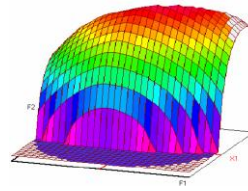




Année Universitaire : 2015-2016



Master Sciences et Techniques CAC Agiq
Chimométrie et Analyse Chimique : Application à la gestion de la qualité

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES
Pour l'Obtention du Diplôme de Master Sciences et Techniques

**Elaboration d'une huile de friture par les plans
d'expériences à l'aide des différents mélanges des huiles**

Présenté par:

HAJJOUBI Abdeljalil

Encadré par:

- EL FARROUDI Fatima Entreprise SIOF
- BOUAYAD Abdessalem FST Fès

Soutenu Le 13 Juin 2016 devant le jury composé de:

- Pr. BOUAYAD Abdessalam FST Fès
- Pr. AL ASRI Mohamed FST Fès
- Pr. HARRACH FST Fès

Stage effectué à : la société SIOF à Fès



Dédicaces

À Mes Parents:

Nous dédions ce projet de fin d'étude à nos chers parents qui nous ont aidé et à ceux qui ne sont jamais avares ni de leurs temps ni de leurs connaissances pour répondre à nos interrogations. Nous espérons être à la hauteur de ce que vous nous avez inculqué, tout en sachant que tout ce que nous pourrions faire ne peut égaler ce que vous nous avez donné. Que Dieu, le Tout Puissant, vous garde et vous procure bonheur et santé.



À Nos Chers Frères et Sœurs:

Pour leurs encouragements et leurs soutiens tout au long de notre formation.



À Nos professeurs:

Pour leur orientation et leurs conseils durant notre formation.



À Nos Très Chers Amis:

A ceux qui ont partagé notre joie et notre souffrance et aussi pour leur Fidélité et leur Amitié.



Remerciements

Notre projet de Fin d'Etudes n'est nullement le fruit d'un travail personnel, mais collaboration directe ou indirecte d'un certain nombre de personnes auxquelles nous tenons à présenter nos remerciements :

J' exprime ma profonde gratitude à mon encadrant, Mr **Abdessalam BOUAYAD**, professeur à FST, pour sa disponibilité tout au long de notre stage, pour son soutien permanent, pour le temps précieux qu'il nous a consacré ainsi que pour les remarques pertinentes qui ont permis l'amélioration continue de ce document.

Mes remerciements également au Professeur, **Abdessalam BOUAYAD** Président du jury, ainsi que nos honorables Professeurs et membres du jury: Mr **M. ELASRI** et Mr **.HARRACH** qui m'a fait l'honneur de juger ce travail.

Je remercie également Mr **M. ELASRI**, pour sa disponibilité à long temps et pour toutes l'idée qui ma donnée. Et nous ne saurions oublier dans ces remerciements toutes les personnes qui ont contribué à l'aboutissement de ce travail.

Sans oublier la précieuse aide de mon très cher professeur **Mr. EL HADRAMI** qui toujours présent pour nous aider et encourage durent les deux années du master sciences et techniques CAC.
Agiq

Je tiens vivement à remercier mon encadrant de stage **Fatima FAROUDI**. pour le soutien permanent qu'ils m'ont apporté non seulement par les moyens qu'ils ont mis à ma disposition mais aussi et surtout par leurs conseils constructifs et par leur disponibilité dont ils ont fait preuve afin de résoudre les problèmes qui entravaient l'avancement de mon projet..

Mes remerciements et ma considération, les plus sincères, vont à tout le corps professoral du Département chimie. Que nos honorables Professeurs trouvent ici l'expression de mon respect et ma reconnaissance, sans oublier de rendre grâce à la gentillesse et les efforts louables dont fait preuve le personnel de l'administration du département chimie afin d'instaurer un échange bénéfique entre les étudiants et les professeurs



Liste des abréviations

- **AG** : Acides gras.
- **AGE** : Acides gras essentiels.
- **AGI** : Acides gras saturés.
- **AGMI** : Acides gras monoinsaturés.
- **AGPI** : Acides gras polyinsaturés.
- **AGS** : Acides gras saturés.
- **H.S.R** : huile de soja raffinée
- **H.G.D.R** : huile de grignon d'olive raffinée
- **H.T.R** : huile de tournesol raffinée
- **BHT** : Hydroxytoluène butyle
- **BHA** : Hydroxyanisol butyle
- **BHQT** : Butylhydroquinone tertiaire
- **BPF** : poids basse faible
- **Pb** : plomb
- **As** : arsenic
- **ND** : Non détectable
- **Cu** : Cuivre
- **Fe** : Fer
- **LH** : chaîne d'acide gras
- **LOOH** : hydroperoxyde
- **E900** : Diméthylpolysiloxane
- **R2** : coefficient de détermination
- **CRD** : Capital Requirements Directives

Liste de figures

Figure N° 1 : étude graphique des résidus (l'acidité).....	23
Figure N° 2 : représentation graphique 2D de l' variation de la réponse.....	24
Figure N° 3 : étude graphique des résidus (humidité).....	25
Figure N°4 : représentation graphique 2D de l' variation de la réponse.....	26
Figure N° 5 : étude graphique des résidus (l'indice de peroxyde).....	27
Figure N°6 : représentation graphique 2D de l' variation de la réponse.....	28
Figure N° 7 : étude graphique des résidus (phosphore).....	30
Figure N°8 : représentation graphique 2D de l' variation de la réponse.....	31
Figure N° 9 : étude graphique des résidus (densité).....	37
Figure N°10 : représentation graphique 2D des effets Y1 (I.P avant la friture).....	38
Figure N°11 : représentation graphique 2D de l' variation de la réponse.....	39
Figure N° 12 : étude graphique des résidus.....	40
Figure N°13 : représentation graphique 2D des effets Y2 (I.P après 15 eme friture).....	41
Figure N°15 : représentation graphique 2D de l' variation de la réponse	42
Figure N° 15 : étude graphique des résidus.....	43
Figure N°16 : représentation graphique 2D des effets Y 3(rancissement avant F)	44
Figure N°17 : représentation graphique 2D de l' variation de la réponse.....	45
Figure N° 18 : étude graphique des résidus.....	46
Figure N°19 : représentation graphique 2D des effets Y4 (composé polaire avnt F)	47
Figure N°20 : représentation graphique 2D de l' variation de la réponse.....	47
Figure N° 21 : étude graphique des résidus.....	49
Figure N°22 : représentation graphique 2D des effets Y5 (composé polaire après 15 F)	50
Figure N°23 : représentation graphique 2D de l' variation de la réponse.....	50
Figure N° 24 : étude graphique des résidus.....	51
Figure N°25 : représentation graphique 2D des effets Y5	52
Figure N°26 : représentation graphique 2D de l' variation de la réponse.....	53
Figure N°27 : représentation graphique 2D de l' variation de la réponse.....	54

Liste des tableaux

Tableau N°1 : exemples des acides gras saturés	6
Tableau N°2 : les acides gras mono-insaturé et polyinsaturée	7
Tableau N° 3 : composition en acide gras.....	7
Tableau N°4 : les facteurs de qualité	8
Tableau N° 5 : les antioxydants primaire	13
Tableau N°6 : réglementation	14
Tableau N° 7 : plan d'expérimentation de plan de mélange	17
Tableau N° 8 : plan d'expérimentation de plan de mélange	20
Tableau N° 9 : les Normes des caractéristiques physico-chimiques.....	21
Tableau N° 11 : données d'analyse de la variance	22
Tableau N° 13 : données d'analyse de la variance	25
Tableau N° 14 : La signification des coefficients du modèle	26
Tableau N° 16 : La signification des coefficients du modèle	28
Tableau N° 17 : données d'analyse de la variance	29
Tableau N° 18 : données d'analyse de la variance	29
Tableau N° 19 : La signification des coefficients du modèle	30
Tableau N° 21 : développement de composés polaires totaux d'huile de soja à la cour de la friture	32
Tableau N° 23 : développement de composés polaires totaux de chaque mélange	34
Tableau N° 24 : le plan d'expérimentation et les réponses mesurées	36
Tableau N° 25 : données d'analyse de la variance (I.P)	36
Tableau N° 26 : La signification des coefficients du modèle	38
Tableau N° 27 : données d'analyse de la variance	39
Tableau N° 28 : La signification des coefficients du modèle	41
Tableau N° 29 : données d'analyse de la variance	42
Tableau N° 31 : données d'analyse de la variance	45
Tableau N° 32 : La signification des coefficients du modèle	46
Tableau N° 33 : données d'analyse de la variance	48
Tableau N° 34 : La signification des coefficients du modèle	49
Tableau N° 35 : données d'analyse de la variance	51
Tableau N° 36 : La signification des coefficients du modèle	52

Introduction générale.....	1
Chapitre I : présentation de la société et revue littérature.....	2
I .1. Présentation de la société.....	3
I .2. Historique :	4
I.3. Généralité sur les huiles et les graisse et la friture.....	4
I.4. Caractéristiques chimiques de trois huiles.....	5
I.6. Intervalle de composition en acide gras.....	7
I.7. les facteurs de qualité.....	8
I.8. Dégradation oxydative des acides gras	8
I.8.1. Conditions de dégradations des huiles de fritures.....	9
I.8.2. Précautions à prendre pour éviter la dégradation de l’huile de friture	9
I.8.3. Les Facteurs qui influencent l’oxydation des acides gras	9
I.9. Les critères des huiles de friture	10
I.10. Les additifs alimentaires	12
Chapitre II : formulation d’une huile de friture.....	15
II.1. Les conseils pratique pour la friture.....	16
II.2. Etude des facteurs de qualité des mélanges des huiles destinées pour la friture .	16
II.3. Etude des facteurs de qualité des huiles de friture	17
II.4. Les paramètres étudiés pour évaluer la qualité d’huile de friture	20
II.5. Première partie : L’étude des facteurs de qualité des mélanges des huiles destinées pour la friture	21
II.6. Deuxième partie : l’évaluation de la qualité des mélanges des huiles destinées pour la friture	31
II.7. Interprétation des résultats du plan de mélange	36
Conclusion générale.....	55

Introduction générale

Le secteur agroalimentaire joue un rôle primordial dans le développement économique et social du Maroc et sa responsabilité à fournir au citoyen une satisfaction totale, qu'elle soit quantitative ou qualitative, puisque l'agriculture marocaine constitue le pivot central de l'économie nationale.

Cette place de choix occupée par ce secteur a poussé l'état à déployer des efforts énormes afin d'encourager la commercialisation des produits agroalimentaires et d'être en mesure d'assurer une compétitivité à l'échelle internationale, en se basant sur la qualité.

SIOF occupe les premières places au sein des sociétés agro-industrielles marocaines. Elle est également l'un des opérateurs leaders dans son secteur à l'échelle nationale.

L'entreprise produit et commercialise une gamme étendue d'huiles de grande qualité, à travers des marques qui ont pu conquérir l'adhésion et la fidélité de millions de consommateurs depuis plusieurs années.

Dans ce cadre, j'avais l'honneur d'effectuer mon stage de fin d'étude au niveau du service laboratoire au sein de la Société Industrielle Oléicole de Fès (*SIOF*), l'une des unités les plus connues au niveau de notre région.

L'objectif de mon sujet est la réalisation d'une huile de friture à partir d'un mélange de trois huiles : soja, grignon, tournesol.

Ce travail se base sur l'étude de différents facteurs de qualité à savoir l'acidité, la teneur en phosphore, l'indice de peroxyde et le temps de rancissement pour la maîtrise de la stabilité à l'oxydation, la densité, l'humidité ainsi que le taux des composés polaires totaux. Ce dernier présente le facteur le plus important qui ne doit pas dépasser 25 %.

La réalisation de ce travail s'est basée sur la méthode scientifique des plans d'expériences.

Chapitre I :
Présentation de la société et revue littérature

I.1. Présentation de la société

La SIOF «Société industrielle oléicole de Fès» est une société anonyme d'une capitale de 51000 000 Dhs. Elle a été créée en 1961 sous forme d'une société à responsabilité limitée

(S .A.R.L), la SIOF est une réalisation familiale à vocation agroalimentaire. Elle fait partie des sociétés les plus performants au niveau national.

Au départ l'activité initiale de la société était simplement la pression des olives, l'extraction de l'huile de grignon et la conserve des olives.

En 1966 SIOF a pu installer une raffinerie d'huile de table avec une capacité de 12000 tonnes/an.

En 1977 la société a intégré dans ces activités une usine de fabrication des emballages en plastique pour le remplissage, capsulage et étiquetage des bouteilles (1/2 L, 1 L, 2 L, 5L).

⇒ En 1978 le produit de la SIOF s'est étendu dans tout le royaume grâce au premier lancement de la campagne publicitaire,

⇒ En 1980 afin d'augmenter sa production, l'entreprise a mis en place une installation de raffinage d'une capacité de 30000 tonnes/an

⇒ En 1993 la mise en place d'une raffinerie de l'huile brute à base de soja.

⇒ En 2003-2004 : la société a installé deux chaînes de production pour la fabrication des bouteilles de PFT (type de plastique). Pour le conditionnement des huiles en format 1/2L, 1L, 2L et 5L.

SIOF dispose de trois sites industriels :

- Le 1er est situé dans la zone industrielle Sidi Brahim et s'étend sur une superficie de 20000 m². Il s'occupe de la trituration des olives, la production de conserves d'olives et l'extraction d'huile de grignons.
- Le 2ème se trouve dans la zone industrielle de Dokkarat et occupe une surface de 12000 m². Il assure le raffinage et le conditionnement des huiles alimentaires.
- Le 3ème site situé dans une ferme localisée dans les régions d'Aïn Taoujdate dont la seule préoccupation est l'extraction de l'huile de grignon.

La SIOF assure le raffinage de 4 produits :

«SIOF» huile de table raffinée à base de soja ;

«Moulay Idriss» huile d'olive vierge courante ;

«Andaloussia» huile de grignon raffinée.

I.2. Historique :

Le problème des huiles de friture a fait couler beaucoup d'encre. Certains nutritionnistes vont jusqu'à prôner la quasi-exclusion des produits frits dans le souci de promouvoir une alimentation saine. S'il est vrai qu'une attitude alimentaire responsable passe par le choix d'une alimentation adaptée au bon fonctionnement de notre système biochimique, il n'est pas moins vrai que certaines informations alarmistes masquent la réalité et nous empêchent d'avoir une vue objective par rapport à ce choix. En effet, des études ont montré que, lors d'une bonne utilisation des huiles de friture, les produits d'oxydation formés ne sont pas préjudiciables à notre santé dans les concentrations observées dans des produits frits. D'où l'importance de respecter les conditions de cuisson de cette catégorie de denrées et du principe de l'autocontrôle ainsi que de notre surveillance dans le but d'éviter une ingestion exagérée des produits d'oxydation potentiellement toxiques. Dans ce contexte, il est intéressant de passer brièvement en revue les efforts qui ont été déployés afin d'obtenir des huiles de friture de "qualité".

Dans un premier temps l'utilisation des graisses et des huiles riches en acides gras saturés a été de plus en plus abandonnée à cause de leurs effets négatifs sur la santé, notamment les maladies cardio-vasculaires. En outre, les graisses animales contiennent également du cholestérol.

I.3. Généralité sur les huiles et les graisse et la friture

Les lipides sont les nutriments constitutifs des corps gras: huiles, graisses animales ou végétales. Ils sont formés pour la plupart de squelettes de carbone (enchaînés comme des vertèbres empilés les uns sur les autres) qui sont les acides gras.

Les lipides constituent un groupe de nutriments hétérogènes. Ils diffèrent entre eux par:

- la longueur du squelette: chaîne courte, moyenne, longue;
- la structure de leurs acides gras: on distingue les acides gras saturés (AGS)

pour lesquels toutes les liaisons entre les pièces du squelette sont fortes, et les acides gras insaturés (AGI) où il existe une ou plusieurs liaisons faibles se rompant facilement. On trouve les acides gras dans l'alimentation sous forme libre ou sous forme complexe liée entre eux ou à d'autres nutriments (glucides, protides ...). Les principales sources de lipides sont:

- Les huiles végétales (soja, , olive, grignon d'olive, tournesol, maïs, arachide ...) qui contiennent des AGS et des AGI à chaîne moyenne ou longue, en proportion variable selon l'origine.

La friture est l'une des pratiques les plus courantes pour faire cuire les aliments, tant chez soi que dans la restauration commerciale et collective. Cependant, 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.

A ce titre, le contrôle de la qualité des huiles utilisées pour la friture dans la restauration, les fast-food, et dans la préparation des gâteaux traditionnels...etc, est effectué sur le terrain par les agents de la répression des fraudes au moyen d'un instrument de mesure permettant de déterminer avec précision l'état de leur dégradation en mesurant le taux des composés polaires issus de l'altération de ces huiles de friture sans avoir recours à l'analyse en laboratoire .

I.4. Caractéristiques chimiques de trois huiles

L'huile de soja est composée typiquement de 96% de triglycérides, de 2% de phospholipides, de 1,6 % d'insaponifiable et de 0,4 % d'acides gras libres ainsi que de faibles quantités de pigments de caroténoïdes , la teneur relativement élevée en phospholipides dans les huiles de soja s'explique par la faible taille des corpuscules lipidiques résultant ainsi en une plus grande surface par unité [10]

L'huile de tournesol se compose essentiellement de triglycérides et de composés appelés composés mineurs. Elle est classée dans les huiles hautement polyinsaturées. Elle comprend 12 % d'acides gras saturés, 21 % d'acides gras mono-insaturés, dont 19,7 % d'acide oléique et 67 % d'acides gras polyinsaturés comprenant essentiellement l'acide linoléique, précurseur de la famille des acides gras oméga 6 [10]

Contrairement aux autres tourteaux oléagineux les grignons bruts sont pauvres en matières azotées et riches en cellulose brute. Ils restent relativement riches en matières grasses. L'épuisement par les solvants diminue la teneur en matières grasses et augmente relativement les autres teneurs. Le dénoyautage partiel par tamisage ou ventilation réduit les teneurs en cellulose brute. Les pulpes, du fait de la séparation totale du noyau avant pression, ont la valeur la plus faible en cellulose brute. [10]

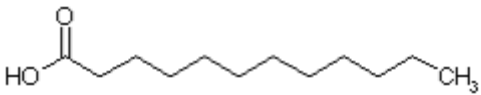


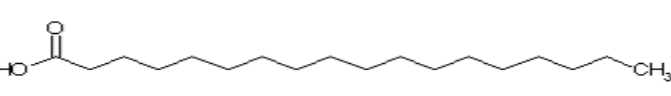
I.5. Les différents acides gras

a- Les acides gras saturés

Ils ne possèdent aucune double liaison.

Le tableau suivant regroupe quelle qu'exemple :

Tableau N °1 : exemples des acides gras saturés

Acide laurique (12:0)	
Acide myristique (14:0)	
Acide palmitique (16:0)	
Acide stéarique (18:0)	

b- Les gras insaturés

Ils représentent plus de la moitié des acides gras des plantes et des animaux, ils possèdent :

- une double liaison : acides **monoéniques** ou **monoinsaturés**
- ou plusieurs doubles liaisons : ils sont **polyéniques** ou **polyinsaturés**

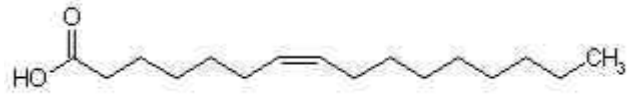
La plupart des acides gras insaturés ont des longueurs de chaînes de 16 à 20 carbones. En règle générale :

- la première, ou la seule, double liaison est établie entre les **C9** et les **C10**
- les doubles liaisons multiples ne sont pas conjuguées mais séparées par un groupe méthylène, ce qui les place, par exemple, en $\Delta 9$, $\Delta 12$, $\Delta 15$...
- les doubles liaisons sont de configuration *cis*.

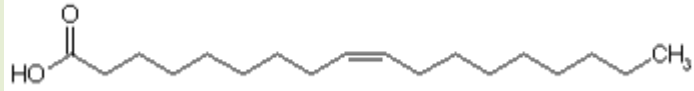
Exemples des gars insaturés sont donnés dans le tableau suivant

Tableau N°2 : les acides gras mono-insaturé et polyinsaturée

Acide palmitoléique



Acide oléique



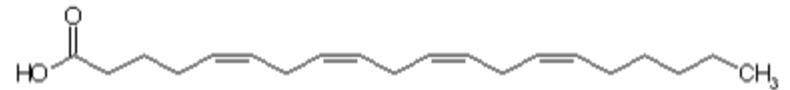
Acide linoléique



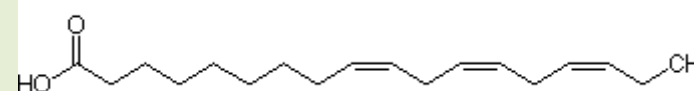
Acide ga,mma-linolénique



Acide arachidonique



Acide alpha-linolénique



Acide docosahexaénoïque



Les facteurs essentiels de composition et de qualité des huiles de friture

I.6. Intervalle de composition en acide gras

Les proportions des acides gras sont regroupées dans le tableau suivant :

Tableau N° 3 : composition en acide gras [5]

ACIDE GRAS	Huile de soja	Huile de tournesol	Huile. G .D
C6:0	ND	ND	
C8:0	ND	ND	
C10:0	ND	ND	
C12:0	ND-0.1	ND-0.1	ND
C14:0	ND-0.2	ND-0.2	0,0 - 0,05
C16:0	5.6-7.6	8.0-13.3	7,5- 20
C16:1	ND-0.3	ND-0.2	0,3 - 3,5
C17:0	ND	ND	0,0-0,3
C17:1	ND	ND	
C18:0	2.7-6.5	2.4-5.4	0,5 -5,0
C18:1	14.0-39.4	55 - 83	55 - 83

MASTER CAC Agiq

C18:2	48.3-74.0	49.8-57.1	3,5- 21,0
C18:3	ND-0.2	5.5-9.5	ND
C20:0	0.2-0.4	0.1-0.6	0,0 - 0,6
C20:1	ND-0.2	ND-0.3	
C20:2	ND	ND-0.1	
C22:0	0.5-1.3	0.3-0.7	
C22:1	ND-0.2	ND-0.3	
C22:2	ND-0.3	ND	
C24:0	0.2-0.3	ND-0.4	
C24:1	ND	ND	

I.7. les facteurs de qualité

La couleur, l'odeur et la saveur de chaque produit doivent être caractéristiques du produit désigné. Celui-ci doit être exempt de saveur et d'odeurs étrangères et de toute rancidité, les facteurs des qualités sont cités dans le tableau suivant [5] :

Tableau N°4 : les facteurs de qualité

facteurs de qualités	
Matières volatil à 105 °C	0,2 % m/m
Impuretés insolubles	0,05% m/m
Teneur de savons	0,005% m/m
Fer (fe)	
Huile raffinées	1,5 mg/kg
Huiles vierges	5,0 mg/kg
Cuivre (Cu)	
Huile raffinées	0,1 mg/kg
Huiles vierges	0,4 mg/kg
Indice d'acide	
Huile raffinées	0,6 mg KOH/g d'huile
Huiles obtenues par pression à froid et huile vierge	4,0 mg KOH/g d'huile
Huile de palme vierge	10,0 mg KOH/g d'huile
Indice de peroxyde	
Huile raffinées	5 milliéquivalent d'oxygène actif/kg d'huile
Huile vierges et huile pressées à froid	10 mill d'oxgène actif/kg d'huile

I.8. Dégradation oxydative des acides gras

Lors de la friture des aliments, les AG présents dans l'huile, en particulier les AG insaturés comme l'AAL, subiront une dégradation oxydative sous l'effet de la chaleur. Il s'agit de la dégradation la

plus importante se produisant dans les huiles de friture. Cette dégradation mènera à la formation de produits nocifs pour la santé, tels que des radicaux libres, des aldéhydes, des alcools et des peroxydes. [11]

I.8.1. Conditions de dégradations des huiles de fritures

La plupart des huiles végétales contiennent, des concentrations importantes en acides gras mono-insaturés et polyinsaturés et sont habituellement liquides à température ambiante. Lorsque les huiles sont chauffées, celles-ci subissent des dégradations plus ou moins importantes que les huiles riches en acides gras mono-insaturés [11]

Par exemple :

➤ la huile d'olive et huile d'arachide, sont plus stables et résistent plus à la chaleur que les huiles riches en acides gras polyinsaturés telles que l'huile de maïs et huile de soja

I.8.2. Précautions à prendre pour éviter la dégradation de l'huile de friture

L'utilisateur doit être attentif aux signes indiquant l'altération de l'huile il s'agit [11] :

- Brunissement d'huile
- Apparition de mousse
- Huile devenant plus visqueuse ou trop épaisse
- Apparition de fumées
- Apparition d'odeurs incongrues

I.8.3. Les Facteurs qui influencent l'oxydation des acides gras

Certains facteurs permettent aux acides gras polyinsaturés d'être convertis en radicaux libres plus ou moins facilement. La présence de métaux lourds par exemple, en particulier le fer, va accélérer l'oxydation. Une grande concentration d'oxygène, une température élevée et une grande surface de contact entre l'huile et l'air peuvent également augmenter l'oxydation. L'eau, qui est générée par celle présente dans les aliments, peut ralentir ou accélérer le processus d'oxydation.

La présence de prooxydant ou d'antioxydant peuvent également modifier le taux d'oxydation de l'huile .

La composition de l'huile a également un impact sur l'oxydation des acides gras. Comme il a déjà été expliqué, plus il y a des AG insaturés dans l'huile par rapport aux AG saturés, plus vite l'huile s'oxydera. [11]

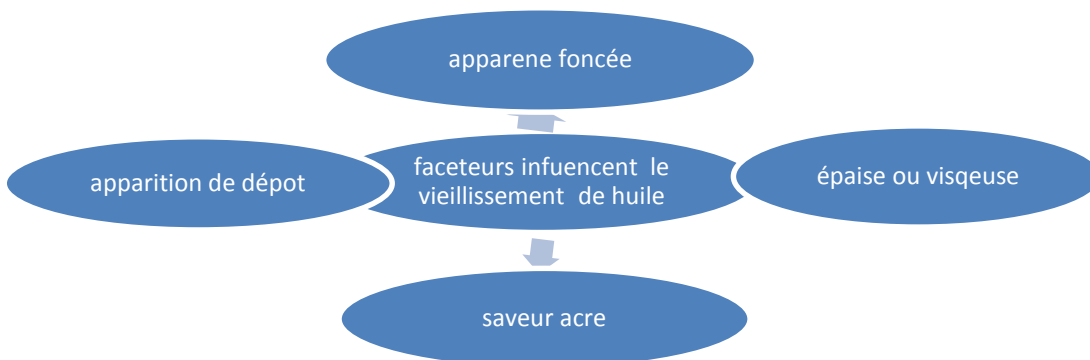
I.9. Les critères des huiles de friture

1. Type d'huile

Une huile de friture doit être le moins polyinsaturée possible afin de prolonger sa qualité. Les huiles obtenues à partir d'acides gras saturés sont les plus stables à la friture, donc ont une durée d'utilisation plus longue. Par contre, d'un point de vue nutritionnel, les effets de ces huiles sur la santé sont contestés. D'un autre côté, les huiles obtenues à partir d'acides gras polyinsaturés (considérées meilleures pour la santé) vont s'oxyder rapidement et devenir impropre à la consommation [9]

2. Vieillessement

Plusieurs facteurs influencent le vieillissement de l'huile, ce qui rend difficile de déterminer le moment précis pour changer l'huile. Caractérisation d'huile usée selon. [9]



3. Pomme de terre

Type de pomme de terre

Une pomme de terre contenant beaucoup de sucre (glucose, fructose, etc.) présente des conditions idéales pour former de l'acrylamide lors de la friture (grande chaleur). L'acrylamide provoque le cancer chez les animaux de laboratoire et sa présence dans les aliments est une source de préoccupations selon l'Organisation **mondiale de la santé des consommateurs (Sixty-fourth report of the Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives, Santé Canada 2011)**. Afin de prévenir la formation d'acrylamide, un entreposage adéquat de la pomme de terre doit être effectué. [9]

Remarque : Le froid et la lumière augmentent la teneur en sucre des pommes de terre, donc les pommes de terre ne doivent pas être conservées au frigo. Les conditions idéales de conservation des pommes de terre se trouvent à des températures entre 8 et 10°C et à l'abri de la lumière.

4. Format de la frite (allumette, coupe régulière, cube)

Le format de la pomme de terre influence l'absorption d'huile. La surface de contact avec l'huile joue un rôle important sur l'absorption d'huile : plus le ratio surface/poids est élevé, plus le produit absorbera de l'huile. Par exemple, une frite allumette absorbera plus d'huile que tous les autres formats. [9]

5. Cuisson

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. [9]

6. Texture

La cuisson modifie 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 pré-cuisson 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. [9]

7. Température de friture

La température de friture recommandée se situe entre 155°C et 180°C. À ces niveaux, la température de friture n'a aucune influence sur l'absorption de l'huile. Des températures supérieures à 200°C doivent être évitées afin de réduire l'apparition d'acrylamide. Par exemple, une température de 215°C pendant 6,5 minutes peut développer six fois plus d'acrylamide qu'une température de 180°C pendant 12 minutes. [9]

8. Ratio frite / huile

Le ratio frite/huile doit être maintenu inférieur à 1 poids de frite pour 6 poids d'huile. Ceci permet de maintenir la température de l'huile à des niveaux de friture (supérieur à 130°C) lors de l'immersion des aliments. [9]

I.10. Les additifs alimentaires

La Délégation des Etats-Unis, en tant que Président du Groupe de Travail sur les Additifs alimentaires 6 , a présenté les propositions comprises dans CRD pour réviser la Section des additifs. Le Comité a exprimé son appréciation au Groupe de Travail pour son travail approfondi de révision des dispositions sur les additifs dans le but d'étudier la justification technologique et d'assurer la cohérence avec la Norme générale pour les additifs alimentaires. Le Comité est convenu d'insérer les amendements suivants dans la section actuelle [1].

a- Les antioxygènes

L'une des méthodes qui peut être utilisée pour retarder ou inhiber l'oxydation des acides gras est l'utilisation d'antioxydants. Les antioxydants naturels, tel que les polyphénols des plantes, sont de plus en plus prisés pour la conservation des produits alimentaires, dû au développement d'un courant santé chez les consommateurs. Un antioxydant est une substance qui, lorsqu'elle se retrouve à faible concentration dans un substrat oxydable, peut retarder ou inhiber, de façon significative, l'oxydation de ce substrat . En industrie alimentaire, les antioxydants sont utilisés pour prévenir la détérioration de la qualité des produits et maintenir leur valeur nutritive .

Il existe deux sortes d'antioxydants, soit les primaires et les secondaires. Chaque type possède un mode d'action différent. Les plus souvent utilisés en alimentation sont les antioxydants primaires. Parmi ceux-ci, on peut retrouver des composés synthétiques ainsi que naturels [11].

b- Les antioxydants primaires

Les antioxydants primaires sont considérés comme des briseurs de chaîne ou des intercepteurs de radicaux libres et comprennent principalement des composés phénoliques.

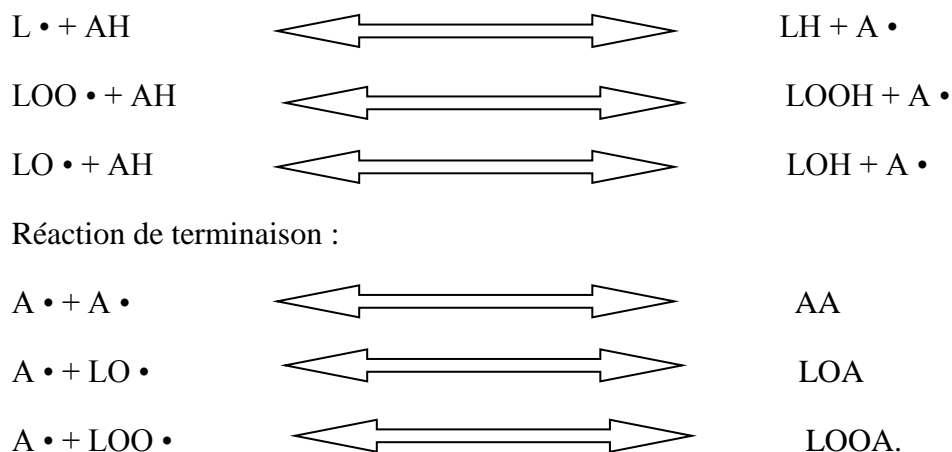
Ces molécules contiennent donc un cycle aromatique substitué par un groupement –OH ou un groupement –OR. Ils sont efficaces à faibles concentrations, mais peuvent devenir prooxydant à forte concentration.

Ces antioxydants peuvent inhiber la réaction d'initiation en réagissant avec un radical ou inhiber la propagation et la réaction de β -scission en réagissant avec un des radicaux peroxydes ou alkoxydes. Des produits non radicalaires et plus stables sont alors obtenus. Ainsi, l'efficacité

MASTER CAC Agiq

d'un antioxydant est dépendante de sa capacité à donner un atome d'hydrogène à un radical libre. Les réactions sont les suivantes :

Réaction entre un antioxydant et un radical



Les antioxydants primaires sont ceux qui sont le plus souvent retrouvés dans le domaine alimentaire. Bien souvent, il s'agit d'antioxydants synthétiques, tels que le BHT, BHA et TBHQ, mais ils peuvent également être d'origine naturelle. C'est le cas par exemple pour le α -tocophérol et des dérivés de l'acide cinnamique [11].

➤ Exemples des antioxydants primaires

Tableau N° 5 : les antioxydants primaire [6]

	Antioxygènes	Concentration maximale
✓	319 Butylhydroquinone tertiaire (BHQT)	120 mg/kg
✓	320 Hydroxyanisole butyle (BHA)	175 mg/kg
✓	321 Hydroxytoluène butyle (BHT)	75 mg/kg
✓	Toute combinaison de gallate de propyle BHA, BHT et/ou BHQT à condition de ne pas dépasser les limites ci-dessus	200 mg/kg
✓	389 Thiodipropionate de dilauryle	200 mg/kg

c- Antioxydants secondaires

Les antioxydants secondaires sont considérés comme des antioxydants préventifs pouvant agir en éliminant, ou du moins en diminuant la concentration d'oxygène présent dans l'huile. Ils peuvent également agir en tant qu'agent séquestrant pour diminuer l'effet des ions métalliques catalytiques, éliminer les espèces réactives de l'oxygène, tels que H_2O_2 et O_2^- , ainsi que réagir avec l'oxygène singulet (1O_2). Ce type d'antioxydants ne permet donc pas de stabiliser les radicaux

libres qui sont formés durant l'oxydation des AG . par exemple de l'acide ascorbique. Les antioxydants secondaires peuvent également augmenter l'efficacité d'un antioxydant primaire lorsqu'ils sont ajoutés à ceux-ci et es gamma-tocophérols synthétiques (308) et les delta-tocophérols synthétiques (309) [11] .

II.11. Réglementations

Tableau N°6 : réglementation

Réglementation	Règlements US : Food and Drug Administration
	- Acides gras libres < 1g/kg
	- Gallate de propyle (E310) : antioxydant < 0.1g/kg
	- Acides gras saturés < 500g/kg d'acides gras totaux
	- Absence d'huile monérale
	- Acide érucique C22:1 < 50g/kg
	- Indice de peroxyde < 2méq/kg
	Règlements Belgique :
	- Diméthylpolysiloxane E900 (antimoussant) < 3mg/kg
	- Teneur en acides gras libres < 2.5%
- Composés polaires totaux < 25%	
- Viscosité < 37mPa.s à 50°C ou < 27 mPa.s à 50°C	
- Acide linoléinique C18 :3 < 2%	
- Température de friture < 180°C	
Règlements France :	
- Acide linoléinique C18 :3 < 2%	
- BHA, BHT, Gallate (E310) sont autorisés	
- Composés polaires totaux < 25%	
Règlements Hongrie :	
- Composés polaires < 25%	
- Température de friture entre 160 et 180°C	
- Point de fumée > 180°C	
- L'huile de tournesol peut être utilisée pour un mx 8-10 h de friture	
Règlements Italie :	
- Température de friture maximale 180°C	
- Composés polaires < 25%	
Règlements Hollande :	
- L'indice d'acide < 4.5	
- Teneur en dimères et polymères triglycérides < 16%	

Chapitre II :

Formulation d'une huile de friture

II.1. Les conseils pratique pour la friture

Pour les fritures, comme pour les autres modes de consommation des huiles végétales, il convient de se porter de préférence vers les huiles comportant peu d'acides gras saturés, donc riches en acides gras insaturés, et plus précisément mono-insaturés (acide oléique).

Les huiles riches en acides gras poly-insaturées (principalement l'acide linoléique ou ω 6, et l'acide alpha-linolénique ou ω 3) sont en effet plus sensibles à l'oxydation et doivent donc être renouvelées plus souvent. Aux termes de la réglementation seules les huiles végétales dont la teneur en acide linoléique (ω 6) ne dépasse pas 2% peuvent être utilisées en friture et ont droit à la dénomination « huile pour friture et assaisonnement ».

➤ Type et période d'étude

Notre travail comporte deux parties pratiques

- Le 1^{er} partie pratique : l'étude des facteurs de qualité des mélanges des huiles destinées pour la friture en se basant sur l'acidité, l'humidité, l'indice de peroxyde, le phosphore, et la densité.
- Le 2^{ème} partie pratique : l'évaluation de la qualité des mélanges des huiles destinées pour la friture en se basant sur le taux des composés polaires totaux, le rancissement, l'indice de peroxyde, et les paramètres organoleptiques afin de trouver le mélange adéquat pour la friture.

II.2. Etude des facteurs de qualité des mélanges des huiles destinées pour la friture

➤ Matière végétale

Toutes les huiles végétales utilisées dans le cadre de cette étude sont fournies à titre gracieux par la Société Industrielle Oléicole de Fès (SIOF). Notre choix s'est porté sur l'huile de tournesol raffinée, l'huile de soja raffinée et l'huile de grignon d'olive raffinée.

➤ Préparation des mélanges

Les facteurs d'étude de notre plans de mélanges sont les proportions des constituants du mélange qui sont les 3 huiles choisies pour cette étude (l'huile de grignon d'olive raffinée, l'huile de tournesol raffinée et l'huile de soja raffinée).

Les plans de mélanges sont caractérisés par de nombreuses contraintes qui peuvent peser sur le choix des proportions des constituants. Par exemple, la concentration de chaque huile parmi les 3 huiles doit être au moins de 10% pour-cent.

➤ **Le modèle mathématique des mélanges**

Pour trois composants, le modèle postulé est le suivant :

$$Y = b_1 \times X_1 + b_2 \times X_2 + b_3 \times X_3 + b_{1-2} \times (X_1 \times X_2) + b_{1-3} \times (X_1 \times X_3) + b_{2-3} \times (X_2 \times X_3) + b_{1-2-3} \times (X_1 \times X_2 \times X_3)$$

Les mélanges des 3 huiles sont préparés selon les recommandations du logiciel NEMRODOW qui propose les fractions présentées dans le tableau suivant :

Tableau N° 7 : plan d'expérimentation de plan de mélange

Nombre d'Essais	Tournesol Raffiné	Soja Raffiné	Grignon d'olive Raffiné
1	0,8	0,1	0,1
2	0,1	0,8	0,1
3	0,1	0,1	0,8
4	0,45	0,45	0,1
5	0,45	0,1	0,45
6	0,1	0,45	0,45
7	0,333	0,333	0,333
8	0,5666	0,2166	0,2166
9	0,2166	0,5666	0,2166
10	0,2166	0,2166	0,5666
Points tests	11	0,333	0,333
	12	0,5666	0,2166

II.3. Etude des facteurs de qualité des huiles de friture

Dans notre étude les paramètres étudiés pour évaluer la qualité des mélanges des huiles utilisées pour la friture sont :

1. L'acidité libre

Après avoir pesé 10g de matière grasse, on ajoute 50 mL de solvant organique (l'éthanol et quelques gouttes de l'indicateur coloré (phénolphaléine), neutralisé par la solution d'hydroxyde de potassium jusqu'à l'obtention d'une coloration jaune) puis on démarre l'agitation magnétique et on commence notre dosage avec l'hydroxyde de sodium jusqu'à apparition de la couleur jaune.

$$\% \text{ ACIDITE } = \frac{V * 2,82}{P.E}$$

2. L'humidité

Après avoir pesé du cristalliseur vide on met de prise d'essai, qu'on va mettre dans l'étuve pendant 4 heures puis on le pose dans le dessiccateur

$$\% \mathbf{H} = \frac{((P.C + P.E) - (P.C + P.E \text{ après chéchege})) * 100}{P.E}$$

P.C : poids de cristalliseur

P.E : prise d'essai

3. L'indice de peroxyde

Après avoir pesé 1g d'huile dans un ballon, on ajoute 10mL de chloroforme, 15 mL d'acide acétique et immédiatement après, 1mL de la solution aqueuse saturée d'iodure de potassium puis on agite pendant 1min et on met à l'obscurité. Après 5 min, on ajoute 75 mL d'eau distillée et quelques gouttes d'empois d'amidon comme indicateur, puis on procède au dosage par la solution de thiosulfate de sodium 0,01N. Un essai à blanc sans le corps gras est effectué parallèlement.

$$\mathbf{Indice \ de \ peroxyde} \left(\frac{még \ d'O_2}{Kg} \right) = \frac{(V_2 - V_1) * 2}{P.E}$$

P.E : prise d'essai de l'huile analyser

V2 : volume de tombé de burette nécessaire pour neutralisé le banc

V1 : volume de tombé de burette nécessaire pour neutralisé l'échantillon

4. Le phosphores

- On pèse 30mg d'oxyde de magnésium et on les verse délicatement dans un tube à essais et on pèse le tube à 0.1 mg près.
- A l'aide d'une pipette de pasteur on ajoute environ 0.2 g (10 à 15 gouttes) d'échantillon d'huile en veillant à faire tomber toute la matière de l'échantillon au fond du tube pour se mélanger à l'hydroxycarbonate de magnésium.
- On prépare un tube pour l'essai à blanc contenant uniquement de d'hydroxycarbonate de magnésium.
- On place les tubes à essais dans le four à moufle pendant 1 h à 2h à 350 °C jusqu'à carbonisation de l'échantillon donnant une masse noire sèche.
- On porte la température à 550 °C pendant 2 h environ jusqu'à obtention des cendres blanches.
- On retire les tubes à essais et on les laisse refroidir.

- On dissout le résidu de la calcination dans 2 ml d'acide chlorhydrique 2 mol/l en chauffant avec précaution jusqu'à ébullition du liquide.
- On laisse refroidir les tubes et on neutralise le contenu en ajoutant 0.6 ml de NaOH.
- On ajoute exactement 5 ml de solution réductrice et on homogénéise.
- On additionne 2.5 ml de réactif molybdique et on mélange.
- On ferme les tubes à essais et on les laisse reposer 20 min à l'abri de la lumière.
- Remplissage les tubes à essais au repère de 15 ml avec la solution d'acétate de sodium et on homogénéise.
- On mesure l'absorbance de la solution par rapport au blanc dans la cuve de 4 cm à 720nm.
- On porte sous contrôle à l'essai à blanc en mesurant toutes les solutions par rapport à l'eau distillée, puis on corrige toutes les mesures en fonction de la valeur du blanc.

5. La densité

Après avoir pesé une fiole de 100 ml vide dans balance, on met l'échantillon d'huile dans cette dernière, suivis du pesage de la fiole en deuxièmes fois, la valeur affichée est divisé par 100 pour trouver la les résultats de la densité.

L'évaluation de la qualité des mélanges des huiles destinées pour la friture et comparaison avec une huile concurrente existante sur le marché

⇒ Matériels et méthode

Les huiles utilisées dans cette deuxième partie sont les mêmes, on a fait l'analyse aussi sur l'huile Lesieur spécial friture qui est la seule concurrente sur le marché et l'huile Frity's.

Les frites surgelées sont achetées depuis Marjane de Fès.

Le matériel utilisé pour cette partie est :

- Deux friteuses
- Un testeur d'huile de friture (testo 270)

⇒ Préparation des mélanges

Les mélanges sont préparés selon les recommandations du logiciel NEMRODW qui propose les fractions présentées dans le tableau suivant :

Tableau N° 8 : plan d'expérimentation de plan de mélange

Nombre d'expérience	H.G. D.R	H.S.R	H.T.R
1	0,05	0	0,95
2	0,15	0	0,85
3	0,05	0,95	0
4	0,15	0,85	0
5	0,1	0	0,9
6	0,05	0,48	0,48
7	0,15	0,43	0,43
8	0,1	0,9	0
9	0,1	0,45	0,45
10	0,08	0,23	0,7
11	0,13	0,23	0,65
12	0,08	0,7	0,23
13	0,13	0,65	0,23

II.4. Les paramètres étudiés pour évaluer la qualité d'huile de friture

Dans cette deuxième partie de travail, pour évaluer la qualité des huiles de friture on s'est basé sur la détermination des composés polaires totaux, la température de friture, l'indice de peroxyde et le rancissement.

✓ Détermination des composés polaires totaux et de la température

Les composés polaires totaux sont déterminés en utilisant le testeur, les mélanges d'huiles sont chauffés à une température d'environ 180°C, puis on a réalisé des fritures on utilisant des quantités de frites d'environ 150 g. Après chaque friture le testeur nous donne le taux de composés polaires simultanément avec la température du bain d'huile.

NB. Les composés polaires totaux ont été déterminés avant friture pour chaque mélange, à après 15 fritures pour chaque mélange.

✓ Détermination de la valeur d'indice de peroxyde

La valeur d'indice de peroxyde pour les 13 mélanges a été déterminée avant et après friture. Le mode opératoire a été indiqué dans la 1^{ère} partie.

✓ Le rancissement

Le rancissement a été déterminé pour les 13 mélanges en utilisant la test de rancimat

II.5. Première partie : L'étude des facteurs de qualité des mélanges des huiles destinées pour la friture

Douze expériences ont été réalisées : 10 pour le plan, et deux points tests (expériences 11 et 12 du tableau ci-dessous.

Pour chaque préparation, nous avons mesuré l'acidité, l'humidité, l'indice de peroxyde, les phosphores et la densité des mélanges des huiles destinés pour la friture. Les résultats obtenus (Tableau 9)

Objectif de notre étude est :

Réaliser une huile de friture qui respecte les normes concernant les facteurs de qualité des huiles de friture, et obtenir une huile de friture de qualité avec un meilleur coût pour l'industrie. Le tableau ci-dessous résume les normes des facteurs de qualité des huiles de friture fournies par le Codex Alimentarius

Tableau N° 9 : les Normes des caractéristiques physico-chimiques

Normes des caractéristiques physico-chimiques		
Analyses	Limites	Méthodes
Humidité	$\leq 0,07 \%$	NF ISO 662
Acidité oléique	$\leq 0,1 \%$	NF EN ISO 660
Indice de peroxyde	$< 10 \text{ meq O}_2/\text{Kg}$	NFT 60-220
Phosphore total	$\leq 5 \text{ ppm}$	NFT 60-227
les impuretés	$< 0,05 \%$	NFT 60-202
Savons	$< 50 \text{ ppm}$	NFT 60-217
Densité à 20°C	0,907-0,924	NF EN ISO 6883

MASTER CAC Agiq

➤ Plan d'expérimentation et réponses mesurées

Tableau N° 10 : Plan d'expérimentation et réponses mesurées

Essais	Les Huiles utilisées pour la friture			Paramètres physico-chimiques					
	Tournesol Raffiné	Soja Raffiné	Grignon d'olive Raffiné	Acidité (%)	Humidité (%)	Indice de Peroxyde méq d'O2 /kg	Phosphores (ppm)	Densité	
1	0,8	0,1	0,1	0,1	0,05	1,9	4,77	0,92	
2	0,1	0,8	0,1	0,08	0,05	1,03	3,07	0,9	
3	0,1	0,1	0,8	0,24	0,02	1,36	1,36	0,9	
4	0,45	0,45	0,1	0,1	0,05	1,18	4,05	0,93	
5	0,45	0,1	0,45	0,18	0,05	1,9	1,64	0,9	
6	0,1	0,45	0,45	0,14	0,02	1,92	3,4	0,89	
7	0,333	0,333	0,333	0,11	0,04	2,09	4,5	0,89	
8	0,5666	0,2166	0,2166	0,1	0,04	1,98	4,13	0,91	
9	0,2166	0,5666	0,2166	0,1	0,03	1,74	4,54	0,89	
10	0,2166	0,2166	0,5666	0,2	0,02	2,1	3,11	0,9	
Points tests	11	0,333	0,333	0,333	0,12	0,04	2,25	4,65	0,91
	12	0,5666	0,2166	0,2166	0,11	0,04	2,09	4,32	0,90

1. L'acidité libre :

Le tableau ci-dessous donne les résultats de l'analyse de la variance en regroupant les différentes sources de variation

Tableau N° 11 : données d'analyse de la variance

S V	SCE	DDL	CM	Rapport	Signif
Regression	0.0395	6	0.0066	56.4230	0.356 **
Résidus	0.0004	3	0.0001		
Total	0.0399	9			

L'analyse de la variance montre que la variance due à la régression est supérieure à la variation résiduelle.

Donc le modèle postulé explique bien le phénomène étudié.

➤ *Estimations et statistiques des coefficients*

Ecart Type de la réponse	0.015093433
R ²	0.974
R ² ajusté	0.923
Nombre de degrés de liberté	3

Le coefficient de détermination est égal à 0.974, ce qui signifie que 97.4% de la variable Y (l'acidité) est attribuable à la variation de la variable de X.

Cette valeur est acceptable et le coefficient de détermination ajusté montre que le modèle postulé est représentatif du phénomène étudié.

➤ *Etude graphique des résidus*

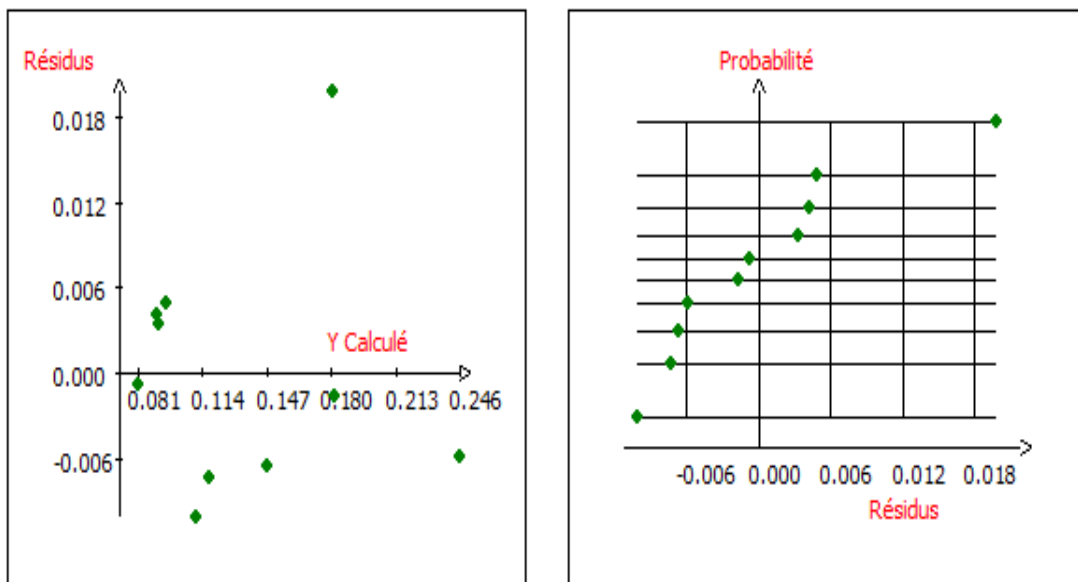


Figure N° 1 : étude graphique des résidus

Les figures ci-dessus montrent bien que les résidus sont distribués de façon aléatoire autour du zéro, et sont distribués normalement sur la droite d'Henry.

Donc, les résidus vérifient les deux conditions qui permettent, en plus des autres précédemment citées (l'analyse de la variance et le coefficient de détermination), de valider le modèle postulé.

➤ *La signification des coefficients du modèle*

Le tableau de signification des coefficients permet de déterminer les coefficients qui ont un effet significatif sur la réponse étudiée.

Tableau N° 12 : La signification des coefficients du modèle

Nom	Coefficient	F.Inflation	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b1	0.038	11.45	0.040354226	0.95	41.1
b2	0.049	11.45	0.040354226	1.21	31.4
b3	0.278	11.45	0.040354226	6.89	0.625 **
b1-2	0.228	26.87	0.2441694	0.93	41.9
b1-3	0.289	26.87	0.2441694	1.18	32.1
b2-3	0.044	26.87	0.2441694	0.18	86.8
b1-2-3	-1.806	43.01	1.4117011	-1.28	29.1

D'après l'analyse de ce tableau, on peut déduire que :

Seul le coefficient b3 qui a un effet significatif sur la réponse, ce facteur correspondant à l'huile de grignon d'olive raffinée qui est influent sur l'acidité du produit final.

➤ Représentation graphique en 2D de la Variation de la réponse acidité dans le plan : Tournesol Raffiné, Soja Raffiné, Grignon d'olive Raffinée.

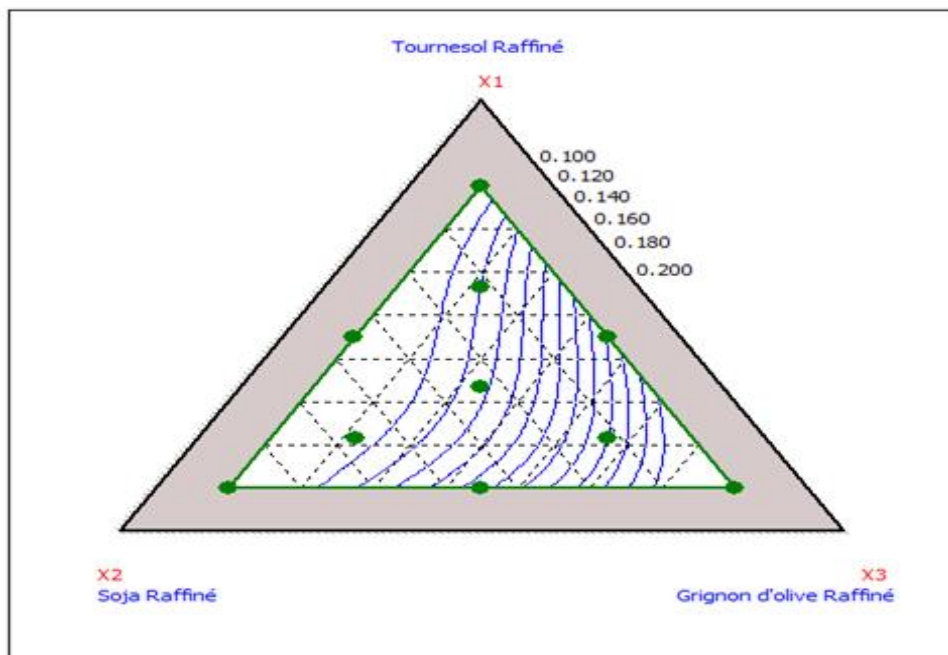


Figure N° 2: représentation graphique 2D de l' variation de la réponse

Pour atteindre une acidité libre optimale il faut mener le réglage à :

- Un pourcentage d'huile de grignon d'olive raffinée de 15% ce dernier permet de minimiser le coût final du produit car l'huile de grignon d'olive est plus chère que les autres huiles.

2. L'humidité

Le tableau ci-dessous donne les résultats de l'analyse de la variance en regroupant les différentes sources de variation :

Tableau N° 13 : données d'analyse de la variance

Source de variation	SCE	DDL	Carré moyenne	Rapport	Signif
Régression	1.35049E-0003	6	2.25083E-0004	9.6441	4.51 *
Résidus	7.00170E-0005	3	2.33390E-0005		
Total	1.42051E-0003	9			

L'analyse de la variance montre que la variance due à la régression est supérieure à la variation résiduelle. Donc le modèle postulé explique bien le phénomène étudié.

➤ *Estimations et statistiques des coefficients*

Ecart Type de la réponse	0.004831047
R2	0.951
R2A	0.852
R2 pred	0.928
PRESS	0.00010237816
Nombre de degrés de liberté	3

Le coefficient de détermination est égal à 0.951, ce qui signifie que 95.1% de la variable Y (l'acidité) est attribuable à la variation des variables X (huile de : grignon , soja tournesol).

Cette valeur est acceptable et le coefficient de détermination ajusté montre que le modèle postulé est représentatif du phénomène étudié .

➤ *Etude graphique des résidus*

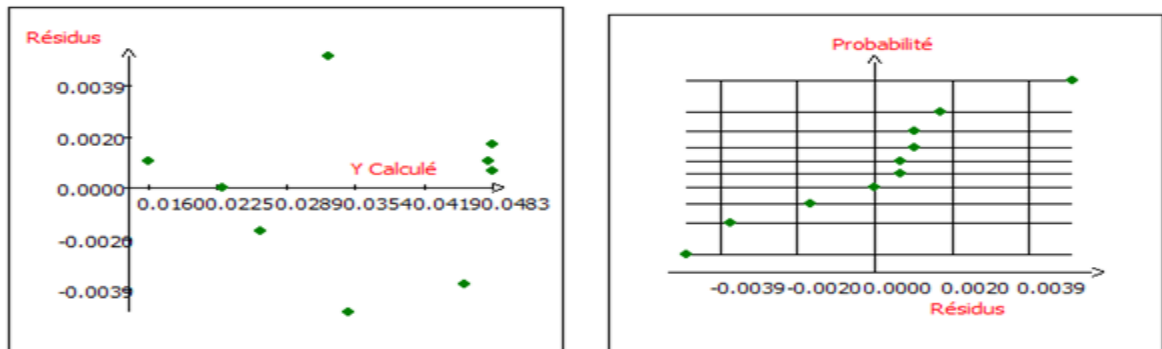


Figure N° 3: étude graphique des résidus

Les figures ci-dessus montrent bien que les résidus sont distribués de façon aléatoire autour du zéro, et sont distribués normalement sur la droite d'Henry.

Donc, les résidus vérifient les deux conditions qui permettent, en plus des autres précédemment citées (l'analyse de la variance et le coefficient de détermination), de valider le modèle postulé.

➤ **La signification des coefficients du modèle**

Le tableau de signification des coefficients permet de déterminer les coefficients qui ont un effet significatif sur la réponse étudiée.

Tableau N° 14 : La signification des coefficients du modèle

Nom	Coefficient	F.Inflation	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b1	0.038	11.45	0.012916423	2.96	5.9
b2	0.064	11.45	0.012916423	4.96	1.58 *
b3	0.018	11.45	0.012916423	1.40	25.5
b1-2	0.032	26.87	0.078152786	0.40	71.4
b1-3	0.134	26.87	0.078152786	1.71	18.6
b2-3	-0.129	26.87	0.078152786	-1.65	19.7
b1-2-3	-0.303	43.01	0.45185176	-0.67	55.1

D'après l'analyse de ce tableau, on peut déduire que :

Seul le coefficient b2 (huile de soja) qui a un effet significatif sur la réponse, ce facteur correspondant à l'huile de soja raffinée qui est influent sur l'humidité du produit final.

➤ Représentation graphique en 2D de la Variation de la réponse humidité dans le plan : Tournesol Raffiné, Soja Raffiné, Grignon d'olive Raffiné, Facteur fixe : Huile grignon d'olive raffinée = 15 %

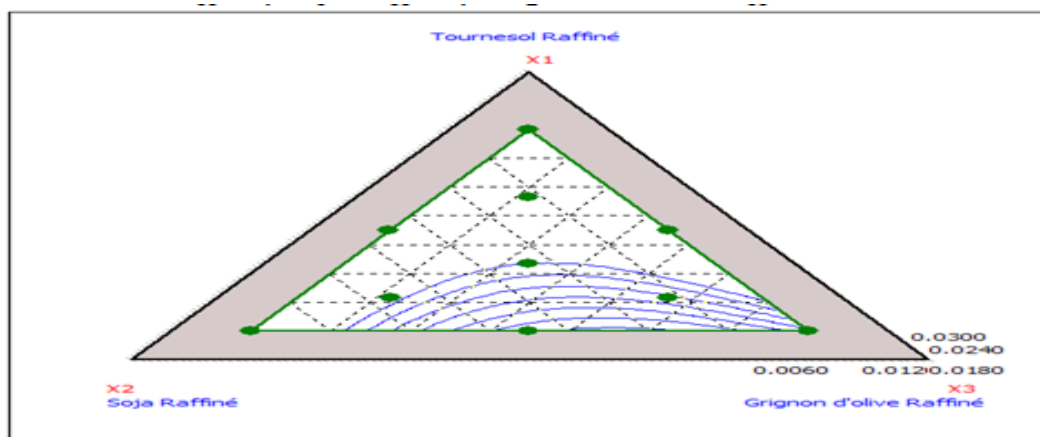


Figure N°4 : représentation graphique 2D de l' variation de la réponse

3. L'indice de peroxyde

Le tableau ci-dessous donne les résultats de l'analyse de la variance en regroupant les différentes sources de variation :

Tableau N° 15 : données d'analyse de la variance

Source de variation	SCE	DDL	CM	Rapport	Signif
Régression	1.3339	6	0.2223	38.0377	0.637 **
Résidus	0.0175	3	0.0058		
Total	1.3514	9			

L'analyse de la variance montre que la variance due à la régression est supérieure à la variation résiduelle, donc le modèle postulé explique bien le phénomène étudié.

➤ *Estimations et statistiques des coefficients*

Ecart Type de la réponse	0.076449244
R2	0.987
R2A	0.961
R2 pred	0.771
Nombre de degrés de liberté	3

Le coefficient de détermination est égal à 0.987, ce qui signifie que 98.7% de la variable Y est attribuable à la variation de la variable de X.

Cette valeur est acceptable et le coefficient de détermination ajusté montre que le modèle postulé est représentatif du phénomène étudié.

➤ *Etude graphique des résidus*

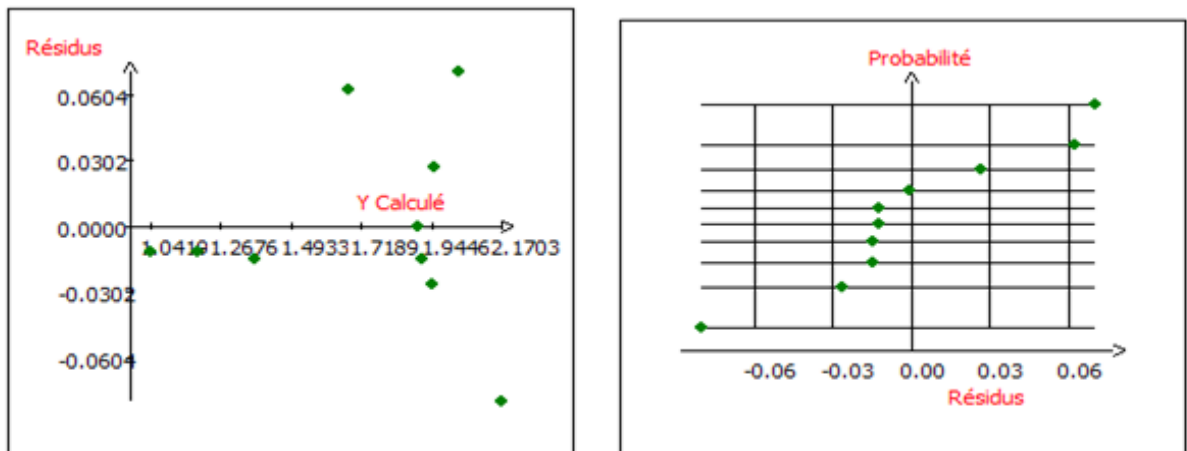


Figure N° 5: étude graphique des résidus

Les figures ci-dessus montrent bien que les résidus sont distribués de façon aléatoire autour du zéro, et sont distribués normalement sur la droite d'Henry.

Donc, les résidus vérifient les deux conditions qui permettent, en plus des autres précédemment citées (l'analyse de la variance et le coefficient de détermination), de valider le modèle postulé.

➤ **La signification des coefficients du modèle**

Le tableau de signification des coefficients permet de déterminer les coefficients qui ont un effet significatif sur la réponse étudiée.

Tableau N° 16 : La signification des coefficients du modèle

Nom	Coefficient	F.Inflation	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b1	2.445	11.45	0.20439684	11.96	0.126 **
b2	0.843	11.45	0.20439684	4.13	2.58 *
b3	0.864	11.45	0.20439684	4.23	2.42 *
b1-2	-5.457	26.87	1.2367343	-4.41	2.16 *
b1-3	-0.915	26.87	1.2367343	-0.74	51.3
b2-3	2.847	26.87	1.2367343	2.30	10.5
b1-2-3	31.797	43.01	7.15036	4.45	2.12 *

D'après l'analyse de ce tableau, on peut déduire que :

- Représentation graphique en 2D de la Variation de la réponse humidité dans le plan :
Tournesol Raffiné, Soja Raffiné, Grignon d'olive Raffiné

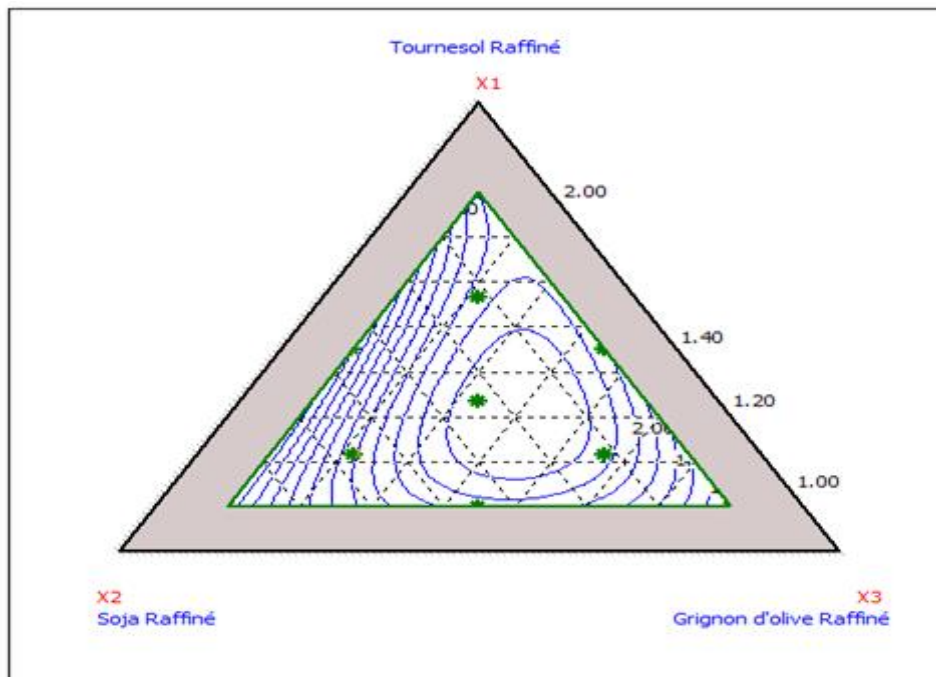


Figure N°6 : représentation graphique 2D de l' variation de la réponse

4. Le phosphore

Le tableau ci-dessous donne les résultats de l'analyse de la variance en regroupant les différentes sources de variation :

Tableau N° 17 : données d'analyse de la variance

Source de variation	SCE	DDL	CM	Rapport	Signif
Régression	13.1694	6	2.1949	0.4420	81.9
Résidus	14.8981	3	4.9660		
Total	28.0674	9			

L'analyse de la variance montre que la variance due à la régression est supérieure à la variation résiduelle. Mais puisque ($p=81.9 > 0.05$) on conclue que le modèle n'est pas validé

5. La densité

Le tableau ci-dessous donne les résultats de l'analyse de la variance en regroupant les différentes sources de variation :

Tableau N° 18 : données d'analyse de la variance

Source de variation	SCE	DDL	CM	Rapport	Signif
Régression	1.387E-0003	6	2.31318E-0004	12.0403	3.32 *
Résidus	5.763E-0005	3	1.92119E-0005		
Total	1.445E-0003	9			

L'analyse de la variance montre que la variance due à la régression est supérieure à la variation résiduelle.

Donc le modèle postulé explique bien le phénomène étudié.

➤ Estimations et statistiques des coefficients

Ecart Type de la réponse	0.0043831427
R2	0.960
R2A	0.880
R2 pred	1.000
Nombre de degrés de liberté	3

Le coefficient de détermination est égal à 0.960, ce qui signifie que 96 % de la variable Y est attribuable à la variation de la variable de X.

Cette valeur est acceptable et le coefficient de détermination ajusté montre que le modèle postulé est représentatif du phénomène étudié.

➤ *Etude graphique des résidus*

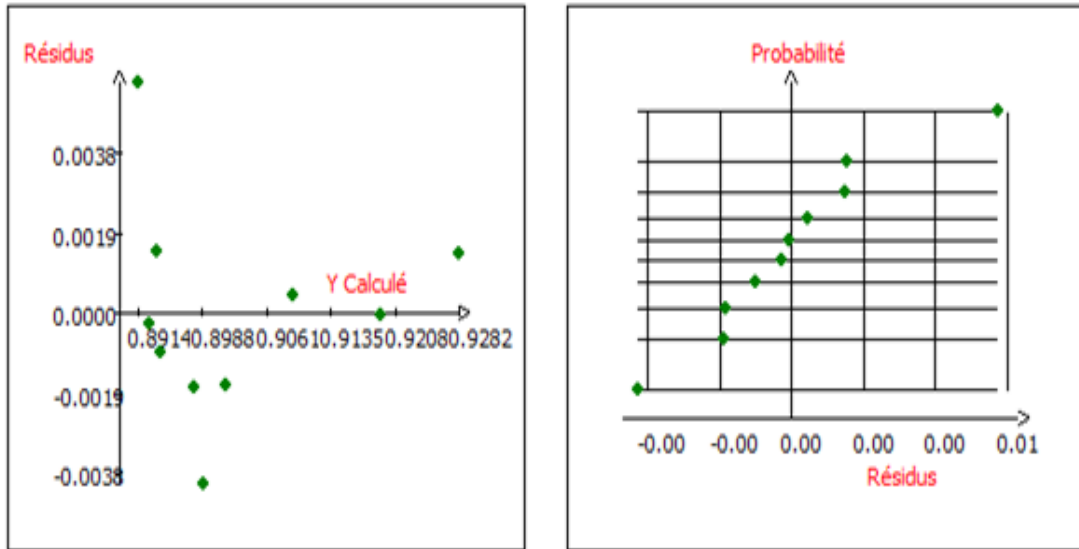


Figure N° 7 : étude graphique des résidus

Les figures ci-dessus montrent bien que les résidus sont distribués de façon aléatoire autour du zéro, et sont distribués normalement sur la droite d’Henry.

Donc, les résidus vérifient les deux conditions qui permettent, en plus des autres précédemment citées (l’analyse de la variance et le coefficient de détermination), de valider le modèle postulé.

➤ **La signification des coefficients du modèle**

Le tableau de signification des coefficients permet de déterminer les coefficients qui ont un effet significatif sur la réponse étudiée.

Tableau N° 19 : La signification des coefficients du modèle

Nom	Coefficient	F.Inflation	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b1	0.909	11.45	0.011718893	77.56	< 0.01 ***
b2	0.866	11.45	0.011718893	73.93	< 0.01 ***
b3	0.905	11.45	0.011718893	77.26	< 0.01 ***
b1-2	0.279	26.87	0.070906952	3.93	2.93 *
b1-3	-0.001	26.87	0.070906952	-0.01	99.3
b2-3	0.061	26.87	0.070906952	0.86	45.3
b1-2-3	-1.007	43.01	0.40995891	-2.46	9.1

D’après l’analyse de ce tableau, on peut déduire que :

Les coefficients b1, b2, b3, b1-2, qui ont des effets significatifs sur la réponse (la densité)

- Représentation graphique en 2D de la Variation de la réponse densité dans le plan : Tournesol Raffiné, Soja Raffiné, Grignon d'olive Raffiné .

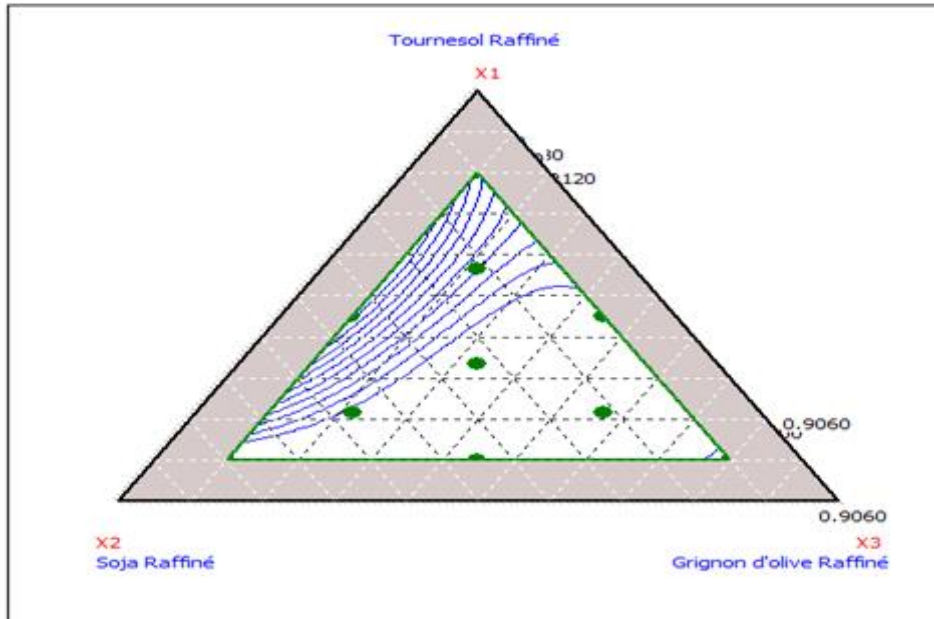


Figure N°8 : représentation graphique 2D de l' variation de la réponse

II.6. Deuxième partie : l'évaluation de la qualité des mélanges des huiles destinées pour la friture

➤ Objectifs :

L'objet de cette deuxième partie a été de réaliser une huile de friture respectant les normes des huiles destinées pour la friture en se basant sur les paramètres suivants :

- ✓ Les composés polaires totaux
- ✓ Le rancissement
- ✓ L'indice de peroxyde

Evaluation de la qualité des huiles de départ (Huile de tournesol raffinée, huile de soja raffinée et huile de grignon d'olive raffinée)

1. Les composés polaires totaux

a. L'huile de tournesol raffinée

MASTER CAC Agiq

Tableau N° 20 : développement de composés polaires totaux d'huile de tournesol au cour de la friture

Nombre d'essais	Température	Composés Polaires(%)	goût	Odeur	Fumée	Mousse
1	180	15	-	-	-	-
2	180,4	17	-	-	-	-
3	180,4	17,5	-	-	-	-
4	180	17,5	-	-	-	-
5	180,3	17,5	-	-	-	-
6	180,8	17,5	-	-	-	-
7	180,5	17,5	-	-	-	-
8	180,2	17,5	-	-	-	-
9	180,1	18	-	-	-	-
10	180,9	18	-	-	-	-
11	180,6	18	-	-	-	-
12	180,4	18	-	-	-	-
13	180	18,5	-	-	-	-
14	180,3	18,5	-	-	-	-
15	181,2	19	-	-	-	-

b. L'huile de soja raffinée

Tableau N° 21 : développement de composés polaires totaux d'huile de soja au cour de la friture

Nbr d'essais	Température	Composés Polaires (%)	Goût	Odeur	Fumée	Mousse
1	180,3	15	-	-	-	-
2	180,6	15	-	-	-	-
3	180,5	17	-	-	-	-
4	180,9	17	-	-	-	-
5	180,2	17	-	-	-	-
6	180,8	16,5	-	-	-	-
7	180,2	16,5	-	-	-	-
8	180	16,5	-	-	-	-
9	180,3	16,5	-	-	-	-
10	180	17	-	-	-	-
11	180	18	-	-	-	-
12	180,7	17	-	-	-	-
13	179,7	17,5	-	-	-	-
14	180,6	18	-	-	-	-
15	180,3	18	-	-	-	-

c. L'huile de grignon d'olive raffinée

Tableau N° 22 : développement de composés polaires totaux d'huile de tournesol au cour de la friture

Nbr d'essais	Température	Composés Polaires (%)	goût	Odeur	Fumée	mousse
1	180,6	13,5	-	+	-	-
2	180,6	14	-	±	-	-
3	180	14,5	-	+	-	-
4	179,9	15	-	+	-	-
5	180,4	15	-	+	-	-
6	180	15	-	+	-	-
7	180,1	15	-	+	-	-
8	180	15	-	+	-	-
9	180,7	15	-	+	-	-
10	180,9	15,5	-	+	-	-
11	180	16	-	+	-	-
12	180,9	16	-	+	-	-
13	180,2	16	-	+	-	-
14	180,4	16	-	+	-	-
15	180	16,5	-	+	-	-

D'après les résultats obtenus dans les tableaux au dessus (tableau 19 , 21,22) on constat que les huiles raffinées, soja , grignon et tournesol n'ont pas dépassé 25% de composés polaires totaux, valeur limité par les normes même après 15 fritures, et pour l'huile de soja raffinée

Remarque

D'après la mesure des composés polaires des trois huiles on constate que l'huile de grignon d'olive raffinée est la meilleure pour la friture car le taux de composés polaire n'a pas dépassé 16.5% après 15 friture suivie par l'huile de soja raffinée (18%) et l'huile de tournesol raffinée (19%) .

2. L'indice de peroxyde

	L'indice de peroxyde	
	Avant la friture	Après 15 fritures
L'huile de grignon d'olive raffinée	1,23	5,882352941
L'huile de soja raffinée	2,74	9,056603774
L'huile de tournesol raffinée	2,45	2,66

On remarque que l'indice de peroxyde des trois huiles n'a pas dépassé 10 meq O2/Kg.

MASTER CAC Agiq

3. Le rancissement

	Le rancissement (heures)
l'huile de grignon d'olive	2,93
l'huile de soja raffinée	2,69
L'huile de tournesol raffinée	1,91

Le test de rancimat nous a permis de conclure que l'huile de grignon d'olive est la plus stable à l'oxydation (2,93 heures) suivie de l'huile de soja raffinée (2.69 heures) et l'huile de tournesol raffinée (1.91 heures) .

On a réalisé 13 mélanges selon les recommandations du logiciel NemrodW. On a posé qu'une seule contrainte pour l'huile de grignon d'olive raffinée, la proportion de celle-ci dans chaque mélange doit être entre 5% et 15%.

On a réalisé 15 fritures pour chaque mélange et on a mesuré les composés polaires totaux pour chaque friture.

Le tableau ci-dessous représente les composés polaires totaux de tous les mélanges durant la friture.

Tableau N° 23 : développement de composés polaires totaux de chaque mélange

N° d'exp	Grignon	Soja	Tournesol	Composés polaires totaux (%)							
				Avant friture	1 ^{ère} Fr	2 ^{ème} Fr	3 ^{ème} Fr	4 ^{ème} Fr	5 ^{ème} Fr	6 ^{ème} Fr	7 ^{ème} Fr
1	0,05	0,00	0,95	13,5	15,5	17,0	17,5	17,5	17,5	17,5	17,5
2	0,15	0,00	0,85	13	15,0	16,5	17,0	17,0	17,0	17,0	17,0
3	0,05	0,95	0,00	13,5	15,0	15,0	17,0	17,0	17,0	16,5	16,5
4	0,15	0,85	0,00	13	15,0	15,0	16,5	17,0	17,0	16,5	16,5
5	0,10	0,00	0,90	13,5	15,0	17,0	17,0	17,5	17,5	17,5	17,5
6	0,05	0,48	0,48	13,5	15,0	16,0	17,0	17,0	17,5	17,0	17,0
7	0,15	0,43	0,43	13	15,0	16,0	17,0	17,0	17,5	17,0	17,0
8	0,10	0,90	0,00	13,5	15,0	15,0	17,0	17,0	17,5	16,5	16,5
9	0,10	0,45	0,45	13,5	15,0	16,0	17,0	17,0	17,5	17,0	15,0
10	0,08	0,23	0,70	13,5	15,0	16,5	17,0	17,0	17,5	17,1	17,0
11	0,13	0,23	0,65	13,5	15,0	16,0	17,0	17,0	17,5	17,0	17,0
12	0,08	0,70	0,23	13,5	15,0	15,5	17,0	17,0	17,5	16,5	16,5
13	0,13	0,65	0,23	13,5	15,0	15,5	17,0	17,0	17,5	16,5	16,5

MASTER CAC Agiq

N° d'exp	Grignon	Soja	Tournesol	Composé polaires totaux							
				8 ^{ème} Fr	9 ^{ème} Fr	10 ^{ème} Fr	11 ^{ème} Fr	12 ^{ème} Fr	13 ^{ème} Fr	14 ^{ème} Fr	15 ^{ème} Fr
1	0,05	0,00	0,95	17,5	18,0	18,0	18,0	18,0	18,5	18,5	19,0
2	0,15	0,00	0,85	17,0	17,5	17,5	17,5	18,0	18,5	18,0	19,0
3	0,05	0,95	0,00	16,0	16,5	17,0	17,0	17,0	17,5	18,0	18,5
4	0,15	0,85	0,00	16,5	16,5	17,0	17,0	17,0	17,5	18,0	18,5
5	0,10	0,00	0,90	17,5	18,0	18,0	18,0	18,0	18,5	18,5	19,0
6	0,05	0,48	0,48	17,0	17,0	17,5	17,5	17,5	18,0	18,0	18,5
7	0,15	0,43	0,43	17,0	17,0	17,0	18,0	17,5	18,0	18,0	18,5
8	0,10	0,90	0,00	16,5	16,5	17,0	17,0	17,0	17,5	18,0	18,5
9	0,10	0,45	0,45	17,0	17,0	17,5	17,5	17,5	18,0	18,0	18,5
10	0,08	0,23	0,70	17,0	17,5	17,5	17,5	17,5	18,0	18,5	18,5
11	0,13	0,23	0,65	17,0	17,5	17,5	18,0	17,5	18,0	18,0	18,5
12	0,08	0,70	0,23	16,5	17,0	17,0	17,0	17,0	17,5	18,0	18,5
13	0,13	0,65	0,23	16,5	17,0	17,0	17,5	17,0	17,5	18,0	18,5

Après avoir collecté tous les résultats on s'est intéresser de travailler que sur les résultats des composés polaires totaux de chaque mélange avant la friture, après la première friture et après la 15^{ème} friture pour remarquer l'évolution de ces composés polaires totaux. L'indice de peroxyde a été déterminé avant la friture et après la 15^{ème} friture. Le rancissement a été mesuré pour tous les mélanges avant la friture pour connaitre la stabilité à l'oxydation pour chaque mélange.

MASTER CAC Agiq

Le tableau ci-dessous résume les réponses les plus intéressants de notre étude .

Tableau N° 24 : le plan d'expérimentation et les réponses mesurées

N° d'ex	Grignon	Soja	Tournesol	Indice de peroxyde			composés polaires totaux			
				Avant Fr	Après 15 Fr	Rancissement	Avant Fr	1 ^{ère} Fr	2 ^{ème} Fr	15 ^{ème} Fr
1	0,05	0,00	0,95	2,4	2,95	1,85 h	13,5 %	15,0 %	17,0 %	19,0 %
2	0,15	0,00	0,85	2,36	3,24	1,97 h	13 %	15,0 %	16,5 %	18,5 %
3	0,05	0,95	0,00	2,76	9,11	2,70 h	13,5 %	15,0 %	15,0 %	18,5 %
4	0,15	0,85	0,00	2,71	8,67	2,78 h	13 %	15,0 %	15,0 %	18,0 %
5	0,10	0,00	0,90	2,22	2,83	1,98 h	13,5 %	15,0 %	17,0 %	19,0 %
6	0,05	0,48	0,48	2,52	6,11	2,20 h	13,5 %	15,0 %	16,0 %	18,5 %
7	0,15	0,43	0,43	2,32	5,42	2,31 h	13 %	15,0 %	16,0 %	18,5 %
8	0,10	0,90	0,00	2,68	8,56	2,82 h	13,5 %	15,0 %	15,0 %	18,5 %
9	0,10	0,45	0,45	2,65	5,97	2,23 h	13,5 %	15,0 %	16,0 %	18,5 %
10	0,08	0,23	0,70	2,48	4,44	2,15 h	13,5 %	15,0 %	16,5 %	18,5 %
11	0,13	0,23	0,65	2,39	4,59	2,11 h	13,5 %	15,0 %	16,0 %	18,5 %
12	0,08	0,70	0,23	2,5	7,51	2,69 h	13,5 %	15,0 %	15,5 %	18,5 %
13	0,13	0,65	0,23	2,28	7,36	2,62 h	13,5 %	15,0 %	15,5 %	18,5 %

II.7. Interprétation des résultats du plan de mélange

1. Indice de peroxyde

❖ Indice de peroxyde avant la friture :

Le tableau ci-dessous donne les résultats de l'analyse de la variance en regroupant les différentes sources de variation :

Tableau N° 25 : données d'analyse de la variance (I.P)

SV	SCE	DDL	CM	Rapport	Signif
Régression	0.2403	6	0.0400	5.7942	2.53 *
Résidus	0.0415	6	0.0069		
Total	0.2817	12			

L'analyse de la variance montre que la variance due à la régression est supérieure à la variation résiduelle.

Donc le modèle postulé explique bien le phénomène étudié.

➤ Estimations et statistiques des coefficients

Ecart Type de la réponse	0.083131915
R2	0.853
R2A	0.706
R2 pred	0.242
Nombre de degrés de liberté	6

Le coefficient de détermination est égal à 0.853, ce qui signifie que 85.3% de la variable Y est attribuable à la variation de la variable de X.

Cette valeur est acceptable et le coefficient de détermination ajusté montre que le modèle postulé est représentatif du phénomène étudié.

➤ Etude graphique des résidus

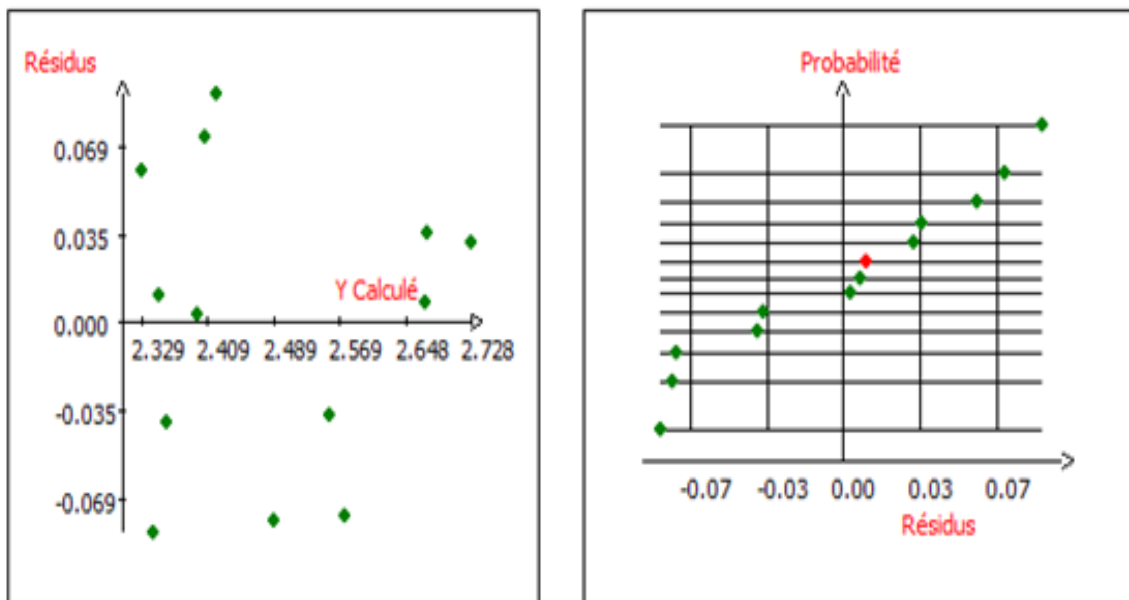


Figure N° 9 : étude graphique des résidus

Les figures ci-dessus montrent bien que les résidus sont distribués de façon aléatoire autour du zéro, et sont distribués normalement sur la droite d'Henry.

Donc, les résidus vérifient les deux conditions qui permettent, en plus des autres précédemment citées (l'analyse de la variance et le coefficient de détermination), de valider le modèle postulé.

➤ La signification des coefficients du modèle

Le tableau de signification des coefficients permet de déterminer les coefficients qui ont un effet significatif sur la réponse étudiée.

Tableau N° 26 : La signification des coefficients du modèle

Nom	Coefficient	F.Inflation	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b1	11.634	6.5E+0003	17.427249	0.67	52.9
b2	2.842	3.0E+0001	0.22548384	12.61	< 0.01 ***
b3	2.510	3.0E+0001	0.22548384	11.13	< 0.01 ***
b1-2	-11.658	2.9E+0003	21.59204	-0.54	60.9
b1-3	-11.995	2.9E+0003	21.59204	-0.56	59.9
b2-3	0.383	1.4E+0001	0.6874816	0.56	59.8
b1-2-3	-8.187	1.4E+0001	6.7793289	-1.21	27.3

D'après l'analyse de ce tableau, on peut déduire que :

les coefficient b2 et b3 ont un effet significatif sur la réponse indice de peroxyde, ces facteurs correspondant à l'huile soja raffinée et l'huile de tournesol raffinée qui sont influent sur la valeur d'indice de peroxyde du produit final.

➤ Etude Graphique des Effets Y1 : IP avant friture

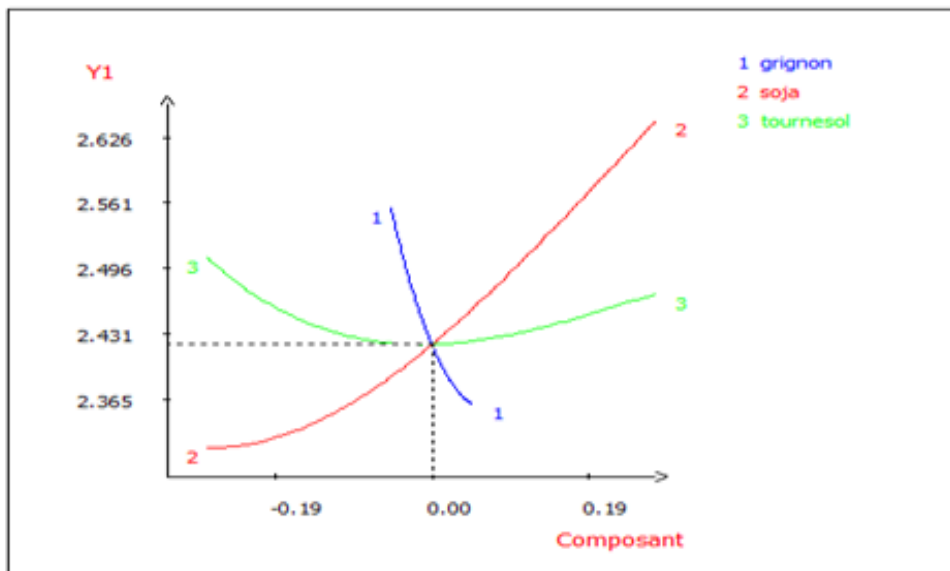


Figure N°10 : représentation graphique 2D des effets Y1

Le diagramme de Cox de l'indice de peroxyde avant la friture montre que :

- Plus on augmente la quantité de l'huile de soja raffinée dans le mélange plus la valeur d'indice de peroxyde augmente.
- L'addition de l'huile de tournesol raffinée contribue légèrement à l'augmentation de la valeur d'indice de peroxyde dans le mélange.
- Plus on ajoute l'huile de grignon d'olive raffinée plus l'indice de peroxyde du mélange diminue.

➤ Représentation graphique en 2D de la Variation de la réponse indice de peroxyde avant friture dans le plan : Tournesol Raffiné, Soja Raffiné, Grignon d'olive Raffiné, Facteur fixe : Huile grignon d'olive raffinée entre 5 et 15 %

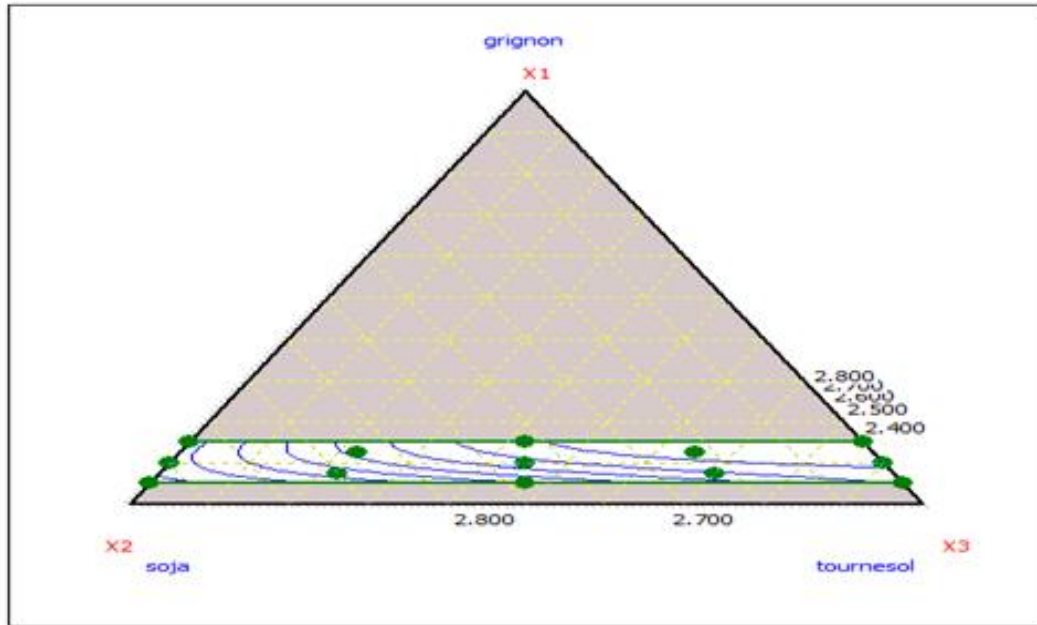


Figure N°11 : représentation graphique 2D de l' variation de la réponse

Pour atteindre une valeur d'indice de peroxyde optimale il faut diminuer la proportion de l'huile de soja raffinée dans le mélange adopté.

❖ **Indice de peroxyde après la 15^{ème} friture :**

➤ L'analyse de la variance pour la réponse Y2 : IP après les 15 fritures

Le tableau ci-dessous donne les résultats de l'analyse de la variance en regroupant les différentes sources de variation :

Tableau N° 27 : données d'analyse de la variance

Source variation	SCE	DDL	CM	Rapport	Signif
Régression	58.3015	6	9.7169	44.4907	0.0103 ***
Résidus	1.3104	6	0.2184		
Total	59.6119	12			

L'analyse de la variance montre que la variance due à la régression est supérieure à la variation résiduelle.

Donc le modèle postulé explique bien le phénomène étudié.

➤ *Estimations et statistiques des coefficients*

Ecart Type de la réponse	0.46733631
R2	0.978
R2A	0.956
R2 pred	0.820
Nombre de degrés de liberté	6

Le coefficient de détermination est égal à 0.978, ce qui signifie que 97.8% de la variable Y est attribuable à la variation de la variable de X.

Cette valeur est acceptable et le coefficient de détermination ajusté montre que le modèle postulé est représentatif du phénomène étudié.

➤ *Etude graphique des résidus*

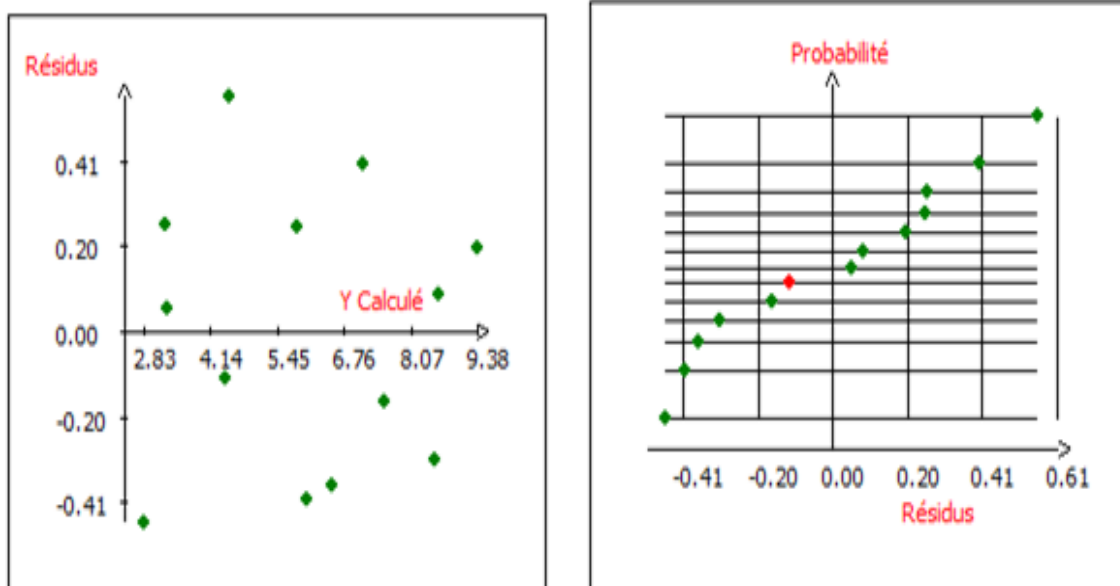


Figure N° 12 : étude graphique des résidus

Les figures ci-dessus montrent bien que les résidus sont distribués de façon aléatoire autour du zéro, et sont distribués normalement sur la droite d'Henry.

Donc, les résidus vérifient les deux conditions qui permettent, en plus des autres précédemment citées (l'analyse de la variance et le coefficient de détermination), de valider le modèle postulé.

➤ *La signification des coefficients du modèle*

Le tableau de signification des coefficients permet de déterminer les coefficients qui ont un effet significatif sur la réponse étudiée

Tableau N° 28 : La signification des coefficients du modèle

Nom	Coefficient	F.Inflation	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b1	144.645	6.5E+0003	97.969429	1.48	19.0
b2	11.093	3.0E+0001	1.2675852	8.75	0.0123 ***
b3	4.639	3.0E+0001	1.2675852	3.66	1.06 *
b1-2	-176.646	2.9E+0003	121.38232	-1.46	19.6
b1-3	-175.674	2.9E+0003	121.38232	-1.45	19.8
b2-3	1.058	1.4E+0001	3.8647626	0.27	79.3
b1-2-3	-3.288	1.4E+0001	38.110834	-0.09	93.4

D'après l'analyse de ce tableau, on peut déduire que :

les coefficient b2 et b3 ont un effet significatif sur la réponse indice de peroxyde, ces facteurs correspondant à l'huile soja raffinée et l'huile de tournesol raffinée qui sont influent sur la valeur d'indice de peroxyde du produit final.

➤ Etude Graphique des Effets Y2 : IP après 15 fritures

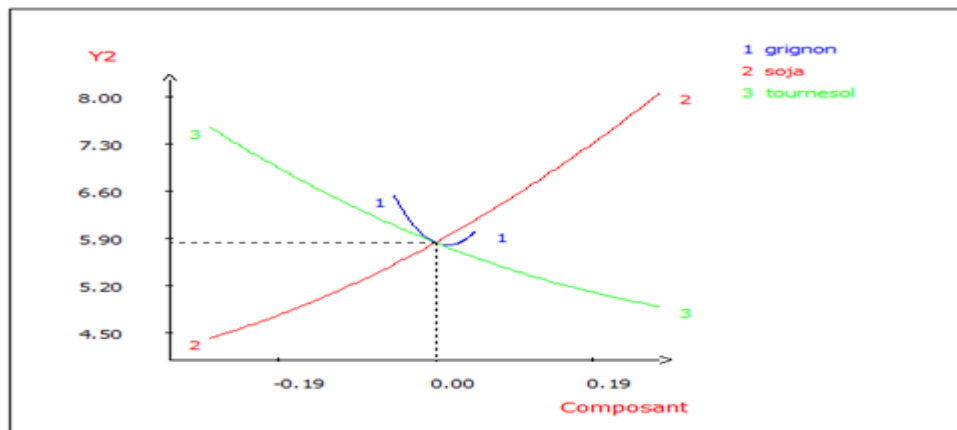


Figure N°13 : représentation graphique 2D des effets Y2

Le diagramme de Cox de l'indice de peroxyde avant la friture montre que :

- ✓ Plus on augmente la quantité de l'huile de soja raffinée dans le mélange plus la valeur d'indice de peroxyde augmente.
 - ✓ Plus on augmente la quantité de l'huile de tournesol raffinée dans le mélange plus la valeur d'indice de peroxyde diminue.
 - ✓ La faible quantité de l'huile de grignon d'olive raffinée dans le mélange rend l'effet de celui-ci négligeable.
- Représentation graphique en 2D de la Variation de la réponse indice de peroxyde après 15 fritures dans le plan : Tournesol Raffiné, Soja Raffiné, Grignon d'olive Raffiné, Facteur fixe : Huile grignon d'olive raffinée entre 5 et 15 %

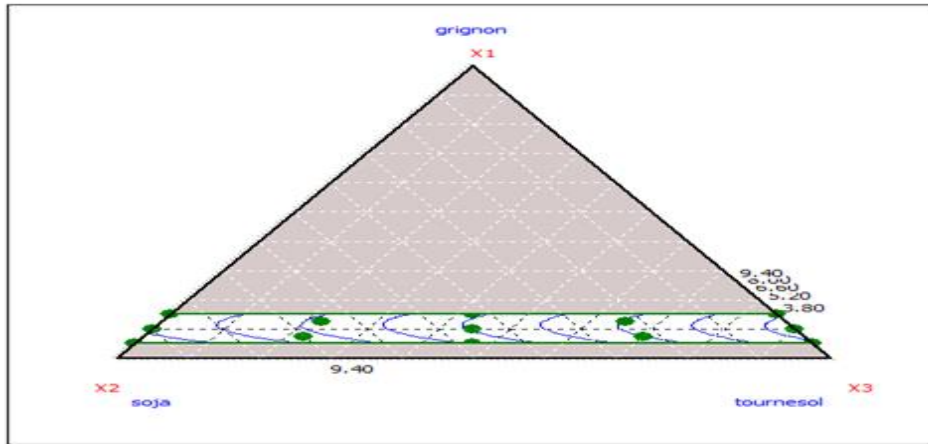


Figure N°15 : représentation graphique 2D de l' variation de la réponse

Pour atteindre une valeur d'indice de peroxyde optimale il faut diminuer la proportion de l'huile de soja raffinée dans le mélange adopté.

2. Rancissement des mélanges avant friture :

Le tableau ci-dessous donne les résultats de l'analyse de la variance en regroupant les différentes sources de variation :

Tableau N° 29 : données d'analyse de la variance

S V	SCE	DDL	Cm	Rapport	Signif
Régression	1.3397	6	0.2233	31.1294	0.0288 ***
Résidus	0.0430	6	0.0072		
Total	1.3827	12			

L'analyse de la variance montre que la variance due à la régression est supérieure à la variation résiduelle.

Donc le modèle postulé explique bien le phénomène étudié.

➤ *Estimations et statistiques des coefficients*

Ecart Type de la réponse	0.0846907
R2	0.969
R2A	0.938
R2 pred	0.880
Nombre de degrés de liberté	6

Le coefficient de détermination est égal à 0.969, ce qui signifie que 96.9% de la variable Y est attribuable à la variation de la variable de X.

Cette valeur est acceptable et le coefficient de détermination ajusté montre que le modèle postulé est représentatif du phénomène étudié.

➤ *Etude graphique des résidus*

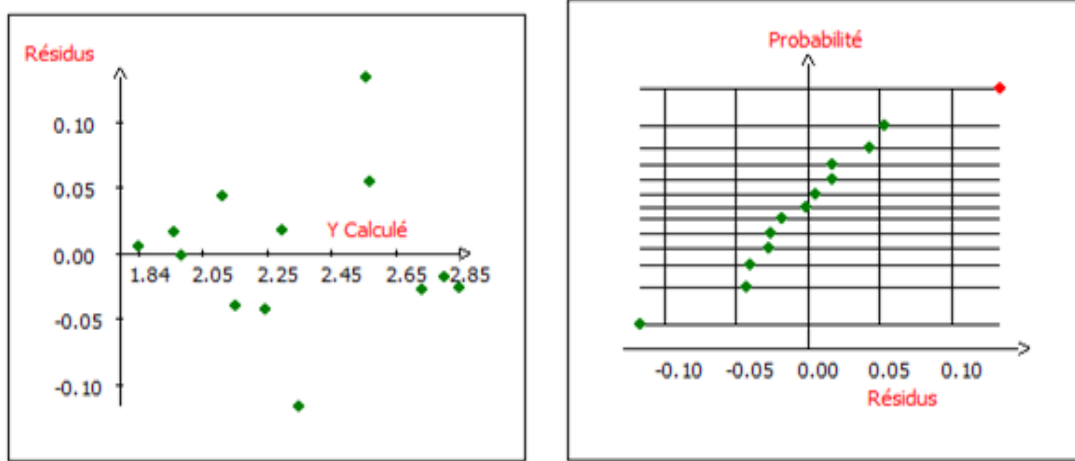


Figure N° 15 : étude graphique des résidus

Les figures ci-dessus montrent bien que les résidus sont distribués de façon aléatoire autour du zéro, et sont distribués normalement sur la droite d'Henry.

Donc, les résidus vérifient les deux conditions qui permettent, en plus des autres précédemment citées (l'analyse de la variance et le coefficient de détermination), de valider le modèle postulé.

➤ *La signification des coefficients du modèle*

Le tableau de signification des coefficients permet de déterminer les coefficients qui ont un effet significatif sur la réponse étudiée.

Tableau N° 30 : La signification des coefficients du modèle

Nom	Coefficient	F.Inflation	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b1	-23.693	6.5E+0003	17.754023	-1.33	23.0
b2	2.440	3.0E+0001	0.22971183	10.62	< 0.01 ***
b3	1.544	3.0E+0001	0.22971183	6.72	0.0528 ***
b1-2	33.549	2.9E+0003	21.996907	1.53	17.8
b1-3	32.902	2.9E+0003	21.996907	1.50	18.5
b2-3	-0.051	1.4E+0001	0.70037239	-0.07	94.4
b1-2-3	-2.747	1.4E+0001	6.9064463	-0.40	70.5

D'après l'analyse de ce tableau, on peut déduire que :

les coefficient b2 et b3 ont un effet significatif sur la réponse « rancissement », ces facteurs correspondant à l'huile soja raffinée et l'huile de tournesol raffinée qui sont influent sur la valeur du rancissement du produit final.

➤ Etude Graphique des Effets Y3 : rancissement des mélanges

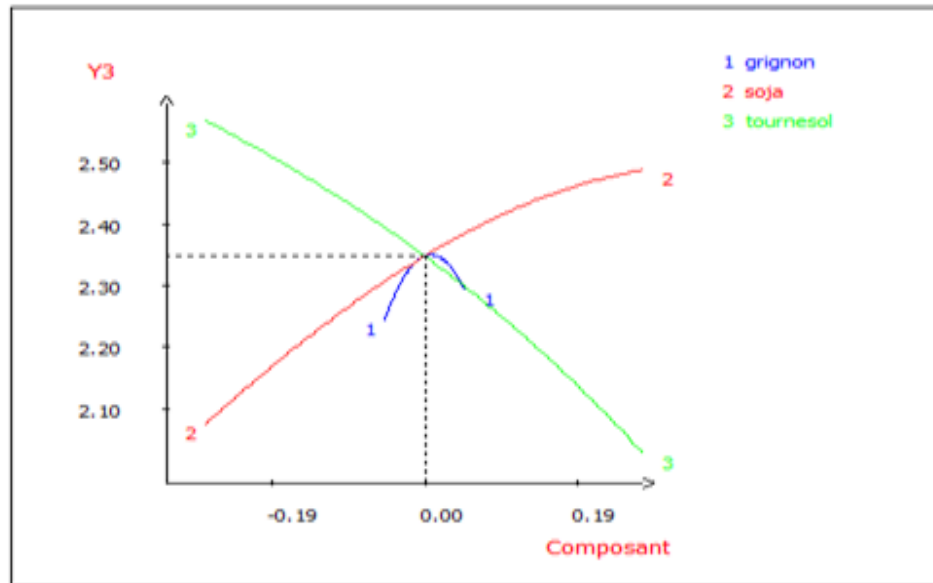


Figure N°16 : représentation graphique 2D des effets Y 3

Le diagramme de Cox du rancissement des mélanges montre que :

- ✓ Plus on augmente la quantité de l'huile de soja raffinée dans le mélange plus le rancissement augmente.
 - ✓ Plus on augmente la quantité de l'huile de tournesol raffinée dans le mélange plus le rancissement diminue.
 - ✓ La faible quantité de l'huile de grignon d'olive raffinée dans le mélange rend l'effet de celui-ci négligeable.
- Représentation graphique en 2D de la Variation de la réponse rancissement dans le plan : Tournesol Raffiné, Soja Raffiné, Grignon d'olive Raffiné, Facteur fixe : Huile grignon d'olive raffinée entre 5 et 15 %

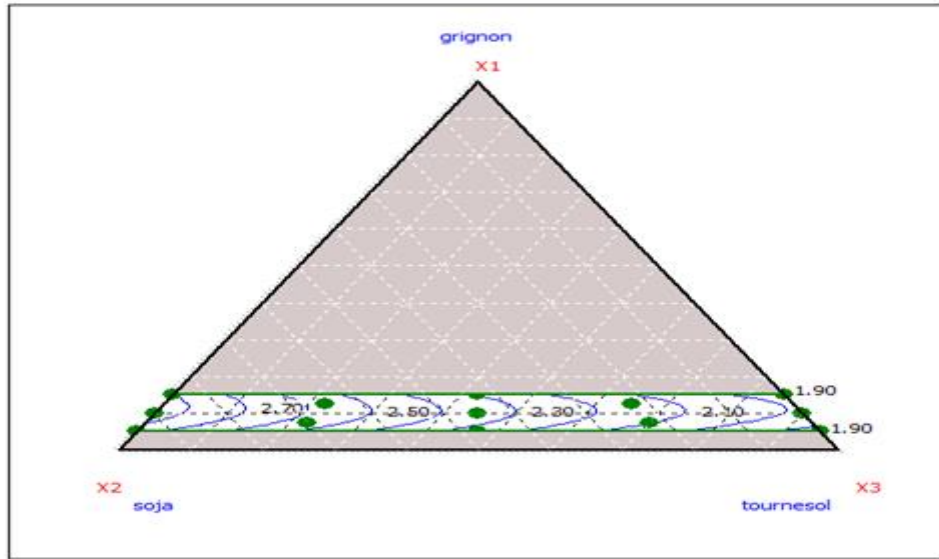


Figure N°17 : représentation graphique 2D de l' variation de la réponse

Pour atteindre une valeur de rancissement optimale il faut augmenter la proportion de l'huile de soja raffinée dans le mélange adopté.

3. Composés polaires totaux des mélanges avant friture :

Le tableau ci-dessous donne les résultats de l'analyse de la variance en regroupant les différentes sources de variation :

Tableau N° 31 : données d'analyse de la variance

S V	SCE	DDL	CM	Rapport	Signif
Régression	0.5220	6	0.0870	9.5122	0.743 **
Résidus	0.0549	6	0.0091		
Total	0.5769	12			

L'analyse de la variance montre que la variance due à la régression est supérieure à la variation résiduelle.

Donc le modèle postulé explique bien le phénomène étudié.

➤ *Estimations et statistiques des coefficients*

Ecart Type de la réponse	0.095639241
R2	0.905
R2A	0.810
R2 pred	0.592
Nombre de degrés de liberté	6

Le coefficient de détermination est égal à 0.905, ce qui signifie que 90.5% de la variable Y est attribuable à la variation de la variable de X.

Cette valeur est acceptable et le coefficient de détermination ajusté montre que le modèle postulé est représentatif du phénomène étudié.

➤ Etude graphique des résidus

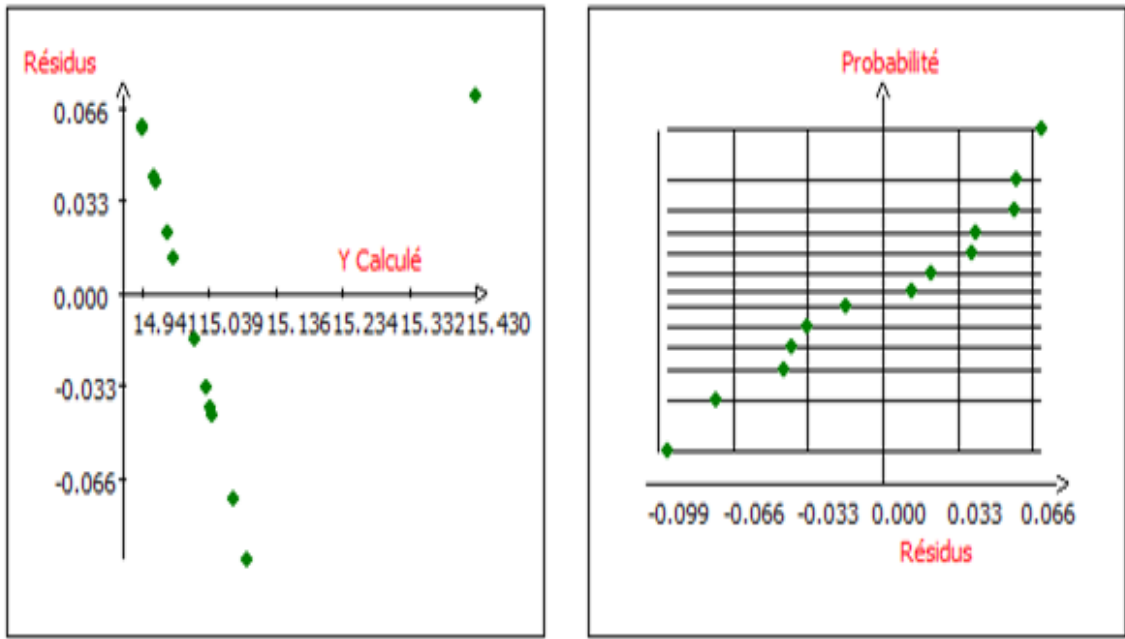


Figure N° 18 : étude graphique des résidus

Les figures ci-dessus montrent bien que les résidus sont distribués de façon aléatoire autour du zéro, et sont distribués normalement sur la droite d'Henry.

Donc, les résidus vérifient les deux conditions qui permettent, en plus des autres précédemment citées (l'analyse de la variance et le coefficient de détermination), de valider le modèle postulé.

➤ La signification des coefficients du modèle

Le tableau de signification des coefficients permet de déterminer les coefficients qui ont un effet significatif sur la réponse étudiée.

Tableau N° 32 : La signification des coefficients du modèle

Nom	Coefficient	F.Inflation	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b1	-78.543	6.5E+0003	20.049205	-3.92	0.782 **
b2	12.911	3.0E+0001	0.25940823	49.77	< 0.01 ***
b3	12.911	3.0E+0001	0.25940823	49.77	< 0.01 ***
b1-2	108.352	2.9E+0003	24.840596	4.36	0.476 **
b1-3	108.352	2.9E+0003	24.840596	4.36	0.476 **
b2-3	-0.490	1.4E+0001	0.79091427	-0.62	55.8
b1-2-3	6.419	1.4E+0001	7.7992895	0.82	44.2

D'après l'analyse de ce tableau, on peut déduire que :

Tous les coefficients ont un effet significatif sur la réponse (composés polaires totaux avant la friture)

➤ **Etude Graphique des Effets Y4: composés polaires totaux avant la friture**

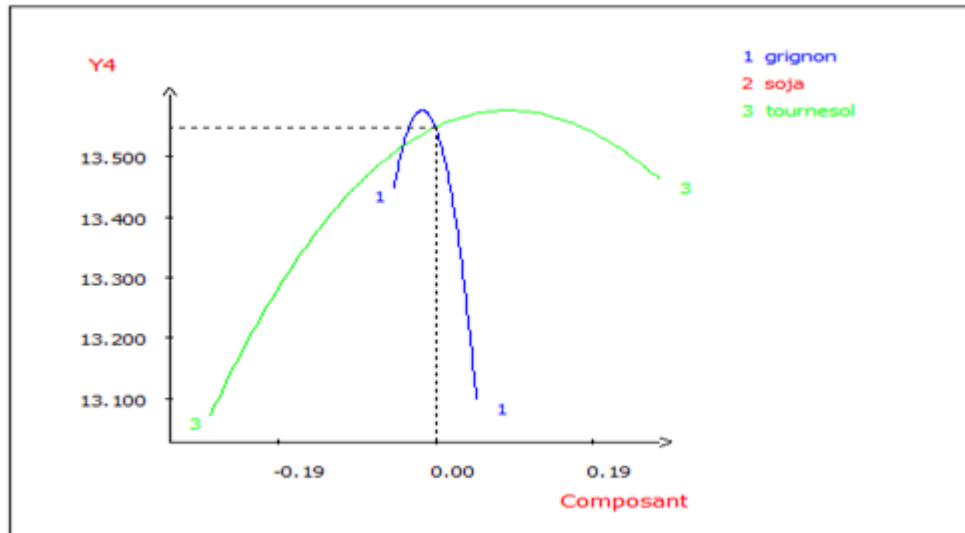


Figure N°19 : représentation graphique 2D des effets Y4

Le diagramme de Cox du rancissement des mélanges montre que :

✓ Plus on augmente la quantité de l'huile de tournesol raffinée dans le mélange plus le taux des composés polaires totaux diminue.

✓ Plus on augmente la quantité de l'huile de grignon d'olive raffinée dans le mélange plus le taux des composés polaires totaux diminue.

➤ Représentation graphique en 2D de la Variation de la réponse « composés polaires totaux » dans le plan : Tournesol Raffiné, Soja Raffiné, Grignon d'olive Raffiné, Facteur fixe : Huile grignon d'olive raffinée entre 5 et 15 %

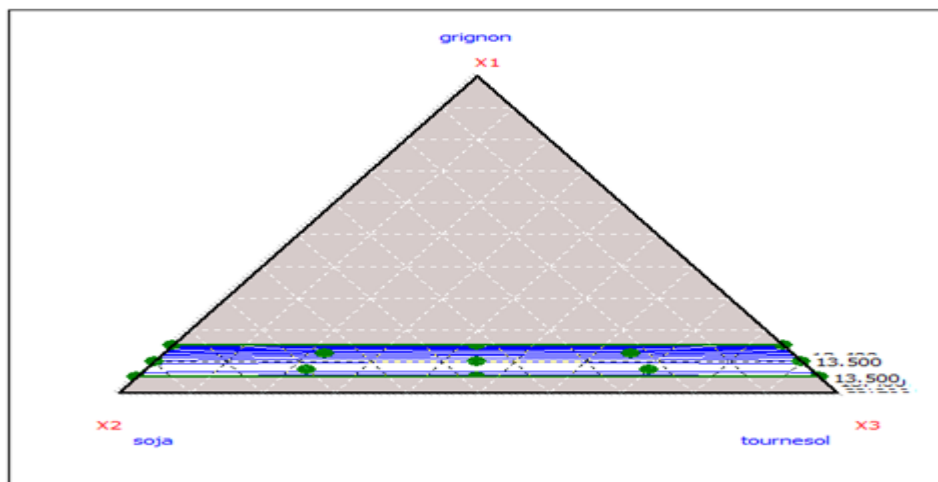


Figure N°20 : représentation graphique 2D de l' variation de la réponse

MASTER CAC Agiq

Pour atteindre une valeur de composés polaires totaux optimale il faut augmenter la proportion de l'huile de tournesol et de grignon d'olive raffinées dans le mélange adopté.

4. Composés polaires totaux des mélanges après la 1^{ère} friture :

Le tableau ci-dessous donne les résultats de l'analyse de la variance en regroupant les différentes sources de variation :

Tableau N° 33 : données d'analyse de la variance

S V	SCE	DDL	CM	Rapport	Signif
Régression	0.1958	6	0.0326	5.5980	2.74 *
Résidus	0.0350	6	0.0058		
Total	0.2308	12			

L'analyse de la variance montre que la variance due à la régression est supérieure à la variation résiduelle.

Donc le modèle postulé explique bien le phénomène étudié.

➤ *Estimations et statistiques des coefficients*

Ecart Type de la réponse	0.07634977
R2	0.848
R2A	0.7
Nombre de degrés de liberté	6

Le coefficient de détermination est égal à 0.848, ce qui signifie que 84.8% de la variable Y est attribuable à la variation de la variable de X.

Cette valeur est acceptable et le coefficient de détermination ajusté montre que le modèle postulé est représentatif du phénomène étudié.

➤ *Etude graphique des résidus*

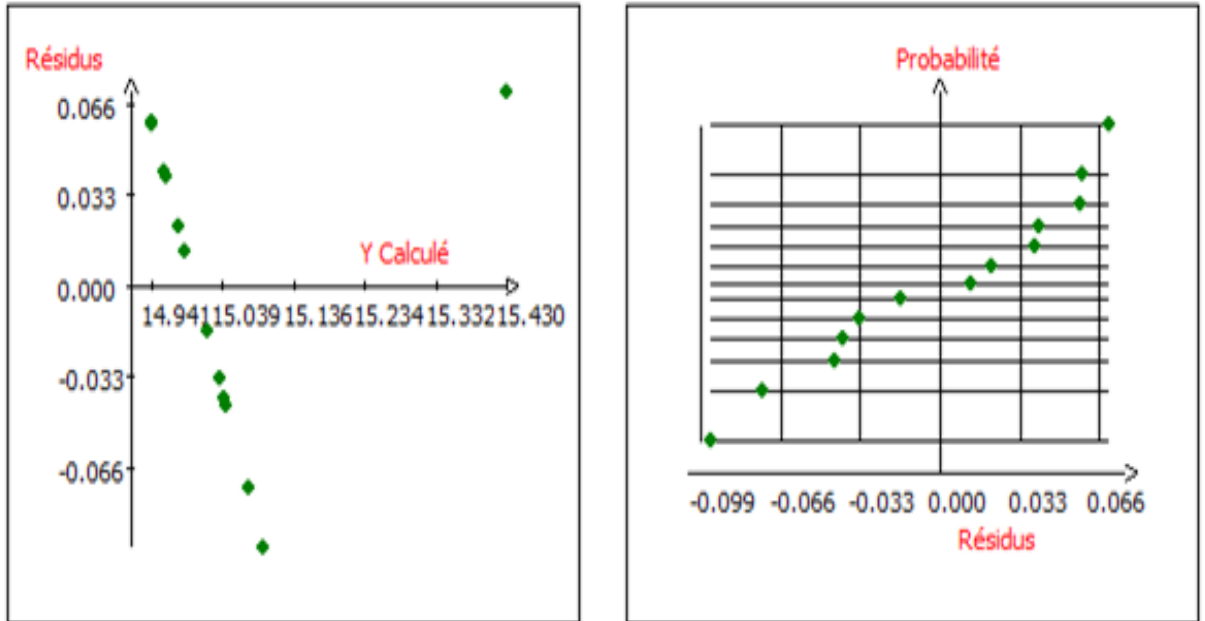


Figure N° 21 : étude graphique des résidus

Les figures ci-dessus montrent bien que les résidus sont distribués de façon aléatoire autour du zéro, et sont distribués normalement sur la droite d'Henry.

Donc, les résidus vérifient les deux conditions qui permettent, en plus des autres précédemment citées (l'analyse de la variance et le coefficient de détermination), de valider le modèle postulé.

➤ *La signification des coefficients du modèle*

Le tableau de signification des coefficients permet de déterminer les coefficients qui ont un effet significatif sur la réponse étudiée.

Tableau N° 34 : La signification des coefficients du modèle

Nom	Coefficient	F.Inflation	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b1	40.064	6.5E+0003	16.005483	2.50	4.63 *
b2	15.283	3.0E+0001	0.20708821	73.80	< 0.01 ***
b3	15.947	3.0E+0001	0.20708821	77.00	< 0.01 ***
b1-2	-31.109	2.9E+0003	19.830498	-1.57	16.8
b1-3	-36.262	2.9E+0003	19.830498	-1.83	11.7
b2-3	-1.615	1.4E+0001	0.63139484	-2.56	4.30 *
b1-2-3	12.742	1.4E+0001	6.2262514	2.05	8.7

D'après l'analyse de ce tableau, on peut déduire que :

Les coefficients b2 et b3 ont un effet significatif sur la réponse composés polaires totaux de la 1^{ère} friture. Ces facteurs correspondant à l'huile soja raffinée et l'huile de tournesol raffinée.

➤ Etude Graphique des Effets Y5: composés polaires totaux de la 1^{ère} friture

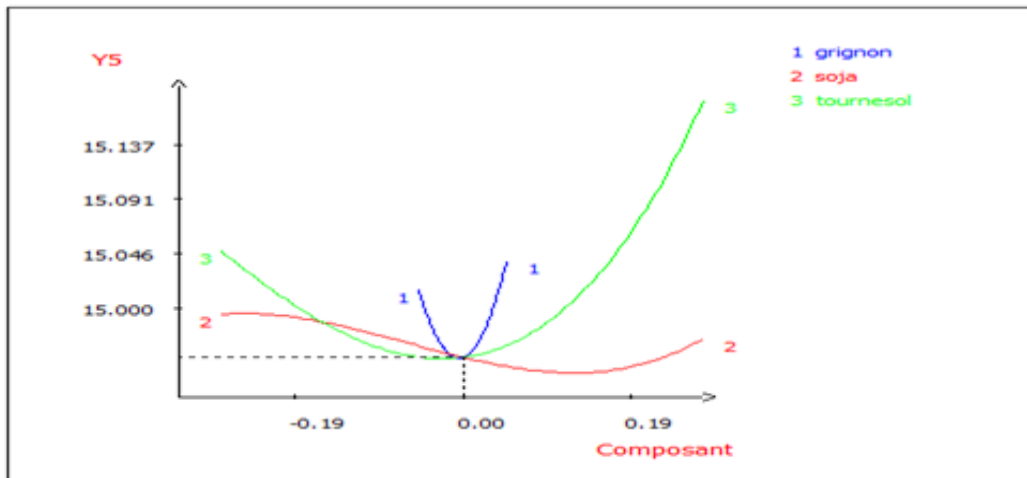


Figure N°22 : représentation graphique 2D des effets Y5

Le diagramme de Cox des composés polaires totaux de la 1^{ère} friture des mélanges montre que :

- ✓ Plus on augmente la quantité de l'huile de tournesol raffinée dans le mélange plus le taux des composés polaires totaux augmente.
- ✓ Plus on augmente la quantité de l'huile de grignon d'olive raffinée dans le mélange plus le taux des composés polaires totaux augmente
- ✓ L'effet de l'huile de soja raffinée est légèrement faible.
- Représentation graphique en 2D de la Variation de la réponse « composés polaires totaux » dans le plan : Tournesol Raffiné, Soja Raffiné, Grignon d'olive Raffiné, Facteur fixe : Huile grignon d'olive raffinée entre 5 et 15 %

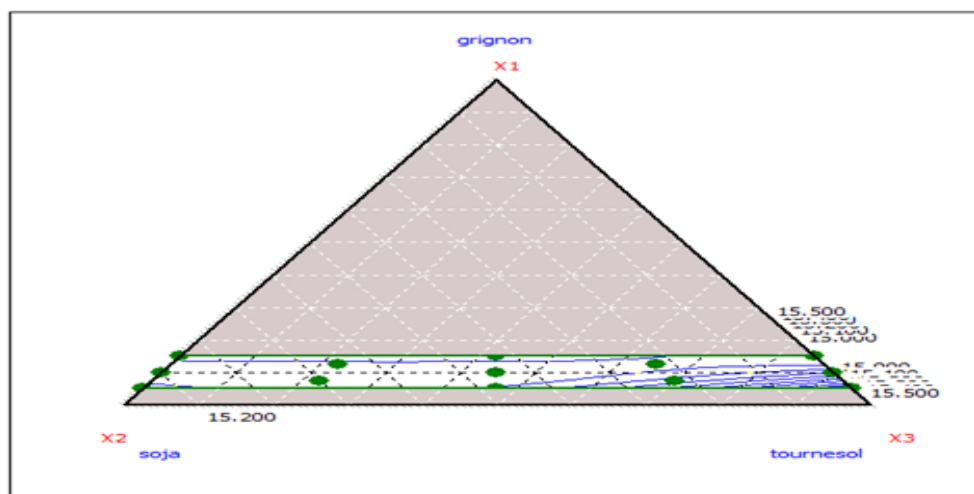


Figure N°23 : représentation graphique 2D de l' variation de la réponse

5. Composés polaires totaux des mélanges après la 15^{ème} friture :

➤ **L'analyse de la variance pour la réponse Y6 : composés polaires de la 15^{ème} friture**

Le tableau ci-dessous donne les résultats de l'analyse de la variance en regroupant les différentes sources de variation :

Tableau N° 35 : données d'analyse de la variance

S V	SCE	DDL	CM	Rapport	Signif
Régression	0.5160	6	0.0860	8.4737	0.998 **
Résidus	0.0609	6	0.0101		
Total	0.5769	12			

L'analyse de la variance montre que la variance due à la régression est supérieure à la variation résiduelle. Donc le modèle postulé explique bien le phénomène étudié.

➤ Estimations et statistiques des coefficients

Ecart Type de la réponse	0.1007448
R2	0.894
R2A	0.789
Nombre de degrés de liberté	6

Le coefficient de détermination est égal à 0.894, ce qui signifie que 89.4% de la variable Y est attribuable à la variation de la variable de X.

Cette valeur est acceptable et le coefficient de détermination ajusté montre que le modèle postulé est représentatif du phénomène étudié.

➤ *Etude graphique des résidus*

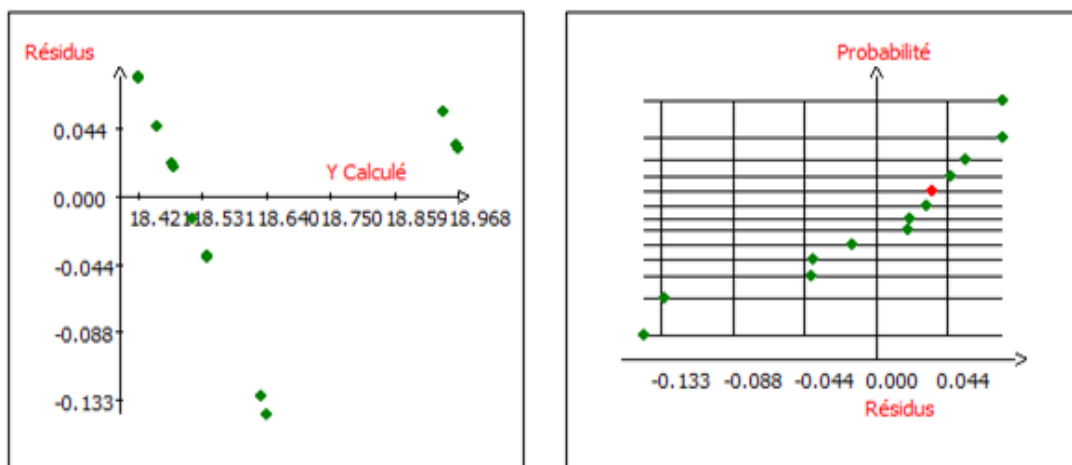


Figure N° 24 : étude graphique des résidus

Les figures ci-dessus montrent bien que les résidus sont distribués de façon aléatoire autour du zéro, et sont distribués normalement sur la droite d'Henry.

Donc, les résidus vérifient les deux conditions qui permettent, en plus des autres précédemment citées (l'analyse de la variance et le coefficient de détermination), de valider le modèle postulé.

➤ La signification des coefficients du modèle

Le tableau de signification des coefficients permet de déterminer les coefficients qui ont un effet significatif sur la réponse étudiée.

Tableau N° 36 : La signification des coefficients du modèle

Nom	Coefficient	F.Inflation	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b1	26.300	6.5E+0003	21.119503	1.25	25.9
b2	18.609	3.0E+0001	0.27325637	68.10	< 0.01 ***
b3	19.032	3.0E+0001	0.27325637	69.65	< 0.01 ***
b1-2	-9.591	2.9E+0003	26.166675	-0.37	72.7
b1-3	-9.051	2.9E+0003	26.166675	-0.35	74.1
b2-3	-1.059	1.4E+0001	0.83313608	-1.27	25.1
b1-2-3	-3.032	1.4E+0001	8.2156432	-0.37	72.5

D'après l'analyse de ce tableau, on peut déduire que :

Les coefficients b2 et b3 ont un effet significatif sur la réponse composés polaires totaux de la 15^{ème} friture. Ces facteurs correspondant à l'huile soja raffinée et l'huile de tournesol raffinée.

➤ *Etude Graphique des Effets Y5: composés polaires totaux de la 15^{ème} friture*

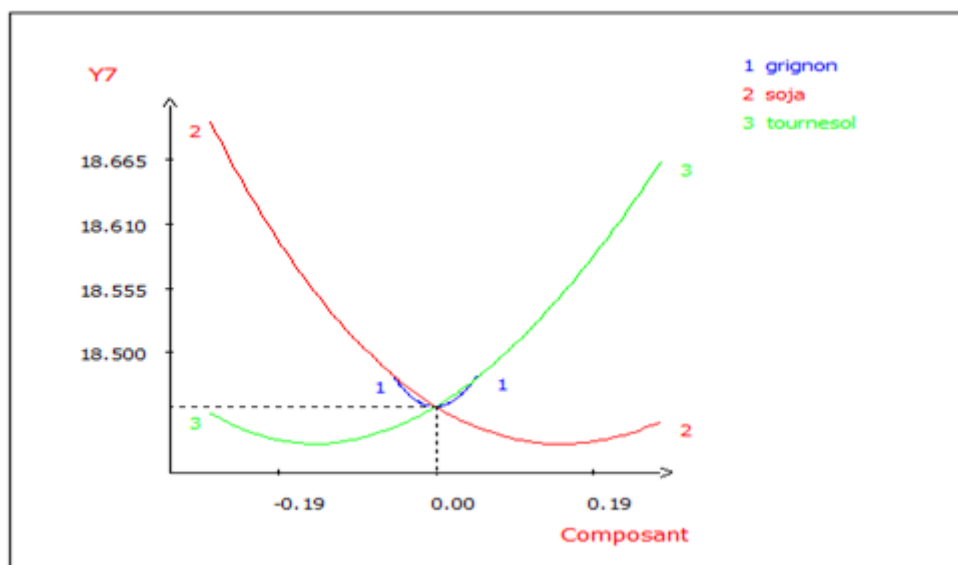


Figure N°25 : représentation graphique 2D des effets Y5

MASTER CAC Agiq

Le diagramme de Cox des composés polaires totaux de la 1ère friture des mélanges montre que :

- ✓ Plus on augmente la quantité de l'huile de tournesol raffinée dans le mélange plus le taux des composés polaires totaux augmente.
- ✓ Plus on augmente la quantité de l'huile de soja raffinée dans le mélange plus le taux des composés polaires totaux augmente
- ✓ L'effet de l'huile de grignon d'olive raffinée est légèrement faible.
- ✓ Représentation graphique en 2D de la Variation de la réponse « composés polaires totaux » dans le plan : Tournesol Raffiné, Soja Raffiné, Grignon d'olive Raffiné, Facteur fixe : Huile grignon d'olive raffinée entre 5 et 15 %.

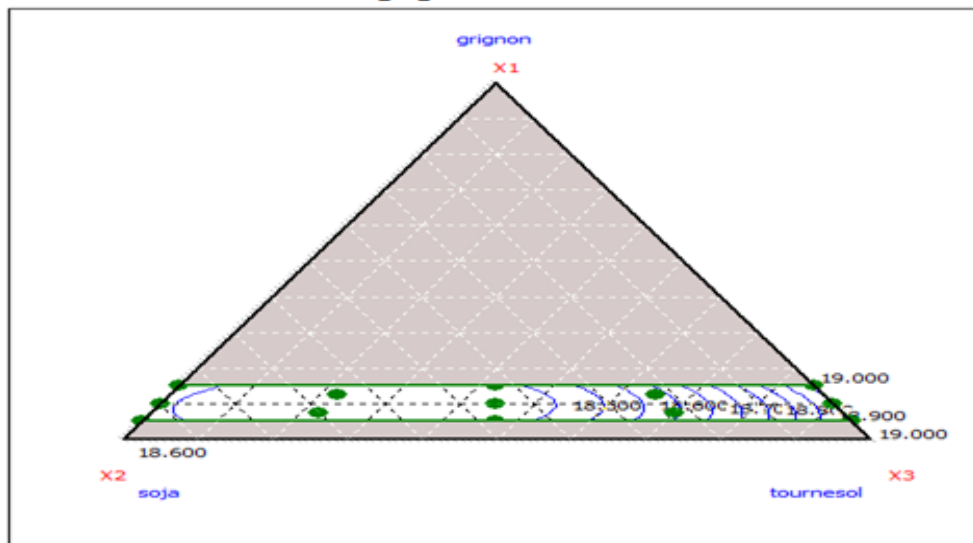


Figure N°26 : représentation graphique 2D de l' variation de la réponse

D'après tous les résultats obtenus, le domaine choisi pour notre étude et qui respecte tous les normes et en se basant sur le coût des trois huiles est les suivant :

Huiles	Prix (DH)
L'huile de soja raffinée	9 DH
L'huile de tournesol raffinée	11 DH
L'huile de grignon raffinée	15 DH

- Représentation graphique en 2D de la Variation de la réponse « composés polaires totaux, IPA, IPP, Rancissement, » dans le plan : Tournesol Raffiné, Soja Raffiné, Grignon d'olive Raffiné, Facteur fixe :

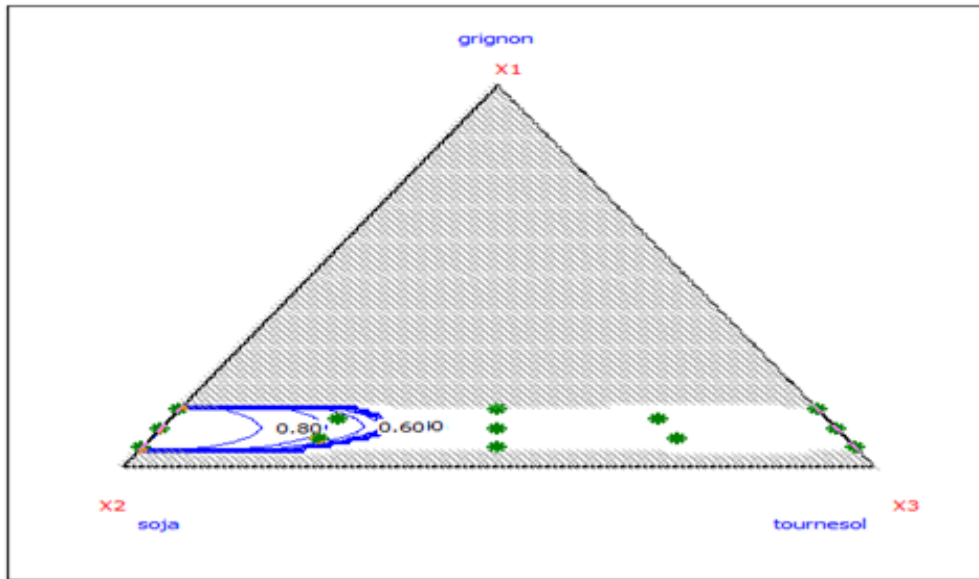


Figure N°27 : représentation graphique 2D de l' variation de la réponse

On peut conclure dans que le domaine en bleu c'est le domaine optimal qui respect toutes les normes qu'on a déjà citée précédemment, toutes les points dans ce dernière sont correspond à des mélanges des pourcentages différents l'un à l'autre et le même pour les réponses

D'après toutes résultats et l'interprétation de toutes les graphes et les figures on choisie le mélange adéquat des huiles

D'après notre étude le choix de notre huile de friture est porté sur le mélange suivant :

L'huile	Proportion
L'huile de grignon d'olive raffinée	9 %
L'huile de soja raffinée	75.4 %
L'huile de tournesol raffinée	15.6 %

D'après le logiciel Nemrodw les réponses optimales obtenues sont les suivantes

Paramètres étudiés	Valeur optimale
Indice de peroxyde avant friture (Y1)	2.25 ± 0.10
Indice de peroxyde après 15 fritures (Y2)	7.74 ± 0.57
Rancissement (Y3)	2.65 ± 0.10
Composés polaires totaux avant friture	13.56 ± 0.12
Composés polaires après 1 ^{ère} friture	14.94 ± 0.09
Composés polaires après 15 ^{ème} fritures	18.43 ± 0.12
Coût du produit final (DH)	9.83Dh

Conclusion générale

Les tâches qui me sont assignés dans le cadre de mon stage à SIOF sont définitivement orientées vers l'apprentissage et la mise en pratique des diverses tâches quotidiennes et des projets d'un professionnel dans un contexte académique. Les objectifs de mon stage correspondent bien aux objectifs de mon programme d'études. Durant les 4 mois de stage, j'ai eu l'opportunité de faire de nombreux liens entre mes études et la façon dont ces connaissances sont appliquées dans l'environnement de travail.

La reformulation d'une huile de friture à des caractéristiques convenables aux normes de codex alimentaire, nous a amené à ressortir les critères suivants :

Le grignon est le facteur responsable de l'augmentation d'acidité du mélange.

L'huile de grignon est le plus résistant à l'oxydation que les autres huiles avec un taux de composés polaires faible en cour de la friture.

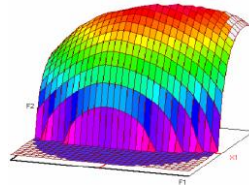
Le mélange adéquat de friture est celui qui contient 9 % de huile de grignon d'olive raffinée , 75.4 % de huile de soja raffinée et 15.6 % huile de tournesol raffinée

Ce mélange respect les normes de la qualité, sans odeur, sans mousse, sans fumée en cour de la friture et moins couteuse et respect en même temps les exigences des clients.

Sur le coté personnel j'ai appris à adapter mes connaissances au contexte du travail sur les projets, en améliorant mon relationnel avec l'ensemble des collaborateurs et en travaillant en équipe. En somme mon expérience de stagiaire chez SIOF sa sera soldée par un bilan positif, car l'entreprise et l'ensemble des collaborateurs n'ont ménagé aucun effort pour me permettre de bien mener à terme ma mission.

Référence :

- [1] <http://www.les-additifs-alimentaires.com/E900-dimethicone.php>
- [2] Norme codex pour les nouilles instantanées, codex stan 249-2006
- [3] Rapport de la seizième session du comité du codex sur les graisses et les huiles londres (royaume-uni) 8- 12 mars 1999
- [4] Commission du codex alimentarius ,vingt-et-unième session rome, 3 - 8 juillet 1995
- [5] programme mixte fao/oms sur les normes alimentaires , commission du codex alimentarius , vingt-et-unième session, rome, 3 - 8 juillet 1995
- [6] commission du codex alimentarius , vingt-troisième session, rome (italie) 28 juin - 3 juillet 1999
- [7] Norme mauritanienne, apnm01-008, novembre 2010
- [8] Norme pour les graisses et les huiles comestibles non visées par des normes individuelles, codex stan 19-1981
- [9] centre d'expertise et de recherche en hôtellerie et restauration (www.ithq.qc.ca/cer)
- [10]- ayerdigotor a., « étude des variations des teneurs et de la variabilité des compositions en tocophérols et en phytostérols dans les akènes et l'huile de tournesol (helianthus annuus l.) », thèse de doctorat, institut national polytechnique de toulouse, 2008.
- [11] Développement d'antioxydants pour les huiles de friture et contribution à l'étude du mécanisme de formation des monomères cycliques à partir d'acides gras oméga-3, mémoire de Vanessa Perreault
- [12] Prévention de l'oxydation des acides gras dans un produit cosmétique : mécanismes, conséquences, moyens de mesure, quels antioxydants pour quelles applications d'Armelle JUDDE



Master ST CAC Agiq

Mémoire de fin d'études pour l'obtention du Diplôme de Master Sciences et Techniques

Nom et prénom: HAJJOUBI Abdeljalil

Année Universitaire : 2015/2016

Titre: élaboration d'une huile de friture par les plans d'expériences à l'aide des différents mélanges des huiles

Résumé

Toute entreprise cherche avoir une force remarquable sur le marché en se confrontant à la concurrence, de ce fait elle cherche à avoir des produits inexistantes ou différents, SIOF comme toute entreprise cherche l'excellence dans le marché des huiles

L'objectif de mon projet au sein de cette société était de fabriquer une huile de friture à partir d'un mélange de différentes huiles, ayant un taux faible de composés polaires totaux qui ne dépasse pas 25% après plusieurs opérations de friture, et d'autre part qui possède une forte stabilité à l'oxydation et une meilleure qualité organoleptique en respectant en même temps les exigences des clients.

La réalisation de ce travail nécessite l'utilisation des différents outils logiques et scientifiques tel que plans d'expériences.

Mots clés: plan d'expérience, composés polaires totaux (CPT), ANOVA, Réglementation.