

# **ANALYSES PHYSICOCHIMIQUES I**

## **Analyses biochimiques des aliments I**

### **TABLE DES MATIÈRES**

Introduction

Chapitre 1: Méthodes de préparation et de prélèvement des échantillons

1. Principes généraux pour la préparation des échantillons

2. Principes généraux pour le prélèvement d'aliquotes

Chapitre 2: Méthodes d'analyses physicochimiques

1. Méthodes de dosage de l'eau et des solides totaux

1.1. Méthode thermogravimétrique

1.2. Méthode thermovolumétrique

2. Méthode de dosage des cendres

2.1. Cendres totales

2.2. Cendres solubles et insolubles dans l'eau

3. Méthode de dosage des protéines

4. Méthodes de dosage des lipides

4.1. Méthode Soxhlet

4.2. Méthode Goldfish

4.3. Méthode Babcock

4.4. Méthode Mojonnier

5. Méthodes de dosage des glucides

5.1. Méthode Lane-Eynon

5.2. Méthode Munson-Walker

6. Méthodes de dosage des acides organiques

6.1. Acidité totale titrable

6.2. Acidité volatile

Chapitre 3: Analyse des résultats

1. Recherche de la valeur attendue

2. Précision et exactitude des résultats

### **Introduction**

Les constituants chimiques, présents dans les aliments ou dans les matières premières

utilisées pour leur fabrication, sont très diversifiés et se retrouvent en concentrations variables selon les aliments. Les principaux constituants alimentaires sont:

- l'eau
- les protéines
- les lipides
- les glucides
- les minéraux

Dans les laboratoires d'industries alimentaires, il est parfois nécessaire, pour diverses raisons, de faire l'analyse de certains de ces constituants alimentaires. Dans le cadre de ce cours, nous nous limiterons aux analyses physicochimiques considérées comme les analyses de base, soient:

- la teneur en eau
- la teneur en solides totaux
- la teneur en protéines
- la teneur en lipides
- la teneur en glucides
- la teneur en cendres
- l'acidité totale titrable
- l'acidité volatile

3

## **Chapitre 1**

### **Méthodes de préparation et de prélèvement des échantillons**

La préparation de l'échantillon et le prélèvement de la portion servant à l'analyse sont les deux premières étapes d'une analyse physico-chimique. Ces étapes sont importantes pour la réussite d'une analyse, car l'exactitude du résultat en dépend. Les techniques qui seront utilisées lors de ces étapes devront permettre de respecter le principe suivant:

L'aliquote prélevé pour l'analyse doit être le plus représentatif possible du lot

#### **CHAÎNE DE PRÉLÈVEMENT**

LOT

ÉCHANTILLON

SOUS-ÉCHANTILLON

ALIQUEOTE

(analyse physico-chimique)

Lot: ensemble d'une production alimentaire ou d'une matière première.

Échantillon: portion du lot prélevée au hasard ou selon des méthodes statistiques.

Sous-échantillon: portion de l'échantillon prélevée qui servira à la prise de l'aliquote.

Aliquote:	appelé parfois la <i>prise d'essai</i> , c'est la portion de l'échantillon ou du sous-échantillon utilisée pour une analyse physico-chimique.
-----------	---

## 1. Principes généraux pour la préparation des échantillons

1) Enlèvement des matières étrangères et des parties non comestibles

-Lavage des fruits et légumes (sable, terre)

-Enlèvement des os (viandes)

-Enlèvement de la partie habituellement non consommée (fromage à pâte molle)

2) Homogénéisation

Aliments liquides

-Brassage par inversion, rotation ou transfert d'un récipient à un autre

-Brassage énergique pour émulsification (vinaigrette)

-Enlèvement des gaz (les boissons gazeuses)

-Décongélation complète d'un échantillon avant le prélèvement de l'aliquote

Aliments solides

-Découpage adéquat de l'échantillon (viande,)

-Broyage approprié (hache-viande, moulin à farine, malaxeur, appareil Stomaker, mortier, bêche et spatule, râpe, etc ...)

3) Prévention des altérations de l'échantillon

-altération physique ou chimique due à l'action de la chaleur

- séparation de la matière grasse (lait cru)

- caramélisation (aliments sucrés)

-altération chimique au contact avec l'air ambiant

- oxydation par l'action de O<sub>2</sub> (rancissement)

-modification de la concentration des constituants

- absorption d'humidité par les aliments hygroscopiques

- évaporation d'eau ou des constituants volatils d'un aliment

N.B. Un gain ou une perte d'eau modifie la concentration de tous les constituants d'un échantillon alimentaire.

#### 4) Conservation des échantillons

-réfrigération ou congélation selon la nature de l'échantillon et le délai d'analyse.

-utilisation de contenants hermétiquement fermés

-utilisation de préservatifs inhibant la croissance microbienne

- Ex: pastilles de bichromate de potassium  $K_2Cr_2O_7$  pour les laits crus

### **Exemples de préparation d'échantillons tirés du AOAC**

#### **1) Produits laitiers (Dairy products)**

##### *Laits*

Pour les laits homogénéisés, amener la température à 20°C, mélanger par inversion ou par transvidage entre deux contenants et prélever immédiatement l'aliquote.

Pour les laits crus, chauffer l'échantillon à 38°C, mélanger par inversion ou par transvidage entre deux contenants, ramener la température à 20°C, mélanger de nouveau et prélever immédiatement l'aliquote.

##### *Beurre et margarine*

Chauffer l'échantillon dans un bain d'eau à une température ne dépassant pas 39°C et en brassant périodiquement. La consistance optimale est obtenue quand l'émulsion est intacte mais fluide. Brasser de nouveau à la température de la pièce avant de prélever l'aliquote.

##### *Crème glacée*

Déposer la crème glacée dans un malaxeur *Waring Blender*, fermer hermétiquement et laisser l'échantillon ramollir. Broyer 2 minutes pour la crème glacée sans fruits et environ 5 minutes pour celle avec fruits. Transvider tout l'échantillon liquide dans un contenant et fermer hermétiquement. Bien mélanger par inversion avant de prélever l'aliquote.

#### **2) Produits végétaux (Processed vegetable products)**

##### *Produits végétaux en conserve*

Déposer tout le contenu de la boîte de conserve dans un malaxeur *Waring Blender* et broyer jusqu'à l'obtention d'une pâte homogène. Transvider tout l'échantillon dans un contenant et fermer hermétiquement. Bien mélanger avant de prélever l'aliquote.

6

Cours d'analyses physico-chimique des denrées alimentaires, GPEE, 1ère année. Préparé par Pr. R. SALGHI, ENSA Agadir.

#### **3) Boissons gazeuses**

Enlever le  $CO_2$  par brassage dans un grand erlenmeyer. Brasser lentement au début

puis vigoureusement pour expulser tout le gaz. Si nécessaire, filtrer dégazée pour enlever les matières en suspension. Prélever l'aliquote.

#### **4) Aliments à base de céréales (Cereal foods)**

##### ***Pain***

Peser le pain frais. Couper en tranches de 2 à 3 cm d'épaisseur et laisser sécher sur un papier dans une chambre tiède pendant 15 à 20 heures. Peser les tranches séchées. Broyer les tranches de pain pour obtenir des particules qui traversent un tamis de 20 mesh. Conserver les particules dans un récipient fermé hermétiquement. Bien mélanger avant de prélever l'aliquote.

#### **5) Sucres et produits sucrés (Sugars and sugar products)**

##### ***Miel***

Si l'échantillon est liquide, bien mélanger avant de prélever l'aliquote.

Si l'échantillon est solide ou liquide avec début de cristallisation, chauffer dans un bainmarie à 60°C pendant 30 minutes, puis à 65°C pour liquéfier complètement le miel.

Bien mélanger avant de prélever l'aliquote.

##### ***Sirop d'érable***

Si le sirop contient des cristaux de sucre, chauffer à 50°C pour les dissoudre.

Si le sirop contient des matières en suspension, centrifuger à 1000-3000 rpm pendant 20 minutes avant de prélever l'aliquote.

#### **6) Produits carnés (Meat and meat products)**

##### ***Viande fraîche***

Séparer les os de la viande. Hacher trois fois la viande avec un hachoir ayant des ouvertures de 3 mm en mélangeant la viande entre chaque hachage. Prélever l'aliquote.

#### **7) Produits marins (Fish and other marine products)**

##### ***Poissons en conserve***

Déposer tout le contenu de la boîte de conserve dans un malaxeur Waring Blender.

Broyer jusqu'à l'obtention d'une pâte homogène. Prélever l'aliquote.

## **2. Principes généraux pour le prélèvement d'aliquotes**

- s'assurer que l'échantillon est le plus homogène possible juste avant le prélèvement.
- pour le prélèvement d'un volume exact d'échantillon (résultat en % P/V):
- tenir compte de la température, car la masse volumique d'un liquide varie en fonction de celle-ci. Le prélèvement s'effectue normalement à la température

ambiante (20°C).

- utiliser les instruments les plus précis (pipettes)
- pour le prélèvement d'une masse d'échantillon (résultat en % P/P):
- procéder le plus rapidement possible pour la pesée d'un échantillon (solide ou liquide) qui perd facilement son humidité.

#### ***Prélèvement par pesée directe de l'aliquote***

Le récipient dans lequel doit être déposé l'aliquote pour effectuer l'analyse est placé sur la balance et l'aliquote est pesé directement dans le récipient.

Exemple: Placer un plat d'aluminium sur la balance analytique et noter sa masse. Tarer le plat puis ajouter rapidement environ 2 ml de lait.

Noter la masse de l'échantillon aussitôt que la balance affiche g.

#### ***Prélèvement par pesée indirecte de l'aliquote***

Le récipient dans lequel doit être déposé l'aliquote pour effectuer l'analyse n'est pas placé sur la balance, pour des raisons diverses (poids trop élevé du récipient, récipient trop volumineux, échantillon perdant rapidement son eau, impossibilité de transférer adéquatement l'aliquote directement dans le récipient, etc).

On place plutôt l'instrument servant à prélever l'aliquote sur la balance et on procède généralement par différence de poids.

Exemple: Placer sur la balance analytique un support métallique et une pipette remplie d'environ 10 ml de lait. Noter la masse. Retirer la pipette et verser le lait dans un tube. Replacer la pipette sur le support et noter de nouveau la masse.

Instruments de prélèvement:

- pipette
- seringue jetable en plastique
- compte-gouttes jetable
- nacelle jetable, bûcher
- cuillère graduée,
- pincette en métal
- spatule
- papier-filtre
- etc ...

En conclusion, la technique utilisée pour le prélèvement de l'aliquote dépend de

plusieurs facteurs:

- la nature de l'échantillon
- ses caractéristiques physiques (viscosité, produit hygroscopique, etc)
- le récipient dans lequel il sera placé
- la suite du protocole expérimental
- etc ...