

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieure et de la Recherche Scientifique  
Université Abderrahmane mira-Bejaia  
Faculté de technologie  
Département de Génie des Procédés

# MEMOIRE DE FIN D'ETUDES

En vue de l'obtention du diplôme de Master en Génie des Procédés

Option : Génie Chimique

THEME

---

Optimisation du dosage de la terre décolorante à l'échelle  
industriel lors de raffinage chimique de l'huile de soja réalisé au  
sein du complexe agro-alimentaire

CEVITAL-BEJAIA

---

Présenté par :

Mr. CHEKRI Mourad

Membre de jury

President: Mr. ARKOUB. H

Promoteur: Mr. BOUKERROUI. A

Co-Promoteur: Mr. HADDAD. S

Examinatrice: Mme. IKHLEF. G

Examineur: Mr. MOUSSACEB. K

Promotion : 2013/2014

# Remerciements

Je tiens à remercier le bon Dieu tout puissant de m'avoir donné le courage et la volonté pour accomplir ce modeste travail.

Mes remerciements vont plus particulièrement à mon père, à ma mère, ma sœur et mes frères.

J'exprime mes vifs remerciements à mon promoteur,

**Mr BOUKEROUI.A** pour son encadrement, sa disponibilité ainsi que pour l'intérêt et la confiance qu'il m'a témoigné.

Je remercie également mon enseignant et mon Co-promoteur **Mr. HADDAD.S** pour sa présence et ses conseils dans tous les domaines.

J'adresse toute ma gratitude à **Mr. ARKOUB. H,** **Mr. MOUSSACEB. K** et **Mme. IKHLEF. G** d'avoir accepté de juger ce travail et d'avoir participé au jury de ce travail.

Je tien à présenter mes profondes gratitude à **Mr ZIRRARI,** Chef de service à l'unité de raffinage des huiles **CEVITAL,** pour son encadrement, sa disponibilité et ses conseils.

Mes remerciements s'adressent aussi à tout le personnel du laboratoire et tous les opérateurs de la raffinerie des huiles de **CEVITAL,** pour l'accueil, l'aide, et les conseils qui m'ont apportés tout au long de mon stage.

Merci également à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce travail, qu'ils trouvent ici l'expression de ma sincère reconnaissance.

A mes amis particulièrement mon ami **AMERANE.DAHMANE** qui a été mon binôme, qui a su me soutenir et m'encourager tout au long de ce travail.

## *DEDICACES*

*A mes parents qui m'ont soutenu tout au long de mes études.*

*A ma sœur*

*A mes frères*

*A ma belle sœur*

*A tous mes amis*

*A « A.DAHEMANE, Z.HAMZA, H.AMAR, .A.MADJID,  
B.LYES, B.AHMED, Z.BILLAL »*

## Liste des figures

|  |    |
|--|----|
| Figure 1 :constituants principaux des membranes biologiques.....                                 | 5  |
| Figure 2: Structure $\alpha$ et $\beta$ -carotène. ....  | 7  |
| Figure 3: Structure de la chlorophylle a et b. ....  | 7  |
| Figure 4: La Plante et Graines de soja. ....   | 11 |
| Figure 5: Schéma du procédé général d'obtention de l'huile brute. ....                           | 16 |
| Figure 6: Etapes du Raffinage chimique.....  | 24 |
| Figure 7: Domaines d'existence d'un soluté lors de l'adsorption sur un matériau microporeux..... | 28 |
| Figure 8 : Adsorption de chlorophylles sur la terre décolorante.....                             | 31 |
| Figure 9 : Adsorption des carotènes sur la terre décolorante.....                                | 32 |
| Figure 10: Schéma d'échantillonnage.....   | 33 |
| Figure 11: absorbance en fonction de longueur d'onde pour l'échantillon E1. ....                 | 46 |
| Figure 12:absorbance en fonction de longueur d'onde pour l'échantillon E2. ....                  | 47 |
| Figure 13:absorbance en fonction de longueur d'onde pour l'échantillon E3. ....                  | 47 |
| Figure 14:absorbance en fonction de longueur d'onde pour l'échantillon E4. ....                  | 48 |
| Figure 15: Taux de décoloration à 429nm. ....  | 53 |
| Figure 16: Taux de décoloration à 454nm. ....  | 53 |
| Figure 17: Taux de décoloration à 482nm. ....  | 53 |

## Liste des tableaux

|   |    |
|---|----|
| Tableau 1: Composition moyenne des graines de soja entières.....                | 12 |
| Tableau 2: Composition de l'huile de soja en acide gras.....                    | 13 |
| Tableau 3 Composition en insaponifiable de l'huile de soja.....                 | 14 |
| Tableau 4: Constantes physiques et chimiques de l'huile de soja.....            | 15 |
| Tableau 5: Facteurs d'influence sur la Qualité de l'huile de soja brute.....    | 18 |
| Tableau 6: Les composés éliminés durant le raffinage.....                       | 23 |
| Tableau 7: Résultats des analyses physico-chimiques de l'huile séchée.....      | 42 |
| Tableau 8: Résultats des analyses physico-chimiques de l'huile décolorée.....   | 43 |
| Tableau 9: Résultats des analyses physico-chimiques de l'huile désodorisée..... | 45 |
| Tableau 10: Variation de l'intensité selon chaque étape et longueur d'onde..... | 49 |
| Tableau 11: Taux de décoloration à 429 nm (huile décolorée).....                | 50 |
| Tableau 12: Taux de décoloration à 454 nm (huile décolorée).....                | 50 |
| Tableau 13: Taux de décoloration à 482 nm (huile décolorée).....                | 50 |
| Tableau 14: Taux de décoloration à 429 nm (huile désodorisée).....              | 51 |
| Tableau 15: Taux de décoloration à 454 nm (huile désodorisée).....              | 51 |
| Tableau 16: Taux de décoloration à 482nm (huile désodorisée).....               | 51 |

# **INTRODUCTION**

Les corps gras sont des éléments essentiels à notre alimentation, ils comprennent les huiles, graisses d'origine végétale ou animale, les beurres et les margarines.

L'industrie agroalimentaire s'appuie sur quatre grandes activités (corps gras, transformation des céréales, sucre et lait). L'industrie des corps gras est dominée par les huiles, qui s'arrogent plus de 75% de la production de cette activité. Toutefois les capacités de production installées, principalement par le secteur privé, représentent près de deux fois la demande nationale et se situent autour de 440000 tonnes par an. Cet aspect quantitatif a de ce fait, masqué le côté qualitatif, en particulier la couleur des huiles de table qui est une caractéristique essentielle rapportée à la culture et aux habitudes du consommateur.

En Algérie la production de l'huile est assurée pour une part importante par les huiles importées de l'étranger et en général à l'état brut. Ces dernières comportent des composés indésirables tels que les mucilages, les acides gras libres, les pigments colorés...etc., qu'il est nécessaire d'éliminer par une succession de traitements, dont le but est de rendre l'huile commercialisable, tant par son aspect que par ses qualités organoleptiques et sa stabilité.

Les huiles sont soumises à différentes opérations (dégommage, neutralisation, décoloration et désodorisation). Ce traitement est appelé « raffinage ».

La décoloration est une étape du procédé de raffinage de l'huile, son objectif principal est d'éliminer la coloration indésirable causée par les pigments (carotènes et chlorophylles). Ces pigments et ces substances affectent non seulement la qualité de l'huile par le changement de son goût et de sa couleur, mais également sa valeur marchande, en lui procurant une couleur qui ne sera par appréciée par le consommateur. L'huile de soja présente un aspect assez foncé en couleur (rouge orangé). Elle est une denrée alimentaire à large consommation, car elle est la base de quelques spécialités diététiques.

De nombreux travaux ont mis en évidence l'intérêt d'utiliser les terres décolorantes, comme adsorbants pour éliminer les pigments colorés contenus dans les huiles brutes. Ces matériaux sont les plus utilisés et les plus étudiés en raison de leurs propriétés physico-

chimiques intéressantes, telles qu'une grande surface spécifique, une structure microporeuse et une importante capacité d'adsorption.

Notre travail, réalisé en grande partie durant un stage pratique de deux mois au niveau de l'unité de raffinage des huiles du complexe agro-alimentaire Cevital de Bejaia, consiste à étudier l'efficacité des opérations de séchage, de décoloration et de désodorisation dans le traitement de l'huile de soja en fonction du taux de dosage en terre décolorante.

Pour ce faire, nous avons réparti ce travail en trois parties essentielles :

Dans la première, nous présentons une étude bibliographique relative aux généralités sur les corps gras et en particulier l'huile de soja et son raffinage. Un intérêt particulier a été donné à la présentation du phénomène d'adsorption dans le processus de décoloration.

La seconde partie est consacrée à l'étude expérimentale.

En dernier lieu, nous présentons les résultats des essais pratiques obtenus lors du suivi du processus de traitement de l'huile de soja.

Et en termine par une conclusion générale.



# **SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE**

## I. Généralités sur les corps gras

Les corps gras désignés aussi sous le nom des lipides font parti d'un ensemble complexe de composés organiques. Ils sont présents dans les tissus animaux tels que les graisses animales qui sont mises en réserve dans les cellules des tissus adipeux (les adipocytes), les animaux terrestres et marins (poissons et saindoux) et dans les végétaux où ils constituent des réserves accumulées dans les graines oléagineuses telles que le tournesol, le soja, et le colza ou dans les pulpes de certains fruits oléagineux comme l'olive et le palme [1].

Les corps gras sont caractérisés par leurs insolubilités dans l'eau et leurs solubilités dans les solvants organiques tels que l'hexane, l'éther éthylique, chloroforme, ...

Les graisses (solides) et les huiles (liquides) sont les principales formes de stockage énergétique de nombreux organismes. Ces lipides ont un intérêt alimentaire certain en raison de leurs différents rôles [2] :

- ❖ **Réserve d'énergie** : stockés sous forme de triglycérides dans les tissus adipeux, les lipides constituent une énergétique mobilisable (1 g de lipides donne environ 9.3 Kcal).
- ❖ **Structural** : les acides gras servent à la synthèse d'autres lipides, notamment les phospholipides qui forment les membranes autour des cellules et des organelles. La composition en acides gras de ces phospholipides donne aux membranes des propriétés physiques particulières (élasticité. Viscosité).
- ❖ **Messager** : les acides gras sont les précurseurs de plusieurs messagers intra et extracellulaires. Par exemple, l'acide arachidonique est le précurseur d'hormones intervenantes dans l'inflammation sanguine, etc.
- ❖ **Transport de vitamines** : les corps gras alimentaires véhiculent quatre vitamines liposolubles ; A, D, E et K.

## I.1 Composition des corps gras

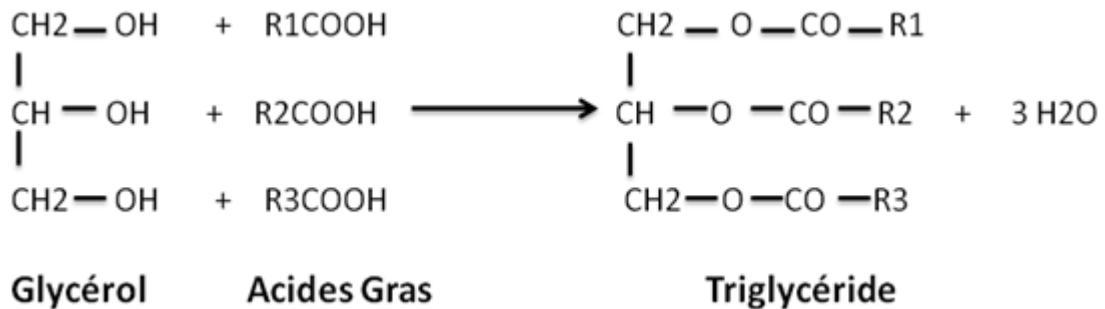
### I.1.1 Constituants majeurs

Les constituants majeurs des corps gras sont les triglycérides.

#### I.1.1.1 Triglycérides

Les triglycérides sont les constituants les plus abondants des lipides simples et constituent la masse essentielle des corps gras. Ils résultent de l'estérification des trois fonctions alcools du glycérol par trois acides gras. Ils peuvent être homogènes lorsque les molécules d'acides gras sont identiques et hétérogènes ou mixte dans le cas contraire.

Voici la réaction d'estérification [2] :



#### Réaction 1: Estérification des acides gras.

#### ❖ Acides gras

Ce sont des acides carboxyliques portant des chaînes carbonées. Ils sont rarement à l'état libre dans la nature et ils se trouvent essentiellement sous forme estérifié. Ce sont des composants pondéralement majoritaires des triglycérides. Ils représentent 90 à 96% de la masse molaire des lipides totaux. En règle générale, ces acides gras sont mono carboxyliques à chaîne linéaire non ramifiées comprenant un nombre pair d'atomes de carbone compris entre 4 et 24. Ils peuvent être saturés ou insaturés [11] :

- **Acides gras saturés** : Ils ont pour formule générale  $\text{CH}_3\text{-(CH}_2)_n\text{-COOH}$ , sont solides à température ambiante. Les plus rencontrés sont l'acide palmitique (C16:0) et l'acide stéarique (C18:0).

- **Acides gras insaturés** : Ils sont fluides à température ambiante. On a deux catégories :
  - ✓ Acides gras monoinsaturés : deux atomes de carbone consécutifs de la molécule sont unis par une double liaison ; exemple : l'acide oléique (C18 :1).
  - ✓ Acides gras polyinsaturés : plusieurs atomes de carbones consécutifs de la molécule sont unis par des doubles liaisons ; exemple : l'acide linoléique (C18 :2), l'acide linoléique (C18 :3).

### I.1.2 Constituants mineurs :

En plus des triglycérides, les corps gras contiennent des constituants mineurs dont la teneur est très faible et dont l'intérêt n'est pas moindre. On peut citer les phospholipides, les cérides, les substances insaponifiables.

#### I.1.2.1 Les phospholipides :

Ce sont des diester d'acides gras et de glycérol dont la troisième fonction alcoolique est liée à un acide phosphorique qui lui-même peut être associé à une base alcoolique azoté ou un acide aminé. Ce sont les constituants principaux des membranes biologiques [1].

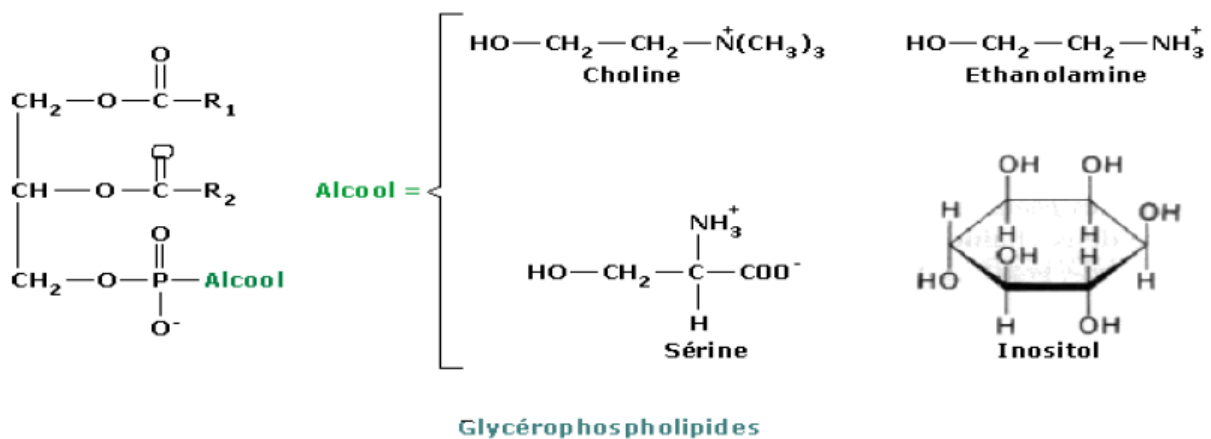


Figure 1 :constituants principaux des membranes biologiques.

### I.1.2.2 Les cérides :

On distingue par ce nom général des esters d'acides et de mono ou dialcools de masse moléculaire suffisamment élevée pour que ces alcools soient insolubles dans l'eau.

Parmi les cérides, on a [1] :

- **Les cires** : ce sont des esters d'acides gras et de monoalcools aliphatiques. Les cires sont présents aussi bien dans les lipides animaux que les lipides végétaux. Chez les végétaux, les cires contribuent à la formation des pellicules protectrices des grains et des fruits.
- **Les stérides** : ce sont des esters d'acides gras et de stérols. Les stérols sont des alcools tetracycliques rattachés au groupe des stéroïdes. Les ester de cholestérols sont les seuls stérides des tissus animaux dans lesquels ils sont répandus. Tandis que dans les tissus végétaux renferment des esters de nombreux stérols différents.

### I.1.2.3 Les substances insaponifiables :

Les insaponifiables sont des composés qui ne participent pas à la réaction de saponification; ils sont peu solubles dans l'eau mais solubles dans les solvants organiques des corps gras [9].

La teneur des corps gras en ces composés est généralement très faible (inférieure à 1%), parmi ces insaponifiables on cite :

- **Les tocophérols** : On reconnaît depuis longtemps aux tocophérols, dont la vitamine E, un rôle d'antioxydant naturel, vis-à-vis les acides polyinsaturés. Les huiles végétales fluides en contiennent des quantités importantes. L'oxydation des acides gras altère le métabolisme des grasses. Les antioxydants ont un rôle protecteur vis-à-vis de l'athérosclérose (les artères qui se bouchent) mais aussi antiviellissement et peuvent exercer une protection contre l'apparition de certains cancers ou de la cataracte [8].
- **Les pigments** :
  - ✓ **Les caroténoïdes** : ce sont des hydrocarbures fortement insaturés, de couleur jaune à l'orange. Ils ont toujours une origine végétale, mais peuvent être rencontrés avec éventuellement quelque modification dans les lipides des animaux. Ils comportent les

carotènes et les xanthophylles. Les principaux carotènes rencontrés dans les huiles végétales sont les  $\alpha$  et  $\beta$ -carotènes représentés sur la figure 2 [11] :

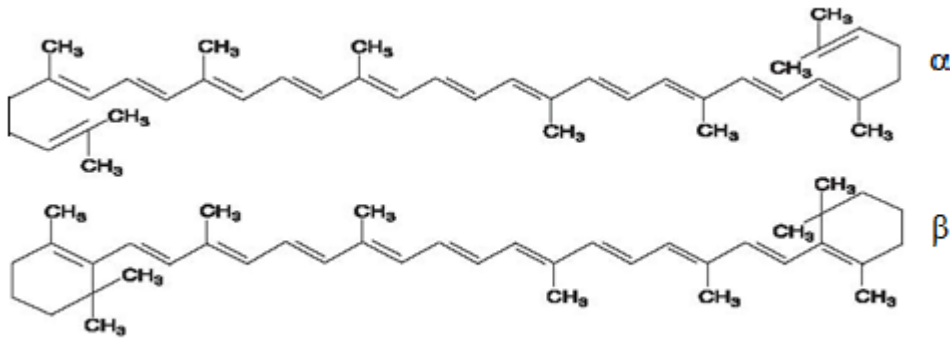


Figure 2: Structure  $\alpha$  et  $\beta$ -carotène.

- ✓ **Chlorophylles** : Les chlorophylles font partie d'un groupe de pigments tétra-pyrroliques avec des fonctions et des éléments structuraux communs. Elles sont caractérisées par un iso-cycle à cinq membres et par la présence d'un atome de magnésium complexé à leur centre. Les plus répandues et également les plus étudiées sont les chlorophylles "a " et "b " [12].

La formule de la chlorophylle "a " est  $C_{55}H_{72}N_4Mg$  et celles de la chlorophylle "b " est  $C_{55}H_{70}O_6Mg$ , Comme montre la figure 2 ci-dessous.

Le maximum d'absorption des chlorophylles a et b se situe respectivement à 420nm et 490 nm [13].

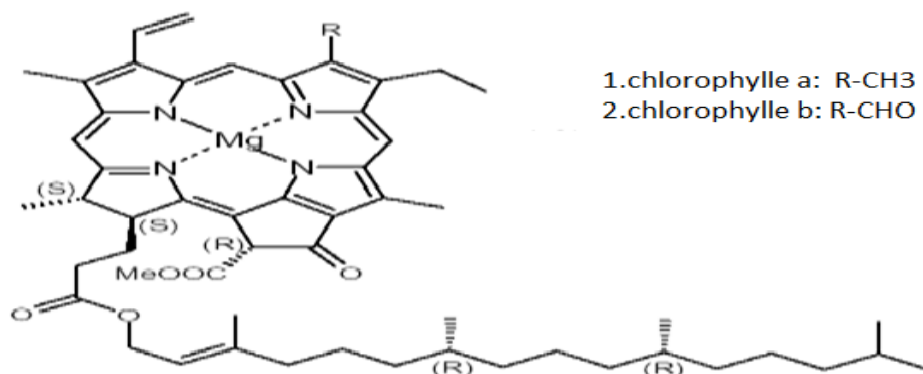


Figure 3: Structure de la chlorophylle a et b.

## **I.2 Propriétés physico-chimique des corps gras**

### **I.2.1 Propriétés physiques :**

Les principales caractéristiques physiques des corps gras sont :

#### **I.2.1.1 Etat physique**

Les corps gras sont solides (cas des graisses) ou liquides (cas des huiles) suivant leurs compositions chimiques, ils sont d'autant plus solides qu'ils sont plus saturés et que leurs poids moléculaire est élevé [11].

#### **I.2.1.2 Point de fusion**

Le point de fusion des corps gras diminue avec le degré d'insaturation et augmente avec la longueur de la chaîne carbonée. Les graisses et les huiles ne représentent jamais un point de fusion, mais une zone de fusion à cause de la diversité de triglycérides qu'elles contiennent [11].

#### **I.2.1.3 La viscosité**

La viscosité d'un corps gras augmente avec le poids moléculaire et diminue avec l'augmentation du nombre d'insaturations (double liaisons) et de la température [11].

#### **I.2.1.4 Solubilité**

Les acides gras sont insolubles dans l'eau puisque la majeure partie de la molécule, c'est-à-dire la chaîne carbonée est hydrophobe et que seul sa fonction carboxyle – COOH est hydrophile.

Cependant à cause de leur caractère hydrophobe ils sont solubles dans les solvants organiques apolaires tels que l'éther, le benzène, le chloroforme, le tétra chlorure du carbone... [14].

#### **I.2.1.5 Densité**

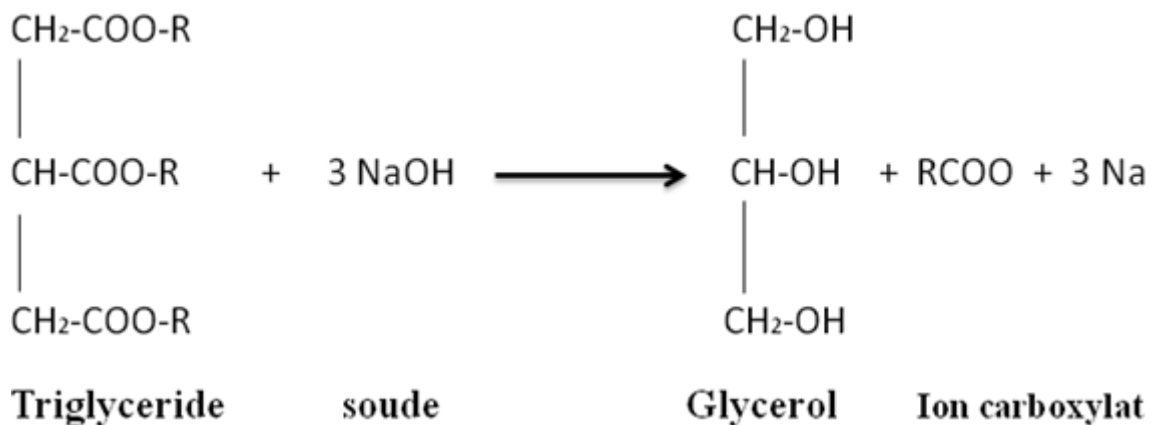
La densité des huiles végétales varie de 0,915 à 0,964, en général elle dépend de nombre d'insaturation et de l'état d'oxydation des huiles [16].

## I.2.2 Propriétés chimiques :

Les corps gras ont des propriétés chimiques qui dépendent des glycérides et des acides gras qui les constituent.

### I.2.2.1 La saponification

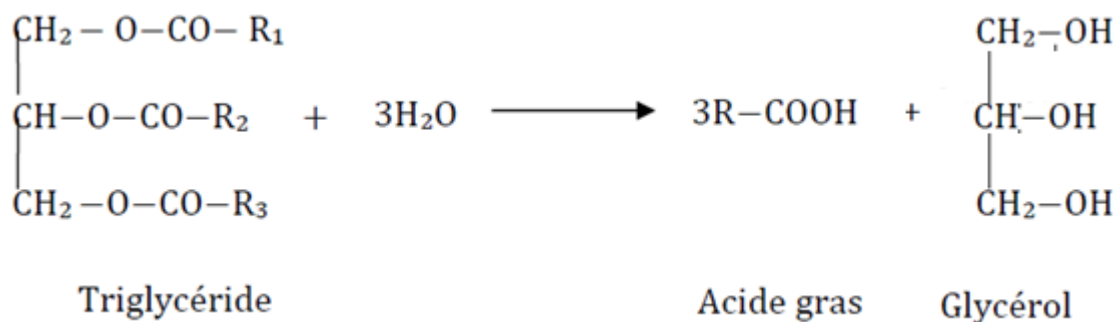
La saponification est une réaction qui permet la transformation des acides gras libre ou combinés en savon par une base caustique tel que KOH ou NaOH. La réaction est la suivante :



### Réaction 2: Saponification

### I.2.2.2 Hydrolyse ou acidification

L'acidification est le résultat d'une hydrolyse partielle ou totale des triglycérides qui donne des acides gras libre. Elle entraîne la diminution du pH des corps gras. Elle peut se dérouler en trois étapes donnant successivement un di glycéride, un monoglycérid et du glycérol. La réaction générale est la suivante [18] :



### Réaction 3: Réaction d'hydrolyse de triglycéride.



### I.2.2.3 Oxydation

Les principaux facteurs déterminant la durée de vie des lipides sont les réactions d'oxydation. Les substrats de ces réactions sont principalement les acides gras insaturés. Ils s'oxydent en général plus vite lorsqu'ils sont libres et insaturés. Les acides saturés ne s'oxydent qu'à une température supérieure à 60°C, tandis que les acides polyinsaturés s'oxydent même lors de l'entreposage des aliments à l'état congelé [2].

Les principaux problèmes posés par l'oxydation des lipides résident dans la dégradation des propriétés organoleptiques (formation des composés volatils d'odeur désagréable) et nutritionnelles (par interaction des produits d'oxydation avec les acides aminés de l'aliment).

L'oxydation des lipides conduit également à la formation des peroxydes qui sont des molécules cancérigènes.

Les facteurs influençant l'oxydation des lipides sont : Température, Oxygène, la lumière et les traces métalliques.

## II. Etude de la matière première « Huile de soja »

Le soja ou «soya» est une plante grimpante de la famille des fabacées, du genre Glycine proche du haricot, elle est largement cultivée pour ses graines oléagineuses qui fournissent la principale huile alimentaire consommée dans le monde, ces graines constituent des aliments naturels les plus riches. Le soja est originaire des régions chaudes du Sud-est de l'Asie, mais 45 % des surfaces cultivées se trouvent aux Etats-Unis et 55 % de la production mondiale provient de Brésil, Argentine, Chine et de l'inde. Ce n'est qu'au cours de ce dernier siècle que le soja s'est développé comme culture en Europe et en Amérique du Sud [22].



**Figure 4: La Plante et Graines de soja.**

## II.1 Composition de la graine

Les graines de soja constituent une excellente source de protéines de haute valeur nutritive et d'acides aminés. De plus, le soja contient presque 20% en masse de lipides avec l'huile de soja et les phospholipides comme composants les plus importants, comme le montre le tableau I [11].

**Tableau 1: Composition moyenne des graines de soja entières.**

| Composants     | Graines entières Sèches (%) | Graines décortiquées (%) |
|----------------|-----------------------------|--------------------------|
| Huile          | 18                          | 20                       |
| Protéines      | 37                          | 38                       |
| Cendres        | 5                           | 5                        |
| Phospholipides | 2                           | 2                        |
| Humidité       | 11                          | 9                        |
| Glucides       | 27                          | 26                       |

## II.2 Composition de l'huile de soja

### II.2.1 Acides gras

L'huile de soja est une huile très polyinsaturée. Comme toute huile végétale, elle est exempte de tout cholestérol et très pauvre en acides gras saturés tableau 2 [11].

**Tableau 2 : Composition de l'huile de soja en acide gras.**

| Acide gras    | Nombre de carbone :<br>double liaison | Acide gras<br>(mg / 100 g de corps gras)<br>(%) |
|---------------|---------------------------------------|---|
| Myristique    | C14 :0                                | < 0,2   |
| Palmitique    | C16:0                                 | 8 – 13  |
| Stéarique     | C18 :0                                | 1 – 2   |
| Oléique       | C18 :1                                | 17 – 26   |
| Linoléique    | C18:2                                 | 50 – 62   |
| Linoléinique  | C18 :3                                | 4 – 10  |
| Arachidique   | C20 :0                                | < 1,2   |
| Gadoleique    | C20 :1                                | < 0,4   |
| Arachidonique | C20 :3                                | < 1.2   |
| Beleique      | C22 :0                                | < 0,5   |

### II.2.2 Insaponifiables

La partie insaponifiable de l'huile de soja présente 1,6% dans le brute et 0,6 à 0,7% dans l'huile raffinée. Elle se compose essentiellement de stérols et de tocophérols. Tableau3 représente l'insaponifiable de l'huile de soja [7].

**Tableau 3: Composition en insaponifiable de l'huile de soja.**

| <b>Insaponifiable : 0,5 -1,6%</b>                                 |           |
|---|-----------|
| Stérols<br>(mg/100g de corps gras)                                | 250 - 418 |
| Tocophérols<br>(mg/100g de corps gras)                            | 80 - 167  |
| Hydrocarbures<br>(mg/100g de corps gras)                          | /         |
| <b>Composition de stérols<br/>(% des stérols totaux)</b>          |           |
| Cholestérol   | <1.0      |
| Brassicastérol  | /         |
| Campastérol   | 19 - 23   |
| Stigmastérol  | 17 - 19   |
| β Sitostérol  | 47 - 59   |
| Δ 5 Avénastérol   | 2 - 4     |
| Δ 7 Stigmastérol  | 1 - 3     |
| Δ 7 Avénastérol   | 1 - 2     |
| Ergostérol  | <3        |
| <b>Composition des tocophérols<br/>(% des tocophérols totaux)</b> |           |
| Alpha tocophérols   | 5 - 10    |
| Beta tocophérols  | 2 - 3     |
| Gamma tocophérols   | 44 - 60   |
| Delta tocophérols   | 30 - 43   |

### II.2.3 Phospholipides

Dans chaque type d'huile, les phosphatides ont des proportions différentes, pour l'huile de soja : 30% de lécithine, 30 % de céphaline et 40 % d'inositol [4].

### II.3 Qualité de l'huile de soja

Les valeurs typiques et / ou recommandées (maximum) pour les paramètres de qualité de l'huile brute de soja sont [5] :

- **Acides gras libres (AGL)** : 2 à 3 g d'acide oléique /100g.
- **Phosphatides** : 700 à 800 ppm de phosphore pour l'huile brute d'extraction, 200 ppm de phosphore maximum pour l'huile brute démulcinée.

- **Humidité et matières volatiles** : Une teneur de 0,15% en masse pour l'huile brute d'extraction, et 0,10 % en masse pour l'huile brute démulcinée.
- **Indice de peroxyde** : cet indice ne peut pas dépasser 50 méq / Kg.

### II.3.1 Principales constituants physico-chimiques de l'huile de soja

Les principales constantes physiques et chimiques de l'huile de soja sont données dans Tableau 4 [9].

**Tableau 4 : Constantes physiques et chimiques de l'huile de soja.**

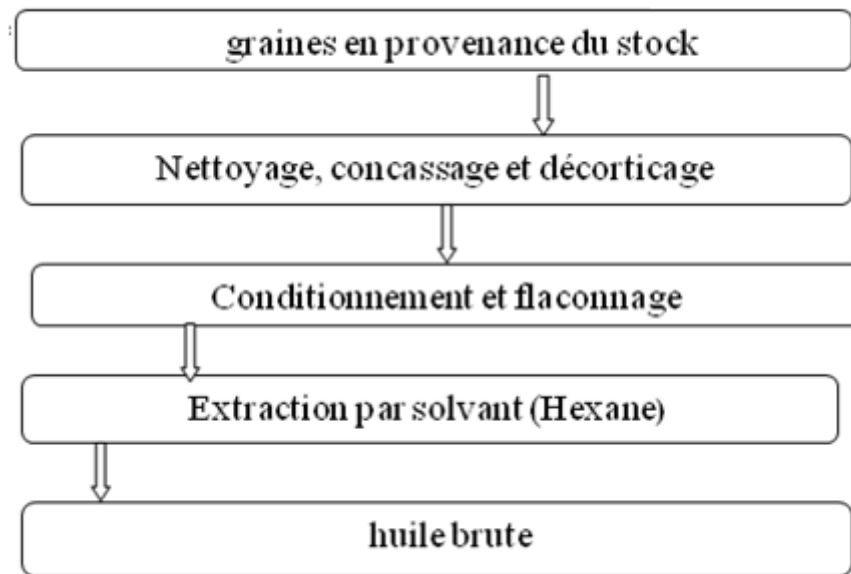
|  |  |
|--|--|
| D <sub>20</sub> (densité à 20°C)                           | 0,921 – 0,924                                  |
| V <sub>20</sub> (viscosité à 20°C)                         | 53 -58 (CP)                                    |
| n <sub>D</sub> <sup>20</sup> (indice de réfraction à 20°C) | 1,473 – 1,477                                  |
| I <sub>i</sub> (indice d'iode)                             | 125 – 128 (g d'I <sub>2</sub> / 100g d'huile). |
| I <sub>s</sub> (indice de saponification)                  | 188 - 195 (mg KOH / g d'huile).                |

### II.3.2 Valeurs nutritionnelles de l'huile de soja

L'huile de soja est une huile 100 % végétale, riche en acides gras essentiels et pauvres en cholestérol. C'est une huile de table excellente par sa teneur en acide linoléique qui la rend fragile à la chaleur. C'est une bonne source de vitamines, elle est naturellement protégée à l'oxydation par la vitamine E qu'elle contient. La richesse de l'huile de soja en acides gras essentiels le met en premier rang après le tournesol, et là rend très intéressant dans le cas d'hypercholestérolémie et d'athérosclérose [23].

### II.4 Technologie d'obtention d'huile brute (soja)

L'huile brute désigne l'huile non raffinée, mais cela ne signifie pas qu'elle ne subit aucun traitement chimique. Elle peut être obtenue selon deux procédés, l'un physique (la pression), et l'autre chimique (l'extraction par solvant). Le procédé d'extraction de l'huile brute est résumé dans la figure7. [24]



**Figure 5: Schéma du procédé général d'obtention de l'huile brute.**

#### **II.4.1 Extraction de l'huile par pression**

La première étape de l'extraction proprement dite consiste à nettoyer et à décortiquer certaines matières oléagineuses. On procède ensuite au broyage qui consiste à transformer la substance en pâte qui subira alors une extraction mécanique par pressage à froid ou à chaud [17].

##### **❖ Aplatissage**

Les graines passent entre deux cylindres lisses et ressortent sous forme de «flacons» [17].

##### **❖ Pressage à froid**

Il s'effectue à l'aide de presses hydrauliques à une température maximale ( $T 60^{\circ} C$ ) [17].

##### **❖ Cuisson**

Les flocons sont chauffés à une température ( $T 80^{\circ} C$ ). Cette cuisson a pour but de faciliter l'extraction de l'huile des flocons au cours de la pression [5].

##### **❖ Le pressage à chaud**

Il s'effectue uniquement par le passage de la pâte dans des presses à une température (80° à 120°C). Les flacons séchés passent dans les presses (pression). L'huile s'écoule tandis que « les écailles de presse » sont recueillies à la sortie. L'huile obtenue (« l'huile de pression ») est tamisée et séchée par pulvérisation sous vide pour conserver ses qualités au cours de stockage [5].

#### **II.4.2 Extraction par solvant**

Les écailles de presse contiennent 12 à 15 % d'huile. Elles sont appelées « tourteau gras ». La récupération de cette huile résiduelle contenue dans le tourteau se fait par extraction chimique. Les industries utilisent un solvant de qualité alimentaire (hexane), celui-ci est pulvérisé sur le tourteau qui se déplace à contre-courant sur un tapis au cours de ce déplacement le solvant percole dans le tourteau, puis il est recyclé plusieurs fois. Il s'enrichit progressivement en l'huile tandis que le tourteau s'appauvrit en matières grasses. A la sortie de l'extracteur, le solvant qui se trouve d'une part de façon résiduelle dans le tourteau et d'autre part dans le miscella (mélange de solvant et de l'huile), doit être récupéré [17].

##### **❖ Distillation du miscella**

Elle permet de récupérer une huile pure dite (l'huile d'extraction), elle consiste en une succession de chauffage sous vide suivie de condensation pour séparer les deux fluides.

L'huile brute d'extraction est ensuite séchée par pulvérisation sous vide afin de conserver ses qualités [17].

##### **❖ Désolvantisation**

Elle se fait à la vapeur dans une tour à étages appelée «désolvantateur». Le tourteau en grande partie déshuilé contient environ 2% de matière grasse et généralement mise sous forme de granules ou «pellets». Le solvant est récupéré pour être réutilisé de nouveau [17].



## II.5 Les facteurs influençant sur la qualité de l'huile de soja brute

Les différents facteurs susceptibles d'influencer la qualité de l'huile de soja brute sont énumérés au tableau 5 [21].

**Tableau 5 : Facteurs d'influence sur la Qualité de l'huile de soja brute.**

| <b>Facteurs d'influence</b>                  | <b>Accroissement en</b>   |
|--|---|
| Fèves non mures                              | Pigments  |
| Semences de mauvaises herbes                 | Produit d'oxydation<br>Pigments   |
| Stockage des fèves                           | mucilages/Phosphatides,<br>phospholipides non hydratables<br>Acides gras libres                         |
| Conditionnement des fèves pour l'extraction  | mucilages/ Phosphatides.<br>phospholipides non hydratables<br>Produit d'oxydation.<br>Teneur fer/ métal |
| Huile d'extraction au solvant (échauffement) | phospholipides non hydratables<br>Produit d'oxydation   |
| Huile sortant de l'extracteur (échauffement) | phospholipides non hydratables  |
| Stockage de l'huile brute                    | Produit d'oxydation<br>Acides gras libres   |

### III. Le raffinage des corps gras

Les huiles végétales, telles qu'on les obtient soit par extraction au solvant ou par pression, renferment encore des impuretés diverses dont on se débarrasse par une série de traitements effectués le plus souvent en continu.

Le raffinage est l'ensemble des opérations qui servent à transformer l'huile brute en un produit comestible en éliminant les impuretés qui le rendent impropres à la consommation.

En effet, les huiles contiennent de nombreux composés : certains sont très utiles (vitamines, insaponifiables, ...), d'autres sont nuisibles à leur qualité (gommes, acides gras libres, pigments, agents odorants, ...).

Le raffinage consiste donc à éliminer au mieux ces composés afin d'obtenir une huile aux qualités organoleptiques et chimiques satisfaisantes. Il comprend plusieurs étapes [19] :

- **Démucilagination (ou dégomme)** : elle permet de débarrasser les huiles des gommes après leur hydrolyse par un acide.
- **Neutralisation** : les acides gras libres sont les impuretés les plus représentées dans les huiles à raffiner. L'étape de neutralisation sert à éliminer ces composés susceptibles d'accélérer l'oxydation de l'huile. Elle se fait à l'aide de soude caustique et est suivie d'un lavage à l'eau et d'un séchage.
- **Décoloration** : elle sert à éliminer les pigments contenus dans l'huile.
- **Filtration** : cette étape permet d'obtenir une huile limpide après élimination de la terre décolorante.
- **Désodorisation** : cette étape permet de débarrasser l'huile de son odeur désagréable par distillation sous vide poussé à température élevée (220°C-240°C).

#### III.1 Objectif du raffinage

Le raffinage a pour objectif l'amélioration des caractéristiques organoleptiques :

- Réduire le niveau de la couleur.
- Réduire ou éliminer l'odeur.

- Eliminer les produits indésirables pour avoir un produit d'un bon niveau de pureté et de stabilité tels que :
  - ✓ Produits d'oxydation et de décomposition (les phospholipides, les métaux, les résidus d'herbicides et de pesticides, autres produits mineurs).
  - ✓ Modifier la structure des triglycérides nécessaires.
  - ✓ Préserver le contenu en vitamines.
  - ✓ Minimiser les pertes en triglycérides.
  - ✓ Protéger les triglycérides de la dégradation au cours du processus [19].

### **III.2 Procédés du raffinage**

Pour obtenir la qualité de l'huile exigée, trois procédés de raffinage sont mis en œuvre (enzymatique, physique et chimique).

#### **Remarque :**

Le processus du raffinage chimique s'effectue par deux méthodes différentes :

- Raffinage chimique à chaud (c'est un procédé destiné pour l'huile de soja et l'huile de tournesol).
- Raffinage chimique à froid (c'est un procédé destiné pour l'huile de tournesol).

### **III.3 Etapes du raffinage chimique à chaud**

#### **III.3.1 La neutralisation**

##### **III.3.1.1 La déémucilagination ou dégommage**

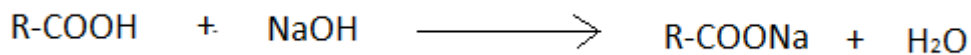
L'huile brute est traitée avec de l'acide phosphorique ( $H_3PO_4$ ), le mélange (huile brute,  $H_3PO_4$ ) s'effectue à une température de  $90^\circ C$ , dans le but de provoquer la précipitation des phospholipides avec formation de mucilages (substance présente chez de nombreux végétaux qui gonflent au contact de l'eau donnant une solution visqueuse plus lourde que l'huile). Ensuite, ces mucilages sont éliminés par centrifugation.

### III.3.1.2 La neutralisation proprement dite

L'huile déémucilaginée est portée à une température de 90°C ensuite neutralisée par de la soude caustique afin d'éliminer les acides gras libres qui lui donnent un mauvais goût et qui nuit à sa conservation. La neutralisation à la soude reste de loin la méthode la plus utilisée.

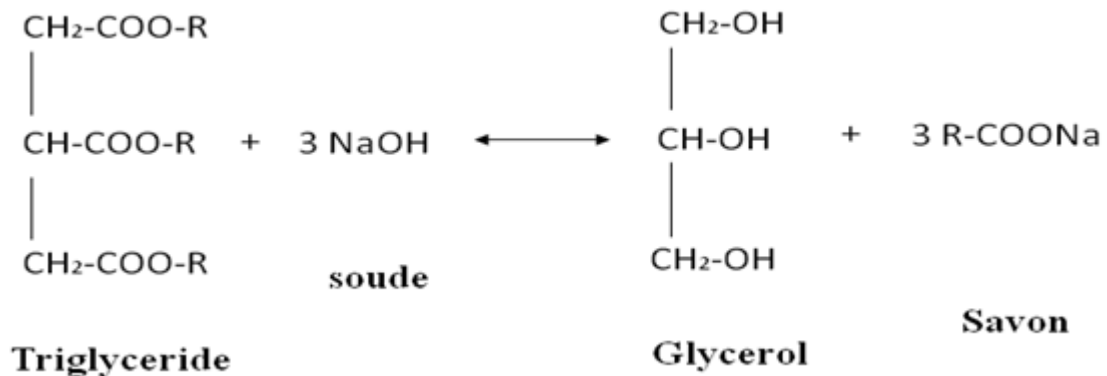
Outre son effet neutralisant, la soude permet de débarrasser l'huile de la quasi-totalité des phospholipides restant, et d'éliminer les traces métalliques (fer et cuivre) qui sont des catalyseurs d'oxydation, donc des accélérations du rancissement.

La neutralisation par la soude élimine les acides gras libres en formant des savons insolubles dans l'huile appelés « pates de neutralisation » ou « soapstok » qui sont ensuite éliminées par centrifugation. La neutralisation se fait selon la réaction suivante [4] :



#### Réaction 4: neutralisation par la soude.

Une neutralisation mal réalisée (excès du NaOH) peut attaquer l'huile neutre, dans ce cas la réaction de saponification dite « parasite » aura lieu, elle diminue le rendement de l'opération comme le montre la réaction suivante [4]:



#### Réaction 5: Saponification parasite.

### III.3.1.3 Lavage & Séchage

L'huile neutralisée subit un double lavage à l'eau chaude qui permet d'éliminer la quasi-totalité des traces des savons résiduels ainsi que d'autres impuretés puis déshydratée sous vide dans un sécheur à 90°C [19].

### III.3.2 La décoloration

La décoloration des huiles est obtenue par adsorption des pigments sur une terre décolorante (argile) maintenue en contact avec l'huile de 20 à 30 minutes, sous vide, à 105°C. La terre chargée en pigments, est alors séparée de l'huile par filtration.

La décoloration permet également l'élimination parfaite des traces de savons [19].

### III.3.2.1 Le décirage

C'est une opération de purification complémentaire qui a pour but d'éliminer les cires naturelles, soluble à 40°C, mais très peu soluble à température ambiante. La présence de ces cires se traduit par défaut d'aspect divers (trouble, dépôt, flocons) qui nuisent à la présentation du produit. Un refroidissement de l'huile aux environs de 5 °C est nécessaire pour assurer la cristallisation complète des cires qui seront séparées de l'huile par centrifugation et filtration [5].

### III.3.3 La désodorisation :

La désodorisation appliquée aux huiles comestibles est la dernière étape du raffinage, elle a pour but d'éliminer les substances sapides et odorantes par distillation.

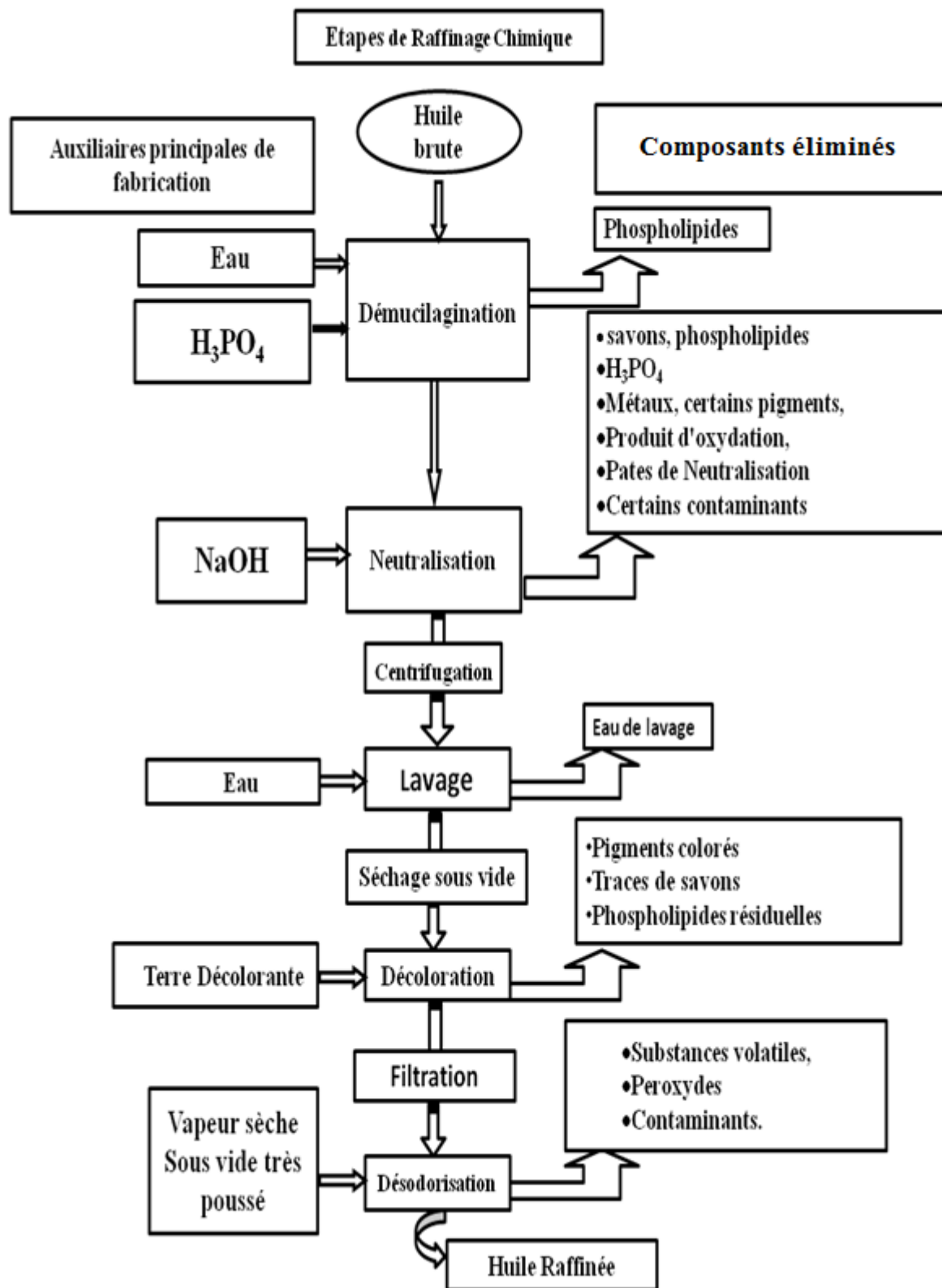
Il y a un grand nombre de composants qui confèrent aux huiles brutes leur goût désagréable, ces substances sont partiellement éliminées dans les étapes du raffinage précédant la désodorisation.

Mais certaines de ces substances odorantes, présentes en proportions infinitésimales, sont tenaces et très intimement liées aux glycérides. Ce sont celles-là qui donnent à chaque huile sa saveur caractéristique. Pour éliminer toutes les odeurs susceptibles de donner à l'huile un goût désagréable, on lui fait subir un traitement physique par un chauffage à 220 °C environ et sous un vide très poussé (2 mbar). Le chauffage est produit par une vapeur sèche injectée directement à contre courant de l'huile. Pour éviter l'oxydation et permettre sa meilleure conservation on lui rajoute de l'acide citrique à la sortie du désodoriseur.

Les opérations du raffinage chimique conduisent à l'élimination de divers composés considérés comme des contaminants de l'huile, le tableau 6 résume les différentes opérations du raffinage chimique et leurs effets [17].

**Tableau 6: Les composés éliminés durant le raffinage.**

| <b>Opérations</b>       | <b>Composants éliminés</b>  | <b>Composants parasites introduits</b>                              |
|-------------------------|---|---|
| <b>Stockage</b>         |   | Acides gras libres  |
| <b>Démucilagination</b> | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Mucilages / phosphatides</li> <li>• glycolipides et composés protidiques</li> <li>• La chlorophylle est partiellement éliminée surtout si l'acide phosphorique est utilisé.</li> </ul>   |   |
| <b>Neutralisation</b>   | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Acides gras libres / phosphatides résiduels</li> <li>• Composés de dégradation d'origine oxydative.</li> <li>• Composés métalliques</li> <li>• Matières colorantes réduites /Insecticides</li> </ul>                               | Savon /Eau  |
| <b>Lavage</b>           | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Savon</li> <li>• traces de soude</li> <li>• phosphatides résiduels.</li> </ul>   | Eau   |
| <b>Séchage</b>          | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Eau</li> </ul>   |   |
| <b>Décoloration</b>     | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Pigments (caroténoïdes et chlorophylliens essentiellement)</li> <li>• Savon</li> <li>• Hydrocarbures polycycliques (traitement au charbon actif)</li> </ul>  | Peroxydes et formation d'isomères à double liaisons conjuguées.     |
| <b>Désodorisation</b>   | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Acides gras libres</li> <li>• substances volatiles responsables de l'odeur et du goût</li> <li>• Peroxydes</li> <li>• Pigments et produits de leur dégradation</li> <li>• Pesticides</li> <li>• Stérols et tocophérols.</li> </ul> | Acides gras libres Formation d'isomères géométriques et de dimères. |



**Figure 6: Étapes du Raffinage chimique.**

## IV. Décoloration

### IV.1 Introduction

La décoloration ou blanchiment est un traitement qui fait appel, soit à des réactions chimiques (oxydation, réduction, carbonisation), soit à des réactions physiques (agents adsorbants, charbon actif) qui contribuent à l'élimination des pigments naturels tels que les chlorophylles et caroténoïdes, et également qui vise à éliminer les traces métalliques (cuivre, fer) agissant sur la stabilité oxydative de l'huile [33].

Le but de la décoloration est d'éliminer le maximum de composés indésirables. Selon leurs origines, les composés à enlever peuvent être divisés en 3 groupes :

- composés naturels (pigments naturels, phospholipides)
- contaminants de l'environnement (pesticide, hydrocarbure poly aromatique)
- sous-produits formés pendant le stockage, en même temps que les produits chimiques formés au cours de raffinage (savon) [15].

L'opération s'effectue sous vide de façon à empêcher l'oxydation qui est favorisée par la dispersion de l'huile sur les particules de terre.

Elle favorise le contact et permet de limiter le temps de réaction entre 20 à 30 minutes [14].

La décoloration des huiles végétales par les terres activées donne de meilleurs résultats lorsque l'opération est conduite à une température voisine de 105 °C.

#### IV.1.1 Principe de la décoloration

La décoloration des huiles par les agents physiques d'adsorption se base sur le phénomène d'adsorption. Lorsqu'un adsorbant est mis en contact avec une solution, il attire à sa surface aussi bien les molécules de la substance dissoute que celle du solvant [14].

#### IV.1.2 Fonctionnement de la décoloration

Généralement, on distingue entre une décoloration continue et décoloration discontinue, les deux procédés utilisent les terres décolorantes à des températures entre 90-120 °C pendant 20-30 minutes [14].



#### IV.1.2.1 Décoloration discontinue

La décoloration discontinue est effectuée dans un ou plusieurs récipients équipés d'une terre décolorante. La terre décolorante est ajoutée à l'huile à une certaine température. La suspension est agitée pendant 20-30 minutes. A la fin de la décoloration le mélange huile -terre est séparé par filtration [33].

#### IV.1.2.2 Décoloration continue

Ce procédé de décoloration continue a été découvert pour la première fois par KING et al. La terre de décoloration est ajoutée en continue à l'huile. La terre de décoloration et l'huile sont séparées par filtration après un certain temps [33].

#### IV.1.3 Procédés de décoloration

##### IV.1.3.1 Procédés chimique

Cette méthode utilise : l'oxydation, la carbonisation et la réduction pour traiter l'huile.

##### ❖ Par carbonisation :

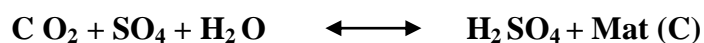
Ce mode de décoloration consiste à traiter l'huile par une quantité limitée d'acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) concentré, ce traitement peut provoquer la formation de substances colorées. Une grande quantité de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> conduit à la carbonisation de l'huile elle-même.

##### ❖ Par oxydation :

Ce traitement consiste à oxyder le groupement chromophore des pigments au moyen des oxydants usuels comme l'oxygène, l'ozone, et les peroxydes.

##### ❖ Par réduction :

Cette méthode consiste à fixer l'oxygène des matières colorantes par l'emploi de réducteur classique tel que l'anhydre sulfureux.



#### Réaction 6: Réduction de matières colorantes.

Avec :

Mat (C): matière colorante.

SO<sub>4</sub>:

Par ce procédé, il s'avère que seules les matières colorantes oxydées sont attaquées. D'autre part, les matières colorantes peuvent s'oxyder au contact de l'air et redonner à l'huile sa couleur initiale, la stabilité de la couleur n'est pas préservée [25].

#### **IV.1.3.2 Procédés physiques**

- ❖ Le phénomène d'adsorption

### **IV.2 Adsorption**

L'adsorption à l'interface soluté/solide est un phénomène de nature physique ou chimique par lequel des molécules présentes dans effluent liquide ou gazeux, se fixent à la surface d'un solide [26]. Ce phénomène dépend à la fois de cette interface et des propriétés physico-chimiques de l'adsorbât [27]. Ce phénomène spontané provient de l'existence, à la surface du solide des forces non compensées, qui sont de nature physique ou chimique. Ces forces conduisent respectivement à deux types d'adsorption: la chimisorption et la physisorption.

#### **IV.2.1 Adsorption chimique (ou chimisorption)**

Elle met en jeu une ou plusieurs liaisons chimiques covalentes ou ioniques entre l'adsorbât et l'adsorbant. La chimisorption est généralement irréversible, produisant une modification des molécules adsorbées. Ces dernières ne peuvent pas être accumulées sur plus d'une monocouche. Seules sont concernées par ce type d'adsorption, les molécules directement liées au solide [28]. La chaleur d'adsorption, relativement élevée, est comprise entre 20 et 200 Kcal/mol [26]. La distance entre la surface et la molécule adsorbée est plus courte que dans le cas de la physisorption.

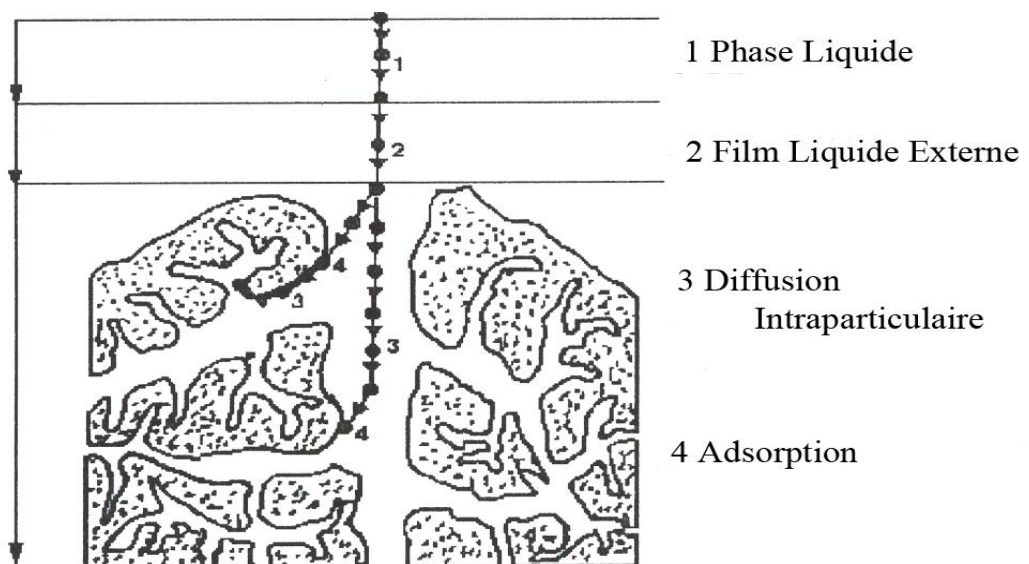
#### **IV.2.2 Adsorption physique (ou physisorption)**

Contrairement à la chimisorption, l'adsorption physique se produit à des températures basses. Les molécules s'adsorbent sur plusieurs couches (multicouches) avec des chaleurs d'adsorption souvent inférieures à 20 Kcal/mole [26]. Les interactions entre les molécules du soluté (adsorbât) et la surface du solide (adsorbant) sont assurées par des forces électrostatiques type dipôles, liaison hydrogène ou Van der Waals [29]. La physisorption est rapide, réversible et n'entraînant pas de modification des molécules

adsorbées. La distinction entre les deux types d'adsorption n'est pas toujours facile. En effet, les énergies mises en jeu dans les physisorptions fortes rejoignent celles qui interviennent dans les chimisorptions faibles.

#### IV.2.3 Description du mécanisme d'adsorption

L'adsorption se produit principalement en quatre étapes. La figure I.1 représente un matériau (adsorbant) avec les différents domaines dans lesquels peuvent se trouver les molécules organiques ou inorganiques qui sont susceptibles de rentrer en interaction avec le solide [30].



**Figure 7: Domaines d'existence d'un soluté lors de l'adsorption sur un matériau microporeux.**

Avant son adsorption, le soluté va passer par plusieurs étapes :

1. Diffusion de l'adsorbât de la phase liquide externe vers celle située au voisinage de la surface de l'adsorbant.
2. Diffusion extra granulaire de la matière (transfert du soluté à travers le film liquide vers la surface des grains).

3. Transfert intra granulaire de la matière (transfert de la matière dans la structure poreuse de la surface extérieure des graines vers les sites actifs).
4. Réaction d'adsorption au contact des sites actifs, une fois adsorbée, la molécule est considérée comme immobile.

### **IV.3 Terres décolorantes**

Les terres décolorantes sont des argiles d'origine volcanique, constituées principalement de montmorillonite. L'altération et la transformation hydrothermale de cendres des tufs volcaniques riches en verre entraînent la néoformation des minéraux argileux, qui font partie principalement du groupe des smectites. Les roches argileuses ainsi formées portent le nom de bentonite, d'après le gisement situé près de Fort Benton (Wyoming, Etats-Unis). Elle contient plus de 75 % de montmorillonite.

Les bentonites découvertes dès 1888 contiennent au moins 75% de montmorillonite. En plus de la montmorillonite, cette terre peut contenir d'autres minéraux argileux (kaolinite, illite,...) ainsi que des impuretés sous forme de gypses, de carbonates [31].

#### **IV.3.1 Activation des terres Décolorantes**

L'activation est un procédé classique qui consiste à améliorer les propriétés d'adsorption de l'argile en lui faisant subir un traitement physique (thermique) ou chimique.

L'activation consiste à transformer les silicates en silice. Cette transformation est réalisée par l'action d'acides forts à des températures de 80 -130°C [14].

L'activation se produit par dissolution partielle de smectite, elle est caractérisée par un premier remplacement des cations des couches intercalaires par  $H^+$  suivies de la dissolution des feuilles tétraédriques et octaédriques [7].

### IV.3.2 Facteurs influençant la décoloration

Parmi les facteurs qui influent sur le rendement de la décoloration, on peut citer les principaux qui sont :

- ❖ **Pourcentage de terre décolorante :** La quantité de terre décolorante à employer dépend de l'objectif de l'utilisation et de la nature de l'huile à traiter. Un pourcentage élevé recoloré l'huile, contrairement à un faible pourcentage qui n'a presque pas d'effet sur la décoloration, donc il faut déterminer un rapport optimal pour chaque terre et huile pour avoir un rendement maximal de décoloration [14].
- ❖ **Activation de la Montmorillonite :** La meilleure propriété connue pour la terre décolorante est sa grande capacité d'adsorption, qui peut être augmentée par l'activation en utilisant des acides [32].
- ❖ **Surface Spécifique de la Montmorillonite :** La variation de la porosité au cours de l'activation par des acides est liée aux variations de la structure de la Montmorillonite. Les faibles dimensions favorisent l'adsorption [34].
- ❖ **Agitation :** Elle permet non seulement de mettre rapidement le milieu à décolorer en contact avec les corps adsorbants mais aussi à homogénéiser ce contact [35].
- ❖ **Temps de contact :** En général, un temps de contact de 15 à 20 minutes suffit pour une bonne décoloration ; la prolongation de la durée de chauffage peut conduire à la réversion de l'adsorption [36].
- ❖ **Température :** La terre ajoutée à l'huile chaude réduit son pouvoir absorbant parce que l'humidité présente dans la terre est éliminée trop rapidement, provoquant aussi un effondrement de la structure réticulaire de la terre ce qui réduit sa surface. Dans le cas de la décoloration à l'air libre, la terre devrait être ajoutée à l'huile à 80°C [36].
- ❖ **Humidité :** L'humidité restante dans l'huile non séchée favorise l'effet acide de la terre, alors que des valeurs excessives ou très faibles de l'humidité dans l'huile diminuent la capacité d'adsorption de la terre [36].
- ❖ **Le Vide** L'opération de décoloration s'effectue sous vide léger pour empêcher l'oxydation, qui est favorisée par la dispersion de l'huile sur les particules de terre [6] ; par la raison qu'une grande quantité d'air (O<sub>2</sub>) en contact avec l'huile, à une température élevée, favorise l'oxydation de l'huile [35].

## IV.4 Adsorption des pigments la terre décolorante

### IV.4.1 Adsorption de la chlorophylle

Les pigments présentent des groupements oléfiniques qui peuvent être protonés par les groupements acides, la figure 9 ci-dessous montre le mécanisme d'adsorption de la chlorophylle sur la terre décolorante [11].

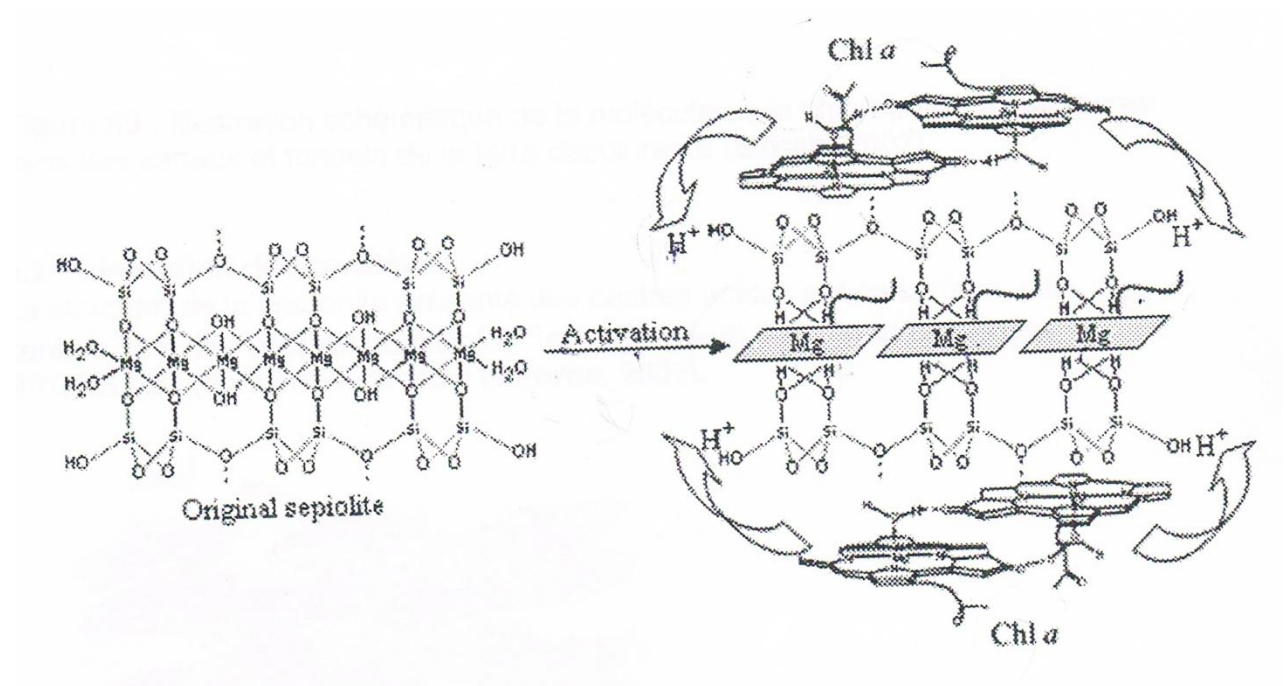
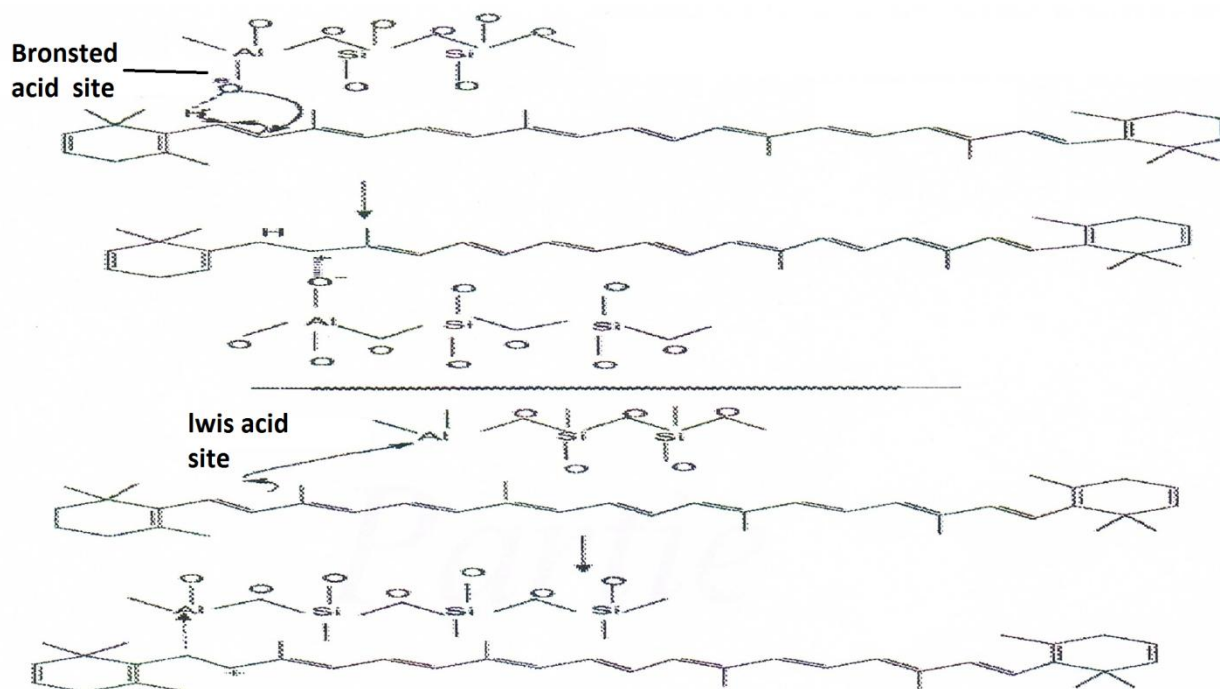


Figure 8 : Adsorption de chlorophylle sur la terre décolorante.

#### IV.4.2 Adsorption des carotènes

La structure de la bentonite présente des centres acides sur sa surface, ces centres sont des sites de LEWIS ( $Al^{+3}$  octaédrique et  $Fe^{+2}$  libre) et site de BRONSTED (donneur de proton) [22], suggère que l'adsorption des carotènes est catalysée par l'acidité de BRONSTED et de LEWIS, comme le montre la figure 10 [11].



**Figure 9 : Adsorption des carotènes sur la terre décolorante.**

#### IV.5 Effets Secondaires de la décoloration

En plus de leurs actions sur les pigments colorés, les agents décolorants entraînent un certain nombre d'effets secondaires :

- En créant des systèmes de doubles liaisons conjuguées ; probablement par action sur les peroxydes.
- En formant des colorants non adsorbables, par action chimique sur les glycérides oxydées [14].

# **MATERIEL ET METHODES**



## I.1 Introduction

Notre travail a été réalisé à l'unité de production « raffinerie d'huile »,  
 Dans la salle de contrôle et avec l'aimable coopération des opérateurs ; on varie le  
 taux de dosage de la terre décolorante de 1 à 1.6% d'un pas de 0.2%.

Les paramètres influençant les procédés de décoloration et désodorisation ont été  
 fixés suivant le manuel de l'unité. Ces paramètres sont présentés comme suite :

La décoloration

- Température 105°C.
- Temps de séjour 30 minutes
- Vide environ 90 mbar
- Agitation avec une vapeur surchauffée à une pression de 6 bar.

La désodorisation

- Température 240°C.
- Vide  $\leq 2$  mbar.

## I.2 Echantillonnage

Les prélèvements des échantillons à analyser sont programmés suivant un emploi du  
 temps bien précis. Le schéma suivant nous indique les points et l'emploi du temps  
 nécessaire pour chaque prélèvement.

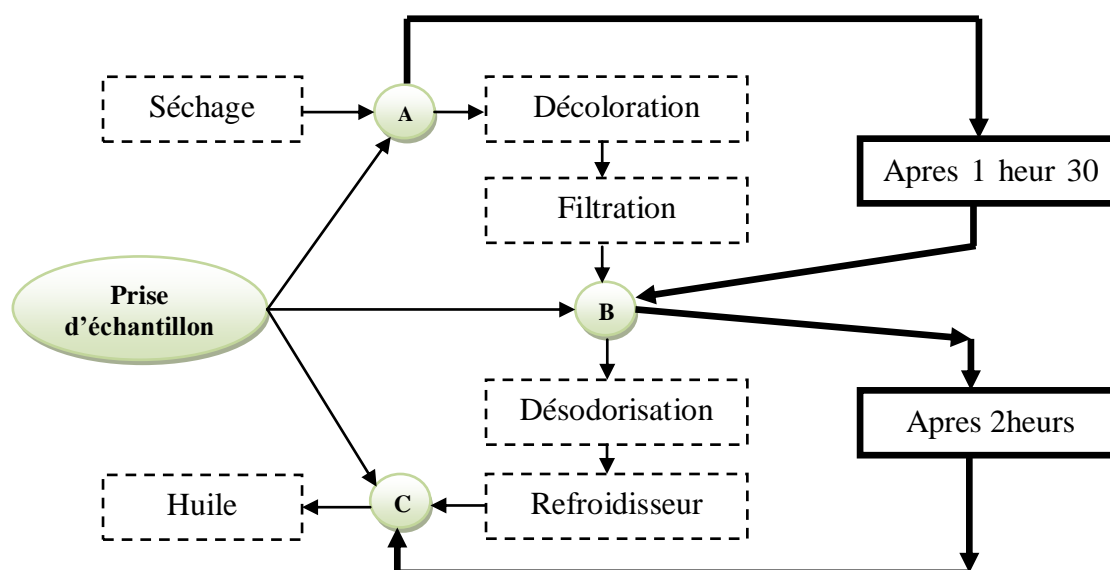


Figure 10: Schéma d'échantillonnage.

## I.2.1 Analyses physiques

### I.2.1.1 L'humidité et les matières volatiles (ISO 662, 1998)

#### ❖ Définition

L'eau et les matières volatiles sont déterminées par la perte de poids de l'échantillon chauffé à 103°C, pendant un temps suffisamment court pour éviter l'oxydation, mais suffisamment long pour permettre l'élimination de l'eau et des matières volatiles.

#### ❖ Principe

Le principe est basé sur la détermination du poids de l'huile avant et après séchage à l'étuve. Toute diminution du poids après séchage indique la présence d'humidité.

#### ❖ Mode opératoire

On pèse 20g d'huile dans un bêcher préalablement séché à l'étuve, refroidi dans un dessiccateur et taré. Introduire le bêcher contenant l'huile dans l'étuve réglée à 103±2°C l'y maintenir pendant une heure et demie à deux heures, peser après refroidissement jusqu'à poids constant.

#### ❖ Expression des résultats

$$\% \text{ humidité} = \frac{(m_1 - m_2) * 100}{m_1 - m_0}$$

#### Équation 1: Taux d'humidité.

Avec : m0 : la masse de la capsule vide.

m1 : la masse de la prise d'essai et de la capsule, avant séchage.

m2 : la masse de la prise d'essai et de la capsule, après séchage.

### **I.2.1.2 Détermination de la couleur (ISO 15305, 1998):**

#### **❖ Définition**

La couleur joue un rôle important dans l'évaluation de la qualité d'un aliment. En effet, elle est liée aux principaux constituants qui sont déterminés à leur maximum d'absorption.

Les chlorophylles et les caroténoïdes sont les principaux pigments rencontrés dans l'huile, et qui peuvent être affectés par de mauvaises conditions d'entreposage et aussi par le processus d'oxydation.

#### **❖ Principe**

La détermination de la couleur est effectuée par un colorimètre « Lovibond » constitué de deux séries de verres colorés : jaune et rouge, la couleur de l'huile est comparée à une couleur obtenue grâce à la superposition de ces verres colorés.

#### **❖ Mode opératoire**

Verser l'huile à analyser dans une cellule en verre de 5 pouces que nous plaçons dans le colorimètre, la couleur de l'échantillon est déterminée par une meilleure comparaison possible avec les lames de couleur standard.

La lecture se fait par le réglage de deux faces jusqu'à l'obtention de la même couleur des deux côtés. Ensuite, il faut lire sur la planche les valeurs du jaune et du rouge.

#### **❖ Expression des résultats**

Les résultats s'expriment en termes de nombre d'unités jaune et rouge nécessaires pour l'obtention de la couleur correspondante.

## I.2.2 Analyses chimiques

### I.2.2.1 Détermination de l'acidité (ISO 660, 1996)

#### ❖ Définition

C'est le pourcentage d'acides gras libres dans la matière grasse (huile), elle est exprimée en pourcentage d'acide oléique.

#### ❖ Principe

Neutraliser les acides gras libres présents dans l'huile par une solution de soude en présence d'un indicateur coloré (phénolphtaléine).

#### ❖ Mode opératoire

Introduire dans un erlenmeyer 75 ml d'alcool éthylique neutralisé avec du NaOH en présence de phénolphtaléine jusqu'à coloration rose, puis peser 10 g d'huile, chauffer le mélange pendant une minute afin d'améliorer la réaction, titrer par une solution du NaOH à 0,1 N jusqu'à avoir une coloration rose persistante.

#### ❖ Expression des résultats

$$A\% = \frac{(M * N * V)}{m * 10}$$

**Équation 2: Taux d'acidité.**

**Avec :**

A% : Acidité d'huile en %

M : Masse molaire d'acide oléique = 282 g/ mol

N : Normalité du NaOH (0,1 N)

V : Volume du NaOH nécessaire pour la neutralisation (chute de burette)

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

### I.2.2.2 Détermination de l'indice de peroxyde (ISO 3960, 2007)

#### ❖ Définition

C'est le nombre de milliéquivalent gramme d'oxygène actif par kilogramme d'acide gras, oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode. Sa détermination renseigne sur le degré d'oxydation de l'huile.

#### ❖ Principe

Consiste en un traitement d'une prise d'essai en solution dans l'acide acétique et le chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI), le titrage de l'iode libéré se fait par une solution de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré.

#### ❖ Mode opératoire

1. Peser 5 g d'huile dans un erlenmeyer,
2. Ajouter 10 ml de chloroforme et 15 ml d'acide acétique puis 1ml de la solution d'iodure de potassium (KI) (1 ml d'eau distillée + 1,2 g d'iodure de potassium).
3. Agiter la solution durant une minute et laisser à l'abri de la lumière à une température comprise entre 15 et 25°C. Ajouter 75 ml d'eau distillée.
4. En agitant vigoureusement et en présence de quelques gouttes d'empois d'amidon comme indicateur coloré.
5. Titrer l'iode libéré avec la solution de thiosulfate de sodium à 0,01 N.
6. Parallèlement, effectuer un essai à blanc jusqu'à décoloration totale de la solution.

#### ❖ Expression des résultats

$$I_p = \frac{[N * (V_1 - V_0) * 1000]}{m}$$

**Équation 3: Indice de peroxyde.**

**Avec :**

$I_p$  : Indice de peroxyde exprimé (ppm)

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

V1 : Volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour l'échantillon en ml

N : Normalité de la solution de thiosulfate de sodium (0,01N)

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

### I.2.2.3 Détermination des traces de savon (AOCS, 1982)

#### ❖ Définition

C'est la teneur en oléate de sodium présente dans l'huile, exprimée en partie par million (ppm), elle est déterminée pour apprécier l'efficacité des séparateurs.

#### ❖ Principe

L'alcalinité du savon est libérée dans l'acétone en présence du bleu de bromophénol comme indicateur coloré, elle est ensuite titrée par HCl acétonique à 0,01 N.

#### ❖ Mode opératoire

Dans une éprouvette, mettre 48,5 ml d'acétone ajustée à 50 ml avec de l'eau distillée, leur ajouter quelques gouttes du bleu de bromophénol. La solution obtenue doit être de couleur jaune, dans le cas où elle est bleue ou verte, titrer avec HCl acétonique à 0,01 N jusqu'à coloration jaune.

Peser 10 g d'huile à analyser dans cette solution.

Agiter puis laisser décanter dans une ampoule à décanter pendant quelques secondes jusqu'à ce que l'émulsion se sépare en deux couches.

Récupérer la couche supérieure qui sera colorée en bleu en présence de savon.

Titre avec HCl acétonique 0,01 N jusqu'au virage vers la couleur jaune.

#### ❖ Expression des résultats

$$T_s = \frac{E_q * N * V * 1000}{P}$$

**Équation 4:Traces de savon.**

**Avec :**

Ts: Traces de savon en ppm

Eq : L'équivalent gramme d'oléate de sodium = 304 g

N : La normalité de HCl acétonique (0,01 N)

V : Le volume de HCl acétonique en ml (chute de la burette)

P : La masse de la prise d'essai en g.

#### **I.2.2.4 Détermination du taux de phosphore (AOCS, 1992)**

##### **❖ Principe**

L'huile et les phosphores qu'elle contient sont calcinés en présence de zinc.

Le phosphore organique est transformé en phosphate de zinc qui est ensuite dosé par la technique de la chimie minérale.

##### **❖ Mode opératoire**

1. Peser 3 g d'huile dans une capsule, ajouter 0,5 g d'oxyde de zinc.
2. Chauffé dans un four à moufle à 600°C pendant 2 heures.
3. Après refroidissement, ajouter 5 ml d'HCl concentré plus 5 ml d'eau distillée.
4. Après chauffage jusqu'à ébullition, laisser refroidir, filtrer la solution dans une fiole de 100 ml.
5. Neutraliser ensuite par une solution de KOH à 50%.
6. Un précipité va se former, ajouter quelques ml d'HCl concentré jusqu'à l'obtention d'une solution limpide et ajuster à 100 ml avec de l'eau distillée.
7. Pipeter 10 ml de cette solution dans une fiole de 50 ml, lui ajouter 8 ml de sulfate d'hydrazine et 2 ml de molybdate de sodium et ajuster à 50 ml avec de l'eau distillée.
8. Mettre la solution dans un bain-marie bouillant pendant 15 mn, laisser refroidir puis lire l'absorption à 650 nm.
9. Effectuer un échantillon à blanc dans les mêmes conditions.

##### **❖ Expression des résultats :**

$$\text{Phosphores (\%)} = \frac{[10 * (A - B)]}{W * V}$$

**Équation 5: Taux de phosphores.**

**Avec :**

A : La quantité de phosphore de l'échantillon en mg

B : La quantité de phosphore de la solution à blanc

W : La quantité de la prise d'essai

V : Le volume final de la solution (10 ml).

**I.2.2.5 Détermination de la chlorophylle (AOCS, 1989)**

❖ **Mode opératoire :**

Remplir la cuve d'huile chauffée au voisinage de 30°C, lire l'absorbance d'huile par rapport au tétrachlorure de carbone dans la cuve témoin à 630, 670 et 710 nm.

❖ **Expression des résultats :**

$$\text{Chlorophylle (ppm)} = \frac{[A_{670} - (A_{630} + A_{710}) / 2]}{0.0964 * L}$$

**Équation 6: Concentration des chlorophylles.**

**Avec :**

A : L'absorbance à la longueur d'onde indiquée

L : La longueur de la cuve en cm.

**I.2.2.6 Dosage par spectrophotométrie UV-visible**

La spectrophotométrie UV-visible est utilisée pour doser les pigments présents en solution, lorsque ces derniers sont capables d'absorber les photons, dans la gamme de longueurs d'onde balayée de 400nm à 800nm située dans le domaine du visible [37].

Les chlorophylles (a et b) et les carotènes, absorbent aux 429nm, 482nm et 454nm respectivement [32].



### I.2.2.7 Détermination de Taux de décoloration

Le taux de décoloration est défini comme étant le rendement d'absorbance. C'est le rapport de l'absorbance de l'échantillon pour chaque longueur d'onde ( $\lambda_1=429$  nm,  $\lambda_2=454$ nm,  $\lambda_3=482$ nm).

Comme l'indique la cela la relation suivante :

$$\% \text{dedécoloration} = \frac{A^\alpha - A^\beta}{A^\alpha}$$

**Équation 7: Taux de décoloration.**

**Avec :**

A : Absorbance.

$\alpha, \beta$ : Longueurs d'onde des échantillons (huiles séchée avec l'huile décolorée ou désodorisée).

## **RESULTATS ET DISCUSSIONS**

## I.1 Etude de l'efficacité des opérations de raffinage chimique

### I.1.1 Résultats des analyses

Pour la réalisation de cette étude, on a effectué des analyses sur l'huile brute, l'huile séchée, l'huile décolorée et l'huile désodorisée.

Les échantillons qui ont été pris pour servir à l'étude du paramètre optimal de la décoloration de l'huile de soja sont les taux de dosage de 1%, de 1.2%, de 1.4% et de 1.6%. Pour les besoins d'une étude comparative, un échantillon d'huile brute a été pris au niveau du bac de stockage.

### I.1.2 Analyse de l'huile brute

Les huiles importées par « CEVITAL » subissent des analyses de contrôle et de conformité dès leurs réceptions, ainsi que durant et après les opérations de raffinage, afin d'obtenir des huiles conformes aux normes de l'entreprise.

Les résultats des analyses effectuées sur l'huile de soja brute traités durant la période de stage sont illustrés dans l'annexe.

### I.1.3 Analyse de l'huile séchée :

Les résultats des analyses physico-chimiques effectuées sur l'huile séchée sont représentés dans le tableau 7.

**Tableau 7: Résultats des analyses physico-chimiques de l'huile séchée.**

| Echantillons | Humidité (%) | phosphore (ppm) | Acidité (%) | traces de savon (ppm) | Chlorophylle (ppm) |
|--------------|--------------|-----------------|-------------|-----------------------|--------------------|
| E1           | 0,00         | 23,7            | 0,112       | 30,4                  | 0,4                |
| E2           | 0,00         | 7,7             | 0,18        | 15,2                  | 0,42               |
| E3           | 0,00         | 12              | 0,14        | 15,2                  | 0,53               |
| E4           | 0,00         | 12              | 0,14        | 15,2                  | 0,53               |
| Normes       | <0.05        | 10 max          | 0.2         | 50                    | 0.6                |

D'après ces analyses, nous constatons que l'ensemble des résultats obtenus sont, globalement, conformes aux normes de l'entreprise. Toutefois, le taux de phosphore dans l'échantillon E1 est trop élevé par rapport à la norme. Ceci provient probablement des traces de savons. Les résultats du Tableau 8 montrent d'ailleurs une forte présence de ces traces de savons.

Après le séchage de l'huile à une température élevée, le taux d'humidité est nul. L'humidité est totalement éliminée par cette opération. Ceci traduit l'efficacité de l'opération de séchage. Cette étape est très importante, car l'humidité présente dans l'huile, désactive la terre décolorante ce qui provoque un colmatage des filtres et gêne les opérations ultérieures [2].

#### **I.1.4 Analyse de l'huile décolorée :**

Les résultats des analyses physico-chimiques effectuées sur l'huile décolorée (soja) sont représentés dans le tableau 8.

**Tableau 8 : Résultats des analyses physico-chimiques de l'huile décolorée.**

| Echantillons | Indice de peroxyde (ppm) | couleur |       | phosphore (ppm) | Acidité (%) | traces de savon (ppm) | Chlorophylle (ppm) |
|--------------|--------------------------|---------|-------|-----------------|-------------|-----------------------|--------------------|
|              |                          | jaune   | rouge |                 |             |                       |                    |
| E1           | 0.5                      | 40      | 4.7   | 10              | 0.32        | 00                    | 0.041              |
| E2           | 2                        | 25      | 3.3   | 1.5             | 0.24        | 00                    | 0.023              |
| E3           | 3                        | 37      | 5.8   | 3               | 0.24        | 00                    | 0.048              |
| E4           | 3                        | 40      | 5.6   | 2.5             | 0.35        | 00                    | 0.049              |
| La norme     | 00                       | 40      | 7     | 10 max          | /           | 00                    | 0.1                |

On observe dans le tableau 8 l'absence de traces de savon et la diminution du taux de phosphore ; ce qui reflète l'efficacité de la décoloration sur ces deux paramètres.

On constate aussi que la variation de taux de dosage a une influence sur ces résultats. Nous pouvons noter aussi les observations ci-dessous :

1. La concentration en chlorophylles diminue lorsqu'on augmente le dosage de 1% à 1.2%. Cette réduction peut s'expliquer par l'augmentation de la surface d'échange entre l'huile et la terre décolorante, qui par conséquent, conduit à un plus grand nombre de sites actifs participant au processus d'adsorption des chlorophylles. Mais au-delà de 1.2%, et même si cela est supposé faire augmenter la surface d'échange, on observe une concentration en chlorophylles plus importante. Pour expliquer cette contradiction on a considéré trois hypothèses :

- ❖ La terre décolorante a été désactivée au cours de la décoloration et c'est peut être dû à l'humidification de l'huile par effets de la température et de la vapeur de barbotage. Cette hypothèse a été omise après analyse de l'humidité des deux échantillons d'huile qui donne des taux d'humidités pratiquement nuls.
- ❖ L'insuffisance de la vitesse d'agitation, qui devrait normalement être augmentée avec la teneur en terre. Le non respect de cette règle, aurait conduit forcément à la formation d'agglomérât de terre dans le réacteur qui conduit à la diminution de la surface d'échange.
- ❖ Le temps de contact pourrait être jugé très long, ce qui a peut être engendré le phénomène de désorption dans le matériau de terre décolorante.

2. L'augmentation de l'acidité s'explique par le caractère acide de la terre décolorante qui apporte à l'huile une acidité supplémentaire. Exceptionnellement pour l'échantillon E1, l'acidité augmente avec l'augmentation du taux de dosage.

3. La diminution de teneur en phosphore serait reliée à la disparition totale des traces de savons, qui forme des particules solides facilement éliminées par la terre décolorante.

4. L'indice de peroxyde a légèrement augmenté. Cette augmentation pourrait provenir : Soit de l'agitation sous atmosphère de vapeur surchauffé (pour maintenir la température de l'huile à 105 °C) et du vide contrôlé (90 millibars), soit des conditions de transport des échantillons de l'usine jusqu'à l'université ou ont eu lieu les analyses.

Cette dernière hypothèse serait la plus probable.

### I.1.5 Analyse de l'huile désodorisée :

Les résultats des analyses physico-chimiques effectuées sur les huiles désodorisées sont représentés dans le tableau 9.

**Tableau 9 : Résultats des analyses physico-chimiques de l'huile désodorisée.**

| Echantillons | Indice de peroxyde (ppm) | couleur |       | phosphore (ppm) | Acidité (%) | Chlorophylle (ppm) |
|--------------|--------------------------|---------|-------|-----------------|-------------|--------------------|
|              |                          | jaune   | rouge |                 |             |                    |
| E1           | 0.3                      | 12      | 1.5   | 0.08            | 0.08        | 00                 |
| E2           | 0.2                      | 10      | 1.1   | 00              | 0.08        | 00                 |
| E3           | 0.5                      | 7       | 0.9   | 2.58            | 0.06        | 00                 |
| E4           | 1                        | 9       | 1     | 4               | 0.11        | 00                 |
| Norme        | 00                       | 12      | 1.4   | 10              | 0.12        | 00                 |

D'après les analyses nous avons constaté que :

- ❖ L'acidité a diminué parfaitement ce qui s'explique par une élimination des acides gras libres par l'effet de la température surchauffée (240°C) et leur aspiration par le vide.
- ❖ La diminution de la couleur et l'élimination totale de la chlorophylle sont dues à la décomposition des molécules respectives sous l'effet de la température. Cet effet se traduit par les volatilités de ses substances qui sont aspirées par le vide de la colonne de désodorisation.
- ❖ L'indice de peroxyde est très faible. Cela est dû à la destruction des peroxydes sous l'effet de la haute température (240 °C).
- ❖ L'absence d'humidité est la conséquence directe du phénomène d'évaporation sous une température supérieure à 200°C, ce qui permet d'éliminer toutes les substances volatiles à l'origine des mauvaises odeurs (cétone, aldéhyde, etc.).

- ❖ La teneur en phosphore est très faible et cela est dû à leur destruction sous l'effet de la chaleur surchauffée (240 °C). Pour les deux échantillons E3 et E4, la valeur est élevée mais reste en dessous des normes admise (10 ppm).

## I.2 Influence du taux de dosage de la terre décolorante sur le taux de décoloration

### I.3 L'analyse UV-visible

Les figures suivantes illustrent l'évolution des absorbances des chlorophylles dans l'intervalle des longueurs d'ondes 400-550 nm de l'huile séchée et décolorée pour chaque dosage.

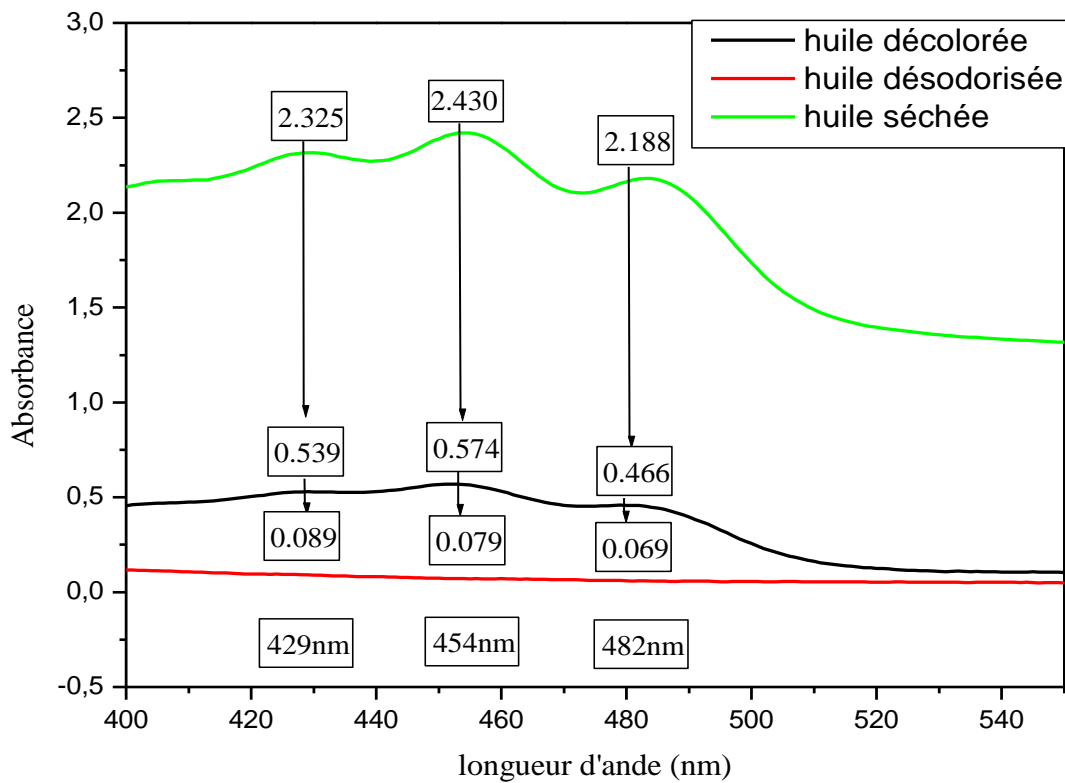


Figure 11 : Absorbance en fonction de longueur d'onde pour l'échantillon E1.

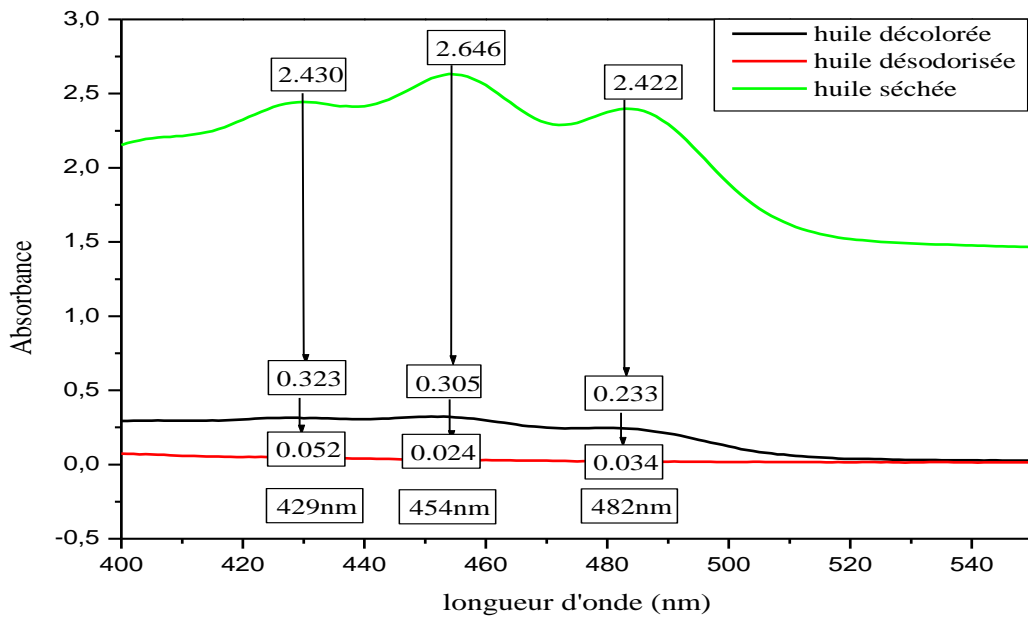


Figure 12 : Absorbance en fonction de longueur d'onde pour l'échantillon E2.

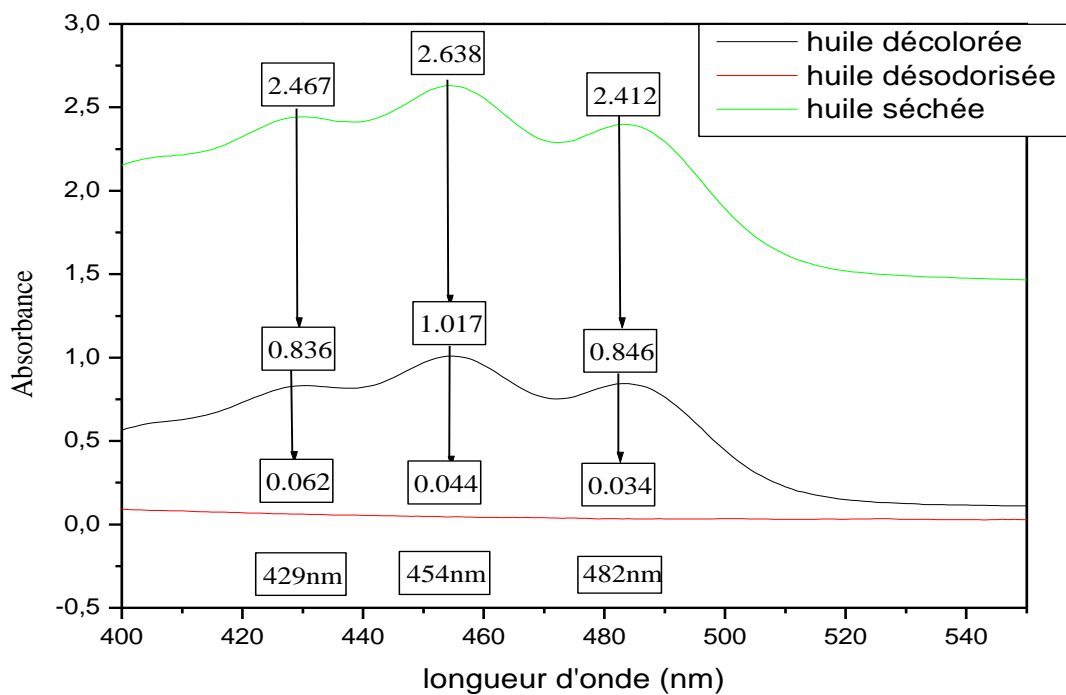
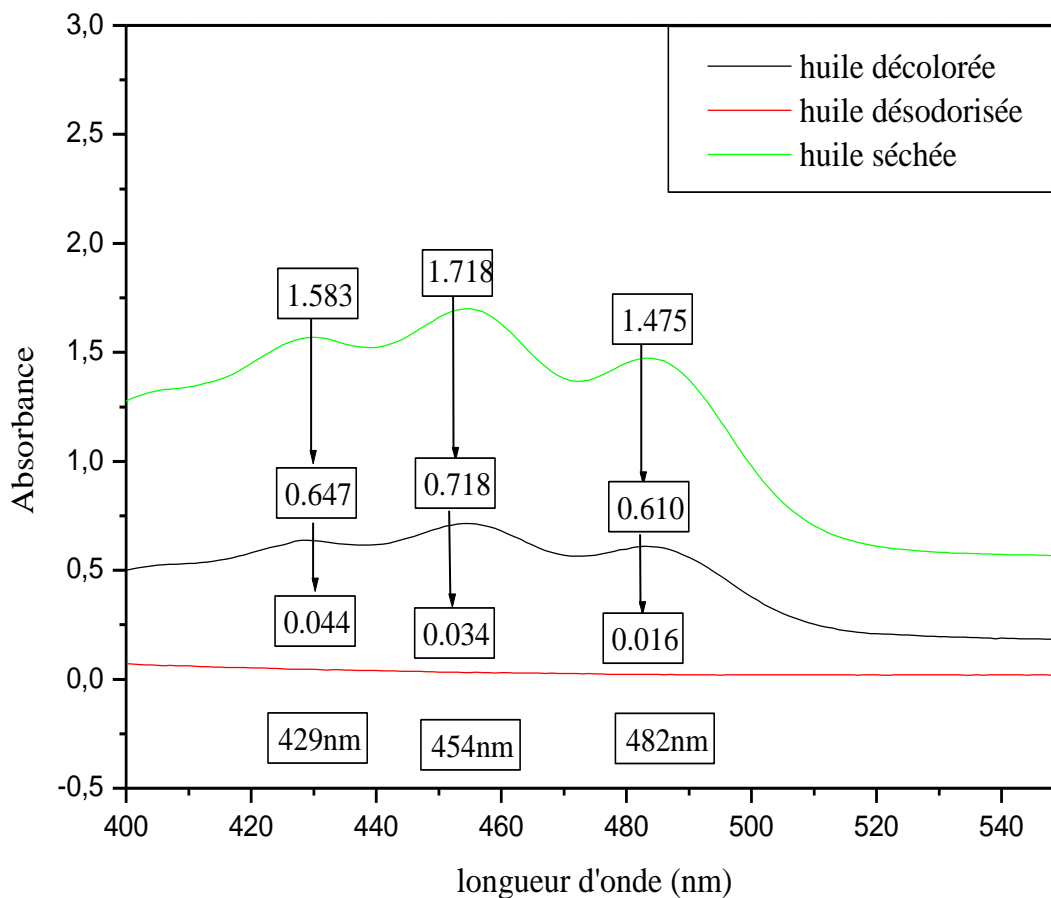


Figure 13: Absorbance en fonction de longueur d'onde pour l'échantillon E3.





**Figure 14 : Absorbance en fonction de longueur d'onde pour l'échantillon E4.**

### Interprétation des spectres:

Selon la littérature ils existent deux types de colorants présents dans les huiles alimentaires. Ce sont des pigments de chlorophylles a et b et de  $\beta$ -carotène qui absorbent respectivement aux longueurs d'onde de 429nm, de 482nm et de 454nm.

Les courbes de la figure 11 et 12 montrent une diminution dans l'amplitude des absorbances des huiles (Echantillons E1 et E2). On constate une absence totale des pics dans l'huile désodorisée, qui étaient visible dans l'huile séchée et à un degré moindre dans l'huile décolorée. Ceci traduit l'élimination des pigments colorés de chlorophylle a et b et du  $\beta$ -carotène dans l'huile désodorisée.

Les courbes de la figure 13 et 14 montrent une augmentation dans l'amplitude des absorbances des huiles (Echantillons E3 et E4) traité par 1.4 et 1.6 % de terre décolorante par rapport aux échantillons E1 et E2. Ceci pourrait être dû à l'explication donnée ci-dessus c'est-à-dire à l'augmentation du dosage (1.4 et 1.6 %) sans augmentation de la vitesse d'agitation (débit de vapeur faible).

En générale, la diminution de l'intensité des pics aux trois longueurs d'onde, durant les deux opérations de décoloration et de désodorisation explique l'effet de l'adsorption des colorants par la terre décolorante, durant la décoloration et leur destruction (colorants) sous l'effet de la haute température durant l'étape de désodorisation. Le tableau 11 illustre la variation de l'intensité des pics pour les différents dosages de terre de décoloration.

**Tableau 10: variation de l'intensité selon chaque étape et longueur d'onde.**

| Dosage (%) | 429nm              |                      | 454nm              |                      | 482nm              |                      |
|------------|--------------------|----------------------|--------------------|----------------------|--------------------|----------------------|
|            | Etape décoloration | Etape Désodorisation | Etape décoloration | Etape Désodorisation | Etape Décoloration | Etape désodorisation |
| 1          | 1,786              | 2,236                | 1,856              | 2,351                | 1,722              | 2,119                |
| 1,2        | 2,107              | 2,38                 | 2,341              | 2,622                | 2,189              | 2,388                |
| 1,4        | 1,631              | 2,405                | 1,621              | 2,594                | 1,566              | 2,378                |
| 1,6        | 0,936              | 1,539                | 1,684              | 1,684                | 0,865              | 1,459                |

#### **I.4 Calcule du taux de décoloration par rapport à l'étape de décoloration**

Les taux de décoloration sont calculés en utilisant l'équation 8. Décrite dans la partie matérielle et méthodes. Les résultats pour les différents échantillons d'huiles sont regroupés dans les tableaux et figures ci-dessous.

**Tableau 11: Taux de décoloration à 429 nm (huile décolorée).**

| $\lambda_1=429(\text{nm})$ |                           |                              |                          |
|----------------------------|---------------------------|------------------------------|--------------------------|
| Dosage (%)                 | Absorbance (huile séchée) | Absorbance (huile décolorée) | taux de décoloration (%) |
| 1                          | 2,325                     | 0,539                        | 76,82%                   |
| 1,2                        | 2,430                     | 0,323                        | 86,71%                   |
| 1,4                        | 2,467                     | 0,836                        | 66,11%                   |
| 1,6                        | 1,583                     | 0,647                        | 59,13%                   |

**Tableau 12: Taux de décoloration à 454 nm (huile décolorée).**

| $\lambda_2=454\text{nm}$ |                           |                              |                          |
|--------------------------|---------------------------|------------------------------|--------------------------|
| Dosage (%)               | Absorbance (huile séchée) | Absorbance (huile décolorée) | taux de décoloration (%) |
| 1                        | 2,430                     | 0,574                        | 76,38%                   |
| 1,2                      | 2,646                     | 0,305                        | 88,47%                   |
| 1,4                      | 2,638                     | 1,017                        | 61,45%                   |
| 1,6                      | 1,718                     | 0,718                        | 58,21%                   |

**Tableau 13 : Taux de décoloration à 482 nm (huile décolorée).**

| $\lambda_3=482\text{nm}$ |                           |                              |                          |
|--------------------------|---------------------------|------------------------------|--------------------------|
| Dosage (%)               | Absorbance (huile séchée) | Absorbance (huile décolorée) | taux de décoloration (%) |
| 1                        | 2,188                     | 0,466                        | 78,70%                   |
| 1,2                      | 2,422                     | 0,233                        | 90,38%                   |
| 1,4                      | 2,412                     | 0,846                        | 64,93%                   |
| 1,6                      | 1,457                     | 0,610                        | 58,13%                   |

**I.5 Calcule du taux de décoloration par rapport à l'étape de la désodorisation**

**Tableau 14 : Taux de décoloration à 429 nm (huile désodorisée)**

| $\lambda_1=429(\text{nm})$ |                           |   |                      |
|----------------------------|---------------------------|---|----------------------|
| Dosage (%)                 | Absorbance (huile séchée) | Absorbance (huile décolorée et désodorisée) | taux de décoloration |
| 1                          | 2,325                     | 0,087                                       | 96,26%               |
| 1,2                        | 2,430                     | 0,052                                       | 97,86%               |
| 1,4                        | 2,467                     | 0,062                                       | 97,49%               |
| 1,6                        | 1,583                     | 0,044                                       | 97,22%               |

**Tableau 15 : Taux de décoloration à 454 nm (huile désodorisée)**

| $\lambda_2=454\text{nm}$ |                           |   |                          |
|--------------------------|---------------------------|---|--------------------------|
| Dosage (%)               | Absorbance (huile séchée) | Absorbance (huile décolorée et désodorisée) | taux de décoloration (%) |
| 1                        | 2,430                     | 0,079                                       | 96,75%                   |
| 1,2                      | 2,646                     | 0,024                                       | 99,09%                   |
| 1,4                      | 2,638                     | 0,044                                       | 98,33%                   |
| 1,6                      | 1,718                     | 0,034                                       | 98,02%                   |

**Tableau 16 : Taux de décoloration à 482nm (huile désodorisée).**

| $\lambda_3=482\text{nm}$ |                           |   |                          |
|--------------------------|---------------------------|---|--------------------------|
| Dosage (%)               | Absorbance (huile séchée) | Absorbance (huile décolorée et désodorisée) | taux de décoloration (%) |
| 1                        | 2,188                     | 0,069                                       | 96,85%                   |
| 1,2                      | 2,422                     | 0,034                                       | 98,60%                   |
| 1,4                      | 2,412                     | 0,034                                       | 98,59%                   |
| 1,6                      | 1,457                     | 0,016                                       | 98,90%                   |

Les figures 15, 16 et 17 illustrent le taux de disparition des pigments pour les deux étapes décoloration et désodorisation :

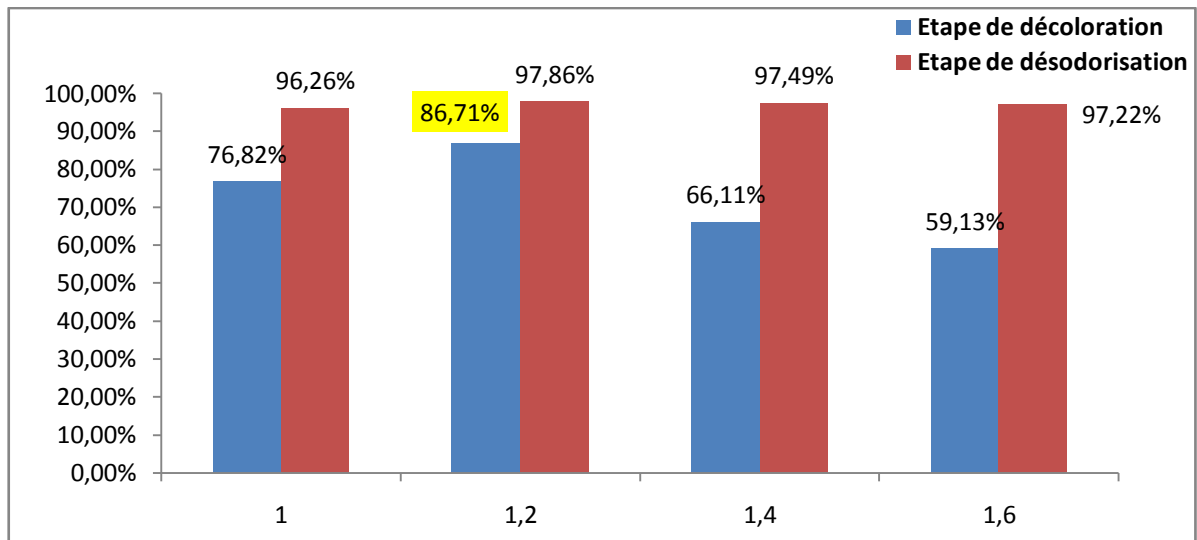


Figure 15 : Taux de décoloration à 429nm.

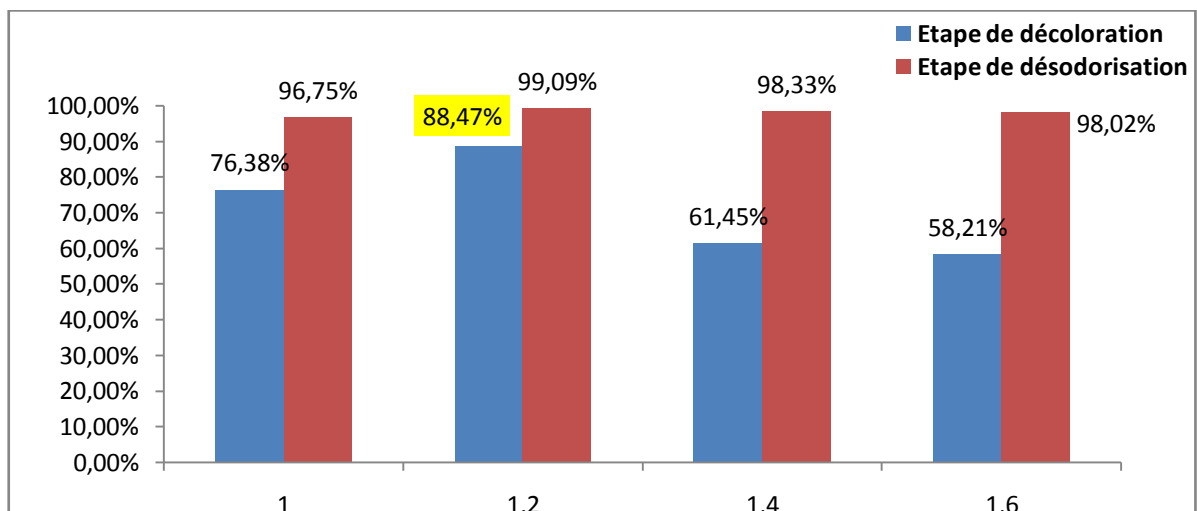


Figure 16 : Taux de décoloration à 454nm.

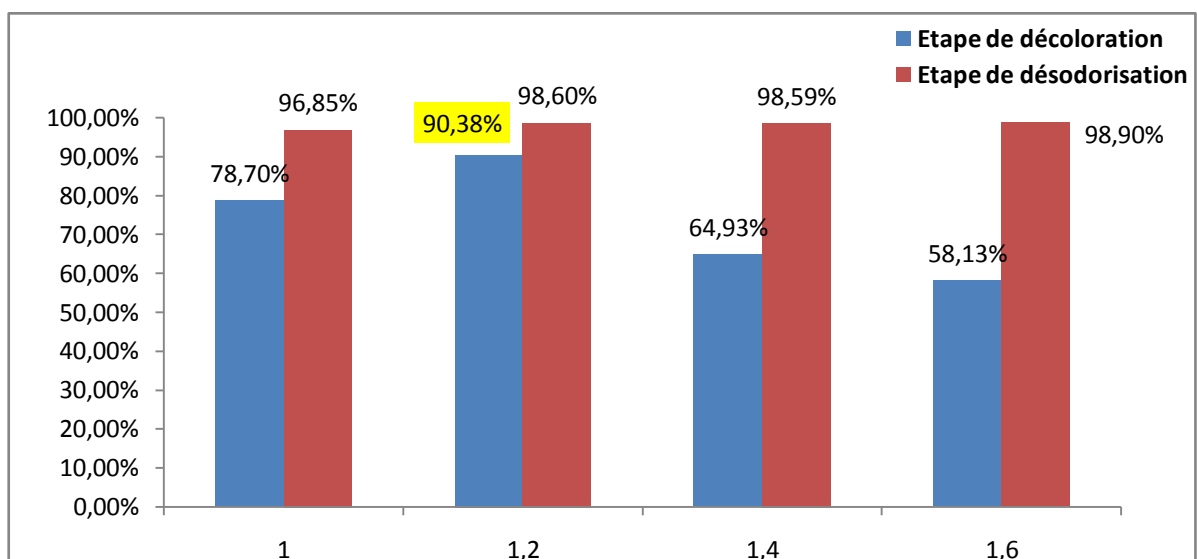


Figure 17: Taux de décoloration à 482nm.

C'est au niveau du process de décoloration que l'huile perd par adsorption sur le matériau de terre décolorante -matériau adsorbant par excellence- ses colorants de chlorophylle et de  $\beta$ -carotène.

En outre, la désodorisation est aussi responsable de l'élimination d'une quantité de pigments de chlorophylle et de  $\beta$ -carotène résiduelle. En effet les résultats des tableaux 11-16 et des figures 15, 16 et 17 ; l'illustrent parfaitement. Pendant l'opération de désodorisation il y a eu une diminution de l'absorbance dans les valeurs des tableaux et une forte augmentation des taux de décoloration dans les valeurs des figures. Cette opération compense les déconvenues de la décoloration.

C'est après l'opération de désodorisation que l'huile se sépare complètement de ses pigments colorés qui par ailleurs diminuent sa valeur marchande.

A la lumière des résultats des tableaux et des figures 15, 16 et 17 on constate que le meilleurs dosage de la terre est de 1.2%.

# CONCLUSION



La décoloration comme nous l'avons déjà mentionné, a pour but d'éliminer les chlorophylles a et b et les  $\beta$ -carotènes qui, non seulement ont un impact sur la couleur des huiles, mais aussi sur leur stabilité durant leur stockage (risque d'oxydation et de dégradation de l'huile).

Les essais ont été réalisés à l'unité de production « raffinerie d'huile ». À cette échelle, les paramètres influençant les procédés de décoloration et désodorisation ont été fixés suivant le manuel de l'unité.

Seul le paramètre dosage de la terre a été pris en considération pour des raisons techniques liées à la production au niveau de l'unité.

Les résultats d'analyse obtenus sur l'huile, tels que l'indice de peroxyde, l'humidité, la teneur en pigments colorés, les traces de savons, etc. sont conformes aux normes de l'entreprise. Ces résultats ont montré qu'avec ces paramètres, la qualité organoleptique de l'huile reste bonne.

Aussi, les résultats de décoloration de l'huile obtenus, montrent que la valeur du dosage optimum de terre décolorante est de 1.2 %. Cette teneur donne de meilleurs résultats sur l'huile de soja. Cependant, une augmentation du taux de dosage de 1.4 % à 1.6% influe négativement sur le phénomène de décoloration. Par ailleurs, l'augmentation dans le dosage de la terre décolorante induit des déchets industriels polluants avec des coûts supplémentaires pour leur gestion.

On constate aussi que le procédé de désodorisation intervient dans l'élimination d'une partie résiduelle de colorants présent dans l'huile. En effet, la diminution des valeurs des taux au niveau de l'étape de décoloration, est compensée durant la désodorisation (> 98 %). C'est l'action de la température surchauffée qui détruit les pigments pour être ensuite aspirés avec les substances volatiles.

En perspective à ce modeste travail, il est souhaitable d'optimiser les autres paramètres intervenant dans la décoloration en particulier : la vitesse d'agitation (débit de vapeur sèche), la température de l'huile, la durée de décoloration ...Ceux-ci interviendraient dans la diminution des dosages de terre donc de quantité de rejets polluants.

## **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

- 
- [1]. J.COSSUT, « Les corps Gras : Entre Tradition et Modernités », DESS QUALMAPA, université des Sciences et Technologie de Lille (2002).
- [2]. François. L.1974 : les industries des corps gras : biochimie, extraction, raffinage, nuisances et réglementation. Paris, loisir
- [3] Frenot, M. et Vierling, E. 2001. Biochimie des aliments. Diététique du sujet bien portant. Science des aliments. 2eme Ed. Doin. Pp: 79-102.
- [4]. J.GRAILLE, « corps gras alimentaire : aspects chimiques, biochimique et nutritionnels », Edition technique et documentation, Paris Londres New York (2003).
- [5]. R. FRANCOIS, « Les industries des corps gras », Technique et Documentation Paris(1974).
- [6]. Revue français des corps gras (sep/oct. 1991, vol. 38).
- [7]. A. KARLESKIND, <manuel des corps gras tome 2>, Editions Tec et Doc, Lavoisier : Paris, pp 1571-1578, (1992).
- [8]. C.COUET, « biochimie structurale », université de Rennes (2006).
- [9]. A. POUZET, « manuel des corps gras », Technique et Doc, Paris. p787, (1992).
- [10]. J. GORNAY, « Transformation par voie thermique de triglycérides et d'acide grasse application à la valorisation chimique des déchets lipidiques », thèse de doctorat (2006).
- [11]. E. SABAHA, M. C.INAR, M.S.CELIK, « Decolorization of vegetable oils: Adsorption mechanism of  $\beta$ -carotene on acide-activated sepiolite » food Chemistry 100 (2007).
- [12]. Oléagineux, Revue internationale des corps gras (1988)
- [13]. C. ALAIS, L. Guy, M. Laurent, < Biochimie Alimentaire>, 5ème édition de l'abrégé, Dunod, Paris, pp 61-71 (2003).
- [14]. J. DENISE, « Raffinage des corps gras», In : manuel des corps gras Tome 2, ed. Tec. Doc. Paris, Lavoisier, pp 789-842. (1992).
- [15]. C.CUVELIER, J.F.CABARAUX, I.DUFRANSNE, J.L.HORNICK et L.ISTASSE, « acides gras : nomenclature et sources alimentaire », Faculté de médecine vétérinaire, Liège Belgique (2004).
- [16]. A. GIL, G. GUIU, P. GRANGE, M. MONTES, « Preparation and characterisation of micro porosity of silica-alumina pillared clays », Journal of Physical Chemistry N° (99) pp301-312. (1995)
- [17]. Oléagineux, Corps Gras, Lipides. <Evolution technologiques et corps gras>, pp 45-51, Janvier - Février 1997.
- [18]. K. DEHOUCHE, W. AMZAL, < suivi du procédé d'hydrogénation au niveau de l'entreprise de CO-G-B «La Belle»>. Université de Bejaia, Mémoire d'ingénieur (2007).
- [19]. J.DENISE, « le raffinage des corps gras », Edition BEFFROIS (1983).
- [20]. Cossut, J. Defrenne, B. Desmedt, C. Ferroul, S. Garnet, S. Roelstraete, L., Vanuxeem, M. et Vidal, D. 2002. Les Corps Gras: Entre Tradition et Modernité. Gestion de la Qualité Nutritionnelle et Marketing des Produits Alimentaires. Pp: 2 1-64.
- [21]. Ericksson, D. R. ET Wiedermann, L. H. 1989: Huile de soja - Méthodes de traitement et utilisations actuelles. AMERICAN SOYBEAN ASSOCIATION. Pp: 1-21.

- [22]. DEBRUYNE, Ignace. Soja : <transformation et aspect industriels>, Technique de l'ingénieur F 6030, 128-9064 mars 2001.
- [23]. CHETEL, Henri. <Introduction à la biochimie et la Technologie des aliments>, Technique et doc –Lavoisier, pp 243-265. (1977).
- [24]. J. FRITSCH, < Fabrication et Raffinage des huiles végétales>, Librairie Générale Scientifique & Industrielle, Paris VI, pp 432-479, (1905).
- [25]. LOUAZANI, M.A Cherif, < Décoloration d'une huile végétale par la bentonite de MAGHNIA activée par l'acide chlorhydrique>. Mémoire d'ingénieur. Institut national agronomique (I.N.A) (1990).
- [26]. O. BAGHRICHE K. DJEBBAR T. SEHILI (2008). Etude cinétique de l'adsorption d'un colorant cationique (vert de méthyle) sur du charbon actif en milieu aqueux. Thèse de Doctorat Université Mentouri Constantine, Algérie.
- [27]. Bagane M et Guiza S. (2000). Elimination d'un colorant des effluents de l'industrie textile par adsorption Ann. Chim. Sci. Mat., 25, 615-626.
- [28]. Gürses A. Dogar C. Yalcin M. Acikyildiz M. Bayrak R and Karaca S. (2006). The adsorption kinetics of the cationic dye, methylene blue, onto clay. Journal of Hazardous Materials B13, 217–228.
- [29]. Rattanaphani S. Chairat M. Bremner J.B and Rattanaphani V. (2007). An adsorption and thermodynamic study of lac dyeing on cotton pretreated with chitosan. Dyes and Pigments, 72, 88–96.
- [30]. Ho Y.S. (1995). Adsorption of heavy metals from waste streams by peat. Thèse de Doctorat, Université de Birmingham, U.K.
- [31]. N. BOUGDAH. < Etude de l'adsorption de micropolluants organique sur la bentonite>. Mémoire de magister. Université Skikda (2007).
- [32]. A. BOUKERROUI, Thèse de Doctorat Es-Science, USTO Oran. (2002).
- [33]. W. ZSCHAU, Bleaching of fats and oils, European Journal of lipid science and technology, vol: 103, N° (8), pp 499-558, 1438-769. Aout (2001).
- [34]. ONAL, Muserrel. The effect of acid activation on some physicochemical properties of a bentonite, Turk J chem. N° (26), pp409-416. (2002).
- [35]. LOUAZANI, M.A Cherif, < Décoloration d'une huile végétale par la bentonite de MAGHNIA activée par l'acide chlorhydrique>. Mémoire d'ingénieur. Institut national agronomique (I.N.A) (1990).
- [36]. D.R. ERICKSSON. Et H WIDERMANN.L, <Huile de soja, Méthode de traitement et utilisation Actuelle>, ASA, (1989).
- [37]. BENSTAALI, « Méthodes et techniques d'analyse physique », 1 ere Edition, (2003).

# **ANNEXE**



BULLETIN D'ANALYSE PHYSICO-CHEMIQUE  
MATIERE PREMIERE

|                    |                  |
|--------------------|------------------|
| N° Réf :           | F- QHSE - 771    |
| Date de revision : | 19 Décembre 2013 |
| Version :          | 01               |

Bejaia le : 08 /05 /2014

|                                 |   |
|---------------------------------|---|
| Nom du navire : M/T JBU ONYX    | Nature du produit : Huile Brute de Soja |
| Provenance : BRAZIL             | Quantité : 18501.43 T                   |
| Fournisseur : AMAGGI et FIAGRIL | Date de réception : 07/05/2014          |
| N° D'enregistrement : 22/2014   | Date d'analyse : 07/05/2014             |

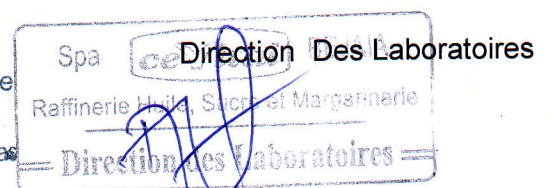
| Analyses                              | Unité                       | Résultats | Normes        | Normes d'essai                              |
|---------------------------------------|-----------------------------|-----------|---------------|---|
| Acidité                               | % (acide oléique)           | 0.70      | 1.25 Max      | ISO 660 Deuxième édition 1996-05-15         |
| Indice de peroxyde                    | meq O2/ kg MG               | 4.2       | 15 Max        | ISO 3960 Quatrième édition 2007-07-15       |
| Impuretés insolubles                  | %                           | 0.03      | 0.5 Max       | ISO 663 Quatrième édition 2007-03-01        |
| Humidité et matières volatile à 105°C | %                           | 0.08      |               | ISO 662 Deuxième édition 1998-09-15         |
| Couleur Lovibond 1P :                 | Jaune<br>Rouge              | 70<br>3.5 | -             | ISO 15305 Première édition 1998-09-15       |
| Densité à 20°C                        | -                           | 0.920     | 0.919 - 0.925 | Méthode conventionnelle                     |
| Indice de réfraction à 40°C           | -                           | 1.467     | 1.466 - 1.470 | ISO 6320 Quatrième édition 2000-03-15       |
| Indice d'iode                         | -                           | 133       | 124 - 139     | ISO 3961 Troisième édition 1996-06-01       |
| Indice de saponification              | mg KOH / g MG               | 190       | 189 -195      | ISO 3657 Troisième édition 2002-06-01       |
| Insaponifiables                       | g/KG                        | 8.2       | 15 Max        | ISO 18609 Première édition 2000-08-15       |
| Phosphore                             | ppm                         | 153       | 250 max       | A.O.C.S. méthode off Ca 12.55 Corrigée 1992 |
| Chlorophylle                          | ppm                         | 0.55      | 1.5 Max       | A.O.C.S method off Cc 13d50                 |
| Cires                                 | ppm                         | -         | -             | A.O.C.S method of Ca 11-511                 |
| Point de Fusion                       | °C                          | -         | -             | ISO 6321 Deuxième édition 2002-02-15        |
| Odeur et saveur                       | Caractéristiques au produit |           |               |   |

Composition en acide gras:

| Acide Gras | C16:0 | C18:0 | C18:1 | C18:2 | C18:3 | C20:0 | C20:1 |
|------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| %          | 10.85 | 3.07  | 23.44 | 55.00 | 6.65  | 0.33  | 0.20  |

Commentaire : Produit Conforme au raffinage

MAOUCHE Azzedine  
Chef département  
Contrôle Qualité Corps Gras



## **Résumé**

La décoloration est une étape du procédé de raffinage de l'huile, son objectif principal est d'éliminer la coloration indésirable causée par les pigments (carotènes et chlorophylles). Ces pigments et ces substances affectent non seulement la qualité de l'huile par le changement de son goût et de sa couleur, mais également sa valeur marchande, en lui procurant une couleur qui ne sera pas appréciée par le consommateur.

Notre travail, réalisé en grande partie durant un stage pratique de deux mois au niveau de l'unité de raffinage des huiles du complexe agro-alimentaire Cevital de Bejaia, consiste à étudier l'efficacité des opérations de séchage, de décoloration et de désodorisation dans le traitement de l'huile de soja en fonction du taux de dosage en terre décolorante.

Les résultats d'analyse obtenus sur l'huile, tels que l'indice de peroxyde, l'humidité, la teneur en pigments colorés, les traces de savons, etc. sont conformes aux normes de l'entreprise. Ces résultats ont montré qu'avec ces paramètres, la qualité organoleptique de l'huile reste bonne.

Aussi, les résultats de décoloration de l'huile obtenus, montrent que la valeur du dosage optimum de terre décolorante est de 1.2 %. Cette teneur donne de meilleurs résultats sur l'huile de soja. Cependant, une augmentation du taux de dosage de 1.4 % à 1.6% influe négativement sur le phénomène de décoloration. Par ailleurs, l'augmentation dans le dosage de la terre décolorante induit des déchets industriels polluants avec des coûts supplémentaires pour leur gestion.

## **Summary**

Discoloration is a step in the refining process of oil, its main objective is to eliminate the unwanted coloration caused by pigments (chlorophylls and carotenoids). These pigments and these substances affect not only the quality of the oil by the change in taste and color, but also its market value by providing it a color that will be appreciated by the consumer.

Our work, done largely during a two-month internship at the oil refining unit of agroindustrial complex Cevital Bejaia is to study the effectiveness of drying, bleaching and deodorization treatment of soybean oil as a function of dosage rate bleaching earth.

The analytical results obtained on the oil, such that the peroxide value, moisture content of the colored pigments, the traces of soap, etc.. comply with company standards. These results showed that with these parameters, the organoleptic quality of the oil remains good.

Also, the results of the discoloration of oil obtained show that the value of the optimum dosage of bleaching earth is 1.2%. This content gives better results on soybean oil. However, an increase in dosage of 1.4% to 1.6% adversely affects the phenomenon of fading. Moreover, the increase in dosage of bleaching earth induces polluting industrial waste with additional costs for their management.