Indice de peroxyde

La détermination de l'indice de peroxyde exprimé en méq d'oxygène/kg de Corps Gras d'un corps gras renseigne sur son état d'altération par oxydation qui se traduit par la formation de peroxyde (AFNOR, 1988). Le processus d'oxydation de l'huile étudiée est suivi par la détermination de l'indice de peroxyde (IP). La matière grasses'altère essentiellement par l'oxydation, phénomène chimique mettant en œuvre des mécanismes réactionnels très différents aboutissant au rancissement oxydatif ou hydrolytique (Rahmani, 2007).

Le résultat obtenu ( $1.1 \pm 0,08$  méq d'O<sub>2</sub>/kg de CG) est conforme à la norme d'une huile raffinée (< 5). Il confirme la stabilité et la résistance de l'huile du noyau de datte à l'oxydation. Cette valeur est inférieure à celle trouvée par Abdel Nabey (1999) concernant six variétés d'huile des noyaux de dattes égyptiennes (1,54 méq d'O<sub>2</sub>/kg de CG).

Pour l'indice de peroxyde tel que l'huile de soja raffinée (0.3 méq d'O<sub>2</sub>/kg de CG), on trouve que l'indice de peroxyde de l'huile de noyau des dattes est supérieur mais reste dans la norme.

### III.1.5. Acidité

Le degré d'acidité des huiles extraites est exprimé en pourcentage d'acide oléique. L'acidité (% d'acide oléique) de l'HND (0,37 %) trouvé est légèrement supérieure aux valeurs trouvées sur trois variétés de l'huile d'olive : Picual (0.15 %), Hojiblanca (0,20 %), Arbequina (0,25 %), dans une étude réalisée par Gutierrez et al. (2002) et aussi supérieure à l'acidité de l'huile de soja raffinée (0.06%), Mais ce résultat est proche de celui trouvé par (Ninfali et al., 2008) sur deux variétés d'olive analysées après trois ans de leur extraction : Leccino (0,39 % d'AO) et Frantio (0,33 %).

### III.1.6. Indice d'iode

L'huile du noyau de datte étudiée présente un indice d'iode de l'ordre de 53 g d'iode /100 g de corps gras. La valeur obtenue est comparable à celle citée par la littérature en particulier celle trouvée dans une étude effectuée sur six variétés de datte libyennes (54,8 g d'iode/100 g de corps gras) (Besbes et al., 2005).

Cependant, l'indice d'iode trouvé est inférieur à la valeur moyenne de l'indice d'iode de l'huile d'olive et de l'huile de grignons d'olive (75-94 g d'iode/100 g de CG) selon **Codex Stan (1981)** ;

Cette valeur est largement inférieure à l'indice d'iode de l'huile de soja (139 g d'iode/100 g de CG). L'indice d'iode est une mesure simple et rapide de l'insaturation totale mais ne fournit aucune indication que au profil des huiles en acide gras. L'expérience de l'indice d'iode est basée sur le fait que les acides gras, correspondant à l'huile, peuvent fixer autant de molécules d'iode qu'ils ont de doubles liaisons. En effet, plus l'indice d'iode est élevé, plus l'huile est insaturée (**kartika, 2005**).

### III.1.7. Indice de saponification :

Nous avons trouvé un indice de saponification de 202mgKOH/g corps gras cette valeur est comparable à l'indice de saponification des huiles usuelles (**FAO, 1981**), sachant que l'huile de soja (189-195), l'arachide (187-196) et le coton (189-198), ainsi avec l'huile de amandes du fruit du pommier de Cayor (*Neocarya macrophylla* Sabine) (197,75) (**Balla et Baragé, 2008**).

### III.1.8. La composition en acides gras

Les résultats de la détermination de profil en acides gras de l'huile du noyau analysée sont consignés dans le tableau VI. D'après les chromatogrammes (annexe III), les acides gras détectés sont: l'acide palmitique, laurique, myristique, stéarique, oléique, linoléique.

**Tableau VI:** Composition en acides gras de la matière grasse du noyau de datte.

Acides gras	es quantités (%)
<b>Acide laurique (C12:0)</b>	23
<b>Acide myristique (C14:0)</b>	10.6
<b>Acide palmitique (C16:0)</b>	9.8
<b>Acide stéarique (C18:0)0</b>	3.8
<b>Acide oléique (C18 :1) n 9 cis</b>	44.1
<b>Acide linoléique (C18 :2)</b>	8.2
<b>Acide gras saturée/Acide gras insaturée</b>	0.90

D'après les résultats l'acide oléique représente 44,10 % de l'huile du noyau de datte étudié. C'est l'acide gras majoritaire qui va donc conférer ses propriétés à l'huile, est mono insaturé et de type - 9, Cet acide gras est également très majoritaire dans l'huile d'olive. Quantitativement, le second acide gras rencontré dans cette huile est l'acide laurique avec un taux de 23 %, puis l'acide myristique 10.60% ; acide palmitique 9.80 % ; acide linoléique 8.8 % ; acide stéarique 3,80 % . L'huile étudiée peut être donc considérée comme une huile oléique-laurique..

Le degré de saturation montre que cette huile est composée de 47,20 % d'acide gras saturés, une valeur qui le rend résistant à la rancidité oxydante. Le degré d'insaturation est de 52,90 % d'acide gras insaturés, dont 44,10 % d'acide gras mono insaturés et 8,8 % d'acides gras polyinsaturés. Ces résultats confirment l'aspect fluide de l'huile.

Dans une étude effectuée par **Besbes et al.(2004)** sur deux cultivars de l'huile du noyau de datte, l'acide oléique s'étendant de 41,3 % pour l'huile des noyaux de *Deglet Nour* à 47,7 % pour l'huile des noyaux *d'Allig*. Cependant, **Al-Hooti et al.(1998)** ont trouvé un contenu plus élevé de l'acide oléique (53,3 – 58,8 %) dans l'huile du noyau de dattes extraite à partir des variétés de *l'Emirat*. **Besbes et al.(2004)**, ont démontré également que l'huile du noyau de la variété *Deglet-Nour* a été considérée comme une huile oléique-laurique, alors que l'huile du noyau de la variété *Allig* était une huile oléique-linoléique. D'autre part **Al-Hooti et al. (1998)**, ont signalé que les huiles des noyaux de datte étaient de type oléique-linoléique ou oléique-palmitique.

La composition en acides gras de l'huile du noyau de dattes semble varie légèrement avec les cultivars. Elle peut être due à l'état physiologique des noyaux. Et à l'influence des facteurs climatiques des régions d'études (**Besbes et al., 2004**).

### III.1.9. Polyphénols de l'huile du noyau de datte

Le méthanol /eau est l'un des solvants le plus utilisé pour l'extraction des composés phénoliques (**Mueller–Harvey, 2001**).

Après addition du réactif de Folin-Ciocalteu's, une couleur bleue est obtenue avec une intensité variable en fonction de la concentration de l'acide gallique (utilisé comme étalon), ou de l'extrait d'huile du noyau de datte.

La détermination des teneurs en composés phénoliques totaux (polaires et apolaires) dans les extraits de l'huile du noyau de datte avec l'utilisation le méthanol/eau comme solvant d'extraction aboutit à une teneur moyenne  $112,9194 \pm 26,5$  mg/kg, cette teneur est plus faible par rapport à

celle rapporté par **Besbes et ses collaborateurs en 2004b**, dans une étude menée sur des variétés des noyaux de datte, récoltées sur des palmeraies tunisiennes. Les différentes variétés analysées ont présenté un contenu phénolique dans la gamme de 215 et 526 mg/kg de matière sèche.

Cette différence peut dépendre des conditions de stockage de l'huile du noyau de datte qui peut affecter la composition en polyphénols ou bien peut être expliquée par le temps, la température d'extraction, la nature de solvant utilisé, le type de la variété analysée et les conditions climatique (**Marinova et Yanishlieva, 2003**).

Les teneurs en polyphénols totaux enregistrées pour nos extraits phénoliques sont comprises dans l'intervalle trouvé par (**Tura et al., 2007**), (55,4 à 615,78 ppm) pour dix-huit variétés d'huile d'olive Italiennes et dans l'intervalle trouvé par (**Brahmi et Boutagrabet ; 2008**), (71,89 à 539,78 ppm) pour cinq variétés d'huile d'olive Algériennes. Nous constatons donc que la teneur en composés phénoliques de notre huile est proche de celle de l'huile d'olive.

### ❖ Flavonoïdes

Une couleur jaune est observée après l'ajout du chlorure d'aluminium à la solution éthanolique de quercétine. Cette couleur est aussi observée dans le cas des extraits d'huile du noyau de datte indiquant ainsi la présence de complexes de chélation des ions d'aluminium par les flavonoïdes (**Ribéreau-Gayon, 1968**).

La teneur en flavonoïde dans les extraits d'huile du noyau de datte est exprimée en mg équivalent quercétine par kilogramme d'huile du noyau de datte.

D'après la teneur trouvée  $15,7 \pm 0,7$  ppm, l'huile du noyau de dattes étudiée présente des teneurs en flavonoïdes faible. Comme aucune référence de la teneur en flavonoïdes n'a été trouvée, nous avons jugé nécessaire de comparer nos résultats à ceux obtenus par **D'Oliveras-Lopez et al. (2007)**, pour l'huile d'olive Italiennes et huit variétés Espagnoles (0,61 à 2,6 ppm). Nos résultats sont alors très élevés.

### ❖ **Activité anti radicalaire de l'huile du noyau de datte**

Dans le but de caractériser l'activité anti radicalaire de l'huile du noyau de datte, l'extraction de l'huile par l'utilisation de la méthode Soxhleten utilisant l'hexane à partir de la poudre du noyau de datte a été réalisée.

Dans cette étude, en plus du pouvoir réducteur, la méthode au DPPH (1,1-Diphényle-2-Picryl-Hydrazyl) est utilisée pour évaluer l'activité antioxydant des extraits de l'huile du noyau de datte.

La mesure du pourcentage d'inhibition du DPPH provoquée par la présence de l'extrait de huile du noyau de datte après 30minutes a permis de déterminer les valeurs d'inhibition de 25% de radicaux libre.

Elle permet d'estimer plus précisément la concentration du radical inhibé par les molécules actives (**Maisuthiaskul et al., 2007**).

### ❖ **Les caroténoïdes**

La teneur en caroténoïdes présente dans notre huile de noyau étudiée est de 125,534 ± 0,109 mg/kg. La présence de cette importante quantité de caroténoïdes confirme l'interprétation de la couleur jaune de l'huile du noyau de datte.

En effet, l'analyse d'une variété Algérienne *Deglet-Nour*, (**Lecheb, 2010**) a obtenu une valeur de 0,99mg/kg de matière sèche tandis que **Nehdi et al. (2010)** dans une étude effectuée sur l'huile du noyau de datte de l'espèce *Phoenix canariensis* a trouvé une valeur de 55,1 ppm de caroténoïdes, ceci peut être expliqué par l'état sec du fruit.

Les caroténoïdes de l'huile du noyau de datte sont supérieurs à celle de l'huile d'olive, cela est montré par **Uzzan (1992)** qui est de 5 à 10 ppm, Les caroténoïdes des huiles se trouvent à des concentrations variables selon les variétés, le degré de maturité, le système technologique utilisé pour l'extraction de l'huile, l'âge de l'huile ainsi que le facteur génétique (**Cariado et al., 2007 ; Rahmani, 1993**).

## **III.2. l'huile de soja**

Une analyse physico-chimique d'huile de soja récupérée à la fin de l'étape de désodorisation a été effectuée au niveau du complexe agro-alimentaire Cevital, ainsi les résultats obtenus sont résumés dans le tableau VII.

**Tableau VII** : l'analyse physico-chimique de l'huile de soja.

La fiche technique de l'huile de soja alimentaire se trouve dans l'annexe II

Les paramètres	Huile soja	La norme
Acidité %	0.05	NE 660 -1996
Indice de peroxyde (meqO <sub>2</sub> /kg)	0.3	NE 3960- 2007
Indice d'iode	139	NE. 1. 2.96- 1988
Indice de saponification	192	NF T60-206
Indice de réfraction	1.4680	NE 6320 -2000
Indice Couleur (Jaune/Rouge)	10 /1.1	NE 15305-1998

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

#### **VI. Incorporer l'huile de noyau de datte dans l'huile de soja**

Pour estimer la stabilité ou la susceptibilité de l'huile de soja à l'oxydation, un test d'oxydation accéléré a été appliqué sous des conditions standardisées à l'aide d'un appareil Rancimat. Les résultats de ce test sont exprimés en temps d'induction (heures), déterminé à partir de la courbe de conductivité (annexe III). Tableau VIII.

**Tableau VIII:** les temps d'induction de l'huile et l'huile enrichie

Les huiles	L'extrait l'huile de noyaux de datte ajoutée (ppm)	Temps d'induction (h)
HS	0	9.82h
HND	Pur	35.02h
HS+HND	100	18.05h
HS+HND	167	15.19h
HS+HND	200	16.98h
HS+HND	233	14.47h
HS+HND	500	18.55h
HS+HND	667	16.11h

**HS** :Huile de soja, **HND** :Huile des noyaux de datte.

Les valeurs obtenues sont hétérogènes, elle varie entre 14.47h et 18.55h pour l'huile de soja enrichie, mais pour l'huile de soja témoin le temps d'induction est de 9.82h, et pour l'huile de noyau de dattes sont temps d'induction est de 35.02h.

D'après les résultats obtenus nous constatons que le temps d'induction maximal est enregistré pour l'huile de noyau de dattes pure (35.02h), et le temps d'induction le plus faible est enregistré pour l'huile de soja témoin (9.82h).

A 100ppm a 500ppm de l'huile de noyau des dattes le temps d'induction entre (18.05h et 18.55h), par contre l'huile enrichie avec une proportion de 167ppm de noyau de datte, marque une diminution de temps à (15.19h) ainsi pour l'huile enrichie avec 200ppm qui enregistré une augmentation de temps d'induction (16.98h) et une diminution de temps d'induction de pour l'huile enrichie a 233ppm (14.47h),pour l'huile enrichie avec la portion la plus élevé elle noté un temps d'induction de (16.11h).de ce fait Nous constatons que la stabilité oxydative de l'huile de Soja est influencé par l'huile de noyau de dattes rajouté, mais elle n'est pas proportionnelle à la concentration.

A travers ces résultats nous confirmons que l'huile des noyaux de dattes de la variété Mech-Degla pure présente une meilleure stabilité oxydative. Sachant que la stabilité oxydative ne dépend pas seulement du pool en antioxydants, elle est notamment affectée par les composés pro oxydants pouvant exister dans l'huile (**Bester et al., 2008**).Et la mesure du

temps d'induction sous des conditions standards est généralement utilisée comme indice d'efficacité antioxydants(Carrasco-Pancorbo et al ., 2006).

A partir de résultat de test de Rancimat nous avons jugé de faire un enrichissement de l'huile de soja par l'huile de noyau des dattes à 100ppm et 500ppm suivi des tests de fritures à 180°C pendant 4min pour étudier sa stabilité oxydative au cours d'un chauffage prolongé.

➤ **Les tests de friture**

Le tableau suivant illustre les observations faites sur l'huile de soja après incorporation de l'huile des noyaux de datte au cours de la friture.

**Le tableau X:**Les observations faites au cours des tests de fritures

Les fritures	Couleur du bain	Couleur des frites	Huile de fumé	Odeur	La couleur de l'huile
1 <sup>eme</sup>	Normal	Doré	Pas de fumé	Pas d'odeur	Doré et Limpide
2 <sup>eme</sup>	Normal	Doré	Pas de fumé	Pas d'odeur	Doré et Limpide
3 <sup>eme</sup>	Normal	Doré	Pas de fumé	Pas d'odeur	Doré et Limpide
4 <sup>eme</sup>	Normal	Doré	Pas de fumé	Pas d'odeur	Doré et Limpide
5 <sup>eme</sup>	Normal	Doré	Pas de fumé	Pas d'odeur	Doré et Limpide
6 <sup>eme</sup>	Normal	Doré	Pas de fumé	Pas d'odeur	Doré et Limpide
7 <sup>eme</sup>	Normal	Doré	Pas de fumé	Pas d'odeur	Doré et Limpide
8 <sup>eme</sup>	Normal	Doré	Pas de fumé	Pas d'odeur	Doré et Limpide
9 <sup>eme</sup>	Normal	Doré	Pas de fumé	Pas d'odeur	Doré et Limpide
10 <sup>eme</sup>	Normal	Doré	Pas de fumé	Pas d'odeur	Doré et Limpide

Ces observations notées par un groupe des laborantins de complexe agro-alimentaire Cevital montrent que pendant le procédé de friture l'huile de soja avec l'huile de noyau des dattes présente une stabilité remarquable, avec l'absence de la fumée, d'odeur indésirable, et que la couleur d'huile et de l'aliment reste inchangeable.

**VI.1. Suivi de l'évolution de la qualité de l'huile de soja au cours de friture**

L'effet de la friture sur les paramètres physico-chimique de huile de soja avec et sans l'huile de noyau de dattes est illustré dans le tableau IX

**Tableau IX : les indices de qualité de l'huile de soja sans et avec l'huile de noyau de dattes**

Paramètre	L'huile de soja témoin				L'huile de soja enrichie							
					100ppm				500ppm			
	E <sub>0</sub>	E <sub>1</sub>	E <sub>2</sub>	E <sub>3</sub>	E <sub>0</sub>	E <sub>1</sub>	E <sub>2</sub>	E <sub>3</sub>	E <sub>0</sub>	E <sub>1</sub>	E <sub>2</sub>	E <sub>3</sub>
<b>L'acidité</b>	0.05± 0.001	0.07± 0.005	0.09± 0.005	0.1± 0.005	0.05± 0.005	0.05± 0.005	0.06± 0.02	0.07± 0.05	0.05± 0.005	0.05± 0.005	0.06± 0.02	0.08± 0.02
<b>L'indice de peroxyde</b>	0.3± 0.05	1.2± 0.1	3± 0.1	1.2± 0.05	0.8± 0.05	1± 0.25	1.2± 0.05	2.3± 0.2	0.8± 0.04	1± 0.01	1.2± 0.2	2.3± 0.57
<b>Les composés polaires</b>	0	1.2± 0.1	1.4± 0.1	2.5± 0.1	0	0	0	0	0	0.6±0.6	1.8±1.5	2.06±1.5

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

L'étude de l'évolution de la qualité de l'huile de soja avec et sans l'ajout de l'huile de noyau de dattes au cours de la friture a été réalisée par la détermination de deux indices de qualité l'indice d'acidité, l'indice de peroxyde et essentiellement la mesure de composés polaires.

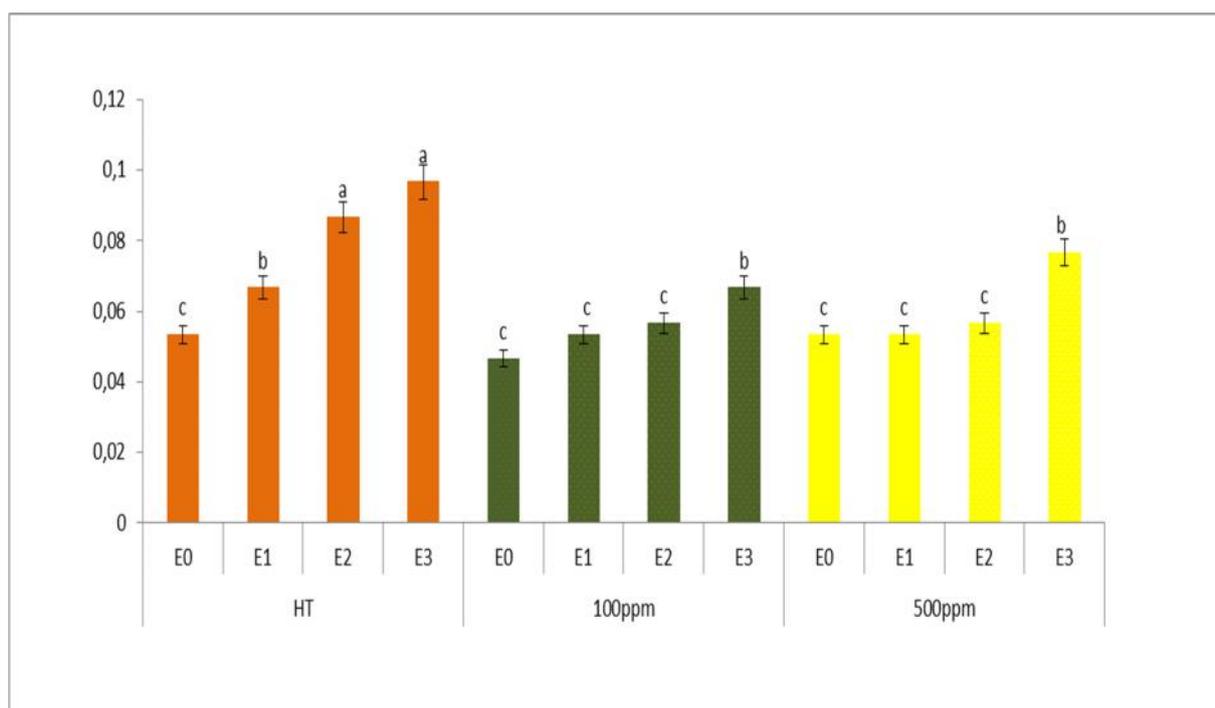
✓ **Acidité**

L'acidité de l'huiles de soja enrichie à 100ppmet à 500ppm a augmenté en fonction du nombre de friture, même cas avec l'huile de soja témoin, jusqu'à stabilisation, ainsi a la 5<sup>eme</sup> friture l'acidité de l'huile de soja avec huile de noyau de dattes à 100ppm et à 500ppm, passe de 0.05% (Non chauffée) pour atteindre 0.07%, pour à 100ppm et 0.08% pour l'huile de soja avec huile de noyau de dattes à 500ppm.

La 10<sup>eme</sup> friture, tandis qu'huile de soja témoin, l'acidité passe de 0.05% atteindre 0.1% cette dernière est plus élevée que celle d'huile avec huile des noyaux de datte à 100ppm et à 500ppm.

Cette fluctuation de l'acidité des deux huiles est probablement due à une dégradation hydrolytique occasionnée par la friture (température élevé et présence d'eau dans les aliments pomme de terre), et également aux séparant la prise d'échantillon et la friture, aussi l'analyse de proprement dite, engendrant ainsi la libération des acides gras libres (**Grandgirard, 1992**)(**Vitrac et al., 2003 ; Avellan et Alfos, 2005**).

L'analyse statistique pour l'indice d'acidité des huiles à chaque stade de friture a montré qu'il y a une différence significatives ( $p < 0.05$ ) entre l'huile de soja sans huile de noyau des dattes et aucune différence entre les huile de soja avec l'ajout de 100 et 500ppm d'huile des noyaux de datte.



**Figure3** :L'acidité des huiles au cours de la friture.

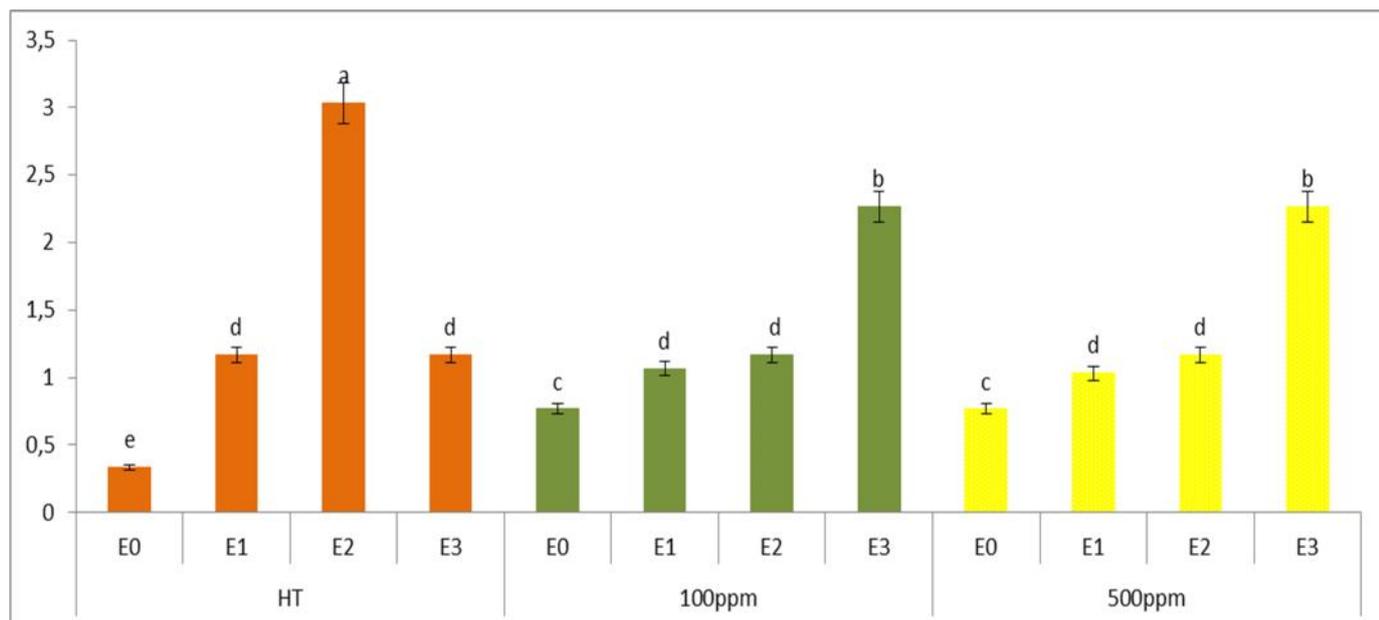
### ✓ Indice de peroxyde

Les valeurs obtenues pour l'indice de peroxyde pour l'huile de soja avec huile de noyau de dattes (100 et 500)ppm, évoluent de 0.8meq gO<sub>2</sub>/Kg (avant la friture) à 1.2 meq g O<sub>2</sub>/Kg, à la 5<sup>ème</sup> friture, pour atteindre un maximum de 2.3meqO<sub>2</sub>/Kg, à la 10<sup>ème</sup> friture, en revanche l'indice de peroxyde de l'huile de soja sans huile de noyau de dattes, passe de 0.3meq O<sub>2</sub> g/Kg (avant la friture) pour atteindre 3meq O<sub>2</sub> g/Kg à 5<sup>ème</sup> la friture, la valeur de l'indice de peroxyde diminue à la 10<sup>ème</sup> friture 1.2meq O<sub>2</sub>/ Kg.

La formation des peroxydes (composés primaires) pendant le procédé de friture s'explique par l'exposition de ces huiles à une haute température (180C°), et à l'air libre(O<sub>2</sub>), ceci favorise les réactions d'oxydation et par conséquent l'augmentation de l'indice de peroxyde (osawa et al., 2012). Ces produits radicalaires primaires, sont secondaires, tels que les aldéhydes, les cétones (vitras et al., 2003), ce qui explique la diminution de l'indice de peroxyde pour l'huile de soja témoin.

D'après les résultats obtenus, l'huile de soja enrichie présente une meilleure résistance au chauffage par rapport à l'huile de soja sans huile de noyau de dattes.

L'analyse statistique pour l'indice de peroxyde des huiles à chaque stade de friture a montré qu'il y a une différence significative (p<0.05) entre l'huile de soja sans huile de noyau des dattes et aucune différence entre les huiles de soja avec l'ajout de 100 et 500ppm d'huile des noyaux de datte.



**Figure 4:** L'indice de peroxyde des huiles au cours de friture

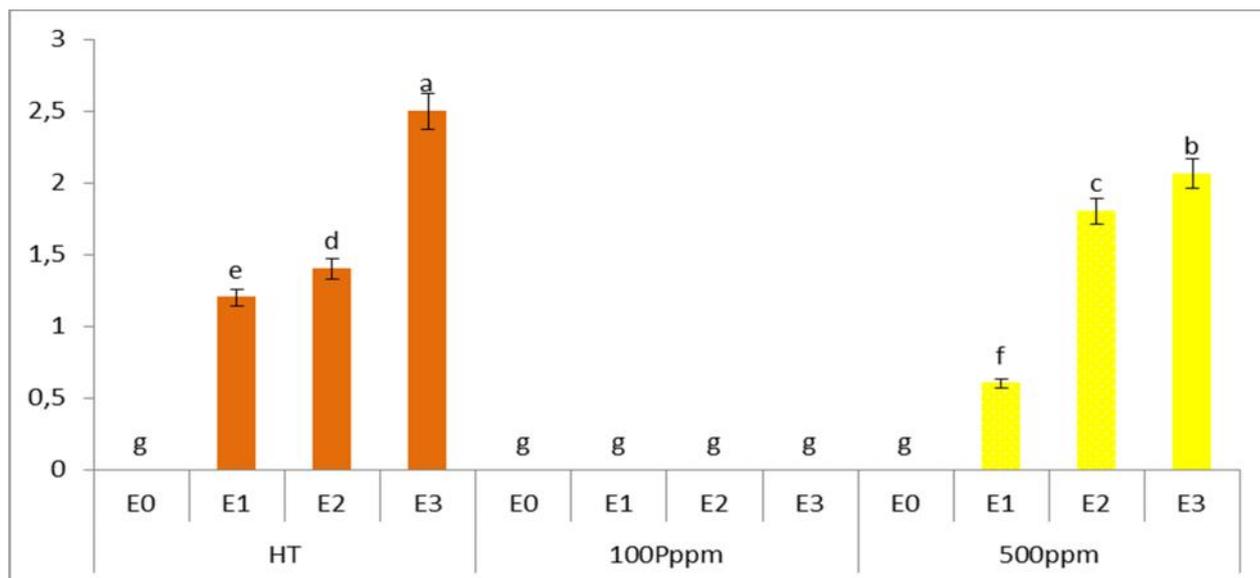
✓ **Composés polaires**

Le taux des composés polaires de l'huile de soja témoin, augmente avec l'augmentation de nombres de friture ceci a été déjà constaté par (Driss Izbaim *et al.*, 2010). En effet, passe de 0% (avant la friture) à 1.4% à la 5eme friture pour arriver à un taux de 2.5% à la 10<sup>eme</sup> friture

A 500ppm, la teneur en composés polaire passe de 0% (avant la friture) à 0.6% ) à la 1<sup>ere</sup> friture puis passe à 1.8% à la 5<sup>eme</sup> friture pour atteindre 2.06% à la 10<sup>eme</sup> friture. Par rapport à l'huile de soja témoin il y a une légère différence de teneur en composés polaires.

Par contre dans l'huile de soja avec huile de noyau de dattes à 100ppm, nous confirmons qu'aucune apparition des composés polaire n'a été enregistrée au cours des différentes fritures, ce qui est expliqué par sa richesse en composés phénoliques qui assure sa stabilité.

Plusieurs chercheurs considèrent la mesure des composés polaires l'un des indicateurs sur l'état de l'huile les plus significatifs, le taux des composé polaires indiquent la dégradation de l'huile et la dissociation des triglycérides qui augmentent significativement avec le nombre de friture (Billek, Cuhr, et Waibel, 1978), (Driss Izbaim *et al.*, 2010), (Fritch 1981., Gere 1982).



**Figure 5 :** le taux de composés polaires détectés au cours de la friture.

**Conclusion**

## Conclusion

Cette étude effectuée en collaboration avec le laboratoire de recherche et développement de l'entreprise Cévital, a pour objectif d'étudier l'effet de l'incorporation d'huile extraite des noyaux de la datte sur la qualité d'huile de table.

Le présent travail à apporter un supplément de connaissance sur la qualité physico-chimiques et antioxydants de l'huile du noyau de datte ce qui peut contribuer à mettre en relief la possibilité de sa valorisation. Dans cette optique, nous avons fait varier la quantité d'huile des noyaux de datte à ajouter dans l'huile de soja et de suivre l'évolution de sa qualité au cours de friture.

Ainsi, l'huile des noyaux de dattes de la variété *Mech-Degla* obtenue à (13,21 %) est une huile laurique-oléique, très riche en caroténoïdes (125,534 mg /kg), très riche en vitamine E et présente une remarquable activité antioxydante avec une résistance oxydative très intéressante et comparable à celle de l'huile de consommation. Cette huile peut être donc considérée comme un ingrédient fonctionnel dans la formulation d'une huile alimentaire. En effet, les résultats d'essai d'incorporation de l'extrait dans l'huile de table ainsi que l'estimation du taux des composés polaires, au cours de test de friture nous a permis de confirmer qu'à 100ppm une stabilité oxydative est obtenue.

Les résultats de notre étude confirment l'intérêt de l'ajout d'huile de dattes dans une huile de friture.

En perspectives, nous suggérons de :

- ✓ Trouver une méthode d'extraction adéquate ;
- ✓ Effectuer un test de toxicité (aigue et chronique) de cette huile ;
- ✓ Evaluer le pouvoir antioxydant et de définir les effets réels de la consommation de cette huile sur la santé humain.

# Références Bibliographiques

## A

**Abdel Nabey A.A, 1999.** chemical composition and oil characteristics of date pits of six Egyptian cultivars. Alexandria journal of agricultural research .Vol.44, No.1

**Al-Farsi A.M., Lee C.Y., 2008.** Optimization of phenolics and dietary fibre extraction from Date seeds. Food Chemistry, vol.108, pp. 977-985.

**Al-Hooti, S., Sidhu, J.S., Qabazard, H., 1998.** Physicochemical characteristic of five dates Fruit cultivars grown in the United Arab Emirates. Plant Foods for Human Nutrition, vol. 3pp. 44-46.

**Almana H.A., Mahmoud R.M., 1994.** Palme date seeds as an alternative source of dietary Fibre in Saudi bread. Ecology of food and nutrition, vol. 32, pp. 261-270.

**Al-Shahib W., Marshall R.J., 2003.** The fruit of date palm: its possible use as the best food For the future. International Journal of Food Sciences and Nutrition, vol.54, pp. 247-259.

**Al-Showiming S.S., 1990.** Chemical composition of some date palm seeds (*Phoenix dactylifera* L.) in Saudi Arabia. Arab Gulf J.Sci Res. Vol. 8, pp. 15-24.

**Al-Hooti S., Sidhu J. S., Qabazard H., 1998.** Chemical composition of seeds of date fruit Cultivars of United Arab Emirates. J.Food Sci.Technol., vol. 35, pp. 44-46.

**Abdel Nabey A.A, 1999.** chemical composition and oil characteristics of date pits of six Egyptian cultivars. Alexandria journal of agricultural research .Vol.44, No.1.

**Addoun A., Merzougui Z. et Belhachemi M., 2000.** Préparation et caractérisation de Matériaux a grand pouvoir absorbant. These Magistère.

**Al-Farsi M., Alasalvar C., Al-Abid C.M., Al-Shoaily K., Mansorah Al-Amry., Al-**

**Rawahy F., 2007.** Compositional and functional characteristics of dates, syrups, and there by-Products. Food Chemistry, vol. 104, pp.943–947.

**Achatet al,2012**

- Al-Farsi A.M., Lee C.Y., 2008.** Optimization of phenolics and dietary fiber extraction from Date seeds. *Food Chemistry*, vol.108, pp. 977-985.
- Alhamed Y.A., 2009.** Adsorption kinetics and performance of packed bed adsorber for Phenol removal using activated carbon from dates' stones. *J.Hazar.Mater.*10.1016/j.05.002;
- Al-Hooti, S., Sidhu, J.S., Qabazard, H., 1998.** Physicochemical characteristic of five dates Fruit cultivars grown in the United Arab Emirates. *Plant Foods for Human Nutrition*, vol. 35, pp. 44-46.
- Acourene S., Tama M., 1997.** Caractérisation physicochimique des principaux cultivars de Datte de la région des Zibans. *Recherche Agronomique*, N° 1. Ed. INRAA ,59-66.
- Al-Shahib W., Marshall R.J., 2003.** The fruit of date palm: its possible use as the best food for the future. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, vol.54.pp.247-259.
- Ali B.H, Bashir A.K., 1999.** Statut hormonal reproducteur de Hadrami G. d'Al des rats traits Avec des puits de date. *Nourriture Chem*, vol. 66, pp 437-41.
- Al-Hooti S.N., Sidhu J.S., Al-Saqer J.M., Amani A., 2002.** Chemical composition and Quality of date syrup as affected by pectinase/cellulose enzyme treatment. *Food Chemistry*, vol.79, pp.215-220.
- Afnor., 1988.** Recueil de normes françaises des corps gras, oléagineuses, Produit dérivés, Ed. AFNOR, 325p.
- Avellan A. V, Alfos C. (2005).** Valorisation non alimentaire des l'huiles de friture usagées en tant que lubrifiants biodégradable. *Oléagineux, corps gras ,lipides* 12(4) .
- Al-Turki S.M., 2008.** Antioxidant proprieties of Date Palm (*Phoenix dactylifera L.*) cultivars Department of Horticulture and landscape architecture.

## **B**

**Banat F., Sameer Al-Asheh, Leema Al-Makhadmeh., 2003.** Evaluation of the use of raw and activated date pits as potential adsorbents for dye containing waters. *Process Biochemistry*, vol. 39, pp. 193-202.

**Barreveld W H., 1993.** Date Palm Products. *Agricultural Services Bulletin*, N° 101, FAO, Rome, 39p.

**Besbes S, Christophe Blecker, Claude Deroanne, Neila bahloul1, Georges Lognay, Nour-Eddie Drira ET Hamadi Attia., 2004 b.** Date seed oil phenolic, tocopherol and Sterol profiles. *Journal of Food Lipids*, vol. 11, pp. 251–265.

**Besbes S., Christophe B., Claude D., Georges L., Nour-Eddine D., Hamadi A., 2005.** Heating effects on some quality characteristics of date seed oil. *Food Chemistry*, vol. 91, pp. 469–476.

**Besbes S., Christophe B., Claude D., Nour-Eddine D., Hamadi A., 2004a.** Date seeds: Chemical composition and characteristic profiles of the lipid fraction, *Food Chemistry*, vol. 84, pp. 577–584.

**Bouanani, S; Zeggar, M ; Alouadi, S., 2007.** Valorisation des noyaux de dates (*Phoenix Dactylifera*) variété Degla Baida par fractionnement des polysaccharides. *Revue des régions Arides*, 2007, pp. 40-45.

**Buelguedj M., 1996.** Caractéristiques des cultivars de dattiers du Sud-est du Sahara algérien. Volume I. Conception et réalisation : Filière "Cultures pérennes" de l'ITDAS, 67 p.

**Brahim S. et Boutagrabet K., 2008.** Activité antioxydants des extraits phénoliques de Quelques variétés de l'huile d'olive algérienne. Mémoire d'ingénieur en contrôle de qualité et analyse alimentaire. Université Abderrahmane MIRA de Bejaïa.

**Besbes S, Christophe Blecker, Claude Deroanne, Neila bahloul1, Georges Lognay, Nour-eddine DriraETHamadi Attia., 2004 b.** Date seedoilphenolic, tocopherol and Sterol profiles'. *Journal of Food Lipides*, vol. 11, pp. 251–265.

**Bester E, Butinar B, Bucar-Miklavcic M et Golob T. (2008)** chemical changes in extra virgin olive oils from slovenian Istra after treatment. Food Chemistry, 108: 446 -454.

**Bouchelta C., Mohamed .M., Odil B., Jean-Pierre B., 2008.** Préparation and caractérisation of activated carbon from date stone by physical activation with steam. J. Anal. Appl. Pyrolysis 82: 70-77.

**Barorun, T., Gressier, B., Trotin, F., Brunet, C., Dine, T., Luyckx, M., Vasseur, J., Czin, M., Can, J.C., Pinkas, M., 1996.** Oxygène species scavenging activity of phenolic extracts from hawthorn fresh plant organs and pharmaceutical preparations *Arzneimittelforschung* 46 (11), 1086-1089.

## C

**Cossut J. (2002)** . Les copes gras entre tradition et modernité. Projet réalisé dans le cadre du des Qualimapa institue agroalimentaire de Lille. 30-31

**Cherma. (2000).** Rev. Energ. Ren. : Production et Valorisation – Biomasse, 59-64.

## D

**Devshony S., Eteshola E., Shani A., 1992.** Characteristics and Some Potential applications of Date Palm ((*Phoenix dactylifera*.L.) Seeds and Seed Oil. *J.A.O.C.S.*, vol. 69, N°6, pp.595-597.

**Djerbi M., 1994.** Précis de phoeniciculture. F.A.O. Rome, 192 p.

**Djouab A., 2007.** Préparation et incorporation dans la margarine d'un extrait de dattes des Variétés sèches. Mémoire de magistère, Université M'hamed Bougara –Boumerdes.

**Delagoutte, Christian 2007.** « Huiles de friture et dangers », La Cuisine Collective, no 205, 2007, p. 58-60.

## E

**El Nemer A., Khaled A., Abdelwahab O., El-Sikaily A., 2007.** Treatment of wastewater containing toxic chromium using new activated carbon developed from date palm seed. *J.Hazard. Mater* .doi:10.1016/j.jhazmat.2007.06.091 (in press).

**Eymard S. (2003)** .Mise en évidence et suivi de l'oxydation des lipides au cours de la conservation et de la transformation du chinchard (*Trachurus trachurus*) : choix des procédés 126p. Thèse de doctorat : Nantes : université de Nantes : Ecole Doctorale Mécanique, Thermique et *Génie civil : laboratoire : IFREMER*

**El-Shurafa M.Y., Ahmed H.S., Abu- Naji S.E., 1982.** Date Palm.J.1, 75.

## F

**François R. (1974).** Généralités. Huileries. In«Les industries des corps gras». Ed Lavoisier :Paris. pp.32-138.

**Fomuso L. B. ; Akoh C. C., 2002.** Lipase-catalyzed acidolysis of olive oil and caprylic acid

**Fuhreret F, Limacher A, Mikle H, Truttman M, Friedli R, Pasquir M, Pfefferli H, Schneller R et Gremand G.(2005),**Graisses comestibles, huiles comestible et graisses émulsionnées. In : Manuel suisses alimentaires

## G

**Gutfinger T., 1981.** Polyphenols in olive virgin oils. *J.A.O.C.S.*, vol.58, pp. 966–968.

Gutiérrez F., Villafranca M.J., 2002. Castellano, Changes in the Main Components and Quality Indices of Virgin Olive Oil During Oxidation, *J.A.O.C.S.*, vol.79, N°7.

**Gustone, F.D., Harwood, J. L., Padley, F.B. (Eds.), 1986.**The lipid handbook London: Chapman et Hall. (pp.81).

**Geller, D.P., et Goodrum, J.W., 2000.**Rheology of vegetal oil analogs and triglycerides. *Journal of American Oli chemist's society*, 77,111-114. Grasse du noyau des dattes : essai d'incorporation dans une crème cosmétique de soin.

## H

**Hamada J.S., Hashim I.B., Sharif F;A., 2002.** Preliminary analysis and potential uses of Date pits in foods. Food Chemistry, vol.76, pp. 135-137.

**Hussein A.S., Alhadrami G.A., 2003.** Effect of Enzyme Supplementation and Diets Containing Date Pits on Growth and Feed Utilization of Broiler Chicks. Agricultural and Marine Sciences, vol.8, N°.2, pp. 67-71.

**Haimour et Emeish, 2006).**

**Halliwellet Gutteridge, JMC. (1990).** The antioxidants of human extra cellular fluids Archiochemistrybiophysic.(280), 8p

**(Hubert,**

**Hamada J.S., Hashim I.B., Sharif F; A., 2002.** Preliminary analysis and potential uses of Date pits in foods. Food Chemistry, vol.76, pp. 135-137

## J

**Jassim S.A. A., Naji M.A., 2007.**In vitro Evaluation of the Antiviral Activity of an Extract of Date Palm (Phoenix dactylifera L.) Pits on a Pseudomonas Phage. General Authority for Health Services for the Emirate of Abu Dhabi.

**Juntachote T., Berghofer E., Siebenhandl S., Bauer F., 2006.** The ant oxidativeproperties of Holy basil and Galangal in cooked ground pork. Meat Science, vol. 72, pp. 446-456.

**Jean, J.M., ,Annie F., Pascale S.M.,2006.**les polyphénols en agroalimentaires ,pp1-26.

## K

**KartikaI. A. (2005).**Nouveau procédé de fractionnement des grains de tournesol :expression et extraction en extruder bi-vis,purification de l'huile de tournesol. Thèse de doctorat de l'institut national polytechnique de Toulouse :333p

**Karleskind A.(1992).**Mauel des corps gras. Tome 1.Paris : Tec& Doc : lavoisier, 787p.ISBN :2-85206-662-9

## L

**Lisu Wang<sup>1</sup>, Jui-Hung Yen<sup>1</sup>, Hsiao-Ling Liang<sup>3</sup> and Ming-Jiuan Wu<sup>12003</sup>.** Antioxidant Effect of Methanol Extracts from Lotus Plumule and Blossom (*Nelumbonucifera* Gertn.). *Journal of Food and Drug Analysis*, Vol.11, No.1, 2003, p60-66 2002)

**Lecheb, 2010**

## M

**Marinova, E.M., Yanishlieva, N.V., 2003.** Antioxidant activity and mechanism of action of Some phenolic acids at ambient and high temperature. *Food Chemistry*, vol. 81, pp.189 -197.

**Mehran M., Filsoof M., 1974.** Characteristics of Iranian almond nuts and oils. *J.A.O.C.S.*, vol.51, N°11, pp. 433-434.

**(Marc F , Davin A, Degléne-Benbrahm L, Ferrand C, Baccaunad M et Fritsch P .(2004).** Méthodes d'évaluation du potentiel antioxydant dans les aliments. *Médecinesciences*, vol.20n°4, p .458-463.

## N

**Noui, Y 2007** caractéristique physico-chimique comparative des deux principes tissu cognitive de la pulpe de Mech Degla université de bomardasse . Thèse de Magistère.

## O

**Oomah, B.D., Ladet, S., Godfrey, D.V., Liang, J., et Girard, B., 2000.** Characteristics of raspberry (*Rubusidaeus* L.) seed oil. *Food Chemistry*, vol.69, pp. 187–193.

**Osman m. F., ben zayed a. A., alhadrami g. A., 1999.** Sulfuric acid treated date pits as dietary ingredients in tilapia (*oreochromisniloticus*) diets. *Bioresource Technology* 620-627.

**(osawa et al ., 2012).**

## **P**

**Prakash A., 2001.** antioxydant activity. Medallion Laboratoires. Analytical Progress, vol.19, N°2, pp.1-6.

**Perrin, J-L., 1992.** Détermination de l'altération dans « Manuel des corps gras ». Ed. TEC & DOC, Lavoisier, Paris, vol.2, pp. 1198-1218.

. (Platon, 1988).

## **R**

**Rolland Y.(2004)** . antioxydantnaturelevégetaux. BurgundybotanicalExtracts, Actiparc de pont de vaux, les Chapelles Sud , 01190 Reysouze –France , 11 :419-424.

**Rahmani M., 2007,** Methodes D'evaluation De La Stabilité Oxydative Des Lipides. Institut Agronomique et Vétérinaire Hassan II Département des Sciences Alimentaires et Nutritionnelles.

**Ribéreau-Gayon P., 1968.** Les composés phénoliques des végétaux. Ed. Dunod, Paris, pp. 173 - 201.

**Ribéreau-Gayon J., Peynaud E., Sudraud P. And Ribéreau-Gayon P., 1982.** Composés Phénoliques. In «Traité d'œnologie, sciences et technique du vin ».Ed. Dunod, pp. 477-499.

(Rasolohery, 2007).

**Rahman M.S, Kasapis S, Al-Kharusi N.S.Z, Al-Marhubi I.M, Khan A.J., 2007.**

Composition characterization and thermal transition of date pits powders. Journal of Food Engineering, vol.80, pp.1– 10

**Reynes.M; Bouabidi.H ., Piombo. G. R**

## **S**

**Sabah A. A., Jassim A., Naji, 2007.** In vitro Evaluation of the Antiviral Activity of an Extract of Date Palm (Phoenix dactylifera L.) Pits on a Pseudomonas Phage ; CAM , pp.1-6.

**Salvador, M. D., Aranda, F., Gomez-Alonso, S., Fregapane, G., 2001.** Cornicabra virgin olive oil a study of five crop seasons: composition, quality and oxidative stability. *Food Chemistry*, vol.74, pp. 274–276.

**Sass-Kiss A., Kiss J., Milotay P., Kerek M.M., Toth-Markus M., 2005.** Differences in anthocyanin and carotenoid content of fruits and vegetables. *Food Research International*, vol.38, pp. 1023 - 1029.

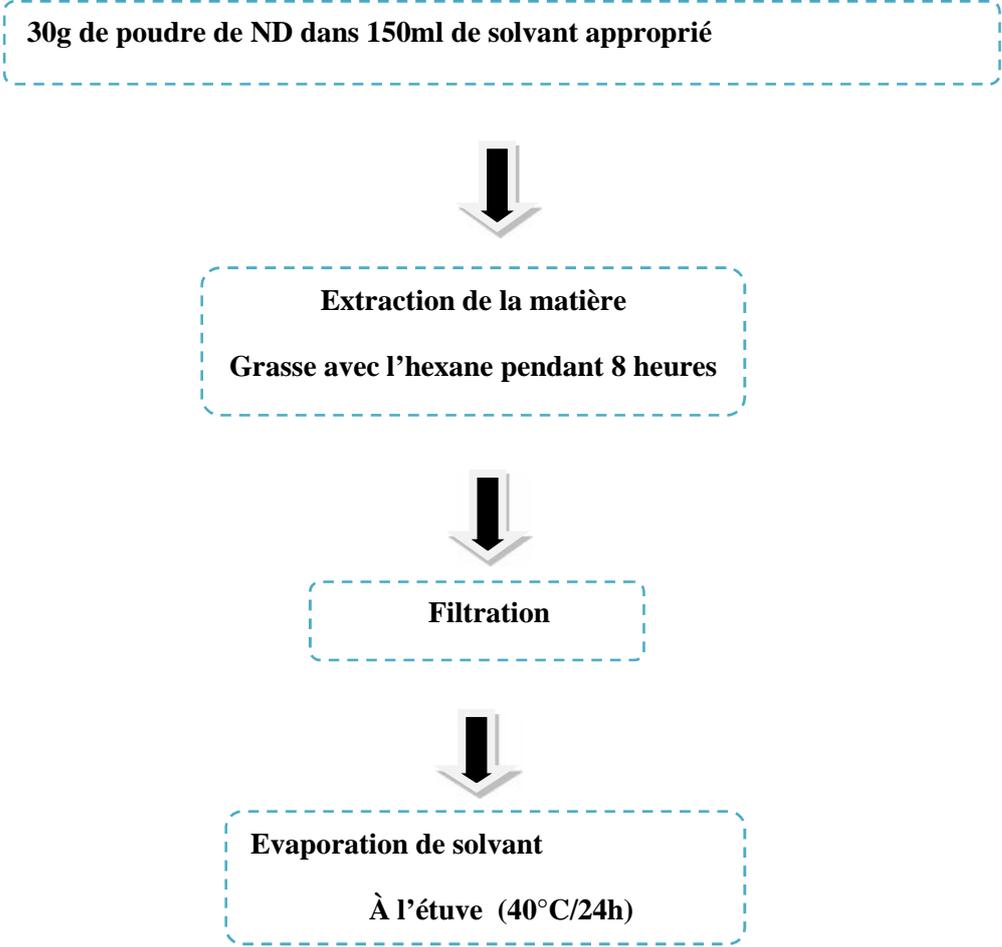
## **T**

**Tura D., Gigliotti C., Pedo S., Failla O., Bassi D. et Serraiocco A., 2007.** Influence of cultivar and site of cultivation on levels of lipophilic and hydrophilic antioxidants in virgin olive oils (*Olea europaea* L.) and correlations with oxidative stability. *Scientia Horticulturae*, vol.112, pp. 108-119.

## **U**

**Uzzan A., 1992.** Olive et huile d'olive. In : Manuel des corps gras. Ed. Tec et Doc. Lavoisier. Paris, pp. 221-228.

# **Annexe I**



**Figure 1: protocole de récupération de la phase gras**

### Taux d'humidité

La teneur en eau est déterminée sur une quantité d'huile (1g) séché dans une étuve réglée à une température de  $103 \pm 2$  °C, jusqu'à obtention d'un poids constant.

La teneur en eau est déterminée par la formule :

$$H\% = ( P_0 - P_1 ) / 100$$

**P<sub>0</sub>**: poids de l'échantillon avant séchage

**P<sub>1</sub>**: poids après séchage.

**P**: la prise d'essai

### Indice de réfraction

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

Indice de réfraction est de terminé par la formule

$$N_t D = N_{t'} D + 0,00035 (t - t')$$

**t'** = 40°C.

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

**N<sub>t</sub>D** : indice de réfraction à la température t.

**0,00035** : la variation de l'indice de réfraction des triglycérides par degré au voisinage de 40°C

## Absorbance dans l'ultraviolet

Une quantité 0,25g d'huile sont dissouts dans 25ml de cyclohexane. L'absorbance est mesurée a deux longueurs d'ondes 232nm et 270nm. Les coefficients d'extinction  $E_{232}$  et  $E_{270}$  sont exprimés par l'équation suivante :

$$1cm(\lambda) = A(\lambda) / C * d$$

$1cm(\lambda)$  : Densité optique à la longueur d'onde  $\lambda$  nm;

$A(\lambda)$  : densité optique à la longueur d'onde  $\lambda$  nm;

$C$  : Concentration de la solution à analyser en g/100 ml;

$d$  : Epaisseur de la cuve en cm.

## L'acidité

L'acidité de nos huiles est déterminée après dissolution de 10g d'huile dans 75ml d'alcool éthylique, les acides gras présents sont titrés a chaud a l'aide d'une solution

D'hydroxyde de sodium (0,1 N) en présence d'un indicateur coloré qui est la phénolphtaléine.

Un essai témoin (sans matière grasse) est réalisé dans les mêmes conditions. Les résultats sont exprimés en % (m/m) d'équivalent acide oléique selon la formule :

$$\text{Acidité (\%)} = (M \times N \times V) / \dots \times 10$$

**N** : Normalité de NaOH (0,1N)

**V** : Volume de la solution NaOH (ml).

**M** : Masse molaire de l'acide adapté pour l'expression  $M = 282\text{g/mol}$  pour l'acide oléique et

$M=254\text{ g/mol}$  pour l'acide palmitique.

: poids de la prise d'essai (g).

### L'indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est déterminé selon la méthode prédisant 2g d'huile est mis en solution avec 10 ml chloroforme, 15 ml d'acide acétique, et 1ml d'une solution saturée d'iodure de potassium sont ajoutés. Après réaction pendant 1min à l'obscurité, 75ml d'eau distillée est ajoutés et l'iode libéré est titré par une solution de thiosulfate de sodium à 0,002N en présence d'empois d'amidon comme indicateur.

Un essai témoin est réalisé dans la même condition. L'indice de peroxyde (IP) est exprimé milliéquivalent d'oxygène actif par kilogramme selon la formule :

$$IP (meqO_2 / kg) = N \times (V_1 - V_0) \times 100/m$$

**IP** : indice de peroxyde exprimé en milliéquivalent gramme par kilogramme.

**V<sub>0</sub>** : volume en ml de la solution de thiosulfate de sodium pour l'essai à blanc.

**V<sub>1</sub>** : volume en ml de la solution thiosulfate de sodium utilisée pour l'échantillon.

**N** : normalité de la solution de thiosulfate de sodium 0,002N.

**m** : masse de la prise d'essai.

### L'indice d'iode

Introduire la prise d'essai exactement pesée dans un flacon de 300 ml, bouchant à l'émeri préalablement lavé et séché, et la dissoudre dans 15 ml de tétrachlorure de carbone, puis ajouter 25 ml, exactement mesuré, du réactif de Wijs.

Boucher, agiter légèrement et placer le flacon à l'abri de la lumière pendant une à deux heures. Au bout de ce temps, ajouter 20ml de la solution d'iodure de potassium à 10%, et environ 150 ml d'eau, agiter et titrer l'iode libéré avec le thiosulfate de sodium (0,1 N) en présence d'empois d'amidon comme indicateur, à la fin de titrage, il faut agiter vivement.

L'indice d'iode déterminé Selon la formule :

$$II = (V0 - V1) \times 1,29 / P$$

**II** : indice d'iode en g/ 100 g.

**V0** : volume en ml de thiosulfate de sodium (0,1 N) utilisé pour l'essai avec l'échantillon.

**V1** : volume en ml de thiosulfate de sodium (0,1 N) utilisé pour l'essai à blanc.

**1,29** : nombre de gramme d'iode correspondant à 0,1 ml de thiosulfate de sodium (0,1N).

**P** : prise d'essai exprimée en g d'iode correspondant à 0,1ml de thiosulfate de sodium (0,1 N).

### Indice de saponification

La détermination de l'indice de saponification est réalisée Selon les étapes suivantes :

Une quantité d'un gramme d'huile est saponifiée à reflux par 25 ml de KOH éthanolique (0,5N) pendant une heure. L'excès du KOH est neutralisé par de l'acide hydrochlorique (HCl) (0,5N) en présence de phénophtaléine comme indicateur coloré. Un essai à blanc est réalisé dans les mêmes conditions sans l'huile.

L'indice de saponification sont calculés par la relation suivante:

$$IS = \frac{N(V_0 - \frac{V}{2})}{m} \times 56,1$$

**IS** : Indice de saponification.

**V<sub>0</sub>** : volume de HCl en ml dans l'essai à blanc en ml.

**V** : volume de HCl en ml nécessaire pour neutraliser l'excès de la potasse.

**m** : masse d'huile prise en gramme.

**N** : la normalité de la solution potassique.

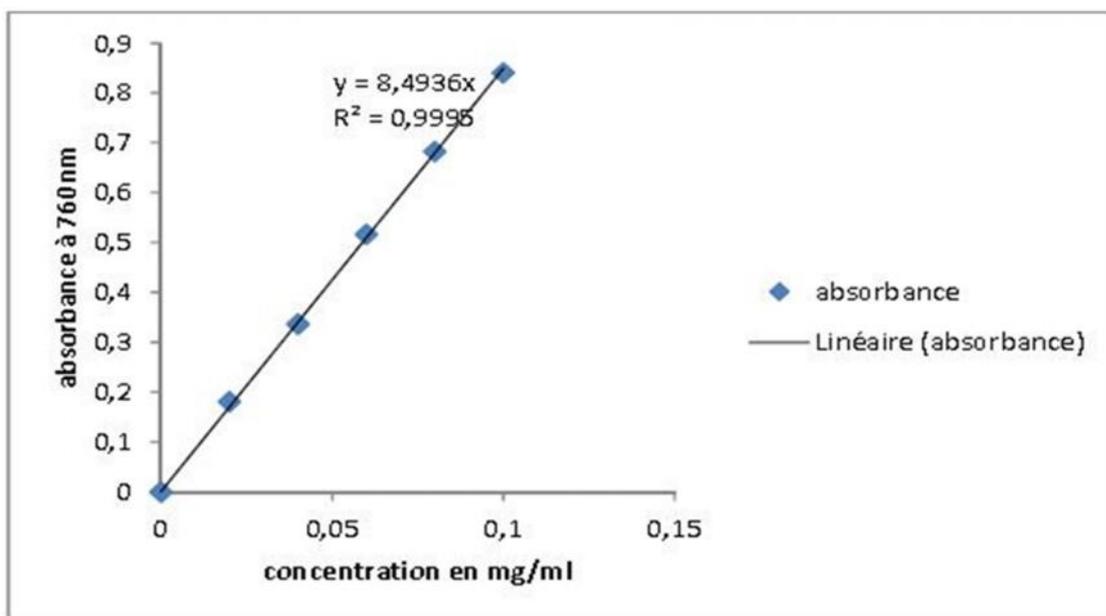
**56,1** : masse molaire de KOH (g).

**Figure2:** Les Mode opératoire de la caractéristique du l'huile noyau de datte .

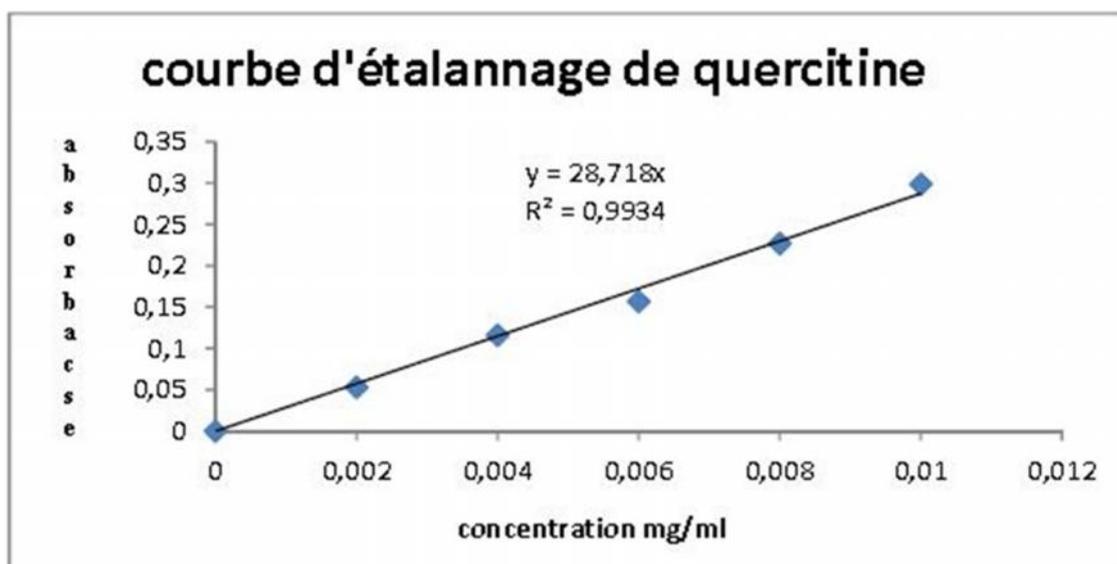
**Figure 4:** Composition moyenne en acides gras de différentes variétés de l'HND

Auteurs		<b>Al-Showiming (1990)</b>	<b>Al-Hooti et al. (1998)</b>	<b>Al-shahib Marshall (2003)</b>	<b>Besbes et al. (2004a)</b>
Acides gras					
Acide gras Sature	C8 : 0	-	-	-	-
	C10 : 0	0,3 – 0,5	6,3 – 7,1	0- 0,8	0,07 – 0,8
	C12 : 0	15,4 - 4,7	5,2 – 10,9	0 – 6	5,81 - 17,8
	C14 : 0	7,4 - 11,8	5,3 – 13	8,4 – 24,1	3,12 – 9,84
	C16 : 0	6,7 - 10,1	10,6 – 12,00	10,7 – 12,7	10,9 -15,0
	C17 : 0	0,1 - 0,5	1,4 – 3,7	11,1 – 13,0	-
	C18 : 0	0,2 - 1,3	0,7 – 3,0	-	3,0 – 5,67
	C20 : 0	0,5 - 1,3	0,5 – 0,8	2,8 – 4,8	-
	C21 : 0	0,1 - 0,6	0,6 – 0,7	-	-
	C22 : 0	0,2 - 2,2	-	-	-
	C23 : 0	0,1	-	-	-
Acide gras Insaturé	C14 : 1	0,1 - 0,5	57,1 – 58,3	-	-
	C16 : 1	42,6 - 56,9	11,6 – 58,8	40,6 – 52,8	0,11 – 1,52
	C18 : 1(9)	0,2 - 3,4	-	6 – 10,1	41,3 – 47,7
	C18 : 2	0,3 - 1,3	0,1 – 0,2	-	12,2 – 21,0
	C18 : 2(9, 12)	-	-	-	0,81 – 1,68
	C18 : 3	-	-	-	-

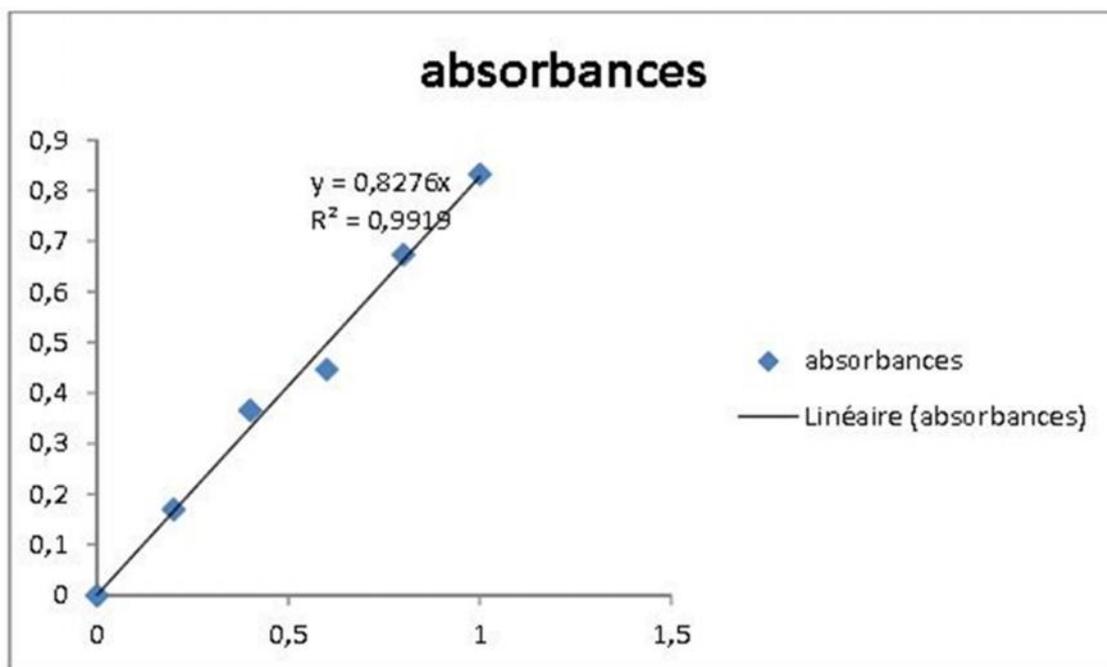
# Annexe II



**Figure I** : courbe d'étalonnage polyphénols totaux



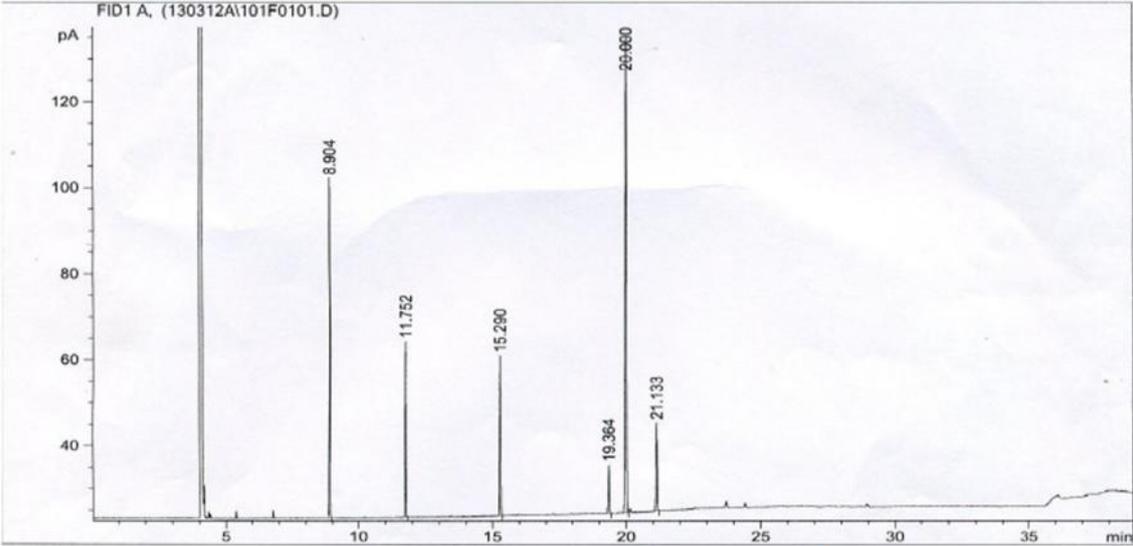
**Figure II** : courbe d'étalonnage des flavonoïdes.



**Figure III** : courbe d'étalonnage des caroténoïdes

# **Annexe III**

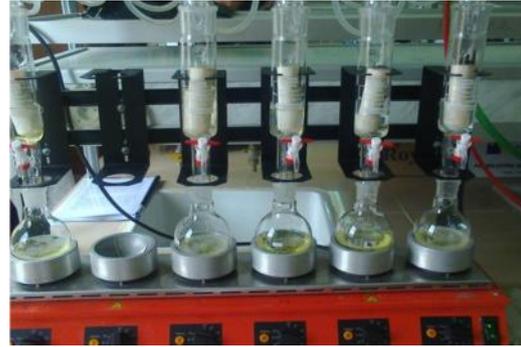
Chromatogramme de l'huile du noyau de dattes



# **Annexe IV**



**Photo I : l'étuve**



**Photo II : Appareil Soxhlet**



**Photo III : Appareils de Rancimat**



**Photo IV :** Un Spectromètre RMN



**Photo V:** l'agitateur magnétique



**Photo VI:** balance de précision



**Photo VII :** balance analytique



**Photo VIII :** Broyeur Electrique



**Photo IX** : doseur de composé polaire



**Photo** : la friteuse électriques

## Résumé

Le présent travail porte sur la valorisation du noyau de dattes de variété *Mech Degla* par l'extraction de l'huile obtenu dans l'extracteur Soxhlet en utilisant l'hexane comme solvant d'extraction et son incorporation dans une l'huile de table de friture

Dans un premier temps, les caractéristiques physicochimiques du noyau de dattes sont déterminées. Sa teneur en matière grasse est de  $13,21 \pm 0,21\%$ . L'activité antioxydant de l'huile du noyau de dattes est étudiée par détermination de la teneur en polyphénols et l'activité antiradicalaires. Sa teneur en polyphénols, en caroténoïde et en flavonoïde est respectivement de :  $(112,9194 \pm 26,5703 \text{ mg/kg})$ ,  $(125,534 \pm 0,109)$  et  $(15,7 \pm 0,7 \text{ mg/kg})$ .

Par ailleurs les huiles de tables utilisées pour les fritures sont connues par leur sensibilité à l'oxydation, car ils présentent un taux d'insaturation élevées et sont pauvres en antioxydants, en effet n'essai d'incorporation de l'extrait de l'huile des noyaux de datte dans une huile de table de friture, cette dernière a montré une résistance oxydative remarquable avec une amélioration des indices de qualité de huile de friture.

**Mots clés** : valorisation, noyaux de datte , extraction , huile de table friture

## Summary

This work concerns the valorization of the date core of variety *Mech Degla* by the extraction of oil obtained in the Soxhlet extractor by using hexane like solvent of extraction and its incorporation in salad oil of crackling

Initially, the physic-chemical characteristics of the date core are given. Its content of fat contents is of  $13,21 \pm 0,21\%$ . The antioxydant activity of the oil of the date core is studied by determination of the content polyphenols and the antiradicalaires activity. Its content of polyphenols, carotenoid and flavonoïde is respectively of:  $(112,9194 \pm 26,5703 \text{ mg/kg})$ ,  $(125,534 \pm 0,109)$  and  $(15,7 \pm 0,7 \text{ mg/kg})$ .

In addition the salad oils use for the cracklings are known by their sensitivity to oxidation, because they have a high rate of non-saturation and are low in antioxydants, indeed N test of incorporation of the extract of the oil of the date cores in a salad oil of crackling, the latter showed a remarkable oxidative resistance with an improvement of the indices of quality of oil of crackling

**Key words**: valorizations, cores of date,extraction,salad oil crackling

	<b>FICHE TECHNIQUE HUILE ALIMENTAIRE SOJA FINI</b>	N° Réf :	F-QHSE-334
		Date de révision :	08 Avril 2012
		Version :	4

**1. Description générale :** l'huile de soja produit par Cevital Agro-industrie, est fabriquée à partir de l'huile brute soja après neutralisation, décoloration et désodorisation.

## 2. Désignation :

### 2.1 Caractéristiques organoleptiques:

Odeur	Exempte d'odeur étrangère
Saveur	Exempte de saveur étrangère

### 2.2 Caractéristiques physico chimiques :

Analyses	Unité	Normes	Méthode d'essai
Indice d'Acidité <sup>(1)</sup>	mg KOH/g MG	0.6 Max	ISO 660 Deuxième édition 1996-05-15
Indice de peroxyde <sup>(1)</sup>	meq O2/ Kg huile	10 Max	I ISO 3960 Quatrième édition 2007-07-15
Matières volatiles à 105 °C <sup>(1)</sup>	%	0.2 Max	ISO 662 Deuxième édition 1998-09-15
Impuretés insolubles <sup>(1)</sup>	%	0.05 Max	ISO 663 Quatrième édition 2007-03-01
Oléate de sodium <sup>(1)</sup>	%	0.005 Max	A.O.C.S. Recommended Practice Cc 17-95 Changed 1995
Indice de réfraction à 40 °C <sup>(1)</sup>	n 40/D	1.466- 1.470	ISO 6320 Quatrième édition 2000-03-15
Densité apparente à 20°C <sup>(1)</sup>	g/ml	0.919 - 0.925	ISO 6883 Quatrième édition 2007-05-01
Couleur (5pouce et ¼) <sup>(2)</sup>	-	J : 12 R : 1,2	ISO 15305 Première édition 1998-09-15
Fer (Fe) <sup>(1)</sup>	mg/Kg	1.5 Max	A.O.C.S. méthode off Ca 18b-91 (03).
Cuivre (Cu) <sup>(1)</sup>	mg/Kg	0.1 Max	A.O.C.S. méthode off Ca 18b-91 (03).

**Approbateur :** Yacine KECILI  
Yacine KECILI  
Responsable management qualité

**Visa :**



	<b>FICHE TECHNIQUE HUILE ALIMENTAIRE SOJA FINI</b>	N° Réf :	F-QHSE-334
		Date de révision :	08 Avril 2012
		Version :	4

### 2.3 Caractéristiques relatives aux contaminants:

Contaminants		Unités	Normes
Arsenic <sup>(1)</sup>		mg/Kg	0,1 Max
Plomb <sup>(1)</sup>		mg/Kg	0,1 Max
Dioxines et PCB <sup>(3)</sup>	Somme des dioxines	Pg/g de graisse	0,75 Max
	Somme des dioxines et PCB de type dioxine		1,25 Max
	Somme des PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 138, PCB 153 et PCB 180	ng/g de graisse	40 Max

<sup>(1)</sup> Codex alimentarius

<sup>(2)</sup> Norme interne

<sup>(3)</sup> Règlement (UE) N°1259/ 2011

<sup>(4)</sup> Règlement (UE) N° 835/2011

<sup>(5)</sup> Norme interne (vu, le règlement CE N°1151/2009, abrogeant la décision 2008/433/CE.

### 2.4 Conditionnement :

Huile de soja est conditionnée en vrac.

### 3. Recommandations de stockage :

. Conditions de stockage recommandées : Température ambiante à l'abri de la lumière et des sources de chaleur, dans un endroit propre, sec et tempéré.

**4. Date limite d'utilisation :** deux ans à partir de la date de fabrication.

### 5. Étiquetage :

Conformément aux décrets (exécutif n° 05-483 du 20 Dhou El Kaada 1426 correspondant au 22 décembre 2005° relatifs à l'étiquetage des denrées alimentaires.

-Directive 2000/13/CE

-Directive 90/496/CE

**6. Méthode de distribution :** la distribution se fait par camions citernes (huile-en vrac) pour les clients.

### 7. Utilisations prévues :

-Huile de soja est destinée pour l'utilisation dans l'industrie agroalimentaire.

	<b>FICHE TECHNIQUE HUILE ALIMENTAIRE SOJA FINI</b>	N° Réf :	F-QHSE-334
		Date de révision :	08 Avril 2012
		Version :	4

**8. Mauvais usage :** Ne pas chauffer au-delà de 180°C

**9. Allergènes :**

Liste des allergènes	Produit	Usine	Observation
Lait et produits à base de lait (y compris le lactose)	abs	abs	
Fruits à coque <sup>(*)</sup>	abs	abs	
Œufs et produits à base d'œufs	abs	abs	
Soja et produits à base de soja	abs	abs	Le soja entièrement raffiné n'est pas un allergène selon la directive 2007/68/CE
Moutarde et produits à base de moutarde	abs	abs	
Crustacés et produits à base de crustacés	abs	abs	
Poissons et produits à base de poissons	abs	abs	
Céleri et produits à base de céleri	abs	abs	
Graines de sésame et produits à base de graines de sésame	abs	abs	
Arachides et produits à base d'arachides.	abs	abs	
Céréales contenant du gluten <sup>(**)</sup>	abs	abs	
Anhydride sulfureux et sulfites <sup>(***)</sup>	abs	abs	
Lupin et produits à base de lupin	abs	abs	
Mollusques et produits à base de mollusque.	abs	abs	

	<b>FICHE TECHNIQUE HUILE ALIMENTAIRE SOJA FINI</b>	N° Réf :	F-QHSE-334
		Date de révision :	08 Avril 2012
		Version :	4

(\*) : Amandes (*Amygdalus communis* L.), noisettes (*Corylus avellana*), noix (*Juglans regia*), noix de cajou (*Anacardium occidentale*), noix de pécan [*Carya illinoensis* (Wangenh.) K. Koch], noix du Brésil (*Bertholletia excelsa*), pistaches (*Pistacia vera*), noix de Macadamia et noix du Queensland (*Macadamia ternifolia*), et produits à base de ces fruits. (\*\*): Blé, seigle, orge, avoine, épeautre, kamut ou leurs souches hybridées), et produits à base de ces céréales.

(\*\*\*) : En concentrations de plus de 10 mg/kg ou 10 mg/litre exprimées en SO<sub>2</sub>

## 10. Documents de référence :

- ✓ Codex alimentarius –Stan 210 (2005). (1)
- ✓ Norme interne. (2)
- ✓ Directive 2007/68/CE du 27 novembre 2007 modifiant l'annexe III bis de la directive 2000/13/CE du parlement européen et du conseil en ce qui concerne certains ingrédients alimentaires. (3)
- ✓ Règlement (UE) N°1259/2011. (1\*)
- ✓ Directive 2000/13/CE
- ✓ Directive 90/496/CE

## Mise à jour :

Cette fiche technique est appelée à être modifiée en fonction des circonstances (Législation, Changement de la matière première et de son origine, changement de la méthode de production ... etc.).