

## Mémoire de Master

Présenté par :

- BOUHI Sara
- BENTOUATI Yasmina

*En vue de l'obtention du diplôme de Master en Chimie*

*Spécialité : Chimie Analytique*

**Thème :**

Contribution à l'étude de l'influence des fritures  
sur les caractéristiques physico-chimiques de  
l'huile de soja

**Soutenu le : 09 /07/2019**

**Devant le jury composé de :**

Nom & Prénom	Département d'affiliation	Qualité
Brahmi Daouia	Chimie	Présidente
Meddouri Melaaz	Chimie	Examinatrice
Ait Ahmed Nadia	Chimie	Encadreur

**2018-2019**

# *Remerciement*

*Nous tenons spécialement à remercier notre promotrice, **Ait Ahmed Nadia** d'avoir accepté de nous encadrer et de nous avoir transmis tous les moyens afin de réussir notre travail, mais aussi pour sa patience, sa confiance, sa disponibilité et ses conseils déterminants.*

*Nous tenons également à remercier **MR Addar** chef de service du laboratoire raffinage à **COGB LABELLE** qui nous a été la source généreuse de l'aide, du soutien du bon conseil et l'optimale orientation.*

*Nous remercions **les techniciennes** du laboratoire de Génie des Procédés (**LGP**) de*

*l'université **A-Mira de Bejaia***

*Nous remercions **nos enseignants** du département Chimie, qui ont contribué à notre formation.*

*Nos sentiments de reconnaissances et nos remerciements vont également à l'encontre de toute personne qui a participé de près ou de loin, directement ou indirectement à la réalisation de ce travail.*

## **Dédicace**

*Cet évènement de mon parcours universitaire me donne la grande opportunité de dédier ce modeste travail :*

*A Celui qui a attendue avec patience les fruits de sa bonne éducation et qui a consacré toute sa vie pour me guider « à la mémoire de mon **papa** qui me manque éperdument qui est constamment dans mon cœur et qui a toujours été la source de ma motivation, je lui dédie aujourd'hui ma réussite ; que dieu l'accueil dans son vaste paradis.*

*A ma très chère **maman** qui a toujours rêvé de ma réussite « Aucune dédicace ne saurait exprimer mon respect, mon amour éternel et ma considération pour tes sacrifices »*

*À mes chères sœurs*

*« **Sonia et Hanane** »*

*À mon adorable petit frère « **Badis** »*

*À mon oncle « **AZIZ** » qui m'as soutenu dans tout ce que j'ai entrepris*

*À mes douces cousines*

*« **Nourhane, Melissa, et plus particulièrement « Aline** » qui a toujours été là pour moi en me soutenant dans les périodes les plus difficiles*

*À mes amis*

*« **kakou, Ferhat, Moussa, Simoo, Samoo, Hana et Mina** »*

*À celle avec qui j'ai partagé toutes ces années d'études et plus précisément ce projet de fin de cycle ma binôme « **Yasmina** »*

*Et en fin À toutes personne qui a contribué à la réussite de mon travail.*

**Sara**

## *Dédicace*

Ce travail est dédié tout d'abord À **mes chers parents**, pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur soutien et leurs prières tout au long de mes études, Permettez-moi de vous exprimer mon grand amour. Je suis très fière d'être votre fille et de pouvoir enfin réaliser, ce que vous avez tant espéré et attendu de moi.

À **ma chère grand-mère paternelle**, Que ce modeste travail, soit l'expression des vœux que tu n'as cessé de formuler dans tes prières. Que Dieu te préserve santé et longue vie.

À mes chers frères, « **ZAHIR et ALI** », et leurs femmes « **SABINE et SOUHILA** », pour leur appui et leur encouragement.

À mes très chères sœurs, « **FATIHA et HASSIBA** », et leurs mariés « **DJILALI et AMAR** », En signe de l'affection et du grand amour que je vous porte, les mots sont insuffisants pour exprimer ma profonde estime. Vous êtes les personnes qui assure leurs rôle comme il faut, je n'oublierais jamais votre encouragement et votre soutien le long de mes études.

À mes chers petits neveux et nièces « **SHAHINE, SHANYA, MANIS, LEA, ILYAN ET ILINE** » Tous les mots ne saurait exprimer tout l'amour que j'ai pour vous. Puisse Dieu vous garder, éclairer votre route et vous aider à réaliser à votre tour vos vœux les plus chers.

À mes tantes et oncles paternels plus particulièrement mon oncle **HAFIT** que je considère comme un deuxième père et leurs conjoints.

À mes tantes et oncles maternels et leurs conjoints.

À mes chers cousins et cousines, « **HAMZA, TOFIK, SOUAD, ASMA, CHAHINAZ, MANEL, SAMIHA, LAMIA, BIBA, KANZA** » plus particulièrement « **MILAZ** » qui a toujours été là pour moi en me soutenant dans les périodes les plus difficiles.

À mon tres cher fiancé « **NADJIM** » pour son encouragement.

A mes chères amis, « **SONIA, RAFIKA, SIHAM, DJIDA, FAIZA, FARHATH, MOUSSA** » plus particulièrement ma meilleure amie « **LYNDA** » Merci d'être toujours là, dans les meilleurs comme dans les pires moments.

À celle avec qui j'ai partagé toutes ces années d'études et plus précisément ce projet de fin d'étude ma binôme « **SARA** ».

Ainsi que tous ceux qui auront l'occasion de lire ce rapport.

**YASMINA**

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

## **Chapitre 1 : étude bibliographique**

Partie I : Généralités sur les corps gras.....	3
I.1.Définition des acides gras .....	3
I.2.Compositions en acides gras et autre nutriments.....	4
I.2.1.Triglycérides.....	4
I.2. 2.Les acides gras saturés.....	4
I.2.3.Les acides gras insaturés.....	4
I.3.Rôle biologiques et nutritionnels des lipides.....	6
I.4.Les tocophérols.....	7
II.Généralités sur les huiles.....	8
II.1.Type d'huiles.....	8
II.1.1. Huile vierge.....	8
II.1.2. Raffinée.....	8
II.2. Raffinage des huiles.....	8
II.3. huile de soja.....	10
II.3.1. Origine et historique de soja.....	10
II.3.1.1. La plante.....	10
II.3.1.2.La graine.....	11
II.3.2.Définition de l'huile de soja.....	12
II.4.Les étapes d'extraction des huiles.....	12

II.4.1.Extraction de l'huile par pression (extraction physique).....	12
II.4.1.1.Aplatissage.....	12
II.4.1.2.Pressage à froid.....	12
II.4.1.3.Cuisson.....	12
II.4.1.4.Le pressage à chaud.....	12
II.4.2.Extraction par solvant (extraction chimique).....	13
II.4.2.1.La distillation du miscella.....	13
II.4.2.2. La désolvantisation.....	13
II.5.Les différentes huiles commercialisées en Algérie et leurs compositions .....	13
Partie II : La friture.....	15
II.1.Généralités.....	15
II.2.Définition .....	15
II.3.L'opération de fritures .....	15
II.4.Les points critiques de l'huile.....	16

II.4.1.L'huile.....	16
II .4.1.1.Vieillessement.....	16
II.4.2.La pomme de terre.....	16
II.4.2.1 Format de la frite (allumette, coupe régulière, cube).....	16
II.4.3.Cuisson.....	17
II.4.3.1.Évaporation d'eau.....	17
II.4.3.2.Texture.....	17
II.4.3.3.Température de friture.....	17
II.4.3.4.Ratio frite / huile.....	18
II.4.4.Traitements post-friture (refroidissement).....	18
II.5.Les réactions de dégradation des huiles.....	19
II.5.1.Réactions d'oxydation.....	19
II.5.2. Réactions de polymérisation.....	19
II.5.3. Réactions d'hydrolyse.....	19
II.6. L'altération des huiles et des graisses alimentaires.....	19

## Chapitre 2 : matériels et méthodes

I. Introduction.....	21
II. Echantillonnage.....	21
III. Analyses physiques.....	22
III.1.Densité relative.....	22
III.2.Indice de réfraction.....	23
IV. Analyses chimiques.....	24
IV.1.Indice d'acide et Acidité.....	24
IV.2.Indice de saponification.....	26
IV.3.Indice de peroxyde.....	28
IV.4.Indice d'iode.....	30
IV.5.Indice d'ester.....	32
IV.6.Taux d'impuretés.....	32
IV.7.Détermination de la couleur.....	32
IV.8.Tocophérols (vitamine E ).....	33

## Chapitre 3 : résultats et discussions

I. Analyses physiques.....	34
I.1 Densité.....	35
I.2 Indice de réfraction.....	36
II. Analyses chimiques .....	37
II.1.L'acidité et l'indice d'acide .....	37
II.2.Indice de saponification.....	39
II.3.Indice de peroxyde.....	41
II.4.Indice d'iode.....	42
II.5.Indice d'ester et pourcentages d'impuretés.....	43
II.6.Tocophérol.....	46
Conclusion générale.....	48
Références bibliographiques.....	50

## Liste des figures

figure I.1 : Composition panoramique des corps gras et importance relative des principales classes décomposés.....	6
figure I.2 : Raffinage par voie chimique : étapes et composés éliminés.....	9
figure I.3 : Raffinage par distillation neutralisante (raffinage « physique ») : étapes et composés éliminés.....	10
figure I.4 : Teneur en matières grasses (en pourcentage) des frites selon leur format découpé.....	17
Figure III. 1 : Evolution de la densité en fonction des fritures répétées.....	35
Figure III. 2 : Evolution de l'indice de réfraction en fonction des fritures répétées..	37
Figure III. 3 : Evolution de l'acidité en fonction des fritures répétées.....	38
Figure III.4 : Evolution de l'indice d'acide en fonction des fritures répétées.....	39
Figure III.5 : Evolution de l'indice de saponification en fonction des fritures répétées.....	40
Figure III.5: Evolution de l'indice de peroxyde en fonction des fritures répétées.....	42
Figure III.6 : Evolution de l'indice d'iode en fonction des fritures répétées.....	43
Figure III.8 : Evolution de l'indice d'ester en fonction des fritures répétées.....	45
Figure III.9 : Evolution de taux d'impureté en fonction des fritures répétées.....	45
Figure III.7 : Evolution de l'absorbance en fonction des fritures répétées.....	47

## Liste des tableaux

Tableau I.1 : différentes huiles produites en Algérie avec leur composition.....	14
Tableau I.2 : températures critiques des différentes huiles.....	18
Tableau I.3 : Principales voies de formation d'espèces chimiques nouvelles.....	20
Tableau III.1 : normes d'entreprise et Codex Alimentarius pour l'huile de soja.....	34
Tableau III. 2 : Evolution de la densité en fonction des fritures successives.....	35
Tableau III. 3 : Evaluation de l'indice de réfraction en fonction des fritures successives.....	36
Tableau III.4 : Evaluation de l'acidité au cours des fritures.....	38
Tableau III.5 : Evolution de l'indice de saponification en fonction des fritures successives.....	40
Tableau III. 6 : Evolution du l'indice de peroxyde au cours des fritures.....	41
Tableau III. 7 : Evolution de l'indice d'iode au cours des fritures.....	43
Tableau III.8 : Evolution des indices d'ester et Taux d'impureté au cours des fritures.....	44
Tableau III.9 : Evolution de l'absorbance au cour des fritures.....	46

## Liste des images

Image I.1 : (a) Gousse verte du soja (b) : Plante du soja.....	11
image I.2 : graine de soja.....	11
Image II.1 : début de friture a une température précise.....	21
Image II.2 : échantillon d'huile apres plusieurs fritures.....	21
Image II.3 : (a) masse du pycnomètre à vide, (b) pycnomètre, (c) bain mari à 20°C.....	22
Image II.4 : refractomètre à température ambiante.....	23
Image II.5 : chauffage jusqu'à l'ébullition.....	25
image II.6 : solutions préparées.....	27
Image II. 7 : Montage à reflux.....	27
Image II. 8 : après l'ajout d'amidon.....	29
Image II. 9 : solutions préparées.....	31
Image II. 10 : étapes d'utilisation d'un LOVIBOND.....	33

## Liste des abréviations

**AGMI** : Acide gras mono-insaturé

**°C** : degré Celsius

**D<sub>20</sub>** : densité à température 20

**g** : gramme

**I.A** : indice d'acide

**I.E** : indice d'ester

**I.I** : indice d'iode

**I.P** : indice de peroxyde

**I.S** : indice de saponification

**Kg** : kilogramme

**m** : masse

**micro.g/g** : microgramme par gramme

**m.équ/kg** : milliéquivalent gramme par kilogramme

**ml** : millilitre

**m.mol/kg** : millimole par kilogramme

**mg** : milligramme

**mn** : minute

**nm** : nanomètre

**UV** : ultra-violet

**λ** : lambda

**n** : nombre de carbone

**p** : nombre de doublet liaison

**(C16 :0)** : acide gras saturé

**(C18 : 1)** : acide gras insaturé une seule doublet liaison

# **Introduction générale**

## Introduction générale

Les huiles et graisses végétales jouent un rôle majeur dans notre alimentation, nous les consommons directement sous forme d'huile raffinée ou vierge, ou bien indirectement via de nombreux produits de l'industrie agroalimentaire. elles contiennent moins d'acides gras saturés que d'acides gras insaturés qui sont maintenant préférés, mais malheureusement les acides gras insaturés sont fragiles et forment pendant la cuisson des produits nocifs pour la santé et perdent par la même occasion tout le bénéfice de leur qualificatif « acides gras essentiels » .

Une huile alimentaire est une huile végétale comestible fluide à la température de 15°C. Elle est constituée de 100% de lipides environ 99% de triglycérides et 1% de vitamine E.

Cette vitamine appelée tocophérol possède des propriétés antioxydantes qui protègent certains éléments (acides gras essentielles) nécessaires au fonctionnement des cellules de l'organisme contre leur oxydation. La tocophérol est soluble dans les graisses, elle existe sous 8 formes ou isomères : alpha-, bêta-, gamma- et delta-tocophérol ainsi alpha-, bêta-, gamma- et delta-tocotriénol.

Certaines huiles peuvent supporter des températures bien plus hautes que d'autres, comme l'huile de soja puisque il est riche en acide linoléique (50%) et en acide oléique (24%) et comprend 15 % d'acides gras saturés, c'est pour cette raison que l'huile de soja est meilleure pour la friture.

En générale l'utilisation des huiles de friture à plusieurs reprises et à de hautes températures peut produire des constituants qui compromettent non seulement la qualité nutritionnelle des aliments, mais peuvent aussi être à l'origine de la formation de composés chimiques ayant des effets néfastes sur la santé du consommateur. Ces derniers, se montrent de plus en plus exigeant en termes de qualité, la sécurité alimentaire et les aspects nutritionnels sont au centre des préoccupations sociétales actuelles.

Sous l'influence d'une élévation importante de la température, les corps gras se dégradent suivant des processus parfois mal connus qui aboutissent à la formation de composés d'oxydation, de polymérisation, d'isomérisation et d'hydrolyse dont on peut craindre la toxicité pour l'organisme humain (**Le Floch et al., 1968**)

Depuis plusieurs années, de nombreux travaux ont été consacrés à l'étude des modifications chimiques des corps gras au cours du chauffage et à l'incidence de ces transformations sur, la valeur nutritionnelle des produits obtenus en relation avec la santé du consommateur. C'est dans ce cadre que s'inscrit ce travail dont l'objectif est contribution à l'étude de l'influence des fritures sur les caractéristiques physico-chimiques de l'huile de soja.

Pour cela notre travail a été réparti comme suit :

***Synthèses bibliographique*** : qui présente deux parties :

- La première partie : dans laquelle nous rapportons des généralités sur les corps gras qui constituent les huiles végétales notamment l'huile de soja.
- Dans la deuxième partie : nous traitons des généralités sur les fritures, les réactions de dégradation et l'altération des huiles et des graisses alimentaires.

***Matériels et méthodes***: nous décrivons les modes opératoires réalisés pour la détermination des caractéristiques physico-chimiques de l'huile de soja au cours des fritures successives (Indice d'acide, indice d'ester, indice de saponification, indice de peroxyde, indice d'iode, indice de réfraction, densité, taux d'impureté, l'acidité, la couleur et la tocophérol).

***Résultats et discussion*** : traitement et discussion des résultats obtenus comparés à la norme du **Codex Alimentarius.1983, et à la norme d'entreprise (COGB LABELLE).**

# **Chapitre I**

## **ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE**

## Partie I : Généralités sur les corps gras

Les acides gras sont apportés par l'alimentation, mais la régulation de la composition des membranes cellulaires et par-delà du métabolisme intracellulaire des acides gras est beaucoup trop fine pour ne dépendre que des apports alimentaires en acides gras. **(Colette. C, Monnier. L, 2011).**

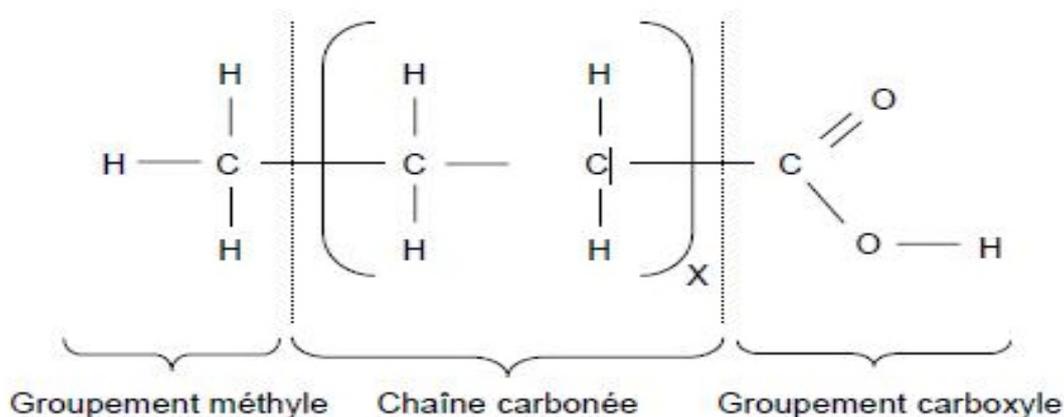
Ces acides gras sont désignés aussi sous le nom de lipides qui font partie d'un ensemble complexe de composés organiques. Ces lipides sont caractérisés par leur insolubilité dans l'eau et leur solubilité dans les solvants organiques tels que l'hexane, l'éther éthylique et le chloroforme.

### I.1 Définition des acides gras :

Les acides gras sont des acides carboxyliques à chaîne carbonée. Ce sont des constituants des graisses et des lipides membranaires. Ces composés peuvent être saturés ou insaturés, hydroxylés ou ramifiés **(Weil JH, 1995).**

Les acides gras sont classés selon le nombre d'atomes de carbone et des insaturations présents dans leur structure; ce qui leur confère des propriétés différentes.

Ce sont des acides organiques faibles. Ils ne possèdent qu'une seule fonction acide organique (carboxyle) par molécule et sont formés d'oxygène, d'hydrogène et de carbone.



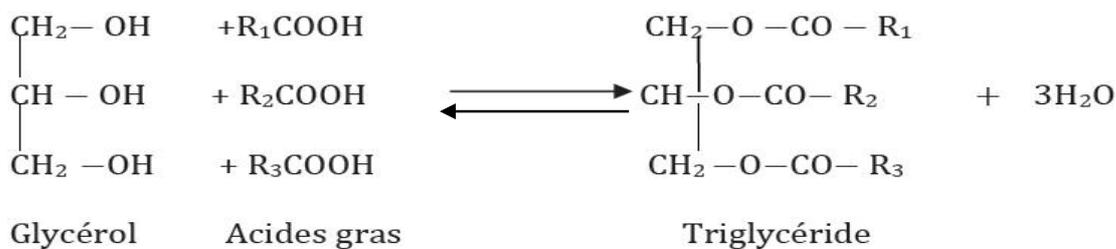
Structure générale d'un acide gras

## I.2 Compositions en acides gras et autre nutriments :

Les corps gras, qu'ils proviennent d'organismes animaux ou végétaux, correspondent à la partie « graisses neutres » de la fraction lipidique totale. Les principaux constituants des corps gras sont :

### I.2.1. Triglycérides

Les triglycérides sont les constituants les plus abondants. Ils résultent de l'estérification des trois fonctions alcool du glycérol par trois acides gras. Ils peuvent être homogènes lorsque les molécules d'acides gras qui estérifient le glycérol sont identiques et hétérogènes ou mixte dans le cas contraire (**Michel O, 2003**).



**Réaction 1** : réaction d'estérification

### I.2.2. Les acides gras saturés

Ils sont pour formule générale :  $\text{H}_3\text{C}-\text{CH}_2(n)-\text{COOH}$

Dans les huiles, les acides gras les plus fréquemment rencontrés sont l'acide palmitique (C16 :0) et l'acide stérique (C18 :0). Les acides gras saturés ayant un nombre de carbone supérieur à 10 sont solides et assez stables à la température ambiante (**Weil JH, 1995**).

La libre rotation autour de chacune des liaisons carbonées rend ces molécules extrêmement flexibles.

### I.2.3. Les acides gras insaturés :

De nombreux acides gras contiennent une ou plusieurs doubles liaisons, ils sont dits insaturés. Au niveau d'une double liaison il manque deux atomes d'hydrogène du même côté

de la molécule, l'espace ainsi libéré crée un point faiblesse dans la chaîne qui entraîne une angulation (**Karleskind A, 1992**).

➤ **Les acides gras mono insaturés**

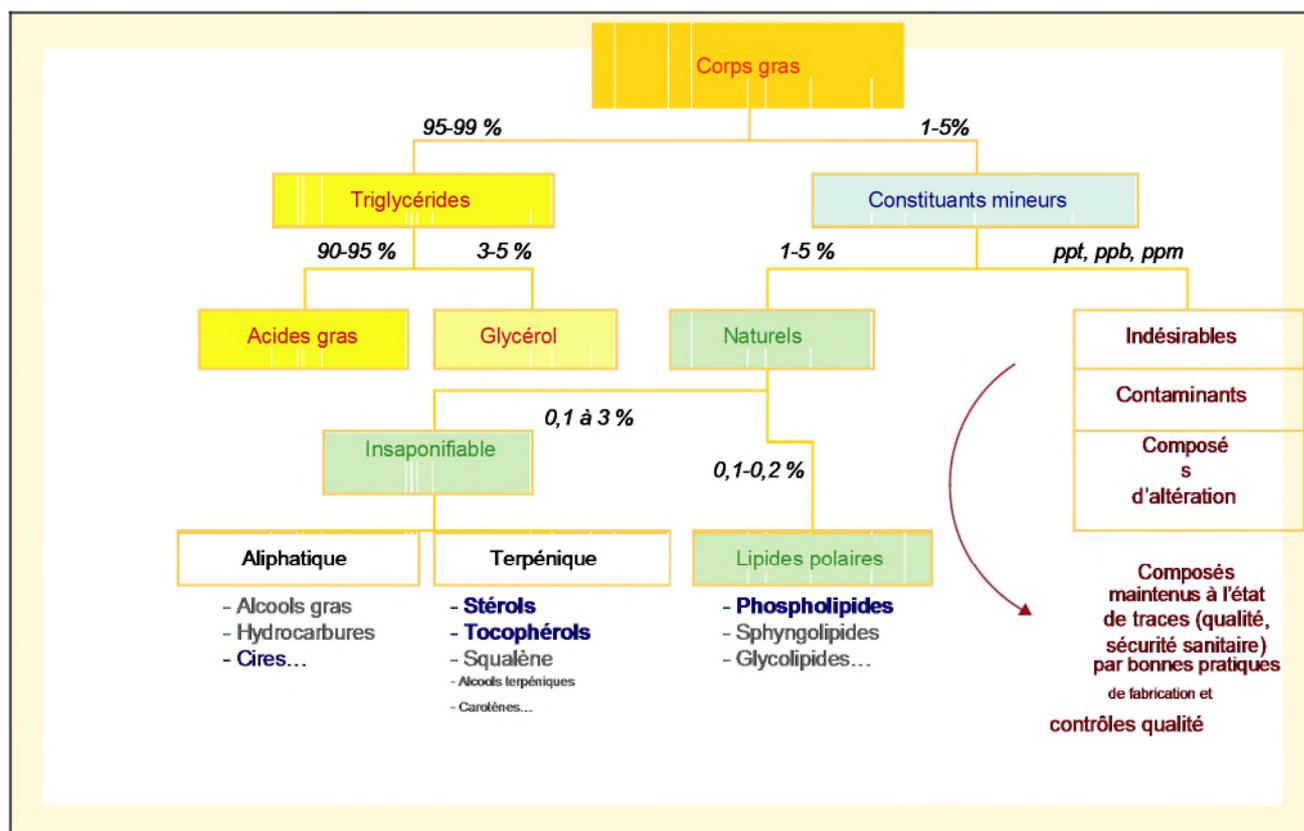
On parle d'acide gras mono-insaturé, lorsqu'il n'y a qu'une seule double liaison. Les acides gras mono-insaturés sont linéaires, avec deux chaînes de  $n$  et  $p$   $\text{CH}_2$  de part et d'autre de la double liaison  $\text{C}=\text{C}$ , et une formule chimique de la forme  $\text{H}_3\text{C}-(\text{CH}_2)_n-\text{HC}=\text{CH}-(\text{CH}_2)_p-\text{COOH}$  ou  $n$  et  $p$  sont des nombres entiers positifs ou nuls.

L'acide oléique ( $\text{C}_{18}:1$ ) est l'un des plus abondants. – famille oléique : ou cet acide gras, principal représentant des acides gras mono-insaturés (AGMI), est majoritaire : huiles d'olive, d'arachide, de noisette, les variétés et de tournesol et de colza riches en acide oléique et l'huile de colza elle-même.

➤ **Les acides gras polyinsaturés:**

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

Ces deux acides gras sont indispensables car ils ne sont pas synthétisables par l'organisme ; seul l'alimentation peut nous les fournir. (**Karleskind A, 1992**).



**figure I.1 :** Composition panoramique des corps gras et importance relative des principales classes de composés.

### I.3 Rôle biologiques et nutritionnels des lipides :

Constituants majeurs des triglycérides et des phospholipides, les acides gras ont des structures précises et des fonctions très importantes. Les principales fonctions sont l'acylation des protéines, la fluidité membranaire, la régulation génique, la régulation de l'inflammation et de l'agrégation plaquettaire par les médiateurs lipidiques dont ils sont précurseurs. Ils sont en outre substrats énergétiques pour la cellule. Les apports nutritionnels conseillés en acides gras sont complexes et en pleine évolution, mais devraient participer à une meilleure prévention nutritionnelle.

Dans l'organisme, les lipides ont quatre fonctions principales :

- **Réserve d'énergie :** Stockés sous forme de triglycérides dans les tissus adipeux, les lipides constituent ainsi une réserve énergétique mobilisable (1g de lipides donne environ 9,3 Kcal par contre les hydrates de carbone (les sucres) fournissent 4Kcal).
- **Un rôle structural :** Les acides gras servent à la synthèse d'autres lipides, notamment les phospholipides qui forment les membranes autour des cellules et des organelles. La

composition en acides gras de ces phospholipides donne aux membranes des propriétés physiques particulières (élasticité, viscosité).

● **Un rôle de messager** : les acides gras sont les précurseurs de plusieurs messagers intra et extracellulaires. Par exemple, l'acide arachidonique est le précurseur des eïcosanoïdes, hormones intervenant dans l'inflammation et la coagulation sanguine.

● **Un rôle de transport de vitamines** : les corps gras alimentaires véhiculent quatre vitamines liposolubles : A, D, E et K (**Seghier et Benahmed, 2014**).

Cette vitamine excellente pour la peau et ses irritations se trouve uniquement dans les corps gras. La vitamine F se décline en acides gras poly insaturés regroupant les trois principaux acides arachidonique, linoléïque et linoléinique.

Il intervient dans la structure des membranes cellulaires, il régularise le métabolisme des graisses néfastes, régule le taux de cholestérol, diminue les risques de thrombose, prévient les maladies coronariennes, participe à la régulation de la température du corps, favorise la régénérescence de la peau et sa protection, stimule les défenses immunitaires, permet la formation des prostaglandines. Enfin, il est indispensable à la nutrition des neurones et du système nerveux constitué tout de même à 60 % par les lipides. (**Pascal Labouret, 2005**).

#### **I.4 Les tocophérols :**

Les tocophérols sont relativement abondants dans les huiles végétales brutes dont ils sont les protecteurs naturels. Les teneurs généralement observées varient de 200 à 1400 ppm (sauf pour les huiles de coprah et palmiste qui n'en contiennent que des traces). Une partie disparaît au cours du raffinage surtout lors de la désodorisation. Lorsque sont estérifiés, ils possèdent une activité vitaminique E (fécondité, régulation des fonctions nerveuses et musculaires) mais perdent alors leur activité antioxydante.

Les tocophérols libres (antioxydants naturels et vitamine E) sont estérifiés durant la réaction et si leur activité vitaminique n'est pratiquement pas affectée, par contre leur activité antioxydante est détruite. Il est nécessaire d'ajouter par la suite des tocophérols, soit mélangeant des huiles naturelles riches en tocophérols, à l'huile interestérifiée, soit en ajoutant des concentrés de tocophérols naturels. (**Jean-François, 1992**).

Parmi les vitamines liposolubles retrouvées dans l'huile de soja, les tocophérols sont des composants phénoliques appartenant à la famille des vitamines E et sont considérés comme de puissants antioxydants dont la fonction première est de protéger les membranes cellulaires de la peroxydation. Ils font partie de la fraction lipidique de la graine de soja

et sont 10 à 20 fois plus concentrés dans le germe que dans la graine entière. Il existe plusieurs isomères : bêta-, gamma-, delta- et notamment l'alphatocophérol qui est le plus actif biologiquement. Les tocophérols ont la capacité d'absorber les radicaux libres, ce qui protège l'organisme du stress oxydatif. Ils s'opposent pareillement à l'oxydation des acides gras et pourraient aussi diminuer l'agrégation plaquettaire excessive, mécanismes physiologiques pouvant réduire le risque athérosclérotiques. La vitamine E aurait également une action protectrice sur les érythrocytes. Toutefois les propriétés biologiques des tocophérols de l'huile de soja peuvent se voir diminuées par l'opération de raffinage qui réduit de 15 à 20 % la teneur en vitamine E (Hubert, 2006).

## **II. Généralités sur les huiles :**

Celles-ci sont présentées selon leurs caractéristiques physico-chimiques, leur mode de fabrication, leur composition en acides gras, en vitamines, en composés mineurs, leur intérêt nutritionnel et leurs usages. Toutes ont un intérêt différent.

### **II.1 Type d'huiles :**

#### **II.1.1. Huile vierge :**

L'huile vierge est obtenue par extraction à froid par des procédés exclusivement mécaniques, et sans aucun traitement de raffinage. Ces huiles sont de véritables "jus de fruits oléagineux". Exemple : l'huile d'olive, L'huile de noix, l'huile de noisette, l'huile d'amande, l'huile de colza.

#### **II.1.2. Raffinée :**

L'huile subit deux raffinages successifs, l'un physique et l'autre chimique (notamment avec l'utilisation de soude). Elle passe par de multiples phases de traitements chimiques, et perd son goût. L'huile raffinée est surtout utilisée pour la cuisson.

Comme : l'huile de tournesol, l'huile de germe de maïs, l'huile de soja

### **II.2. Raffinage des huiles :**

Le raffinage a pour but, d'éliminer les acides gras libres, les produits d'oxydation, les arômes désagréables, les colorants, les produits toxiques (tels que les pesticides, les glycosides)

mais également les phospholipides ainsi que les métaux tels que le fer et le cuivre présents à l'état de traces et généralement liés à des composés organiques. En parallèle de maintenir ou d'améliorer les caractères organoleptiques (gout et odeurs neutres, limpidité, couleur jaune clair) nutritionnels.

Il existe deux types de raffinages :

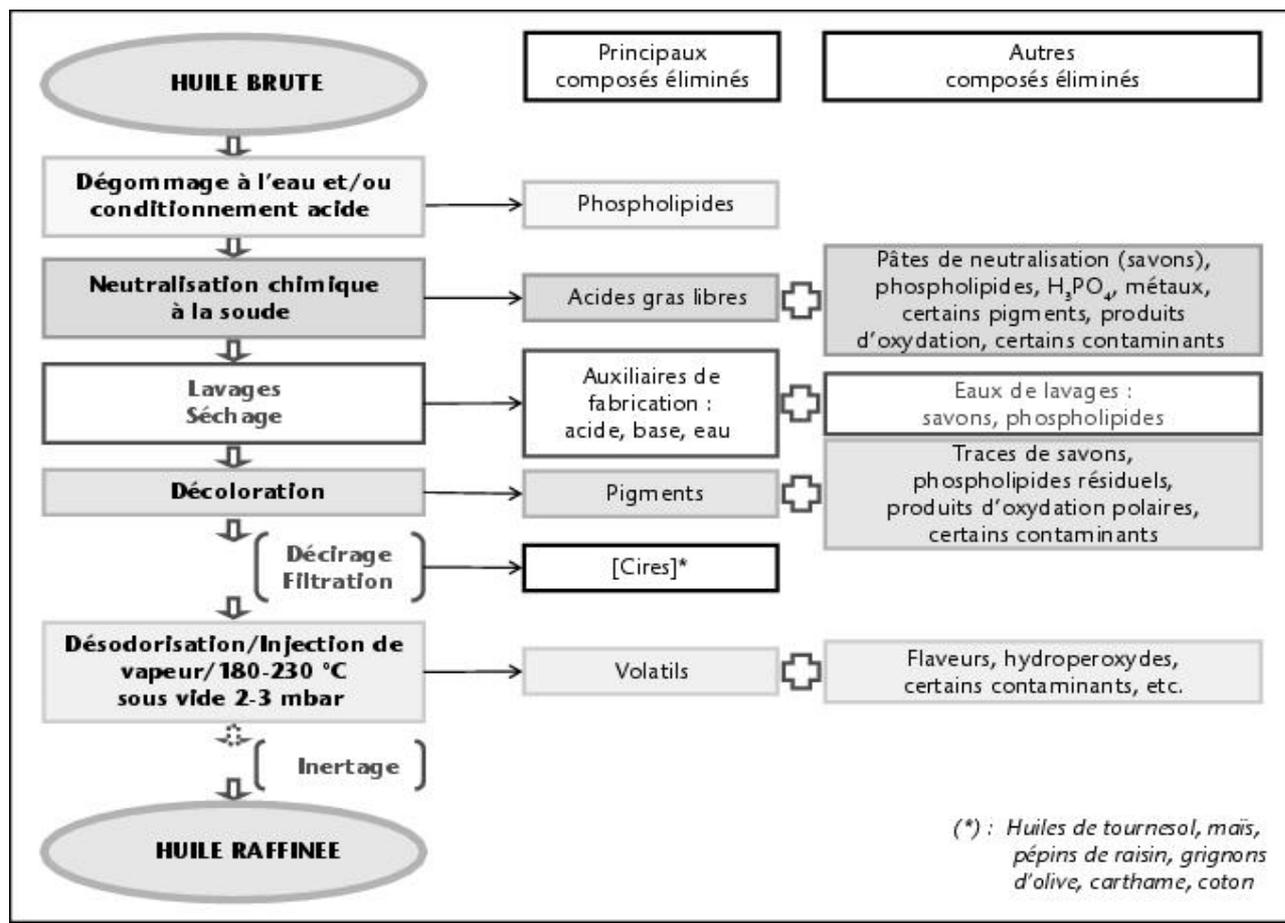
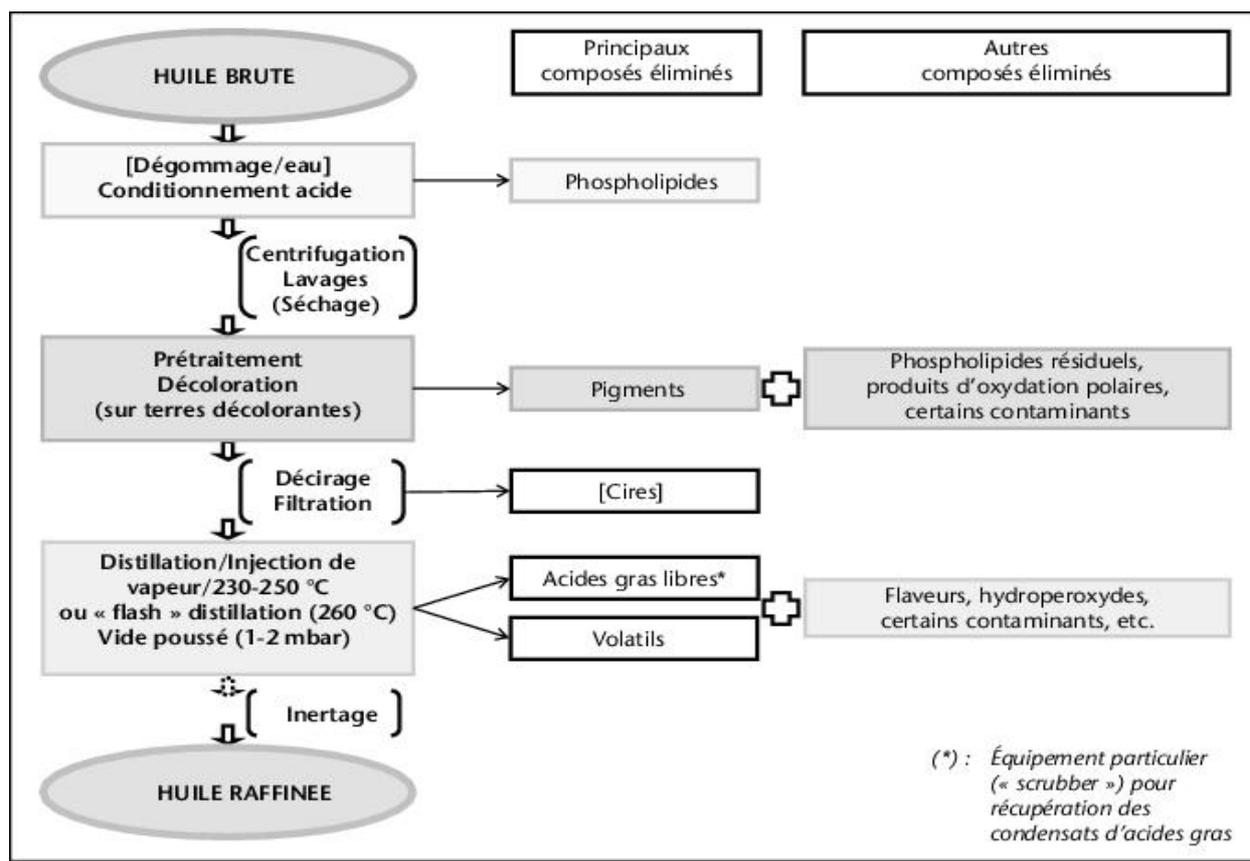


figure I.2 : Raffinage par voie chimique : étapes et composés éliminés.



**figure I.3 :** Raffinage par distillation neutralisante (raffinage « physique ») : étapes et composés éliminés.

## II.3. huile de soja :

### II.3.1. Origine et historique de soja :

#### II.3.1.1. La plante :

Le soja (*glycine max*) est une plante annuelle appelée aussi pois chinoise ou haricot oléagineux sous famille des fabacées qui rassemble les légumineuses comme les haricots, les pois originaire d'Asie du sud –est des régions subtropicales au climat humide, il peut supporter des climats plus frais et arrive à le supporter s'il est suffisamment chaud et humide (20-30°C). Le soja est originaire de chine et son utilisation par l'homme remonte probablement aux alentours du XV<sup>e</sup> siècle avant J C .Ce n'est cependant qu'au cours du dernier siècle que le soja s'est développé comme culture au plan mondial avec l'utilisation de cette graine en trituration industrielle aux USA d'abord , puis en Europe et en Amérique du sud.( **Jean-François 1992**).

La gousse (**Image I.1**) est droite ou légèrement courbée, d'une longueur de deux à sept cm. Elle est formée par les deux moitiés du carpelle, soudées le long de leurs bords dorsal et ventral (**Rasolohery, 2007**).



(a)

(b)

**Image I.1** : (a) Gousse verte du soja (b) : Plante du soja.

### II.3.1.2. La graine

A l'issue de la floraison et de la nouaison, se développe une gousse contenant, selon les cas, entre 1 et 4 graines comme chez les autres légumineuses, la graine (**Image I.2**) se compose essentiellement d'une enveloppe lisse (la coque) et d'un embryon. Sa taille varie généralement entre 5 et 10 mm de diamètre et son poids (selon les variétés) oscille entre 50 et 400 mg. La forme de la graine varie selon les cultivars (**Jean-François 1992**).



**Image I.2** : graine de soja

### **II.3.2. Définition de l'huile de soja :**

L'huile de soja est fluide et d'un jaune plus ou moins foncé suivant la nature des graines et les procédés d'extraction. Fraîche, elle a une saveur assez prononcée d'haricot qu'atténue peu à peu. Elle est riche en acides gras poly-insaturés et notamment en acide gras essentiel alpha linoléique. Elle est recommandée pour les assaisonnements. Sa richesse en lécithine la rend précieuse pour la reconstitution des cellules nerveuse et cérébrale sa bonne digestibilité en fait une bonne remplaçante de huile de soja pour ceux qui ne peuvent la toléreront (**Cossut J. et al., 2002**).

## **II.4 Les étapes d'extraction des huiles :**

### **II.4.1. Extraction de l'huile par pression (extraction physique)**

La première étape de l'extraction proprement dite consiste à nettoyer et à décortiquer la matière oléagineuse. On procède ensuite au broyage qui transforme la substance en pâte qui subira alors une extraction mécanique par pressage à froid ou à chaud. (**D.SCRIBEN, 1988** )

#### **II.4.1.1 Aplatissage**

Les graines passent entre deux cylindres lisses et ressortent sous forme de «flacons». (**D.SCRIBEN, 1988**)

#### **II.4.1.2 Pressage à froid**

Il s'effectue à l'aide de presses hydrauliques à une température maximale (60°C). (**D.SCRIBEN, 1988** )

#### **II.4.1.3 Cuisson**

Les flocons sont chauffés à une température de 80° C. Cette cuisson a pour but de faciliter l'extraction de l'huile des flocons au cours de la pression. (**D.SCRIBEN, 1988** )

#### **II.4.1.4 Le pressage à chaud**

Il s'effectue uniquement par le passage de la pâte dans des presses à une température (80° à 120°C).Les flocons séchés passent dans les presses. L'huile s'écoule tandis que « les écailles de presse » sont recueillies à la sortie. L'huile obtenue « l'huile de pression) est tamisée

et séchée par pulvérisation sous vide pour conserver ses qualités au cours du stockage. **(D.SCRIBEN, 1988 )**

#### **II.4.2 Extraction par solvant (extraction chimique)**

Les écailles de presse contiennent 12 à 15 % d'huile. Elles sont appelées « tourteau gras » ou « ex peller ». La récupération de cette huile résiduelle contenue dans le tourteau se fait par extraction chimique. Les industries utilisent un solvant de qualité alimentaire (hexane), celui-ci est pulvérisé sur le tourteau qui se déplace à contre-courant sur un tapis au cours de ce déplacement, le solvant percole dans le tourteau puis il est recyclé plusieurs fois. Il s'enrichit progressivement en huile tandis que le tourteau s'appauvrit en matières grasses.

A la sortie de l'extracteur, le solvant qui se trouve d'une part de façon résiduelle dans le tourteau et d'autre part dans le miscella (mélange de solvant et de l'huile), doit être récupéré. **(D.SCRIBEN, 1988 )**

##### **II.4.2.1. La distillation du miscella**

Elle permet de récupérer une huile pure dite (huile d'extraction), elle consiste en une succession de chauffage sous vide suivie de condensation pour séparer les deux fluides. L'huile brute d'extraction est ensuite séchée par pulvérisation sous vide afin de conserver ses qualités. **(D.SCRIBEN, 1988 )**

##### **II.4.2.2. La désolvantisation**

Elle se fait à la vapeur dans une tour à étages appelée «désolvantateur». Le tourteau en grande partie déshuilé, il reste environs 2% de matière grasse, est généralement mis sous forme de granules ou «pellets». Le solvant est récupéré pour être réutilisé de nouveau. **(D.SCRIBEN, 1988 )**

#### **II.5 Les différentes huiles commercialisées en Algérie et leurs compositions :**

Il existe sur le marché Algérien différentes marques d'huiles végétales alimentaires, qu'elles soient pures (huile de soja et de tournesol) ou mélangées, celles-ci sont utilisées pour l'assaisonnement, la cuisson ou la friture **(guide de contrôle des huiles,2015).**

**tableau I.1** : différentes huiles produites en Algérie avec leur composition.

<b>Marque</b>	<b>Entreprise de production</b>	<b>Nature de l'huile</b>
Huile ELIO	CEVITAL SPA BEJAIA	80% Soja, 20% Tournesol
Huile FLEURIAL	CEVITAL SPA BEJAIA	100% Tournesol
Huile FRIDOR	CEVITAL SPA BEJAIA	25 % tournesol, 25 % soja et 50 % ODF
Huile AFIA	AFIA SPA Oran	95% Soja, 5% maïs
Huile LYNOR	PROLIPOS Sarl Ain M'lila	90% Soja, 10% Palme
Huile SAFIA	Groupe CogralAlgérie Alger	100% Soja
Huile LABELLE	CO-GB La Belle Bejaia	100% soja

✓ ODF : Oléine doublementfractionnée

## Partie II : La friture

### II.1 Généralités

La friture est l'une des plus anciennes méthodes de cuisson des aliments. Elle était utilisée dans l'Égypte antique au cours du 6<sup>e</sup> siècle avant JC. Les Romains l'employaient aussi et l'appelaient « bouillir à l'huile ». Lors d'une friture, l'aliment est immergé dans le corps gras ou l'huile bouillante qui sert de médium pour le transfert de chaleur. La friture s'apparente à un processus de déshydratation à haute température (160 à 190 °C). Son but est de former une croûte et de modifier couleur, saveur et texture de l'aliment. Les pommes de terre sont les aliments les plus souvent frits ; les frites renferment 8 à 15% de graisses et les chips jusqu'à 35%. (**guide de contrôle des huiles de fritures, 2015**)

### II.2. Définition

La friture est une cuisson par immersion totale ou partielle dans un bain d'huile alimentaire porté à une température d'environ 180°C à 200°C. C'est l'une des pratiques les plus utilisées pour faire cuire les aliments tant en restauration commerciales que collectives (**guide de contrôle des huiles de fritures, 2015**).

### II.3. L'opération de fritures

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

## II.4. Les points critiques de l'huile

### II.4.1.L'huile

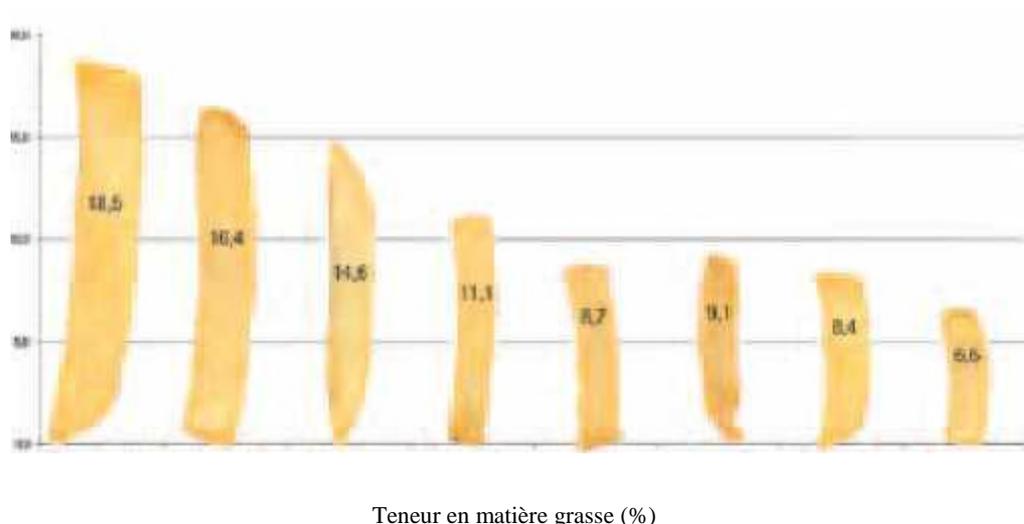
#### II .4.1.1 Vieillessement

Plusieurs facteurs influencent le vieillissement de l'huile, ce qui rend difficile de déterminer le moment précis pour changer l'huile. Une huile usée est d'apparence foncée, épaisse ou visqueuse, peut contenir des dépôts et peut avoir une saveur âcre (**Rossell J.B., 2001**). L'eau relâchée par les aliments lors de la friture attaque l'huile et libère des composés polaires plus susceptibles à l'oxydation et à la détérioration thermique qui s'accumulent au fil du temps. Le mode d'utilisation affecte ainsi la qualité de l'huile. La température critique à ne jamais atteindre ou dépasser est de 200°C (392 °F). Pour chaque 10°C (50°F) supérieur à 200°C (392°F) atteint, l'huile vieillira jusqu'à deux fois plus vite (**Delagoutte, 2007**). Les variations de températures augmentent l'oxydation de l'huile (**Varela et al, 1988**). La fluidité de l'huile permet son écoulement et d'éviter son absorption. Plus l'huile vieillit, moins elle sera fluide et plus elle sera absorbée par les aliments car elle aura moins tendance à s'égoutter (**Bouchon, 2009, Ziaifar, 2008**). Suite à des essais, une huile usée contenant moins de 25% de composés polaires n'avait aucune influence sur l'absorption d'huile des frites par rapport à une huile neuve. Selon la législation de différents pays, une huile contenant entre 24% et 30% de composés polaires est impropre à la consommation (**Delagoutte, 2007, Rossell J.B., 2001**). La filtration permet d'enlever les éléments carbonisés mais pas les composés polaires (d'où l'importante de changer l'huile régulièrement puisque la filtration seule n'est pas toujours suffisante). (**Friedman B, 2000**).

### II.4.2. La pomme de terre

#### II.4.2.1 Format de la frite (allumette, coupe régulière, cube)

Le format de la frite joue un rôle important sur l'absorption de l'huile plus le ratio surface/poids est élevé, plus le produit absorbera de l'huile (**Rossell J.B., 2001; Ziaifar, 2008**). Par exemple, une frite allumette absorbera plus d'huile que tous les autres formats.



**figure I.4 :** Teneur en matières grasses (en pourcentage) des frites selon leur format découpé

## II.4.3 Cuisson

### II.4.3.1 Évaporation d'eau

La quantité d'huile absorbée augmente en fonction de la quantité d'humidité perdue en cours de friture, puisque l'huile va occuper en partie l'espace laissée par l'évaporation d'eau (Bouchon, 2009; Rossell J.B., 2001).

### II.4.3.2 Texture

La cuisson modifié la texture et la porosité de la pomme de terre. Pour un même format de coupe, une pomme de terre crue absorbera moins d'huile qu'une pomme de terre précuite, peu importe le mode de précuisson ou de blanchiment (à l'eau ou à l'huile). Ceci peut être expliqué par la porosité de la pomme de terre où plus la pomme de terre est poreuse, plus elle absorbe de l'huile (Ziaifar, 2008).

### II.4.3.3 Température de friture

La température de friture recommandée se situe entre 180°C et 200°C (356°F et 392°F). À ces niveaux, la température de friture n'a aucune influence sur l'absorption de l'huile. Des températures supérieures à 200°C (392°F) doivent être évitées afin de réduire l'apparition d'acrylamide. Par exemple, une température de 215°C (419°F) pendant 6,5 minutes peut développer six fois plus d'acrylamide qu'une température de 180°C (356°F) pendant 12 minutes.

**Tableau I.2** : températures critiques des différentes huiles.

HUILE	TEMPERATURE CRITIQUE EN °C
Colza	204 (raffiné), 177 (semi- raffiné) 107 (vierge)
Tournesole	232 (raffiné ou semi-raffiné) 107 (non raffiné)
Soja	232 (raffiné), 177 (semi- raffiné) 160 (non raffiné)
Palme	240 à 260

#### II.4.3.4 Ratio frite / huile

Le ratio frite/huile doit être maintenu inférieur à 1 poids de frite pour 6 poids d'huile (**Rossell J.B., 2001**). Ceci permet de maintenir la température de l'huile à des niveaux de friture lors de l'immersion des aliments.

#### II.4.4 Traitements post-friture (refroidissement)

L'absorption de la majorité de l'huile se produit au moment du refroidissement (20 premières secondes) lorsque la température se situe encore au-dessus de la température d'ébullition de l'eau (~100°C ou 212°F) (**Ziaifar, 2008**). Il a été démontré que la plupart de l'huile absorbée se situe en surface. La quantité d'huile absorbée dépend en grande partie de la quantité d'eau enlevée ou de l'humidité perdue en cours de friture (**Bouchon, 2009**). L'égouttage rapide et mécanique (secousses) de l'huile autour de l'aliment à la sortie du bain joue certainement un rôle important sur la teneur finale en gras puisqu'elle réduit la quantité d'huile qui pourrait être absorbée au cours du refroidissement (**Bouchon, 2009; Ziaifar, 2008**).

## **II.5. Les réactions de dégradation des huiles**

A des températures élevées (supérieur à 200°C), en présence d'eau et d'oxygène, les triglycérides subissent un grand nombre de réactions complexes qui peuvent être classées en trois grandes familles : oxydation, polymérisation et hydrolyse.

### **II.5.1. Réactions d'oxydation**

Au contact de l'oxygène de l'air, elles provoquent l'apparition d'arômes et de changement de couleurs, souvent indésirables, dans les huiles de friture ou dans les produits frits. Ces composés d'oxydation dérivent des hydroperoxydes, composés primaires de l'oxydation. Les réactions en chaînes responsables de leur formation sont autocatalysées, car initiées par l'apparition de composés radicalaires, issus eux-mêmes de l'oxydation des triglycérides du bain.

### **II.5.2. Réactions de polymérisation**

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

### **II.5.3. Réactions d'hydrolyse**

Elles sont de loin les plus nombreuses dans les conditions normales de friture. Elles conduisent, au contact de la vapeur d'eau, à la formation d'acides gras libres, de monoglycérides, de diglycérides, voire de glycérol. Ces composés sont alors très sensibles aux réactions précédemment citées (réactions d'oxydation et de polymérisation) et les produits qui en dérivent sont responsables des principaux défauts de goût ou d'odeur. Il convient de noter qu'on a pu recenser qualitativement la nature des composés chimiques formés en fonction du type d'altérations envisagées.

## **II.6. L'altération des huiles et des graisses alimentaires**

L'altération des huiles et des graisses est un phénomène complexe dépendant du type de corps gras, de leur passé, des traitements technologiques subis mais aussi des conditions de conservation (présence d'air, lumière, catalyseurs, antioxydants, etc.) et de mise en œuvre (fusion, cuisson, friture). L'altération des corps gras se produit par deux voies principales

souvent liées : - la dégradation hydrolytique, - la dégradation thermique et oxydative (mécanisme radicalaire d'auto-oxydation dont la vitesse est liée à la température).

La première conduite à la libération d'acides gras libres à partir de triglycérides. Ces acides gras sont plus sensibles à l'oxydation que les triglycérides. Par eux-mêmes, ils ne présentent pas de risques élevés de toxicité. La dégradation hydrolytique est notamment due à des triacylglycérol hydrolases présentes dans les aliments et les micro-organismes susceptibles de les contaminer. La lipolyse des corps gras conduit à l'apparition d'acides gras libres (et de mono- et diglycérides) dont le relargage est à l'origine de modifications organoleptiques. Si leur teneur augmente fortement, le produit ne serait plus consommable du point de vue olfactif ou gustatif.

La vitesse d'oxydation des acides gras augmente considérablement avec leur insaturation.

L'altération oxydative n'est perceptible qu'après un temps d'induction fonction de la nature lipidique et des conditions du milieu. Les facteurs d'influence des phénomènes oxydatifs sont ceux qui favorisent la formation de radicaux libres (**Conseil supérieur de la santé, 2011**).

**Tableau I.3** : Principales voies de formation d'espèces chimiques nouvelles (*Dobarganes, 1998*).

Type d'altération	Origine	Composés formés
<b>Oxydation</b>	Oxygène de l'air	- Monomères oxydés - Dimères - Composés volatils
<b>Thermique</b>	Température du bain	- Monomères cycliques - Dimères non polaires
<b>Hydrolyse</b>	Eau des aliments	- Acides gras libres - Diglycérides

## **CHAPITRE II**

### **MATERIELS ET METHODES**

## I. Introduction

L'objectif de la présente étude est de déterminer les caractéristiques physico-chimiques (Indice d'acide, indice d'ester, indice de saponification, indice de peroxyde, indice d'iode, indice de réfraction, densité, la couleur et analyse du tocophérols) afin de suivre la dégradation et la résistance d'une huile désodorisée au cours des fritures répétées.

## II. Echantillonnage :

Réalisation des fritures répétées à l'aide d'une friteuse de capacité de 3 litres à une température précise. En fonction de la variation de la masse des frites et le volume d'huile utilisée. Après refroidissement de l'huile, les prélèvements sont faits dans des petites bouteilles codées.



**Image II.1** : début de friture à une température précise



**Image II.2** : échantillon d'huile après plusieurs fritures

### III. analyses physiques

#### III.1 Densité relative

##### Définition

C'est le rapport de la masse d'un certain volume d'huile à 20°C, et la masse d'un volume égal d'eau distillée à la même température (You , 1980).

##### Principe

A l'aide d'une balance analytique, effectuer des pesées successives de volume égal d'huile et d'eau à la température de 20°C.

##### Mode opératoire

- Nettoyer soigneusement le pycnomètre au moyen d'éthanol puis d'acétone et le sécher en faisant passer un courant d'air sec, si nécessaire.
- Déterminer la masse  $m_0$  du pycnomètre vide.
- Peser 2g d'eau distillée et laisser 30 mn dans un bain marie à 20°C.
- Déterminer la masse  $m_1$  de pycnomètre rempli d'eau distillée.
- Nettoyer et sécher le pycnomètre.
- Peser 2g d'huile et laisser 30 mn dans un bain marie à 20°C.
- Déterminer la masse  $m_2$  de pycnomètre contenant l'échantillon .



(a)



(b)



(c)

**Image II.3 :** (a) masse du pycnomètre à vide, (b) pycnomètre, (c) bain mari a 20°C

##### Méthode de calcul

La densité relative est donnée par la formule ci-dessous ( You, 1980)

$$D_{20} = (m_2 - m_0) / (m_1 - m_0)$$

$m_0$  : Masse (g) du pycnomètre vide.

$m_1$  : Masse (g) du pycnomètre rempli d'eau.

$m_2$  : Masse (g) du pycnomètre rempli d'huile de l'échantillon .

### III.2 Indice de réfraction

#### Définition

L'indice de réfraction d'une huile est le rapport entre le sinus de l'angle d'incidence et le sinus de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée passant de l'air dans l'huile maintenue à température constante (**Lion, 1955**).

#### Mode opératoire

- Nettoyer la lame du réfractomètre en utilisant du papier absorbant.
- Etalonner l'appareil par l'eau distillée dont l'indice de réfraction est égale à 1,33.
- Renettoyer la lame du réfractomètre en utilisant du papier absorbant.
- Déposer quelques gouttes de l'échantillon dans la lame de réfractomètre et régler le cercle de chambre sombre et claire dans la moitié, et effectuer la lecture des résultats en prenant compte de la température. Appareillage utilisé : Réfractomètre d'Abbe **2388/F.S.Ex/2014/01**

Dépôt de l'échantillon

valeur obtenue



**Image II.4** : réfractomètre à température ambiante

La détermination de l'indice de réfraction consiste à lire la valeur observée par l'oculaire (à l'aide d'une règle graduée ).

## IV. analyses chimiques

### IV.1 Indice d'acide et Acidité

#### Principe

Les corps gras s'hydrolysent naturellement au cours du stockage en donnant comme résultat des acides gras libres et du glycérol (qui est rapidement détruit). La mesure de la quantité des acides gras libre d'un corps gras est un des meilleurs moyens de déterminer son altération par hydrolyse.

La teneur en acides gras libres d'une matière grasse s'exprime de deux façon : l'acidité et l'indice d'acide qui sont déterminés expérimentalement de la même manière et seul le mode d'expression est différent. ( You, 1980 )

#### Définition

##### L'indice d'acide

(I.A) Est le nombre de milligrammes de potasse (KOH) nécessaire pour neutraliser les acides gras libre de 1 g de corps gras.

##### L'acidité

Est le pourcentage d'acides gras libres exprimés conventionnellement selon la nature du corps gras .

#### Mode opératoire

- Peser 2g d'huile dans un erlenmeyer.
- On Ajouter 5 ml d'éthanol à 95% et 5 gouttes de phénolphtaléine (pp) à 0,2%.
- On neutraliser par ajout d'une solution éthanolique de KOH (0,1mol/) jusqu'à obtention d'une couleur rose persistante.



**Image II.5** : chauffage jusqu'à l'ébullition

### Méthode de calcul

- Le pourcentage en acide oléique est calculé selon la formule ci-dessous :  
( You, 1980 )

$$\% \text{ acide oléique} = \frac{282 \cdot N \cdot V \cdot 100}{P \cdot 1000}$$

282 : Poids moléculaire de l'acide oléique.

V : Volume en ml de KOH (0,1N) nécessaire au titrage.

N : Normalité de la solution de KOH (0,1)

P : Masse (g) de la prise d'essai.

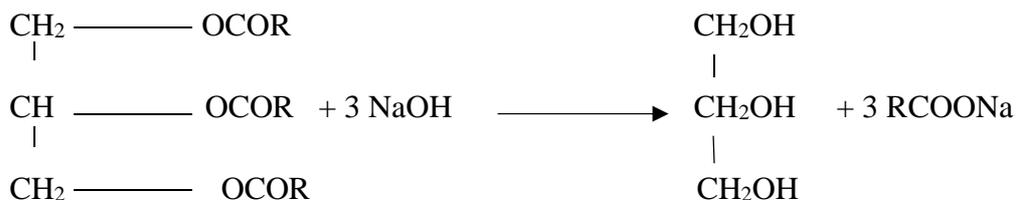
- L'indice d'acide est calculé selon la formule suivant :

$$\text{Indice d'acide} = \text{Acidité} \cdot 2$$

## IV.2 Indice de saponification

### Principe

Les corps gras sous l'action des solutions aqueuses basiques se décomposent en donnant du glycérol et des savons (sels des acides gras). Cette réaction s'appelle la réaction de saponification qui a l'équation suivante : ( You, 1980 )



Les acides libres se transforment sous l'action de la soude aussi en savon d'après la réaction suivante :



### Définition

Est la quantité de potasse (KOH) exprimée en milligramme nécessaire pour saponifier 1 g de corps gras.

La réaction de saponification est lente et incomplète. Pour l'accélérer et la rendre aussi complète que possible, il faut opérer :

- Dans le milieu alcoolique.
- A température élevée.
- En présence d'un excès de base.

L'indice de saponification nous donne la possibilité de trouver la masse moléculaire moyenne des acides gras entrant dans la composition des triglycérides.

### Préparation des solutions

- **Hydroxyde de potassium** : dissoudre environ 7g de KOH dans 250ml de l'éthanol 96% ( solution environ 0,5N dans l'éthanol 96% )
- **Acide chlorhydrique** : diluer 21,52ml de l'acide chlorhydrique dans 500ml de l'eau distillée



**image II.6 :** solutions préparées

### Mode opératoire

- Peser 2g de matière grasse dans un ballon à fond plat.
- Ajouter 25ml d'une solution de KOH 0,5 N, porter le tout à l'ébullition sous un réfrigérant à reflux.
- Maintenir l'ébullition pendant une heure , en agitant de temps en temps.
- Titrer le mélange avec une solution d'acide chlorhydrique 0,5 N en présence de phénolphtaléine.



**Image II. 7 :** Montage à reflux.

### Méthode de calcul

L'indice de saponification (I.S) est donné par la formule établie ci-dessous : ( You, 1980 )

$$IS = ( V_0 - V ) * N * 56,1 / P$$

$V_0$  : volume en ml de HCl utilisé pour l'essai à blanc.

$V$  : volume en ml de HCl utilisé pour l'échantillon à analyser.

$N$  : Normalité exacte de HCl utilisée ( 0,5N ).

$P$  : prise d'essai en grammes.

### IV. 3 Indice de peroxyde

#### Principe

En présence de l'oxygène d'aire les acides gras insaturés entrant dans la composition de corps gras s'oxydent partiellement en donnant des peroxydes.



Ce phénomène a lieu au cours du long stockage de corps gras, pendant leur rancissement et des sèchement. La détermination de la quantité de peroxyde d'un corps gras montre son altération par oxydation. ( You, 1980 )

#### Définition

L'indice de peroxyde est :

- Le nombre de microgramme d'oxygène actif par 1 g de corps gras.
- Le nombre de millimoles de peroxyde par 1 Kg de corps gras .
- Le nombre de milliéquivalent d'oxygène actif par 1 kg de corps gras .
- Le nombre de gramme d'iode libéré de la solution d'iodure de potassium par les peroxydes de 100 g de corps gras.

Toutes ces valeurs sont déterminées dans une même expérience ( en tenant compte que 1 millimole /kg =2milliéquivalents /kg =16 microgrammes/g).

#### Mode opératoire

- Peser 2 g de l'huile
- Ajouter 15 ml d'acide acétique et 10 ml de chloroforme et 1 ml Iodure de potassium (KI).
- Agiter pendant une minute, puis le mettre dans l'obscurité pendant 5 minute.
- Préparer 75 ml d'eau distillé puis les rajouter à la première solution, et quelque gouttes d'amidon.
- Remarquer changement de couleur vers le violet.
- Titrer avec thiosulfate de sodium (0,002 N).



**Image II. 8 :** après l'ajout d'amidon

### Méthode de calcul

L'indice de peroxyde est calculé d'après les formules suivantes : ( You, 1980)

$$\mathbf{I.P = ( V - V_0 ) * 5 / P \quad m.mol/kg}$$

$$\mathbf{I.P = ( V - V_0 ) * 10 / P \quad m.équ/kg}$$

$$\mathbf{I .P = ( V - V_0 ) * 80 / P \quad micro.g/g}$$

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

$$\mathbf{I.P = ( V - V_0 ) * N * 1000 / P}$$

Avec : 1millimole/kg = 2 milliéquivalents/kg = 16 microgrammes/g.

$V_0$  : volume (ml) de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  (0,002 N) nécessaire pour titrer l'essai à blanc.

$V$  : volume (ml) de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  (0,002 N) nécessaire pour titrer l'échantillon.

$P$  : prise d'essai (g) de l'échantillon.

### IV.4 Indice d'iode

#### Principe

Dans la composition de corps gras entrent les acides gras saturés, monoinsaturés (contenant une double liaison, ou liaison éthylénique) ou polyinsaturés.

La proportion de ces acides influe fortement sur certaines propriétés physico-chimiques de corps gras comme consistance, siccativité etc. par exemple dans les corps gras liquides (huiles)

prédominent les acides gras insaturés et au contraire dans les corps gras solides (graisses) prédominent les acides gras saturés.

Les liaisons éthyléniques, en particulier celles des acides gras, fixent les halogènes d'après la réaction suivante :



Cette réaction d'addition peut être utilisée pour déterminer quantitativement l'insaturation globale de corps gras. Bien que l'iode se fixe trop lentement et trop difficilement, l'habitude est prise d'exprimer l'insaturation par la quantité d'iode que peut fixer le corps gras étudié. ( You, 1980 )

### Définition

Est le nombre de gramme d'iode fixés par 100 g de corps gras.

### Préparation des solutions

- **Préparation de la solution de thiosulfate de sodium à 0,1 N** : dissoudre, environ 12,5g de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5(\text{H}_2\text{O})$  dans un litre d'eau distillée fraîche refroidie.
- **Préparation de la solution d'iodure de potassium KI 10%**: dissoudre 10g de KI dans 100 ml d'eau distillée.

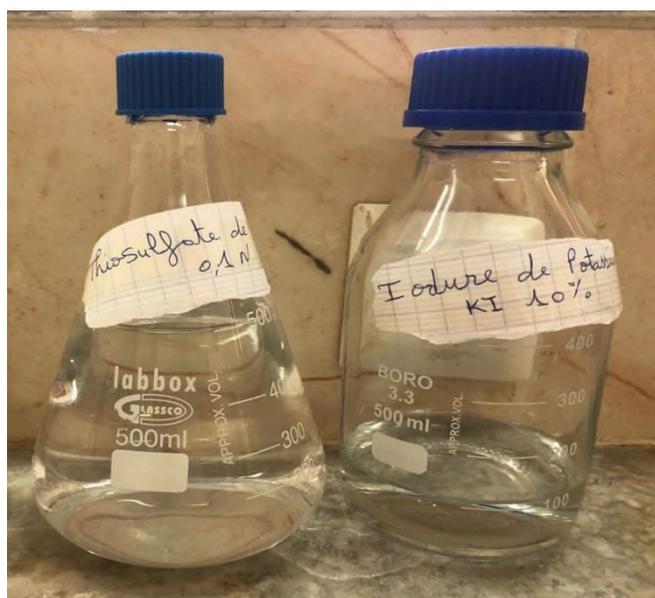


Image II. 9 : solutions préparées

**Mode opératoire**

- Introduire 0,2 g d'huile dans une fiole de 500ml.
- Ajouter 20 ml du solvant à volume égale cyclohexane et acide acétique.
- Ajouter exactement 25 ml du réactif de wijs, boucher, agiter énergiquement le contenu et placer la fiole dans un endroit sombre pendant une heure.
- Ajouter 20 ml de la solution saturé de l'iodure de potassium et 150 ml d'eau, boucher et agiter vigoureusement pendant 5 mn.
- Titrer avec une solution de thiosulfate de sodium jusqu'à ce que la couleur jaune due à l'iode ait pratiquement disparu.
- Ajouter quelques gouttes de la solution d'amidon et poursuivre le titrage jusqu'au moment où la couleur bleue disparaît après avoir agité le contenu.
- Effectuer la même détermination avec un essai à blanc (sans corps gras) dans les mêmes conditions.

**Méthode de calcul**

$$I.I = 12,96 * N * (V_0 - V) / m$$

**V<sub>0</sub>** : volume en ml, de la solution de thiosulfate de sodium utilisée pour essai a blanc.

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

**N** : normalité de la solution de thiosulfate de sodium utilisée 0,1N

**m** : Masse en grammes, de la prise d'essai en g

**12,69** : nombre de gramme d'iode correspondant à 1 ml de thiosulfate 1N

**IV.5 Indice d'ester**

Est le poids de potasse (en mg) nécessaire pour saponifier les ester contenus dans 1 g de corps gras. C'est-à-dire c'est la quantité de KOH nécessaire pour transformer en savons seulement les acides gras liés en triglycérides dans 1 g de corps gras.

On détermine cette valeur d'après la différence entre l'indice de saponification et l'indice d'acide : ( You, 1980 )

$$I.E = I.S - I.A$$

#### IV.6 Taux d'impuretés

L'altération des corps gras peut être estimée par le calcul du pourcentage d'impuretés.

$$\% \text{ d'impuretés} = \text{I.A} / \text{I.S} \times 100$$

#### IV.7 déterminations de la couleur

##### Principe

Mesurer par comparaison visuelle des couleurs de l'échantillon et d'un verre de référence. La mesure est portée uniquement sur la couleur rouge et jaune (Adjadji et al.,2009)

##### Mode opératoire

On met un petit volume d'huile dans une cuve en verre et on la place dans le photomètre LOVIBOND on lit directement les valeurs affichées jaune et rouge, comme l'image l'indique.



**Image II. 10** : étapes d'utilisation d'un LOVIBOND

#### IV.8 tocophérols ( vitamine E )

##### Analyse spectrophotométrique dans l'ultra-violet

Les diènes et les triènes conjugués sont à doser dans l'huile . Cet examen spectrophotométrique dans l'ultra-violet peut fournir des indication sur la qualité d'une matière grasse.

La détermination de l'absorbance a 260 nm et au voisinage de 273 nm permet la détection des produits d'oxydation des acides gras insaturés .

**Mode opératoire**

- Remplir la cuve de quartz de l'hexane afin de fixer la ligne de base.
- Peser 0,05g de l'échantillon ( l'huile) , les diluer dans 5ml de l'hexane

La lecture des absorbance est effectuée dans une cuve en quartz par rapport à celle du solvant sur un spectrophotomètre visible.



**Image II.11** : spectrophotomètre visible.

## **CHAPITRE III**

### **RESULTATS ET DISCUSSIONS**

## Introduction

Traitement des résultats des analyses physico-chimiques réalisés sur l'huile de soja au cours des fritures répétées, puis leur comparaison par rapport aux normes internationales et les normes d'entreprise (Tableau III.1).

**Tableau III.1** : normes d'entreprise et Codex Alimentarius pour l'huile de soja.

Analyse physico-chimique	Normes d'entreprise	Normes Codex Alimentarius
Densité	0,920-0,935	0,920-0,935
I.R	1,4760-1,4775	1,4760-1,4775
Acidité	Max 0,12	Max 0,12
I.E	varie	varie
I.S	195-189	195-189
I.P	Max 5	Max 10
I.I	145-110	145-110
T. d'Impureté	0,01-0,5 %	1%

## I. Analyses physiques

### I.1 Densité

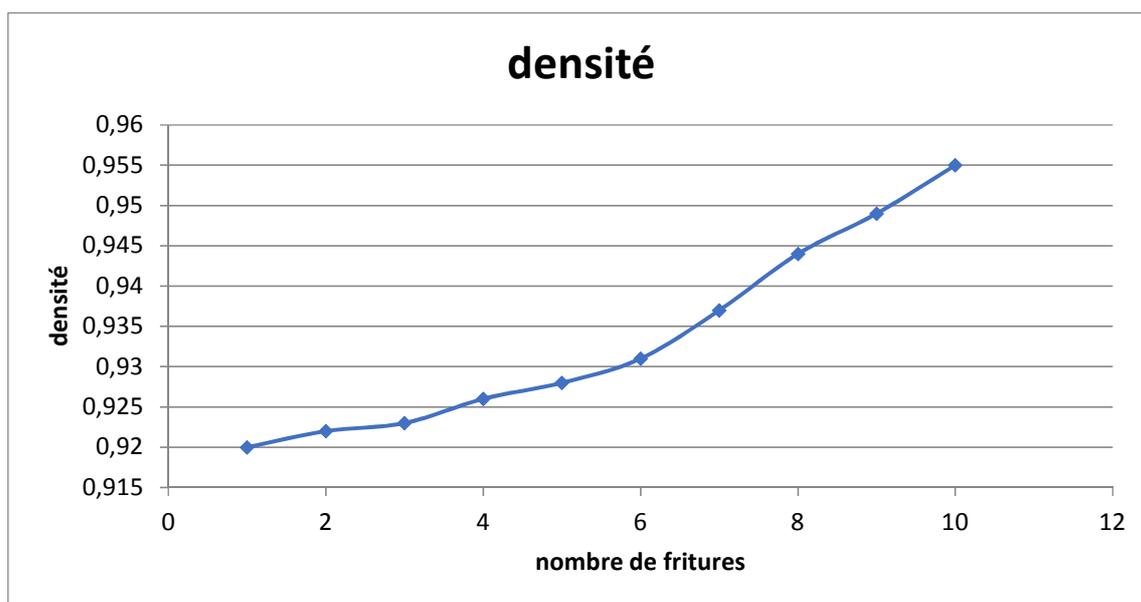
La détermination de la densité est l'un des critères de pureté d'une huile. Elle est en fonction de la composition chimique des huiles et de la température. Dans notre étude, nous avons déterminé ce critère à une température de 20<sup>0</sup>C.

Les résultats obtenus pour la densité sont donnés dans le tableau suivant :

**Tableau III. 2 :** Evolution de la densité en fonction des fritures successives.

Nombre de fritures	densité
<b>L'huile finie</b>	<b>0,920</b>
1	0,922
2	0,923
3	0,926
4	0,928
5	0,931
6	0,937
7	0,944
8	0,949
9	0,955

La figure III.1 montre l'évolution de la densité en fonction des fritures répétées.

**Figure III. 1 :** Evolution de la densité en fonction des fritures répétées.

L'allure de la courbe est croissante en fonction des fritures répétées, on remarque dans les 5 premières fritures les valeurs obtenues sont conformes aux normes de l'entreprise et aux normes de Codex Alimentarius. Par contre à partir de la 6<sup>ème</sup> friture l'huile commence à se dégrader et n'est pas conforme aux normes citées.

## I.2 Indice de réfraction

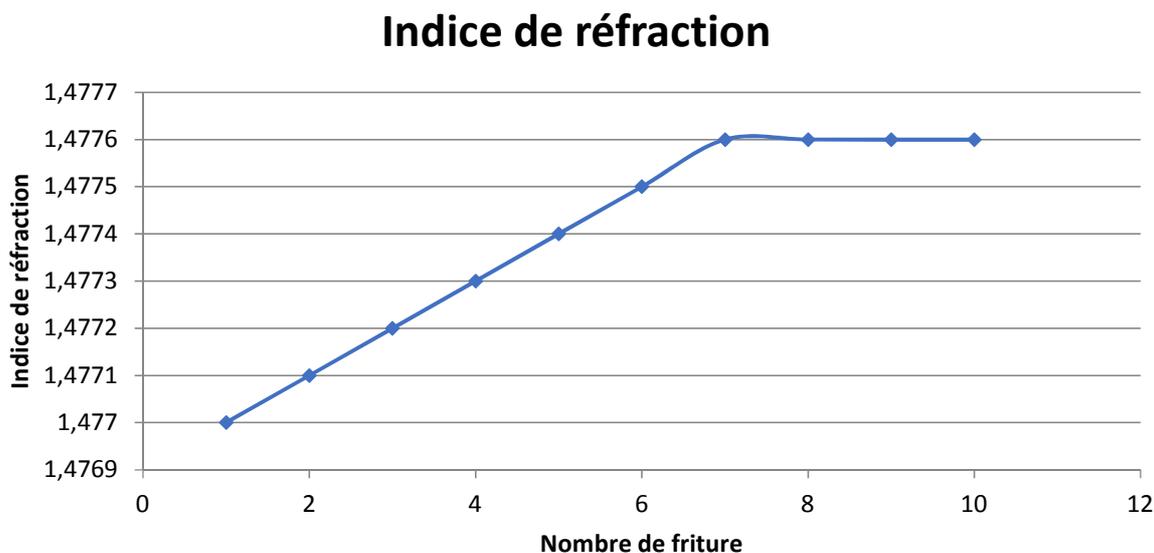
L'indice de réfraction, comme la densité, est considéré comme un critère de pureté d'une huile. Il varie avec la longueur d'onde de la lumière incidente ainsi qu'avec la température. Cet indice est proportionnel au poids moléculaire des acides gras et aussi à leur degré d'insaturation.

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau suivant :

**Tableau III. 3 :** Evaluation de l'indice de réfraction en fonction des fritures successives.

Nombre de fritures	Indice de réfraction
<b>L'huile finie</b>	<b>1,4770</b>
1	1,4771
2	1,4772
3	1,4773
4	1,4774
5	1,4775
6	1,4776
7	1,4776
8	1,4776
9	1,4776

La figure III.2 montre l'évolution de l'indice de réfraction en fonction des fritures répétées



**Figure III. 2 :** Evolution de l'indice de réfraction en fonction des fritures répétées.

Comme le montre notre graphique à partir de la première utilisation de huile jusqu'à la 6<sup>ème</sup> on remarque la croissance d'indice de réfraction et qui va se stabiliser après la 6<sup>ème</sup> utilisation qui veut dire que l'huile s'est complètement dégradée.

## II. Analyses chimiques

### II.1 L'acidité et l'indice d'acide

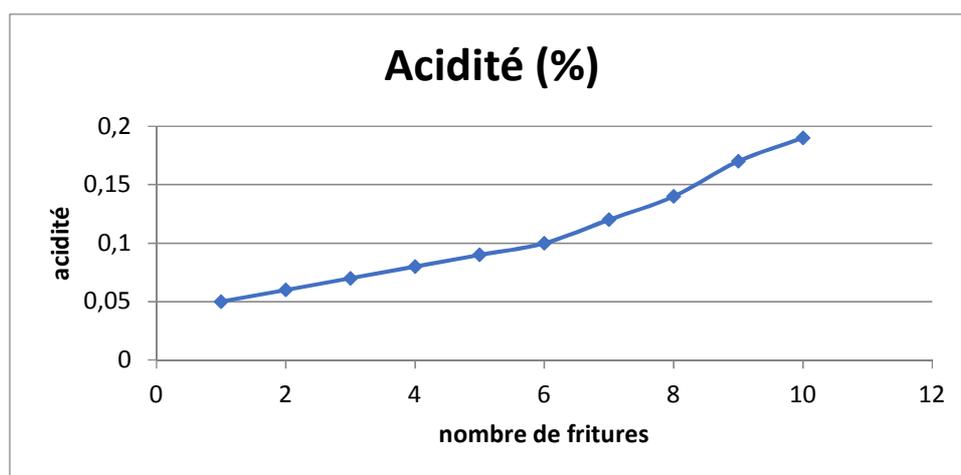
La connaissance de l'indice d'acide et l'acidité d'un corps gras est un bon moyen pour déterminer son altération par hydrolyse. C'est un critère de pureté de l'huile.

Les résultats relatifs de l'acidité sont présentés dans le tableau suivant :

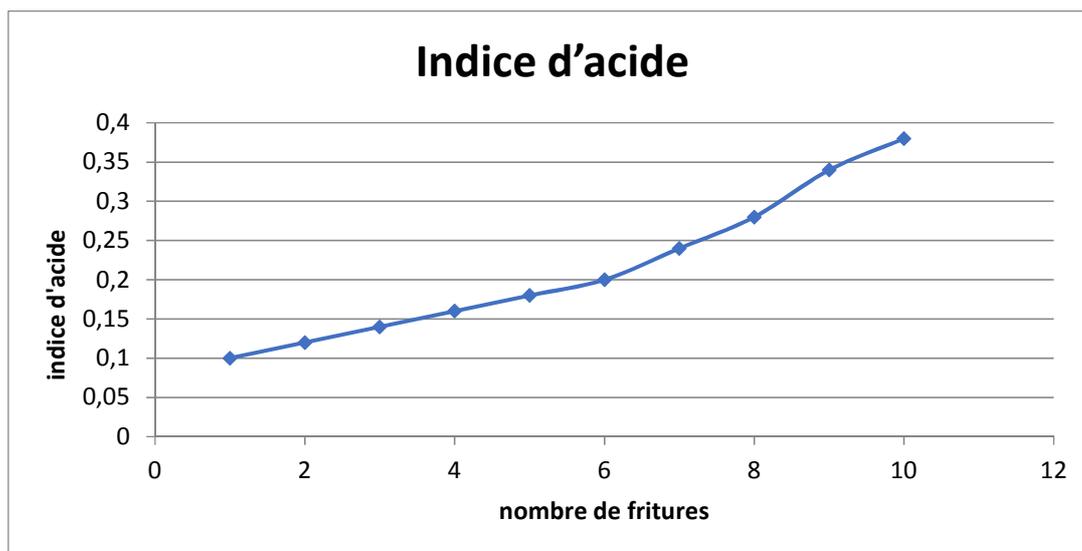
**Tableau III.4** : Evaluation de l'acidité au cours des fritures

Nombre de fritures	Acidité (%)	Indice d'acide
<b>L'huile finie</b>	<b>0,05</b>	<b>0,1</b>
1	0,06	0,12
2	0,07	0,14
3	0,08	0,16
4	0,09	0,18
5	0,1	0,2
6	0,12	0,24
7	0,14	0,28
8	0,17	0,34
9	0,19	0,38

La figure III.3 montre l'évolution de l'acidité en fonction des fritures répétées.

**Figure III. 3** : Evolution de l'acidité en fonction des fritures répétées.

La figure III.4 montre l'évolution de l'indice d'acide en fonction des fritures répétées.



**Figure III.4 :** Evolution de l'indice d'acide en fonction des fritures répétées.

Les résultats obtenus pour l'indice d'acide, montrent que l'acidité des huiles augmente après plusieurs fritures. L'augmentation de l'indice d'acide au niveau des huiles provient certainement des réactions chimiques s'opérant au niveau de l'huile au contact de l'eau sous l'effet de la chaleur. Pour les 7 premières fritures les indices d'acide restent inférieurs à la limite maximale établie par la norme.

## II.2 Indice de saponification

La connaissance de l'indice de saponification d'une huile nous renseigne sur la longueur de la chaîne carbonée des acides constituant cette huile.

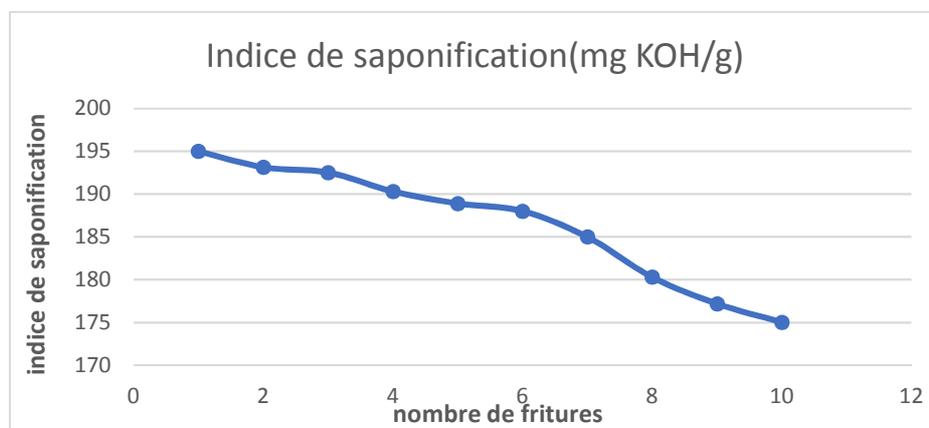
L'indice de saponification d'un corps gras est d'autant plus élevé que la chaîne carbonée des acides gras est courte.

Les résultats obtenus pour l'I.S sont donnés dans le tableau suivant :

**Tableau III.5** : Evolution de l'indice de saponification en fonction des fritures successives

Nombre de fritures	Indice de saponification (mg KOH/g)
<b>L'huile finie</b>	<b>195</b>
1	193,15
2	192,53
3	190,32
4	188,91
5	188,01
6	185 ,90
7	180,30
8	177,20
9	175,02

La figure III.5 montre l'évolution de l'indice de saponification en fonction des fritures répétées.

**Figure III.5** : Evolution de l'indice de saponification en fonction des fritures répétées.

L'huile est sensible au traitement thermique, les résultats obtenus sont représentés dans (**Figure III.5**), l'allure est décroissante pour l'indice de saponification, après la 5<sup>ème</sup> friture ce qui indique que le chauffage a causé des scissions au niveau des doubles liaisons des acides avec formation d'autres composés acides.

### II.3 Indice de peroxyde

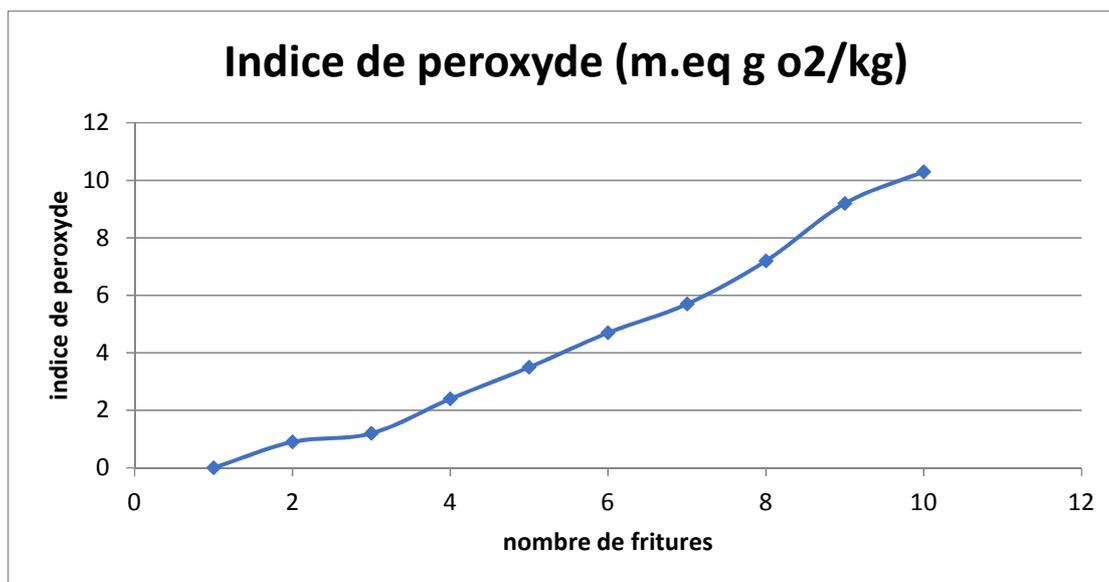
L'indice de peroxyde est un critère très utile qui nous renseigne sur la détérioration oxydative d'une huile, il permet d'apprécier l'état de conservation d'un corps gras. Il mesure les hydro peroxydes totaux qui sont les premiers produits de l'oxydation.

Les résultats de notre étude sont regroupés dans le tableau suivant :

**Tableau III. 6** : Evolution du l'indice de peroxyde au cours des fritures

Nombre de fritures	Indice de peroxyde (m.eq g O <sub>2</sub> /kg)
<b>L'huile finie</b>	<b>0</b>
1	0,9
2	1,2
3	2,4
4	3,5
5	4,7
6	5,7
7	7,2
8	9,2
9	10,3

La figure III.6 montre l'évolution de l'indice de peroxyde en fonction des fritures répétées.



**Figure III.5:** Evolution de l'indice de peroxyde en fonction des fritures répétées.

Les résultats obtenus montrent une augmentation des indices de peroxyde après chaque friture.

Au cours du chauffage des huiles, il y a une oxydation poussée de l'huile en contact avec l'air ainsi qu'avec l'introduction de la pomme de terre. Cette oxydation a pour conséquence, la formation des peroxydes. Ceci justifie l'augmentation de l'indice de peroxyde au niveau des huiles de friture. De plus, cette peroxydation détruit les acides gras de l'huile et conduit à l'obtention de composés très toxiques. Les mauvaises conditions de chauffage peuvent provoquer la polymérisation et la cyclisation soit par l'intervention de l'oxygène, soit par l'intermédiaire de la formation de peroxydes. Il faut donc tenir compte, non seulement de l'oxydation pendant le chauffage mais aussi de la teneur initiale en peroxyde de l'huile de friture

#### II.4 Indice d'iode

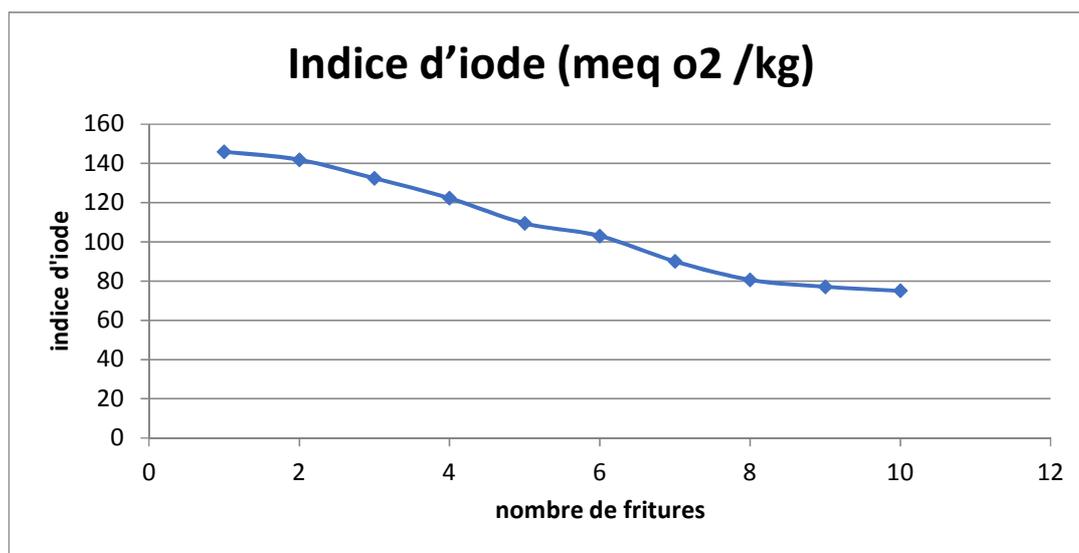
L'indice d'iode nous renseigne sur le degré d'insaturation des acides gras contenus dans une huile donnée. Il est en rapport direct avec le degré d'oxydation d'une huile. En effet, plus une huile est insaturée et plus son indice d'iode est élevé.

Les résultats obtenus sont consignés dans le tableau suivant :

**Tableau III. 7** : Evolution de l'indice d'iode au cours des fritures

Nombre de fritures	Indice d'iode ( g )
<b>L'huile finie</b>	<b>146</b>
1	141,91
2	132,47
3	122,30
4	109,51
5	103,03
6	90,07
7	80,66
8	77,11
9	75,04

La figure III.7 montre l'évolution de l'indice d'iode en fonction des fritures répétées.

**Figure III.6** : Evolution de l'indice d'iode en fonction des fritures répétées.

La diminution de l'indice d'iode dans les huiles de friture se traduit par l'action de la chaleur sur les acides gras insaturés de l'huile. Il s'agit d'une perte du degré d'insaturation. Les produits chimiques qui résultent de la polymérisation et de la cyclisation des acides gras restent dans l'huile et deviennent toxiques aux consommateurs.

La courbe réalisée, a une allure décroissante ; elle indique une diminution progressive au fur et à mesure de l'augmentation du nombre de fritures.

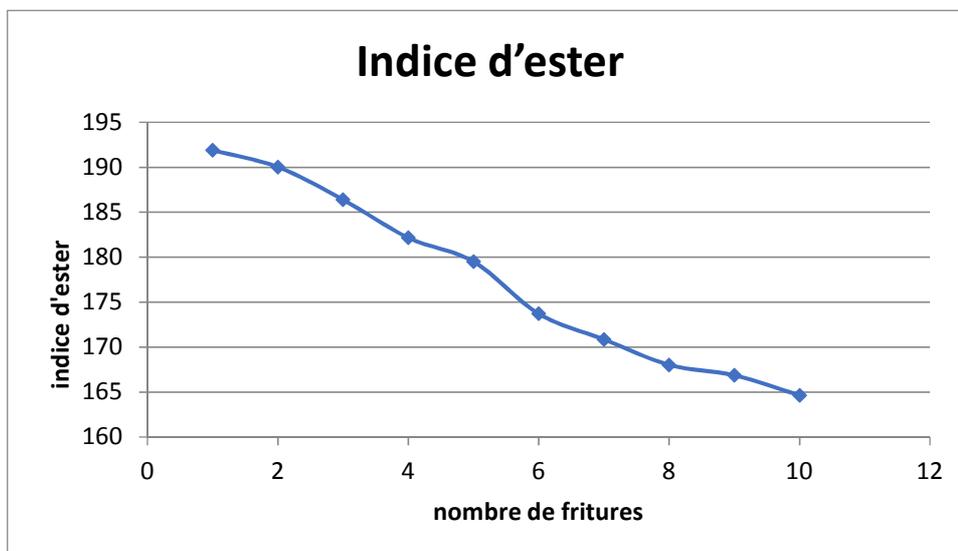
### II.5 Indice d'ester et pourcentages d'impuretés

Le tableau III.8 montre l'évolution des indices d'ester et taux d'impureté au cours des fritures.

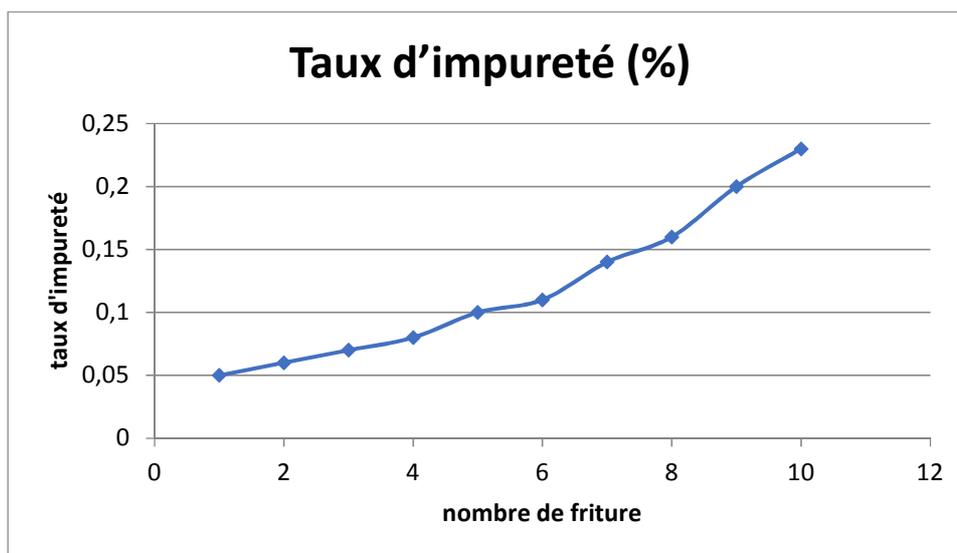
**Tableau III.8 :** Evolution des indices d'ester et Taux d'impureté au cours des fritures

Nombre de fritures	Indice d'ester	Taux d'impureté (%)
<b>L'huile finie</b>	<b>191,9</b>	<b>0,05</b>
1	190,03	0,06
2	186,39	0,07
3	182,16	0,08
4	179,5	0,1
5	173,71	0,11
6	170,86	0,14
7	168,02	0,16
8	166,86	0,2
9	164,64	0,23

Les figures III.8 et III.9 montrent que l'indice d'ester de l'huile étudiée après plusieurs fritures diminue en revanche le taux d'impuretés augmente.



**Figure III.8 :** Evolution de l'indice d'ester en fonction des fritures répétées.



**Figure III.9 :** Evolution de taux d'impureté en fonction des fritures répétées.

Des deux indices, de saponification et d'acide, nous pouvons déduire l'indice d'ester de ces huiles ainsi que le taux des impuretés. En contrôle d'industrie alimentaire, une huile n'est consommable que si le pourcentage d'impuretés ne dépasse pas 1 %.

Les informations disponibles concernant la composition, la qualité et la valeur nutritionnelle des huiles sont extrêmement limitées. Compte tenu de leur origine, les huiles toxiques peuvent donc être des mélanges d'huiles de natures différentes et de qualités variables et peuvent contenir des produits d'oxydation, des impuretés, voire des polluants.

## II.6 Tocophérol

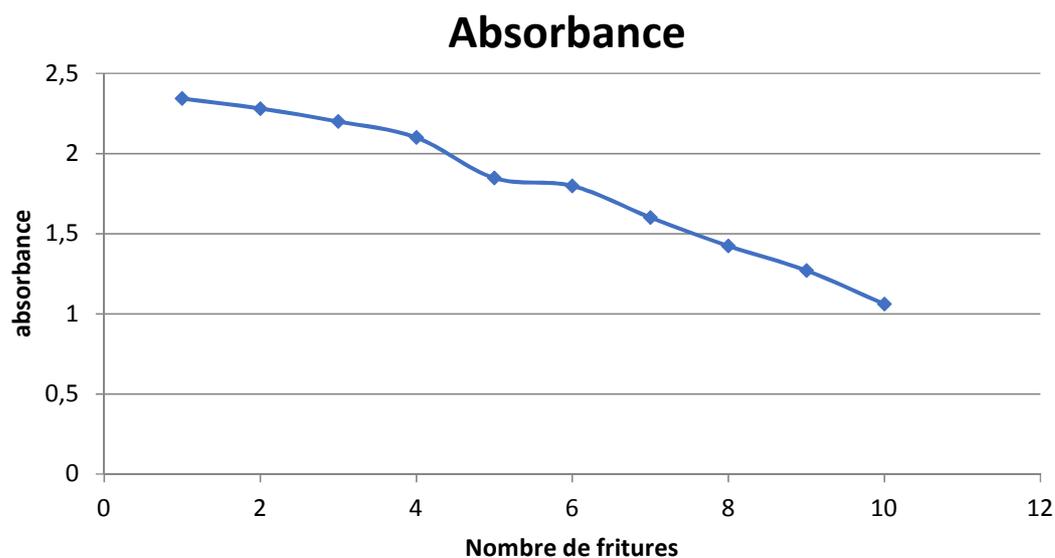
A la température ambiante, les tocophérols se présentent sous la forme d'une huile visqueuse de coloration jaune pâle. Ils sont insoluble dans l'eau très soluble dans les graisses, les huiles et les solvants organiques (éther, acétone, chloroforme, méthanol, alcool méthyliques et éthyliques.) ils sont peu sensibles à la chaleur, à la lumière et aux acides, mais très sensible à l'oxydation.

Les résultats obtenus par l'ultra-violet à une longueur d'onde fixée ( $\lambda=260$  nm) sont consignés dans le tableau suivant :

**Tableau III.9 :** Evolution de l'absorbance au cour des fritures.

Nombre de fritures	Absorbance
<b>L'huile finie</b>	2,343
1	2,281
2	2,200
3	2,100
4	1,847
5	1,798
6	1,601
7	1,423
8	1,270
9	1,06

La **figure III.7** montre l'évolution de l'absorbance en fonction des fritures répétées.



**Figure III.8 :** Evolution de l'absorbance en fonction des fritures répétées.

A travers les résultats obtenus par l'ultra-violet l'allure de la courbe est décroissante. la tocophérol joue un rôle d'une protection des acides gras polyinsaturés essentiels contre l'agression oxydante qui le dégradent par peroxydation. Ce qui explique la bonne résistance au cours des premières fritures.

## **Conclusion générale**

### Conclusion générale

Durant le stage effectué au niveau du complexe COGB LABELLE de Bejaia, nous avons évalué les analyses physico-chimiques de l'huile végétale produite par cette entreprise agroalimentaire avant et après les fritures répétées.

Les résultats obtenus aux cours de ces analyses, montrent que l'huile produite est parfaitement agréable à la consommation, et elle est conforme aux normes de Codex Alimentarius.

Puis nous avons évalué des paramètres physico-chimiques pour les fritures successives et comparé les résultats obtenus avec ceux de l'huile finie (avant la friture)

Sur le plan des caractéristiques physiques (densité, indice de réfraction), ces deux analyses augmentent en fonction des fritures ce qui indique la dégradation de l'huile à partir de la 5eme friture, la destruction des acides gras insaturés qui deviennent acide gras libre.

Sur le plan des caractéristiques chimiques (l'acidité, indice de saponification, indice de peroxyde, indice d'iode, indice d'ester, taux d'impureté et tocophérols)

- Pour l'acidité et indice de peroxyde l'augmentation de ces deux indices implique qu'ils proviennent certainement des réactions chimiques s'opérant au niveau de l'huile au contact de l'eau sous l'effet de la chaleur, et aussi l'huile est plus oxydée par rapport à celle produite à cause des fritures répétées, de plus cette peroxydation détruit les acides gras de l'huile et conduit à l'obtention de composés très toxiques.

- Pour l'indice de saponification et indice d'iode la diminution de ces deux indices ont causé des scissions au niveau des doubles liaisons, diminution des insaturations et augmentation de la chaîne carbonée ce qui explique la diminution de l'indice de saponification.

- L'indice d'ester et le taux d'impureté : plus l'indice d'ester diminue le taux d'impureté augmente au cours des fritures puisque ces derniers dépendent de l'indice d'acide et de l'indice de saponification.

Ensuite nous avons effectué des analyses spectrales pour le changement de la couleur et pour l'identification de la résistance (tocophérols) de cet huile au cours des fritures par la méthode spectrophotométrie UV.

- Changement de couleur qui devient de plus en plus foncé (vers le rouge) après plusieurs

## CONCLUSION GENERALE

fritures, qui indique que notre huile est totalement oxydée (dégradée).

- L'huile de soja raffinée doit contenir une quantité importante de tocophérol, elle joue un rôle dans la protection des acides gras contre leur oxydation, elle permet la réutilisation de l'huile dans plusieurs fritures.

Suite à notre recherche nous sommes arrivées à évaluer les paramètres physico-chimiques de l'huile de soja au cours des fritures répétées puis à les comparer aux normes de Codex Alimentarius et aux normes de l'entreprise, pour les 5 premières fritures les résultats obtenus sont conformes aux normes citées. Par contre à partir de la 6<sup>ème</sup> friture les résultats ne conforment pas aux normes, ce qui indique la dégradation et l'oxydation de cette huile, elle devient toxique et nocive pour la santé du consommateur.

Une huile trop usée peut rapidement devenir impropre à la consommation, ce qui constitue un souci de santé, pour augmenter la durée de vie de cette huile il faut la Conserver dans de bonnes conditions pour maintenir sa qualité nutritionnelle, en garantissant une teneur en acides gras insaturés et la préservation des vitamines.

## **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

**A. Karleskind,**

Oils and fats manual Vol. 1, Ed. Lavoisier Tec. Doc, Paris. (1996)

**A. M. Ziaifar,** Oil absorption during deep-fat frying : mechanisms and important factors, Industries des Sciences et Industries du Vivant et de l'Environnement (Agro Paris Tech), Thèse doctorale. (2008)

**B. Friedman.** Adsorbent antioxidant provides optimum frying in restaurant and fast food fryers, European Journal of Lipid Science and Technology, 102(8-9): 560-565. (2000)

**C. A. Rasolohery,**

Etude des variations de la teneur en isoflavones et de leur composition dans le germe et le Cotylédon de la graine de soja [Glycine max (L.)Merrill].

Thèse de doctorat de l'institut national polytechnique de Toulouse, 13-43. (2007)

**C. Colette, L. Monnier,** Médecine des Maladies Métaboliques Volume 5, Issue 3, Pages 237-245 (2011)

**C. Delagoutte,**

Huiles de friture et dangers,

La Cuisine Collective, n° 205. (2007)

**C.Dobarganes,**

Formation and analysis of high molecular-weight compounds in frying fats and oils.

*OCL*, 5(1): 41-47. (1998).

**Codex alimentarius .** Annexe v .avant .projet de norme pour les huiles végétales portant un nom scientifique. Compréhension des mécanismes des maladies et potentiel thérapeutique. Actualité en chimie n°270 :108-115 (1983).

**Conseil superieur de la santé, Sécurité des huiles et graisses page 6 JANVIER 2011.**

**D. SCRIBEN. Les industries agricoles et alimentaires, TEC et DOC Lavoisier, (1988).**

**E. Le Floch, P. Acker, P. Ramel, M. T. Lanteaume, A. M. Le Clerc,**

Les effets d'un chauffage de type culinaire sur les principaux corps gras alimentaires. Ses incidences physiologiques et nutritionnelles.

*Ann.Nut. Alim.*, 22: 249-265.(1968)

**G. Varela, A.E. Bender, I.D. Morton,** Frying of principales, changes, new approches. New york : VCH.

(Morton, I. D., ed.).Ellis Horwood. Chichester, 202. (1988)

**Guide de contrôle des huiles de fritures, agroline N 97 Novembre/décembre 2015**

**J.B. Rossell,**

Frying, improving quality. Boca Raton, Fl :

*CRC Press*, 369. (2001)

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

**Jean-François guthmann Manuel des corps gras** sous l'égide de l'association française pour l'étude des corps gras( tome 1) page 131, 133, 793, 917.(1992)

**J. Hubert.**

Caractérisation biochimique et propriétés biologiques des mi cronutriments du germe de soja. Etude des voies de sa valorisation en nutrition et santé humaines. Thèse de Doctorat de l'Institut National Polytechnique de Toulouse, pp 13-52.(2006).

**JH. Weil;** Biochimie générale. 7<sup>ème</sup> édition, 239. (1995)

**O. Michel:** Analyse de corps gras. Technique et caractérisation 3325.

**PASCAL LABOURET** , manger mieux c'est choisir ses aliments, éditions du dauphin 282. (2005)

**P. Bohuon, B. Broyart, G.Trystram.**

Mise en œuvre des matières agroalimentaires, chapitre 4: Création et transformation de solides alimentaires, Eds. Lavoisier, Paris, 240 (2006)

**P. Bouchon.**

Understanding Oil Absorption During Deep-Fat Frying. Advances in Food and Nutrition Research, 209-234.( 2009)

**Ph. Lion,** Travaux pratiques de chimie organique. Ed. Dunod, Paris. (1955).

**Recueil des travaux pratiques** sur la chimie des graisses par You. Tyrsine Boumerdes - 1980- page 02, 05, 06, 10, 13, 19

**Y. Seghier et L. Benahmed.,**

Raffinage de l'huile de soja et élimination des acides gras libres au niveau de l'usine de Afia Master en génie des procédés , Ingénierie biomoléculaire , Département de chimie organique industrielle, Faculté de chimie, Université des sciences et de la technologie d'Oran Mohamed Boudiaf, 37-40. (2014)

## Conseils

L'huile de friture a tendance à se dénaturer rapidement, pour ne pas avoir à la changer en cours de cuisson, et pour que la qualité de vos aliments frits soit toujours parfaites voici une technique qui vous permettra de l'utiliser le plus longtemps possible.

- ✓ Vaut mieux utiliser une friteuse à bord haut avec son couvercle.
- ✓ Il faut que les aliments soient recouverts d'huile pendant la friture.
- ✓ S'assurer que la zone autour de la friteuse reste propre afin de ne pas favoriser l'intrusion d'éléments extérieurs.
- ✓ S'assurer qu'aucun instrument en cuivre ou en fer ne soit mis dans l'huile de friture (puisque c'est un oxydant accélérant la dégradation).
- ✓ Réduire tout contact entre l'eau et l'huile de friture.
- ✓ Maintenir la température pour frire entre 180 à 200°C.
- ✓ Ne pas mettre du sel dans l'huile de friture (puisque il agit comme un oxydant, accélère la dégradation de l'huile).
- ✓ Filtrer correctement et régulièrement les impuretés pour prolonger la durée de vie de votre huile.
- ✓ Après la 5ème friture n'ajouter jamais d'huile nouvelle à une huile qui a déjà été servi, jetez l'ancienne et remplacez la par une nouvelle huile.
- ✓ Recouvrir la friteuse à froid après l'usage.

# Annexes

# I. Présentation de l'entreprise

## CO.G.B Labelle

### 1. Situation de l'entreprise :

Le complexe industriel agroalimentaire « CO.G.B-LABELLE », implanté dans la zone industrielle de la capitale des Hammadites, est considéré l'un des plus grands complexes en Algérie, disposant d'une technologie de pointe, il s'étend sur une superficie de 108 800 m<sup>2</sup>, dont 56 500 couverts.

Il est limité par :

- la route des Aurès et L'ENTP/SPA à l'ouest.
- ALCOST/SPA et Oued Sghir au nord.
- SN LB liège au sud.
- l'EDIMIA à l'est.

### 2. Aperçu historique :

L'entreprise est créée en 1939 par le groupe de TAMZALI, fut nationalisée en 1967, il était issu de la restructuration de la Société Nationale de Gestion et de Développement des Industries Alimentaires (SOGEDIA) en 1972, ce complexe avait accédé au statut d'entreprise autonome en 1989 et est devenue la Société Par Action des Corps Gras (SPA-ENCG) ayant pour activités de transformer les matières d'origine animale et végétale afin de fabriquer des produits alimentaires et industriels. A partir du 01/04/2006, CO.G.B. fut privatisée par le groupe « *Labelle* » sous la dénomination de CO.G.B. *Labelle/SPA*.

### 3. Objectifs missions et activités :

#### 3.1. Missions de l'entreprise :

Les principales missions de la CO.G.B Labelle sont :

- Elaborer et réaliser des plans annuels de production et de vente.
- Assurer les ventes des produits sur le marché national ou l'exploitation dans le cadre des surplus de production.
- Procéder à des études de projet pour répondre aux besoins de la demande nationale
- Organiser et développer des structures de maintenance permettant d'optimiser la performance des appareils de production.
- Assister les unités de production pour assurer une politique uniforme en matière de production, distribution, maîtrise des coûts.
- Mettre en place ou développer d'un système de gestion en vue de satisfaire les besoins nationaux et maintenir en permanence des stocks stratégiques tant en matière produite.

- Mettre en place les voies et les moyens en vue d'une assimilation progressive de la technologie et de son activité.
- La satisfaction des besoins du consommateur en matière d'huile alimentaire, de savon, de margarine et d'autres dérivés des corps gras.
- Leur métier est la transformation des matières d'origines animales et végétales en vue de la fabrication de produits de grande consommation et de produits destinés à l'industrie.

### **3.2. Les objectifs de l'entreprise :**

Les objectifs tracés par l'entreprise du groupe Labelle sont :

- Satisfaire dans une large mesure les besoins nationaux des produits alimentaires
- Répondre aux besoins des consommateurs en termes de qualité.
- Accroître les capacités de production par la création d'autres unités de production.
- Lancement de nouveaux produits et élargir sa gamme de production.
- Affirmer sa présence sur le marché et dans toutes les régions algériennes.
- Exploiter, gérer et développer principalement les activités de production d'huile alimentaire et industrielle, du savon, de margarine et d'autres activités industrielles liées à son objet.

### **3.3. Les activités de l'entreprise :**

- La fabrication d'huile végétale
- Fabrication des margarines de table, de feuilletage et pâtisserie.
- Fabrication de produits végétaux aromatisés.
- Fabrication du savon de ménage et de toilette.
- Fabrication de graisse végétale à usage industriel, de glycérine, d'acides gras dessillés et du savon industriel.

## **4. Potentiel de production et les moyens de l'entreprise :**

### **4.1. Potentiel de production :**

Le potentiel de production de l'entreprise est présenté comme suit :

- |   |               |
|---|---------------|
| - Raffinage d'huile :                                       | 530 Tonnes/j. |
| - Production de savon de ménage « ANTILOPE » :              | 150 Tonnes/j. |
| - Production de savon de toilette « PALME » et « NESRIA » : | 50 Tonnes/j.  |
| - Production de Glycérine :                                 | 50 Tonnes/j.  |
| - Production d'Acides Gras Distillés :                      | 20 Tonnes/j.  |
| - Production de la Margarine :                              | 80 Tonnes/j.  |
| - Production de PVA :                                       | 30 Tonnes/j.  |

### **4.2. Moyens de l'entreprise :**

#### **4.2.1. Moyens matériels :**

Les moyens matériels que l'entreprise dispose sont comme suit :

- Raffinerie,
- savonnerie,

- margarinerie
- hydrogénation.
- Station d'épuration des eaux

#### **4.2.2. Moyens humains :**

L'effectif total de la CO.G.B Labelle enregistré à la fin 2014 est 539 agents réparti par catégorie comme suit :

- Cadres supérieurs : 7 agents soit 1%
- Cadres : 52 agents soit 10%
- Maîtrise : 265 agents soit 49%
- Exécution : 215 agents soit 40%

#### **4.2.3. Les équipements de production :**

La société CO.G.B Labelle dispose des équipements suivants :

- Raffinage d'huile alimentaire.
- Margarinerie.
- Chaufferie.
- Unité de conditionnement des huiles et savons.
- Savonnerie de ménage et de toilette.
- Distillerie des acides gras.
- Station d'épuration des eaux usées.
- Glycerinerie.

### **5. Les différents départements et services :**

Avec un effectif qui travaille 24/24, partagé en quatre équipes de 8h/jour, ce département est composé de quatre services :

#### **5.1. Service de raffinage :**

Sa mission est la transformation de l'huile brute alimentaire destinée au conditionnement.

#### **5.2. Service de conditionnement des huiles (SCH) :**

Ce service est partagé en deux ateliers :

- **Atelier de plastique** : son rôle est la fabrication de bouteilles en plastique
- **Atelier de conditionnement** : son rôle est la mise en bouteille de l'huile pour la commercialisation.

#### **5.3. Service savonnerie :**

son rôle est la fabrication du savon de ménage, savon de toilette ainsi que la glycérine pharmaceutique.

#### **5.4. Service margarinerie :**

sa mission est la production d'hydrogène, d'huile hydrogène et de la margarine.

#### **5.5. Département technique :**

Il a pour rôle la maintenance du matériel de production. Il est composé des services suivants :

#### **5.6. Services études et méthodes :**

ce service est chargé de l'organisation du département technique, de renouveler les équipements, de procéder aux différentes études (investissement, projets...)

#### **5.7. Service électricité :**

Son rôle est d'exécuter les plans d'actions, gérer le curatif, rembobiner les moteurs électriques.

#### **5.7. Service mécanique :**

Ce service est chargé de la maintenance mécanique.

#### **5.8. Service utilité :**

Il assure tous les besoins en matière d'énergie aux ateliers de production tels que la vapeur, l'eau adoucie, la soude diluée, l'air comprimé.

#### **5.9. Département des ressources humaines :**

Il s'occupe de la gestion du personnel, il est composé des sections suivantes :

**5.9.1. Section personnel :** cette section assure le pointage, les absences autorisées et irrégulière. Elle gère aussi la carrière des travailleurs, maladies et recrutements.

**5.9.2. Section paie :** elle s'occupe de la gestion des fiches de paie du mois.

**5.9.3. Section moyens généraux :** la structure des moyens généraux est chargée des travaux suivants :

- Répartition du matériel de bureau.
- Démarche auprès des assurances contre les incendies ou tout autre dégât.

#### **5.10. Département sécurité :**

Il s'occupe de la sécurité en matière de protection individuelle et collective et la sensibilisation sur les risques d'accidents.

#### **5.11. Département comptabilité et finance :**

Ce département est chargé d'enregistrer, d'analyser et de contrôler toutes les opérations comptables réalisées par l'entreprise et de connaître les mouvements des stocks et les existants en magasin.

#### **5.12. Département d'approvisionnement :**

Il assure la prospection du marché et gère tous les achats du complexe en matière premières et consommable, emballages et pièces de rechange.

Son fonctionnement est assuré par un ensemble de fonctionnaires chargés de la gestion administrative, ils sont les suivants :

2. Un chef de département central.
3. Un assistant chargé des approvisionnements.
4. Un chef de service chargé des achats locaux.
5. Un chef de service chargé du suivi des opérations d'importation.
6. Un déclarant en douanes chargé des formalités douanières
7. Un agent administratif.

#### **5.13. Service laboratoire :**

Ce service est chargé de contrôler et gérer la qualité de tous les produits entrant dans le processus de production.

#### **5.14. Direction commerciale :**

Après le conditionnement des huiles et autres produits, la direction commerciale intervient pour la commercialisation et la distribution des produits finis.

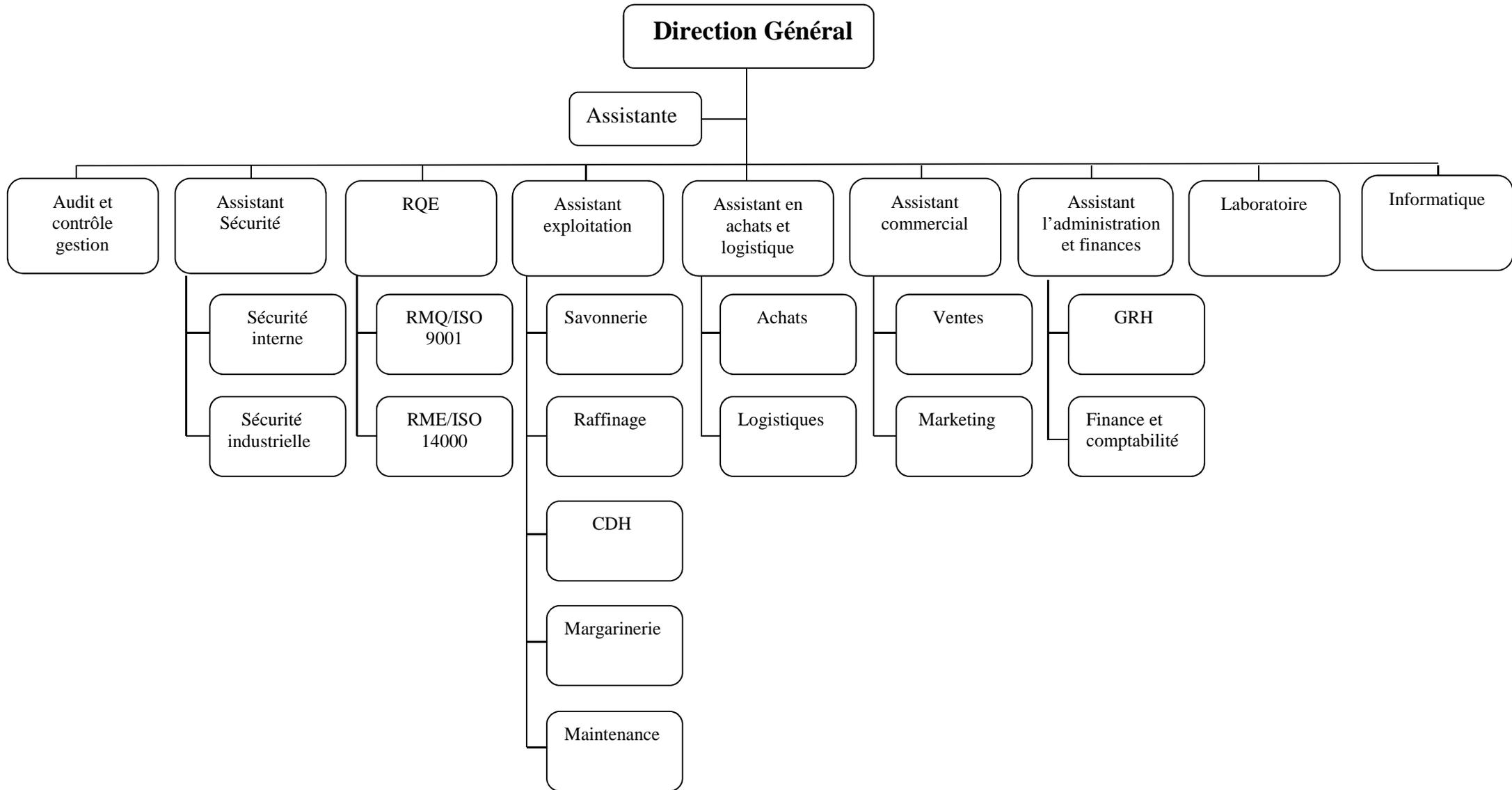
#### **5.15. Services transport :**

Il est composé d'un atelier de réparation. Il assure l'acheminement des matières premières et consommables vers l'entreprise, et assure la distribution des produits finis aux clients

**5.16. Contrôleur de gestion :**

Il a pour une principale mission de veiller à l'élaboration, au suivi de l'exécution des budgets de la société et la réalisation des situations, états et rapports statistiques de gestion.

Tous ces départements et services dépendent du président directeur général (PDG) qui gère l'entreprise et prend les décisions stratégiques. Ce lien est représenté dans l'organigramme suivant (figure n°1) :



**Figure 1 :** Organigramme CO.G.B LABELLE

**Source :** documents de l'entreprise



## **résumé**

Notre étude est portée sur l'influence des fritures sur les caractéristiques physique (densité , indice de réfraction ) ,chimique (indice d'acide, indice de saponification, indice de peroxyde, indice d'iode, indice d'ester et taux d'impuretés),et spectrale ( la couleur , tocophérol) de l'huile de soja.

Les résultats obtenus aux cours de ces analyses, montrent que l'huile produite est parfaitement Agréable à la consommation, et elle conforme aux normes de Codex Alimentarius.

Ainsi pour les 5 premières fritures, Par contre à partir de la 6eme friture les résultats ne Conforment pas aux normes ce qui indique la dégradation et l'oxydation de cette huile, elle devient toxique et nocive pour la santé du consommateur.

Les huiles alimentaires soumises à de fortes températures subissent des dégradations. La qualité est l'aspect le plus important dont dépendent leurs caractéristiques physico-chimiques.

L'analyse qualitative des huiles de friture, montre que leurs composants se dégradent en formant de nouveaux composés, résultats de l'état d'oxydation.

**Mots clés :** huiles alimentaires, friture, indices physico-chimiques, la dégradation.

## **abstract**

Our study focuses on the influence of frying on the physical (density, refractive index), chemical (acid index, saponification index, peroxide index, iodine number, ester number and impurities), and spectral (the color, tocopherol) of soybean oil.

The results obtained during these analyzes show that the oil produced is perfectly

Pleasant for consumption, and complies with Codex Alimentarius standards.

So for the first 5 frying, By cons from the 6th frying the results do not

Do not comply with the standards which indicates the degradation and the oxidation of this oil, it becomes toxic and harmful to the health of the consumer.

Food oils subjected to high temperatures suffer damage. The

Quality is the most important aspect on which their physico-chemical characteristics depend.

The qualitative analysis of frying oils, shows that their components degrade by forming new compounds, results of the oxidation state.

**Key words:** edible oils, frying, physicochemical indices, degradation.