

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université A. MIRA - Bejaïa

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département de Sciences Alimentaires
Spécialité Sciences des Corps Gras



Réf :

Mémoire de Fin de Cycle
En vue de l'obtention du diplôme

MASTER

Thème

**Suivi de l'altération d'une huile végétale
raffinée « Labelle » au cours des fritures
répétées et valorisation**

Présenté par :

M^{elle} OUZZANI Fariza & M^{elle} OUKIL Miassa

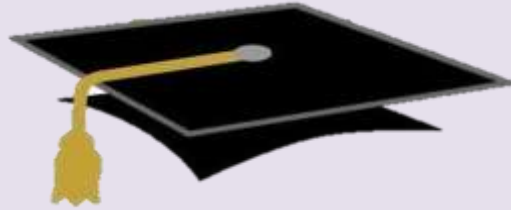
Soutenu le : **07/07/2022**

Devant le jury composé de :

M. TAMENDJARI Abderezzak
M. CHIKHOUNE Amirouche
Mme. BOUBCHIR Ladj Kahina

Professeur Président
MCA Promoteur
MAA Examinatrice

Année universitaire : 2021 / 2022



Remerciements

Nous tenons à remercier le bon dieu de nous avoir donnés le courage et qui nous a accordé santé, volonté pour mener à terme ce modeste travail.

Nous voudrions exprimer nos vives gratitudees et nos sincères remerciements à :

*Notre promoteur **M. CHIKHOUNE Amirouche**, pour avoir accepté de nous encadrer et de nous diriger, et pour nous avoir permis de bénéficier de ses conseils éclairés tout au long du développement de notre travail.*

*Nos remerciements les plus sincères vont au chef de service de laboratoire **Mme DJAFRI .K**, qui nous a donné la chance d'effectuer notre stage pratique au sein de l'unité, également à toute l'équipe du laboratoire de l'entreprise « **zahira ,Ferhat, wassila, kamelia et aazib** » pour leur patience, leurs encouragements, leur conseils et leur disponibilité tout au long de la réalisation de ce travail*

*Nous n'omettrions pas de remercier le directeur de l'entreprise Mr **Yahiaoui** de nous avoir ouvert les portes de son entreprise afin de pouvoir finalise notre travail.*

*Nos plus vifs remerciements sont destinés aux membres du jury, le professeur **M. TAMENDJARI. A** et maitre de conférence **Mme. BOUBCHIR. K** d'avoir accepté d'évaluer notre travail, qu'on dédie à toute la promotion 2^{ème} années master Sciences alimentaire (**sciences des corps gras**).*

Enfin, on 'adresse nos remerciements les plus sincères à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la concrétisation de ce travail.





Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

La mémoire de mon très cher père qui nous a quitté très tôt, mais qui restera toujours vivant dans mon cœur, que dieu lui ouvre les portes du paradis.

Ma très chère mère qui m'a toujours soutenue et aidé tout au long de mes études et qui m'a permis de devenir la personne que je suis. Que dieu te protège.

Mes frères Mouloud, Fayçal et Abdel-djaouad.

Mon cher marie Sofiane et mes deux petite filles Nélia et Céline à qui je dois offrir ma réussite ; ainsi toute la famille

Mes cousins et cousines

Celle avec qui j'ai partagé mon travail «Miassa» et sa famille; Tous mes ami(e)s et à tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin à réaliser ce travail sans exception.

Tous les êtres qui me sont chers.

Ouzzani Fariza





Dédicaces

Avec l'aide de dieu.

J'ai trouvée en moi la force et la volonté de suivre ce chemin de ma vie qui m'a amené devant vous aujourd'hui.

Je dédie ce travail à :

Mon très cher père : Mr OUKIL Djilali

A mon très cher petit frère : Kousseila

A la mémoire de ma mère GUEDDOUCHE Zoulikha et ma grand-mère

Qui auraient été tellement fières de voir cet instant.

« Que leurs âmes reposent en paix amen. »

A une personne très chère M.S

A mes tantes et mes oncles

A mes amies

A mon binôme « Fariza » avec celle que j'ai partagé mon parcours universitaire je te remercie pour tous ces moments inoubliables, son mari « Sofiane » et ses filles « N'élia et Céline »

OUKIL Miassa



Liste des abréviations

CO.G.B. La Belle : Corps Gras De Bejaia La Belle.

SPA : Société par action.

S.I.A.N : Société Industrielle de l'Afrique de Nord.

SO.GE.D.IA : Société de Gestion et de Développement des Industries Alimentaires.

E.N.C.G : Entreprise Nationale des Corps Gras.

NA : Norme Algérienne.

ISO : Organisation internationale de normalisation.

IP : Indice de peroxyde.

Is : Indice de Saponification.

AV : Indice Anisidine.

TCP : Composés polaires totaux.

PET : le polyéthylène téréphtalate.

Liste des tableaux

Tableau I: Principales constantes physico-chimiques de l'huile de soja.....	4
Tableau II: Étiquetage de l'emballage de l'huile.....	16
Tableau III: Conditions expérimentales des essais de fritures.	18
Tableau IV: Analyses effectuées sur l'huile finie.	20
Tableau V: Essais de savons réalisés à base d'huile de friture usagée.....	26
Tableau VI: Quantités utilisées dans la préparation des échantillons de savon.	27
Tableau VII: Analyse effectuée sur l'huile finie "LaBelle".	30
Tableau VIII: Observations notées lors des fritures réalisées avec l'huile végétales de soja "LaBelle"	34
Tableau IX: Indices physico-chimique des bains de fritures.....	35
Tableau X: Indice de saponification pour le bain d'huile fraîche et le bain de friture.....	43
Tableau XI : Potentiel hydrogéné (pH) de l'échantillon comparé à un témoin.	45
Tableau XII: Teneur en humidité du savon élaboré comparé à un témoin	45
Tableau XIII: Teneur en alcali libre de l'échantillon comparé à un témoin.....	48

Liste des figures

Figure 1: Diagramme de raffinage des huiles végétales.	4
Figure 2: Schéma du procédé de friture.	6
Figure 3: Réactions d'altération des huiles dans un bain de friture sous l'effet de la chaleur.. .	9
Figure 4: Collecte des huiles alimentaire de friture usagées.....	13
Figure 5: Photographie prise sur la Pomme de terre utilisée dans l'étude	16
Figure 6 : Les batonnets de pomme de terre (photo originale).	17
Figure 7: Friteuse électrique (photo originale).....	18
Figure 8 : Les échantillons d'huile prélevées au cours des fritures (photo original).....	19
Figure 9: Photographie de l'appareil Testo 270	23
Figure 10: Frites obtenus au 1 ^{er} bain de friture (photo originale).	31
Figure 11: Friture de 5 ^{ème} et 10 ^{ème} bain de friture (photo originale).	32
Figure 12: Frites des 15 ^{ème} et 20 ^{ème} bains de friture (photo originale).....	32
Figure 13: Huile fraiche, huile du 1ere bain et du 5 ^{ème} bain friture (photo originale)......	33
Figure 14: Huile des 10 ^{ème} , 15 ^{ème} et 20 ^{ème} bain de friture (photo originale).	33
Figure 15: Evolution de l'indice de peroxyde des échantillons prèlevés lors du processus de friture.....	36
Figure 16: Evolution de l'indice d'acidité des échantillons prèlevés lors du processus de friture.....	37
Figure 17: Evolution de la couleur des échantillons prèlevés lors du processus de friture. ..	38
Figure 18: Evolution des composés polaires des échantillons prèlevés lors du processus de friture.....	40
Figure 19: Evolution d'indice d'anisidine des échantillons prèlevés lors du processus de friture.....	41
Figure 20 : Résultat de l'indice TOTOX	42
Figure 21: Photographie et caractéristique des savons réalisés.....	44
Figure 22: Photo du test pouvoire moussant du savon élaboré et d'un témoin.	46
Figure 23: Analyse du pouvoire moussant de notre savon comparé à un temoin.....	47

Table des matières

Table des matières

Liste des abréviations

Liste des tableaux

Liste des figures

Introduction 1

Synthèse de données bibliographiques

I-Huile végétale

I.1.Huile de soja 3

I.2. Composition chimique 3

I.3.Procédé de raffinage..... 4

I.4. Intérêt nutritionnel 5

II-Procédé de friture

II.1. Définition..... 6

II.2. Types de friture..... 7

 II.2.1. Friture plate 7

 II.2.1. Friture profonde..... 7

II.3. Choix de l'huile de friture..... 7

II.4. Facteurs influençant le processus de friture..... 8

II.5. Modifications de l'huile et de l'aliment au cours des fritures 8

 II.5.1. Modification au sein de l'huile 8

 II.5.2. Modification au sein de l'aliment frit 9

II.6. Principales transformation physiques et chimiques des huiles au cours de la friture
profonde 10

 II.6.1. Réactions d'oxydation..... 10

 II.6.2. Réactions de polymérisation 10

 II.6.3. Réactions d'hydrolyse 10

II.7. Aspect règlementaire d'huile de friture 10

III-Valorisation de l'huile usagée

III. Valorisation de l'huile usagée 12

III.1. L'huile de friture	12
III.2. Composition	12
III.3. Valorisation	12
III.3.1. Définition	12
III.3.2. Collecte sélective	12
III.3.3. Méthodes de valorisation des huiles usagées	14
III.3.4. Domaine lipo-chimique (savon et détergents)	14

Partie Expérimentale

1-Matériel et méthodes

I.1. Objectif de l'étude.....	15
I.1.1- Choix de l'huile.....	15
I.1.2- Choix de l'aliment.....	16
I.1.3- Procédure de friture.....	17
I.1.4. Echantillonnage d'huile de friture	19
I.2- Méthodes d'analyses.....	19
I.2.1. Analyses physico-chimiques de l'huile fini de soja « labelle ».....	19
I.2.2. Analyses sur l'huile de friture	20
I.3. Fabrication et analyse du savon	26
I.3.1. Fabrication du savon	26
I.3.2. Analyse physico-chimique de savon	27

2-Résultats et discussion

I.1. Analyses physico-chimiques de l'huile finie	30
II. Résultats des analyses de l'huile de friture.....	31
II.1. Évolution de l'aspect des bains de friture et des frites préparées (caractères organoleptiques)	31
II.2. Evolution des indices physico-chimiques	35
II.2.1. Évolution d'indice de peroxyde.	36
II.2.3. Évolution de l'acidité oléique	37

II.2.4. Evolution de la couleur	38
II.2.5. Évolution du taux de composés polaires.....	39
II.2.6. Évolution d'indice d'anisidine	41
II.2.7. Évolution de l'indice de saponification	43
III. Résultat de l'analyse du savon.	44
III.1.pH	45
III.2. Taux d'humidité	45
III.3.Pouvoir moussant	46
III.4. Teneur en alcali libre	47
Conclusion et perspectives.....	49

Références bibliographiques

Annexes

Introduction

Introduction

Les huiles végétales représentent un vaste ensemble très varié de corps gras d'origine, de composition, de qualité et de goûts différents. Celles-ci sont présentées selon leurs caractéristiques physico-chimiques, leur mode de fabrication, leur composition en acides gras, en vitamines, en composés mineurs, leur intérêt nutritionnel et leurs usages (Lecerf, 2011).

Les huiles végétales raffinées sont des sources privilégiées d'une part de macronutriments essentiels, notamment en acide linoléique « oméga6 » et en acide alpha linoléique « oméga3 » et micronutriments tels que la vitamine E et les phytosterols d'autre part. Cependant, la préservation de ces nutriments au cours des opérations culinaires dépend des conditions employées (Combea *et al.*, 2010).

La friture fait partie des procédés thermiques utilisés pour la transformation et la conservation des aliments, tout en leur conférant des caractéristiques sensorielles et organoleptiques de couleur, saveur, texture et le goût sont profondément appréciés par les consommateurs (Kansci, 2010).

Lors des fritures répétées et d'utilisation à haute température, les triglycérides de l'huile sont transformés en produits volatils à chaîne courte. Ces changements de composition modifient les propriétés physicochimiques de cette huile n'affectent pas non seulement ses propriétés techniques, mais aussi ses qualités nutritionnelles et organoleptiques (Poisson, 2003).

L'étude de la valeur nutritionnelle et de la toxicité des huiles chauffées est une discipline à ce jour, de nombreux chercheurs se sont concentrés sur le fait que les changements dans l'huile pendant la friture entraînent une altération des propriétés sensorielles et une valeur nutritionnelle réduite, mais également des risques accrus pour la santé (Ranalli *et al.*, 2003).

Les huiles de friture ont fait l'objet de nombreuses recherches ; celles-ci sont motivées par les risques alimentaires associés à leur consommation. Il a été admis qu'une consommation excessive de l'huile thermo-oxydées est potentiellement cancérigène (Chevaussus, 2002 ; Vitrac *et al.*, 2003).

C'est dans ce cadre que s'inscrit notre travail, qui est une contribution au suivi de l'altération d'une huile végétale raffinée "labelle" au cours de 20 cycles de fritures répétées. Le but de

notre travail consiste à valoriser cette huile de friture usagée par un essai de fabrication d'un savon de toilette de qualité.

*Synthèse de données
bibliographiques*

Huile végétale

Généralités

Les huiles sont composées des acides gras (AG) avec des structures chimiques différentes l'une de l'autre. Elles sont composées principalement de triglycérides (TG) trois acides gras (3AG), soit les acides gras saturés (AGS), soit les acides gras insaturés (AGI) ou acide gras mono insaturé (AGMI) et acide gras polyinsaturé (AGPI). Les huiles sont liquides à 15°C, tandis que les matières grasses (MG) sont plus ou moins solides à cette température (Lecerf, 2011). Les huiles proviennent soit des fruits (olive et palme), soit des graines oléagineuses (arachide, soja, tournesol, etc.) (Apfelbaum *et al.*, 2009).

I.1. Huile de soja

L'huile de soja est quantitativement l'une des ressources les plus importantes en huile fluide alimentaire dans le monde (Apfelbaum *et al.*, 2009). Elle se distingue par son léger goût caractéristique et sa couleur jaune plus ou moins foncée. L'huile de soja est riche en acide oléique, en acide linoléique et en vitamine E (115 mg/100g de l'huile). Elle contient aussi de l'acide α -linoléique (5 à 8 %), ce qui limite son utilisation comme huile de cuisson ou de friture (Mazoyer, 2002).

I.2. Composition chimique

Les huiles végétales sont essentiellement constituées de triglycérides (99%), eux-mêmes composés d'acides gras et de glycérol. Le 1% restant se compose de phosphatides, de lipides complexes, de constituant non triglycérique comme les vitamines liposolubles (A, D, E, K) et les phénols (Morin *et al.*, 2012).

D'après Borg et Reber (2004), l'huile de soja est riche en acides gras insaturés, les plus fréquents rencontrés sont : l'acide oléique (C18 :1), l'acide linoléique (C18 :2) et l'acide linoléique (C18 :3). Il est donc pauvre en acides gras saturés, tels que : l'acide palmitique (C16 :0) et l'acide stéarique (C18 :0).

Les principales caractéristiques physico-chimiques de l'huile de soja sont indiquées dans le tableau I.

Tableau I: Principales constantes physico-chimiques de l'huile de soja (Codex- Alimentarius, 1992)

Caractéristique	Valeur
Densité relative (20°C /eau à 20°C)	0,919-0,925
Indice de réfraction à 20°C	1,466- 1,470
Indice d'iode (g d'I2/100g huile)	120- 143
Indice de saponification (mg KOH/g huile)	189- 195
Insaponifiable (g/Kg d'huile)	Max 15

I.3.Procédé de raffinage

Le raffinage est une série de traitements effectués sur l'huile brut, dont le but est de séparer les différentes "impuretés" ou composés "indésirables" des substances précieuses afin d'obtenir une huile de la qualité et bien conservée et permet sa transformation ultérieure dans l'industrie agroalimentaire. Il s'agit de proposer aux consommateurs des huiles raffinées qui répondent à leurs attentes (huile claire, légèrement teintée, plate de bon goût et stable). (Atmani et Zermani, 2007). La figure 1 illustre un diagramme des étapes de raffinage des huiles végétales.

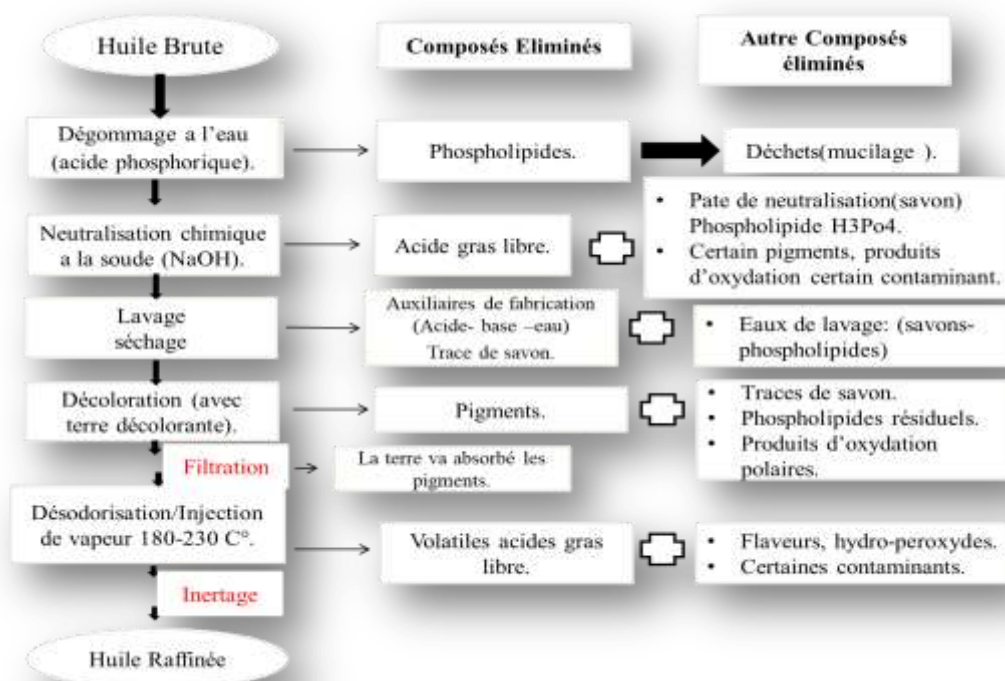


Figure 1: Diagramme de raffinage des huiles végétales (Devilleers *et al.*, 2010).

I.4. Intérêt nutritionnel

Comme toutes les huiles végétales, l'huile de soja est sans cholestérol, faible en acide gras saturé (AGS) et riche en acide gras insaturés (AGI) nécessaires à l'organisme. Elle adoucit, anti-eczémateuse et protège l'épiderme. Elle a une valeur nutritive grâce à l'apport de vitamine E, qui est très bénéfique pour la peau et ses irritations (Labouret, 2005).

L'huile de soja fournit une combinaison unique de deux acide gras (AG), en l'occurrence les omégas 3 et les omégas 6, qui ont des effets bénéfiques sur la santé cardiovasculaire (Jotterand *et al.*, 2007). Les huiles végétales peuvent être utilisées à de nombreuses fins : alimentaire, cosmétique, pharmaceutique et énergie (Blin et Girard, 2011).

Procéd  de friture

II.1. Définition

Le processus de friture consiste à mettre en contact une matière généralement humide avec une couche (friture plate) ou un bain (friture profonde) de matière grasse chauffée à une température supérieure au point d'ébullition de l'eau. Dans le cas de la friture, l'huile est utilisée pour transférer la chaleur à la matière jusqu'à ce que l'eau contenue dans la matière soit presque entièrement vaporisée (Ufheil et Escher, 1996 ; Saguy *et al.*, 1997 ; Moreira *et al.*, 1997).

La friture est l'un des plus anciens procédés de préparation des aliments, qui permet de sécher, cuire, texturer et développer les saveurs en une seule étape. La qualité finale (teneur en eau, couleur, texture) de la matière est alors le résultat non seulement de l'accumulation d'interactions (transferts de chaleur et de matière, structure et transport de la matière (liquide ou vapeur), histoire hydrothermale et réactions ou changements d'état) au cours de la friture, mais aussi de transformations localisées à l'échelle macroscopique (épaisseur de la matière) et microscopique (constituants). La friture est l'une des opérations de transformation alimentaire les plus complexes à étudier et à optimiser (Dagerskog, 1977). La figure 2 schématise le procédé de friture.

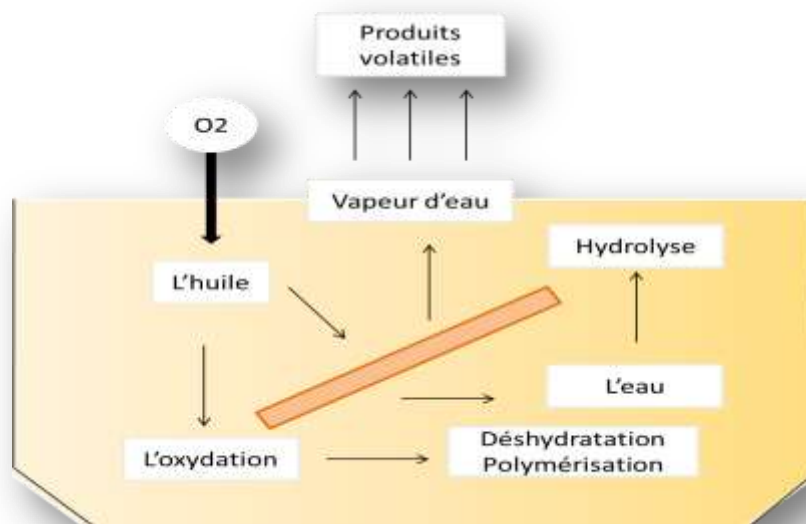


Figure 2: Schéma du procédé de friture (Anonyme 3 , 2010).

II.2. Types de friture

II.2.1. Friture plate

Dans le cas de la friture à plat, l'huile atteint une température intermédiaire entre l'aliment et la surface de chauffe. Il limite l'adhérence des aliments, augmente les surfaces de contact impliquées dans le transfert de chaleur et agit comme un moyen d'extraction de la vapeur (Graille, 2003).

II.2.1. Friture profonde

La friture en immersion profonde est réalisée par immersion forcée ou flottation de la nourriture dans beaucoup d'huile. La grande quantité d'huile constitue alors une réserve de chaleur potentielle qui peut être utilisée pour la déshydratation et la cuisson rapide des aliments (Graille, 2003).

Elle diffère de la friture plate par le faible contact du CG avec l'air, la grande quantité de matière grasse et la réutilisation du bain d'huile pour de multiples opérations de friture (Linden et Lorient, 1994).

II.3. Choix de l'huile de friture

Les graisses dont le point de fumée est inférieur à 200°C à l'état frais sont considérées instables lorsque la friture industrielle est réalisée à pression atmosphérique. Les graisses animales riches en acides gras saturés sont très stables à la chaleur. Le choix des matières grasses pour la friture dépend alors d'un compromis entre leur sensibilité à l'oxydation thermique et leurs avantages nutritionnels. Les huiles végétales riches en acides gras mono-insaturés et pauvres en acides gras polyinsaturés (linoléique et linoléique) sont préférées. Les huiles d'olive (point de fumée 191°C), de palme, de tournesol, de coprah, de canola et d'arachide sont naturellement riches en acides gras mono-insaturés et peuvent être utilisées pour la friture. (Well, 1988).

La sélection du type d'huile utilisée dépend en outre de la perception du consommateur et de l'acceptation du produit frit, y compris son odeur, sa texture, sa sensation en bouche, son arrière-goût, la stabilité de l'huile fraîche pendant le stockage et la stabilité des aliments frits (Poisson, 2003).

II.4. Facteurs influençant le processus de friture

Selon Fredot (2005), trois principaux éléments sont à l'origine du vieillissement de l'huile et mènent à sa dégradation :

- Au contact de l'huile, l'air (oxygène) provoque des réactions d'oxydation mènent à la formation de composés polaires indésirables.

- L'eau rejetée par les aliments dégrade la qualité de l'huile en provoquant des réactions d'hydrolyse qui entraînent également la formation de composés polaires indésirables.

- A des températures supérieures à 200°C, les huiles riches en acides linoléiques et α -linoléique supportent moins la chaleur, et plus la température et la durée de chauffage sont élevées, plus la quantité des "Espèces Chimiques Nouvelles" formées est élevée qui peuvent se retrouver dans les aliments et diminuer la valeur nutritionnelle de ces derniers. Certains de ces composés seraient également nocifs pour la santé ;

D'après Delagoutte et Chistian (2007), la durée de vie d'une huile de friture dépend aussi de son degré d'utilisation. Certains signes peuvent nous indiquer que notre huile est usée tels que :

- Apparence foncée, texture épaisse ou visqueuse ;
- Présence de dépôts ;
- Saveur acre ;
- Teneur en composés polaires > 25% (impropre à la consommation).

II.5. Modifications de l'huile et de l'aliment au cours des fritures

II.5.1. Modification au sein de l'huile

Sous l'action de la chaleur, l'eau contenue dans l'aliment se vaporise et l'aliment libère des composés colorés dans le bain de friture. Il retient une grande quantité de graisses, ce qui entraîne une augmentation de sa valeur énergétique. L'aliment libère des lipides dans le bain de friture, principalement des acides gras libres qui sont sensibles à l'altération (Goni *et al.*, 1997).

La qualité des composés les plus fragiles de l'huile diminue ce qui fait la perte d'acides gras essentiels et de vitamines, formation de nouveaux composés, coloration du bain et l'augmentation de l'acidité (Fredot, 2005).

Les huiles de friture subissent de nombreuses réactions complexes (figure 3) : oxydation, polymérisation et hydrolyse (Vierling, 2001).

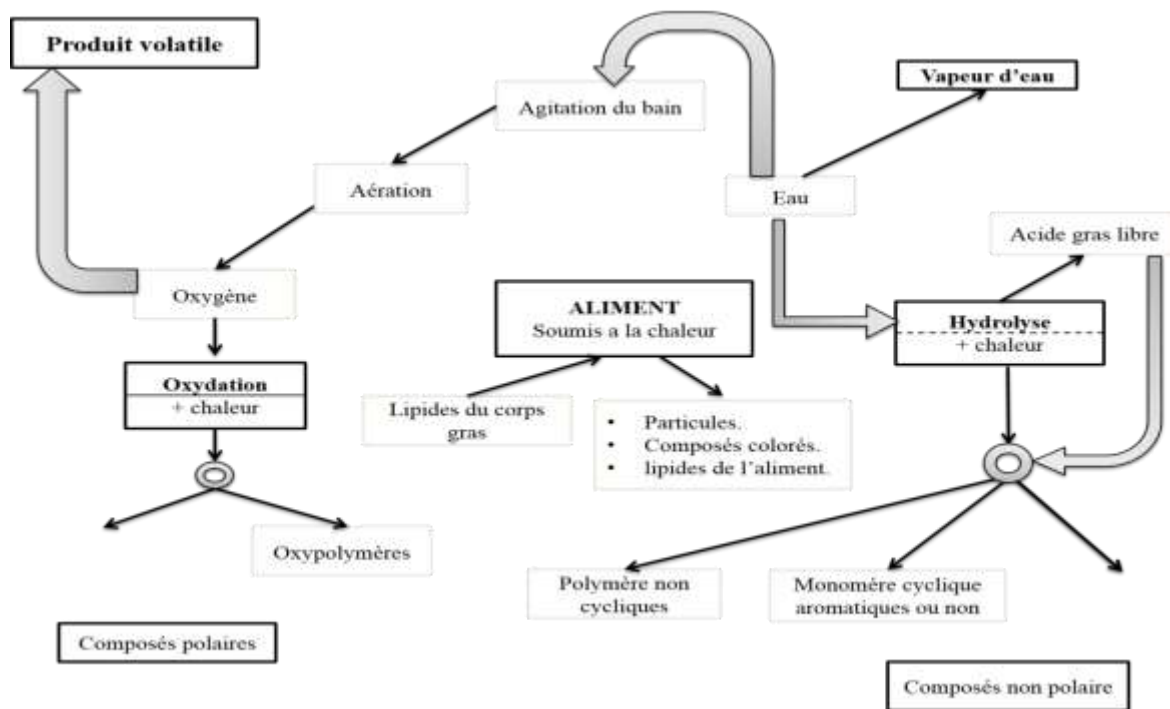


Figure 3: Réactions d'altération des huiles dans un bain de friture sous l'effet de la chaleur. (Vierling, 2001).

II.5.2. Modification au sein de l'aliment frit

Les modifications observées au cours de processus de friture sont la couleur et la flaveur, suite au gonflement de l'amidon (par évaporation de l'eau qu'il contient), le brunissement des aliments par la réaction de Maillard, la dénaturation des protéines. Cependant, un brunissement trop intense, des températures trop élevées, une durée de friture prolongée peuvent par ailleurs réduire la digestibilité des aliments et entraîner la formation de substances indésirables (les acrylamides). Ces dernières sont des substances chimiques naturellement formées dans certains aliments riches en sucres, tels que les pommes de terre lors de la friture. L'acrylamide est considérée comme une substance potentiellement cancérigène pour l'humain, il est possible d'évaluer la présence d'acrylamide simplement en observant l'aliment, de manière générale, plus la coloration brunâtre est accentuée, plus l'aliment est susceptible de contenir une grande quantité d'acrylamide, préférez donc les frites légèrement dorées. (Gonzalez, 2007).

II.6. Principales transformation physiques et chimiques des huiles au cours de la friture profonde

A haute température (160°C et 180°C), en présence d'eau et d'oxygène, les triglycérides subissent un certain nombre de réactions complexes qui peuvent être regroupées en trois grandes catégories : oxydation, polymérisation et hydrolyse. (Poisson, 2003).

II.6.1. Réactions d'oxydation

Au contact de l'oxygène de l'air, ils peuvent provoquer des changements d'arôme et de couleur, souvent indésirables. Ces composés oxydants indésirables donnent naissance aux hydro-péroxydes, principaux composés d'oxydation. Les réactions en chaîne conduisant à leur formation sont auto-catalytiques en ce sens qu'elles sont initiées par l'apparition de composés radicalaires, eux-mêmes provoqués par l'oxydation des triglycérides dans le bain. Les cations métalliques tels que le fer et le cuivre peuvent également initier et accélérer des réactions d'oxydation (Poisson, 2003).

II.6.2. Réactions de polymérisation

Ils produisent des réarrangements intermoléculaires et intramoléculaires qui augmentent la sensibilité de l'huile de friture à l'oxydation, augmentant ainsi sa viscosité apparente. Le composé résineux mousse alors sur les surfaces et les parois du bain (Poisson, 2003).

II.6.3. Réactions d'hydrolyse

Pendant la friture et en présence de l'humidité de l'aliment (vapeur d'eau), la structure des triglycérides subit des modifications et conduisent à la formation d'acides gras libres, de mono-glycérides, de di-glycérides et de glycérol. Ces composés sont très sensibles à l'oxydation, de plus, il y a une tension superficielle réduite entre les aliments et les huiles liquides, qui augmentent la viscosité de l'huile (Poisson, 2003).

II.7. Aspect réglementaire d'huile de friture

En Algérie le recyclage des huiles alimentaires usagées demeure une activité inexploitée, sur le plan réglementaire, il y'a un vide juridique concernant les textes régissant la classification de ce déchet.

Au niveau des stations d'épuration, ces huiles sont classées au même titre que les graisses provenant de la séparation huile/eaux usées comme des déchets spéciaux codifiés 19.8.7 conformément au décret exécutif n°06-104 du 29 moharram 1427 conformément au 28 février 2006.

- Tous déchets issus des activités industrielles, agricoles, de soin, de services et toute autres activités qui, en raison de leur nature et de la composition des matières qu'ils contiennent, ne peuvent pas être collectés, transportés et traités dans les mêmes conditions que les déchets ménagers et assimilés et les déchets inertes.

- Tout générateur et/ou détenteur de déchets est tenu d'assurer ou de faire assurer la valorisation des déchets engendrés par les matières qu'il importe ou écoule et les produits qu'il fabrique.

- Les générateurs et/ou les détenteurs des déchets spéciaux sont tenus d'assurer ou de faire assurer, à leur charge la gestion de leurs déchets.

Ils peuvent à cet effet, décider de s'associer dans des groupements agréés chargés de remplir les obligations qui leur incombent.

Valorisation de l'huile usagée

III. Valorisation de l'huile usagée

III.1. L'huile de friture

On entend par huiles alimentaires usagées, les résidus de matières grasses, majoritairement d'origine végétale, utilisées lors des opérations de friture destinées à l'alimentation humaine, en industrie agroalimentaire et en restauration commerciale et collective, mais également par les particuliers. Plusieurs facteurs influencent le vieillissement de l'huile, ce qui rend difficile de déterminer le moment précis pour changer l'huile. Une huile usée est d'apparence foncée, épaisse ou visqueuse, peut contenir des dépôts et peut avoir une saveur âcre (Rossell, 2001).

III.2. Composition

Lorsque les huiles sont utilisées dans la friture, sous l'effet de l'eau contenue dans les aliments, de l'air et des aliments eux-mêmes, l'huile chaude subit des transformations chimiques conduisant à la formation de composés polaires et diminution de composés d'intérêt nutritionnel, à l'apparition de composés volatils responsables d'odeurs désagréables et de composés non volatils toxiques à fortes doses. Les composés formés sont principalement des monomères oxydés, des dimères, des composés volatiles, des monomères cycliques, des dimères non polaires, des acides gras libres et des di-glycérides (Gornaye, 2006).

III.3. Valorisation

III.3.1. Définition

La valorisation est un terme générique recouvrant le recyclage des matières organiques et non organique en produit énergétique, ou par la réutilisation dans plusieurs domaines.

III.3.2. Collecte sélective

Les huiles usagées sont collectées dans de nombreux pays par des organismes indépendants afin de protéger l'environnement. Après collecte, les huiles usagées issues de diverses sources sont mélangées entre elles et comprennent souvent des fractions solides et liquides aux températures d'entreposage courantes, elles contiennent fréquemment de l'eau et sont parfois contaminées par d'autres produits. Après collecte, ces matières grasses sont débarrassées de l'eau et des éléments solides. Le produit ainsi obtenu est appelé Matière

Première Secondaire (MPS). Elles peuvent ensuite être fractionnées selon leur point de fusion et éventuellement désodorisées. Lorsque la législation le permet, les matières grasses sont incorporées dans l'alimentation animale. Dans le cas contraire, cette matière première secondaire sert de combustible, par exemple en cimenterie, voire de biocarburant pour les moteurs diesel (après transestérification) (Gornay, 2006).

Les huiles et les graisses de friture usagées doivent être stockées dans des récipients alimentaires comme des bouteilles en plastique pour être transportées au parc à conteneurs. De nombreux autres conteneurs existent encore dans les parcs. Les habitants déposent les récipients d'huile ou de graisse usagée dans un petit cabanon en métal, situé juste à côté des grandes citernes destinées aux huiles et graisse de friture usagée (HGFU). Par la suite, ce sont les employés du parc qui se chargeront de verser les huiles et les graisses dans les grandes citernes prévues à cet effet. Une fois les réservoirs remplis, les collecteurs agréés vident les récipients par aspiration. Ce système de collecte est le plus répandu (figure 4).



Figure 4: Collecte des huiles alimentaires de friture usagées (Anonymes, 2013)

Les collecteurs s'engagent à :

- assurer un service fiable et régulier ;
- déposer des conteneurs consignés, propres, prêts ;

- recevoir les huiles et enlever ces conteneurs et les acheminer vers un centre de traitement où les produits seront soit incinérés, soit transformés en Matière Première Secondaire (Gornay, 2006).

III.3.3. Méthodes de valorisation des huiles usagées

Depuis que les huiles alimentaires usagées ne peuvent plus être utilisées en alimentation animale, leur mode de valorisation privilégié est la lipochimie ou leur transformation en un produit à usage énergétique : biodiesel, combustible pour chaufferie, voire biogaz. Dans ce cas on constate que les HAU (Huiles Alimentaires Usagées) sont touchées seulement par deux types de valorisation : matière et énergétique. À titre d'exemple, nous citons quelques valorisations de ces huiles :

III.3.4. Domaine lipo-chimique (savon et détergents)

Les huiles et graisses filtrées peuvent être utilisées dans la production de détergents et de lubrifiants. Cette filière de valorisation reste peu exploitée mais quelques organismes transforment les huiles usagées en détergents /savon ménage comme l'hôtel méridien au Cameroun (Anonyme 2).

Au Brésil, des productions de savon réalisent jusqu'à 5000 savons par semaine (Faurie *et al.*, 2006).

Partie Expérimentale

Matériel et méthodes

I.1.Objectif de l'étude

Le but de notre étude expérimentale est de suivre l'altération d'une huile végétale raffinée "labelle" au cours des fritures répétées et de réaliser une valorisation sur cette huile usagée. Le travail vise à déterminer les analyses physico-chimiques sur l'huile, en suite de réaliser les essais de friture au nombre de vingt (20) en continue. L'huile utilisée dans notre étude est dénommée « La Belle » ; c'est une huile 100 % de soja.

Nous avons effectué 20 essais de friture successifs dans un même bain, c'est-à-dire sans rajout d'huile fraîche. Dans notre étude, on s'est contenté d'analyser le 1er, 5ème, 10ème, 15ème et 20ème bain de friture.

L'étude s'est déroulée au sein des laboratoires de la Société des Corps Gras de Bejaia « LA BELLE » [CO.G. B « LABELLE » /SPA]. Nous avons déterminées différents indices de qualité. Aussi une analyse sensorielle pour déceler éventuelle altération de goût, d'odeur et la couleur des huiles de bain de friture et des frites préparés a été réalisée.

Enfin, nous avons essayé de valoriser cette huile alimentaire usagée après les fritures en fabriquant un savon de toilette, suivi des analyses sur le produit obtenu (savon) pour évaluer sa qualité.

I.1.1- Choix de l'huile

Notre choix s'est porté sur l'huile « LaBelle », c'est une huile largement utilisée en raison de sa disponibilité et de son coût raisonnable par rapport aux autres huiles utilisées dans notre pays. Cette huile est produite à la raffinerie "LaBelle". Elle est utilisée pour l'assaisonnement et la friture ; disponible en 1, 2 et 5 litres. Cette huile est riche en acides gras polyinsaturés et apporte de grandes quantités d'acides linoléique et alpha linoléique. Les propriétés mentionnées sur l'étiquette de l'emballage de cette huile sont indiquées dans le tableau II.

Tableau II: Étiquetage de l'emballage de l'huile.

Caractéristique	Huile « LaBelle »
Dénomination	LaBelle 100% Soja
Composition	100% Soja
Valeur énergétique	AGS (13%) AGMI (22%) AGPI (65%)

I.1.2- Choix de l'aliment

L'aliment utilisé pour la friture est la pomme de terre (figure 5). La composition de cet aliment est relativement simple, il est glucidique, pauvre en graisses, riche en glucides (environ 20%, majoritairement de l'amidon), pauvre en protéines (2%) et pauvre en lipides (0,1%) (Mignolet, 1968). Ce dernier choix est lié au fait qu'il est largement consommé et largement utilisé pour la friture ; il est facile à découper en formes géométriques simples.



Figure 5: Photographie prise sur la Pomme de terre utilisée dans l'étude

La teneur en eau de l'aliment sélectionné (pommes de terre) avant la cuisson est de 81,82 %.

I.1.3- Procédure de friture

Les tubercules de pomme de terre ont été épluchés et coupés manuellement à l'aide d'un coupe-frites, ce qui nous a permis d'obtenir des frites de même taille pour garder stable leur surface de contact avec l'huile de friture. Les bâtonnets obtenus ont été rincés à l'eau et soigneusement séchés avec du papier absorbant (figure 6).



Figure 6 : Les batonnets de pomme de terre (photo originale).

Les fritures ; au nombre de 20 ; ont été réalisées par chauffage électrique en utilisant une friteuse de marque « SEB » d'une capacité de 2,5 litres (figure 7). Cette friteuse comporte une cuve en aluminium, un couvercle avec fenêtre, un disjoncteur thermique, un panier de capacité de 1,2 Kg de frite fraîche.



Figure 7: Friteuse électrique (photo originale).

Nous avons réalisé une série de friture, avec un rapport quantité de frites fraîches/volume d'huile constant. Les fritures sont effectuées en continue sans ajout d'huile fraîche dans chaque rapport. La quantité de la pomme de terre introduite dans le bain est réduite graduellement le long des cycles de fritures. Les conditions expérimentales fixées durant toute notre expérimentation et le rapport quantité de pomme de terre/volume d'huile du bain sont portées sur le tableau III.

Tableau III : Conditions expérimentales des essais de fritures.

Type de friture	Friture sans incorporation d'huile fraîche, et avec fermeture du couvercle.
Nombres de fritures	20fritures
Température	180°C
Durée de cuisson	4 min
Quantité d'huile initiale utilisée	3000 ml
Rapport pomme de terre/ huile	1/10 (100 g /l)
Durée entre deux fritures	4 min
Nombre d'échantillons analysés	6 échantillons
Forme de tranche de pomme de terre	Bâtonnet
Dimension de la frite	8 à 10 cm/ 0,9 cm

I.1.4. Echantillonnage d'huile de friture

Après chaque friture, un volume d'huile de 200 ml est prélevé après homogénéisation du bain. Les huiles prélevées des différents bains sont filtrées et mises dans des préformes PET étiquetées. Après refroidissement à température ambiante, ces échantillons sont entreposés au réfrigérateur réglé à 4°C.

Les échantillons ainsi obtenus ont été soumis à de multiples analyses pour suivre l'évolution des modifications du bain de friture de l'huile de soja « *LaBelle* » au cours de ce traitement thermique. Enfin, un échantillon d'huile fraîche est également prélevé en premier avant la réalisation des fritures. Les échantillons prélevés apparaissent sur la photo de la figure 8.



Figure 8 : Les échantillons d'huile prélevés au cours des fritures (photo original).

I.2- Méthodes d'analyses

I.2.1. Analyses physico-chimiques de l'huile fini de soja « *labelle* »

L'échantillon utilisé dans notre travail est constitué de l'huile à 100% de soja. Le prélèvement d'échantillon a été effectué à partir d'une bouteille de 5 litres d'huile finie au cours du conditionnement. Les différentes analyses effectuées sur l'huile fraîche sont indiquées dans le tableau IV :

Tableau IV : Analyses effectuées sur l'huile finie.

L'huile	Analyses chimiques
Huile finie	Acidité, couleur, indice de peroxyde, humidité, impuretés, trace de savon, indice de saponification, aspect, gout, odeur.

I.2.2. Analyses sur l'huile de friture

I.2.2.1. Détermination de l'acidité (NE.1.2.59/85)

- **Définition**

L'acidité est le pourcentage d'acides gras libres exprimé conventionnellement selon la nature du corps gras en acide oléique.

- **Principe**

Titration des acides gras libres avec une solution chaude de NaOH en présence de phénolphthaléine comme indicateur coloré.

- **Mode opératoire**

Une prise d'essai de 1,25g d'huile est dissoute dans 12,5ml d'éthanol puis on ajoute quelques gouttes de la solution de phénolphthaléine. Le mélange réactionnel est titré avec la solution d'hydroxyde de potassium jusqu'à l'apparition de la couleur rose persistante pendant 10 secondes.

- **Expression des résultats**

L'acidité se calcule selon la formule suivante :

$$A(\%) = \frac{M.V.N.100}{P.1000}$$

A% : Acidité exprimée

M : La masse molaire d'acide oléique (228g/mol)

V : Volume, en ml de la solution d'hydroxyde sodium utilisée pour le titrage en (ml).

N : Normalité de NaOH (0,0365 N).

P : Prise d'essai en (g)

I.2.2.2. Indice de peroxyde (NA.274/1990)

- **Définition**

L'indice de peroxyde, quantité de produits présent dans l'échantillon, exprimée en milliéquivalent d'oxygène actif par kg, oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode. Sa détermination nous renseigne sur le degré d'oxydation.

- **Principe**

Traitement d'une prise d'essai, en solution dans de l'acide acétique et du chloroforme, par une solution d'iodure de potassium, titrage de l'iode libéré par une solution titrée de thiosulfate de sodium.



- **Mode opératoire**

On pèse 2g d'huile dans un erlenmeyer puis on ajoute 10ml du chloroforme et 15ml d'acide acétique. Ensuite 1ml d'iodure de potassium (KI) est additionné. L'erlenmeyer est aussitôt bouché le mélange est agité pendant 1mn et laissé à l'abri de la lumière pendant 5mn. A la fin de la période d'incubation, 75ml d'eau distillée et quelques gouttes d'empois d'amidon à 1% sont ajoutés. La coloration bleue noirâtre apparait. L'iode libéré est titré jusqu'à la décoloration complète avec la solution de thiosulfate de sodium 0.01N en agitant vigoureusement en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré. On effectue de la même façon un essai à blanc

- **Expression des résultats**

L'indice de peroxyde, exprimé en milliéquivalent d'oxygène actif par kg d'échantillons, est égal à :

$$I_p = \frac{(V_1 - V_0) \cdot T}{m} \times 100$$

I_p : Indice de peroxyde en meq/O₂.

V₀ : Volume en ml de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc.

V₁ : Volume en ml de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour la détermination.

T : Normalité de la solution de thiosulfate de sodium utilisé (0,002N).

m : Masse en g de la prise d'essai.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations effectuées.

I.2.2.3. Couleur (NA.2221)

- **Définition**

La couleur d'un aliment est l'une des propriétés organoleptiques et joue un rôle important dans l'évaluation de sa qualité. Les huiles sont teintées de différentes couleurs qu'il faut déterminer afin de distinguer des huiles entre elles et d'évaluer l'efficacité de la décoloration.

- **Principe**

Cette méthode consiste à comparer la couleur de la lumière transmise à travers une certaine couche de graisse liquide à la couleur de la lumière, provenant toujours de la même source, transmise à travers des lames colorées standardisées.

- **Mode opératoire**

On verse de l'huile dans une cellule (1cm d'épaisseur), et on la met dans le colorimètre puis on obtient la lecture sur la planche.

- **Expression des résultats**

Le résultat est basé sur le nombre d'unités rouges, bleues, jaunes nécessaires à l'obtention de la couleur convenable. Les cellules utilisées sont de 10 mm,

I.2.2.4. Mesure du taux de composés polaires (TPC)

- **Définition**

Le pourcentage de TPC est défini comme étant le pourcentage en poids de composés d'altération néoformés au cours du chauffage des huiles de friture, et sont représentés principalement par les monomères de triacylglycérols oxydés (TGMox) et des polymères de triacylglycérols (TGPOx). Ces produits, souvent toxiques, affectent l'état nutritionnel du consommateur (Guillen et Uriarte, 2011).

- **Principe**

La mesure des composés polaires, s'effectue par immersion d'un testeur conçu à cet effet dans l'huile. Une lecture directe du pourcentage qui s'affiche sur l'écran de l'instrument « **Testo 270** » (figure 13). Cet appareil permet une mesure précise des composés polaires qui donne une information sur l'avancement de l'oxydation de l'huile et une approche des polymères responsables de la dégradation des huiles de friture.

Cette mesure est basée sur la détermination de la constante diélectrique d'une huile préalablement chauffée, et qui est transformée en pourcentage (poids / poids) de composés polaires (Guillen et Uriarte, 2012).



Figure 9: Photographie de l'appareil Testo 270

I.2.2.5. La teneur en eau et en matières volatiles (NA.272/1990)

- **Définition**

La perte de masse subie par le produit après chauffage à $(103 \pm 2) ^\circ\text{C}$, dans l'étuve et exprimée en pourcentage en masse.

- **Principe**

Le principe de la méthode est basé sur un chauffage d'une prise d'essai à $(103 \pm 2 ^\circ\text{C})$ jusqu'à élimination complète de l'eau et des matières volatiles, et détermination de la perte de masse.

- **Expression des résultats**

Où :

$$\text{Hu} = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100$$

m_0 : Masse en g du bécher.

m_1 : Masse en g du bécher et de la prise d'essai, avant chauffage.

m_2 : Masse en g du bécher et de la prise d'essai, après chauffage.

I.2.2.6. Indice de saponification (NA.276/1990)

- **Définition**

C'est le nombre en (mg) d'hydroxyde de potassium nécessaire pour saponifier 1g de matière grasse dans les conditions spécifiées.

- **Principe**

Le principe de la méthode est basé sur une ébullition à reflux d'huile avec une solution de KOH alcoolique pendant 1 heure, et titrage de l'excès d'hydroxyde de potassium par une solution d'acide chlorhydrique (HCl) à 0,5N.

- **Mode opératoire**

On pèse 2g d'huile et les introduire dans un ballon à col rodé, on ajoute 25ml de potasse alcoolique (KOH) à 0.5N. Ensuite le mélange est porté à ébullition sous réfrigérant à reflux (avec un régulateur d'ébullition), pendant une heure, en agitant de temps en temps, puis titrer l'excès d'alcalis de KOH avec l'acide chlorhydrique 0.5N en présence de phénolphtaléine jusqu'à la décoloration complète. Un essai à blanc est réalisé dans les mêmes conditions.

- **Expression des résultats**

$$I_s = \frac{(V_0 - V_1) \times N \times 56,1}{m}$$

I_s : Indice de saponification

V_0 : Volume en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique, utilisé pour l'essai à blanc.

V_1 : Volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique, utilisé pour la détermination.

N : Normalité de la solution titrée d'acide chlorhydrique.

m : est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

I.2.2.7. Indice d'anisidine (ISO 6885.1998)

- **Définition**

L'indice de para-anisidine, ou indice d'anisidine est une mesure des produits d'oxydation secondaire dans les huiles et les graisses.

- **Principe**

Il correspond à un mesurage de la qualité d'aldéhydes (principalement des aldéhydes α , β -insaturés) présents dans les corps gras d'origines animale et végétale.

- **Expression des résultats**

$$AV = \frac{100QV}{m} [1,2(A_1 - A_2) - A_0]$$

Où :

V : Le volume, en ml, dans lequel l'échantillon est dissous (V= 25ml).

m : La masse, en grammes, de la prise d'essai.

Q : La teneur de l'échantillon, en grammes par millilitre, en solution mesurée sur la base de laquelle l'indice d'anisidine est exprimé (Q = 0,01 g/ml).

A₀ : L'absorbance de la solution d'essai n'ayant pas réagi.

A₁ : L'absorbance de la solution d'essai ayant réagi.

A₂ : est l'absorbance de l'essai à blanc ;

Le résultat est donné avec une décimale.

I.2.2.8. Dégustation des produits alimentaire (MO 8242-15)

- **Principe**

Une commission de dégustation est composée de 5 personnes qui sont, le responsable du laboratoire, un chimiste de laboratoire, le responsable conditionnement huile et margarine et un responsable commercial.

I.3. Fabrication et analyse du savon

I.3.1. Fabrication du savon

Les savons sont fabriqués ou proviennent généralement d'une réaction chimique appelé saponification. La saponification est une réaction d'un corps gras avec un hydroxyde de sodium ou de potassium. La réaction produit un glycérol et un mélange de carboxylates (de sodium ou de potassium) qui constitue un sel : le savon.

- La réaction de saponification est la suivante :

- soit : acide gras + NaOH  savon dur + l'eau glycériqueuses.

- soit : acide gras + KOH  savon mou + l'eau glycériqueuses.

Au cours de notre étude nous avons réalisé 04 échantillons de savon à base d'huile de friture et quelque ajouts (huile de coprah / huile de palme / huile stéarine). La composition des différents savons (échantillons) est portée sur le tableau suivant :

Tableau V: Essais de savons réalisés à base d'huile de friture usagée.

Huile utilisée Savon	Huile de friture	Huile de coprah	Huile de palme	Huile stéarine
Échantillon 1	100%	/	/	/
Échantillon 2	75% (93,75g)	10% (12,5g)	10% (12,5g)	5% (6,25g)
Échantillon 3	40% (51,6g)	20% (25,8g)	20% (25,8g)	20% (25,8g)
Échantillon 4	50% (62,5g)	25% (32,25g)	15% (19,35g)	10% (12,9g)

I.3.1.1. Mode opératoire de préparation des savons

Après avoir préparé le nécessaire on met l'eau distillée dans le récipient en inox. Ensuite on dissout l'alcalin. Il faut faire attention puisque la réaction est exothermique ; la température peut atteindre 70 ou 80 °C et dégage des gaz toxiques.

Le mélange est laissé refroidir dans un bain marie jusqu'à ce qu'il devient tiède 35 à 45 °C. L'huile de friture est ajoutée par suite, puis on mélange le tout à l'aide d'une spatule en bois jusqu'à ce qu'il commence à devenir lourd un peu pâteux, le laisse reposer pendant 5 à 10 mn, et on le verse dans un moule en bois ou en inox et enfin le laisser sécher pendant 24 h pour le démouler. Les constituants des mélanges des échantillons de savon sont indiqués dans le tableau VI.

Tableau VI : Quantité utilisées dans la préparation des échantillons de savon.

Quantités Mélanges	Soude	Eau	Huile	Glycérine	Parfum	Colorant
Echantillon 01	14g	14g	127g	10g	2,5% Aloès-Véra	50% bleu+50% jaune = vert
Echantillon 02	14g	14g	125g	11g	2,5% Nivea	50% orange+50% jaune = bleu ciel
Echantillon 03	15g	14g	129g	11g	2,5% Figue	100% orange
Echantillon 04	15g	15g	129g	11g	2,5% Citron	100% jaune

I.3.2. Analyse physico-chimique de savon

I.3.2.1. Le Potentiel d'Hydrogène (pH)

La principale préoccupation à propos du savon à l'heure actuelle est celle du pH, ce dernier sert à mesurer la concentration d'une solution aqueuse en ions H⁺. Il permet de mesurer le degré d'acidité ou de basicité d'une solution et varie de 0 à 14.

Mode opératoire

On prend un morceau du savon et on le mouille avec un peu d'eau neutre pH=7. Puis on frotte l'eau à l'aide d'un pinceau pour avoir de la matière. On prend un peu du papier pH et on le place sur l'endroit frotté par le pinceau, le papier se colore. On regarde sur la boîte papier pH la couleur qui correspond à celle du papier pour déterminer sa valeur.

I.3.2.2. Détermination de taux de glycérol (MO8242-30)

Le taux de glycérol du savon est une caractéristique importante qui nous renseigne sur l'efficacité du pouvoir moussant. Elle nous donne aussi une idée sur sa solubilité.

- Expressions des résultats

$$\text{Glycérol \%} = \frac{V \cdot N \cdot 92,1 \cdot 100}{1000 \cdot P}$$

V : Volume de NaOH 0,25N

N : Normalité de NaOH

P : Prise d'essai

92,1 : Equivalent gramme glycérol

I.3.2.3. Détermination de la teneur en alcali libre (ISO 684,1974)

L'alcalinité se définit comme la capacité à neutraliser un acide. L'alcalinité des savons naturels est principalement associée aux hydroxydes. L'alcalinité totale varie généralement de 0,02 à 0,08 mg/L. Elle représente l'alcali libre exprimé en grammes de NaOH pour 100 g de savon (%).

- **Principe**

L'alcalinité d'un échantillon de savon est déterminée par un titrage avec une solution d'acide sulfurique d'un savon dissout dans l'éthanol neutralisé en présence d'un indicateur colorée (phénolphtaléine). Au fur et à mesure du titrage, le pH diminue légèrement. Un premier point d'équivalence peut être observé aux environ de pH 8,3.

- **Expression des résultats**

$$\text{Alcali (\% NaOH)} = V \times N \times 40 \times 100/1000 \times P$$

V : Volume de la chute de burette en H₂SO₄ 0,1 N.

N : Normalité exacte de H₂SO₄.

40 : Equivalent gramme de NaOH.

P : Poids de la prise d'essai.

I.3.2.4. Taux d'humidité (MO 8242-12)

- **Principe**

Après broyage de l'échantillon et homogénéisation, une prise d'essai est séchée au dessiccateur infrarouge (145 et 135) °C jusqu'à masse constant.

- **Mode opératoire**

On pèse 2 à 3 g de savon râpé puis on place l'échantillon sur la coupelle puis le mettre dans l'humidimètre pendant quelques minutes.

- **Résultat**

Le résultat de l'analyse est affiché sur l'écran de la balance en humidité.

Résultats et discussion

I.1. Analyses physico-chimiques de l'huile finie

Les résultats d'analyses physicochimiques sur l'huile finie sont résumés dans le tableau VII.

Tableau VII : Analyse effectuée sur l'huile finie "LaBelle".

Paramètres effectués	La moyenne du résultat	Normes
Indice de peroxyde	0,95 MéqO ₂ /kg	10 MéqO ₂ /kg max [NA.274/1990]
Acidité oléique	0,06 %	0,20% max [NA.273/1990]
Teneur en eau et matières volatiles	0 % ABS	0,20% max [NA.273/1990]
Teneur en Impuretés insolubles	0 % ABS	0,005% max [NA.271/1990]
Trace de savon	0 ppm	0,005% max [NA.271/1990]
Couleur	R= 0, J= 0,4	R+J ≤ 0,5 [NA.221/1991]
Indice de saponification (mg/g)	193	188-194 mg/g [NA.276/1990]
Composés polaires (%)	1,9	≤ 25 [ISO 6886]
Indice d'anisidine	0,035	ISO 6885 :1998(F)
Caractéristiques physiques	Aspect Limpide Gout Spécifique Odeur bon	Aspect, Gout, Odeur [MO.8242.15]

Sur la base de ces résultats, nous avons constaté que l'huile raffinée obtenue répondait aux normes de l'entreprise en termes de qualité physico-chimique et de toutes les propriétés étudiées. En général, les résultats obtenus sur l'huile finie (de conditionnement) sont conformes, donc elle remplit tous les critères pour répondre à la norme de commercialisation exigée par l'entreprise.

II. Résultat des analyses de l'huile de friture

II.1. Évolution de l'aspect des bains de friture et des frites préparées (caractères organoleptiques)

La qualité d'un aliment ou d'un produit alimentaire est un concept subjectif, qui varie en fonction du principal outil d'évaluation du consommateur. Cependant, des critères objectifs d'évaluation de la qualité ont été développés. Dans la plupart des cas, il s'agit de comparer la qualité d'un produit à celle d'un autre produit pris comme référence. Dans le cadre de notre recherche, nous avons choisi comme référence une huile de soja fraîche et raffinée appelée " La Belle " (avant friture). L'apparence des frites préparées est illustrée dans les figures de 10 à 14 et celle des huiles de friture au niveau des figures 13 et 14.



Figure 10: Frites obtenues au 1^{er} bain de friture (photo originale).



Figure 11: Friture de 5^{ème} et 10^{ème} bain de friture (photo originale).



Figure 12: Frites des 15^{ème} et 20^{ème} bains de friture (photo originale).



Figure 13: Huile fraîche, huile du 1er bain et du 5^{ème} bain friture (photo originale)



Figure 14: Huile des 10^{ème}, 15^{ème} et 20^{ème} bain de friture (photo originale).

Les caractéristiques des frites ainsi que les bains de friture sont mentionnées dans le tableau suivant

Tableau VIII : Observations notées lors des fritures réalisées avec l'huile végétales de soja "LaBelle".

Observations Nombre de fritures	Couleur de bain de fritures	Couleur de frite	Odeur perçue	Apparition de la fumée	Formation de la mousse
1 ^{ere}	Claire	Doré claire	Agréable	-	-
5 ^{eme}	Claire	Doré claire	Agréable	-	-
10 ^{eme}	Moins claire	Doré claire	Plus moins agréable	-	-
15 ^{eme}	Moins claire	Plus doré	Moins agréable	-	-
20 ^{eme}	Beaucoup moins claire (trouble)	Brune	Moins agréable	-	-

(-) : absence

Les résultats mentionnés dans le tableau VIII montrent qu'à partir de la 10^{ème} friture, la couleur du bain de friture commence à changer. Tandis que la couleur des frites a commencé autour de la 15^{ème} friture, devenant moins prononcée au fur et à mesure que le temps passe.

Il est à noter que même avant et après la 10^{ème} friture, l'odeur des frites était toujours caractéristique et très acceptable. On note également qu'il n'y a pas de formation de fumée et de mousse pendant les vingt frites, ce qui signifie que notre huile est toujours bonne.

Fredot (2005), affirme que le point de fumée d'une huile diminue en fonction de sa variation. En conséquence, la qualité organoleptique du produit frit diminue et entraîne une décoloration de la frite au fur et à mesure que le processus de friture progresse. Selon Judde (2004), les composés volatils tels que les cétones et les aldéhydes sont responsables de l'odeur rance de l'huile de friture. Ces composés se caractérisent par des seuils de détection très bas.

Le résultat le plus frappant de cette étude a été l'absence de formation de mousse pendant 20 cycles de friture. Il est largement admis que l'apparition de mousse est le signe d'une grave détérioration de l'huile. L'utilisation d'une friteuse plus de dix fois pendant de longues périodes peut intensifier l'oxydation de l'huile, produisant des composés qui stabilisent les bulles de vapeur émises par les aliments qui apparaissent dans la friteuse. Les bulles s'accumulent continuellement, enfermant les aliments dans une couche isolante qui entrave le processus normal de friture (Gertz, 2008).

II.2. Evolution des indices physico-chimiques

Le tableau IX englobe les résultats d'analyses physico-chimiques effectuées sur les différents échantillons d'huiles prélevés dans des bains de friture réalisés avec le rapport frites / huiles, 1/10 :

Tableau IX : Indices physico-chimiques des bains de fritures.

Nombre d'échantillons	Les indices physico-chimiques				
	Indice de peroxyde (meq O ₂ /kg huile)	Acidité (%)	Couleur	Composé polaire (%)	Indice d'anisidine
1 ^{ère}	5,70	0,061	R=0,2 J=0,7	3,5	0,28
5 ^{ème}	10,40	0,076	R=0,2 J=0,8	4,2	0,36
10 ^{ème}	11,67	0,09	R=0,2 J=0,8	5,4	0,44
15 ^{ème}	14,96	0,093	R=0,2 J=0,9	6,2	0,50
20 ^{ème}	12,70	0,098	R=0,1 J=1	8,5	0,53

Ces valeurs représentent la moyenne de trois essais répétés pour chaque échantillon.

II.2.1. Évolution d'indice de peroxyde.

La valeur de l'IP est l'un des paramètres de qualité souvent déterminés lors de l'élaboration, du stockage et de la commercialisation des GC. Cet indice chimique exprime le degré d'oxydation et mesure la quantité de peroxyde, principal produit d'oxydation de l'huile (Saad *et al.*, 2006). Les résultats de l'évolution de l'IP est illustrée dans la figure 15.

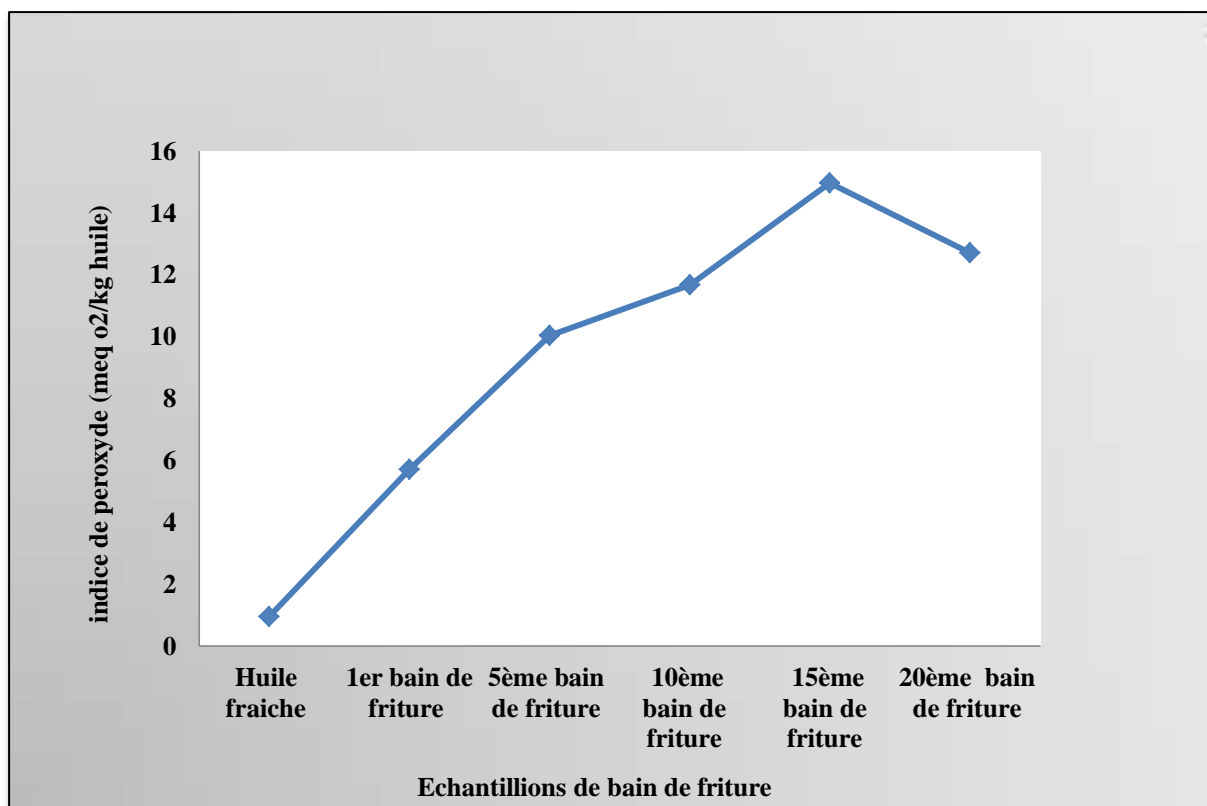


Figure 15: Evolution de l'indice de peroxyde des échantillons prélevés lors du processus de friture.

La figure 15 montre que l'huile fraîche "LaBelle" a donné un indice de peroxyde de 0,95 meq O₂/Kg d'huile, ce qui est inférieur à la norme fixée par [NA.274/1990] (10 meq O₂/Kg d'huile).

L'IP augmente continuellement au fur et à mesure que le processus de friture progresse, avec des valeurs allant de 5,70 à 14,96 meq O₂/Kg d'huile pour la première et la quinzième friture. Cette augmentation s'explique par la formation de produits primaires : peroxydes et AGPI par hydrolyse des triglycérides. Au-delà, une diminution continue est

observée dès la quinzième friture. Ce phénomène peut s'expliquer par le fait que notre huile a atteint le degré d'oxydation maximale.

II.2.3. Évolution de l'acidité oléique

L'indice d'acide est le milligramme d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser les acides gras libres présents dans un gramme de graisse (Njussa, 1999). Cet indice mesure la quantité d'acides gras libres produits par les réactions d'hydrolyse et d'oxydation des triglycérides (Ndeye, 2001).

Dans notre étude, l'indice d'acide de l'huile fraîche utilisée est de 0,06% ; cette valeur est conforme à la norme algérienne [NA.273/1990] qui exige une valeur inférieure à 0,2%. Les valeurs de l'indice d'acide obtenues dans notre étude sont présentées dans la figure (16) :

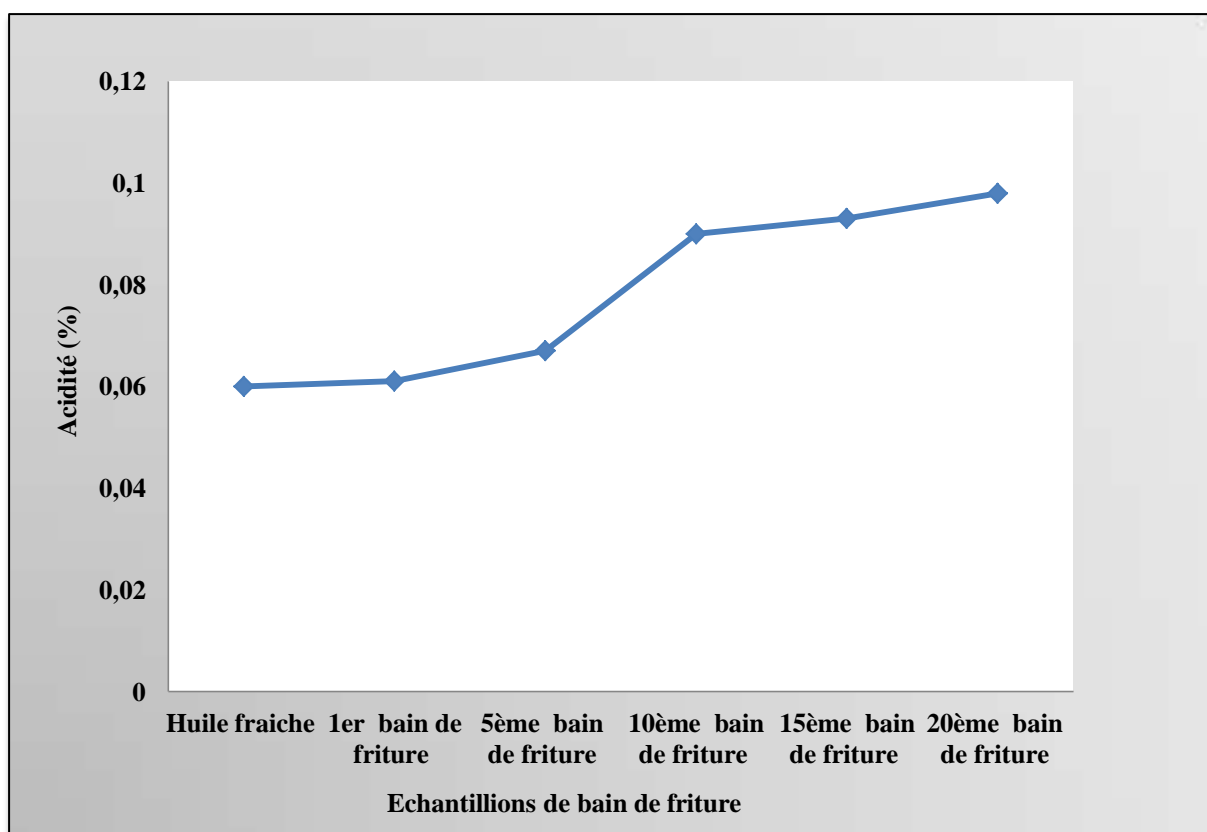


Figure 16: Evolution de l'indice d'acidité des échantillons prélevés lors du processus de friture.

D'après la figure 16, au cours des fritures, l'intensité de l'acidification diffère, entre les bains de fritures menées avec le rapport 1/10 s'hydrolysent rapidement, les valeurs obtenues sont : 0,061, 0,067, 0,09, 0,093 et 0,098 pour respectivement pour 1^{ère}, 5^{ème}, 10^{ème},

15^{ème} et 20^{ème} friture. Cette augmentation peut être due à la scission des TG sous l'effet de l'eau apportée par l'aliment frit (pomme de terre fraîche).

II.2.4. Evolution de la couleur

Les pigments jouent un rôle important dans les propriétés technologiques et la stabilité des huiles. Ils agissent comme antioxydants dans l'obscurité et pro-oxydants dans la lumière (Baccouri et *al.*, 2008). Les valeurs de couleur obtenues dans notre étude sont présentées dans la figure (17).

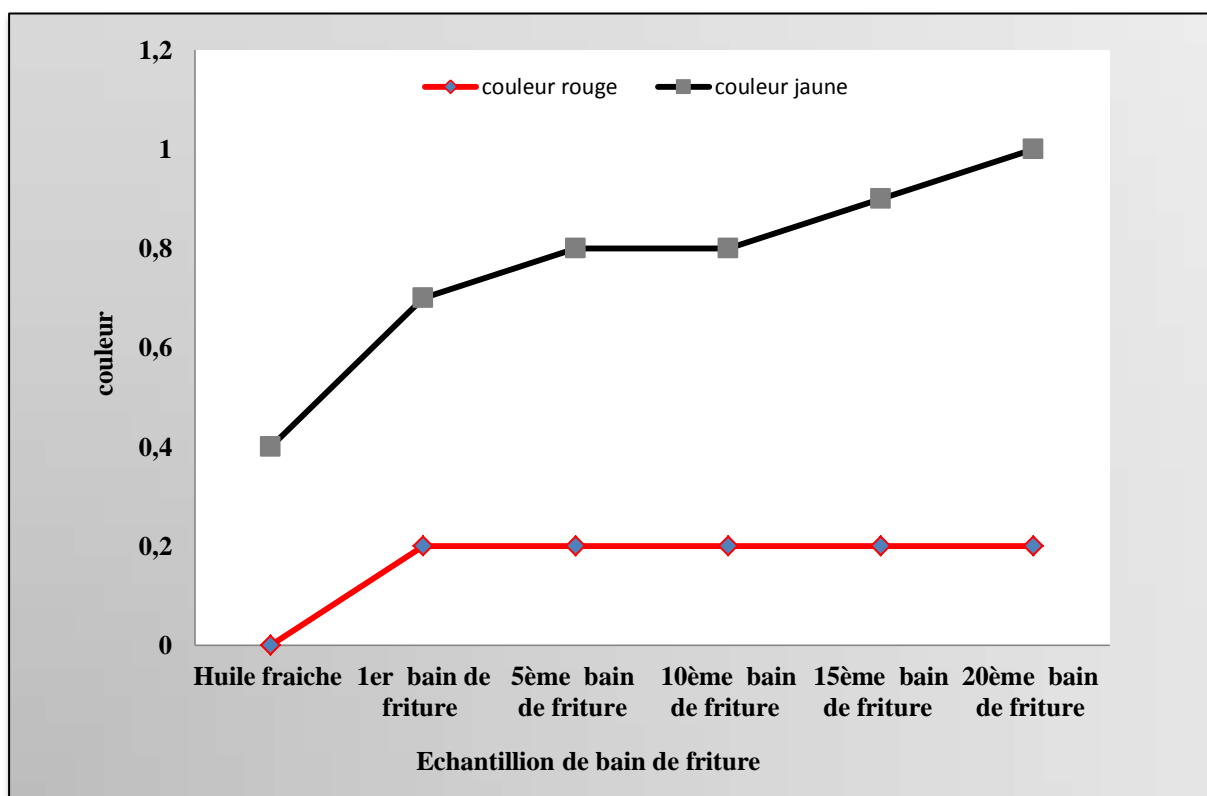


Figure 17: Evolution de la couleur des échantillons prélevés lors du processus de friture.

D'après la figure 17, on observe l'absence de la couleur rouge au niveau de l'huile fraîche. Dès la première friture, la couleur se stabilise autour de la valeur (0,2). On remarque que la couleur rouge ne dépend pas du nombre de fritures.

Pour le jaune, lorsqu'il s'agit d'une huile fraîche, la valeur est de 0,4. A la première friture, une augmentation remarquable de la couleur (0,7). A partir de la 5ème friture on remarque une légère augmentation de la couleur.

En conclusion, le changement de couleur ne dépend pas du nombre de fritures. Selon Sahin (2000), la couleur augmente de 67% pour le jaune et 14% pour le rouge après 20 fritures. Cette évolution s'explique par les réactions d'oxydation, d'hydrolyse et polymérisation des acides gras et aussi par la réaction de Maillard selon l'interaction de composés de l'aliment, tels que les sucres et acides aminés qui aboutit à la dégradation de l'huile de friture (Eskin et *al.*, 1996).

On relève de ces résultats que le changement de couleur lors des fritures (en particulier) pour le jaune est dû, d'une part à la présence de pigments colorés (les caroténoïdes jaune et orange, et la chlorophylle), d'autre part à ceux libérés par la pomme de terre (Lalas et *al.*, 2006). L'augmentation de la couleur augmente l'absorption de l'aliment en huile, qui peut absorber jusqu'à 40% de son poids (Maskan, 2003).

II.2.5. Évolution du taux de composés polaires

Parmi les composés polaires, on distingue deux groupes : les composés originellement présents dans la MG avant utilisation et les produits altérés par l'oxydation thermique.

Selon Guillene et Uriarte (2011), l'huile de friture est considérée comme le danger qui survient dès que le composé polaire atteint 25 % en poids. Pour certaines réglementations européennes, les huiles de friture supérieures à 25% de CP doivent être renouvelées. La figure 18 illustre l'évolution de taux des composés polaires au cours des fritures.

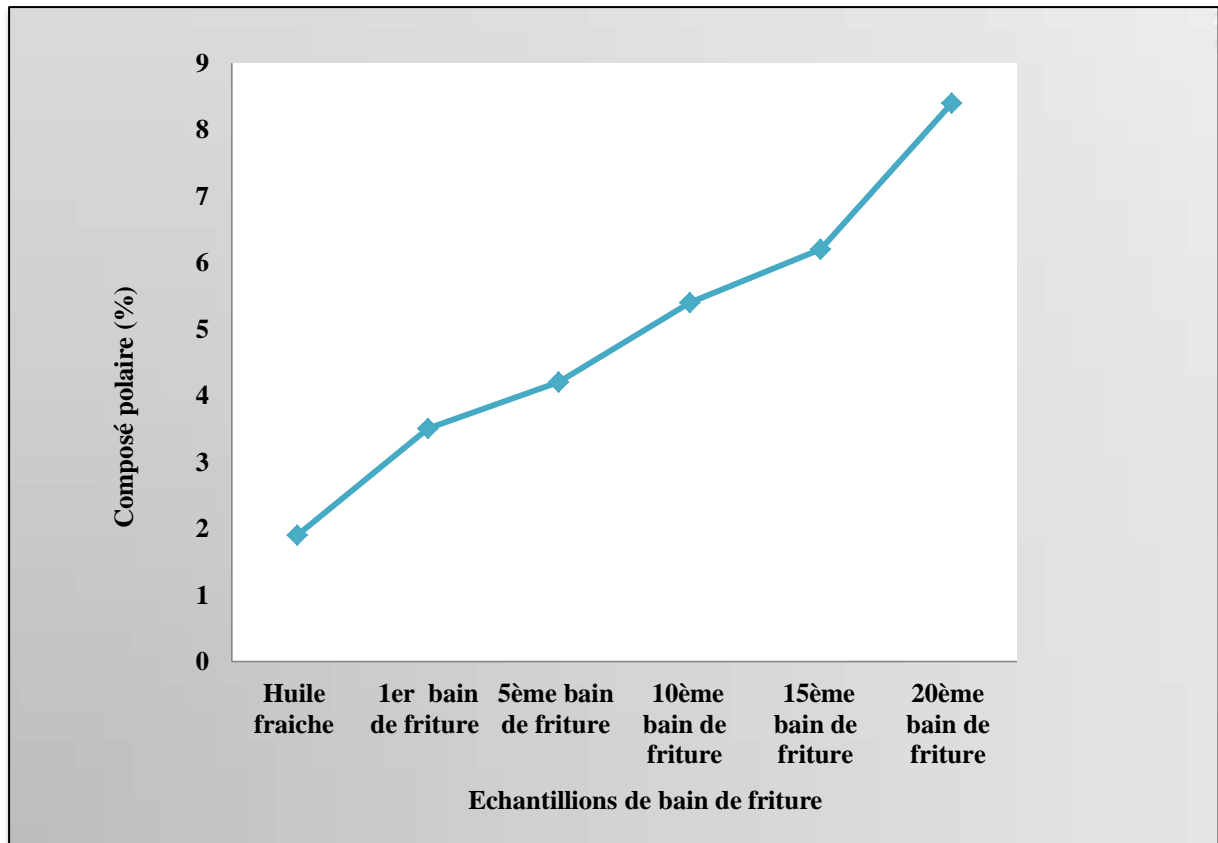


Figure 18: Evolution des composés polaires des échantillons prélevés lors du processus de friture.

Dans notre étude le taux en composés polaires de l'huile fraîche utilisée est de 1,9 %. Cette valeur est conforme à la norme [ISO 6886] qui exige une valeur ≤ 25 .

Cette évolution des taux des composés polaires au cours des fritures est très significative, ces composés passent de 3.5 % à la 1^{ère} friture jusqu'à 8,4 % vers la 20^{ème} friture.

Les huiles commercialisées dans notre pays ne s'altèrent pas facilement et peuvent, donc être utilisées en toute sécurité dans la préparation des aliments frits, à condition de reproduire les mêmes conditions de fritures adoptées dans notre étude.

II.2.6. Évolution d'indice d'anisidine

Les résultats de l'évolution de l'indice d'anisidine au cours des fritures sont indiqués dans la figure 19.

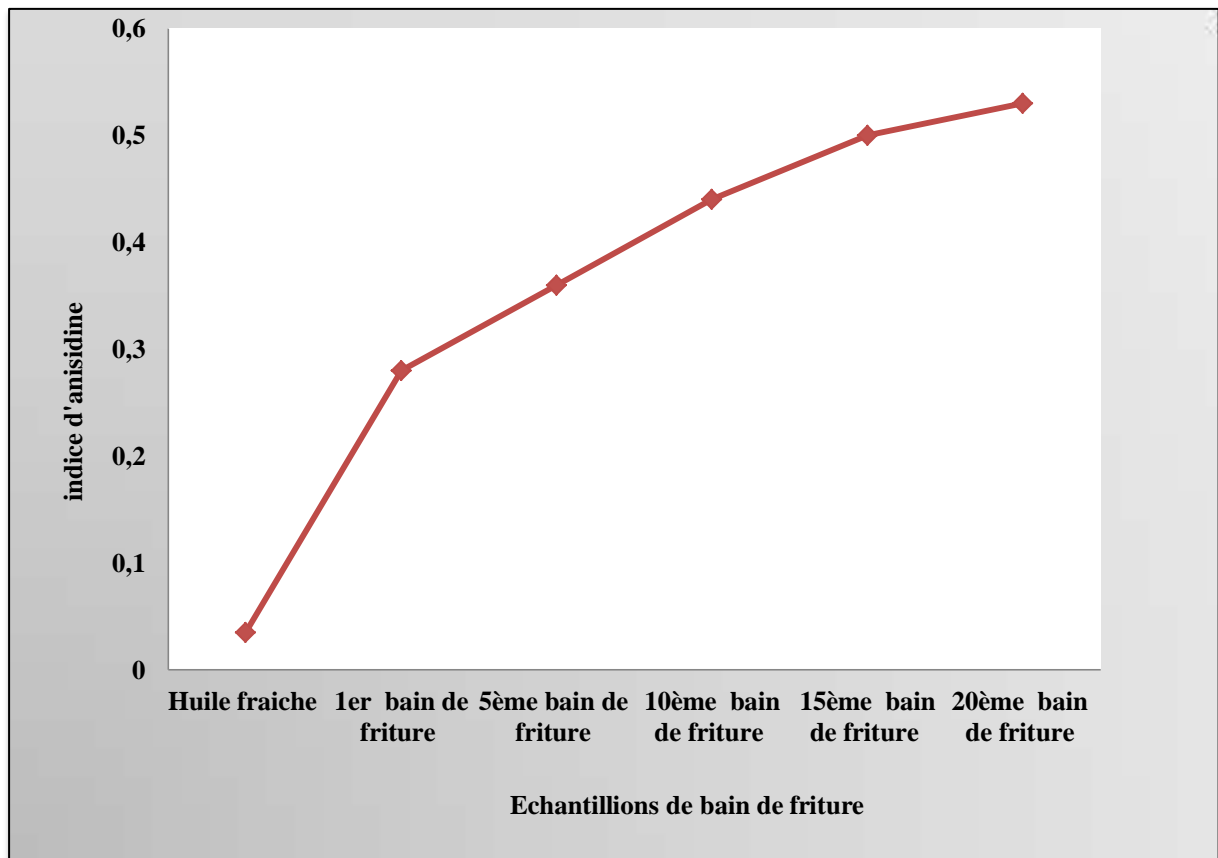


Figure 19: Evolution d'indice d'anisidine des échantillons prélevés lors du processus de friture.

D'après les résultats illustrés dans la figure (19), la valeur de l'indice d'anisidine de l'huile fraîche étudiée est de 0,035, Celle-ci est conforme aux normes fixées par ISO6885 :1998(F).

Les résultats d'analyses de l'indice anisidine montrent une augmentation de cet indice au cours des fritures pour lesquelles on a enregistré des valeurs allant de 0,28 à 0,53. Cette augmentation est un indicateur de sa dégradation au cours du processus de friture. En outre ces valeurs sont corrélées à la présence d'aldéhydes et de cétones responsables de l'odeur et du goût rance typiques.

Pour la mesure des produits de la lipoperoxydation on détermine le degré d'oxydation d'une huile. Deux paramètres sont à évaluer, à savoir :

- l'indice de peroxydes (IP), qui mesure les premiers produits d'oxydation à se former quand l'huile est endommagée ;
- l'indice d'anisidine (AV), qui mesure les produits secondaires d'oxydation dans l'huile : aldéhydes, cétones, furanes, etc.

Plus ces valeurs sont élevées, et plus l'huile est oxydée. On considère que l'huile devient nocive pour la santé quand la valeur IP est supérieure ou égale à 5 et la valeur AV est supérieure ou égale à 20. La figure 20 illustre les résultats de l'indice du TOTOX.

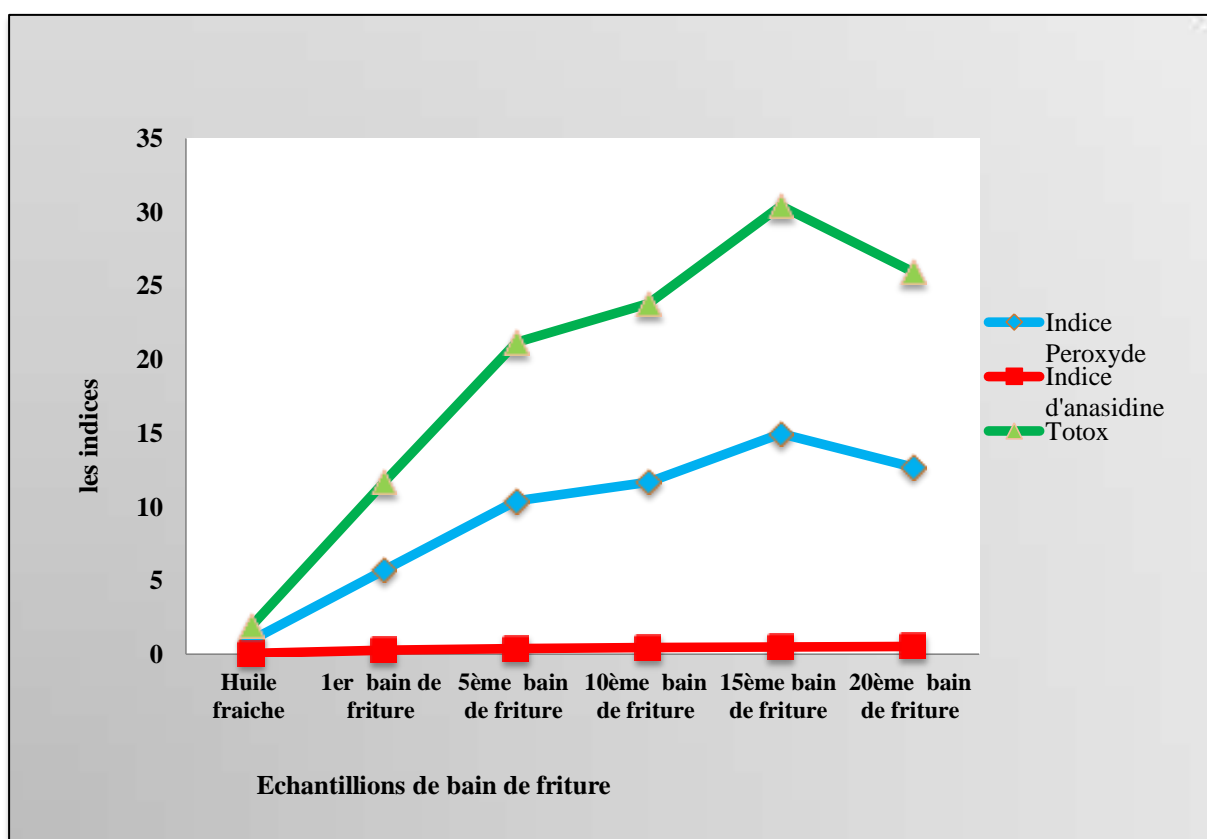


Figure 20 : Résultat de l'indice TOTOX.

L'indice TOTOX est une méthode fiable pour mesurer l'oxydation des oméga-3. C'est une méthode plus évoluée et plus fiable pour évaluer le niveau d'oxydation d'une huile. Ce terme est un acronyme qui vient de l'anglais « TOTAL OXidation ».

L'indice TOTOX dérive des mesures de peroxydes et anisidine : il s'agit de la somme du PV et de l'AV selon la formule :

$$\text{TOTOX} = 2 \times \text{IP} + \text{AV}$$

D'après la figure (20) on constate qu'à partir de la 11^{ème} jusqu'à la 20^{ème} friture notre huile est nocive parce que le TOTOX est supérieure ou égale à 26.

II.2.7. Évolution de l'indice de saponification

Cet indice nous renseigne sur la masse moléculaire moyenne des AG entrant dans la composition des huiles. Il est inversement proportionnel à la longueur des chaînes des AG estérifiant le glycérol (Adrian et *al.*, 1998). Les résultats de l'évolution de l'indice de saponification de l'huile de friture usagée comparée à celle de l'huile fraîche sont donnés dans le tableau suivant

Tableau X : Indice de saponification pour le bain d'huile fraîche et le bain de friture.

	Huile fraîche de soja « La Belle »	Huile de friture usagée (20 ^{ème})
L'indice de saponification (mg _{KOH} /g)	193	197

La valeur de l'indice de saponification de l'huile fraîche étudiée est de 193 mg de KOH/g d'huile, Celle-ci est conforme aux normes fixées par [NA.276/1990] soit 188-194 mg de KOH /g d'huile.

Les résultats d'analyses de l'IS montrent une augmentation de cet indice au cours des fritures pour lesquelles on a enregistrées la valeur de 197mg de KOH/g d'huile. Cette augmentation de l'indice de saponification serait due à la rupture des chaînes d'AG dans les conditions expérimentales telles que la lumière, la température, etc.

III. Résultat de l'analyse du savon.

Après 4 semaines de séchage dans un endroit sec et frais le produit peut être utilisé sans problème. L'apparence de nos savons préparés est illustrée dans la figure 21.



a. Savon 1

Couleur : vert

Odeur : Aloès-Véra

b. Savon 2

Couleur : bleu ciel

Odeur : Nivea



c. Savon 3

Couleur : orange

Odeur : Figue

d. Savon 4

Couleur : jaune

Odeur : Citron

Figure 21: Photographie et caractéristique des savons réalisés.

D'après les résultats obtenus, on remarque que parmi les 4 savons, seul le 4ème mélange (50% d'huile de friture, 25% huile de coprah, 15% huile de palme, 10% huile stéarique) qui a donné un aspect homogène.

III.1. Le pH

Les résultats obtenus pour le test de potentiel hydrogéné (pH) de notre échantillon et celui du témoin (savon industriel) sont présentés dans le tableau suivant

Tableau XI : Potentiel hydrogéné (pH) de l'échantillon comparé à un témoin.

Types de savon	pH
Echantillon	7,8
Témoin (savon industriel)	8,5

D'après les résultats obtenus dans le tableau précédent on remarque que la valeur du pH de notre échantillon de savon est de 7,5. Elle reste voisine de celle du savon industriel (pH=8,5). Ces valeurs sont conformes à la norme des savons qui oscille entre 8 et 9. Donc notre produit est de bonne qualité. Un pH >7,5 donne des émulsions huile dans l'eau de grande stabilité (Poré., 1992).

III.2. Taux d'humidité

Les résultats de la teneur en eau du savon élaboré comparé à un témoin sont indiqués dans le tableau suivant.

Tableau XII : Teneur en humidité du savon élaboré comparé à un témoin.

Type de savon	Taux d'humidité (%)
Savon élaboré	10,16
Témoin (Savon industriel)	12,45

Le savon préparé par le procédé à froid est composé essentiellement de sels sodiques, d'acides gras, d'eau et de glycérine. Le taux d'humidité de notre savon est de 10,16 % et celle de témoin qui est obtenu par le procédé à chaud est de 12,45%. Cette différence est due à la glycérine contenue dans notre savon qui retient l'eau et l'empêche de s'évaporer. L'entreprise précise que les valeurs d'humidité ne doivent pas dépasser 17 %.

III.3. Le pouvoir moussant

Il existe de nombreuses façons de déterminer le pouvoir moussant d'un tensioactif. La plus utilisée en industrie est la méthode Ross-Myers. C'est une mesure statique nécessitant des volumes importants de solution de tensioactifs qui permet d'évaluer un volume de mousse initial et sa stabilité dans le temps.

Dans le cas de composés synthétisés à l'échelle du laboratoire, la méthode utilisée est celle décrite par (Garofalakis et Murray, 2002). Cette méthode comprend une agitation verticale d'un volume puis de placer la solution de tensioactif dans un tube fermé et mesurer la hauteur de la mousse et sa diminution avec le temps (Epoune Lingome, 2011).

Le pouvoir moussant est la capacité d'un tensioactif à former une mousse stable et durable (Poré., 1992). Les résultats obtenus sont illustrés dans les figures 22 et 23.



Figure 22: Photo du test pouvoire moussant du savon élaboré et d'un témoin.

La mousse est généralement définie comme étant une dispersion de gaz dans un liquide de telle façon que sa densité approche à celle du gaz. Le pouvoir moussant et la stabilité de la mousse dépendent de : la concentration en acides gras, de la nature des acides gras, de la température et le temps. Elle est maximale entre 20 et 40°C pour les composés ayant une longueur de chaine de 12 à 14 atomes de carbone (Didouche, 2012).

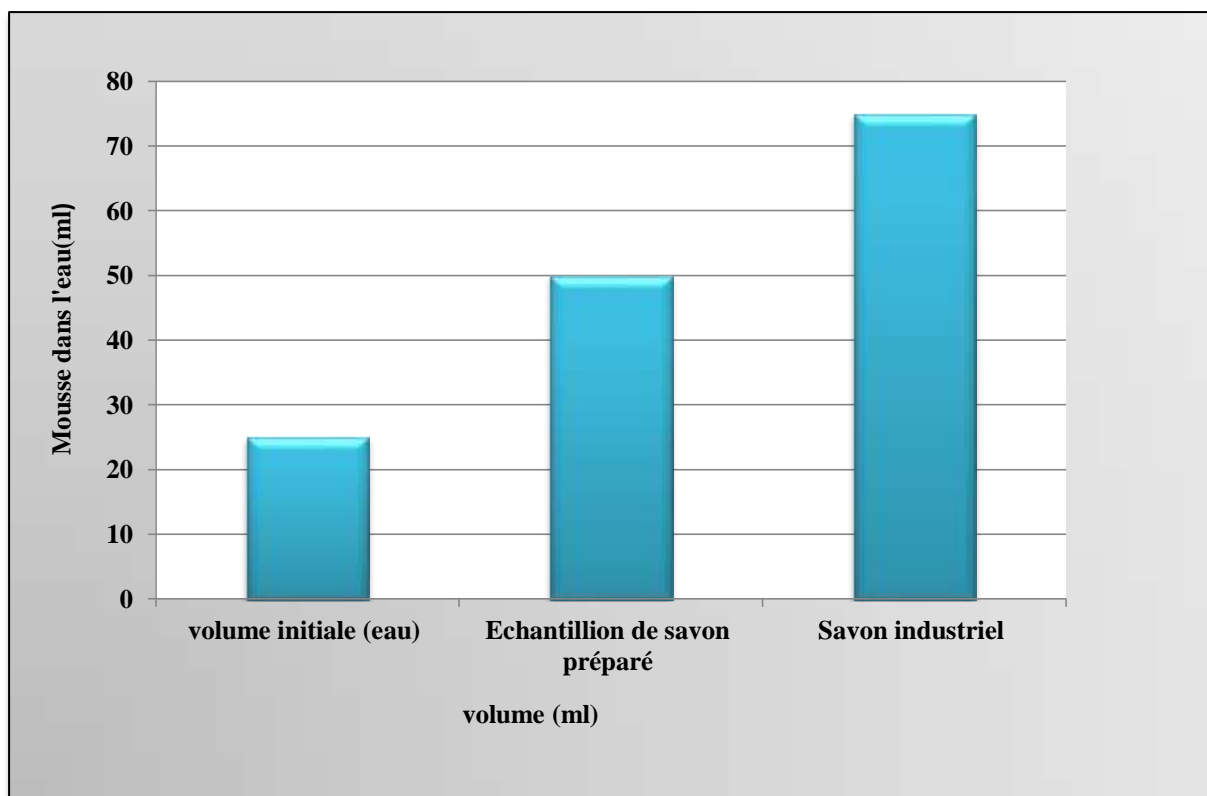


Figure 23: Analyse du pouvoir moussant de notre savon comparé à un témoin.

Les résultats du test du pouvoir moussant effectué sur notre savon et sur le témoin illustré dans figure 23, fait ressortir que le témoin présente un pouvoir moussant de 75 ml tandis que le savon élaboré avec les huiles de friture est de 50ml. Cette différence est due à l'ajout de l'agent moussant actif au témoin qui augmente l'effet moussant des savons, par contre on remarque que la consistance de notre savon est supérieure à celle du témoin, cela est due à la différence du taux de glycérol.

III.4. La teneur en alcali libre

Le test de teneur en alcali caractérise principalement les produits contenant des alcalis. La teneur en base libre mesure la quantité de base libre OH, qui est déterminée par titrage avec une solution acide titrante en présence de phénolphthaléine. Les résultats des tests alcalins effectués sont présentés dans le tableau suivant.

Tableau XIII : Teneur en alcali libre de l'échantillon comparé a un témoin.

	L'alcali libre
Échantillon	0,016 %
Témoin (savon industriel)	0,02 %

Nous avons remarqué que notre savon a une teneur en alcali de 0,016 %, ce qui est proche de celle du contrôle (0,02%). Ces valeurs sont proches des normes de l'entreprise (0,05% max), ce qui explique le bon déroulement de la saponification à froid.

Conclusion et perspectives

L'objectif de ce travail consiste à évaluer l'effet du niveau d'altération d'une huile végétale raffinée 100% soja (La Belle) au cours des fritures répétées et valorisation.

Les échantillons d'huiles prélevés lors du 1^{er}, 5^{ème}, 10^{ème}, 15^{ème} et 20^{ème}, à partir des bains de fritures, ont fait l'objet de diverses analyses physico-chimiques en vue de trouver une explication chimique aux phénomènes observés (modification organoleptiques et physiques), et de caractériser l'influence du traitement thermique sur la composition de l'huile végétale "La Belle", qui se traduisent par :

Un assombrissement de la couleur de l'huile, qui traduit la formation de substances macromoléculaires dites mélanoides, provenant des réactions de Maillard ainsi qu'une altération de la saveur qui se répercute sur l'aliment frit.

Le taux de composés polaires qui ne dépasse pas 8,5 % après vingt (20) fritures, le maximum atteint est nettement inférieur à la limite fixée par les organismes internationaux, ($\leq 25\%$).

Les réactions d'hydrolyse sont intenses dans notre expérimentation, ce qui a fait augmenter grandement l'acidité des bains de fritures (1^{er}, 5^{ème}, 10^{ème}, 15^{ème} et 20^{ème}) ; les acidités maximales sont respectivement de [0,061%, 0,076%, 0,09%, 0,093% et 0,098%]. De même pour le degré de peroxydation, les valeurs maximales atteintes sont respectivement de [5,7 / 10,4 / 11,67 / 14,96 et 12,7] meq O₂/kg huile.

Les résultats de notre travail sur la thermo-oxydation de l'huile « La Belle » suivant le nombre de friture nous permettent de faire les observations et les constatations suivantes :

L'inscription réutilisable pour l'huile La Belle peut atteindre 10 fois et même plus si on respecte les bonnes pratiques de friture.

Les phénomènes mis en évidence : La réaction de Maillard, l'oxydation de l'huile (augmentation des groupes C=O et C-O), les réactions de scission et d'arrachement d'hydrogène aux températures élevées, la polymérisation et la majeure réaction produite durant les fritures profondes due à la grande quantité d'eau libérée par l'aliment frit (pomme de terre) mais également aux hautes températures appliquées (180°C) c'est l'hydrolyse.

Enfin on a proposé un procédé de valorisation à savoir la formulation d'un savon et d'évaluer sa qualité. D'après les résultats de cette étude nous pouvons conclure que :

- les huiles de friture ont un impact sur l'environnement (l'eau spécialement) ;
- la valorisation de ces huiles usagées comme savon, à montrer qu'il présente le même aspect que le savon industriel (témoin) ;
- selon les normes ISO, et les tests de comparaison réalisés entre le savon industriel et le savon expérimenté, nous pouvons constater que ce dernier est conforme et efficace ;

En perspectives nous insisterons sur certains points qui nous paraissent importants à poursuivre à savoir :

- pour élargir l'utilisation de ce savon, des études poussées en chimie et en toxicologie sont à réaliser, puisque son utilisation actuelle est limitée ;

- la filtration des huiles usagées peut se faire avec une centrifugeuse, au lieu de papier filtre pour avoir de meilleurs résultats ;

- sensibiliser les gens sur l'effet de ces huiles sur l'environnement ;

- donner plus d'importance à la collecte et encourager la valorisation de ses huiles dans les différents domaines.

Références bibliographiques

A

Anonyme 1, (2007). Guide de recommandations à l'usage des conseillers des entreprises Gestion des eaux usées issues des métiers de bouche, CNIDEP (Centre National d'Innovation pour le Développement durable et l'Environnement dans les Petites entreprises).

Anonyme 2 : saponification.afrikblog.com

Anonymes, 2013. Des huiles et graisses De friture usagées en biodiesel n°1050.Valorfrit, p 4-5.

Apfelbum M ; Romain M. et Dubus M., (2009). Diététique et nutrition.7^{ème} édition. Masson, Paris, P : 321 – 334.

Atmani S., Zermani K., (2007). Analyses physico-chimiques de l'huile de tournesol à l'état brut et au cours du raffinage au niveau de CO.G. B « LaBelle ». *Mémoire de Fin de Cycle*. Université Abderrahmane MIRA de Bejaia., P: 38.

B

Baccouri B., Zarrouk W., Baccouri O., Guerfel M., Nouairi I., Krichene D., Daoud D. and Zarrouk M. (2008). Composition, quality and oxidative stability of virgin olive oils from some selected wild olives (*Olea europaea* L. subsp. *Oleaster*). GRASAS Y ACEITES, 59 (4): 346-351.

Berg.L-R, Raven.P.H, Hassenzahl.D.M., (2009). Environnement. Edition : De Boeck, Bruxelles, P : 605-619.

BORG, J et REBER, A. (2004). Biochimie métaboliques, édition : Ellipses, Marketing, P : 75-79.

C

Chevaussus A., (2002). Alimentation, nutrition et agriculture. Service de la planification, de l'analyse et de l'évaluation nutritionnelle. ; FAO (organisation des nations unies pour l'alimentation et l'agriculture).

Leray Claude., (2013). Les lipides nutrition et santé. (Huile de soja page 25, huile de tournesol, P : 27-28.

CODEX-Alimentarius., (1992). Normes codex pour les graisses et les huiles d'origine vegetales. In : Graisses, Huiles et Produits dérivés volume (8), FAO/OMS (Organisation des nations Unies pour l'alimentations et l'agriculture et l'Organisation Mondiale de la Santé), Rome, P : 9 – 71.

Nicole Combea., Anne Rossignol-Casterab., (2010). Cahiers de nutrition et diététique 45, S44-S51.

D

Dagerskog M., (1977). Time-Temperature relationships in industrial cooking and frying. In: Hoyen T, Kvale O, Physical, Chemical and Biological changes in Food caused by Food Processing. Applied science Publisher limited, Londre, P : 77-100.

Delagoutte C., (2007). Huiles de friture et dangers, La Cuisine Collective, numéro 205. In : rapport de recherche étude d'absorption d'huile sur les frites. Centre d'expertise et de recherche en hôtellerie et restauration. In : www.ithq.qc.ca/cer.

Didouche Y., (2012). valorisation d'un déchet industriel impact écologique/économique. Thèse doctorat, chimie de matière et environnement, Boumerdes, p : 110.

Dobarganes C., (1998). Formation and analysis of high molecular-weight compounds in frying fats and oils.(Oléagineux-corps gras - lipides), 5(1) : 41-47.

E

Eskin, N.-A., McDonald, R., Przybylski, L.-J., Malcolmson, R., Scarth, T et Mag, K (1996). Canola Oil. Bailey's industrial Oil and Fat Products, 43: 1-95.

F

Faurie. C, Ferra. C, Medori. P, Dereaux. J, Hemptinne. J., (2006). Ecologie : Approche scientifique et pratique. 5ème édition, P : 343-356.

Fredot. E., (2005). Connaissance des aliments : base alimentaire et nutritionnelle de la diététique. Edition: Tec & Doc, Lavoisier, Paris, p : 296-320.

G

Gertz. C., (2008). Optimum deep frying, from the Food Industries Association of Austria, F.I.A.A. from June, P : 125-135.

Girard Ph., Blin J., (2011). Guide technique pour une utilisation énergétique des huiles végétales dans les pays de la CEDEAO. Editions harmattan, p : 144.

Graille J., (2003). Les corps gras alimentaires : aspects chimiques, biochimiques et nutritionnelles. In : Les lipides et corps gras alimentaires. Paris : Lavoisier. 2p (Collection sciences & techniques agroalimentaires). ISBN 2-7430-0594-7.

Gornay J., (2006). Transformation par voie thermique de triglycérides et d'acides gras, application à la valorisation chimique des déchets lipidiques. Thèse doctorat. Institut national polytechnique de lorraine école doctorale rp2e, p : 186.

Gornay J (2006), Transformation par voie thermique de triglycérides et d'acides gras. Application à la valorisation chimique des déchets lipidiques. Thèse de doctorat en Génie des Procédés, p : 33-36.

Guillèn M.D. And Uriarte P.S., (2012). Simultaneous control of the evolution of the percentage in weight of polar compounds, iodine value, and acyl groups proportions and aldehydes concentrations. Food Control, 24: 50 – 56.

J

Jotterand C. et Kizirian N., (2007). Les acides gras oméga 3 et oméga 6: pourquoi sont-ils essentiels ? Haute école de santé Genève, 1-7.

Judde A., (2004). Prévention de l'oxydation des acides gras dans un produit cosmétique : Mécanismes, conséquences, moyens de mesure, quels antioxydants, pour quelles applications, OCL (Oléagineux-corps gras - lipides) 11(6) : 414 - 418.

Juarez. M.D., (2011). Degradation in soybean oil, sunflower oil and partially hydrogenated fats after food frying, monitored by conventional and unconventional methods. Food Control, 22 : 1920 – 1927

K

Kansci. G., (2010). Effet du chauffage continu sur la qualité nutritionnelle et les composés néoformés des chips de banane / plantain préparés par les petits producteurs au Cameroun. In : 2ème journées Scientifiques du Réseau de Chercheurs GP3A de l'Agence Universitaire de la Francophonie, Université Laval). Génie des Procédés Appliqué à l'Agro-alimentaire Québec, Canada, p : 45.

L

Labouret .P., (2005). Les huiles alimentaires. Vegetal oils: The different advantages of different oils in health, p: 1– 6.

Lalas, S., Gortzi, O et Tsaknis, J (2006). Frying stability of Moringa stenopetala seed oil. Plant Foods for Human Nutrition, **61** (2) : 99-108.

Lecerf J-M. (2011). Les huiles végétales particularités et utilités. Médecine des maladies Métaboliques, 3 (5) : 257 – 262.

Linden G ; Lorient D., (1994). Biochimie agro-industrielle. Edition : Masson, Paris, p : 90 – 100.

Lopez. J., (2002). Les composts. Le courrier de l'environnement INRA. Document

INRAMELS, p : 18.

M

Maloine Ed., (1989). H.Lamballais. Les aliments 94-102.

Maskan, M., (2003). Change in color and rheological behavior of sunflower seed oil during frying and after adsorbent treatment of used oil. European Food Research and Technology, 218 (1): 20-25.

Mignolet G., (1968) : Technologie des aliments. Ed. Pantyn; Bruxelles, p: 78- 79.

Morin O. Et PageS-XATART-PARES X. (2012). Huiles et corps gras végétaux. Ressources fonctionnelles et intérêt nutritionnel. OCL (Oléagineux-corps gras - lipides),19(2) : 63 – 75.

Mazoyer M. (2002). Larousse agricole. Edition : Larousse, p: 458 – 626.

N

Ndeye. A. K, (2001). Etude de la composition chimique et de la qualité d'huiles végétales artisanales consommées aux SENEGAL. Thèse pour l'obtention du grade de docteur en pharmacie.

Nicole Combea., Anne Rossignol-Casterab, (2010). Cahiers de nutrition et diététique 45, S44-S51

Njussa. M, (1999). Etude des propriétés physico-chimiques des huiles végétales camerounaises. Mémoire de fin d'étude en vue de l'obtention du D.I.P.E.S. II, p : 50.

O

Oliveira H. (2009). 10 Questions sur les déchets en Île-de-France. Editions Technip, paris. P139. Partie II. Algérie.

P

Poisson Jean-Pierre, Michel Nacer., (2003). Chapitre I, VII. In : Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris, 1 : 252.

Poré J., (1992). Emulsions, microémulsion, émulsions multiples. Ed Techniques des industries des corps gras. Neuilly, p : 20-75.

R

Rossell J.B., (2001). Frying, Woodhead Publishing Limited, Cambridge (England). 369 p.

Ranalli A., Lucera L. And Contento S., (2003). Antioxidizing potency of phenol compounds in olive oil mill wastewater. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 51: 7636-7641.

S

Saad. B., (2006). Flow Injection Determination of Peroxide Value in Edible Oils Using Triiodide Detector. Analytica Chimica Acta., 565: 261–270.

Sahin, S., (2000). Effects of frying parameters on the color development of french potatoes. European food research and technology, 211 (3): 165-168.

Stock Well Ac., (1988). Oil choices. Baking and Snack, 13: 11-8.

Saguy Is., Gremaud E., Gloria H. And Turesky Rj., (1997). Distribution and quantification of oil uptake in french fries utilizing radiolabeled 14 C palmitic acid. J Agri Food Chem, 45: 4286-4289

U

Ufheil G. And Escher., (1996). Dynamics of oil uptake during deep fat frying of potato slices. Lebensm Wiss Technol, 29 : 640-644.

V

Vierling. E., (2001). Aliments et boissons : Filières et produits. 2ème édition :Doin, Cedex. p : 187 – 208.

Annexes

Annexe 1. Présentation de l'entreprise CO.G.B « Labelle »

1.1. Historique et implantation géographique

Le complexe CO .G.B est implantée dans la zone industrielle de Bejaia. Il s'étend sur une surface de 108.800 m² dont 56.500 m² sont couvertes.

Lancé au début du XX^{ème} siècle sous le nom de S.I.A.N (Société Industrielle de l'Afrique du Nord), l'entreprise démarre par l'extraction de l'huile du grignon d'olive et la fabrication du savon.

C'est en 1940 qu'a démarré le raffinage de l'huile de colza et de l'huile de tournesol.

De 1953 à 1967, la société se lance dans la fabrication du savon de ménage, de toilette ainsi que de leur conditionnement.

En 1974, il est procédé à la nationalisation de la S.I.A.N. Ainsi naquit la SO.GE.D.I.A (société de gestion et de développement des industries alimentaires).

En 1982, fût crée l'E.N.C.G (entreprise nationale des corps gras) avec l'unité de production N°07 qui démarrera en 1988.

La CO.G.B est née après la restructuration du complexe en 1997 et deux ans plus tard l'unité de fabrication de la margarine a été lancée.

En 2006, avec la privatisation partielle de CO.G.B, 70% passent sous la gestion de « la belle » SPA et 30% restent étatiques.

Le complexe de corps gras de Bejaia a une stratégie industrielle : la proximité du port favorisant l'opération d'import /export sachant que la plus part de ses matières premières sont importées.

1.2. Production de l'unité

Le complexe est conçu pour :

- La raffinerie d'huile alimentaire,
- La fabrication de savon de toilette,

- La fabrication de savon de ménage,
- La distillation des acides gras,
- Le conditionnement des huiles alimentaires,
- Le traitement des eaux en production,

I.3. La présentation de laboratoire d'analyse

Le service laboratoire a pour objectif d'améliorer la qualité des produits fabriqués au sein de cette unité. A cet effet, des analyses physico-chimiques sont effectués sur les matières premières et auxiliaires, sur les produits en cours de fabrication ainsi que

Sur les produits finis. Il est composé de 3 laboratoires :

- Laboratoire des huiles et margarines,
- Laboratoire de traitement des eaux,
- Laboratoire de savon,

Annexes 02 : Détermination de l'acidité

❖ Matériel

- Erlenmeyers
- Burette
- Pipette graduée
- Balance analytique
- Agitateur magnétique

❖ Réactifs

- Ethanol à 96%
- Solution d'hydroxyde de potassium dans l'éthanol (0.1N)
- Phénolphtaléine : solution 10g/l dans l'éthanol à 96%

Annexes 03 : Détermination de l'indice de peroxyde (AFNOR NF T60-220, 1988)

❖ Matériel

- Erlenmeyers
- Pipette graduée
- Béchers
- Balance analytique
- Burette

❖ Réactifs

- Chloroforme.
- Acide acétique.

- Solution aqueuse d'iodure de potassium saturée.
- Thiosulfate de sodium 0.01 N.
- Empois d'amidon : solution aqueuse à 1% récemment préparée à partir d'amidon natif.

Annexes 04 : détermination de la couleur

❖ Matériel

- Appareil colorimètre
- Cellule (1cm d'épaisseur)

Annexes 05 : Détermination de l'indice de saponification

❖ Matériel

- Ballon
- Chauffe ballon sous réfrigérant à reflux
- Pipette
- Burette
- Balance analytique

❖ Réactifs

- Acide chlorhydrique en solution 0.5N.
- Potasse en solution 0.5N dans l'alcool à 95%
- Phénolphtaléine en solution à 1% dans l'alcool éthylique.

Annexe 6 : Dosage des composés polaires

❖ Mode opératoire

1. Presser le bouton « Start », l'appareil affiche la dernière valeur des composés polaires et la température enregistrée.

- Pour sélectionner le type d'huile, presser le bouton après le « Start » au moment où l'appareil indique « huile »

2. « Menu » sera affiché : oiltype-language-battery-tests.

Sélectionner « oiltype » jusqu'à l'obtention de « huile de friture » et presser « OK ».

3. Introduire la sonde dans l'huile à tester de façon à la maintenir à un angle de 45° et que les quatre (04) trous d'aération soit complètement couverts.

- La température de l'huile à tester doit être comprise entre 20° et 80°C.

4. Lire la valeur indiquée après 5 secondes qui représente le pourcentage des composés polaires. (Exemple : 25% comme indiqué ci-contre).

Annexe 7 : Détermination d'indice d'anisidine

❖ Matériel

- Fiole de 25ml
- Fiole de 20ml
- Pipette de 5ml et 1ml
- Tube à essai
- Cuve
- Spectrophotomètre

❖ Réactifs

- Acide acétique
- Triméthyle-2,2,4 pentane
- P-anisidine

❖ **Mode opératoire :**

Préparer la solution d'essai (9.1), dans une fiole jaugée, peser 25 ml d'huile, puis la perturber dans 5 ml de triméthyl_2.2.4 pentane, compléter au trait avec le même solvant.

A partir de la solution (9.1), on prépare la solution d'essai n'ayant pas réagi (9.2). Introduire 5 ml dans un tube à essai, ajouter 1 ml d'acide acétique.

Pour développer la couleur (9.3), on transfère 5 ml de la solution à tester (9.1) dans un tube à essai, en même temps on prépare un blanc, on introduit 5 ml de 2,2,4-triméthylpentane dans un autre tube à essai. 1 ml de réactif d'anisidine est ajouté à chaque tube à essai avec une pipette. Bouchez et agitez les deux tubes. Maintenir les tubes à essai dans l'obscurité à 23°C pendant 8 minutes.

Après le temps total de réaction, verser chacune des solutions dans une cuve de spectromètre propre et sèche.

Mesure spectrophotométrique, le spectromètre a été ajusté avec du 2,2,4-triméthylpentane.

Les absorbances de la solution d'essai ayant réagi (9.3), de la solution d'essai n'ayant pas réagi (9.2) et de l'essai à blanc (9.3) sont mesurées par rapport au 2,2,4-triméthylpentane.

Annexe 8: Détermination du Potentiel Hydrogéné (pH) :

❖ **Matériel**

- Pinceau
- Papier pH

Annexe 9 : Détermination du pouvoir moussant (volume de mousse)

❖ **Matériel**

- Balance
- Une éprouvette graduée

❖ **Mode opératoire :**

- On pèse 0.25g de l'échantillon de savon dans une balance de précision.
- On le verse dans un éprouvette gradué qui contient 25ml d'eau
- On agite jusqu'à la dissolution complète du savon
- La lecture se fait à l'aide des graduations. (Togbe et Biosci.2014)

Annexe 10 : Détermination de la teneur en alcali libre

❖ **Matériel**

- Balance électronique de précision 0,001gr.
- Becher de 250 ml
- Plaque chauffante
- Burette de 25ml

❖ **Réactifs**

- Alcool éthylique neutralisé
- Phénolphtaléine a 0,1 % dans éthanol
- Acide sulfurique a 0,1 N

❖ **Mode opératoire :**

- Introduire la prise d'essai dans un erlenmeyer de 250 ml (l'échantillon été râper)
- Ajouter 75 ml d'éthanol neutralisé ;
- Agiter et chauffer le mélange jusqu'à dissolution complète du savon ;
- Titrer en présence de 3 gouttes de phénolphtaléine avec l'acide sulfurique 0,1 N Jusqu'à disparition de la teinte rose. Noter le volume V1 d'acide nécessaire.

Annexes 11: Détermination de l'humidité

❖ Matériel

- Balance analytique avec précision de 0,0001g.
- Bêchers.
- Humidimètre.
- coupelle.

Annexes 12: Composition chimique de la pomme de terre (Mignolet, 1968).

Élément	Teneur (%)
Eau	77
Glucides	20
Cellulose	0,4
Protides	2
Lipides	0,1
Sels minéraux et vitamines	0,5 (beaucoup de potassium, peu de calcium, vitamine C en quantité importante)

Annexe 13 : Code 19.8.7

Journal officiel de la république algérienne n° 13, décret exécutif n° 06-104 du 29 Moharrem 1427 correspondants au 28 Février 2006 fixant la nomenclature des déchets, y compris les déchets spéciaux dangereux.

CODE DU DECHET	DESIGNATION DU DECHET	CLASSE DU DECHET	CRITERES DE DANGEROUSITE
19.8.7	Mélanges de graisse et d'huile provenant de la séparation huile/ eaux usées contenant uniquement des huiles et graisses alimentaires	S	
19.8.8	Mélanges de graisse et d'huile provenant de la séparation huile/ eaux usées autres que ceux visés à la rubrique 19.8.7	SD	Nocive

Résumé

L'huile raffinée dite « LaBelle » est particulièrement riche en acides gras polyinsaturés. Ces derniers sont particulièrement sensibles à l'action de l'oxygène et des hautes températures, comme dans le cas de la friture. L'objectif de ce travail consiste à suivre l'altération d'huile végétale (100% SOJA) raffinée au cours des fritures répétées et valorisation. D'après nos résultats, nous observons une augmentation de la polarité des huiles du bain de friture sans atteindre le seuil de 25%.

La gestion des déchets et leurs valorisations est un atout très important dans la protection de l'environnement où les huiles alimentaires usagées (friture) restent un point d'interrogation en raison des conséquences qu'elles produisent sur l'environnement, notamment sur l'eau. Afin de réduire ces conséquences, des techniques de gestion ou des traitements adéquats sont nécessaires. Dans notre travail, nous avons essayé de déterminer les caractéristiques (indice d'acide, indice de peroxyde, indice d'anisidine, composé polaire..) de ses huiles, de proposer de les valoriser comme savon solide. A partir des résultats obtenus, le savon élaboré à partir de ces huiles est similaire à celui utilisé quotidiennement (savon toilette).

Mots clés : Huile « labelle », friture, altération, valorisation, savon.

Abstract

Refined "LaBelle" oil is particularly rich in polyunsaturated fatty acids. The latter are particularly sensitive to the action of oxygen and high temperatures, as in the case of frying. The objective of this work is to monitor the alteration of a refined vegetable oil (100% SOJA) during repeated frying and re-eating. According to our results, we observe an increase in the polarity of the oil in the frying bath without reaching the 25% threshold. The management of waste and its recovery is a very important asset in the protection of the environment where used food oils (frying) remain a question mark because of the consequences they produce on the environment, particularly on water. In order to reduce these consequences, management techniques or adequate treatments are necessary. In our work, we have tried to: determine the characteristics (acid number, peroxide number, anisidine number, polar compound, etc.) of these products. To propose to valorise them as a solid soap. From the results obtained, conclude that the soap obtained from these oils is similar to that used daily (toilet soap).

Keywords : "Labelle" oils, frying, alteration, valorisation, soap.