

ANALYSE DES ALIMENTS

1.4. Analyse des graisses alimentaires

1.4.1. Graisses alimentaires

Les graisses alimentaires sont des produits complexes composés principalement de lipides mais également d'autres composants tels que l'eau, les substances protéiques, les minéraux.

Classification:

Par provenance, les graisses alimentaires sont divisées en:

- Graisses animales: beurre, saindoux, suif
- Graisses végétales: huiles de différents types
- Graisses hydrogénées: margarine

Chimiquement, les graisses sont des esters de glycérine avec:

- acides gras saturés (palmitique, stéarique)
- acides gras monoinsaturés (oléiques)
- acides gras polyinsaturés (linoléique, linolénique, arachidonique)

Les propriétés des graisses dépendent de la nature du mélange de triglycérides et de la nature des acides gras contenus dans la longueur de la chaîne d'atomes de carbone et du degré d'insaturation, étant directement influencés par la température de fusion des graisses, leur utilité digestive et leur périssabilité.

Dans le même temps, la présence de doubles liaisons dans la structure moléculaire des graisses conduit à la possibilité de changements structuraux dus aux isomères, qui peuvent être affectés par des processus technologiques (extraction, raffinage, hydrogénation).

Les formes isomères autres que naturelles, bien que métabolisées par l'organisme, peuvent perdre leurs actions initiales et / ou ne plus entrer dans la structure des lipides constituants après le métabolisme. Ces isomérisations peuvent survenir non seulement lors de la préparation et du conditionnement, mais également lors du stockage et de la conservation sous l'influence de divers facteurs, de leurs propres enzymes à celles développées par des micro-organismes contaminants ou des facteurs physico-chimiques.

1.4.2. Détermination du point de fusion

L'échantillon de graisse utilisé est purifié. Utiliser 2 capillaires en verre de même diamètre, environ 1-1,2 mm qui sont insérés dans la couche de graisse amenée à l'état liquide, et sont maintenus jusqu'à obtention d'une couche d'environ 1 cm de long. Les tubes sont refroidis dans de l'eau glacée jusqu'à solidification, puis attachés à un

thermomètre au moyen d'un anneau en caoutchouc / élastique de sorte que la zone des capillaires remplis de graisse soit dans la même zone que le réservoir du thermomètre.

L'ensemble formé est placé dans un verre d'eau à une température de 8 ° C dont la température monte légèrement, lentement avec un gradient de 2 ° C / minute, et une circulation d'eau est assurée pour une température uniforme dans le verre. Il est considéré comme le point de fusion lorsque la colonne de graisse commence à monter dans le capillaire en raison de l'eau qui commence à monter à travers l'ouverture inférieure.

1.4.3. Détermination de l'indice d'iode

L'indice d'iode représente le degré d'insaturation des huiles et des graisses. Elle est exprimée en grammes d'iode absorbé pour 100 g de produit.

Les valeurs normales de l'indice d'iode pour différents types de graisses sont les suivantes:

- Huile de tournesol: $I_i = 119-135$
- Huile de soja: $I_i = 114-140$
- Huile d'olive: $I_i = 80-90$
- Graisse de porc: $I_i = 43-70$
- Graisse de vache: $I_i = 25,6$

En général, la valeur de I_i augmente avec le degré d'insaturation des acides gras dans la composition grasse.

Comment travailler:

De la masse de graisse apportée sous forme liquide (en chauffant si nécessaire) l'eau est éliminée en ajoutant du sulfate de sodium anhydre, puis la masse restante est filtrée et pesée dans une fiole Erlenmeyer avec un système d'étanchéité.

10 ml de chloroforme et 25 ml de réactif Hanus sont ajoutés à l'échantillon de graisse. Fermez ensuite le flacon, laissez reposer 15 minutes dans l'obscurité, en agitant à des intervalles de 2 à 3 minutes. Ajouter ensuite 15 ml de solution à 10% de KI et titrer l'iode libéré avec une solution de thiosulfate de sodium 0,1 N d'abord sans ajout d'amidon, puis en présence d'amidon jusqu'à incolore. En parallèle, une solution de contrôle sans gras est utilisée.

Réactifs utilisés:

- chloroforme
- acide acétique glacial
- acide chlorhydrique $d = 1,19$
- thiosulfate de sodium 0,1 N
- solution d'iodure de potassium à 10%
- solution d'amidon à 1%
- Réactif Hanus: 13g d'iode sont dissous dans de l'acide acétique glacial, 2,8 ml de brome sont ajoutés et il est porté à 1000 ml avec de l'acide acétique glacial.

Expression des résultats:

$$I_i (\text{g } I_2 / \text{échantillon } 100 \text{ g}) = 1,269 \cdot (V - V_1) \cdot N / m$$

où:

- 1 ml de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N titre 0,01269 g I

- V - volume de thiosulfate utilisé pour le titrage de contrôle
- V_1 - volume de thiosulfate utilisé pour le titrage des échantillons
- m - masse de l'échantillon prélevé, exprimée en grammes
- N - normalité de la solution de thiosulfate utilisée.

La masse de l'échantillon de graisse prélevée dépend du type de graisse en question et de la valeur de l'indice d'iode correspondant comme suit:

- $I_i < 20$, $m = 1$ g
- $I_i = 20 - 60$, $m \approx 0,5$ g
- $I_i = 60-100$, $m \approx 0,25$ g
- $I_i > 100$, $m \approx 0,15$ g

1.4.4. Détermination de l'indice de saponification

Comment travailler:

Peser un échantillon d'environ 2 g de matières grasses qui est amené à l'état liquide (pour les échantillons solides) par fusion et déshydratation avec du sulfate de sodium anhydre, puis filtré.

Ajouter 25 ml de sol alcoolisé KOH préparé en dissolvant 35 à 40 g de KOH qui est lavé avec des carbonates et dissous dans 1L d'alcool à 95 °, sous refroidissement.

L'échantillon ainsi traité est chauffé au reflux pendant 1 heure. Laver le réfrigérant en plusieurs étapes telles que des portions d'eau distillée tiède, puis refroidir le ballon à reflux et titrer avec du sol HCl 0,5N en présence de phénolphthaléine. Dans le même temps, un test de contrôle sans matières grasses est effectué.

Expression des résultats:

Il est fabriqué en utilisant la formule:

$$\text{Isap} = 28,05 (V - V_1) / m; \text{ exprimée en mg KOH / g de graisses}$$

Où: V = ml HCl 0,5 N utilisé pour le titrage de l'échantillon témoin

V_1 = ml de HCl 0,5 N utilisé pour le titrage de l'échantillon d'essai

m = masse de l'échantillon de graisse analysé

28,05 = mg KOH correspondant au titrage avec 1 ml de HCl 0,5N

1.4.5. Détection de rancissement

L'altération physico-chimique des graisses est décrite par le processus de rancissement qui consiste généralement en l'hydrolyse ou l'oxydation des graisses sous l'action de l'oxygène ou des micro-organismes.

Le processus de rancissement est bloqué par la présence d'antioxydants naturels ou ajoutés volontairement comme additifs de conservation.

Le processus d'altération par des réactions d'oxydation est plus prononcé dans les graisses insaturées, lorsque, en l'absence d'antioxydants ou après leur épuisement,

l'oxygène est fixé à la double liaison, formant différents types de peroxydes. Plus la molécule de graisse en contient, plus elle sera sensible à ce processus oxydatif.

Les peroxydes formés dans ce processus ont à leur tour un fort caractère oxydant et peuvent ainsi provoquer l'oxydation d'autres composés tels que la solution de KI pour libérer l'iode, une réaction qui sous-tend leur détermination quantitative.

De la coupure de ces composés peuvent également apparaître des produits volatils avec de petites molécules, avec une structure aldéhyde, par exemple le nonylaldéhyde, ou le malonylaldéhyde qui peuvent être facilement identifiés. Il se forme également des cétones avec 3-9 atomes de carbone, des alcools, des hydroxy ou des céto-acides, etc.

Bien que le processus de rancissement soit bien connu, il n'y a toujours pas de test chimique précis qui mesure avec précision le niveau de ce processus.

Certaines des méthodes utilisées mais pas extrêmement précises sont

- Détermination de l'acidité libre
- La réaction de Kreiss
- Réaction avec l'acide thiobarbiturique
- Test au diphénylcarbazine
- Détermination de l'indice de peroxyde
- Détermination de l'indice de couleur.

1.4.5.1. Identification de l'aldéhyde d'épihydrine par réaction de Kreiss

L'aldéhyde épithydrique est formé par la dégradation oxydative des molécules d'acides gras insaturés dans les molécules de graisse. C'est un indicateur du début de rancissement.

Réactifs:

- acide chlorhydrique, $d = 1,19$
- fluoroglucine, solution à 0,1% dans l'éther éthylique

Comment travailler:

Placer 2 ml d'acide chlorhydrique $d = 1,19$ et 2 ml d'huile ou de graisse fondue dans un tube à essai sec (échantillon d'essai anhydre). Remuer pendant 1 à 2 minutes. Ajouter 2 ml de solution de fluoroglycine et agiter à nouveau.

En présence d'aldéhyde épithydrique, le mélange devient rose-rouge.

1.4.5.2. Détermination de l'indice de couleur

Ce test est utilisé pour déterminer le processus de rancissement par évaluation.

Principe de la méthode:

Un échantillon de matière grasse est extrait dans de l'éther de pétrole et la solution obtenue est agitée vigoureusement avec une solution alcoolique à 5% de KOH. Il est ensuite laissé reposer quelques minutes pour séparer les phases.

Le test est considéré comme positif si une coloration brune apparaît dans la couche alcoolique alcaline.