



Licence Es-Sciences et Techniques (LST)

# TECHNIQUES D'ANALYSE ET CONTROLE DE QUALITE (TACQ)

## PROJET DE FIN D'ETUDES

Développement d'une huile de friture à partir  
d'un mélange au sein de la SIOF

### Présenté par :

◆ MALKI HIND

### Encadré par :

◆ Mme F.FAROUDI (SIOF)

◆ Pr A.BOULHNA (FST – Fès)

**Soutenu Le 07 Juin 2016 devant le jury composé de:**

- Pr. KANDRI RODI YOUSSEF

- Pr. MELIANI

- Pr. BOULAHNA

**Stage effectué à SIOF**

**Année Universitaire 2015 / 2016**

## ***DEDICACES***

### **A mes parents**

Même si aucune dédicace n'exprimera ma considération, mon grand amour et le respect que je vous porte, acceptez ce modeste travail en reconnaissance du sacrifice et de l'effort que vous n'avez cessé de déployer. Puisse Dieu vous donner longue vie pour que je puisse vous combler à mon tour.

### **A mes chers frères**

Saad, Omar et Réda

Avec l'expression de mon attachement, mon affection et ma  
Reconnaissance envers vous tous.

### **A ma grande famille**

Chacun par son nom et spécialement Douae, Adam, Rim, Naima, Hajar et Sara

### **A tous mes amis**

Spécialement Najwa, Soukaina, Assia, Oussama et Amine

### **A tous mes professeurs**

A qui je dois tout respect et hommage d'avoir contribué à ma formation

## *REMERCIEMENTS*

Je tiens à présenter mon respect, ma gratitude et mes remerciements à mes encadrants de stage, **Mr BOULAHNA** professeur à la **FST** de Fès, et Madame **FAROUDI Fatima** responsable de laboratoire des analyses et contrôle de qualité à **la SIOF**, pour toute l'aide qu'ils m'ont apportée pour la réalisation de ce projet.

Votre compréhension, votre accueil, vos remarques et vos conseils précieux m'ont beaucoup aidé.

Je tiens également à exprimer mes remerciements à tous les responsables de la SIOF, principalement à **Mr Lahbabi**, **Mr.LAZAR**, directeur des ressources humaines et **Mr.ERRAFIK**, directeur général, d'avoir eu l'amabilité de m'accepter en tant que stagiaire au sein de leur société.

Je remercie le Pr. **YOUSSEF KANDRI RODI** responsable de la filière technique d'analyse chimique et contrôle de qualité de la FST ainsi qu'au corps professoral pour leur enseignement enrichissant et laborieux.

Les membres de jury Mr Kandri Rodi , Mr Meliani et Mr Boulahna trouvent ici l'expression de ma plus haute considération d'avoir accepté de participer à l'évaluation de ce modeste travail.

Sans oublier **toutes personnes** qui m'ont aidé de près ou de loin au bon déroulement de ce stage.

# Sommaire

Introduction.....	1
<b>I-Aperçus sur la SIOF</b>	
I-1 Présentation.....	2
I-2 Organigramme.....	3
I-3 Produits de la SIOF.....	4
<b>Partie I : bibliographie sur les huiles végétales.....</b>	<b>5</b>
<b>I-Huile végétale et sa composition.....</b>	<b>6</b>
I-1 Description.....	6
I-2 Composition d'une huile végétale.....	6
<b>II- Nature des huiles végétales de la SIOF.....</b>	<b>8</b>
II-1 Huile de grignon d'olive raffinée et sa composition en acide gras.....	8
II-2 Huile de soja raffinée et sa composition en acide gras.....	9
II-3 Huile de tournesol raffinée et sa composition en acide gras.....	9
<b>III-Huile spéciale friture.....</b>	<b>10</b>
III-1 Critiques d'une huile spéciale friture.....	10
III-2 Voies de dégradation d'une huile de friture.....	12
III-2-1 Dégradations par hydrolyse.....	12
III-2-2 Dégradations par oxydation.....	13
III-2-3 Conseils pour éviter la dégradation.....	13
<b>IV-Indices de la qualité des huiles de friture.....</b>	<b>14</b>
IV-1 Acidité.....	14
IV-2 Taux de savon.....	15
IV-3 Humidité.....	15
IV-4 Phosphore.....	16

IV-5 Indice de peroxyde.....	17
IV-6 Taux de composés polaire.....	18
IV-7 Rancissement.....	18
<b>Partie II : résultats et discussions.....</b>	<b>19</b>
I-Calcul des paramètres physico-chimique des différents mélanges.....	20
II- Calcul de taux de composés polaires, indice de peroxyde et rancissement.....	21
A-Taux de composés polaires.....	21
II-1 Huile de grignon d'olive raffinée.....	22
II-2 Huile de soja raffinée.....	22
II-3 Huile de tournesol raffinée.....	23
II-4 Huile de Lesieur spécial friture.....	23
II-5 Huile spéciale friture (frity's).....	24
II-6 Huile d'olive raffinée.....	24
B-Consommation d'huile.....	25
C-Détermination de l'indice de peroxyde avant et après friture.....	25
III-Choix du mélange adéquat pour la friture.....	26
Conclusion.....	28
Bibliographie.....	29

## *INTRODUCTION*

La friture est un mode de cuisson très apprécié au monde. Toutefois, les huiles utilisées pour ce genre de cuisson contiennent très souvent une grande quantité d'AG (acide gras) insaturés. Ainsi, lors d'une utilisation prolongée de l'huile de friture, diverses réactions de dégradation se produisent. Parmi celles-ci, l'oxydation des AG (acide gras) en produits plus polaires, tels que des peroxydes, des alcools et des aldéhydes, est la réaction de dégradation la plus importante. Les composés qui sont alors créés sont reconnus comme étant nocifs pour la santé. D'autres produits, tous aussi nocifs, peuvent également être formés. Parmi ceux-ci, on retrouve les AG (acide gras) trans et conjugués.

Divers facteurs peuvent influencer l'oxydation des AG dans les huiles de friture. Certains peuvent augmenter l'oxydation, comme la température et la concentration en oxygène et en pro oxydants, alors que d'autres, comme les antioxydants, vont la diminuer.

Deux sortes d'antioxydants existent, soit les primaires et les secondaires. Les premiers sont principalement des molécules qui contiennent un groupement phénolique. Leur mode d'action consiste à inhiber l'initiation du mécanisme d'oxydation ou la propagation des radicaux libres formés lors du mécanisme d'oxydation. Pour ce qui est des antioxydants secondaires, ils consistent en des molécules capables de capter l'oxygène présent dans les huiles.

Dans ce contexte, ce stage consistera en une brève description des différentes techniques de fabrication des huiles de fritures de la SIOF ainsi que les procédures utilisés pour améliorer sa qualité. Mon stage consiste surtout en la mise au point des étapes de production d'une huile de fritures par mélange de trois huiles ainsi que la description des différents analyses chimiques pour sa caractérisation.

## **I-Aperçu sur la S.I.O.F.**

### **I-1Présentation**

La SIOF « Société industrielle oléicole de Fès » est parmi les sociétés les plus performantes à l'échelle nationale, c'est une société anonyme à vocation agro-alimentaire plus exactement dans le domaine de l'extraction, raffinage, conditionnement des huiles alimentaires. La SIOF dispose de trois sites industriels :

\*Le 1er se situe à la zone industrielle Sidi Brahim, s'étend sur une superficie de 20000 m<sup>2</sup>, assure la trituration des olives, la production de conserves d'olives et l'extraction d'huile de grignons.

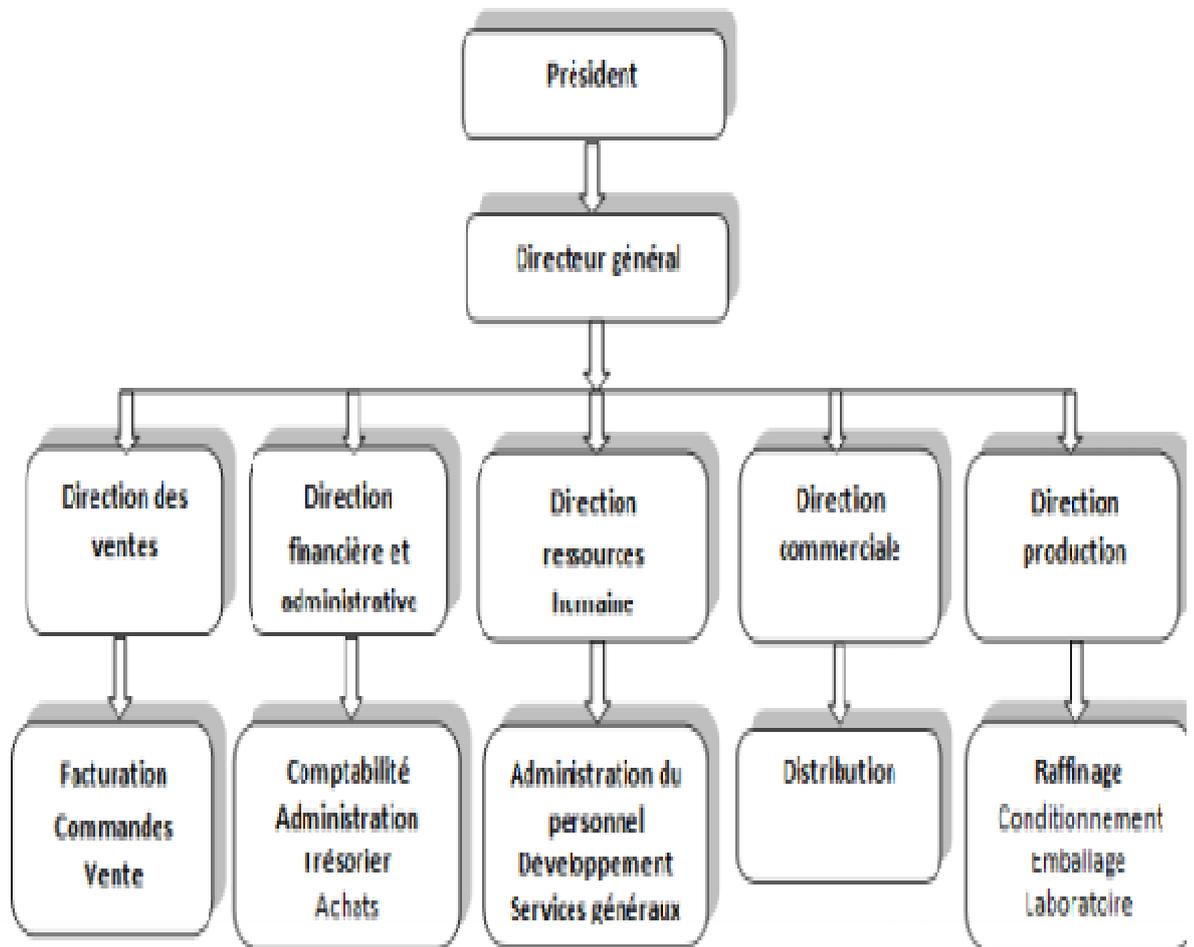
\*Le 2ème situé à la zone industrielle de Dokkarat, occupe une superficie de 12000m<sup>2</sup>, assurant le raffinage et le conditionnement des huiles alimentaires.

\*Le 3<sup>ème</sup> situé à Ain taoujtat « Domaine El Hamd » occupe une superficie de 20000m<sup>2</sup>, qui assurent l'extraction d'huile de grignons

Quoique la SIOF produit une large gamme d'huiles qui lui permet de toucher une large partie de consommateurs, elle subit une forte concurrence de la part de certaines sociétés oléicoles comme LESIEUR CRISTAL « Première sur les marchés des huileries au Maroc »

## I-2 Organigramme

L'aspect organisationnel de la SIOF ne diffère pas entièrement des types d'organisation disponible au sein d'autre établissement. Il se présente de la manière suivante :



**figure1 : Organigramme de la société SIOF**

### I-3 Produits fabriqués par la S.I.O.F.

La SIOF produit une large gamme de produits qui lui permettent de toucher une large partie de consommateurs sur le marché.

	Nom de huile	Lancé sur le marché national en
	SIOF	1966
	Frior	1992
	Moulay Idriss	1993
	Andalousia	1996

## **Partie I**

# **Bibliographie sur les huiles végétales**

## I- Huile végétale et sa composition

### I-1 Description :

L'huile alimentaire est un liquide comestible obtenue à température ambiante, par extraction de graines ou fruits oléagineuses telles que tournesol, soja, arachide, olive..., elle est constituée à 99 % de lipides, elle ne contient pas d'eau et elle est très calorique. Elle peut être définie en un mélange de triglycérides différents dont la teneur est élevée en acides gras mono-insaturés ou polyinsaturés est bénéfique pour la santé. L'huile alimentaire est essentiellement utilisée en cuisine, pour assaisonner les salades (propriétés organoleptiques), comme les huiles de cuisson ou pour les fritures.

### I-2 Composition d'une huile végétale :

L'huile végétale est composée de différents types d'acides gras présentés dans le tableau suivant :

**Tableau1 : composition de différents types d'huiles**

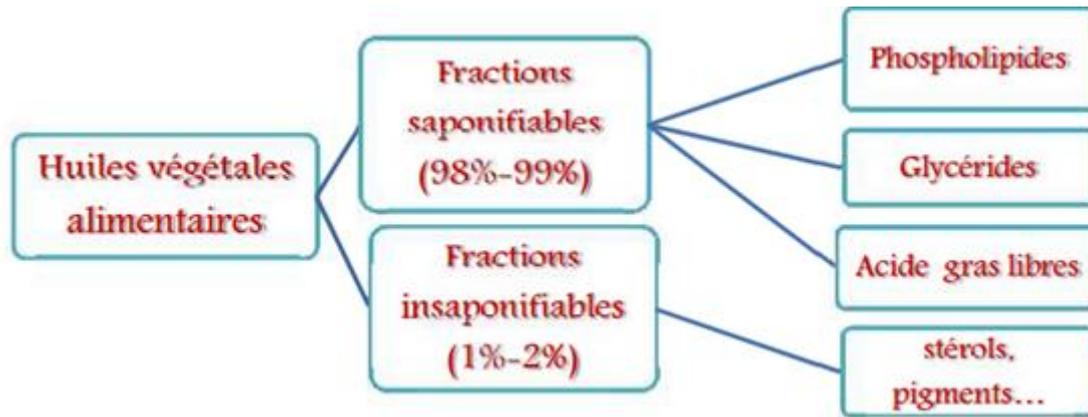
Origine d'huile	Acides Gras saturés	Acides Gras mono-insaturés	Acides Gras polyinsaturés	% $\omega$ 6	% $\omega$ 3
Colza	7	61	29	20	9
Carthame	8	13	79	78,5	0,5
Noix	8,5	22,5	69	55,1	12,9
Lin	10	20	70	15	55
Tournesol	12,5	20	67,5	67	0,5
Soja	15	23	57	50	7
Olive	15	76	9	8,3	0,7
Palme	51,5	38	10,5	10	0,5

Remarque : -les acides gras sont en pourcentage (%).

-w6 (double liaison en carbon n° 6) ; w 3 (double liaison en carbon n°3).

L'huile végétale alimentaire est composée de façon générale de deux fractions :

- Une fraction saponifiable représentant un pourcentage massique de 98 à 99%.
- Une fraction insaponifiable représentant un pourcentage massique de 1 à 2%.



**Figure2 : composition d'une huile végétale alimentaire**

La fraction saponifiable est composée de :

- **triglycérides**: sont composés de 3 acides gras fixés sur une molécule de glycérol, les acides gras sont composés d'une chaîne d'atomes de carbone reliés entre eux par des liaisons simples ou doubles. Sur ces atomes de carbone sont fixés des atomes d'hydrogène et d'oxygène selon la formule générale des lipides simples :  $C_nH_{2n}O_2$

-**acides gras**: sont les composants pondéralement majoritaires des triglycérides. Ils représentent 90 à 96% de la masse molaire du corps gras. La chaîne hydrocarbonée d'un acide gras peut être saturée, mono-insaturée ou polyinsaturée.

□ **Les acides gras saturés** : Ce sont des dérivés d'hydrocarbures saturés linéaires de formule générale :  $CH_3 (CH_2)_n CO_2H$

□ **Les acides gras mono insaturés** : Ce sont des monoacides aliphatiques. L'existence d'une double liaison dans la chaîne hydrocarbonée donne lieu à deux types d'isomères : l'isomère cis et l'isomère trans.

□ **Les acides gras polyinsaturés** : Ce sont des acides gras à 2, 3 ou 4 doubles liaisons qui se trouvent dans les huiles végétales avec des proportions variables. L'acide linoléique ( $C_{18} :2, \omega 6$ ) et l'acides alpha linoléique ( $C_{18} :2, \omega 3$ ) se trouvent en quantité importante dans les huiles polyinsaturées, vu que l'organisme humain ne peut pas les produire et ils sont très importants et essentiels dans notre santé alors il faudrait les apportés quotidiennement dans l'alimentation.

-**acides gras libres**: ne sont pas fixés à une molécule de glycérol et sont des lipides peu assimilables par l'homme.

La fraction insaponifiable :

Comprend les constituants qui, sont recueillis après saponification du corps gras par un hydroxyde alcalin et extraction à l'aide d'un solvant spécifique.

## II-Nature des huiles végétales produites par la SIOF

### II-1 Huile de grignon d'olive raffinée



Les grignons sont un sous-produit du processus d'extraction de l'huile d'olive composé des peaux, des résidus de la pulpe et des fragments des noyaux. Les grignons sont les résidus solides résultant de l'extraction d'huile, alors que les résidus liquides sont dénommés margines.

Les grignons sont séchés, broyés et traités par des solvants pour obtenir une huile dite de grignon

La matière grasse du grignon est très riche en acides gras en C16 et C18 insaturés qui constituent 96% de l'ensemble des acides gras.

### II-2 Huile de soja raffinée



Le soja ou le soya est une plante grimpante de la Famille des Fabacées, proche du haricot largement cultivée pour ses graines oléagineuses qui fournissent la principale huile alimentaire consommée dans le monde.

L'huile de soja est extraite des pois par broyage ou par extraction chimique. C'est une matière première intéressante parce qu'elle est chimiquement souple, abondante et renouvelable

L'huile de soja contient de l'[acide oléique](#) (23 %) acide mono-insaturé ( $\omega$ 9), de l'[acide linoléique](#) (51 %) acide polyinsaturé ( $\omega$ 6), et de l'[acide alpha-linoléique](#) (8 %) acide polyinsaturé ( $\omega$ 3). C'est une source naturelle importante d'acides gras insaturés des familles des [oméga-6](#) et des oméga-3.

### II-3 Huile de tournesol raffinée



L'huile de tournesol originaire du Mexique et du Pérou, est extraite des graines de la fleur de tournesol.

Elle se compose essentiellement de triglycérides et de composés mineurs, elle est classée parmi les huiles hautement polyinsaturées.

La composition en acides gras de l'huile de tournesol utilisée pour l'alimentation humaine est la suivante (en pourcentage massique):

- [Acide linoléique](#) (C18:2  $\omega$ -6 polyinsaturé) : 67 %
- [Acide oléique](#) (C18:1  $\omega$ -9 mono insaturé) : 19,7 %
- [Acide palmitique](#) (C16:0 saturé) : 6 %
- [Acide stéarique](#) (C18:0 saturé) : 5 %
- Autres : 2,3 %

### III-Huile spéciale friture

L'huile spéciale friture se distingue par rapport aux autres huiles par sa résistance vu le nombre de friture qu'on peut effectuer avec un seul bain, son odeur durant la friture n'est pas nauséabonde, elle est acceptable. Pour son prix il est moins cher que les autres huiles.

### III-1 Points critiques d'une huile spéciale friture

#### L'huile :

##### ➤ 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.

##### ➤ Vieillessement

Plusieurs facteurs influencent le vieillissement de l'huile, ce qui rend difficile de déterminer le moment précis pour changer l'huile. Une huile usée est d'apparence foncée, épaisse ou visqueuse, peut contenir des dépôts et peut avoir une saveur âcre. L'eau relâchée par les aliments lors de la friture attaque l'huile et libère des composés polaires plus susceptibles à l'oxydation et à la détérioration thermique qui s'accumulent au fil du temps. Le mode d'utilisation affecte ainsi la qualité de l'huile. La température critique à ne jamais atteindre ou dépasser est de 200°C. Plus l'huile vieillit, moins elle sera fluide et plus elle sera absorbée par les aliments.

#### 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 (haute température). Sa présence dans les aliments est une source de préoccupations selon l'Organisation mondiale de la santé des consommateurs.

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.

##### ➤ 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.

Par exemple, une frite allumette absorbera plus d'huile que tous les autres formats

### 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.

#### ➤ 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.

### 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.

### **III-2 les voies de dégradation d'une huile spéciale friture**

L'utilisation des traitements thermiques lors de la préparation des aliments induit des transformations des constituants présents dans l'aliment allant jusqu'à la formation d'espèces chimiques nouvelles. Dans le cas des huiles végétales soumises au chauffage lors de la friture, des réactions d'hydrolyse, d'oxydation, de polymérisation ou de cyclisation peuvent intervenir.

Les principaux risques associés au chauffage prolongé de l'huile sont la perte des propriétés nutritionnelles induite par la dégradation des acides gras et de la vitamine E, ainsi que la néoformation de composés indésirables.

Les paramètres physicochimiques le plus souvent contrôlés pour mesurer le degré de dégradation des huiles au cours de la friture sont l'acidité oléique, les composés polaires et les polymères de triglycérides. Ces deux derniers paramètres sont d'ailleurs réglementés avec des limites respectives de 25% et 14%.

Il a été prouvé qu'après 20 cycles de friture de pomme de terre, réalisés dans des conditions ménagères à 180°C, les huiles testées présentaient une légère dégradation sans pour autant dépasser les critères réglementaires. Par contre il n'a pas été constaté d'augmentation significative des acides gras trans.

En conclusion, les huiles chauffées subissent des transformations qui restent acceptables sur le plan nutritionnel (pertes en acides gras essentiels, vitamine E, formation d'acides gras trans) dans les conditions "normales" et maîtrisées de friture ménagère et industrielle.

### **III-2-1 dégradation par hydrolyse**

L'hydrolyse des lipides augmente elle aussi la rancidité des aliments, car elle libère des acides gras à courtes chaînes sous l'action de l'humidité ; elle est également accélérée par la chaleur, notamment lors de la friture. Elle a pour conséquence un développement de certains arômes des huiles, et ainsi même bénéfique à long terme.

### **III-2-2 dégradation par oxydation**

Les lipides, c'est-à-dire des matières grasses, peuvent s'oxyder de différentes façons. On distingue l'auto-oxydation, la photo-oxydation et l'oxydation enzymatique. Toutes ont pour conséquence une dégradation de la qualité des aliments concernés.

- L'auto-oxydation est une oxydation qui se réalise, comme son nom l'indique, sans influence extérieure, et qui est catalysée par le dioxygène de l'air.
- La photo-oxydation est due à la lumière à laquelle est exposée l'aliment concerné, ainsi qu'au dioxygène de l'air.
- L'oxydation enzymatique est, tout comme le brunissement enzymatique, à mettre en relation avec l'action des enzymes.

Ces réactions d'oxydation des lipides conduisent à un rancissement du produit, accompagné du dégagement d'odeurs nauséabondes et de la formation de substances nocives, dans certains cas cancérigènes

### **III -2-3 Conseils pour éviter la dégradation d'une huile de friture**

- L'utilisateur doit être attentif aux signes indiquant l'altération de l'huile, il s'agit :
  - brunissement de l'huile ;
  - apparition de mousse ;
  - huile devenant plus visqueuse ou trop épaisse ;
  - apparition de fumées ;

- apparition d'odeurs incongrues

- Filtrez le bain d'huile après chaque usage afin d'éliminer les débris qui risqueraient de carboniser lors de la friture suivante et contribueraient par conséquent à sa dégradation ;
- Ne pas laisser l'huile plus de 2 ou 3 semaines dans la friteuse sans la réutiliser : la stocker de préférence dans un récipient fermé (bouteille en verre), dans un endroit frais à l'abri de la lumière et de l'air afin d'éviter toute oxydation ;
- Ne pas utiliser l'huile plus de 6 à 7 fritures ;
- Jetez l'huile qui a fumé, qui est trop foncée, trop visqueuse, qui a une odeur rance, qui mousse et ne bouillonne pas lorsqu'on ajoute les aliments.

## **IV-Indices de qualité des huiles de friture**

### **IV-1 Acidité**

C'est la quantité d'acides gras exprimée conventionnellement en acide oléique (en gramme) présente dans 100 g de matière grasse.

Acidité doit être  $\leq 0.1\%$

#### **Protocole effectué**

Suivant ce protocole on peut calculer l'acidité :

- on met 100 ml d'alcool (éthanol) distillé dans une fiole de 250 ml comme solvant.
- On ajoute 2 à 3 gouttes du phénolphaléine comme indicateur spécifique.
- On neutralise l'alcool qui a un caractère acide par KOH de 0,1 N (coloration rose).
- on pèse la quantité d'huile nécessaire au dosage :
  - 5g pour l'huile brute.
  - Plus de 10 g pour l'huile neutralisée, séchée, décolorée, filtrée, et désodorisée.
- On titre par KOH 0,1 N le mélange huile et l'alcool neutralisé jusqu'à la zone de virage ce qui signifie que tous les acides gras (acide oléique) sont neutralisés.

→ **Expression du résultat:**

Donc l'acidité est calculée par :

$$\%AC = (282 * V) / P_E$$

\* 282 : Masse molaire d'acide oléique. ( $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$ )

\* V : Volume de KOH versé. ( ml)

\*  $P_E$  : Prise d'essai.(g)

#### IV-2. Taux de savon

C'est la détermination de la quantité de savon contenu dans les huiles raffinées, pour savoir si on a une perte d'huile ou non.

Savon doit être <50ppm

#### Protocole effectué

- On met 40 ml d'acétone à 3% dans un ballon.
- On ajoute 7 gouttes de bleu de bromophénol.
- On ajoute 10 g d'huile de Séparateur 1 ou huile séché.
- On titre par HCl (0,01 N).

Lorsqu'on ajoute l'huile :

- Si l'huile ne contient pas de savon la coloration reste jaune et on ne titre pas.
- Si l'huile contient du savon on a un changement de couleur de jaune en vert foncé et dans ce cas on titre avec HCl (0,01 N) jusqu'à obtention d'une coloration jaune.

→ Expression du résultat

$$\text{Taux de savon} = (V * 3040) / P_E$$

\*3040 : masse molaire du savon (g/mol).

\*V : volume (HCL) versé (ml).

\* $P_E$  : prise d'essai (g).

#### IV-3 Humidité

L'humidité est déterminée par perte en poids pour un échantillon ayant séjourné un temps Sufficient et à une température suffisante dans une étuve pour éliminer l'eau et les matières

Volatiles par évaporation.

L'humidité doit être  $\leq 0.07\%$

### Protocole effectué

• On tare un petit cristalliseur M puis on pèse  $m=10g$  d'échantillon et on le met dans l'étuve pendant 3h puis on le met dans le dessiccateur pendant 5min qui va conserver l'humidité d'huile et on le pèse, soit  $M'$  la masse après l'opération de chauffage et de refroidissement.

• On répète l'opération de chauffage et de refroidissement dans le dessiccateur et de pesée jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives n'excède pas  $0,002g$  jusqu'à  $M'$  reste constante.

#### → Expression du résultat

Le pourcentage d'humidité du corps gras est donné par la formule :

$$\% \text{ humidité} = (P_E - (M - T) / P_E) * 100$$

\*  $P_E$  : Prise d'essai. (g)

\*  $M$  : Masse de cristalliseur + échantillon à analyser après étuvage. (g)

\*  $T$  : Cristalliseur vide. (g)

### **IV-4 Phosphore**

Cette analyse a pour but de déterminer la quantité totale de phosphore contenue dans les huiles. Une partie du phosphore se trouve dans les huiles sous forme d'ester d'acide phosphorique (phospholipides).

Phosphore doit être  $\leq 5ppm$

### Protocole effectué

Pour cette analyse on va suivre ce protocole :

- on pèse  $10g$  d'huile à analyser (huile séchée, huile désodorisée) dans un creuset en silice.
- On ajoute une pincée d'oxyde de magnésium, pour détruire la matière organique et minéraliser l'huile.
- On met le creuset sous feu vif jusqu'à calcination totale

- on introduit le creuset dans le four à moufle réglé à une température de 700°C pendant 1h (obtention des cendres blanches).
- Après refroidissement on verse 10 ml d'acide nitrique 10 % pour la dissolution de la cendre blanche et on chauffe pendant 5 min.
- On transvase le contenu du creuset dans une fiole à travers le papier filtre en rinçant par l'eau distillée (le creuset et le filtre) et on complète le volume par l'eau distillée jusqu'au trait de jauge de la fiole.
- On met dans des petites bouteilles 10 ml de la solution contenue dans la fiole et on ajoute 10 ml du réactif nitro-vanado-molybdique (solution C) qui va jouer le rôle d'un complexant du phosphore.
- La détermination du phosphore se fait par spectromètre, on met l'échantillon de témoin dans deux cuves qu'on place parallèlement dans le spectromètre, ainsi on aura la mémorisation de la ligne de base, après on met l'échantillon analysé dans l'un des deux cuves, suivant la relation de Béer-Lambert :  $A = l \times \epsilon \times C$  avec :

$\epsilon$ : coefficient d'extinction molaire.

C : concentration (mol/l)

L : longueur de la cuve (1cm)

A : absorbance

#### **Remarque :**

La teneur en phosphore est exprimée en ppm.

**Norme : inférieure à 5 ppm.**

On utilise une longueur d'onde  $\lambda = 420$  nm.

#### **IV- 5 Indice de peroxyde :**

Cet indice s'intéresse au nombre d'[oxygène](#) actif dans les chaînes organiques d'un corps gras ([lipides](#), acides gras libres, mono-, di- et triglycérides) ou d'une résine. Cet oxygène actif peut être sous forme d'[époxyde](#) ou sous forme d'hydro peroxyde.

IP < 10 méq d'O/kg

#### **Protocole effectué**

On place :

- 10 g de matière grasse dans un erlenmeyer
- 10 ml de chloroforme
- 15 ml d'acide acétique

On mélange brièvement

- On ajoute 1 ml d'une solution d'iodure de potassium saturé

On place l'erlen à l'abri de la lumière pendant 5 minutes

- Après cela on ajoute 75 ml d'eau distillée
- 5 ml d'empois d'amidon, on mélange
- On titre par du thiosulfate de sodium 0.01 N jusqu'à décoloration complète et persistance de la couleur.

#### IV-6 Taux de composés polaires

Les enquêteurs ont vérifié les autocontrôles réalisés, le type d'huile utilisé, les conseils d'utilisation figurant sur les bidons et la qualité des bains d'huiles. Un test colorimétrique ou électronique permet de compléter l'examen visuel en évaluant la teneur en composés polaires des huiles.

La formation de ces composés polaires dans les huiles s'effectue lors de leurs montées en température. Ces composés étant dangereux pour la santé, il ne faut pas qu'ils dépassent un seuil de 25% dans les huiles. Il est donc nécessaire d'effectuer un contrôle de la qualité des huiles après chaque utilisation.

#### IV-7 Rancissement (résistance à l'oxydation)

Le **rancissement** des matières grasses est une [oxydation](#) des acides gras en acide butyrique et [radicaux peroxydes](#) (phénomène de [peroxydation des lipides](#)). Les radicaux libres sont très actifs chimiquement et produisent un effet boule de neige en s'attaquant à leur tour aux acides gras.

Le rancissement ne s'observe que chez les [graisses insaturées](#) car l'oxydation se fait au niveau des doubles liaisons carbone-carbone. Il est d'autant plus rapide quand la matière grasse est exposée à l'oxygène de l'air, à la lumière, et à la chaleur.

Le rancissement modifie la qualité [organoleptique](#) des aliments. Connues aussi comme huiles [peroxydées](#), et utilisées depuis des millénaires (Tibet, Chine, Égypte, Arabie, Europe...) comme huiles souveraines dans de nombreux problèmes internes ou cutanés. Les huiles rances sont [oxygénées](#) par l'air, ce qui leur permet d'avoir un effet [microbicide](#) puissant.

## **Partie II**

# **Résultats et discussions**

## Introduction

La société SIOF veut développer une huile de friture de bonne qualité et à la portée des consommateurs. Dans cette étude on va étudier la qualité des différentes huiles utilisées au sein de la SIOF afin d'améliorer une huile de friture conforme à la réglementation et saine aux consommateurs.

Après avoir examiné le besoin en détail, on retient les essais expérimentaux qui permettent d'établir un mélange adéquat pour la friture

### I - calcul des différents paramètres physico-chimique

En six essais avec des pourcentages variés des différentes huiles, on a obtenu les résultats ci-dessous :

**Tableau1 : paramètres physico-chimiques des huiles utilisées pour la friture.**

Essais	Les Huiles utilisées pour la friture			Paramètres physico-chimiques						
	Tournesol Raffiné	Soja Raffiné	Grignon d'olive Raffiné	Acidité	Savons	Humidité	Indice de Peroxyde	Phosphores	Densité	cout
1	0,8	0,1	0,1	0,11	0	0,049	1,9	5,772	0,9191	11,2
2	0,1	0,8	0,1	0,083	0	0,049	1,03	3,07	0,8951	9,8
3	0,1	0,1	0,8	0,29	0	0,023	1,36	1,167	0,8988	14
4	0,45	0,45	0,1	0,11	0	0,05	1,18	5,052	0,9196	10,5
5	0,45	0,1	0,45	0,212	0	0,049	1,9	1,6464	0,8961	12,6
6	0,1	0,45	0,45	0,18	0	0,037	1,92	2,48	0,8924	11,5

NB :

- cout en (DH), IP en (mèq d'O/kg), phosphore en (ppm), l'humidité en (%), le taux de savon en (ppm) , l'acidité (%).

### interprétation

D'après le tableau ci-dessus on constate que les critères tels qu'AC, SV, HUM, IP et la densité sont conformes aux normes établis par des organismes tels qu'UE et CODEX.

On conclue donc que ces huiles sont conformes pour procéder à notre étude.

Afin d'améliorer la qualité d'huile de friture, on va se baser aussi sur le taux de composés polaires, l'IP et le temps d'induction (rancissement).

## II- calcul du taux de composés polaires, l'indice de peroxyde et le rancissement

### A- Taux de composés polaires :

Nous avons utilisé un testeur électronique qui détermine le taux de composés polaires avec la température actuelle d'huile.



#### o démarche :

Pour choisir la meilleure huile de friture nous nous sommes basé sur le suivie de l'évolution des composés polaires totaux et de la température en fonction du nombre de friture.

Nous avons procédé comme suit :

Pour chaque friture on prend 150g de frites surgelés provenant d'un super marché et on l'a fait immergé dans 2 litres d'huile pendant 5 min, l'intervalle entre chaque friture est de 10 min.

Pour nos fritures nous avons testé plusieurs huiles et nous avons pris quelques-unes comme références afin d'établir un tableau comparant les résultats des huiles connues dans le marché.

Au début, nous avons déterminé le taux de composés polaires de chaque huile avant friture à 180°C selon le tableau suivant :

**Tableau2 : taux de composés polaires avant friture**

	Température	Composés Polaires (%)
<b>Tournesol</b>	180,5	13,5
<b>Soja</b>	180,5	13,5
<b>Grignon</b>	180	12
<b>Lesieur</b>	180	14
<b>frity's</b>	180,4	16
<b>huile d'olive</b>	180,7	8,5

Afin de déterminer l'huile convenable et qui résiste bien à la température on a effectué plusieurs essais de friture sur chaque huile en calculant le TCP et la température.

### II-1 Huile de grignon d'olive raffinée

**Tableau 3 : taux de composés polaires de l'huile de grignon d'olive raffinée**

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	-	+	-	-

NB : -- : absence de goût, d'odeur désagréable, de fumée ou de la mousse

+ : présence de goût, d'odeur désagréable, de fumée ou de la mousse

Concernant l'huile de grignon on constate que c'est une huile utilisable pour la friture car le taux de composé polaire respecte les normes et ne dépasse pas 25% la seule contrainte est l'odeur qui est plus ou moins persistante durant la friture.

### II-2 Huile de soja raffinée

**Tableau 4 : taux de composés polaires de l'huile de soja raffinée**

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	180,7	19	-	-	-	-

Pour L'huile de soja, le taux de composés polaires est inférieur à 25% ainsi que tous les paramètres sont neutre donc elle est recommandée pour la friture.

### II-3 Huile de tournesol raffinée

**Tableau 5 : taux de composés polaires de l'huile de tournesol raffinée**

Nbr 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	-	-	-	-

Cette huile est alors recommandée pour la friture vu que le taux de composé polaire ne dépasse pas les 25 % ainsi que tous les autres paramètres sont neutre.

### II-4 Huile de Lesieur spécial friture

**Tableau 6 : taux de composés polaires de l'huile de Lesieur spécial friture**

Nbr d'essais	Température	Composés Polaires (%)	goût	odeur	fumée	mousse
1	180,6	17	-	-	-	-
2	180,3	17	-	-	-	-
3	179,3	17	-	-	-	-
4	180,8	17,5	-	-	-	-
5	180,8	18	-	-	-	-
6	180,5	18	-	-	-	-
7	180,5	18	-	-	-	-
8	180,9	18,5	-	-	-	±
9	180,6	18,5	-	-	-	±
10	180,9	18,5	-	-	-	±
11	180,7	18,5	-	-	-	±
12	180,6	18,5	-	-	-	±
13	180,4	18,5	-	-	-	±
14	180,8	18,5	-	-	-	±

Dans ce cas aussi le taux de composés polaires ne dépasse pas 25 % donc, elle est recommandée pour la friture. Cependant, il y'a une apparition d'une faible mousse dans les derniers essais de friture.

## II-5 Huile spéciale friture (frity's)

**Tableau 7 : taux de composés polaires de l'huile spéciale friture frity's**

Nbr d'essais	Température	Composés Polaires (%)	goût	odeur	fumée	mousse
1	179	18	-	-	-	-
2	180	18	-	-	-	-
3	180,7	18	-	-	-	-
4	180,9	18	-	-	-	-
5	180,2	18	-	-	-	-
6	180	18,5	-	-	-	-
7	179,7	17,5	-	-	-	-
8	180	18,5	-	±	-	-
9	181,3	18,5	-	±	-	-
10	180,1	18,5	-	±	-	-
11	180,1	18,5	-	±	-	-
12	181	18,5	-	±	-	-
13	181,3	18,5	-	±	-	±
14	180,7	18,5	-	±	-	±

Cette huile est utilisable pour la friture puisque le taux de composés polaires ne dépasse pas 25 %. Mais on constate l'émanation de l'odeur et l'apparition d'une faible mousse dans les dernières fritures.

## II-6 Huile d'olive raffinée

**Tableau 8 : taux de composés polaires d'huile d'olive raffinée :**

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

L'huile d'olive présente des résultats excellents cependant la seule contrainte est l'odeur qui est présente dès les premières fritures.

## B- Consommation d'huile

**Tableau 9 : la consommation de l'huile**

	Avant friture (L)	Après friture (L)	Perte (L)
Grignon	2	1,675	0,325=19.7%
Soja	2	1,67	0,33=19.4%
Tournesol	2	1,83	0,17=10%
Frity's	2	1,815	0,185=10.19%

D'après l'expérience, on conclue que la perte est due à l'absorption de l'huile par les aliments

Et aussi par les éclaboussures, cette perte est peu considérable, vue le % de perte est stable pour toutes les huiles étudiées or on peut déterminer que le seuil des pertes est environ 20%.

## C-Détermination de l'indice de peroxyde avant et après friture

**Tableau 10 : indice de peroxyde**

Huiles	grignon	Soja	tournesol	Olive	Frity's
Indice de peroxyde (méq d'O/kg) avant friture	1,23	2,74	2,45	2,04	2,13
Indice de peroxyde (méq d'O/kg) après friture	2,66	9,05	4,06	3.34	6,52

On constate que le nombre d'oxygène actif par chaine organique augmente après friture, il peut être sous forme d'époxyde ou hydro peroxyde, cet indice est conforme dans les normes.

## III-Choix du mélange adéquat pour la friture

D'après les essais expérimentales précédant nous avons choisi pour déterminer notre étude les huiles suivantes : grignon, tournesol, et soja car elles sont plus résistantes à l'oxydation, de bonne qualité et conforme à la norme.

Nous avons proposé les mélanges dans le tableau ci-dessous et nous avons effectué l'analyse de l'indice de peroxyde et le rancissement pour chaque mélange.

**Tableau 11 : IP et rancissement des mélanges d'huiles de friture :**

expérience	grignon	soja	tournesol	IP avant friture	IP après friture	Rancissement (heure)
1	0,14	0,43	0,43	2,39	7,038	2,54
2	0,07	0,59	0,34	2,56	5,07	2,37
3	0,15	0,85	0,0	2,51	8,09	2,48
4	0,05	0,0	0,95	2,38	3,99	2,25

Remarque : l'huile de grignon ne doit pas dépasser 15 % du mélange car elle coute cher.

Après les expériences menés sur les mélanges d'huiles de friture nous nous sommes intéressés à trouver la composition d'huile la plus convenable en se basant sur les résultats trouvés avec le coût le plus réduit et les paramètres les plus optimaux. Ceci est dans le but d'offrir la meilleure qualité d'huile de friture à la portée du citoyen ordinaire.

**Interprétation :**

Les expériences montrent que tous les mélanges sont utilisable puisque leurs indices de peroxydes sont conforme dans la norme à qui ne doit pas dépasser 10(méq d'O/kg) et aussi ils résistent bien à l'oxydation

Sauf que le but est d'utiliser un mélange de 3 huiles : l'expérience 3 et 4 sont donc écartées.

Pour faire la distinction entre les deux mélange restant à base de 3 huiles, le facteur du coût a joué un rôle essentiel dans le choix du mélange tout en respectant la contrainte de l'huile de grignon qui doit maintenir un pourcentage faible (15%) aussi son odeur durant la friture.

Alors nous avons pu déterminer le meilleur mélange d'huile correspond aux pourcentages suivants :

Huile de grignon	Huile de soja	Huile de tournesol
0.07	0.59	0.34

Le taux de composés polaires initial de ce mélange à 180°C est 13.5%

Pour ce mélange, nous avons effectué plusieurs essais de friture afin de déterminer le taux de composés polaires ainsi que les paramètres organoleptique. Les résultats sont donnés dans le tableau suivant :

**Tableau 12 : le taux de composés polaires du mélange adéquat**

le mélange d'huile:grignon ,tournesol,soja						
expérience	température	tx de cmp pl	gout	odeur	fumée	mousse
1	180	15,5	-	-	-	-
2	180	16	-	-	-	-
3	180,7	15,5	-	-	-	-
4	180	16	-	-	-	-
5	180,8	16	-	-	-	-
6	180,4	16	-	-	-	-
7	180,3	16	-	-	-	-
8	180,4	16	-	-	-	-
9	180,7	16	-	-	-	-
10	180	16,5	-	-	-	-
11	180,7	16,5	-	-	-	-
12	180,3	17	-	-	-	-
13	180,8	17	-	-	-	-
14	180	18	-	-	-	-

Nous avons trouvé que ce mélange résiste bien à la température puisque le taux de composés polaires ne dépasse pas 18% après 14 fritures.

## Conclusion

La société SIOF est parmi les entreprises qui veulent s'imposer dans le domaine de la production des huiles.

La société SIOF déploie et investit dans la recherche et aussi dans les ressources humaines (staff) sans parler du matériel utilisé qui est sophistiqués et à la pointe de la technologie.

Cependant SIOF à encore un long chemin à parcourir pour imposer son statut sur le marché national mais le but reste inchangé offrir la meilleure qualité avec un prix à la portée du citoyen ordinaire.

Durant mon stage, je me suis intéressée à la mise au point des étapes de production d'une huile de fritures par mélange de trois huiles ainsi que la description des différents analyses chimiques pour sa caractérisation. On a pu notamment déterminer le meilleur mélange d'huile et aussi le moins couteux.

Finalement, mon stage à la société SIOF a été très enrichissant. Il m'a permis d'acquérir plusieurs aptitudes et techniques de travail et aussi à améliorer la communication et l'esprit d'équipe.

Durant ce stage on a été confronté à des situations réelles et ça nous a permis de puiser dans nos ressources et nous dévouer corps et âme pour assurer la réussite et le bon déroulement du stage.

## **webographie**

- <http://www.fst.fst-usmba.ac.ma/bibliotheque>
- <http://www.memoirepfe.fst-usmba.ac.ma/get/pdf/2016>
- <https://fr.wikipedia.org/wiki/huilevégétale>
- <http://theses.ulaval.ca/archimede/fichiers/31301/31301.pdf>
- <http://www.dehoils.com/siof.htm>
- [http://www6.jouy.inra.fr/umrgenial/content/download/3279/33620/version/1/file/UMR1145\\_Calipro\\_FM2014\\_DSChuiles.pdf](http://www6.jouy.inra.fr/umrgenial/content/download/3279/33620/version/1/file/UMR1145_Calipro_FM2014_DSChuiles.pdf)