



>Liste des abréviations

- Ac** : Acide
AG : Acides gras
AGE : Acides gras essentiels
AGI : Acides gras saturés
AGMI : Acides gras monoinsaturés
AGPI : Acides gras polyinsaturés
AGS : Acides gras saturés
BHA : Hydroxyanisol butyle
BHQT : Butylhydroquinone tertiaire
BHT : Hydroxytoluène butyle
BPF : poids basse faible
Cu : Cuivre
E310 : Gallate de propyle
E900 : Diméthylpolysiloxane
F : Friture
H.G.D.R : huile de grignon d'olive raffinée
H.S.R : huile de soja raffinée
H.T.R : huile de tournesol raffinée
I : Initiateur
LH : chaîne d'acide gras
LOOH : hydropéroxide
Meq : *milliéquivalent*
ND : Non détectable
R2 : coefficient de détermination
RH : l'acide gras
SIOF : Société Industrielle Oléicole de Fès



Table des illustrations

Table des figures

Figure1 : Schéma simplifié de la formation d'un triglycéride à partir du glycérol et d'acide gras	2
Figure 2: Les principaux acides gras monoinsaturés des huiles végétales.....	3
Figure 3 : Schéma résumant les constituants des acides gras.....	3
Figure 4 : Réactions croisées intervenant dans l'huile lors de son utilisation en friture.....	8
Figure 5: La réaction d'hydrolyse et les produits formés durant la friture.....	10
Figure 6 : Graines et huile de soja.....	11
Figure 7 : L'huile de tournesol.....	12
Figure 8 : L'huile de grignon d'olive.....	13
Figure 9: Représentation des mélanges à trois constituants sur un triangle équilatéral.....	19
Figure 10 : Etude graphique des résidus de la réponse acidité.....	30
Figure 11 : Représentation graphique en 2D de la Variation de la réponse acidité.....	31
Figure 12: Etude graphique des résidus de la réponse Humidité.....	32
Figure 13 : Représentation graphique en 2D de la Variation de la réponse Humidité.....	33
Figure 14 : Etude graphique des résidus de la réponse Indice de peroxyde.....	33
Figure15 : Représentation graphique en 2D de la Variation de la réponse Indice de peroxyde.....	34
Figure 16: Etude graphique des résidus de la réponse Densité.....	35
Figure 17: Représentation graphique en 2D de la Variation de la réponse Densité.....	36
Figure 18 : Etude graphique des résidus de la réponse Indice de peroxyde avant la friture....	37
Figure 19: Etude Graphique des Effets de la réponse Indice de peroxyde avant friture.....	38
Figure 20 : Représentation graphique en 2D de la variation de la réponse Indice de peroxyde avant friture.....	39
Figure 21 : Etude graphique des résidus de la réponse Indice de peroxyde après la 15 ^{ème} friture.....	40
Figure 22 : Etude Graphique des Effets de la réponse Indice de peroxyde après la 15 ^{ème} friture.....	41
Figure 23: Représentation graphique en 2D de la variation de la réponse Indice de peroxyde après la 15ème friture.....	42
Figure 24: Etude graphique des résidus de la réponse Rancissement avant friture.....	43
Figure 25 : Etude Graphique des Effets de la réponse Rancissement avant friture.....	44
Figure 26: Représentation graphique en 2D de la variation de la réponse Rancissement avant friture.....	44
Figure 27 : Etude graphique des résidus de la réponse Composés polaires avant friture.....	45
Figure 28: Etude Graphique des Effets de la réponse Composés polaires avant friture.....	46
Figure 29: Représentation graphique en 2D de la variation de la réponse Composés polaires avant friture.....	46



Figure 30: Etude graphique des résidus de la réponse Composés polaires après la 1ère friture.....	47
Figure 31: Etude Graphique des Effets de la réponse Composés polaires après la 1ère friture.....	47
Figure 32: Représentation graphique en 2D de la variation de la réponse Composés polaires de la 1 ^{ère} friture.....	48
Figure 33: Etude graphique des résidus de la réponse Composés polaires après la 15 ^{ème} friture.....	48
Figure 34: Etude Graphique des Effets de la réponse Composés polaires après la 15 ^{ème} friture.....	49
Figure 35: Représentation graphique en 2D de la variation de la réponse Composés polaires de la 15 ^{ème} friture.....	49
Figure 36 : Représentation graphique en 2D de la zone la réponse où il y a possibilité de trouver plusieurs mélanges idéals pour la friture.....	50

Table des tableaux

Tableau1 : Changement de l'huile durant le processus de friture et les composés résultants.....	10
Tableau 2 : Composition en acide gras et autres composants de l'huile de Soja d'après le Codex Alimentarius (données CPG en % AG Totaux).....	11
Tableau 3 : Composition en acide gras et autres composants de l'huile de Tournesol d'après le Codex Alimentarius (données CPG en % AG Totaux).....	12
Tableau 4 : Composition en acide gras et autres composants de l'huile de grignon d'olive d'après le Codex Alimentarius (données CPG en % AG Totaux).....	13
Tableau 5 : les antioxydants les plus utilisés en industrie des huiles comestibles et leurs concentrations maximales d'après le Codex Alimentarius.....	14
Tableau 6 : L'antimoussant le plus utilisé dans les huiles de friture d'après le Codex Alimentarius.....	15
Tableau 7 : Les réglementations dans le monde des graisses et des huiles de friture.....	16
Tableau 8 : Les réglementations des facteurs de qualité des huiles de friture.....	17
Tableau 9 : la matrice d'expérience de la première partie d'étude.....	22
Tableau 10: la matrice d'expérience de la deuxième partie d'étude.....	26
Tableau 11 : Plan d'expérimentation et réponses mesurées.....	29
Tableau 12: les composés polaires totaux pour 15 fritures de l'huile de tournesol.....	37
Tableau 13 : les composés polaires totaux pour 15 fritures de l'huile de soja raffinée.....	37
Tableau 14 : L'indice de peroxyde des trois huiles avant et après 15 fritures.....	38
Tableau 15: Le rancissement des trois huiles.....	38
Tableau 16 : Les composés polaires totaux de tous les mélanges durant la friture.....	39
Tableau 17: les réponses les plus intéressants qu'on a choisi pour notre étude.....	40



Sommaire

Dédicaces

Remerciements

Liste des abréviations

Illustrations des tableaux et figures

Présentation de la société SIOF

Introduction générale.....1

Revue bibliographique.....2

I. Les huiles végétales.....	2
1. Généralités.....	2
2. Composition d'une huile végétale.....	2
2.1 Composition de la fraction saponifiable.....	2
2.1.1 Les triglycérides.....	2
2.1.2 Les acides gras.....	3
2.2 Composition de la fraction insaponifiable.....	3
2.2.1 Les stérols.....	3
2.2.2 Les tocophérols.....	4
2.2.3 Les pigments colorés.....	4
2.2.4 Les cires.....	4
2.2.5 Les phospholipides	4
II. Les huiles de friture	5
1. Introduction	5
2. Historique des huiles de friture.....	5
3. Les points critiques des huiles de friture.....	6
3.1 Type d'huile.....	6
3.2 Vieillissement	6
3.4 Cuisson.....	7
4. Principaux corps gras de friture.....	7
5. Processus général de la friture.....	8
6. Les facteurs de dégradation de l'huile de friture.....	8
7. Réaction et produits de dégradation de l'huile durant la friture.....	9
7.1 Réactions d'oxydation	9
7.2 Réactions de polymérisation.....	9
7.3 Réactions d'hydrolyse.....	9
7.4 Rancissement.....	10
8. Prévention de la dégradation de l'huile de friture	11



9. Les huiles choisies pour la Friture.....	11
9.1 L'huile de soja.....	11
a. Introduction.....	11
b. Composition chimique.....	12
9.2 L'huile de Tournesol.....	12
a. Introduction.....	12
b. Composition chimique.....	13
9.3 L'huile de grignon d'olive.....	13
a. Introduction.....	13
b. Composition chimique.....	14
10. Les additifs alimentaires.....	14
10.1 Les antioxydants.....	14
10.2 Antimoussants (pour les huiles et graisses de friture).....	15
11. La réglementation dans le monde entier des graisses et des huiles de friture.....	16
12. Critères de qualité des huiles de friture.....	17
12.1 Propriétés physiques.....	17
12.1.1 Densité : d_t	17
12.2 Propriétés chimiques	17
12.2.1 La température.....	17
12.2.2 L'indice d'acide et acidité libre.....	17
12.2.3 L'indice de peroxyde.....	17
12.2.4 Teneur en eau (Humidité).....	18
12.2.5 Teneur en phosphore.....	18
12.2.6 Teneur en composés polaires totaux CPT.....	18
12.2.7 Test au Rancimat.....	18
III. Généralités sur les plans de mélanges.....	19
1. Introduction.....	19
2. La contrainte fondamentale des mélanges.....	19
3. Représentation géométrique des mélanges.....	19
4. Modèles mathématiques des mélanges.....	20
Matériels et méthodes.....	21
1- Type et période d'étude.....	241
2- Lieu d'étude.....	21
3- Etude des facteurs de qualité des mélanges des huiles choisies pour la friture.....	21
3.1 L'objectif de l'étude.....	21
3.2 Matériel végétale.....	21
3.3 Mise en place des paramètres d'étude.....	21
3.4 Choix des réponses.....	22
3.4.1 L'acidité libre.....	22



3.4.1.1	Principe.....	22
3.4.1.2	Mode opératoire.....	22
3.4.1.3	Expression des résultats.....	23
3.3.2	Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles (Humidité).....	23
3.4.2.1	Principe.....	23
3.4.2.2	Mode opératoire.....	23
3.4.2.3	Expression des résultats.....	23
3.4.3	L'indice de peroxyde.....	23
3.4.3.1	Principe.....	24
3.4.3.2	Mode opératoire.....	24
3.4.3.3	Expression des résultats.....	24
3.4.4	Les phosphores.....	24
3.4.4.1	Principe.....	24
3.4.4.2	Mode opératoire.....	24
3.4.4.3	Expression des résultats	25
3.4.5	La densité.....	25
4-	l'évaluation des caractéristiques spécifiques de qualité des huiles de friture.....	25
4.1	L'objectif de l'étude.....	25
4.2	Matériel végétale.....	26
4.3	Mise en place des paramètres d'étude.....	26
4.3.1	Le plan de mélange.....	26
4.3.2	Le modèle mathématique postulé.....	26
4.3.3	La matrice d'expérience.....	26
4.3	Le processus de friture	27
4.4	Le choix des réponses.....	27
4.4.1	Détermination des composés polaires totaux et de la température.....	27
4.4.2	Détermination de la valeur d'indice de peroxyde.....	27
4.3.3	Le rancissement.....	27

Résultats et Discussion

A.	Première partie : L'étude des facteurs de qualité des mélanges des huiles destinées pour la friture.....	29
B.	<i>Deuxième partie</i> : l'évaluation de la qualité des mélanges des huiles destinées pour la friture et comparaison avec une huile concurrente existante sur le marché.....	36
B.1	Evaluation de la qualité des huiles de départ (Huile de tournesol raffinée, huile de soja raffinée et huile de grignon d'olive raffinée)	36
B.1.1	Les composés polaires totaux.....	36
B.1.2	L'indice de peroxyde.....	38
B.1.3	Le rancissement.....	38
B.2	Evaluation de la qualité des mélanges des huiles destinées pour la friture.....	39



B.2.1	Interprétation des résultats du plan de mélange.....	40
Discussion.....	49	
Conclusion et recommandations.....	50	
Références bibliographiques		
Résumé		



Introduction générale



Au cours des dernières années, la contribution des huiles de friture à l'apport énergétique total a augmenté de façon marquée dans les pays industrialisés. Ceci est principalement dû à la hausse de la consommation des produits frits, qui sont très populaires en raison de leur saveur souhaitable, la couleur et la texture croustillante. [1,2] La sélection d'une nouvelle huile de friture industrielle doit satisfaire à de nombreuses exigences. Tout d'abord, le produit devrait être facile à utiliser et devrait maintenir des normes de bonne qualité lors d'une exposition prolongée à des températures élevées. [3]

Cependant, il est connu que les huiles de friture utilisées en continu à des températures élevées en présence d'oxygène et d'eau provenant de l'aliment à frire, sont soumis à des réactions très complexes qui peuvent être classés dans trois catégories : l'oxydation thermique, la polymérisation et l'hydrolyse [4,5], et les produits de décomposition résultants altèrent la saveur et la couleur de l'huile et peuvent même être nocif pour la santé. [6]

La stabilité à l'oxydation lors d'une exposition prolongée à des températures élevées est une des principales caractéristiques que l'huile de friture doit posséder. [7] Une huile à haute teneur en acides gras saturés est très stable à la chaleur mais, d'un point de vue nutritionnel, elle a des effets néfastes sur la santé. Une huile riche en acides gras insaturés, dont les effets bénéfiques pour la santé, s'oxydera plus rapidement et deviendra impropre à la consommation. [8] Les huiles végétales comme l'huile de soja, l'huile de tournesol, etc., sont souvent jugées comme très instables pour la friture continue en raison de leur teneur en acides gras polyinsaturés. Mais la présence d'antioxydants naturelles telles que les tocophérols, la fraction de stérol, squalène, etc., améliore leur stabilité à des températures plus élevées. [9]

Avec un temps de chauffage prolongé l'accumulation de produits de dégradation conduit à des échecs organoleptiques et une diminution de la valeur nutritive. De nombreuses méthodes ont été utilisées pour la détermination de la détérioration des huiles pendant la friture. Ils comprennent des procédés d'évaluation de l'indice de peroxyde, le rancissement, les composés polaires totaux, etc. Pour le contrôle de la qualité des graisses ou des huiles de friture la détermination des composés polaires totaux est une méthode standard approuvée. [10]

C'est dans ce contexte que s'inscrit notre sujet de recherche intitulé :

« Formulation d'une huile spéciale friture à base d'un mélange de trois huiles à l'aide des plans de mélanges »

Les objectifs de ce travail étaient de :

- ⊕ Formuler un mélange d'huiles végétales à base de l'huile de grignon d'olive raffinée, de soja raffinée et l'huile de tournesol raffinée qui respecte les règlements pour les huiles de friture.
Une huile est dite idéale pour la friture si elle a :
 - un maximum de 0.1% d'acidité libre, un maximum de 10 meq O₂/Kg valeur de peroxyde, un minimum de 200 ° C du point de fumée, un maximum de 0.07% d'humidité, un maximum de 25% des composés polaires totaux.
- ⊕ Obtenir une huile de friture idéale en termes de qualité et de coût pour la société.



Présentation de la société SIOF

1. Historique

Crée en 1961 sous forme d'une société à responsabilité limitée(SARL), la SIOF est une réalisation familiale qui n'a pas cessé de développer ses moyens, de diversifier et d'améliorer la qualité de ses produits.

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

- En 1966, SIOF a pu installer une raffinerie d'huile de table (tournesol, soja), avec une capacité de 12000 tonnes/ an.
- En 1972, la société a intégré dans ses activités une usine de fabrication des emballages en plastique et un nouvel atelier pour les matériaux nécessaires au conditionnement (remplissage, capsulage et étiquetage des bouteilles (1/2, 1, 2 et 5L).
- A partir de 1985, la SIOF s'est transformée en une société anonyme avec un capital de 30.000.000 DH, dont les actions sont reparties entre la famille LAHBABI.
- En 2002-2003, la société a installé deux chaînes de production pour la fabrication de PET (polyéthylène téréphthalate) et pour le conditionnement des huiles en format ½, 2 et 5 L.

Dans le souci de vouloir être continuellement dans la course des nouvelles techniques, SIOF choisit rigoureusement ses moyens humains et matériels et pousse toujours plus loin à l'innovation et la qualité de ses produits.

2. Carte d'identification

Tableau 1.1 : Carte d'identification de la SIOF

Raison social	SIOF : société industrielle oléicole de Fès
Siège social	29, Rue Pictet Q.I Dokkarat - 30000 Fès rue 806, q.i., Sidi Brahim - Fès
Capital social	52.000.000 DH
Forme juridique	Société anonyme
Date de création	1961
Domaine d'activité	Extraction, raffinage, conditionnement des huiles alimentaires et des conserves des olives.
Superficie de l'usine	Zone industrielle de Dokkarrat, occupe une surface de 12000 m ² pour le raffinage d'huile alimentaire Zone industrielle Sidi Brahim : une surface de 20000 m ² , assurant la trituration des olives, la production de conserves d'olives et l'extraction d'huile de grignon.
Effectifs	320 personnes dans les deux sites industriels



3. Produits de la SIOF

La SIOF produit une large gamme des huiles qui lui permettent de toucher un grand nombre de consommateurs, elle est régulièrement exposée à une forte concurrence de la part du premier sur le marché des huileries au Maroc LESIEUR CRISTAL.

L'usine de DOKKARAT produit quatre types d'huiles alimentaires qui sont destinées au marché local mais également à l'exportation. On distingue les marques suivantes :

- ✓ **SIOF** : huile de table raffinée à base de soja.
- ✓ **MOULAY IDRIS** : huile d'olive vierge courante.
- ✓ **ANDALOUSSIA** : huile de grignon raffinée.
- ✓ **FRIOR** : huile de tournesol raffinée.

Tandis que l'usine de SIDI BRAHIM assure la trituration des olives, la production des conserves d'olives et l'extraction d'huile de grignon

4. Organigramme de la SIOF

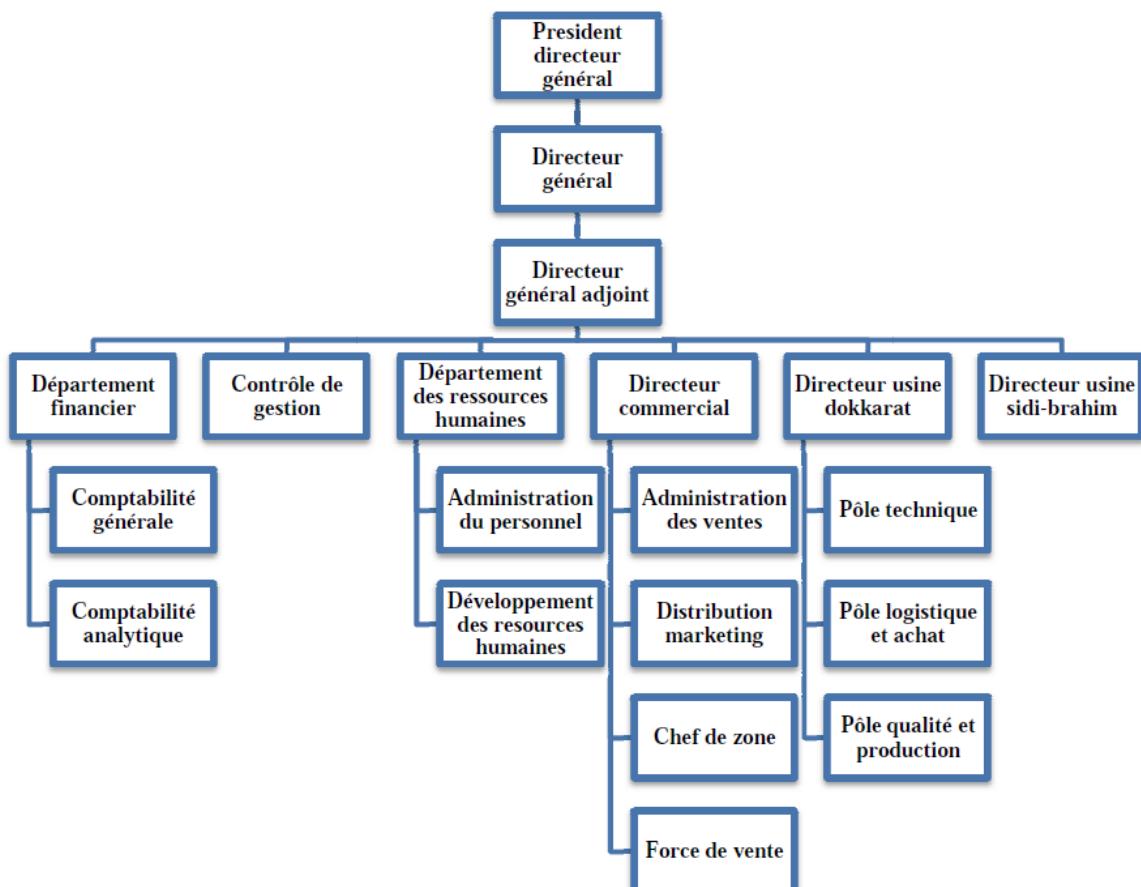


Figure 1.1 : Organigramme de la société SIOF



Rappels Bibliographiques



IV. Les huiles végétales

3. Généralités

Les huiles végétales sont des substances naturelles issues des graines et des fruits oléagineux. Ce sont des composés organiques non-volatiles, insolubles dans l'eau et solubles dans les solvants organiques non-polaires. Ce sont des sources privilégiées de macronutriments essentiels, l'acide linoléique (oméga 6) et l'acide alpha-linolénique (oméga 3), et de micronutriments notamment la vitamine E et les phytostérols [11]. Constituées majoritairement d'acides gras de 95 à 98% de glycérides qui sont des esters formés par liaison d'un, deux ou trois acides gras avec le glycerol possédant trois fonctions alcool pouvant se lier chacune avec un acide gras saturé, mono ou polyinsaturé, linéaire ou ramifié [12]. En plus de l'apport d'énergie, les huiles végétales assument des fonctions technologiques, en particulier comme moyens de transfert de chaleur en cuisson c'est le cas des huiles de friture, agents d'enrobage et de démoulage ou comme supports d'arômes.[13]

4. Composition d'une huile végétale

3.1 Composition de la fraction saponifiable

3.1.1 Les triglycérides

Les triglycérides également appelés triacylglycérols (TAG) sont des triesters résultant de la combinaison de trois molécules d'acide gras par leur fonction carboxyle avec les fonctions alcoolique du glycérol. Le glycérol est formé d'une chaîne de trois atomes de carbone comportant chacune un groupement hydroxyle (-OH). Ces groupements hydroxyles entrent en réaction avec le groupement carboxyle (-COOH) des acides gras pour former des esters [14].

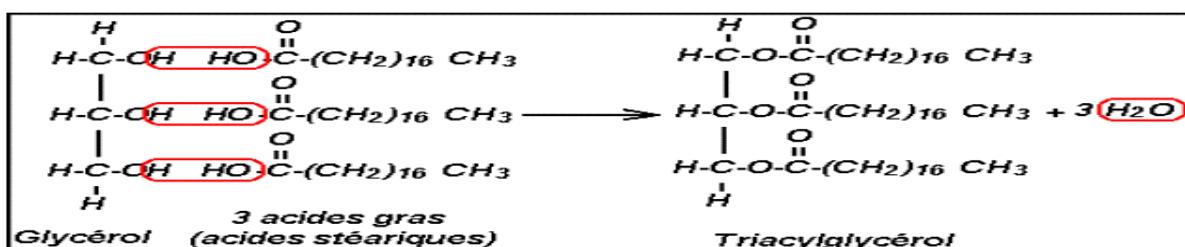


Figure 1: Schéma simplifié de la formation d'un triglycéride à partir du glycérol et d'acide gras

3.1.2 Les acides gras

Les acides gras sont les principaux composés des huiles et des graisses alimentaires ainsi que des graisses de dépôt chez l'homme et les animaux. Ils sont constitués exclusivement de carbone,



d'hydrogène et d'oxygène. Le poids d'une molécule d'acide gras est réparti entre ces trois éléments selon les proportions 76%, 12,7% et 11,3% [15].

a- Les acides gras saturés :

Ils ne possèdent aucune double liaison, ont pour formule générale $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_n-\text{COOH}$, sont solides à température ambiante. Les plus rencontrés sont l'acide palmitique (C16 :0) et l'acide stéarique (C18 :0) [16].

b- Les acides gras insaturés :

Ils sont fluides à température ambiante, on a deux catégories :

- Acides gras monoinsaturés : deux atomes de carbone consécutifs de la molécule sont unis par une double liaison, ont une formule chimique: $\text{H}_3\text{C}-(\text{CH}_2)_n-\text{HC}=\text{CH}-(\text{CH}_2)_p-\text{COOH}$ où n et p sont des nombres entiers positifs ou nuls., exemple : l'acide oléique (C18 :1).

$\text{CH}_3-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}-(\text{CH}_2)_7-\text{COOH}$	acide dodéculénique
$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_5-\text{CH}=\text{CH}-(\text{CH}_2)_7-\text{COOH}$	acide palmitoléique
$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_7-\text{CH}=\text{CH}-(\text{CH}_2)_7-\text{COOH}$	acide oléique
$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_5-\text{CHOH}-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}-(\text{CH}_2)_7-\text{COOH}$	acide ricinoléique
$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{10}-\text{CH}=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4-\text{COOH}$	acide pétrosélénique
$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_5-\text{CH}=\text{CH}-(\text{CH}_2)_9-\text{COOH}$	acide vaccénique
$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_4-\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}-(\text{CH}_2)_7-\text{COOH}$	acide linoléique
$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_9-\text{CH}=\text{CH}-(\text{CH}_2)_7-\text{COOH}$	acide gadoléique
$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_9-\text{CH}=\text{CH}-(\text{CH}_2)_9-\text{COOH}$	acide cétoléique
$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_7-\text{CH}=\text{CH}-(\text{CH}_2)_{11}-\text{COOH}$	acide érucique
$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_7-\text{CH}=\text{CH}-(\text{CH}_2)_{13}-\text{COOH}$	acide sélacholéique

Figure 2 : les principaux acides gras monoinsaturés des huiles végétales

- Acides gras polyinsaturés : plusieurs atomes de carbone consécutifs de la molécule sont unis par des doubles liaisons. Il existe deux familles d'acides gras polyinsaturés essentiels, nommés n-3 (ou oméga-3) et n-6 (ou oméga-6) par apport à la position de la dernière double liaison. Deux acides gras sont à l'origine de ces familles. Il s'agit de l'acide α -linolénique, le précurseur des oméga-3, et l'acide linoléique, qui est le précurseur de la famille des oméga-6 [17].

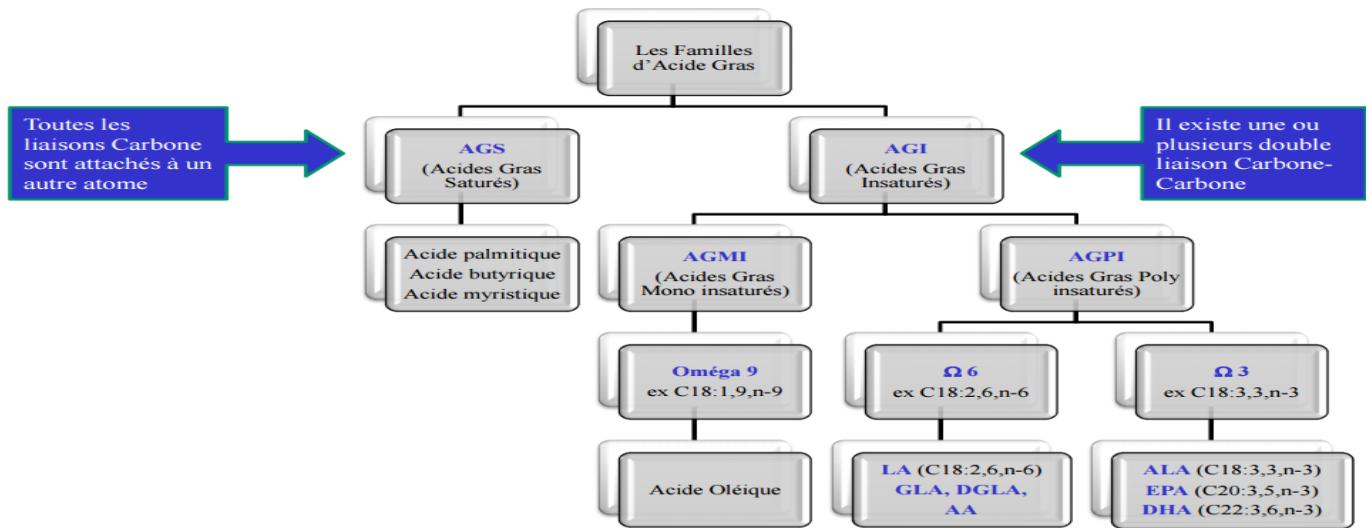


Figure 3 : Schéma résumant les constituants des acides gras

3.2 Composition de la fraction insaponifiable

3.2.1 Les stérols

Les stérols sont des molécules à plusieurs cycles comprenant au moins un groupement hydroxyle "OH" dans la plupart des cas sur le carbone 3, de poids moléculaire élevé et représentent 30 à 60% de l'insaponifiable. Dans le règne animal, le principal stérol est le cholestérol, dans le règne végétal, on parle de phytostérols [18].

3.2.2 Les tocophérols

Les tocophérols sont des composés importants dans les huiles végétales dont la vitamine E (α -tocophérol), ont un rôle d'antioxydant naturel, vis-à-vis des acides gras polyinsaturés. Parmi les huiles végétales, les huiles riches en acides gras polyinsaturés (maïs, colza, tournesol, soja) sont celles qui sont susceptibles d'apporter le plus de tocophérols totaux [19].

3.2.3 Les pigments colorés

Ces composés sont colorés grâce à la présence de doubles liaisons conjuguées dans leurs molécules et contribuent à la coloration des huiles végétales. Les principaux pigments colorés sont le β -carotène et la chlorophylle. Le β -carotène est reconnu pour sa sensibilité à la chaleur et à l'oxydation tandis que la chlorophylle pour sa sensibilité en milieu acide [20].

3.2.4 Les cires

Les cires sont des éthers provenant de la combinaison d'acides gras à haut poids moléculaire, avec des alcools mono ou biatomiques également très élevés.

On distingue les cires solides et les cires liquides. Les premières renferment surtout des éthers d'acides gras saturés, homologues supérieurs de l'acide palmitique et d'alcools saturés solides. Les cires liquides renferment des acides liquides non saturés de la série oléique et des alcools non saturés (indice d'iode 65 à 66) encore peu connus [21].

3.2.5 Les phospholipides

Ce sont des esters de glycérol dont une fonction alcool est naturellement estérifiée par une molécule d'acide phosphorique, elle-même associée à une amine ou à un sucre (inositol). On parle ainsi de phosphatidylsérol, phosphatidylcholine (ou lécithine), phosphatidylinositol et



phosphatidyléthanolamine. Ces molécules sont dites amphiphiles car elles possèdent un pôle hydrophile et un pôle lipophile [22].

V. Les huiles de friture

12. Introduction

La friture est l'une des plus anciennes et populaires méthodes de préparation des aliments. Les aliments frits ont une saveur désirable, une couleur dorée et une texture croustillante, ce qui rend ces aliments très populaires pour les consommateurs.

Lors d'une friture, l'aliment est immergé dans le corps gras ou l'huile bouillante qui sert de medium pour le transfert de chaleur. La friture s'apparente à un processus de déshydratation à haute température (160 à 190 °C). Son but est de former une croute et de modifier la couleur, la saveur et la texture de l'aliment. Les pommes de terre sont les aliments les plus souvent frits ; les frites renferment 8 à 15% de graisses et les chips jusqu'à 35% [23].

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 [24].

13. Historique des huiles de friture

La friture est l'une des plus anciennes méthodes de cuisson des aliments. Elle était utilisée dans l'Egypte antique au cours du 6^{ème} siècle avant JC. Les Romains l'employaient aussi et l'appelaient « bouillir à l'huile ».

Le problème des huiles de friture a fait couler beaucoup d'encre. Certains nutritionnistes encouragent l'exclusion des produits frits pour promouvoir une alimentation saine [25].

En effet, des études ont montré que, lors d'une bonne utilisation des huiles de friture, les produits d'oxydation formés ne sont pas nuisibles à notre santé. D'où l'importance de respecter les conditions de cuisson de cette catégorie de denrées et du principe de l'autocontrôle dans le but d'éviter une ingestion exagérée des produits d'oxydation potentiellement toxiques.

Des efforts ont été déployés afin d'obtenir des huiles de friture de "qualité". Les graisses et les huiles riches en acides gras saturés ont été abandonnées à cause de leurs effets négatifs sur la santé, notamment les maladies cardiovasculaires [26].

Les huiles contenant moins d'acides gras saturés et d'acides gras insaturés sont maintenant appréciées. Malheureusement les acides gras insaturés sont fragiles et instables à l'oxydation et



forment pendant la cuisson des produits nocifs pour la santé et perdent par la même occasion tout le bénéfice de leur qualificatif "acides gras essentiels".

Afin de remédier à ces problèmes, et rendre les huiles riches en acides gras insaturés comme l'huile de soja plus résistante à l'oxydation on procède à leur hydrogénéation.

Malheureusement, ce processus est à l'origine de la formation d'acides gras « trans » qui sont perçus comme ayant un effet négatif équivalent à celui des acides gras saturés [27].

14. Les points critiques des huiles de friture

4.1 Type d'huile

Lorsque vient le temps de choisir une huile de friture, il est important de rechercher un équilibre entre stabilité thermique et propriétés nutritionnelles.

- Une huile à haute teneur en acides gras saturés est très stable à la chaleur mais, d'un point de vue nutritionnel, elle a des effets néfastes sur la santé.
- Une huile riche en acides gras insaturés, dont les effets bénéfiques pour la santé, s'oxydera plus rapidement et deviendra impropre à la consommation.

Pour ces raisons, il faut trouver un compromis, les huiles convenables pour la friture sont celles qui contiennent une plus grande proportion d'acides gras mono-insaturés

Les huiles raffinées sont beaucoup plus stables lorsqu'elles sont chauffées que les huiles non raffinées. Pour trouver un bon équilibre, on peut mélanger certaines huiles [28].

La figure ci-dessous résume les différents types d'acides gras.

ACIDES GRAS	NOMBRE D'ATOMES DE CARBONE	FORMULE CHIMIQUE
Saturés		
Acide butyrique	4	<chem>C3H7COOH</chem>
Acide caproïque	6	<chem>C5H11COOH</chem>
Acide caprylique	8	<chem>C7H15COOH</chem>
Acide caprique	10	<chem>C9H19COOH</chem>
Acide laurique	12	<chem>C11H23COOH</chem>
Acide myristique	14	<chem>C13H27COOH</chem>
Acide palmitique	16	<chem>C15H31COOH</chem>
Acide stéarique	18	<chem>C17H35COOH</chem>
Acide arachidique	20	<chem>C19H39COOH</chem>
Monoinsaturés		
Acide palmitoléique	16	<chem>C15H29COOH</chem>
Acide oléique	18	<chem>C17H33COOH</chem>
Polyinsaturés		
Acide linoléique	18	<chem>C17H31COOH</chem>
Acide linolénique	18	<chem>C17H29COOH</chem>
Acide arachidonique	20	<chem>C19H31COOH</chem>

4.2 Vieillissement

Les principaux éléments responsables du vieillissement d'une huile et qui causent sa dégradation sont :

- 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.
- La température critique à ne jamais atteindre ou dépasser est de 200°C, car la chaleur peut aussi détériorer la qualité de l'huile en formant des composés non souhaitables.



- Au contact de l'oxygène de l'air, l'huile provoque des réactions d'oxydation qui causent la formation de composés polaires indésirables.

La fluidité de l'huile permet son écoulement et d'éviter son absorption. Plus l'huile vieillit, moins elle sera fluide et plus elle sera absorbée par les aliments car elle aura moins tendance à s'égoutter.

Une huile contenant entre 24% et 30% de composés polaires est impropre à la consommation. La filtration permet d'enlever les éléments carbonisés mais pas les composés polaires, d'où l'importante de changer l'huile régulièrement puisque la filtration seule n'est pas toujours suffisante.

Une huile usée est d'apparence foncée, épaisse ou visqueuse, peut contenir des dépôts et peut avoir une saveur âcre [29].

4.4 Cuisson

❖ Evaporation d'eau et texture

La quantité d'huile absorbée augmente en fonction de la quantité d'humidité perdue en cours de friture, car l'huile va occuper en partie l'espace laissé par l'évaporation d'eau [30].

La cuisson modifie la texture et la porosité de la frite. Pour un même format de coupe, une frite crue absorbera moins d'huile qu'une frite 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 [31].

❖ Température de friture

La température de friture dépend du type de produit, de sa taille et de sa composition. Elle varie souvent de 120 à 190°C. Des températures élevées d'huile entre 160 et 190°C peuvent permettre le transfert rapide de la chaleur, un brunissement rapide et un temps de cuisson court. Des températures élevées vont limiter le temps de friture.

Pour limiter la dégradation d'huile il faut travailler à des températures de friture inférieures à 140°C. Une température telle que 120°C nécessite un temps de friture plus long et engendre finalement une absorption d'huile plus élevée [32].

❖ Rapport frite/huile

A l'échelle industrielle, le rapport de poids frite/huile est généralement de 1 à 6. Ce rapport permet de maintenir la température de l'huile aux niveaux recommandés lors de l'immersion des frites [32].

❖ Traitements post-friture ou refroidissement

L'égouttage rapide et mécanique (par secousses) des aliments à leur sortie du bain de friture permet d'éliminer une bonne partie de l'huile contenue à leur surface, et joue un rôle important sur la teneur finale en gras. Car, cette action réduit la quantité d'huile qui pourrait être absorbée au cours du refroidissement des aliments frits [33].

15. Principaux corps gras de friture

Les corps gras utilisés en friture sont des huiles ou des graisses végétales généralement raffinées, et ayant éventuellement subi une opération technologique post-raffinage du type hydrogénéation ou fractionnement physique [34].



Parmi les huiles végétales utilisées en friture, la plus courante aujourd’hui est l’huile de tournesol. Il existe en fait deux huiles de tournesol issues de deux variétés de graines : l’huile de tournesol classique contenant plus de 60 % d’acide linoléique oméga 6 et l’huile de tournesol oléique ayant elle plus de 80 % d’acide oléique oméga 9 d’où une plus grande stabilité à l’oxydation et au chauffage [35].

Avec une teneur élevée en vitamine E, une origine non génétiquement modifiée, une saveur fruitée de graine, les huiles de tournesol sont des matières premières privilégiées pour la friture industrielle et ménagère. Elles constituent la base des mélanges spécifiques pour la friture vendus au consommateur et utilisés en restauration hors foyer. D’autres huiles oléiques ou linoléiques, telles que l’huile d’olive ou l’huile de pépin de raisin, peuvent avoir des applications en friture mais leur typicité sensorielle ou leur coût en limite l’usage [36].

16. Processus général de la friture

Pour faire des frites dorées et croustillantes, on procède généralement par le choix de la variété de pommes de terre à frire. Après les avoir couper en bâtonnets, laver pour enlever l’excès d’amidon et bien sécher, elles sont d’abord cuites pendant 5-6 minutes dans de l’huile végétale à 170°C. Elles sont, par la suite, retirées et égouttées, puis, replongées dans un bain d’huile à une température de 180°C durant, à peu près, quatre minutes pour les frire et doré. Le but du double cuisson, est de rendre la frite à la fois tendre à l’intérieur et dorée à l’extérieur.

Il est important, dès la sortie de la friteuse, d’éponger les frites immédiatement en les déposant sur une double épaisseur de papier afin d’absorber l’huile à la surface, tant que la vapeur d’eau s’échappe encore. Car, lors de la friture et à la sortie du bain, l’huile sur la surface de la frite ne peut pas pénétrer, elle en est chassée par la vaporisation de l’eau de la pomme de terre pendant la cuisson. Mais, quand la vapeur présente dans la frite se condense en eau, la frite pompe l’huile déposée à la surface et l’absorbe [37].

17. Les facteurs de dégradation de l’huile de friture

Lorsque les huiles sont chauffées, celles-ci subissent des dégradations plus ou moins importantes. Les huiles riches en acides gras monoinsaturés, comme l’huile d’olive et l’huile d’arachide, sont plus stables et résistent à la chaleur plus que les huiles riches en acides gras polyinsaturés telles que l’huile de maïs et l’huile de soja. Pour les fritures, il est important de ne pas surchauffer l’huile (ne pas dépasser 180°C) et de la remplacer fréquemment [38].

La dégradation de l’huile de friture dépend principalement de l’absorption en oxygène, de la température de l’huile, de l’insaturation des acides gras.

Pendant la friture, les graisses et les huiles sont exposées à des températures très élevées et une variété de réactions ont lieu. En présence d’oxygène, d’humidité des aliments et à des températures élevées entre 160°C et 180°C, l’huile subit trois réactions principales: l’hydrolyse, l’oxydation et la polymérisation [38], et les huiles se décomposent pour former des produits volatils responsables d’odeurs désagréables et apparition de composés non volatils qui s’avèrent toxiques à fortes doses [39].

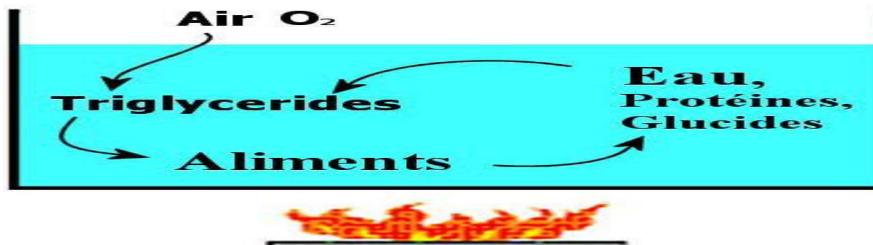


Figure 4: Réactions croisées intervenant dans l'huile lors de son utilisation en friture.

18. Réaction et produits de dégradation de l'huile durant la friture

Durant la friture d'un aliment, plusieurs réactions d'échange et de dégradation se déroulent, et qui sont responsables du goût et de la texture désirées des aliments frits.

À des températures élevées entre 160°C et 180°C, en présence d'eau et d'oxygène, les triglycérides subissent des réactions complexes qui peuvent être classées en trois grandes familles : oxydation, polymérisation et hydrolyse [39].

8.1 Réactions d'oxydation

L'oxydation des lipides est l'une des causes importantes de la dégradation des aliments, accélérée à la haute température utilisée dans la friture, l'oxydation, crée des saveurs rances et réduit les caractéristiques organoleptiques des produits frits [40].

Les hydroperoxydes sont les principaux produits de la réaction initiale d'oxydation des lipides. Les réactions en chaînes responsables de leur formation sont autocatalysée, car initiées par l'apparition de composés radicalaires, issus eux-mêmes de l'oxydation des triglycérides du bain [41]. Il s'agit d'un enchaînement de réactions radicalaires se déroulant en trois étapes. Une première réaction produit un radical libre par élimination d'un hydrogène de l'acide gras (initiation). Puis les réactions s'enchaînent pour produire plusieurs radicaux libres (propagation) qui se combinent pour former des composés non radicalaires (terminaison). [42]

8.2 Réactions de polymérisation

Elles sont responsables des réarrangements inter et intra-moléculaires qui sensibilisent l'huile de friture à l'oxydation et conduisent à l'augmentation de la viscosité apparente des huiles. Des composés semblables à des résines peuvent alors mousser à la surface du bain de friture et sur les parois [43].

8.3 Réactions d'hydrolyse

L'hydrolyse est l'une des principales réactions qui se produisent au cours de la friture en raison de la présence de l'humidité introduite avec L'aliment à frire et les températures relativement élevées utilisées.

Durant la friture, L'eau, la vapeur et l'oxygène initient les réactions chimiques dans l'huile de friture. L'eau, un nucléophile faible, attaque la liaison ester des triglycérides et produit des di- et mono-glycérides, le glycérol et les acides gras libres qui sont des composés très sensibles aux réactions d'oxydation et de polymérisation et les produits qui en dérivent sont responsables des principaux défauts de goût ou d'odeur. Les acides gras libres contenus dans l'huile augmentent en fonction du nombre de friture comme indiqué sur la (figure 5) [44].

L'hydrolyse est plus préférable dans l'huile avec des acides gras insaturés courts que l'huile avec des acides gras saturés longs, car les acides gras insaturés courts sont plus solubles dans l'eau que les acides gras saturés longs.

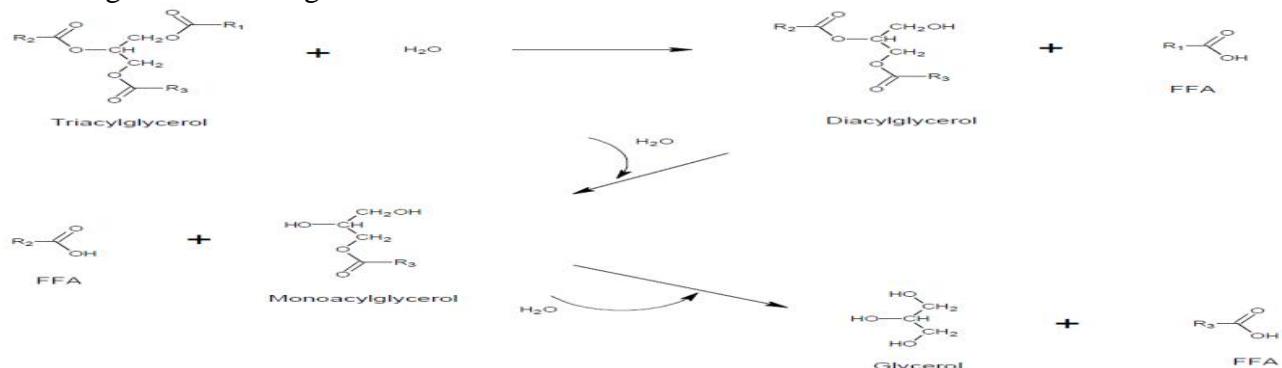


Figure 5 : La réaction d'hydrolyse et les produits formés durant la friture

Le glycérol s'évapore à 150°C et le glycérol restant dans l'huile favorise la production d'acides gras libres par hydrolyse. La teneur en acide gras libre maximale de l'huile de friture est comprise entre 0,05% et 0,08% [45].

Tableau n°1: Changement de l'huile durant le processus de friture et les composés résultants

Changements	Causes	Composés résultants
Altération thermique	Température	<ul style="list-style-type: none"> ○ Monomères cycliques ○ Dimères et polymères
L'Oxydation	Air	<ul style="list-style-type: none"> ○ Monomères oxydées, dimères et polymers ○ Dimères et polymers non polaires ○ Composés volatiles (hydrocarbures, aldéhydes, cétones, alcohols, acides, etc.)
L'Hydrolyse	Humidité	<ul style="list-style-type: none"> ○ Acides gras libres ○ Monoglycérides ○ Diglycérides ○ Glycérols

8.4 Rancissement

L'exposition à l'air, la chaleur, et la lumière provoquent l'oxydation des huiles, les rendre rances, et conduisent à la formation des radicaux libres. Les graisses saturées ne sont pas affectés autant par l'oxydation, car ils sont très stables et possèdent un degré élevé de résistance à l'oxydation.

Les graisses mono-insaturés, ont une paire manquante d'atomes d'hydrogène sont un peu vulnérables à l'oxydation. Les huiles polyinsaturées, qui manquent plusieurs paires d'atomes d'hydrogène, sont très instables et très réactif à l'oxydation [46].

Les huiles polyinsaturées sont si vulnérables que, même à température ambiante et dans une lumière tamisée s'oxydent à l'intérieur de la bouteille. Toutes les huiles végétales polyinsaturées vendues dans les épiceries sont devenues rances à un certain degré avant de les amener même à domicile. Vu que les huiles ont été très raffinées et désodorisées on ne peut rien sentir ou goûter, mais les radicaux libres sont là, sont prêts d'attaquer notre corps [47].



Les matières grasses subissent des changements lors du stockage qui donnent lieu à la production d'un goût et d'une odeur désagréable, c'est ce qu'on appelle le rancissement. Ce dernier est porté par l'action de l'air (rancissement par oxydation) ou par des micro-organismes. Le rancissement oxydatif est accélérée par exposition à la chaleur et la lumière, par l'humidité et par la présence de traces de certains métaux (par exemple le cuivre, le nickel, le fer). Lorsque la concentration de peroxyde atteint un certain niveau, le changement chimique complexe se produit et les produits volatils sont formés et qui sont principalement responsables du goût et de l'odeur rance [48].

19. Prévention de la dégradation de l'huile de friture

La réaction d'oxydation peut être inhibée par des antioxydants qui sont naturellement présents dans les huiles ou ajoutés afin d'augmenter la stabilité. Les tocophérols sont des antioxydants naturels présents dans les huiles végétales. Des antioxydants synthétiques sont également disponibles pour augmenter la stabilité de l'huile. Les antioxydants retardent la réaction d'oxydation et inhibent la formation de radicaux libres, en donnant de leurs atomes d'hydrogène phénoliques aux radicaux libres [49].

20. Les huiles choisies pour la Friture

10.1 L'huile de soja

c. Introduction



Figure 6 : graines et huile de soja

Le soja est la graine oléagineuse dominante produite dans le monde, en raison de ses caractéristiques agronomiques favorables, et son huile comestible précieuse. L'huile de soja est jaunâtre, légère et onctueuse. Il contribue à environ 47% de toutes les graines oléagineuses produites dans le monde en 2008/09. L'huile de soja a une teneur relativement élevée en acide linoléique et l'acide linolénique. Ceux-ci sont à la fois des acides gras essentiels pour l'homme, et d'une importance alimentaire, mais ils sont aussi la cause de l'instabilité à l'oxydation de cette huile.

Pour la friture, une huile avec un niveau moyen d'acide oléique de 55-60%, un niveau d'acide linolénique faible <3%, soit un niveau d'acide linolénique ultra bas de 1% et une faible teneur en acide gras saturée <7%, serait hautement souhaitable sous forme d'huile multi-usages [50].

d. Composition chimique [51] :

Tableau n° 2 : Composition en acide gras et autres composants de l'huile de Soja d'après le Codex Alimentarius (données CPG en % AG Totaux)

ACIDES GRAS	Codex Alimentarius
Ac. Laurique C12 : 0	ND - 0,1
Ac. Myristique C14 :0	ND - 0,2



Ac. Palmitique C16 : 0	8,0 - 13,3
Ac. Palmitoléique C16 : 1	ND - 0,2
Ac. Margarique C17 : 0	ND
Ac. Stéarique C18 : 0	2,4 - 5,4
Ac. Oléique C18 : 1	17,7 - 26,1
Ac. Linoléique C18 : 2	49,8 - 57,1
Ac. Linolénique C18 : 3	5,5 - 9,5
Ac. Arachidique C20 : 0	0,1 - 0,6
Ac. Béhenique C22 : 0	0,3 - 0,7
Ac. Erucique C22 : 1	ND - 0,3

Acides Gras	Codex Alimentarius
Sterols	
$\Delta 7$ -stigmastérol	<3 % (FST-239)
β -sitostérol	51- 60 %
stérols totaux (mg/kg)	\leq 4.200
Teneurs en tocophérols (mg/kg)	
gamma-tocophérol	>500 mg/kg
delta-totophérol	>100 mg/kg
Teneurs en tocotriénols (mg/kg)	
α -tocotri et γ -tocotri	ND
Teneurs en tocophérols totaux (mg/kg)	\leq 1.400

10.2 L'huile de Tournesol

c. Introduction



Figure 7 : l'huile de tournesol

Le tournesol ou « *Helianthus annuus* » est une plante très rustique, originaire d'Amérique du Nord. Sa culture est aujourd'hui répandue dans le monde entier et plus particulièrement en France, dans les pays d'Europe du Sud-Est et en Russie.

L'huile de tournesol est la quatrième source d'huile dans le monde après l'huile de Soja, l'huile de Palme et l'huile de Canola. Les variétés de tournesol cultivées aujourd'hui en Amérique du Nord proviennent de graines russes introduites vers la fin du XIXe siècle. En 2008/2009, la production mondiale totale de l'huile de tournesol est élevée à 11,83 millions de tonnes, ce qui représente 9% de la production mondiale totale d'huiles végétales [52].

d. Composition chimique [51] :

Tableau n°3 : Composition en acide gras et autres composants de l'huile de Tournesol d'après le Codex Alimentarius (données CPG en % AG Totaux)

ACIDES GRAS	Codex Alimentarius
Ac. Laurique C12 : 0	ND - 0,1
Ac. Myristique C14 : 0	ND - 0,2
Ac. Palmitique C16 : 0	5,6- 7,6
Ac. Palmitoléique C16 : 1	ND - 0,3
Ac. Margarique C17 : 0	ND
Ac. Heptadécenoïque C17 : 1	ND
Ac. Stéarique C18 : 0	2,7 - 6,5



Ac. Oléique C18 : 1	14,0 - 39,4
Ac. Linoléique C18 : 2	48,3 - 74,0
Ac. Linolénique C18 : 3	ND - 0,2
Ac. Arachidique C20 : 0	0,2 - 0,4
Ac. Eicosénoïque C20 : 1	ND - 0,2
Ac. Béhenique C22 : 0	0,5 -1,3
Ac. Erucique C22 : 1	ND - 0,2

10.3 L'huile de grignon d'olive

a. Introduction



Figure 8 : l'huile de grignon d'olive

Après l'extraction de l'huile d'olive, il en résulte un sous-produit, le grignon, qui renferme la plus grande partie de la matière sèche de l'olive (peau, pulpe, petits morceaux de noyau) et une certaine proportion d'eau de végétation qui contient à son tour les composants hydrosolubles de l'olive, proportion qui dépend du système utilisé. Le grignon est séché, broyé et traité au solvant pour obtenir une huile dite de grignon [53].

b. Composition chimique

ACIDES GRAS	Codex Alimentarius
Ac. Laurique C12 : 0	ND
Ac. Myristique C14 : 0	0,0 - 0,05
Ac. Palmitique C16 : 0	7,5- 20
Ac. Palmitoléique C16 : 1	0,3 - 3,5
Ac. Margarique C17 : 0	0,0-0,3
Ac. Stéarique C18 : 0	0,5 -5,0
Ac. Oléique C18 : 1	55 - 83
Ac. Linoléique C18 : 2	3,5- 21,0
Ac. Linolénique C18 : 3	ND
Ac. Arachidique C20 : 0	0,0 - 0,6
Ac. Béhenique C22 : 0	0,0 -0,3



21. Les additifs alimentaires

Les additifs alimentaires sont définis par le décret de 1989 comme étant des substances non habituellement consommées comme des aliments, possédant ou non une valeur nutritive et dont l'ajout intentionnel aux denrées alimentaires, dans un but technologique, au stade de leur fabrication, transformation, préparation, traitement, conditionnement, transport, ou entreposage, a pour effet, ou peut raisonnablement être estimé avoir pour effet, de les faire devenir composants des denrées alimentaires [54].

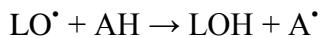
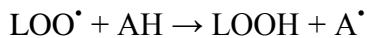
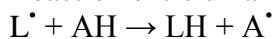
Autres composants	Codex Alimentarius
Stérols :	
Beta-stérol	≥ 93 %
Campestérol	≤ 4,0 %
Colestérol	≤ 0,5 %
Acidité libre % m/m, exprimée en acide oléique	0,3
Indice d'acide maximum, mg de KOH/g d'huile	0,6
Indice de peroxydes	≤ 10
Densité relative (20°C/eau à 20°C)	0,910 - 0,916
Indice de saponification (mg de KOH/g d'huile)	182 - 193

11.1 Les antioxydants

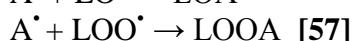
Les antioxydants sont des protecteurs chimiques, c'est-à-dire des molécules qui s'opposent aux phénomènes de stress oxydant, évitant ou bloquant les réactions d'oxydation, le plus souvent en réagissant avec les radicaux libres impliqués dans ces processus. En industrie alimentaire, les antioxydants sont utilisés pour prévenir la détérioration de la qualité des produits et maintenir leur valeur nutritive.

Les huiles comestibles contiennent naturellement des antioxydants tels que les alpha-tocophérols, les caroténoïdes, les composés phénoliques, et les stérols. Les tocophérols ne sont généralement pas efficaces comme antioxydants à des températures élevées, et peuvent même avoir une activité pro-oxydante [55]. Les antioxydants inhibent ou retardent l'oxydation des lipides, soit en inhibant la réaction de propagation ou d'initiation par transfert d'atome d'hydrogène aux radicaux peroxydes ou alkoxydes. Des produits non radicalaires et plus stables sont alors obtenus. Ainsi, l'efficacité d'un antioxydant est dépendante de sa capacité à donner un atome d'hydrogène à un radical libre. Les réactions sont les suivantes [56]:

Réaction entre un antioxydant et un radical :



Réaction de terminaison :



Les huiles peuvent être ajoutées avec des antioxydants synthétiques tels que le BHA (Hydroxyanisole butylé), BHT (Hydroxytoluène butylé) et TBHQ (Butylhydroquinone tertiaire).



Ces antioxydants ralentissent l'oxydation de l'huile à température ambiante, et ils deviennent moins efficaces à la température de friture à cause des pertes par volatilisation ou décomposition [58].

Tableaux n°5 : les antioxydants les plus utilisés en industrie des huiles comestibles et leurs concentrations maximales d'après le Codex Alimentarius [59].

No. INS	Antioxygènes	Concentration maximale
304	Palmitate d'ascorbyle	500 mg/kg seuls ou en combinaison
305	Stéarate d'ascorbyle	500 mg/kg seuls ou en combinaison
306	Mélange concentré de tocophérols	BPF
307	Alpha-tocophérol	BPF
308	Gamma-tocophérol synthétique	BPF
309	Delta-tocophérol synthétique	BPF
310	Gallate de propyle	100mg/kg
319	Butylhydroquinone tertiaire (BHQT)	120 mg/kg
320	Hydroxyanisol butyle (BHA)	175 mg/kg
321	Hydroxytoluène butyle (BHT)	75 mg/kg
Toute combinaison de gallate, BHA, BHT et/ou BHQT		200 mg/kg
389	Thiodipropionate de dilauryle	200 mg/kg

11.2 Antimoussants (pour les huiles et graisses de friture)

Les antimoussants empêchent ou limitent la formation de mousse.

Tableau n°6 : L'antimoussant le plus utilisé dans les huiles de friture d'après le Codex.

No. INS	Additif	Concentration maximale d'emploi
E900	Polydiméthylsiloxane	10 mg/kg

22. La réglementation dans le monde entier des graisses et des huiles de friture

Reconnaissant que la qualité des aliments frits est affectée par la qualité l'huile de friture, la réglementation française en matière d'huile pour friture a évolué récemment et permet aujourd'hui d'utiliser pratiquement toutes les huiles, à l'exception des huiles fortement polyinsaturées (comme l'huile de lin ou de noix). la réglementation fixe des valeurs seuils à 25 % de composés polaires totaux et 14 % de polymères de triglycérides (décret n° 2008-184 du 26-02-2008) pour garantir la qualité des huiles chauffées et que ces seuils ne sont pas atteints en friture industrielle, collective ou ménagère dès lors que ces recommandations pratiques sont suivies. [60]

Tableau n°7 : Les réglementations dans le monde des graisses et des huiles de friture [60]



Réglementation	Règlements US : Food and Drug Administration <ul style="list-style-type: none">- Acides gras libres < 1g/kg- Gallate de propyle (E310) : antioxydant < 0.1g/kg- Acides gras saturés < 500g/kg d'acides gras totaux- Acide érucique C22:1 < 50g/kg- Indice de peroxyde < 2méq/kg- Humidité < 3g/kg
	Règlements Belgique : <ul style="list-style-type: none">- 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- Point de fumée > 170°C- Acide linolénique C18 :3 < 2%- Température de friture < 180°C
	Règlements France : <ul style="list-style-type: none">- Acide linolénique C18 :3 < 2%- BHA, BHT, Gallate (E310) sont autorisés- Les additifs de silicones sont interdits- Composés polaires totaux < 25%
	Règlements Hongrie : <ul style="list-style-type: none">- 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 maximum 8-10 heures de friture
	Règlements Italie : <ul style="list-style-type: none">- Température de friture maximale 180°C- Composés polaires totaux < 25%
	Règlements Finlande : <ul style="list-style-type: none">- Composés polaires totaux < 25%- Point de fumée > 180°C

Tableau n°8 : Les réglementations des facteurs de qualité des huiles de friture [51].

Normes des caractéristiques physico-chimiques		
Analyses	Limites	Méthodes
Humidité	≤ 0,07 %	NF ISO 662
Acidité oléique	≤ 0,1 %	NF EN ISO 660



Indice de peroxyde	< 10 meq O ₂ /Kg	NFT 60-220
Phosphore total	≤ 5 ppm	NFT 60-227
Savons	< 50 ppm	NFT 60-217
Densité à 20°C	0,907-0,924	NF EN ISO 6883

13. Critères de qualité des huiles de friture

13.1 Propriétés physiques

13.1.1 Densité : d_t

La densité ou la masse volumique d'une huile est le rapport de masse d'un certain volume de l'huile par la masse égale de volume d'eau distillée ($\rho = m/v$), toutes mesurées à une température. Elle varie selon le degré d'insaturation de l'huile et renseigne sur son pouvoir siccatif. Pour les huiles végétales, elle se situe entre 0,915 et 0,964 [61].

13.2 Propriétés chimiques

13.2.1 La température

La température du bain de friture ne doit pas dépasser 180°C, il faut savoir qu'à 200°C les corps gras se dégradent : Il y a transformation chimique de leur constituants. Dans ces conditions les huiles fument [61].

13.2.2 L'indice d'acide et acidité libre

L'indice d'acide est le nombre de milligramme d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser les acides gras libres présents dans un gramme de corps gras. Cet indice permet de mesurer la quantité d'acides gras libres résultant des réactions d'hydrolyse et d'oxydation des triglycérides. Les huiles destinées à la consommation doivent contenir moins de 1% d'acides libres.

L'acidité libre permet de contrôler le niveau de dégradation hydrolytique, enzymatique ou chimique, des chaînes d'acides gras des triglycérides. Ceci est à l'origine d'acides gras libres et de glycérides partiels (mono et diglycérides) [62].

13.2.3 L'indice de peroxyde

Les principaux produits de l'oxydation des lipides sont des hydroperoxydes, qui sont généralement désignés à un "peroxydes". Les peroxydes sont des composés organiques instables formés à partir de triglycérides. L'indice de peroxyde est le procédé classique pour la détermination du degré d'oxydation de l'huile et mesure la formation d'hydroperoxydes intermédiaires en milliéquivalents d'oxygène actif par kg d'échantillon. Les hydroperoxydes formés par l'oxydation des graisses réagissent avec les ions iodure pour former de l'iode, ce qui est mesuré par titrage au thiosulfate.

L'indice de peroxyde est un indicateur de la qualité de l'huile. En général, on peut dire que la valeur de peroxyde est un dénonciateur du niveau primaire d'oxydation de l'huile [63].

13.2.4 Teneur en eau (Humidité)

L'humidité de l'huile est la quantité d'eau perdue après étuvage d'une prise de l'échantillon pendant un temps suffisant dans une étuve réglée à une température de 103 °C [64].



13.2.5 Teneur en phosphore

Le dosage du phosphore permet d'avoir une estimation de la quantité de phosphore dans les huiles qu'on rencontre souvent sous forme de phospholipides. La matière première est détruite par minéralisation en présence de l'oxyde de magnésium [64].

13.2.6 Teneur en composés polaires totaux CPT

Le dosage des composés polaires est un indicateur de la qualité des huiles de friture et donne des informations sur la teneur globale en composés néoformés qui ont une polarité plus élevée que celle des triglycérides. Le dosage de ces composés est à la base de la réglementation actuelle qui limite le taux de composés polaires à 25 %.

Des techniques d'analyse très rapides ont été préférées pour évaluer la qualité de l'huile de friture. Il existe des testeurs commerciaux rapides disponibles et qui sont fréquemment utilisés dans l'industrie alimentaire. Ces testeurs mesurent la qualité des huiles de friture, en analysant simultanément les composés polaires totaux et la température de friture [65].

13.2.7 Test au Rancimat

Ce test est très utilisé pour évaluer la stabilité oxydative des matières grasses. La spécification de TIR (Temps d'Induction au test Rancimat, exprimé en heures) correspond au temps pendant lequel la matière grasse a résisté à un stress oxydatif. Le principe du test consiste à vieillir prématûrement les matières grasses par décomposition thermique à 121°C, sous un bullage intensif d'air. Les acides organiques, produits de dégradation de cette oxydation poussée, sont entraînés par un courant d'air et recueillis dans une cellule de mesure remplie d'eau distillée. Le temps d'induction est déterminé par conductimétrie et correspond au TIR [66].

VI. Généralités sur les plans de mélanges

5. Introduction

Les facteurs d'étude des plans de mélanges sont les proportions des constituants du mélange [68]. Or, ces constituants ne sont pas indépendants les uns des autres. La somme des proportions d'un mélange est toujours égale à 100%. Le pourcentage du dernier constituant est imposé par la somme des pourcentages des premiers composés.

Les plans de mélanges sont aussi caractérisés par de nombreuses contraintes qui peuvent peser sur le choix des proportions des constituants. Par exemple, la concentration d'un produit doit être au moins de x pour-cent ou cette concentration ne peut excéder une valeur donnée. En fonction de ces contraintes la planification de l'étude est modifiée et elle doit être adaptée à chaque cas [67].

6. La contrainte fondamentale des mélanges

Si l'on note par x_i la teneur en constituant i , la somme des teneurs de tous les constituants du mélange satisfait la relation :

$$\sum_{i=1}^{i=n} X_i = 100 \%$$

Si, au lieu d'utiliser les pourcentages, on ramène la somme des teneurs des différents constituants à l'unité et on obtient la relation de *la contrainte fondamentale des mélanges* :

$$\sum_{i=1}^{i=n} X_i = 1$$

7. Représentation géométrique des mélanges

On utilise un triangle équilatéral pour représenter les mélanges à trois composants. Les produits purs sont aux sommets du triangle. Les mélanges binaires sont représentés par les cotés du triangle. Par exemple, le côté gauche du triangle (Figure X) représente les mélanges composés uniquement des produits A et B.

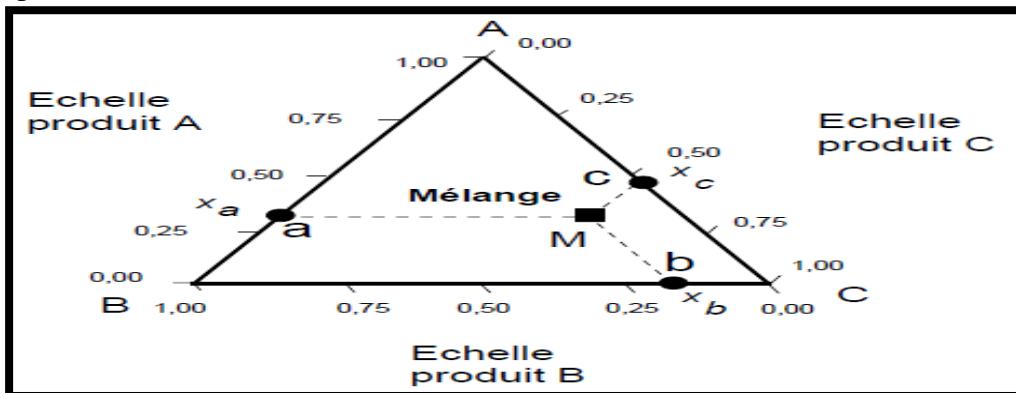


Figure 9 : Représentation des mélanges à trois constituants sur un triangle équilatéral.

Un point de la surface intérieure du triangle équilatéral représente un mélange tertiaire. Les compositions de chaque produit se lisent sur les côtés du triangle.

Les propriétés géométriques du triangle équilatéral assurent que la contrainte fondamentale des mélanges est bien respectée.

8. Modèles mathématiques des mélanges

La contrainte fondamentale des mélanges fait disparaître la constante et les termes du second degré se réduisent aux termes rectangles. Pour trois composants, le modèle du premier degré est donc :

$$Y = b_1 X_1 + b_2 X_2 + b_3 X_3$$

Et pour le second degré :

$$Y = b_1 X_1 + b_2 X_2 + b_3 X_3 + b_{12} X_1 X_2 + b_{13} X_1 X_3 + b_{23} X_2 X_3$$

On est souvent amené à utiliser des modèles de degré supérieur, trois et même parfois quatre si les surfaces de réponses sont compliquées. Plus le degré du modèle est élevé, plus il faut réaliser de points d'expériences pour pouvoir déterminer tous les coefficients. Ces coefficients sont calculés à partir de la relation de régression :

$$a = (X' X)^{-1} X' Y$$



Partie Expérimentale

1- Type et période d'étude

Il s'agit d'une étude prospective, réalisée sur une durée de 4 mois allant du 01 février au 31mai. Elle a comporté 2 volets :

- Le 1^{er} a comporté l'étude des facteurs de qualité caractéristiques des huiles alimentaires notamment des mélanges des huiles choisies pour la friture.
- Le second a consisté en une évaluation des caractéristiques spécifiques de qualité des huiles de friture. Il a englobé : les composés polaires totaux, le rancissement, l'indice de peroxyde et les paramètres organoleptiques afin de trouver le mélange idéal pour la friture.

L'étude a été faite à l'aide du logiciel NEMRODW.

2- Lieu d'étude

Ce travail a été réalisé au sein de la société industrielle oléicole de Fès (SIOF).

3- Etude des facteurs de qualité des mélanges des huiles choisies pour la friture

5.1 L'objectif de l'étude

Le but de cette étude est de réaliser des mélanges des huiles respectant les normes de la réglementation internationale pour les facteurs de qualité des huiles de friture.

Pour répondre à cette problématique, nous avons utilisé la méthodologie des plans de mélanges.



4.2 Matériel végétale

L'huile de sojas raffinés, l'huile de grignon d'olive raffinée et l'huile de tournesol raffinée.

4.3 Mise en place des paramètres d'étude

3.3.1 Le plan de mélange

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

Les plans de mélanges sont caractérisés par de nombreuses contraintes qui peuvent peser sur le choix des proportions des constituants. Par exemple, dans notre étude, la concentration de chacune des trois huiles doit être au moins 10% pour-cent.

3.3.2 Le modèle mathématique postulé

Pour trois composants, le modèle postulé est un modèle de second degré :

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

3.3.3 La matrice d'expérience

Le tableau ci-dessous, présente la matrice d'expérience à réaliser selon les recommandations du logiciel NEMRODW.

Tableau n°9: la matrice d'expérience de la première partie d'étude

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

4.4 Choix des réponses

Dans notre étude les paramètres choisis pour évaluer la qualité des mélanges des huiles de friture sont :

- L'acidité libre
 - L'humidité
 - L'indice de peroxyde
 - Les phosphores
 - La densité

4.4.1 L'acidité libre

4.4.1.1 Principe

L'acidité peut être définie comme étant le pourcentage d'acide gras exprimé conventionnellement en acide oléique présent dans 100g de matière grasse. ([ISO 660:2009](#))

Le contrôle se fait par une réaction acido-basique avec un titrage par KOH en présence de phénolphthaleïne.



4.4.1.2 Mode opératoire

- Dans un ballon propre et sec, on met 100 ml d'alcool distillé comme solvant.
 - On ajoute 2 à 3 gouttes de la phénophtaléine comme indicateur spécifique.
 - On neutralise l'alcool qui a un caractère acide par KOH de 0,1 N jusqu'à l'apparition d'une coloration rose.
 - on met une prise d'essai de 10g de l'huile à analyser
 - On titre par KOH 0,1 N le mélange d'huile et l'alcool neutralisé jusqu'à la zone de virage ce qui signifie que tous les acides gras (acide oléique est neutralisé).

4.4.1.3 Expression des résultats

Lorsqu'on prend l'acide oléique comme référence, le pourcentage massique de cet acide dans l'échantillon (corps gras) est donné par l'expression suivante :

$$\%AC = V * 282 / PE$$

- 282 : Masse molaire d'acide oléique. ($\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$)
 - V : Volume de KOH versé (ml).
 - PE : Prise d'essai (g).

4.3.2 Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles (Humidité)

4.4.2.1 Principe

L'humidité est déterminée par perte en poids pour un échantillon ayant séjourné un temps suffisant et à une température suffisante dans une étuve pour éliminer l'eau et les matières volatiles par vaporisation. (ISO 662:2010)

4.4.2.2 Mode opératoire



- On tare un petit cristallisoir dont la masse M puis on pèse $m=10\text{g}$ d'échantillon et on le met dans l'étuve pendant 2h à une température de 150°C puis on le met dans le dessiccateur pour être refroidit pendant 10 min et on le pèse, soit M_1 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 $0,002\text{g}$ jusqu'à M' reste constante.

4.4.2.3 Expression des résultats

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

$$\% \text{ humidité} = \text{PE} - (M_1 - M) / \text{PE} * 100$$

- **PE:** Prise d'essaie. (g)
- **M_1 :** Masse de cristallisoir + échantillon à analyser après étuvage. (g)
- **M :** la masse du cristallisoir (g)

4.4.3 L'indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est une grandeur qui détermine d'une manière très grossière le degré d'oxydation d'une matière grasse. Cette grandeur exprime la quantité d'oxygène actif en millimole ou en milliéquivalent par Kg de corps gras. ([ISO 3960:2007](#))

4.4.3.1 Principe

On traite les corps gras en solution dans l'acide acétique et du chloroforme par une solution d'iode de potassium. Ensuite on titre par la suite l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium (0,01 N).

4.4.3.2 Mode opératoire

On prend deux ballons (bien lavés) dont on met dans chaque ballon 10 ml de chloroforme, 15 ml d'acide acétique et 1 ml de la solution KI saturée.

On prend l'un des ballons dont on ajoute 1 à 2 g d'huile à analyser et l'autre pour faire le blanc et on les laisse pendant 5 min à l'obscurité, après on ajoute dans chaque ballon 75 ml d'eau distillée et quelques gouttes d'amidon, et on titre en agitant avec le thiosulfate de sodium.

4.4.3.3 Expression des résultats

$$IP = (V_1 - V_0) * N * 1000 / \text{PE}$$

- V_0 : Volume de thiosulfate de sodium pour l'essaie à blanc.
- V_1 : Volume de thiosulfate de sodium pour l'échantillon.
- N : Normalité de thiosulfate de sodium.
- PE : Masse de la prise d'essaie en g.

4.4.4 Les phosphores



Cette méthode permet la détermination de la quantité de phosphore dans les huiles qu'on rencontre souvent sous forme de phospholipides. ([ISO 10540-1:2003](#))

4.4.4.1 Principe

Carbonisation de la prise d'essai en présence de l'hydroxycarbonate de Mg, puis réduite en cendres. Les cendres sont dissoutes dans l'acide chlorhydrique dilué, puis détermination du phosphore par la méthode de molybdène.

4.4.4.2 Mode opératoire

- 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 l'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.

4.4.4.3 Expression des résultats

$$P = \frac{ms * Mp}{V * MS}$$

- P : la teneur en phosphore de la solution mère en µg/ml.
- ms : la masse de dihydrogénophosphate de potassium, en mg.
- MP : la masse molaire du phosphore, en g (Mp = 31.03g).



- V : le volume de la solution dans la fiole en l (V=l).
- Ms : la masse molaire du dihydrogénophosphate de potassium en g (Ms = 136.09g)

4.4.5 La densité

La densité de l'huile à la température de mesure est donnée par : ([ISO 18301:2014](#))

$$\frac{dt}{dt} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0}$$

- m_0 : masse de la fiole [g] ;
- m_1 : masse de la fiole remplie d'eau distillée [g] ;
- m_2 : masse de la fiole remplie d'huile [g].

4- l'évaluation des caractéristiques spécifiques de qualité des huiles de friture

6.1 L'objectif de l'étude

Le but de cette étude est de réaliser des mélanges des huiles de friture respectant les normes de la réglementation internationale pour les caractéristiques spécifiques de qualité des huiles de friture.

Pour répondre à cette problématique, nous avons utilisé la méthodologie des plans de mélanges.

5.2 Matériel végétale

Les huiles mélangées sont celles utilisée dans la première partie de l'étude. Les frites surgelées utilisées dans le processus de friture ont été achetés auprès de carrefour de Fès.

5.3 Mise en place des paramètres d'étude

4.3.1 Le plan de mélange

Les facteurs d'étude de notre plan de mélanges sont les proportions des constituants des 3 huiles choisies utilisées dans la première partie de l'étude.

Les plans de mélanges sont caractérisés par de nombreuses contraintes qui peuvent peser sur le choix des proportions des constituants. Dans cette deuxième partie, la concentration de l'huile de grignon d'olive raffinée doit être entre 5% et 10% pour-cent.

4.3.2 Le modèle mathématique postulé

Pour trois composants, le modèle postulé est un modèle de second degré :

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

4.3.3 La matrice d'expérience

Le tableau ci-dessous, présente la matrice d'expérience à réaliser selon les recommandations du logiciel NEMRODW.

Tableau n°10 : la matrice d'expérience de la deuxième partie d'étude.



Nombre d'expérience	Huile de Grignon d'olive raffinée	Huile de Soja Raffinée	Huile Tournesol raffinée
1	0,05	0,00	0,95
2	0,15	0,00	0,85
3	0,05	0,95	0,00
4	0,15	0,85	0,00
5	0,10	0,00	0,90
6	0,05	0,48	0,48
7	0,15	0,43	0,43
8	0,10	0,90	0,00
9	0,10	0,45	0,45
10	0,08	0,23	0,70
11	0,13	0,23	0,65
12	0,08	0,70	0,23
13	0,13	0,65	0,23

5.3 Le processus de friture

Une friteuse électrique (Tefal), fonctionnant à une température de 180 °C, a été utilisé pour faire frire des frites surgelées de pommes de terre achetés dans un marché local. Les essais ont été réalisés avec les mélanges des trois huiles (l'huile de grignon d'olive raffinée, l'huile de soja raffinée et l'huile de tournesol raffinée) selon les recommandations du logiciel NEMROD. La friteuse a été remplie avec 2 litres d'huile (volume initial), et 15 fritures ont été réalisées pour chaque mélange. Au cours de chaque friture 150g de frites ont été frits: un panier de friture avec l'échantillon de pomme de terre a été immergé dans l'huile chaude et le couvercle de la friteuse était fermé, après 5 min, les frites ont été retirés de la friteuse; après un intervalle de 15 minutes, l'opération de friture a été réalisée avec un nouvel échantillon de pomme de terre.

Afin de déterminer l'effet de la friture sur les propriétés de l'huile, les composés polaires ont été déterminé immédiatement à l'aide du testeur rapide (Testo 270) après chaque friture et des échantillons d'huile (50 ml) ont été recueillis après chaque friture pour les 13 mélanges et stockées à 25°C jusqu'à l'analyse pour les autres paramètres.

5.4 Le choix des réponses

Dans le second volet de notre étude, on a étudié les caractéristiques spécifiques de qualité des huiles de friture : les composés polaires totaux, la température de friture, l'indice de peroxyde et le rancissement.

5.4.1 Détermination des composés polaires totaux et de la température

Les composés polaires totaux ont été déterminés à l'aide du testeur rapide « testo 270 », les mélanges d'huiles sont chauffés à une température d'environ 180°C, Le principe et le fonctionnement de cet instrument sont brièvement comme suit. Un capteur basé sur le condensateur à plaques parallèles a été immergé dans l'huile chaude à la température de friture 180°C. Le capteur



a pris environ 1 min pour obtenir une lecture stable. La valeur des composés polaires totaux ainsi que la température a été affiché sur l'écran de l'instrument.

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

5.4.2 Détermination de la valeur d'indice de peroxyde

Les valeurs d'indice de peroxyde pour les 13 mélanges ont été déterminées avant et après la friture. Le mode opératoire pour la détermination de cet indice a été indiqué dans la 1^{ère} partie de l'étude.

5.3.3 Le rancissement

Le rancissement se fait par le test de Rancimat. On a évalué la stabilité oxydative pour les 13 mélanges pour en savoir quel est le mélange qui résiste le plus à l'oxydation.

4.3.3.1 Principe

Le principe du test consiste à vieillir prématûrement les matières grasses par décomposition thermique à une température bien déterminée, sous un bullage intensif d'air. Les produits de dégradation de cette oxydation poussée, sont entraînés par un courant d'air et recueillis dans une cellule de mesure remplie d'eau distillée

4.3.3.2 Mode opératoire

Le test de Rancimat est déterminé selon la norme ISO : 6886. Une prise d'essai de 3g d'huile est placée dans un bloc de chauffage de Rancimat, la température est maintenue à 121°C, le débit d'air est réglé à 10 l/h et les composés volatiles libérés pendant le processus de dégradation sont rassemblés dans un récipient contenant 60 ml d'eau distillée. Le logiciel du système de Rancimat a évaluer les courbes résultantes automatiquement.

Résultats



Résultats et Discussion

C. 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 11) ont été traités à l'aide du logiciel NemrodW.

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.

Tableau n°11 : Plan d'expérimentation et réponses mesurées

Les Huiles utilisées pour la friture	Paramètres physico-chimiques
--------------------------------------	------------------------------



Essais	Tournesol Raffiné	Soja Raffiné	Grignon d'olive Raffiné	Acidité	Humidité	Indice de Peroxyde	Phosphores	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
	12	0,5666	0,2166	0,2166	0,11	0,04	2,09	4,32
								0,90

❖ L'acidité libre :

➤ *L'analyse de la variance*

Tableau n°12 : les résultats de l'analyse de la variance en regroupant les différentes sources de variation

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	Rapport	Signif
Régression	0,0395	6	0,0066	56,423	0.356 **
Résidus	0,0004		0,0001		
Total	0,0399				

L'analyse de la variance montre que la variance due à la régression (0.0066) est supérieure à la variation résiduelle (0.0001). Donc le modèle postulé explique bien le phénomène étudié.

➤ *Estimations et statistiques des coefficients*

Tableau n°13 : Estimations et statistiques des coefficients

Ecart Type de la réponse	0.015093433
R ²	0.974
R ² ajusté	0.923

Le coefficient de détermination R² est égal à 0.974, ce qui signifie que 97.4% 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*

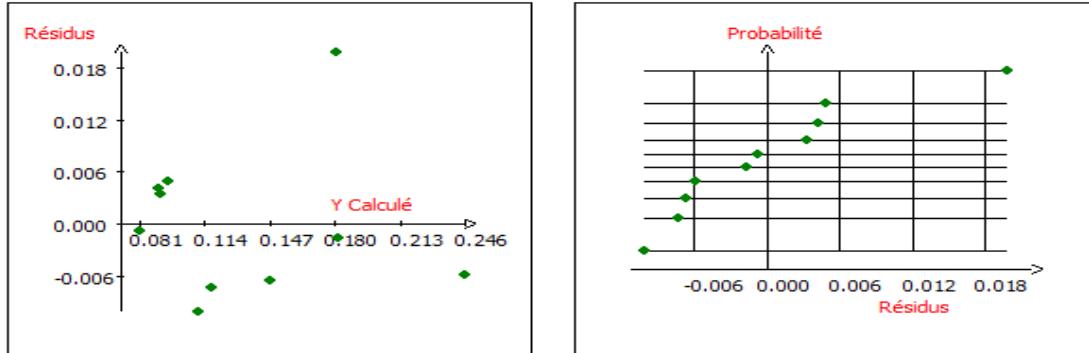


Figure 10 : Etude graphique des résidus de la réponse acidité

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 : Tableau de signification des coefficients du modèle

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

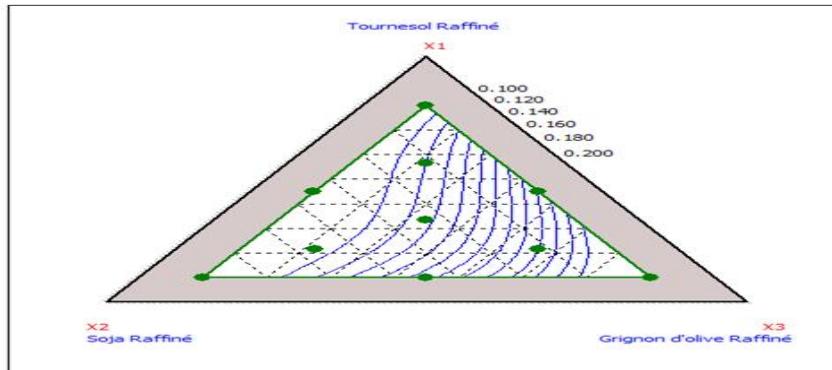


Figure 11 : Représentation graphique en 2D de la Variation de la réponse acidité
 Pour atteindre une acidité libre optimale il faut mener le réglage à :

- 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 cher que les autres huiles et diminuer l'acidité.

❖ **L'humidité**

➤ **L'analyse de la variance**

Tableau n°15 : les résultats de l'analyse de la variance en regroupant les différentes sources de variation :

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	Rapport	Signif
Régression	1.35049E-0003	6	2.25083E-0004	9.6441	4.51 *
Résidus	7.00170E-0005		2.33390E-0005		
Total	1.42051E-0003				

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**

Tableau n°16 : Estimations et statistiques des coefficients

Ecart Type de la réponse	0.004831047
R^2	0.951
R^2 ajusté	0.852

Le coefficient de détermination R^2 est égal à 0.951, ce qui signifie que 95.1% 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**

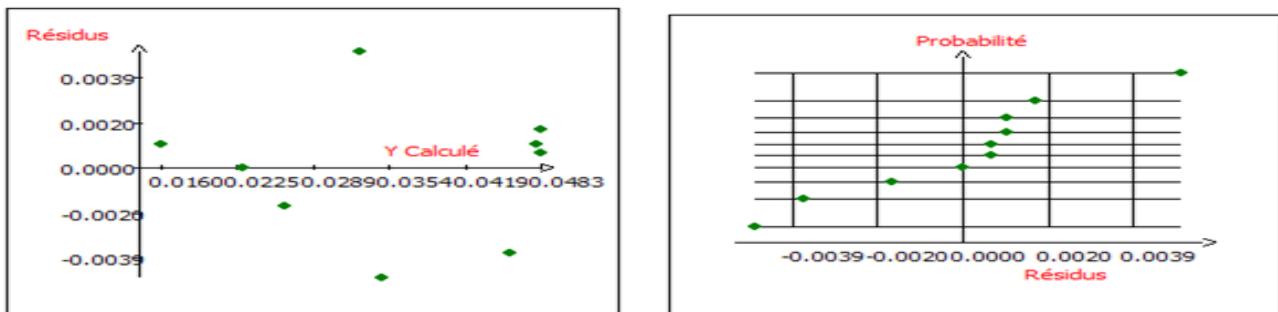


Figure 12 : Etude graphique des résidus de la réponse Humidité

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°17 : Tableau de signification des coefficients du modèle

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

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

Seul le coefficient b2 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.***

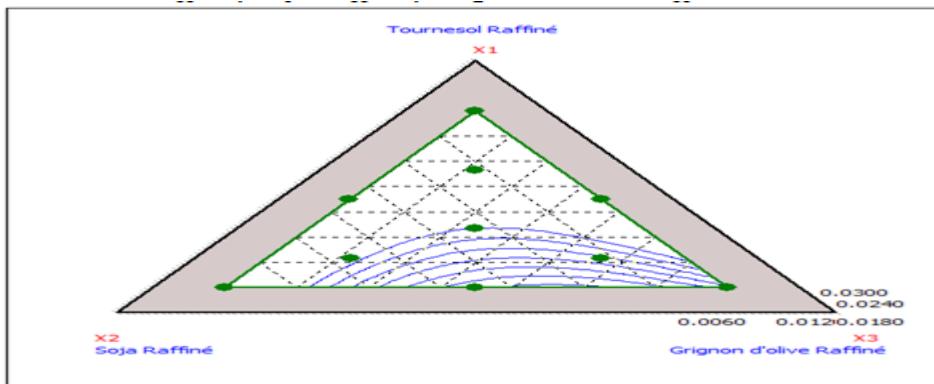


Figure 13 : Représentation graphique en 2D de la Variation de la réponse Humidité

- ❖ **L'indice de peroxyde**
- **L'analyse de la variance**

Tableau n°18 : les résultats de l'analyse de la variance en regroupant les différentes sources de variation

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	Rapport	Signif
Régression	1.3339	6	0.2223	38.0377	0.637 **
Résidus	0.0175		0.0058		
Total	1.3514				

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**

Tableau n°19 : Estimations et statistiques des coefficients

Ecart Type de la réponse	0.076449244
R^2	0.987
R^2 ajusté	0.961

Le coefficient de détermination R^2 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**

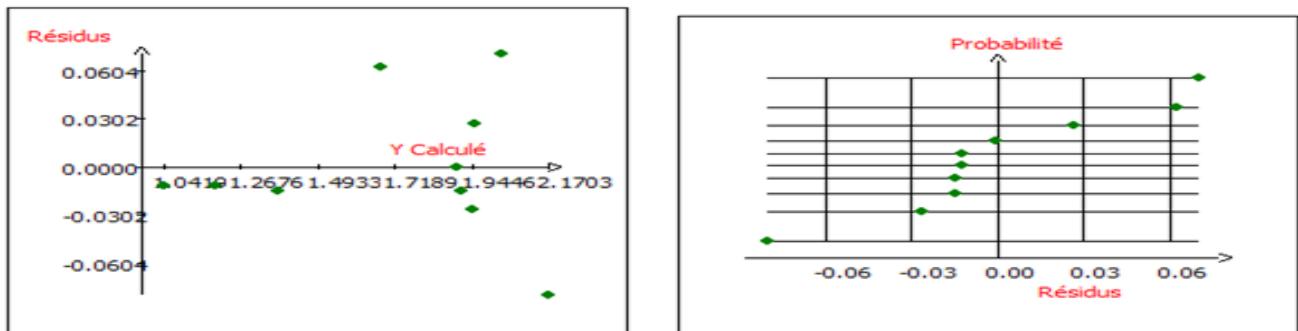


Figure 14 : Etude graphique des résidus de la réponse Indice de peroxyde



L'étude graphique des résidus montre 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°20 : Tableau de signification des coefficients du modèle

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

D'après l'analyse de ce tableau, on peut déduire que tous les facteurs sont significatifs

➤ ***Représentation graphique en 2D de la Variation de la réponse indice de peroxyde dans le plan : Tournesol Raffiné, Soja Raffiné, Grignon d'olive Raffiné***

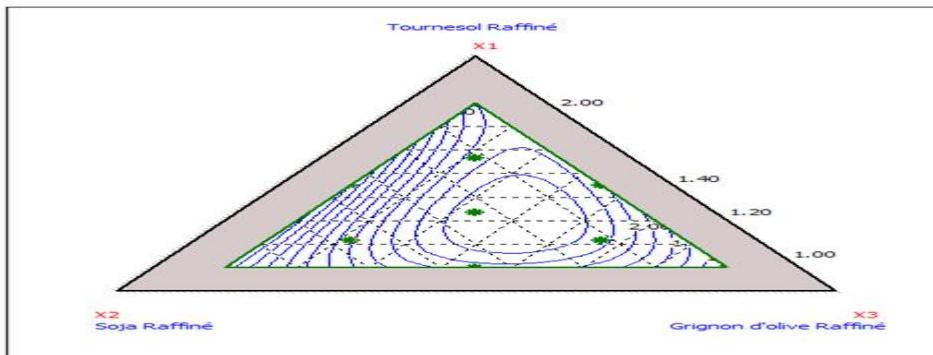


Figure 15 : Représentation graphique en 2D de la Variation de la réponse Indice de peroxyde

❖ **Le phosphore**

➤ ***L'analyse de la variance***

Tableau n°21: les résultats de l'analyse de la variance en regroupant les différentes sources de variation

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	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 inférieur à la variation résiduelle. Mais puisque la signification du risque est supérieure à 0.05 on conclue que le modèle n'est pas validé.

Nom	Coefficient	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
-----	-------------	------------	--------	-----------



❖ **La densité**

➤ **L'analyse de la variance**

Tableau n°22 : les résultats de l'analyse de la variance en regroupant les différentes sources de variation

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	Rapport	Signif
Régression	1.38790E-0003	6	2.31318E-0004	12.0403	3.32 *
Résidus	5.76358E-0005		1.92119E-0005		
Total	1.44554E-0003				

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**

Tableau n°23 : Estimations et statistiques des coefficients

Ecart Type de la réponse	0.0043831427
R ²	0.960
R ² ajusté	0.880

Le coefficient de détermination R² 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**

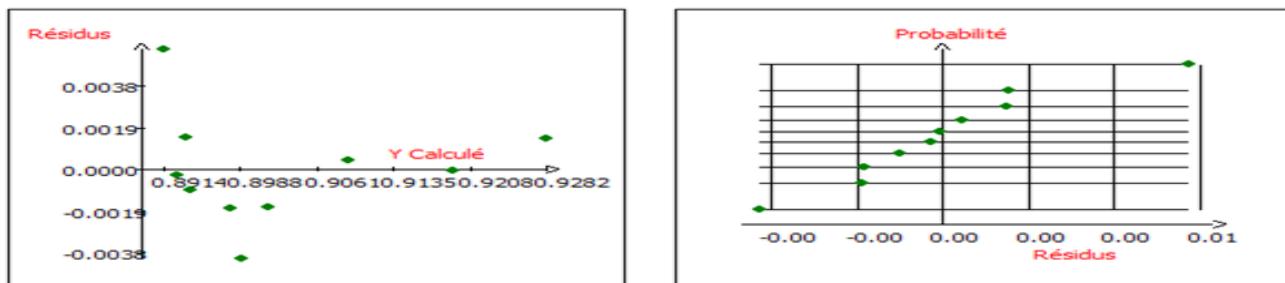


Figure 16 : Etude graphique des résidus de la réponse Densité

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°24 : Tableau de signification des coefficients du modèle

b1	0.909	0.011718893	77.56	< 0.01 ***
b2	0.866	0.011718893	73.93	< 0.01 ***
b3	0.905	0.011718893	77.26	< 0.01 ***
b1-2	0.279	0.070906952	3.93	2.93 *
b1-3	-0.001	0.070906952	-0.01	99.3
b2-3	0.061	0.070906952	0.86	45.3
b1-2-3	-1.007	0.40995891	-2.46	9.1

D'après l'analyse

de ce tableau, on peut déduire que :

Tous les facteurs ont un effet significatif sur la réponse.

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

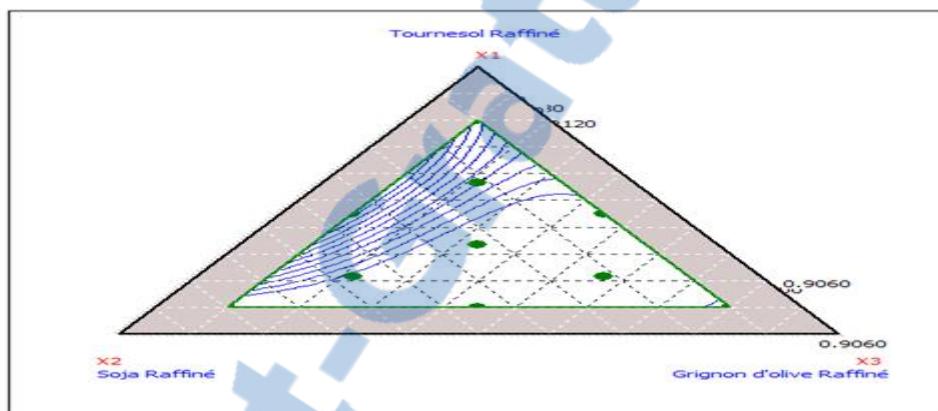


Figure 17 : Représentation graphique en 2D de la Variation de la réponse Densité

Conclusion de l'étude :

D'après l'analyse de tous les résultats obtenus on peut conclure que pour avoir une huile de friture qui respecte les normes de qualité des huiles de friture il faut :

- Limiter la proportion de l'huile de grignon d'olive à 15% pour ne pas dépasser les normes concernant l'acidité. Pour les autres indices de qualité on n'a pas de problèmes car on ne dépasse pas les limites pour tous les mélanges.
- Le résultat du phosphore n'est pas validé car ($p=81.9>0.05$).

D. 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



C.1 Evaluation de la qualité des huiles de départ (Huile de tournesol raffinée, huile de soja raffinée et huile de grignon d'olive raffinée)

C.1.1 Les composés polaires totaux

a. L'huile de tournesol raffinée

Tableau n° 25: les composés polaires totaux pour 15 fritures de l'huile de tournesol

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	-	-	-	-

On remarque que l'huile de tournesol raffinée n'a pas dépassé 25% de composés polaires totaux, valeur limité par les normes même après 15 fritures.

b. L'huile de soja raffinée

Tableau n° 26: les composés polaires totaux pour 15 fritures 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	180.3	18	-	-	-	-
----	-------	----	---	---	---	---

On remarque que l'huile de soja raffinée n'a pas dépassé 25% de composés polaires totaux, valeur limité par les normes même après 15 fritures.

c. L'huile de grignon d'olive raffinée

Tableau n° 26: les composés polaires totaux pour 15 fritures de l'huile de soja 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	-	+	-	-

On remarque que l'huile de grignon d'olive raffinée n'a pas dépassé 25% de composés polaires totaux, valeur limité par les normes même après 15 fritures.

Conclusion

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%).

C.1.2 L'indice de peroxyde

Tableau n°27 : L'indice de peroxyde des trois huiles avant et après 15 fritures

	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.

C.1.3 Le rancissement

Tableau n°28 : Le rancissement des trois huiles

	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 raffinée 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).

C.2 Evaluation de la qualité des mélanges des huiles destinées pour la friture

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% pour respecter les normes d'acidité.

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

Tableau n° 29 : les composés polaires totaux de tous les mélanges durant la friture.

Composés polaires totaux (%)											
N° d'exp	Gr	Soja	TRS	Avant friture	1ère F	2ème F	3ème F	4ème F	5ème F	6ème F	7ème F
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

composés polaires totaux (%)														
N° d'exp	Gri	Soja	TRS	8ème F	9ème F	10ème F	11ème F	12ème F	13ème F	14ème F	15ème F			
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.

Tableau n°30 : les réponses les plus intéressants qu'on a choisi pour notre étude :

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

C.2.1 Interprétation des résultats du plan de mélange

B.2.1.1 Indice de peroxyde

❖ Indice de peroxyde avant la friture :

➤ L'analyse de la variance pour la réponse Y1 : IP avant la friture

Tableau n°31 : les résultats de l'analyse de la variance en regroupant les différentes sources de variation

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	Rapport	Signif
Régression	0.2403	6	0.0400	5.7942	2.53 *
Résidus	0.0415		0.0069		
Total	0.2817		12		

L'analyse de la variance montre que la variance due à la régression (0.04) est supérieure à la variation résiduelle (0.069). Donc le modèle postulé explique bien le phénomène étudié.

➤ *Estimations et statistiques des coefficients*

Tableau n°32 : Estimations et statistiques des coefficients

Ecart Type de la réponse	0.083131915
R ²	0.853
R ² ajusté	0.706

Le coefficient de détermination R² 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*

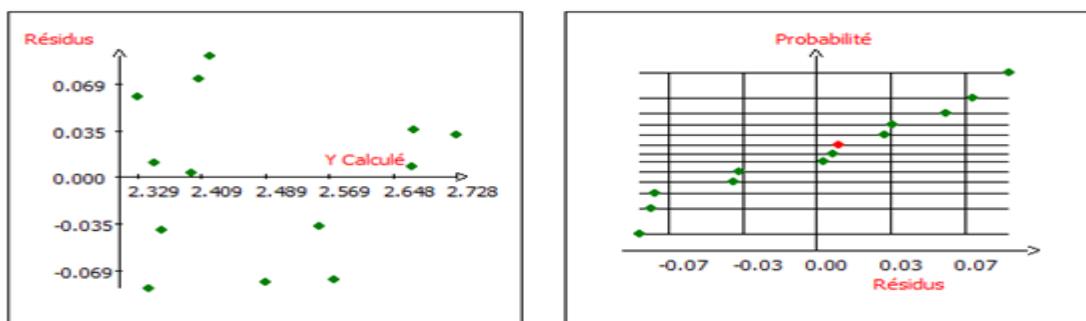


Figure 18 : Etude graphique des résidus de la réponse Indice de peroxyde avant la friture

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°33 : Tableau de signification des coefficients du modèle

Nom	Coefficient	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b1	11.634	17.427249	0.67	52.9
b2	2.842	0.22548384	12.61	< 0.01 ***
b3	2.510	0.22548384	11.13	< 0.01 ***
b1-2	-11.658	21.59204	-0.54	60.9
b1-3	-11.995	21.59204	-0.56	59.9
b2-3	0.383	0.6874816	0.56	59.8
b1-2-3	-8.187	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*

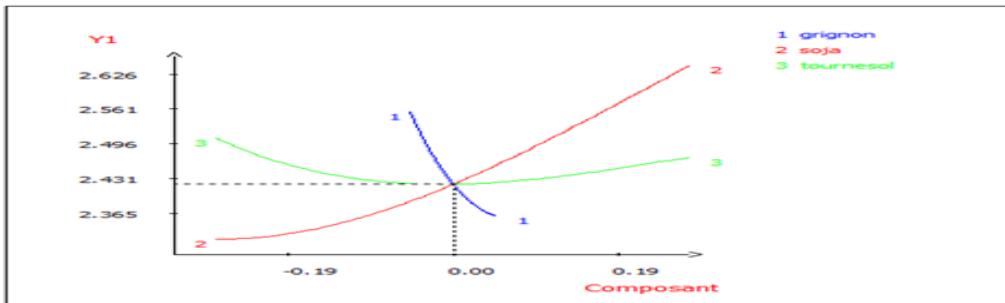


Figure 19 : Etude Graphique des Effets de la réponse Indice de peroxyde avant friture

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 %*

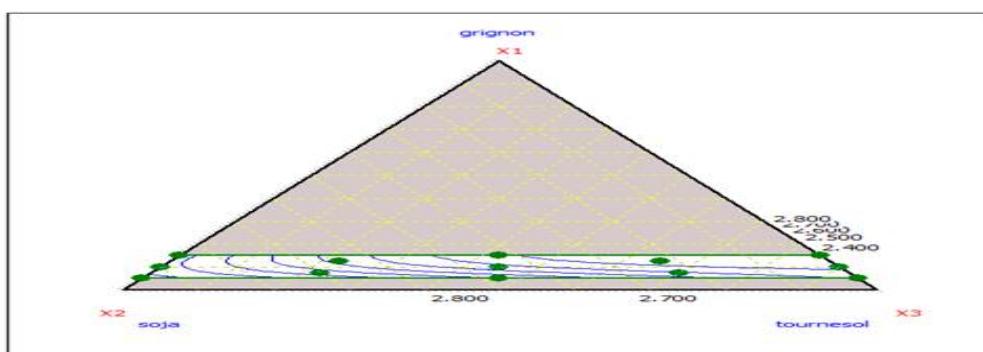


Figure 20 : Représentation graphique en 2D de la variation de la réponse Indice de peroxyde avant friture

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 la 15^{ème} friture*

Tableau n°34 : les résultats de l'analyse de la variance en regroupant les différentes sources de variation

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	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 (9.7169) est supérieure à la variation résiduelle (0.2184). Donc le modèle postulé explique bien le phénomène étudié.

➤ **Estimations et statistiques des coefficients**

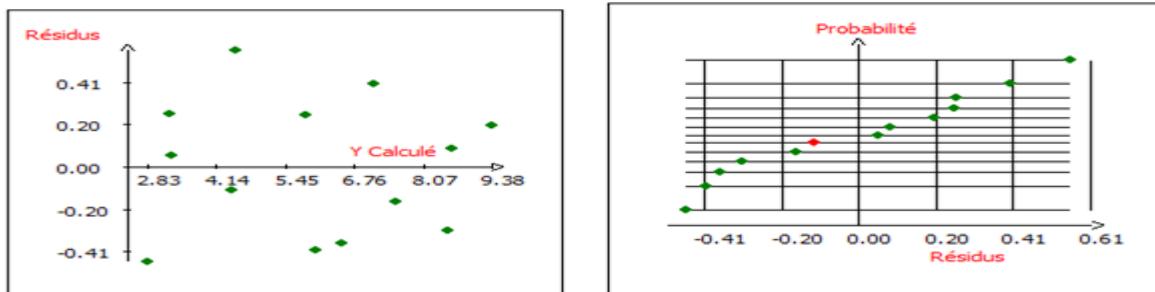
Tableau n°35 : Estimations et statistiques des coefficients

Ecart Type de la réponse	0.46733631
R ²	0.978
R ² ajusté	0.956

Le coefficient de détermination R² 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

21 : Etude graphique des résidus de la réponse Indice de peroxyde après la 15^{ème} friture.

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 : Tableau de signification des coefficients du modèle

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

D'après l'analyse de ce tableau, on peut déduire que : les coefficient b_2 et b_3 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*

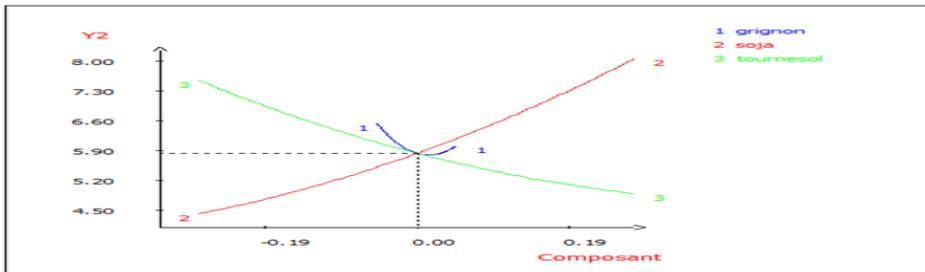


Figure 22 : Etude Graphique des Effets de la réponse Indice de peroxyde après la 15^{ème} friture

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 %.*

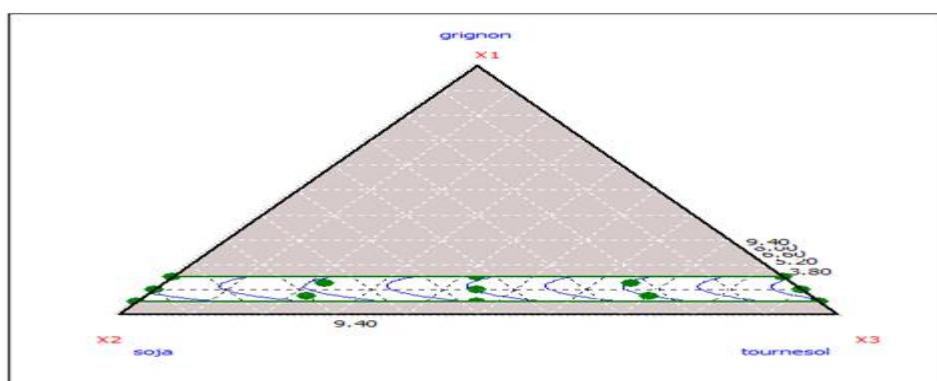


Figure 23 : Représentation graphique en 2D de la variation de la réponse Indice de peroxyde après la 15^{ème} friture

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

❖ **Rancissement des mélanges avant friture :**

➤ *L'analyse de la variance pour la réponse Y3 : rancissement des mélanges*

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	Rapport	Signif
---------------------	------------------	-------------------	-------------	---------	--------



Régression	1.3397	6	0.2233	31.1294	0.0288 ***
Résidus	0.0430	6	0.0072		
Total	1.3827	12			

Tableau n°37: les résultats de l'analyse de la variance en regroupant les différentes sources de variation

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**

Tableau n°38 : Estimations et statistiques des coefficients

Ecart Type de la réponse	0.0846907
R ²	0.969
R ² ajusté	0.938

Le coefficient de détermination R² 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**

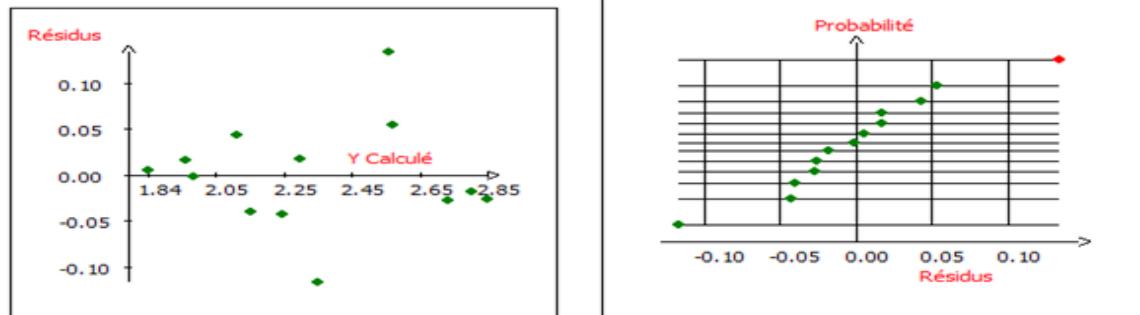


Figure 24 : Etude graphique des résidus de la réponse Rancissement avant friture.

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°39 : Tableau de signification des coefficients du modèle

Nom	Coefficient	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b1	-23.693	17.754023	-1.33	23.0
b2	2.440	0.22971183	10.62	< 0.01 ***
b3	1.544	0.22971183	6.72	0.0528 ***
b1-2	33.549	21.996907	1.53	17.8
b1-3	32.902	21.996907	1.50	18.5

b2-3	-0.051	0.70037239	-0.07	94.4
b1-2-3	-2.747	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**

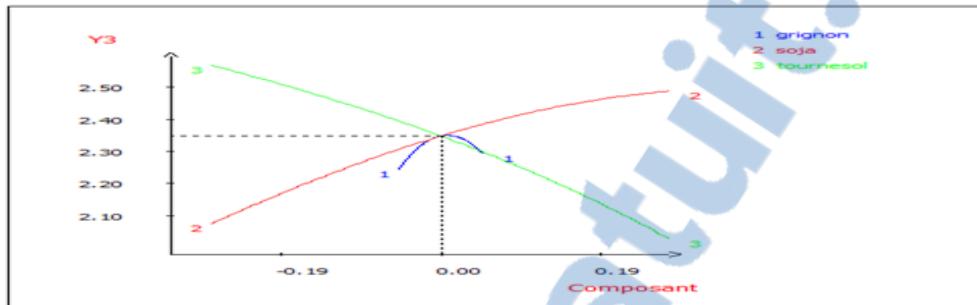


Figure 25 : Etude Graphique des Effets de la réponse Rancissement avant friture.

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 %**

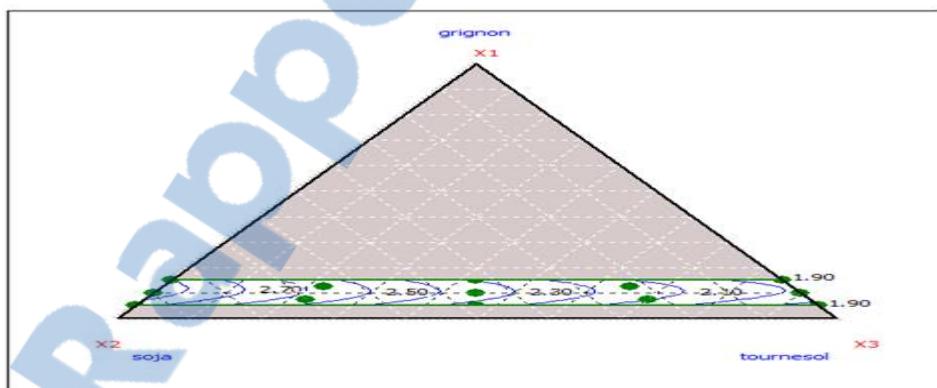


Figure 26 : Représentation graphique en 2D de la variation de la réponse Rancissement avant friture

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

❖ **Composés polaires totaux des mélanges avant friture :**



➤ **L'analyse de la variance pour la réponse Y4 : composés polaires avant friture**

Tableau n°40 : les résultats de l'analyse de la variance en regroupant les différentes sources de variation

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	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**

Tableau n°41: Estimations et statistiques des coefficients

Ecart Type de la réponse	0.095639241
R ²	0.905
R ² ajusté	0.810

Le coefficient de détermination R² 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**

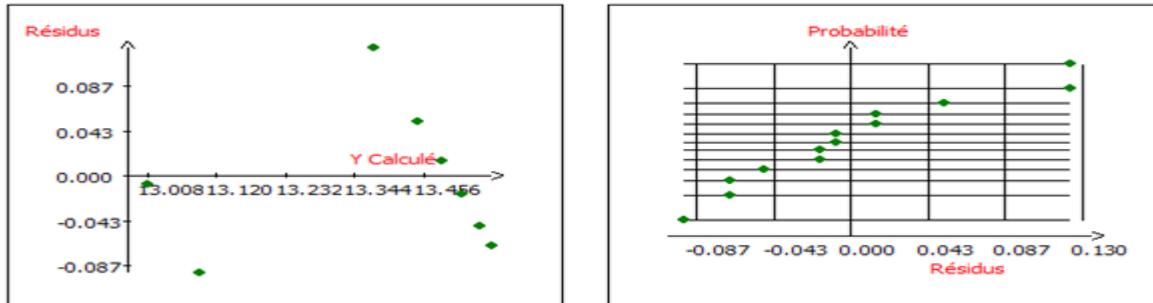


Figure 27 : Etude graphique des résidus de la réponse Composés polaires avant friture.

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°42 : Tableau de signification des coefficients du modèle

Nom	Coefficient	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b1	-78.543	20.049205	-3.92	0.782 **
b2	12.911	0.25940823	49.77	< 0.01 ***
b3	12.911	0.25940823	49.77	< 0.01 ***

b1-2	108.352	24.840596	4.36	0.476 **
b1-3	108.352	24.840596	4.36	0.476 **
b2-3	-0.490	0.79091427	-0.62	55.8
b1-2-3	6.419	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**

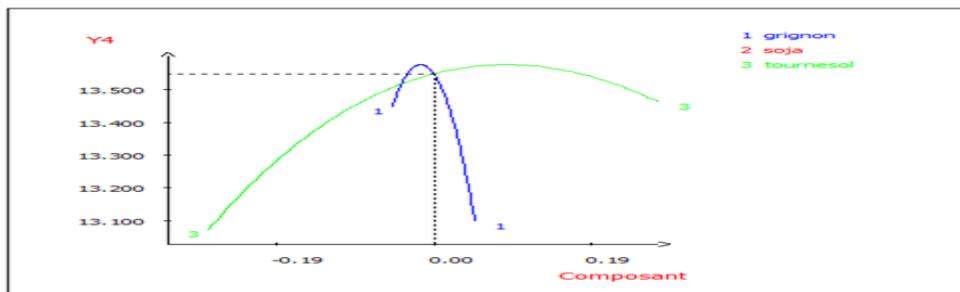


Figure 28 : Etude Graphique des Effets de la réponse Composés polaires avant friture.

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 %**

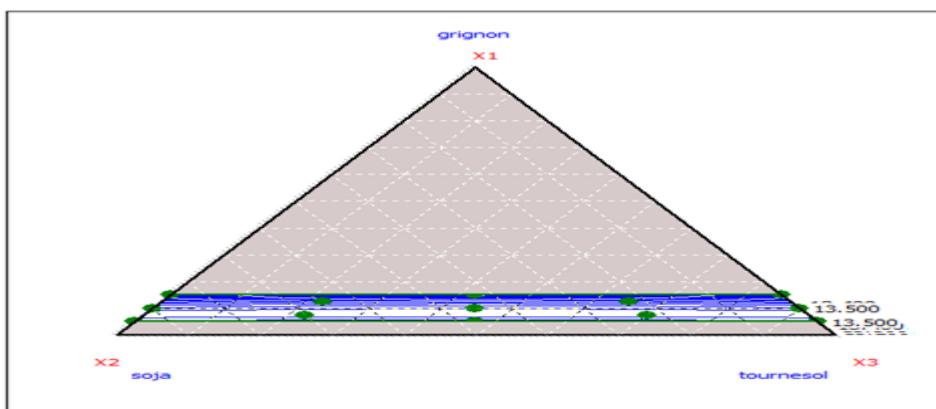


Figure 29 : Représentation graphique en 2D de la variation de la réponse Composés polaires avant friture

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.

❖ **Composés polaires totaux des mélanges après la 1^{ère} friture :**



➤ **L'analyse de la variance pour la réponse Y5 : composés polaires de la 1^{ère} friture**

Tableau n°43: les résultats de l'analyse de la variance en regroupant les différentes sources de variation

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	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**

Tableau n°44: Estimations et statistiques des coefficients

Ecart Type de la réponse	0.07634977
R ²	0.848
R ² ajusté	0.7

Le coefficient de détermination R² 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**

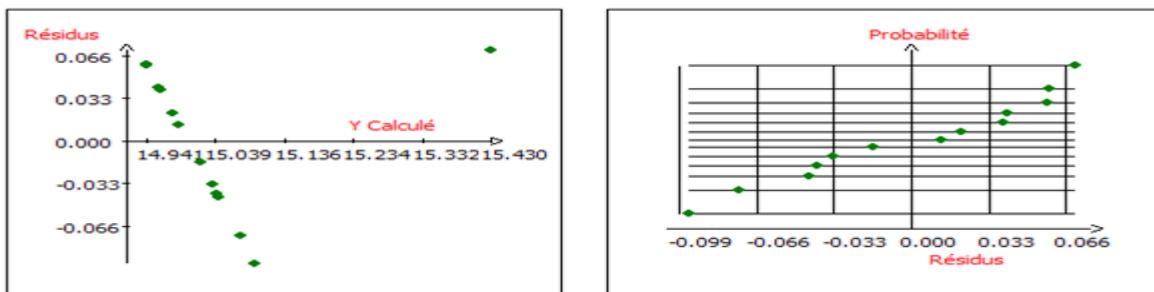


Figure 30 : Etude graphique des résidus de la réponse Composés polaires après la 1^{ère} friture.

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°45 : Tableau de signification des coefficients du modèle

Nom	Coefficient	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b1	40.064	16.005483	2.50	4.63 *

b2	15.283	0.20708821	73.80	< 0.01 ***
b3	15.947	0.20708821	77.00	< 0.01 ***
b1-2	-31.109	19.830498	-1.57	16.8
b1-3	-36.262	19.830498	-1.83	11.7
b2-3	-1.615	0.63139484	-2.56	4.30 *
b1-2-3	12.742	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*

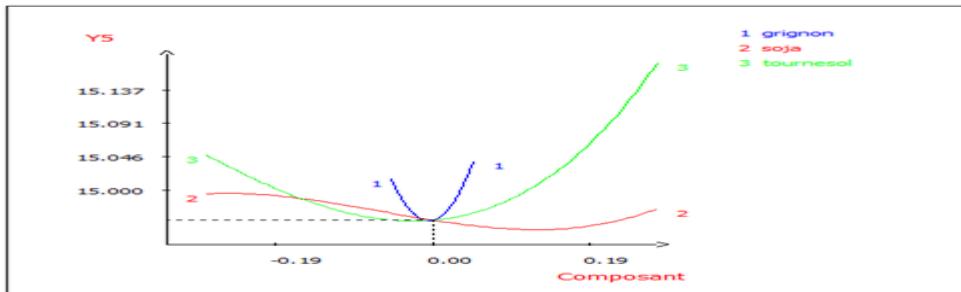


Figure 31 : Etude Graphique des Effets de la réponse Composés polaires après la 1^{ère} friture.

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 %*

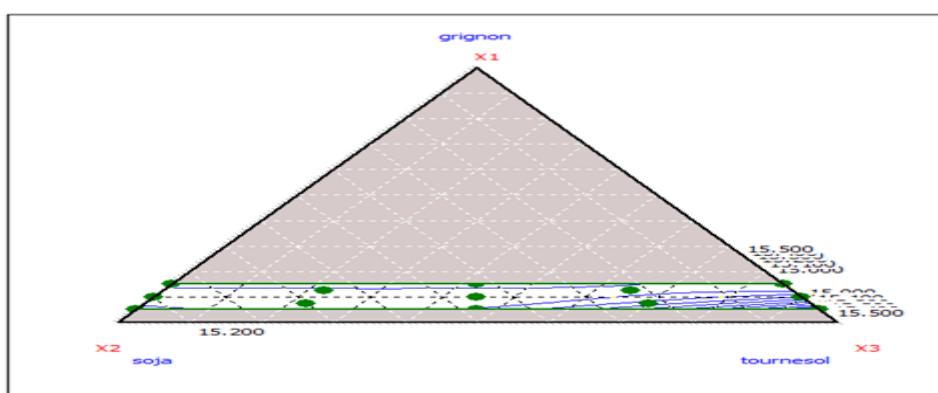




Figure 32 : Représentation graphique en 2D de la variation de la réponse Composés polaires de la 1^{ère} friture

❖ 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

Tableau n°46 : les résultats de l'analyse de la variance en regroupant les différentes sources de variation

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	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*

Tableau n°47: Estimations et statistiques des coefficients

Ecart Type de la réponse	0.1007448
R^2	0.894
R^2 ajusté	0.789

Le coefficient de détermination R^2 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*

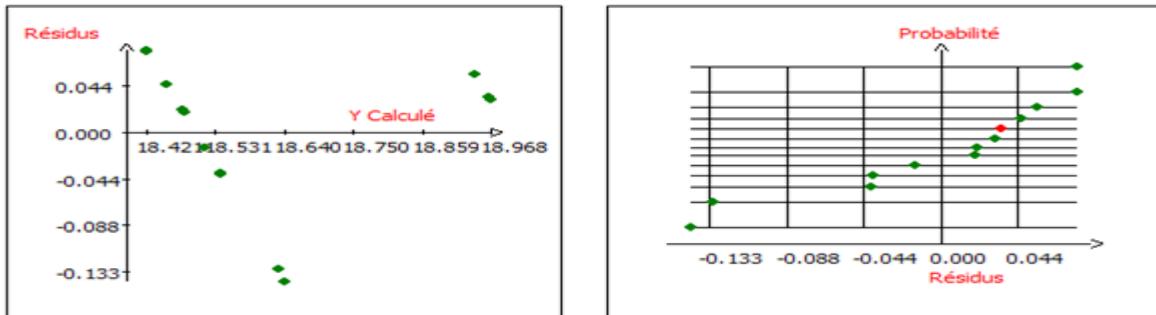


Figure 33 : Etude graphique des résidus de la réponse Composés polaires après la 15^{ème} friture.

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°48: Tableau de signification des coefficients du modèle

Nom	Coefficient	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %

b1	26.300	21.119503	1.25	25.9
b2	18.609	0.27325637	68.10	< 0.01 ***
b3	19.032	0.27325637	69.65	< 0.01 ***
b1-2	-9.591	26.166675	-0.37	72.7
b1-3	-9.051	26.166675	-0.35	74.1
b2-3	-1.059	0.83313608	-1.27	25.1
b1-2-3	-3.032	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**

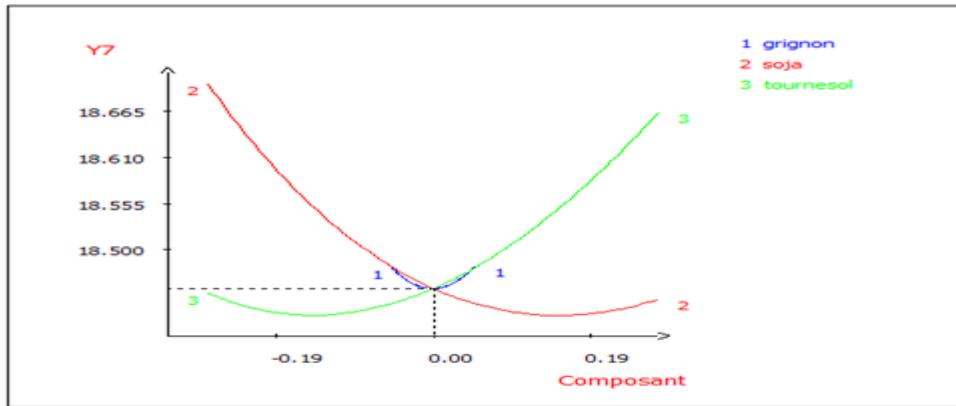


Figure 34 : Etude Graphique des Effets de la réponse Composés polaires après la 15^{ème} friture.

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 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 %.**

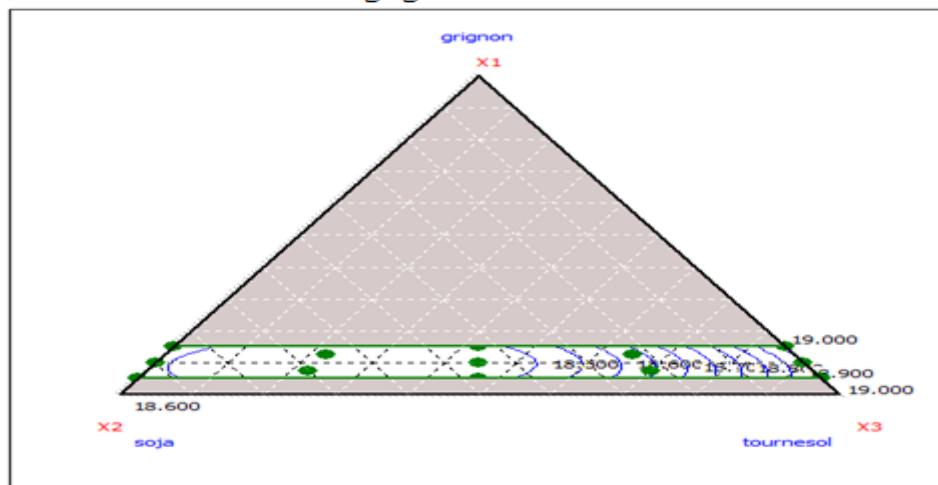


Figure 35 : Représentation graphique en 2D de la variation de la réponse Composés polaires de la 15^{ème}friture.

Conclusion générale

On faisant appel à la fonction de désirabilité, on a limité la zone où on peut travailler et où il y a possibilité de trouver plusieurs mélanges idéaux pour la friture en termes de coût et de qualité.

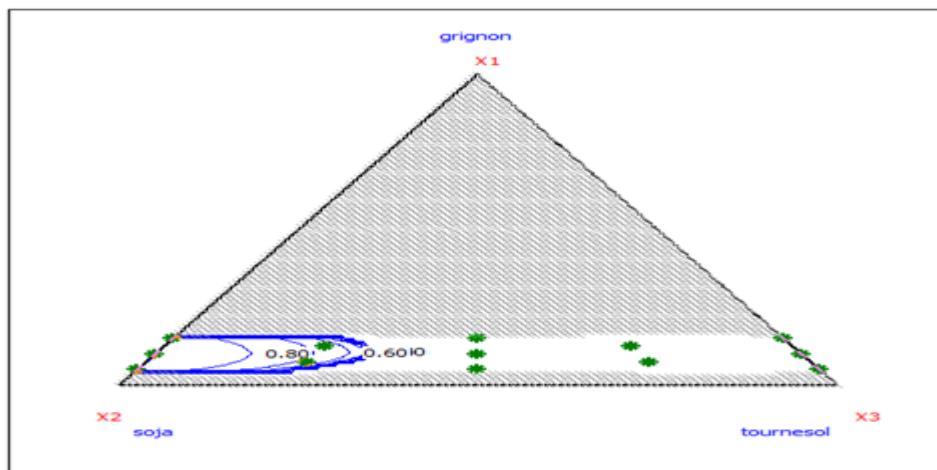


Figure 36 : Représentation graphique en 2D de la zone la réponse où il y a possibilité de trouver plusieurs mélanges idéaux pour la friture.

Tableau n°49 : prix des trois huiles choisies pour réaliser une huile spéciale friture :

Huiles	Prix (DH)
L'huile de soja raffinée (1L)	9 DH
L'huile de tournesol raffinée (1L)	11 DH



L'huile de grignon raffinée (1L)	15 DH
----------------------------------	-------

✓ Le choix de notre huile de friture est porté sur le mélange suivant :

L'huile	Proportion
L'huile de grignon d'olive raffinée	12.2 %
L'huile de soja raffinée	62.7 %
L'huile de tournesol raffinée	25.1 %

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

Paramètres étudiés	Valeur optimale
Indice de peroxyde avant friture (Y1)	2.48±0.10
Indice de peroxyde après 15 fritures (Y2)	6.98±0.57
Rancissement (Y3)	2.54±0.10
Composés polaires totaux avant friture	13.40±0.12
Composés polaires après 1 ^{ère} friture	14.97±0.09
Composés polaires après 15 ^{ème} fritures	18.42±0.12
Coût du produit final (DH)	10.23 (Dh)

Discussion



Discussion

Le problème des huiles de friture a fait couler beaucoup d'encre. Certains nutritionnistes encouragent l'exclusion des produits frits pour promouvoir une alimentation saine.

Le choix d'une nouvelle huile de friture doit satisfaire à de nombreuses exigences. Tout d'abord, le produit devrait être facile à utiliser et devrait maintenir des normes de bonne qualité lors d'une exposition prolongée à des températures élevées.

En tenant compte de la possibilité de formuler une huile de friture respectant les exigences des réglementations en vigueur pour les huiles de friture, nous avons réalisé cette étude comportant 2 volets :

- Dans le 1er volet, nous avons effectué une étude des facteurs de qualité caractéristiques des huiles comestibles notamment les mélanges des huiles qu'on a réalisé pour la friture. Il a englobé : l'acidité libre, la densité, le phosphore total, l'humidité et l'indice de peroxyde.
- Le second volet a consisté en une évaluation des caractéristiques spécifiques de qualité des huiles de friture. Il a englobé : les composés polaires totaux, le rancissement, l'indice de peroxyde et les paramètres organoleptiques afin de trouver le mélange idéal pour la friture.

L'étude des facteurs de qualité des huiles de friture a concerné 10 mélanges des trois huiles (l'huile de grignon d'olive raffinée, l'huile de tournesol raffinée et de l'soja raffinée) à différentes proportion.

L'acidité libre de la plus part des mélanges respecte la réglementation en vigueur pour les huiles de friture qui fixe une valeur maximale de 0.1%, sauf pour les mélanges qui présente une grande proportion de l'huile de grignon d'olive qui se caractérise par une acidité oléique élevée.



Les résultats de l'humidité montrent que tous les mélanges réalisés sont inférieurs à 0.07% valeur maximale admissible par la réglementation. De même les résultats d'indice de peroxyde de tous les mélanges étaient acceptables car la réglementation fixe une valeur maximale de 10 meq O₂/Kg.

Le dosage du phosphore total dans tous les mélanges a révélé qu'il respecte la réglementation en vigueur qui fixe une valeur maximale de 5ppm. De même les résultats de la densité de la majorité des mélanges appartiennent à l'intervalle [0.907-0.924] fixé par la règle.

Stevenson et al. [69] ont suggéré que l'huile de friture idéale devrait avoir un maximum de 0,05-0,08% d'acidité libre, un maximum de 1,0 meq O₂/Kg pour la valeur de peroxyde kg, un minimum de 200 ° C du point de fumée, un maximum de 1,0% d'humidité avec une saveur douce et goût.

L'évaluation des caractéristiques spécifiques de qualité des huiles de friture a concerné 13 mélanges à différents proportions.

La valeur d'indice de peroxyde pour les 13 mélanges est inférieure à 10 meq O₂/Kg la valeur maximale. Cette limite fixée n'a pas été dépassée même après 15 fritures pour tous les mélanges.

Le rancissement, renseigne sur la stabilité à l'oxydation des huiles lorsqu'elles sont exposées à hautes températures. Les résultats de ce paramètre ont montré que l'huile de grignon d'olive raffinée est la plus stable à l'oxydation, suivie par l'huile de soja raffinée et ensuite l'huile de tournesol raffinée.

Le taux des composés polaires totaux est un paramètre chimique qui reflète la dégradation de l'huile de friture à haute température, et est considéré comme l'un des tests les plus importants pour l'évaluation des huiles dégradables. [70] Le pourcentage des composés polaires totaux de tous les mélanges respecte la réglementation en vigueur pour les huiles de friture qui fixe une valeur maximale de 25%. Même la valeur de ces composés polaires après 15 fritures n'a pas dépassé la limite.

Fritch (1981) [71] a indiqué que le pourcentage des composés polaires est considéré comme l'un des indicateurs les plus fiables de l'état de la détérioration de l'huile. Cette dernière déclaration est également soutenue par d'autres chercheurs (Gere, 1982). [72] Comme indiqué par Lalas et Dourtoglou (2003) [73], plusieurs pays européens ont adopté des lois et règlements spécifiques concernant l'huile utilisée dans la friture. De nombreux pays ont fixé un niveau maximum de composés polaires à 25%, tandis que d'autres ont mis en place un intervalle des composés polaires entre 20% et 27%. Billek, Cuhr et Waibel (1978) ont déclaré que toute l'huile chauffée avec $\geq 27\%$ de composés polaires doit être jeté.

Etant donné que les réponses étudiées varient simultanément en fonction des composantes du mélange, il est difficile de chercher un optimum par simple superposition des représentations graphiques de la variation des réponses, aussi nous avons fait appel à la fonction de désirabilité.

Les représentations graphiques de la variation des réponses et la surface de réponse traduisant l'évolution de la fonction de Désirabilité globale, en fonction de la composition du mélange (huile tournesol raffinée, huile de soja raffinée et l'huile de grignon d'olive raffinée), montrent l'existence d'une large zone de compromis. Donc il y a possibilité d'avoir plusieurs mélanges idéaux pour la friture en termes de qualité et de coût.

Notre choix s'est porté sur le mélange suivant :

L'huile	Proportion
L'huile de grignon d'olive raffinée	12.2



L'huile de soja raffinée	62.7
L'huile de tournesol raffinée	25.1



Conclusion, Recommandations et Perspective

Conclusion

Le présent travail a été consacré à l'optimisation de la formulation d'une huile spéciale friture à base d'un mélange de trois huiles raffinées : l'huile de grignon d'olive, l'huile de soja et l'huile de tournesol. La mise en œuvre d'un plan de mélange a permis de déterminer les compositions et les proportions qui assurent deux objectifs essentiels à savoir :

- Obtenir une huile de friture idéale en termes de qualité, qui ne pose pas des risques pour la santé en raison de l'exposition prolongée à des températures élevées.
- Formuler une huile de friture la plus résistante à l'oxydation à la température de friture et avec un coût optimale pour la société.

Toute une zone optimales a été définie où tous les mélanges respectent les réglementations en vigueur pour les huiles de friture et où les contraintes posées par la société en termes de coût et de pourcentage de l'huile de grignon d'olive raffinée à ne pas dépasser dans le mélange.



Ce stage au sein de la société SIOF m'a donné envie de continuer à travailler dans la formulation des produits alimentaires. Travailler pour une entreprise comme celle-ci a également été un plaisir que je serai prête à renouveler, la recherche de l'innovation ainsi que le sentiment de participer activement au développement d'une entreprise étant des éléments moteurs pour ma part.

❖ **Il serait recommandé que :**

- La température programmée de la friteuse ne doit pas dépasser les 180°C et devrait être de préférence entre 160° et 170°C. Des températures plus hautes ne réduisent pas le temps de cuisson, mais provoquent une dégradation plus rapide de l'huile et vont accélérer la formation des acrylamides avec des féculents.
- Afin de ne pas avoir un impact négatif sur le résultat de la friture, la quantité des produits à frire devrait être adaptée au volume d'huile pour éviter que la température ne baisse pas trop et brutalement lors de la friture.
- Après la friture, l'huile devrait être filtrée afin de retirer les particules ainsi qu'une partie de l'huile dégradée et l'eau fixée sur ces particules.
- La surface de l'huile devrait être couverte pendant la non-utilisation de la friteuse, afin de protéger l'huile de l'oxygène, la lumière, la poussière et l'eau. Ceci empêche une dégradation supplémentaire de l'huile par l'oxydation et la photo-oxydation.

Références

bibliographiques

- [1] C. Dobarganes, G. Marquez-Ruiz, Current Opinion in Clinical Nutrition & Metabolic Care, 6, 157 (2003).
- [2] F.A. Aladedunye, R., Przybylski, J. Am. Oil Chem. Soc., 86, 149 (2009).



- [3] S. P. Kochhar: The composition of frying oils. In: Frying –Improving Quality. Ed. J. B. Rossell, Woodhead Publishing Ltd., Cambridge (UK) 2001.
- [4] Clark, W. T. and Serbia, G. W. 1991. Safety Aspects of Frying Fats and Oils. Food Technol., 45: 84-89, 94.
- [5] Tyagi, V. K. and Vasishtha, A. K. 1996. Changes in the Characteristics and Composition of Oils during Deep-fat frying. J. Amer. Oil Chem. Soc., 73: 499-506.
- [6] Innawong, B., Mallikarjunan, P. and Marcy, J.E. 2004. The Determination of Frying Oil Quality Using a Chemosensory System. Lebensm Wiss u Technol., 37: 35-41.
- [7] P. J. White: Methods for measuring changes in deep-fat frying oils. Food Technol. 1991, 45, 75–79.
- [8] E. Tabee, S. Azadmard-Dimirchi, M. Jagerstad, P.C. Dutta, J. Am. Oil Chem. Soc., 85, 857 (2008).
- [9] C. Gertz, S. Klostermann, S.P. Kochhar, Eur. J. Lipid Sci. Techn., 102, 543 (2000).
- [10] C.V. Fritsch, J. Am. Oil Chem. Soc., 58, 272 (1981).
- [11] Čmolík J, Pokorný J, Doležal M, Svoboda Z. Geometrical isomerization of polyunsaturated fatty acids in physically refined rapeseed oil during plant-scale deodorization. Eur J Lipid Sci Technol 2007;109:656–62.
- [12] Dion M, « Matériaux de contactologie», Collège Edouard Montpetit :CCDM, 2010.
- [13] Berset C, Cuvelier ME. Méthodes d'évaluation du degré d'oxydation des lipides et de mesure du pouvoir antioxydant. Science des Aliments 1996 ; 16 : 219-45.
- [14] Ringuette S. (1999). Études des triglycérides et de leurs mélanges par calorimétrie et diffraction des rayons X. Faculté des études supérieures de l'Université Laval.
- [15] Brisson G.J. (1982). In : « Corps gras alimentaires et autres composés lipidiques : la signification des mots ». Lipides et nutrition humaine. Ed : Les presses de l'université Laval. 10-12.
- [16] KARLESKIND A. Manuel des corps gras. Edition : Lavoisier Tec et Doc, Tome 1 et 2, Paris, 1992.
- [17] Siret C. (2004). Les composants chimiques des produits alimentaires. Dans : Techniques de l'ingénieur, traité de Génie des procédés. F 1 010. 19p.
- [18] J.P. WOLF, "Manuel des corps gras", A. KARLESKIND - éd, Lavoisier Paris(1992)
- [19] WOLFF (J.P.)."Manuel d'analyse des corps gras".Paris,Azoulay,1968:517p.
- [20] G.S.JAMIESON, «The chemistry, production and utilizations of vegetable fats and oils for edible medicinal and technical purposes», American Chemical Society Monograph Series, 1932
- [21] Alasalvar, C. Shahidi, F. Ohshima, T. Wanasyundara, U. Yurttas, H.C. Liyanapathirana, C.M. Rodrigues, F.B. (2003) Turkish Tumbul Hazelnut. 2. Lipid characteristics and oxidative stability. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 51: 3797-3805.
- [22] Pr. A. Raisonnier. Lipides et lipoprotéines, Objectifs au cours de Biochimie PCEM2 Biochimie Métabolique et Régulations 2003-2004.
- [23] Moreira, R.G.; Sun, X. and Chen, Y. (1997): Factors affecting oil uptake in tortilla chips in deep-fat frying. J. Food Eng. 31: 485-498.
- [24] V. K. Tyagi, V. K. and Vasishtha A. K. (1996). Changes in the characteristics and composition of oils during deep-fat frying Journal of the American Oil Chemists' Society 73 (4): 499-506.
- [25] Saguy I.S., Dana D., 2003, Integrated approach to deep fat frying: engineering, nutrition, health and consumer aspects, Journal of Food Engineering, 56; pp. 143-152.
- [26] Richardson, T., & Finley, J. W. (1985). Chemical changes in food during processing. Wesport, Connecticut: AVI Publishing Company, INC.



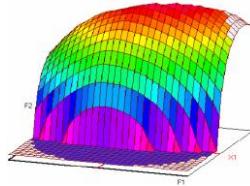
- [27] Alvarez MD, Morillo MJ, Canet W. Characterization of the frying process of fresh and blanched potato strips using response surface methodology. *Eur Food Res Technol* 2000 ; 211 : 326-35.
- [28] DELAGOUTTE, Christian. « Huiles de friture et dangers », La Cuisine Collective, no 205, 2007, p. 58-60.
- [29] Alexander, J. C.; Valli, V. E.; Chanin, R. E. Biological observations from feeding heated corn oil and heated peanut oil to rats. *J. Toxicol. Environ. Health* 1987, 21, 295-309.
- [30] Ziaifar Aman Mohammad, 2008, Oil absorption during deep-fat frying : mechanisms and important factors, Industries des Sciences et Industries du Vivant et de l'Environnement (Agro Paris Tech), Thèse doctorale, 155 pages.]
- [31] Bouchon Pedro, 2009, Understanding Oil Absorption During Deep-Fat Frying, Advances in Food and Nutrition Research, Volume 37, Chapter 5, pp. 209-234.
- [32] Clark, W. L.; Serbia, G. W. Safety aspects of frying fats and oils. *Food Technol.* 1991, 45, 84-89, 94.
- [33] Rimac-Brncic S, Lelas V, Rade D, Simundic B. Decreasing of oil absorption in potato strips during deep fat frying. *J Food Eng* 2004 ; 64 : 237-41.
- [34] Evrard J, Pagès-Xatard-Pares X, Argenson C, Morin O. Procédés d'obtention et compositions nutritionnelles des huiles de tournesol, olive et colza. *Cah Nutr Diét* 2007;42: 1S13-1S23.
- [35] Kristott J. High-oleic oils – how good are they for frying? *Lipid Technology* 2003;3:29-32.
- [36] Carre P, Dartenuc C, Evrard J, Judd A, Labalette F, Raoux R, et al. Frying stability of rapeseed oils with modified fatty acid compositions. 11th International Rapeseed Congress, Copenhagen, 06-10 july 2003. 2003;2:540-3
- [37] Monoj K. Gupta, Warner K, Pamela J. White. Frying technology and practices. Ed AOCS press. c2004.
- [38] Warner K. Chemical and physical reactions in oil during frying. *Frying Technology and Practice* 2:16-28 (2004).
- [39] Warner K. (2002). Chemistry of frying fats. In: Akoh CC and Min D.B. (eds), *Food Lipids: Chemistry, Nutrition and Biotechnology*. New York: Marcel Dekker, pp. 167-18
- [40] Nawar, W.W. (1996). Lipids. In: Fennema, O.R. (Ed.) *Food Chemistry*. (3th edition). Marcel Dekker. Inc. New York. USA. 225-319.0.
- [41] German, J.B. and Kinsella, J.E. (1985) Lipid oxidation in fish tissue. enzymatic initiation via lipoxygenase. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 33 680-683
- [42] Gray, J.I. (1978) Measurement of lipid oxidation: a review. *Journal of the American Oil Chemists Society* 55 539-545.
- [43] Tseng Y-C, Moreira RG, Sun X. 1996. Total frying use time effects on soybean oil deterioration and on tortilla chip quality. *Intl J Food Sci Technol* 31:287-94.
- [44] Perkins, E.G. (2006). Volatile odor and flavor components formed in deep frying. In: Erickson, M.D. (Ed.) *Deep Frying; Chemistry, Nutrition and Practical Applications*. AOCS Press, Urbana, IL. 51-56.]
- [45] Naz, S., Siddiqi, R., Sheikh, H., Sayeed, S.A. (2005). Deterioration of olive, corn and soybean oils due to air, light, heat and deep-frying. *Food Research International*. 38: 127-134.
- [46] David, P. (1970). Chemical analysis of foods. 6th Edition. MSC. Lond.A. Churchill. London. 514- 515
- [47] Hamilton, R.J. (1994). The chemistry of rancidity in foods. In: Allen JC, Hamilton, R.J, editors. *Rancidity in foods*. 3rd ed. London: Blackie Academic & Professional. 1-2



- [48]Baileys (2005). Industrial oil and fat products. Sixth edition. Six VolumeSet. Edited by Fereidoon Shahidi. Copyright, John Wiley & Sons, Inc: 243-282.]
- [49] Wagner, K. H and Elmadfa, I. (2000). Effects of tocopherols and their mixtures on the oxidative stability of olive oil and linseed oil under heating. European Journal of Lipid Science and Technology. 102: 624-629.] & [Wagner, K. H., Wotruba, F and Elmadfa, I. (2001). Antioxidative potential of tocotrienols and tocopherols in coconut fat at different oxidation temperatures. European Journal of Lipid Science and Technology. 103: 746-751.
- [50] Frank D. Gunstone. Vegetable Oils in Food Technology. Composition, Properties and Uses. Second Edition. 2011. A John Wiley & Sons, Ltd., Publication, 369 pages.
- [51] CODEX STAN 19. (1999). Norme codex pour les graisses et les huiles comestibles non visées par des normes individuelles CODEX STAN 19-1981 (rév. 2- 1999). 1-5.
- [52] Bockisch, M. (1998) Fats and Oils Handbook, AOCS Press, Champaign, IL.
- [53] CODEX STAN 33-1981. Norme codex pour les huiles d'olive et les huiles de grignons d'olive CODEX STAN 19-1981. Révision : 1989, 2003, 2015. Amendement : 2009, 2013.
- [54] « Additifs et auxiliaires de fabrication dans les industries agro-alimentaires. Collection sciences et techniques » JL Multon , collection sciences et techniques, paru en 1992.
- [55] Antolovich, M.; Prenzler, P. D.; Patsalides, E.; McDonald, S.; Robards, K., Methods for testing antioxidant activity. Analyst 2002, 127, (1), 183-198.
- [56] McClements, D. J.; Decker, E., Lipids. In Fennema's Food Chemistry, Fourth ed.; Damodaran, S.; Parkin, K.; Fennema, O. R., Eds. CRC Press: New York, 2007.
- [57] Boskou D. 1988. Stability of frying oils. In: Varela G, Bender AE, Morton ID, editors. Frying of food: principles, changes, new approaches. New York: VCH Publishers.
- [58] Choe, E.; Min, D. B., Mechanisms of Antioxidants in the Oxidation of Foods. Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety 2009, 8, (4), 345-358. p174-82.
- [59] FAO/OMS. CODEX STAN 16/48/7. Norme codex pour Les Additifs alimentaires. Quarante-huitième session. Xi'an, Chine, 14-18 mars 2016.
- [60] David Firestone, Worldwide regulation of frying fats and oils, Journal of Food Engineering, UD. Food and Drug Administration, Washington, INFORM. Vol. 4. 00.12. (Decembef 1993).
- [61] Formo, M.W. (1979) Physical properties of fats and fatty acids, in Bailey's Industrial Oil and Fat Products, vol. 1 (ed. D. Swern), 4th edn, John Wiley & Sons, Inc., New York, pp. 177-232.
- [62] NDEYE A. K. (2001). Etude de la composition chimique et de la qualité d'huiles végétales artisanales consommées aux SÉNÉGAL. Thèse pour l'obtention du grade de docteur en pharmacie
- [63] Lawson, H.W. 1985. Standards for fats & oils. Westport, CT: AVI.
- [64] J. MARTINEZ-HERRERA, J. P. SIDDHURAJU, G. FRANCIS, G. DAVILAORTIZ, K. BECKER; Food Chemistry, (2006) 96, 80-89;
- [65] Arroyo, R.; Cuesta, C.; Garrido-Polonio, C.; Lopez-Varela, S.; Sanchez-Muniz, F. J. High-performance size-exclusion chromatographic studies on polar components formed in sunflower oil used for frying. J. Am. Oil Chem. Soc. 1992, 69, 557-563.
- [66] Rialland.J.P (1972). « Proposition d'amélioration du test accéléré d'oxydation. Application aux suifs de bœuf », Rev ,Fse Corps gras 1 : 37-42.
- [67] GOUPY Jacques. "Plans d'expériences : les mélanges". Dunod. Paris. 285 pages. (2000). ISBN 2 10 004218 1.
- [68] CORNELL John A «Experiment with Mixtures» John Wiley and Sons. New-York. (1981)
- [69] Stevenson SG, Vaisey-Genser M, Eskin NAM. 1984. Quality control in the use of deep frying oils. J Am Oil Chem Soc, 61, 1102-1108. Discussion



-
- [70] Bhattacharya, A. B., Sajilata, M. G., Tiwari S. R. and Singhal, R. S. 2008. Regeneration of thermally polymerized frying oils with adsorbents. *Food Chemistry* 110:562-570. Discussion
 - [71] Fritch, C.W. 1981. Measurements of frying fat deterioration: A brief review. *Journal of the American Oil Chemists Society* 58: 272-4.
 - [72] Gere, A. 1982. Studies of the changes in edible fats during heating and frying. *Die Nahrung* 26: 923-32.
 - [73] Lalas, S., and V. Dourtoglou. 2003. Use of rosemary extract in preventing oxidation during deep fat frying of potato chips. *Journal of the American Oil Chemists' Society* 80: 579-83.



Master ST CAC Agiq

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

Nom et prénom: Chahbi Meryeme

Année Universitaire : 2015/2016

Titre: Formulation d'une huile spéciale friture à base d'un mélange de trois huiles à l'aide des plans de mélange.

Résumé

La formulation d'une nouvelle huile spéciale friture doit satisfaire à de nombreuses exigences. La facilité d'utilisation du produit et la maintenance des normes de bonne qualité lors d'une exposition prolongée à des températures élevées.

Le présent travail a pour objectif la recherche d'une formule optimale d'une huile de friture à base d'un mélange de trois huiles végétales raffinées: l'huile de grignon d'olive, l'huile de soja et l'huile de tournesol. L'optimisation de la composition de cette huile de friture a été réalisée en mettant en œuvre un plan de mélanges. Nous avons étudié l'influence de la variation des proportions des trois composantes (huile de grignon d'olive, huile de soja et huile de tournesol), sur les facteurs de qualité des huiles alimentaires, principalement les propriétés spécifiques des huiles de friture à savoir: l'indice de peroxyde, l'acidité, le rancissement, et les composés polaires totaux.

L'huile de friture idéale devrait avoir, un pourcentage des composés polaires totaux inférieur à 25%, Un rancissement élevé, une valeur d'indice de peroxyde ne dépassant pas 10 meq O₂/Kg, et une acidité libre inférieure à 0.1%.

Cette étude a permis de trouver un compromis assurant à la fois l'obtention d'une huile de friture idéale en termes de qualité, qui ne pose pas des risques pour la santé, plus résistante à l'oxydation à la température de friture et avec un coût acceptable pour la société. Toute une zone optimale a été définie où tous les mélanges respectent les réglementations en vigueur pour les huiles de friture. On a choisi un mélange appartenant à cette zone et qui présente les proportions suivantes :

- L'huile de grignon d'olive raffinée : 12.2%
- L'huile de soja raffinée : 62.7 %
- L'huile de tournesol raffinée : 25.1 %



Mots clés: huile de friture, Plan de mélange, composés polaires totaux, dégradation de l'huile, friture.