

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Abderrahmane MIRA-Bejaia

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département de Sciences Alimentaires
Filière : Qualité des Produits et Sécurité Alimentaire



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

MASTER

Thème

***Etude de l'impact de la qualité de la terre
décolorante sur la qualité de l'huile***

Présenté par:
M^{elle} BOUZIDI AMEL & M^{elle} BRAHAMI NADINE

Soutenu le : 17 septembre 2020

Devant le jury composé de :

M ^{me} HAMITRI-GUERFI Fatiha.	M.C.B	Encadreur
M ^{me} TAMANDJARI Soraya.	M.C.B	Président
M ^{me} BOUAROUDJ Khalida.	M.C.B	Examinateur

Année universitaire : 2019/2020

Remerciements

Nous tenons d'abord à remercier Dieu, le tout puissant de nous avoir données la volonté et le courage pour réaliser ce travail.

*Nous remercions tout particulièrement notre promotrice **M^{me} Guerfi F.**, Maître de conférences B à l'université de Bejaia, pour avoir contribué à l'encadrement de ce mémoire et de nous avoir guidées et promulguées de rigoureux conseils tout le long de notre travail.*

*Nous remercions vivement **M^{me} Tamandjari S.**, Maître de Conférences B à l'université de Bejaia pour avoir accepté de présider le jury, **M^{me} Bouaroudj KH.**, Maître de Conférences B à l'université Abderrahmane Mira de Bejaia, pour son consentement à examiner ce modeste travail.*

*Nos vifs remerciements s'adressent à **M^{me} DJAFFRI** chef de service de laboratoire d'analyse, **M^{elle} ZAHIRA**, **M^{me} Kacimi W.**, **M. Saadi H.** et tout le personnel du complexe COG.B La belle.*

Enfin, nous remercions toute personne ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Dédicaces

Je tiens à dédier ce modeste travail à **mes chers parents** qui m'ont formée et encouragée pendant ma formation. Aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour, l'estime, le dévouement et le respect que j'ai toujours eu pour eux. Rien au monde ne vaut les efforts fournis, jour et nuit, pour mon éducation et mon bien être. Ce travail est le fruit de leurs sacrifices consentis pour mon éducation et ma formation que dieu les protège et les garde en bonne santé.

A mon cher frère Hanin

Les mots ne suffisent guère pour exprimer l'attachement, l'amour et l'affection que je porte pour toi. Mon ange gardien et mon fidèle compagnon dans les moments les plus délicats de cette vie mystérieuse.

A mes très chères sœurs : Sylia et Léticia

Vous avez toujours été présentes pour moi. Votre affection et votre soutien m'ont été d'un grand secours durant ma vie.

A mon cher petit frère Rayan

Pour toute l'ambiance dont tu m'as entourée, pour toute la spontanéité et ton élan chaleureux. Je te souhaite un avenir plein de joie, de bonheur, de réussite et de sérénité.

A ma nièce Kawthar

Que j'aime énormément, à qui je souhaite une vie pleine de belles choses.

A ma belle sœur Sabrina

Merci pour ton soutien et ta présence.

A mon beau frère Alilou

Merci pour ta présence et tes conseils qui m'ont beaucoup aidée.

A tous mes oncles, tantes, cousins et cousines.

*A toute la famille **BOUZIDI**.*

A mes chères amies : Djamila, Nassima, Hanan, Ferial, Imen en témoignage de l'amitié qui nous unit et des souvenirs de tous les moments que nous avons passés ensemble ; je ne peux trouver les mots justes et sincères pour vous exprimer mon affection et mes pensées, vous êtes pour moi des sœurs et des amies sur qui je peux compter.

A mon adorable Pipousse

Tes sacrifices, ton soutien moral étaient la bouffée d'oxygène, ta gentillesse sans égal, ton encouragement qui m'ont permis de réussir mes études.

A ma Binôme Nadine et toute sa famille

A toute personne ayant contribué de près ou de loin

A toute la promotion Qualité des Produits et Sécurité Alimentaire 2019/2020.

A. Bouzidi



Dédicaces

Je tiens sincèrement à dédier ce modeste travail à **mes chers parents** qui m'ont formé et encouragé pendant ma formation. Aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour, l'estime, le dévouement et le respect que j'ai toujours eu pour vous. Rien au monde ne vaut les efforts fournis jour et nuit pour mon éducation et mon bien être. Ce travail est le fruit de vos sacrifices que vous avez consentis pour mon éducation et ma formation que Dieu les protège et les garde en bonne santé.

A mes grands-parents :

Symbole de courage et source de sagesse en leur souhaitant longue vie

A mes chers frère et sœurs: Rida, Atika et Manel :

L'entente qui nous unit m'a toujours rendu fier de vous que ce travail soit le témoignage de la profonde affection que j'ai pour vous et Allah vous procure tout le bonheur et la réussite dans votre vie familiale et professionnelle.

A mes adorables cousines :Lyliane, Ibtissame, Sara, Serina et Ryma:

Tous les mots de remerciement de reconnaissance et de gratitude ne seront pas suffisants pour vous exprimer ce que j'éprouve pour chaque personne parmi vous. Je vous aime énormément et inconditionnellement.

A mes adorables filous et bizbous

A mes chères amies : Amel, Massa, Ibtissame, Cylia, Hayat et Dounia en témoignage de l'amitié qui nous unit et des souvenirs de tous les moments que nous avons passé ensemble je ne peux trouver les mots justes et sincères pour vous exprimer mon affection et mes pensées, vous êtes pour moi des sœurs et des amies sur qui je peux compter.

A ma Binôme Amel et toute sa famille

A toutes personnes ayant contribué de près ou de loin

A toute la promotion Qualité des Produits et Sécurité Alimentaire 2019/2020.



B. Nadine

Table des matières

Liste des abréviations

Liste de figures

Liste de tableaux

Liste d'annexes

Introduction générale..... 1

Chapitre I : Les graines oléagineuses

I. Les graines oléagineuses	3
II. Le Soja	3
II.1 Définition du Soja	3
II.2 Morphologie	4
II.3 Composition de la graine de Soja.....	4
II.4 Production mondiale du Soja	5
II.5 Utilisation.....	5
III. Huile de Soja	6
III.1 Définition d'huile de Soja.....	6
III.2. Composition de l'huile de Soja.....	7
III.2.1 Composition en acides gras.....	7
III.2.2 Constituants mineurs	7
III.2.3 Composition en insaponifiable	8
III.2.4 Phospholipides.....	8
III.3 Valeur nutritionnelle d'huile de Soja et thérapeutique.....	8

Chapitre II: Raffinage des huiles

II.1. Définition.....	10
II.2. Objectif.....	10
II.3. Etapes de raffinage d'huile de Soja.....	10

II.3.1 Démucilagination	11
II.3.2 Neutralisation	12
II.3.3 Lavage	12
II.3.4 Séchage	13
II.3.5 Décoloration	13
II.3.6 Désodorisation	13
II.4 Inconvénients du raffinage	13

Chapitre III. Décoloration

III.1 Définition	14
III.2 Processus de la décoloration	14
III.2.1 Décoloration discontinue	15
III.2.2 Décoloration continue	15
III.3. Les composés à enlever dans l'étape de décoloration	15
III.3.1 Produits d'oxydation	15
III.3.2 Pigments	15
III.3.3 Phospholipides et glycolipides	16
III.3.4 Traces de métaux	16
III.3.5 Savons	16
III.3.6 Contaminants	17
III.3.6.1 Pesticides	17
III.3.6.2 Hydrocarbures aromatiques polycycliques	17
III.4 Effets secondaires de la décoloration	17
III.5 Conduite de la décoloration	18
III.6 Phénomène d'adsorption	18
III.6.1 Principe de l'adsorption	18
III.6.2 Types d'adsorption	19
III.6.2.1 Adsorption physique	20
III.6.2.2 adsorption chimique	20
III.6.3 Les paramètres influençant l'adsorption	21

Chapitre IV: Etude de l'impact de la qualité de la terre décolorante sur la qualité de l'huile

IV.1 L'intérêt de l'utilisation des terres décolorantes durant le processus de la	
---	--

décoloration.....	23
IV2 Terre décolorante	23
IV.2.1 Terres décolorantes naturelles.....	23
IV.2.2 Terre décolorantes activées.....	24
IV.2.3 Charbon actif.....	24
IV3 Terre décolorante utilisée par l'entreprise COGB-La BELLE.....	24
IV4 Mécanisme d'action de la terre décolorante.....	25
IV5 Les principales caractéristiques de la terre qui influencent le processus de la décoloration	28
IV.5.1 La granulométrie de la terre.....	28
IV.5.2 L'acidité.....	28
IV.5.3 La quantité employé.....	28
IV6 Optimisation du processus de décoloration des huiles.....	28
IV7 Protocole de décoloration au niveau du laboratoire.....	29
IV8 Protocole de décoloration à l'échelle pilote.....	30
IV9 L'évaluation de la qualité de décoloration.....	31
IV.9.1 Méthodes d'observation des colorations.....	32
IV.9.2 Méthodes de détermination du pouvoir décolorant.....	32
IV.10. Problématique de l'utilisation de la terre décolorante.....	33
IV.10.1 Méthodologie adoptée.....	34
IV.10.1.1 Application de diagramme de cause et d'effet.....	34
IV.10.1.2 Paramètres de maîtrise influençant le processus de décoloration	37
IV.10.1.2.1 Agitation.....	37
IV.10.1.2.2 Temps de contact.....	37
IV.10.1.2.3 Température	38
IV.10.1.2.4 Humidité.....	38
IV.10.1.2.5 Sous vide	39
Conclusion	39
Références bibliographiques	41
Annexes	

Liste des abréviations

PL : Phospholipide

AGL : Acide Gras Libre

AG : Acide Gras

AGT : Acide Gras Trans

TAG: TriAcylGlycérols

PAHs : Polycycliques Aromatiques Hydrocarbones

Kcal : Kilo Calorie

PH : Potentiel d'Hydrogène

Nm: Nanomètre

Min : Minute

Ppm : Parti par million

UV : Ultra-Violet

μ : Micromètre

°Bé : Degré Baumé

R : couleur Rouge.

J : couleur Jaune.

C.O.G.B : Corps Gras de Bejaia.

NE: Norme d'Entreprise.

USDA: United States Department of Agriculture.

Liste des figures

Figure N° 01 : Le Soja	3
Figure N° 02 : Obtention des différents produits issus de la graine de Soja.....	6
Figure N° 03 :L'huile de Soja... ..	6
Figure N° 04 : Diagramme du raffinage des huiles brutes.....	10
Figure N° 05 : Protocole décoloration huile	14
Figure N°06 : Domaines d'existence de soluté lors de l'adsorption sur un matériau microporeux	19
Figure N° 07 : Aspect de l'huile de Soja entre les différentes étapes du raffinage.....	23
Figure N° 08 : Structure de la montmorillonite	25
Figure N°09 : Adsorption de la chlorophylle sur la terre décolorante	26
Figure N° 10 : Adsorption des carotènes sur la terre décolorante.....	27
Figure N° 11: Etapes récapitulatifs de la décoloration au niveau du laboratoire.....	30
Figure N° 12:Protocole décoloration à échelle pilote	31
Figure N° 13 : Diagramme d'Ishikawa	35

Liste des tableaux

Tableau I : Classification botanique du Soja.....	3
Tableau II: Caractéristiques des deux types d'adsorption.....	21
Tableau III: Paramètres de caractérisation de la terre décolorante selon l'entreprise COGB-La BELLE	25
Tableau IV : Normes de la qualité de l'huile lavée, séchée et décolorée	32

ANNEXE

Annexe I -Tableau I : Composition de la graine de soja.

Annexe II -Tableau II: Composition en acides gras d'huile de soja.

Annexe III -Tableau III : Constituants mineurs d'huile de soja.

Annexe IV -Tableau IV : Composition en insaponifiables d'huile de soja.

Annexe V -Tableau V : Constituants à éliminer au cours du raffinage.

Annexe VI -Tableau VI : Fiche technique de la terre décolorante utilisée aux niveaux

COGB-LABELLE.

INTRODUCTION

“Le meilleur médecin est la nature : elle guérit les trois quarts des maladies et ne dit jamais de mal de ses confrères”. Comme Louis Pasteur dit, de plus en plus de personnes sont convaincus de l’existence d’un lien étroit entre la santé et l’alimentation « naturelle ».

Les industriels manifestent un fort intérêt pour l’amélioration de la qualité des huiles végétales à des fins nutritionnelles. Ces huiles sont majoritairement extraites des graines : Soja, tournesol, colza et palme. D’autres proviennent du coton, des noix et des olives. Plus de 70% de la production mondiale d’huiles végétales sont assurées par seulement cinq oléagineux, à savoir: Palme 29%, Soja 22%, Colza 13%, Tournesol 8% et Olive 2%. Elle est utilisée dans l’alimentation : soit consommée directement (huile de table, de cuisson), soit transformée par l’industrie agroalimentaire (margarine, plats cuisinés, sauces, biscuits, aliments frits) (**Régis *et al.*, 2016**).

La différence entre les diverses huiles réside dans la qualité des acides gras qui les composent. Selon leur nature, elles sont, plus ou moins, riches en certains acides gras essentiels car notre organisme ne peut pas les synthétiser. Elles constituent également la meilleure source de vitamine E connue pour ses propriétés anti-oxydantes (**Alais et Linden, 1997; Frénot et Vierling, 2001**).

La graine de Soja est, du point de vue du tonnage, l’oléagineux le plus utilisé au monde et les produits qui sont dérivés de sa transformation appartiennent aujourd’hui, sans conteste, à la gamme des produits agroalimentaires les plus reconnus (**Vanuxeem *et al.*, 2002**).

En effet, de la graine à l’huile raffinée et transformée, les technologies d’obtention et de transformation des huiles doivent garantir parfaitement la qualité du produit et de fournir en final un produit répondant à des spécifications très complètes ; ces technologies ont su évoluer pour répondre à cette problématique et intégrer les contraintes actuelles de l’industrie de rentabilité et de respect de l’environnement (**Pagès-Xatart, 2008**).

L’objectif de ce travail se pose, et s’impose pour toute unité de raffinage des différents types d’huiles alimentaires, et consiste à :

- Déterminer l’obstacle qui bloque les producteurs à avoir une bonne décoloration selon les normes en vigueur.
- Et déterminer les paramètres de raffinage qui peuvent influencer sur le processus de décoloration de l’huile.

Nous présenterons :

❖ Dans la première partie, le Soja en tant que mine d'or nutritionnelle aussi bien du fait de la diversité de ses produits dérivés destinés à la consommation humaine.

❖ Dans la seconde partie nous discuterons plus particulièrement de l'intérêt de l'huile de Soja tout au long du processus de raffinage.

❖ Dans la partie finale, nous soulignerons le processus de décoloration au cours du raffinage, en retraçant le mécanisme d'adsorption d'huile de Soja avec la terre décolorante, plus particulièrement la problématique des paramètres ayant une influence sur le processus de décoloration, tout en essayant d'implémenter des solutions en utilisant la méthode du « Diagramme d'ISHIKAWA ».

A la fin de ce présent travail, nous regrouperons les points essentiels sous forme de recommandations et une conclusion générale.

Chapitre I : Les graines oléagineuses

Soja

- Définition de Soja*
- Morphologie*
- Composition de la graine de Soja*
- Production mondiale du Soja*
- Utilisation*
- Huile de Soja*
- Définition de l'huile de Soja*
- Composition de l'huile de Soja*
- Valeur nutritionnelle d'huile de Soja*
-

Chapitre I : Les graines oléagineuses

I. Les graines oléagineuses

Les oléagineux sont des plantes cultivées spécifiquement pour leurs graines ou leurs fruits qui contiennent une forte proportion d'huile, dont on extrait de l'huile à usage alimentaire, énergétique ou industriel.

Les graines oléagineuses issues de plantes cultivées spécifiquement pour la production d'huile : colza, tournesol, Soja, noix... (CTA, 2011).

II. Soja

II.1 Définition de Soja :

Le Soja (*Glycine max* L.) est une plante annuelle de la grande famille des légumineuses, exigeante en eau (figure1). Les fleurs, en forme de papillon de couleur mauve, sont discrètes car petites et insérées très près de la tige. La fécondation se produit avant leur épanouissement, ce qui empêche les échanges de pollen entre les plantes. Ces fleurs se transforment en gousses qui, à maturité, prennent une couleur foncée et contiennent en moyenne trois graines jaunes légèrement ovoïdes (Serres *et al.*, 1985). La classification botanique d soja est donnée dans tableau I.



Figure 1:Le Soja, *Glycine max* L, (Larousse,1982).

Tableau I:Classification botanique du Soja (Pouzet, 1992).

Règne	Plantae
Sous règne	Tracheobionta
Division	Magnoliophyta
Classe	Magnoliopsida
Ordre	Fabales
Famille	Fabaceae
Genre	Glycine
Espèce	Glycine max

II.2 Morphologie

a) *Forme, couleur et taille*

Les graines ont une forme quasiment sphérique mais elle peut être allongée ou plate. La couleur peut être jaune claire, noire, brune ou verte selon les variétés mais, pour notre cas, elles sont de couleur jaune clair comme celle des variétés industrielles.

La taille de graine est exprimée par le rapport nombre de graines par unité de volume ou de masse. Elle tourne autour de 100 graines pour 18 à 20 grammes. Le poids moyen des graines de Soja est de l'ordre de **187 ± 31,1mg (Berk, 1993)**.

b) *Structure*

D'après **Berk**, 1993, une coupe longitudinale d'une graine de Soja est caractérisée par:

- **cotylédons**, au nombre de deux, constituant les 90% de la masse de la graine. Ils renferment, dans leurs cellules palissadiques, :
 - des corps protéiques (graines à aleurone) d'environ 10 μ de diamètre moyen, constituant la réserve de protéines;
 - des corpuscules lipidiques (sphérosomes) de 0,2 à 0,5 μ de diamètre moyen, sont par contre les structures de réserve de lipides;
- la **pellicule** ou l'enveloppe externe tient ensemble les deux cotylédons et forme une couche protectrice efficace. Elle constitue les 8% de la masse de la graine et renferme en grande partie de la fibre, dont principalement la cellulose;
- et le **germe** qui constituera le prochain embryon lors de la germination.

II.3 Composition de la graine de Soja

Le Soja constitue l'un des aliments naturels les plus riches en matière protéiques. Il renferme 37 % de protéines, 30% de matières glucidiques, 20% de matières grasses, 5% de matières minérales et 8,5% d'humidité. La composition de la graine de soja est détaillée en annexe I

Le Soja contient aussi en grande quantité les protéines et les glucides ainsi la matière grasse que l'on peut extraire pour la consommation humaine ou pour d'autres fins technologiques.

Chapitre I : Les graines oléagineuses

Les graines de Soja sont également riches en calcium, fer, zinc, phosphate, magnésium et folate avec une biodisponibilité assez élevée (**Hubert, 2006**).

Outre la présence intéressante de protéines, lipides et glucides, la graine de Soja contient les vitamines liposolubles A, D, E, K et est particulièrement riche en vitamine B et en minéraux mais aussi en micronutriments tels que les isoflavones, les saponines, les stérols, les phytates et les inhibiteurs de protéases qui apportent au Soja des propriétés préventives contre les maladies (**Hubert, 2006**).

II.4 Production mondiale du Soja

Le Soja représente plus de la moitié de la production mondiale de graines oléagineuses. Les plus grands producteurs de Soja du monde (figure 2) sont les Etats-Unis, le Brésil et l'Argentine. Ensemble, ces pays produisent plus de 80 % du Soja mondial. Les Etats-Unis sont le 1^{er} producteur et exportateur mondial de Soja mais les 2 géants agricoles sud-américains, le Brésil et l'Argentine, ont rejoints la tête du marché du Soja, suivis de la Chine et l'Inde.

II.5 Utilisation

Berk et al. (1993) ont estimé que la quantité de protéine de Soja qui se trouve soit dans la graine ou dans ces produits issus tel que huile de soja, l'extraction de ces produits est montrées dans figure (02). Cette quantité produite annuellement dans le monde pourrait satisfaire près du tiers de la demande globale en protéine alimentaire de l'homme. Par conséquent, le Soja figure parmi les plus grandes sources potentielles de protéine alimentaire.

Les graines de Soja séchées ou vertes peuvent être consommées cuites sans autre modification. Elles peuvent être germées et utilisées comme légumes dans des salades. Les graines germées ont l'avantage de produire une quantité appréciable de vitamine C (acide ascorbique), ce qui n'est pas le cas pour les graines séchées de Soja ou celles d'autres légumineuses.

Dans les pays asiatiques, une grande partie de la production de graines de Soja sert surtout à la préparation de nombreux produits transformés qui possèdent une excellente qualité nutritionnelle dont les plus importants sont le lait de Soja, le *tofu*, l'*Okara*, le *miso* et la sauce de Soja (**Galão et al., 2014**).

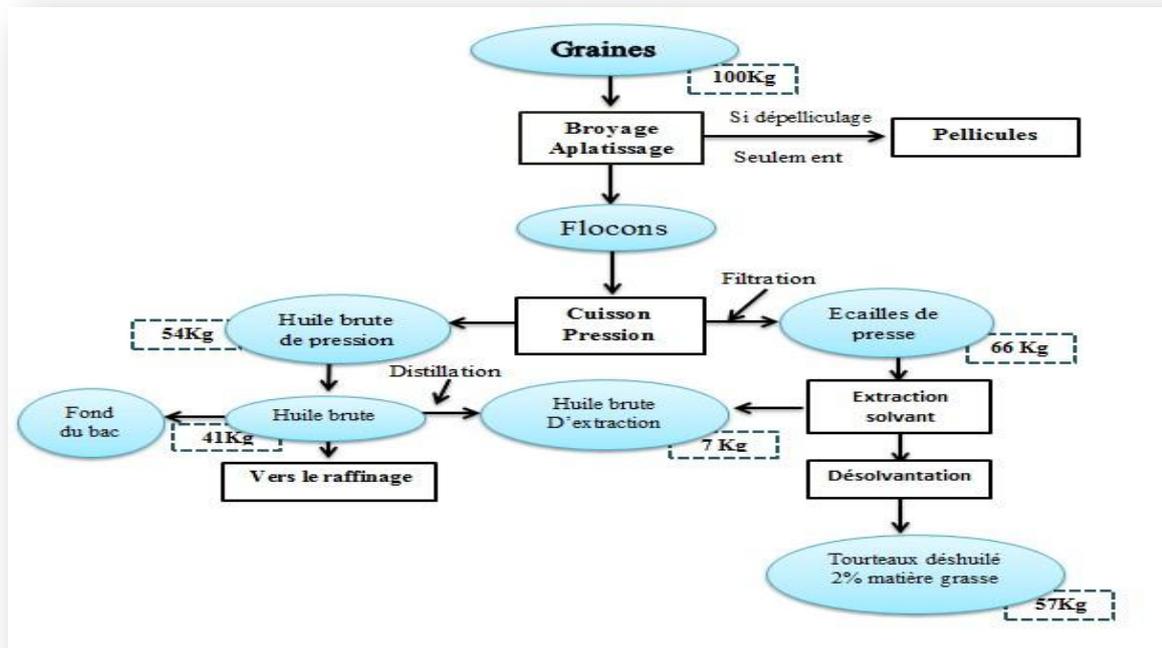


Figure 2: Obtention des différents produits issus de la graine de Soja (*Glycine max* L.) (Galão *et al.*, 2014).

III. L'huile de Soja

III.1 Définition de l'huile de Soja

L'huile de Soja est fluide et d'un jaune plus ou moins foncé comme son aspect est montré dans figure (03), suivant la nature des graines et les procédés d'extraction. Fraîche, elle a une saveur assez prononcée d'haricot qui s'atténue peu à peu. Elle est riche en acides gras polyinsaturés et notamment en acide gras essentiel alpha-linolénique. Elle est recommandée pour les assaisonnements.



Figure 3: L'huile de soja
Source : www.wikipédia.fr

Chapitre I : Les graines oléagineuses

Sa richesse en lécithine la rend précieuse pour la reconstitution des cellules nerveuses et cérébrales, sa bonne digestibilité en fait une bonne remplaçante de l'huile d'olive pour ceux qui ne peuvent la tolérer (**Cossut *et al.*, 2002**).

III.2 Composition de l'huile de Soja

La principale différence d'huile de Soja par rapport aux autres huiles végétales, se situe au niveau du taux d'insaturation et de la présence des acides linoléique et linoléique en quantité appréciable. Ces acides gras étant très sensible à l'oxydation, il conviendrait d'éviter au maximum le contact de l'huile avec l'oxygène de l'air.

III.2.1 Composition en 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 (**Sabah *et al.*, 2007**).

La teneur en acides gras insaturés d'huile de Soja étant très élevée, les molécules de triglycérides contiennent au moins deux acides gras insaturés et les glycérides di et tri-saturés sont pratiquement absents ou en très faibles quantités (**Platon, 1997**).

Les acides gras présents dans l'huile de soja : acide laurique 4,5%, miryfique 4,5%, Palmitique 11,6%, stéarique 2,5%, oléique 21,1%, linoléique 52,4%, linoléique 7,1% (**Annexe II**).

III.2.2 Constituants mineurs:

En plus des acides gras, l'huile de Soja contient des constituants mineurs à savoir : les ions métalliques, pigments colorants, produits oxydés ainsi que d'autres constituants tel que les composés odorants, leurs compositions est citées dans (**Annexe III**).

III.2.3 Composition en insaponifiable:

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 (**Karleskind, 1992**). Les taux des insaponifiables dans l'huile de Soja sont représentés dans (**Annexe IV**).

III.2.4 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 (**Graille, 2003**).

III.3 Valeur nutritionnelle et thérapeutique 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 sensible à la chaleur. C'est une bonne source de vitamines, elle est naturellement protégée à l'oxydation par la vitamine E qu'elle contient (**Berk, 1993**).

La richesse de l'huile de Soja en acides gras essentiels, la met en premier rang après le tournesol, et la rend très intéressante dans le cas d'hypercholestérolémie et d'athérosclérose (**Berk, 1993**).

Chapitre II : Raffinage des huiles

- Définition*
- Objectif*
- Étapes du raffinage d'huile alimentaire*
- Inconvénients du raffinage des huiles*

Chapitre II : Raffinage des huiles

II.1 Définition

De nombreuses études ont montré que les huiles brutes obtenues par pressage et extraction des graines oléagineuses contiennent de nombreuses autres substances que les triglycérides, en proportion minoritaire. Si certaines d'entre elles apportent des propriétés intéressantes comme les vitamines ou les stérols, d'autres ont un effet négatif sur la qualité et la conservation des huiles. Ces molécules peuvent donner un mauvais goût, un aspect indésirable, une mauvaise odeur et perturbent les propriétés fonctionnelles (**Karleskind et Wolff, 1992; Morin et Pagès-Xatart, 2012; Régis et al., 2016**).

II.2 Objectif

Selon **Morin et Pagès-Xatart (2012)**, l'objectif principal du raffinage est de maintenir ou d'améliorer les caractères organoleptiques (goût et odeur neutres, limpidité, couleur jaune clair), nutritionnels et la stabilité des corps gras.

Dekock et al., 2005 ; Evrard et al., 2007, précisent que le raffinage a pour but de réduire son contenu en éléments mineurs non triglycéridiques qui ont un effet néfaste sur sa qualité en termes de stabilité oxydative. Il convient par ailleurs de ne pas endommager la fraction triglycérique, de respecter les propriétés intrinsèques de l'huile et de conserver le maximum de constituants reconnus comme bénéfiques pour la santé.

II.3 Etapes du raffinage d'huile alimentaire

Le raffinage est un processus qui comprend plusieurs opérations distinctes, qu'elles soient physiques ou chimiques : Le diagramme du raffinage des huiles brutes ainsi reporté par **Boukerroui et al., 1999** est schématisé dans la figure (04) :

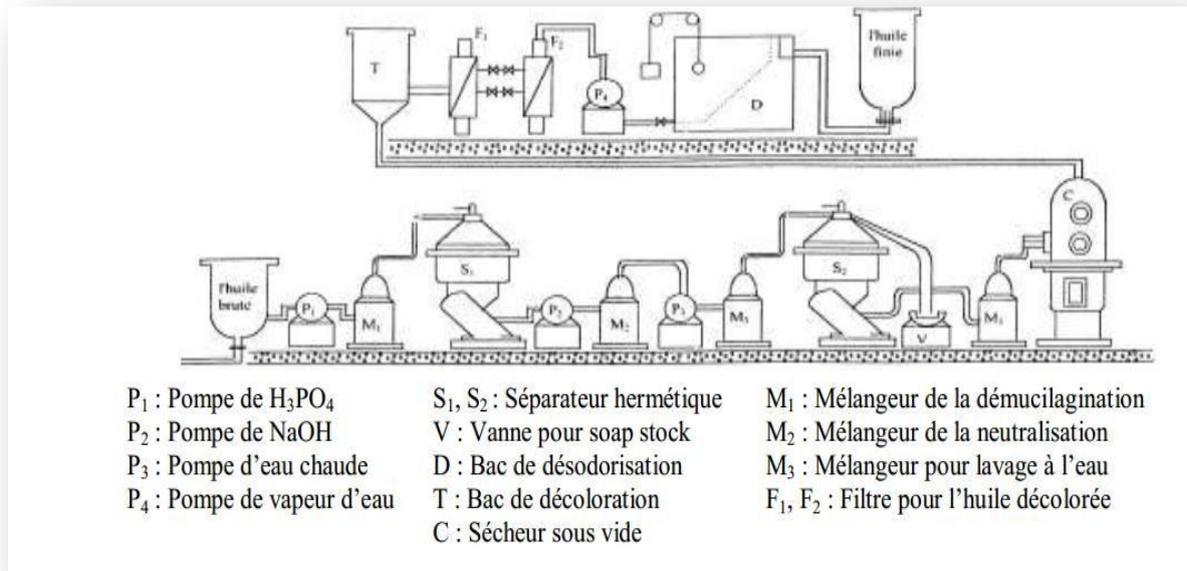


Figure 4: Diagramme du raffinage des huiles brutes (Boukerroui *et al.*, 1999).

Le raffinage des huiles brutes doit se faire en cinq étapes :

- 1- Dégommage ou Démucilagination : élimination des gommes et des phospholipides;
- 2- Neutralisation alcalin : éliminer les acides gras libres;
- 3- Décoloration: enlever les pigments colorants (chlorophylle et β -carotène);
- 4- Filtration : éliminer la terre décolorante;
- 5- Et désodorisation: élimination des odeurs, des produits volatiles et des acides gras libres.

Le raffinage des huiles brutes issues de la trituration des oléagineux doit assurer l'élimination de tout contaminant tels que résidus pesticides, traces métalliques, hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP), dioxines et les composés d'altération (les acides gras libres), les composés d'oxydation, les isomères « trans » des acides gras (**Annexe V**).

II.3.1 Démucilagination

Cette opération permet l'élimination des « gommes » ou « mucilages », composés surtout de phospholipides, facteurs d'instabilité qui tendent à troubler l'huile et induisent des colorations lors de son chauffage. Pour certaines huiles, un premier dégommeage (ou dégommeage) peut être préalablement réalisé à l'eau. L'huile brute chauffée à $80\text{ }^\circ\text{C}$ sous vide et reçoit un

Chapitre II : Raffinage des huiles

ajout d'environ 3 % d'eau avant de passer dans un mélangeur rapide puis un contacteur lent avant d'être centrifugée.

Cette technique est employée pour les huiles riches en phospholipides: les gommages sont récupérées à la centrifugation et peuvent ainsi être valorisées après séchage : il s'agit de la «lécithine » brute (Evrard *et al.*, 2007).

II .3.2 Neutralisation

L'étape de neutralisation vise essentiellement à éliminer les acides gras libres. L'huile est neutralisée par la voie suivante :

- La neutralisation à la soude

Cette voie, consiste à mélanger à l'huile une solution de soude pour transformer les acides gras libres en savons selon la réaction suivante:



Les savons, pratiquement insolubles dans l'huile, peuvent être entraînés dans l'eau, avec les phospholipides résiduels, les pigments colorés et d'autres impuretés encore présentes dans l'huile (protéines, carbohydrates, ...). La neutralisation des huiles par la soude conduit donc à la formation d'une phase aqueuse émulsionnée dite pâte de neutralisation, qui peut être séparée de l'huile par centrifugation, mais avec une perte significative d'huile. Une autre source de perte en huile réside dans la réaction concurrente à la neutralisation des acides gras libres par la soude : la saponification des triglycérides, qui conduit aussi à la formation de savons, de di et mono glycérides et de glycérols, favorable aussi à la formation d'émulsion en présence d'eau. Les solutions de soude utilisées ont une concentration comprise entre 15° Bé (115 g/litre) et 40° Bé (480 g/litre) et sont mises en œuvre avec un léger excès de soude. Après séparation des pâtes de neutralisation par centrifugation, l'huile neutralisée doit subir une opération de lavage à l'eau pour éliminer les traces de savon encore présentes (500 à 1000 mg/kg d'huile) (Karleskind, 1992).

II.3.3 Lavage

C'est l'opération qui permet d'éliminer les substances alcalines (savon et soude en excès) présentes dans l'huile à la sortie de la turbine de neutralisation, ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides et autres impuretés. Il est essentiel que l'huile brute ait subi une

Chapitre II : Raffinage des huiles

bonne préparation (“conditionnement”). Dans le cas contraire, il peut se produire des émulsions importantes et une partie du savon risque de ne pas être éliminée (**Karleskind, 1992**).

II.3.4 Séchage

L’humidité présente dans l’huile lavée est éliminée avant l’opération de décoloration car elle peut provoquer un colmatage rapide des filtres, surtout en présence de savon (**Denise, 1992**).

II.3.5 Décoloration

Cette opération vise à éliminer les pigments colorés que la neutralisation n’a que très partiellement détruits. Elle fait intervenir un phénomène physique : l’adsorption sur des terres décolorantes, du charbon actif, de bentonite, des silices spéciales ou des combinaisons de ces substances (**Denise, 1992**).

II.3.6 Désodorisation

Cette étape constitue en général l’étape finale du raffinage. Elle ne fait pas intervenir d’auxiliaire technologique et procède par simple injection de vapeur d’eau dans l’huile chauffée à haute température (180–240°C) et sous un vide très poussé. Dans ces conditions, la vapeur d’eau élimine par entraînement les composés volatiles responsables des saveurs de l’huile (aldéhydes, cétones, etc.) ainsi que les résidus de pesticides et de mycotoxines éventuellement présents. Au terme de cette étape, l’huile présente un goût neutre: elle est par la suite conditionnée sous azote afin de la protéger contre l’oxydation (**Evrard et al., 2007**).

Le chauffage est produit par une vapeur injectée directement à contre-courant de l’huile. Dans l’objectif d’avoir une meilleure conservation une quantité d’acide citrique est ajoutée à la sortie du désodoriseur, l’oxydation et permettre sa meilleure conservation ; l’on lui rajoute de l’acide citrique à la sortie du désodoriseur.

II.4 Inconvénients du raffinage des huiles

Les inconvénients liés au raffinage sont :

- Pendant les traitements thermiques sévères, appliqués au cours du raffinage chimique, les huiles végétales subissent un ensemble de réactions chimiques comme l’oxydation, la polymérisation, l’hydrolyse, l’isomérisation et la cyclisation. Ces réactions sont des

Chapitre II : Raffinage des huiles

effets néfastes sur les caractéristiques fonctionnelles, nutritionnelles et organoleptiques de l'huile, pouvant aboutir à la formation de composés ayant des effets nocifs sur la santé (**Gertz *et al.*, 2000**).

- Une perte de l'huile par entraînement dans les pâtes de neutralisation dans les eaux de lavage et dans les terres décolorantes (**François, 1974**).
- Destruction de la vitamine E à fort pouvoir antioxydant ;
- Transformation de la structure moléculaire des acides gras (**Le Goff, 1998**).

Chapitre III: Décoloration des huiles

- Définition*
- Processus de la décoloration*
- Les composés à enlever dans l'étape de décoloration*
- Effets secondaires de la décoloration*
- Conduite de la décoloration*
- Phénomène d'adsorption*
- Principe de l'adsorption*
- Types d'adsorption*
- Les paramètres influencent adsorption*



Chapitre III: Décoloration des huiles

III.1 Définition de la décoloration

Selon (COI, 2006), « la décoloration vise à éliminer des pigments que la neutralisation n'a que partiellement détruits, des peroxydes (produits d'oxydation primaire), des produits d'oxydation secondaire, des traces de savon, de métaux et de phospholipides par adsorption au moyen de terres décolorantes et/ou de charbons actifs, indispensables pour éliminer les hydrocarbures polycycliques actifs, ou d'autres auxiliaires de filtration».

La décoloration constitue donc une des étapes essentielles du raffinage des huiles alimentaires étant donné que c'est au cours de cette étape qu'il y a une réduction au maximum du niveau de contamination.

Plusieurs auteurs ont réalisé des études et même des enquêtes sur la source de la contamination des huiles végétales:

- **Prevot (1984) et Zschau (2001)** confirment que les contaminants peuvent être des produits naturels ou bien provenir des cultures, des transports, du stockage ou de la fabrication.
- **Neukom et al., 2002**, ont décrit les risques de contamination par l'environnement.
- **Reich et al., 1997** ont compilé des données sur la présence d'hydrocarbures naturels dans environ 180 variétés végétales (des teneurs de 13 à 120 mg/kg existent dans les graines oléagineuses et les huiles végétales, la concentration la plus élevée étant enregistrée pour l'huile de tournesol).

III.2 Processus de la décoloration

Le processus de la décoloration s'opère généralement sur la matière sèche, sous vide, à une température aussi basse que possible (de l'ordre de 85 à 90°C). La durée de contact doit rester limitée pour éviter les risques de réversion ultérieure de couleur. Elle est de l'ordre de 15 à

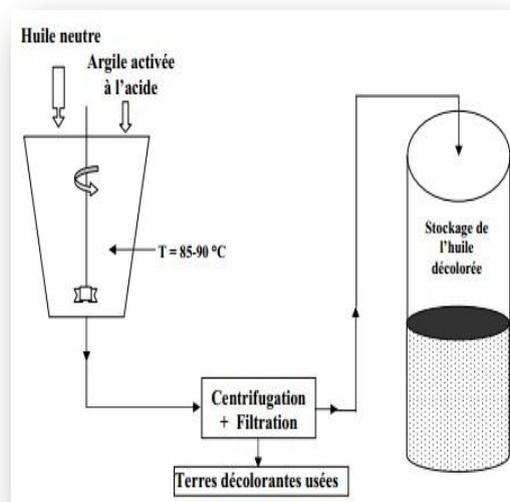


Figure 5 : Protocole décoloration huile (Yahouach, 2002).

Chapitre III : Décoloration des huiles

30 minutes. Elle dépend notablement de l'agitation ou de tout dispositif de contact.

Deux types de décoloration, décoloration discontinue et décoloration continue ont été définies par (Zschau, 2001).

III.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 15-30 minutes. A la fin de la décoloration, le mélange huile-terre est séparé par filtration. Il faut veiller à ce que le filtrat soit clair (Zschau, 2001).

III.2.2 Décoloration continue

Ce procédé de décoloration continue a été découvert pour la première fois par King – Wharton. La terre de décoloration est ajoutée en continu à l'huile. La terre de décoloration et l'huile sont séparées par filtration après un certain temps (Zschau, 2001).

III.3 Les composés à enlever dans l'étape de décoloration

III.3.1 Produits d'oxydation

L'oxydation enzymatique des huiles mènent principalement aux hydroperoxydes. Celles-ci se transforment pendant le traitement pour former divers produits secondaires d'oxydation tels que les hydroxydes, les cétoniques, et les époxydes.

D'une façon générale, les produits d'oxydation sont des composés polaires, qui peuvent facilement être enlevés par l'adsorption avec la terre décolorante ou par d'autres adsorbants.

La terre décolorante activée également peut enlever certains produits tels que des produits d'oxydation, les peroxydes hydrauliques et les époxydes; car ces produits de décomposition sont principalement les aldéhydes et les cétones volatils (Gemeinschaftsarbeiten *et al.*, 1990).

III.3.2 Pigments

Les corps de couleur dans les huiles et les graisses sont principalement des caroténoïdes et des chlorophylles. Les caroténoïdes en huile de Soja, de Colza, de Maïs et d'Arachide, et aussi des

Chapitre III : Décoloration des huiles

petites quantités de chlorophylles trouvées dans presque chaque type d'huile (**Gemeinschaftsarbeiten *et al.*, 1990**).

III.3.3 Phospholipides et glycolipides

Les huiles de Soja, de Colza, de Tournesol, d'Arachide et de coton sont connues pour leur teneur élevée en phospholipides (**Carter *et al.*, 1985**).

En règle générale, les phospholipides et les glycolipides sont principalement éliminés par la démulcination de l'huile brute. Les phospholipides et les glycolipides restants dans l'huile seront hydratés et hydrolysés pendant la neutralisation avec de l'eau douce, et séparés avec la phase de l'eau. Les phospholipides et glycolipides encore restants dans l'huile après que la démulcination et la neutralisation seront enlevés dans l'étape de décoloration (**Frankel *et al.*, 1959**).

III.3.4 Traces de métaux

L'hydrolyse partielle des phospholipides, pendant la neutralisation d'alcalines, a pour conséquence, la formation des savons de calcium et de magnésium dans l'huile neutralisée. Quoique le fer et le cuivre soient naturellement présents dans la graine, ils peuvent également entrer dans l'huile à partir des équipements en fer et en cuivre utilisés pendant le traitement sous pression. Le plomb et le cadmium sont également des contaminants fréquents d'huiles végétales brutes. Les graisses durcies contiennent de petites traces de nickel car il est employé comme un catalyseur pour l'hydrogénation des graisses (**Lepage, 1964**).

Ces traces en métal doivent être enlevées de l'huile avant la désodorisation pour garantir une bonne stabilité des produits finis (**Lepage, 1964**).

III.3.5 Savons

Les savons de sodium formés pendant la neutralisation d'alcalines d'huiles et des graisses sont enlevés avec de l'eau. Néanmoins, une huile neutralisée est, rarement, complètement débarrassée des savons. Les savons de calcium et de magnésium, contrairement aux savons de sodium, sont moins solubles dans l'eau. Ils peuvent mener à des produits de décomposition indésirables comme les cétones à longue chaîne ou cycliques s'ils restent dans l'huile. Donc, ces composés doivent être enlevés avec la terre décolorante (**Lepage, 1964**).

III.3.6 Contaminants

III.3.6.1 Pesticides

Des usines de graine oléagineuse sont protégées avec une gamme des pesticides (comme les pesticides, à base d'organophosphoré et contenant de l'azote) (**Goh *et al.*, 1985**).

Le phosphore et l'azote contenus dans des pesticides sont biodégradables, pourtant, ils peuvent apparaître dans l'huile plus tard (**Goh *et al.*, 1985**).

III.3.6.2 Hydrocarbures aromatiques polycycliques

Les hydrocarbures aromatiques polycycliques (PAHs) sont présents dans l'huile minérale. Se sont généralement des constituants de fumées formés pendant la combustion (**Goh *et al.*, 1985**).

La cause principale pour la contamination des huiles et des graisses par les PAHs est le séchage occasionnel pratiqué sur les graines et les fruits en employant la fumée (**Goh *et al.*, 1985**).

III.4 Effets secondaires de la décoloration

Outre leur action sur les pigments colorés, les agents décolorants entraînent un certain nombre d'effets secondaires:

- ✚ Ils transforment, en acide gras, les savons encore présents dans l'huile après lavage, et bloquent les phospholipides, les polymères et les oxypolymères. Toutefois, les savons et les composés phosphorés diminuent le pouvoir décolorant des terres activées (**Denise, 1992**).
- ✚ La dégradation des peroxydes ; l'hydratation des peroxydes conduit à la formation d'aldéhydes de cétones et d'acides conjugués (les diènes et triènes)
- ✚ L'élimination des traces de métaux (fer, cuivre) résiduelles dans l'huile susceptible d'initier des phénomènes d'oxydation, par échange de cation.
- ✚ Les terre décolorantes risquent de générer des substances non désirées : formation de colorants non adsorbables par la réaction entre terre acides et des glycérides oxydées;

- ✚ L'isomérisation des AG insaturés en AG trans peut également avoir lieu même si la quantité d'AGT formée reste limitée (<0.1%).
- ✚ Des dimères en TAG peuvent se former par des réactions de polymérisation (**Löliger et al., 2010**).
- ✚ Parmi ces effets secondaires, seule est importante la formation des diènes et des triènes conjugués dont la quantité, toujours très faible, dépend de la structure même de l'huile (présence d'acide oxydés) et de la proportion de terre activée (le charbon actif ne provoque pas ce genre d'effet). La présence de ces composés ne provoque pas une altération biologique notable mais considérée comme indésirable (**Karleskind, 1992**).

III.5 Conduite de la décoloration

Le processus de la décoloration des huiles alimentaires est basé sur le phénomène d'adsorption des pigments colorés sur un support solide (adsorbant). 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. Il existe différents types d'adsorbants solides, dont les plus utilisés sont les terres naturelles, les terres activées, les charbons actifs (**Denise, 1992**).

III.5.1 Phénomène d'adsorption

Le terme « adsorption » a été utilisé pour la première fois par Kayser en 1881 pour décrire l'augmentation de la concentration des molécules de gaz sur des surfaces pleines voisines. L'adsorption est le processus au cours duquel des molécules contenues dans un fluide (gaz ou liquide) est appelées **adsorbat**, se fixent à la surface d'un solide appelé **adsorbant**. Les sites où se fixent les molécules d'adsorbat sont appelés **sites**. L'adsorption est dite chimique ou physique selon la nature des interactions qui lient l'adsorbat à la surface de l'adsorbant (**Wuithier, 1972**).

III.6.1 Principe de l'adsorption

Il existe une certaine affinité de l'adsorbant vis-à-vis de l'adsorbat. Cette dernière est due à deux types de liaisons: physique ou chimique ; l'on parle alors de l'adsorption physique qui conserve l'identité aux molécules adsorbées, et la chimisorption qui conduit à la rupture de liaisons chimiques. Ce qui rend général le processus irréversible (**Teng et al., 2000**).

L'adsorption se produit principalement en quatre étapes. La figure (06) 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 (ÖNAL, 2002).

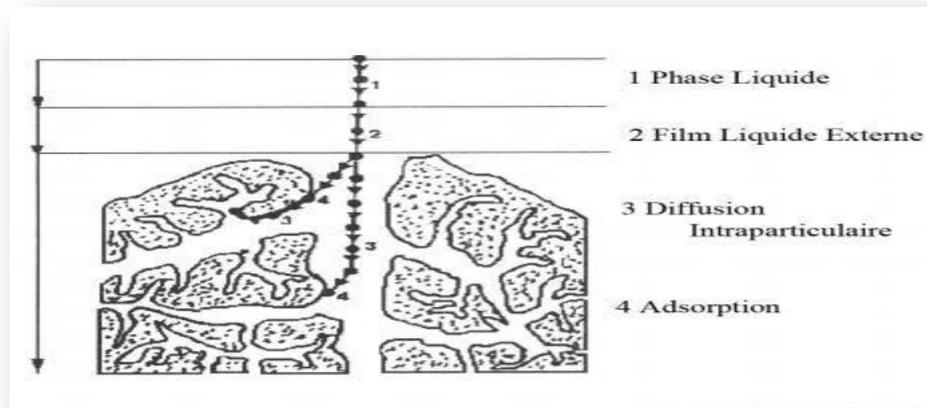


Figure 6 : Domaines d'existence d'un soluté lors de l'adsorption sur un matériau microporeux (Zhitkovich *et al.*, 1998).

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.

III.6.2 Types d'adsorption

III.6.2.1 Adsorption chimique (la chimisorption)

- Elle met en jeu une ou plusieurs liaisons chimiques covalentes ou ioniques entre l'adsorbât et l'adsorbant. Elle se caractérise par des forces bien plus intenses que celles de **Van der Waals** et, par conséquent, par des liaisons comparables à celles qui relient les atomes entre eux.

- 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 environ dix fois plus élevée que dans le cas de l'adsorption physique (Valenzuela *et al.*, 2001). La chaleur d'adsorption, relativement élevée, est comprise entre 20 et 200 Kcal/mol (Zschau, 2001). La distance entre la surface et la molécule adsorbée est plus courte que dans le cas de la physisorption.

L'adsorption chimique peut se faire:

a. Par carbonisation

Ce mode de décoloration consiste à traiter l'huile par une quantité limitée d'acide sulfurique (H₂SO₄) concentrée. Ce traitement peut provoquer la formation de substances colorées. Une grande quantité de H₂SO₄ conduit à la carbonisation de l'huile elle-même.

b. 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.

c. Par réduction

Cette méthode consiste à fixer l'oxygène des matières colorantes par l'emploi de réducteur classique tel que l'anhydre sulfureux, selon la réaction suivante:



Avec :

Mat (C): matière colorante.

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 (Zschau, 2001).

III.6.2.2 Adsorption physique (physisorption)

Contrairement à la chimisorption, l'adsorption physique (physisorption) 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 (Zschau, 2001). 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 (ERICKSSON *et al.*, 1989). 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 (Ericksson *et al.*, 1989).

Tableau II: Caractéristiques des deux types d'adsorption (Ericksson *et al.*, 1989).

Adsorption physique	Adsorption chimique
Chaleur d'adsorption basse	Chaleur d'adsorption élevée
Non spécifique	Très spécifique
Formation de monocouche ou de Multicouches	Formation de monocouche seulement
Rapide, réversible	Peut-être lente et irréversible
Pas d'échange d'électrons	Formation de liaisons entre l'adsorbât et la surface de l'adsorbant par transfert d'électrons

III.6.3 Les paramètres influençant l'adsorption

Quand un solide est mis en contact avec une solution, chaque constituant de cette dernière, le solvant et le soluté manifestent une tendance à l'absorption à la surface du solide. Il y'a donc une compétition en surface entre deux adsorptions qui sont Concurrentielles. Le cas le plus intéressant est celui où l'adsorption du soluté est de loin plus importante que celle du solvant. Donc la quantité adsorbée, dépend de nombreux facteurs dont les principaux sont:(Echeverría *et al.*, 1998).

- **Température**

Chapitre III : Décoloration des huiles

L'adsorption est un processus exothermique et par conséquent son déroulement doit être favorisé à basse température (**Echeverria, et al., 1998**).

- **Nature adsorbant:**

L'adsorption d'une substance croît avec la diminution de la taille des particules de l'adsorbant, ce qui permet aux composés de la solution de pénétrer dans les capillaires de la substance (**Echeverria, et al., 1998**).

- **Nature de l'adsorbat**

Les solides polaires, adsorbent préférentiellement d'autres corps polaires. Par contre les solides non polaires, adsorbent préférentiellement des substances non polaires et l'affinité pour le substrat croît avec la masse moléculaire de l'adsorbat (**Echeverria, et al., 1998**).

- **Orientation des molécules**

L'orientation des molécules adsorbées en surface, dépend des interactions entre la surface et les molécules adsorbées en solution. Il est difficile de prévoir l'orientation des molécules d'adsorbat sur le solide (**Echeverria, et al., 1998**).

**Chapitre IV : Etude de l'impact de la qualité de la
terre décolorante sur la qualité de l'huile**

- L'intérêt de l'utilisation des terres décolorantes durant le processus de décoloration*
- Terres décolorantes*
- Terre décolorante utilisée par l'entreprise COGB-*
- La BELLE*
- Mécanisme d'action de la terre décolorante*
Les principales caractéristiques de la terre qui
- influencent le processus de décoloration*
- Optimisation du processus de décoloration des huiles*
- Protocole de décoloration au niveau du laboratoire*
- L'évaluation de la qualité de la décoloration*
- Problématique posée*
- Méthodologie adoptée*
- Principaux facteurs de maîtrise influençant le processus de*
- décoloration*

Chapitre IV : Etude de l'impact de la qualité de la terre décolorante sur la qualité de l'huile

IV.1 L'intérêt de l'utilisation des terres décolorantes durant le processus de décoloration

L'huile de Soja provenant exclusivement de la graine et obtenue par extraction doit être débarrassée des impuretés qu'elle renferme (acides gras libres, particules de terre et de graines, hydrates de carbone, graisse, mucilages, matières colorantes et produits d'oxydation), afin d'améliorer sa conservation, sa qualité organoleptique et sa stabilité.

Pour débarrasser donc l'huile de ses impuretés et lui rendre sa brillance et sa limpidité, elle doit subir une série d'opérations physico-chimiques déjà décrites en chapitre II ; (figure 8) montre l'aspect et le changement de couleur que l'huile subira au cours du processus de la décoloration.



Figure 7: Photographie de l'aspect de l'huile de Soja entre les différentes étapes de raffinage.

Pour aboutir à la coloration recherchée par le consommateur, les raffineries utilisent des matériaux à grand pouvoir d'adsorption tels que le charbon actif ou les terres décolorantes naturelles et/ou activées durant l'étape de décoloration.

IV.2 Terre décolorante

IV.2.1 Terres décolorantes naturelles

Les terres naturelles appartiennent à la famille des SEPIOLITES ou des POLYGONITES. Elles sont employées telles quelles, car elles possèdent un pouvoir décolorant naturel. Elles sont séchées et finement broyées pour accroître la surface de contact. Ces terres sont peu

activées et ne sont pas activables : leur emploi est donc limité aux huiles très faciles à décolorer (**Denis, 1992**).

IV.1.1 Terre décolorantes activées

Ce sont des argiles plastiques de type Montmorillonite. L'activation consiste à transformer les silicates en silice colloïde qui possède un fort pouvoir adsorbant. Cette transformation est réalisée par l'action d'acide fort à des températures de 80 – 130°C (**Denis, 1992**).

L'activation se produit par dissolution partielle du smectite : elle est caractérisée par un premier emplacement des cations des couches intercalaires par H⁺ suivi de la dissolution des feuilles tétraédriques et octaédriques (**Christidis, 1997**).

IV.1.2 Charbon actif

Le charbon actif est un adsorbant carboné qui possède une forme cristalline très développée avec une structure interne extrêmement poreuse (**Zschau, 2001**).

L'activation du charbon actif est réalisée soit :

- Par activation chimique, l'on emploie l'acide phosphorique, ou le chlorure de zinc à des températures allant de 400-800°C
- Par activation au gaz, la vapeur et le dioxyde de carbone sont utilisés à des températures de 800-1000°C (**Zschau, 2001**).

IV.3 terre décolorante utilisée par l'entreprise COGB-LA BELLE

La terre décolorante que l'industrie COGB-LA BELLE utilise est une argile activée de type TONSIL appelée bentonite, composée principalement de montmorillonite, appartenant à la famille des smectites. Celle-ci se trouve dans le groupe des di octaédriques ou l'aluminium octaédrique peut-être remplacé par un atome de magnésium ou de fer. Sa structure est représentée sur la figure (08) :

Le choix industriel de la terre décolorante est basé sur sa capacité à assurer un mécanisme d'adsorption et à assurer la qualité d'huile. Les normes d'entreprises utilisées dans le choix de la terre décolorante sont données dans le tableau III :

Tableau III: Les paramètres de caractérisation de la terre décolorante selon l'entreprise COGB-La BELLE.

Paramètres	Normes d'Entreprise
pH	5,8
Humidité (%)	0,83
Densité (%)	6,26%

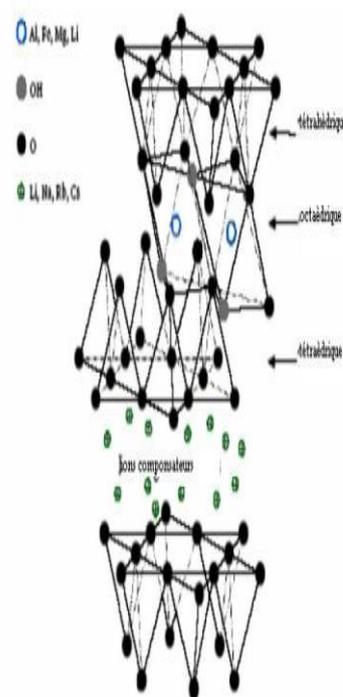


Figure 08: Structure de la montmorillonite (JOZJA, 2003).

IV.4 Mécanisme d'action de la terre décolorante

Les termes, argiles activées ou terres décolorantes, sont utilisés pour désigner des argiles qui, dans leur état naturel ou après activation chimique, possèdent la capacité d'adsorber les matières colorantes des huiles. Il y a une multitude de mécanismes pour expliquer l'adsorption d'huile.

Les travaux de **Boki** et ses collaborateurs (1992) ont montré que la terre décolorante absorbe préférentiellement les composés qui sont cationiques ou au moins polaires en nature, y compris des molécules étant polarisées en présence de l'acide. L'absorption a lieu aux centres acides de la terre décolorante, Les ions de Ca^{2+} entre les couches de cristal sont échangés par des protons pendant l'activation. Ceci signifie que la capacité d'échange cationique est partiellement réduite d'une part, mais les sites formés pendant l'activation ont une force de tain de la capacité d'échange pour fixer des cations.

La capacité d'échange a une influence sur l'adsorption des phospholipides non hydratables, qui sont des sels ou des acides phosphatidiques (seules les propriétés acides ne sont pas

suffisantes pour enlever ces acides). Ces acides doivent être enlevés par une terre décolorante d'échangeur cationique en présence de l'eau.

Les propriétés d'échange cationique de la terre jouent un rôle important dans le déplacement des oligo-métaux de l'huile. Le fer et le cuivre peuvent entrer dans l'huile de la graine oléagineuse elle-même ou par le stockage des huiles. Aussi les traces de nickel doivent être enlevées (**Boki et al., 1992**).

Un mécanisme semblable de réaction peut également être postulé pour l'absorption des pigments par la terre décolorante d'échangeur acide d'ion central Mg^{2+} ou Fe^{2+} .

Les pigments présentent des groupements oléfiniques qui peuvent être protonés par le groupement acide. (**Mokaya, 1983**), a suggéré que le mécanisme d'adsorption de chlorophylle était lié à l'acidité de BRONSTED.

La figure 09 montre clairement le mécanisme d'adsorption de la chlorophylle sur la terre décolorante (**Sabah et al., 2007**).

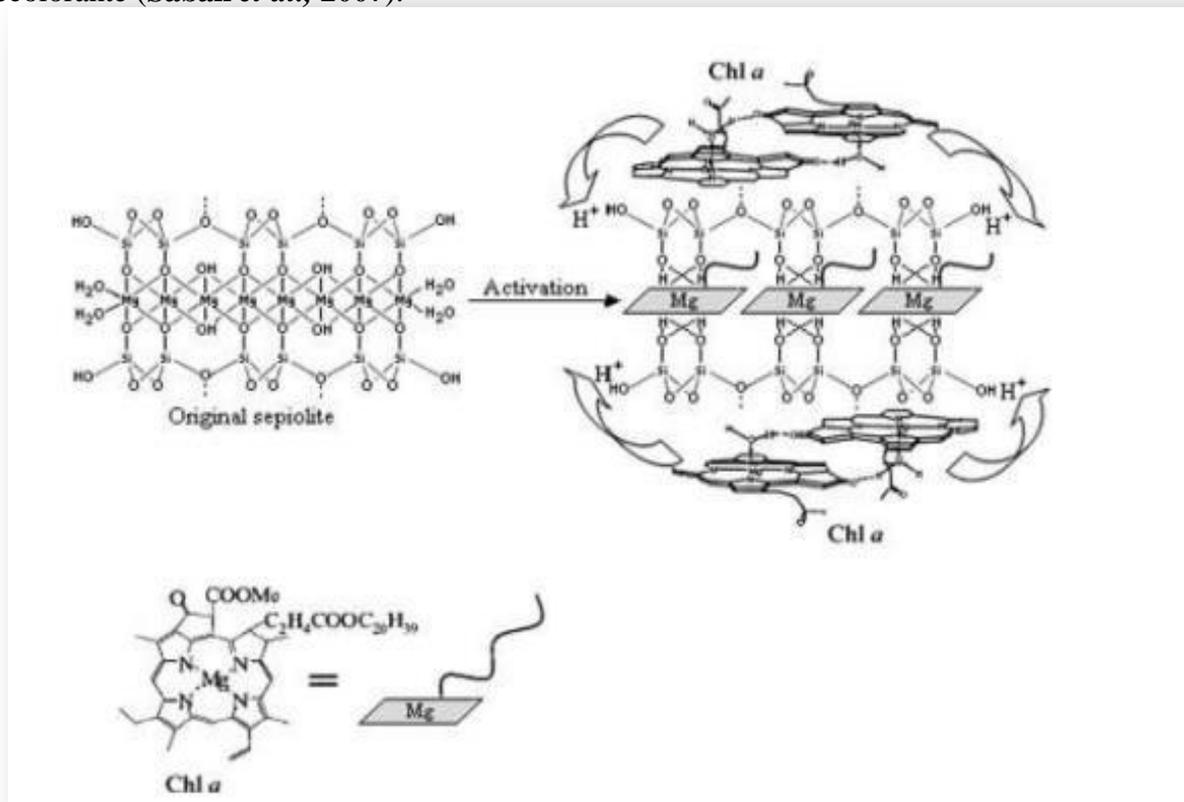


Figure 09: Adsorption de la chlorophylle sur la terre décolorante (**Sabah et al., 2007**).

La variation de la teneur des huiles en chlorophylles doit être contrôlée attentivement. En effet, la photo-oxydation des pigments chromophores en particulier les pigments

chlorophylliens entraîne une altération des huiles. Ces pigments excités, par des radiations lumineuses, conduisent à la formation de radicaux libres à partir des chaînes grasses insaturées. La chlorophylle se trouve ainsi directement impliquée dans les phénomènes oxydatifs (Wolf, 1992).

Les chlorophylles peuvent être dosées directement dans le corps gras par spectrophotométrie visible. Ils absorbent vers 630, 670 et 710 nm (Psomiadou *et al.*, 2001).

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) (DEBRUYNE, 2001). Elle suggère que l'adsorption des carotènes est catalysée par l'acidité de BRONSTED et de LEWIS, comme le montre la figure 10 (Sabah *et al.*, 2007).

La carotène, connue comme un excellent accepteur et donneur d'électron, peut s'attacher à la surface de l'argile sous forme de carbo-ion. Lorsqu'elle se fixe sur un site de Lewis, elle présente un caractère nucléophile, par contre, elle présente un caractère électrophile lorsqu'elle réagit sur site acide de Brönsted. Le mécanisme de chimisorption du carotène, sur les sites actifs de l'argile, peut être représenté par la figure suivante.

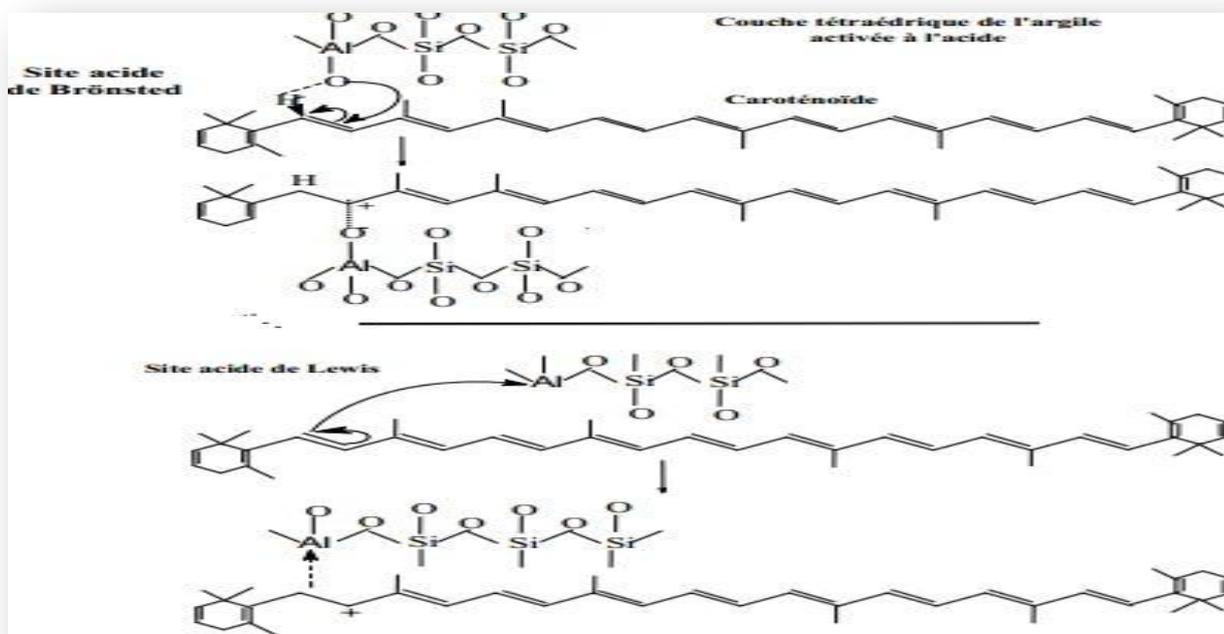


Figure 10: Adsorption des carotènes sur la terre décolorante (Sabah *et al.*, 2007).

IV.5 Les principales caractéristiques de la terre qui influencent le processus de décoloration

Les principales caractéristiques de la terre qui influencent le processus de décoloration sont :

IV.5.1 La granulométrie de la terre

Lorsque les particules de la terre sont plus grosses, le diamètre moyen des pores augmente ce qui entraîne une diminution des forces de rétention capillaires et une augmentation de la vitesse de filtration. En contrepartie, le pouvoir décolorant de la terre diminue lorsque les dimensions des particules augmentent (**Denise, 1992**).

IV.5.2 L'acidité

Le traitement acide, effectué sur les terres naturelles, a pour effet d'augmenter considérablement la surface spécifique de la terre. Donc, l'acidité de la terre est un paramètre très important qui reflète l'immensité de la surface d'absorption de la terre ainsi que son pouvoir décolorant (**Denise, 1992**).

IV.5.3 La quantité employée

La quantité de la terre décolorante est un paramètre très déterminant ; elle est en fonction de la décoloration initiale, de la nature des pigments ainsi que de la présence d'impuretés comme les traces de savon et des produits d'oxydation qui peuvent subsister dans les huiles. Elle doit être assez suffisante afin d'atteindre une transmission convenable (**Denise, 1992**).

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 colore 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 (**Denise, 1992**).

IV.6 Optimisation du processus de décoloration des huiles

Plusieurs travaux de recherche ont été menés dans l'objectif d'optimiser les différents paramètres qui influencent la décoloration des huiles essentiellement huile de tournesol, huile de Soja et les grignons d'olive (**Gannouni et al., 1999 ; yahouach, 2002**).

Ces paramètres sont :

- La température;
- Le temps de contact;

- Et la quantité de la terre décolorante à utiliser.

Il ressort de ces études que l'optimisation du processus de décoloration des huiles alimentaires doit être réalisée à travers une étude cinétique de la décoloration :

- A différentes températures : (28, 70, 80, 90 et 100) °C.
- A différents temps de contact : (10, 15, 20, 30, 40) min.
- Et à différentes quantités de la terre décolorante : (0.2, 0.4, 0.6, 0.8...2)%.

Ce travail d'optimisation nécessitera l'application d'un protocole de décoloration au laboratoire suivi par une application à l'échelle pilote avant le passage à l'application industrielle.

IV.7 Protocole de décoloration au niveau du laboratoire

L'objectif de notre description du protocole de décoloration est de comprendre l'interaction de la terre décolorante avec l'huile à décolorer pour déterminer les niveaux des facteurs influençant le processus de décoloration et de définir les méthodes pratiques à utiliser pour la caractérisation de l'efficacité de cette opération.

Ce protocole est récapitulé dans la figure 11 :

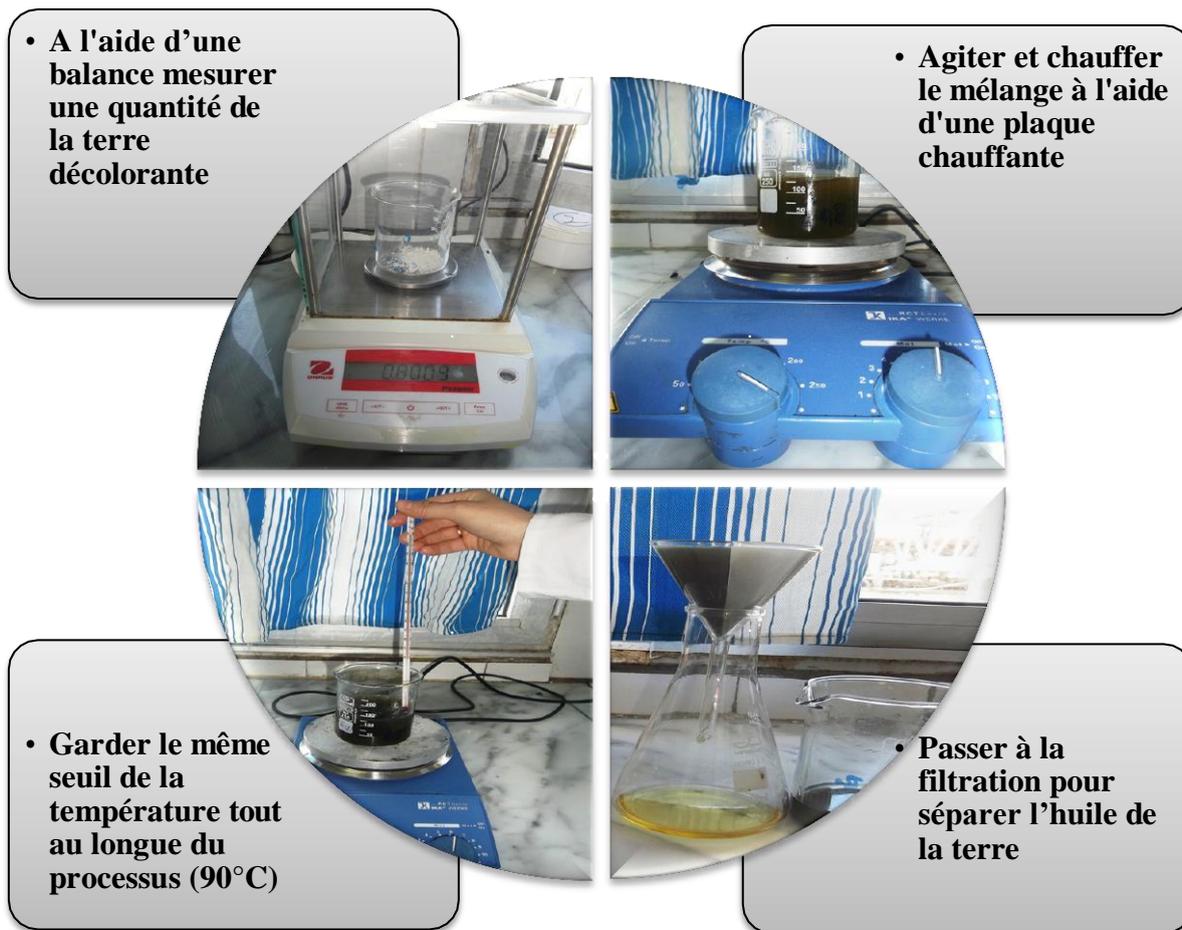


Figure 11 : Etapes récapitulatives de la décoloration au niveau laboratoire.

Dans un bêcher à fond plat, une quantité de 100 grammes de l'huile dégommée, neutralisée et séchée est ajoutée en présence de la terre décolorante à des quantités bien déterminées.

À l'aide d'une plaque chauffante, la température de l'huile doit être portée au degré voulu, tout en agitant vigoureusement. Après un temps de contact, l'huile est filtrée par un papier filtre afin de séparer les matières en suspension.

La décoloration au niveau de laboratoire peut être traitée sous une pression atmosphérique ou sous vide.

IV.8 Protocole de décoloration à l'échelle pilote

Les essais de décoloration à l'échelle pilote nécessite l'utilisation d'un montage d'appareil équipé d'un régulateur de température, d'un agitateur et d'une pompe selon la figure 12 :



Figure 12 : Protocole décoloration à échelle pilote (Yahouach, 2002).

Les essais à l'échelle pilote peuvent être effectués selon les étapes suivantes :

- Introduire dans chaque ballon une quantité de 80 grammes d'huile pesée auparavant à une température fixée, sous agitation généralement de 400 tr/min.
- Ajouter progressivement la quantité de terre pesée auparavant, dans les quatre ballons.
- Laisser la décoloration s'effectuer pendant 30min, sous un vide de 60 mbar à l'aide d'une pompe à vide.

Dans l'étude d'optimisation, les échantillons décolorés à différentes températures et à différentes concentrations en terre, doivent être filtrés puis analysés et interprétés en utilisant les normes nationales, internationales et/ou d'entreprise.

IV.9 L'évaluation de la qualité de décoloration:

L'évaluation de la qualité de la décoloration de l'huile brute est d'une très grande importance du point de vue industriel, c'est pourquoi une caractérisation physico-chimique de l'huile séchée et lavée avec l'huile décolorée est obligatoire pour garantir la conformité de l'huile.

Tableau IV : Les normes de qualité de l'huile lavée séchée et décolorée.

Paramètres	Huile lavée séchée	Huile décolorée
L'acidité(%)	≤ 0,12	0,06 – 0,12
L'indice de peroxyde (meqO ₂ /kg)	≤ 12	0
L'indice de saponification mg KOH/ g d'huile	188-194	188 – 194
La couleur (J, R)	J ≤ 70 R ≤ 3	J ≤ 40 R ≤ 0,5
Les phosphatides (%)	≤ 5 ppm	≤ 3 ppm
Les traces de savon (ppm)	30-50	0
Humidité(%)	≤ 0,2	/

L'évaluation de l'effet de la qualité de la terre décolorante sur la décoloration de l'huile brute nécessite l'application des méthodes suivantes :

IV.9.1 Méthode d'observation des colorations

Les termes courants enregistrés sur terrain sont:

- ✓ Jaune extra clair;
- ✓ Jaune très clair;
- ✓ Jaune clair;
- ✓ Jaune orangé très clair;
- ✓ Orangé clair.

Pour comparer les teintes avec précision, l'entreprise utilise le colorimètre « LOVIBOND » (NA 2221/1991).

IV.9.2 Méthode de détermination du pouvoir décolorant (NE) :

Le pouvoir décolorant des argiles activées est déterminé par des mesures de la densité optique de l'huile neutre. Avant et après traitement par rapport à l'éthanol pris comme référence et à une longueur d'onde λ égale à 500 nm, est effectuée à l'aide d'un spectrophotomètre. Le pouvoir décolorant est donné en (%) par l'expression suivante :

$$\text{Pd (pouvoir décolorant)} = \frac{(\text{couleur huile brute (J+R)} - \text{couleur huile décolorée}) * 100}{\text{couleur huile brute}}$$

La norme d'entreprise est de **86%**.

IV.10 Problématique de l'utilisation de la terre décolorante

Sur terrain, la terre décolorante, sa qualité, sa fonctionnalité et son effet sur la qualité du produit fini est une problématique posée par les entreprises de raffinerie des huiles.

Cette problématique qui se pose, et s'impose pour toute unité de raffinage des différents types d'huiles alimentaires, se résume en :

- ❖ Quelle est l'obstacle qui bloque les producteurs à avoir une bonne décoloration selon les normes en vigueur?
- ❖ Quels sont les paramètres de raffinage qui peuvent influencer sur le processus de décoloration de l'huile?

Pour répondre à ces deux questions, l'entreprise COGB-La BELLE nous a sollicité et aidé pour piloter un plan de travail pour mieux concrétiser la problématique et pour accéder à une vision claire de la stratégie globale de la maîtrise de la qualité de production, dans l'objectif de produire non seulement d'huile alimentaire de bonne qualité à la fin du raffinage mais aussi de l'huile alimentaire bien contrôlée de l'amont en aval de la procédure de raffinage.

A travers notre période de stage, nous avons constaté que la terre décolorante utilisée pour décolorer l'huile de Soja a donné des résultats insuffisants. Pour cela, nous avons suivi une méthodologie de recherche des causes génératrices du problème enregistré avec une représentation structurée de l'ensemble des causes qui produisent cet effet en se focalisant sur les conclusions récoltées des experts et des chercheurs en science des corps gras (**ITERG, 1999 ; COI, 2006 ; Codex Alimentarius, 2019**).

IV.10.1 Méthodologie adoptée

La méthodologie adoptée est basée sur l'application du diagramme de cause et effet.

IV.10.1.1 Application de diagramme de cause et d'effet

Le diagramme d'Ishikawa (ou diagramme en arête de poisson, diagramme cause-effet ou 5M) est un outil recommandé pour identifier les causes d'un problème. On a une vision globale des causes génératrices d'un problème avec une représentation structurée de l'ensemble des causes qui produisent un effet.

Il permet de limiter l'oubli des causes et de fournir des éléments pour l'étude des solutions. Cette méthode permet d'agir sur les causes pour corriger les défauts et donner des solutions en employant des actions correctives (**Marty, 2003**).

Selon (**COI, 2006**), cette méthode fournira des conseils pertinents en matière de gestion de la qualité, depuis l'admission des matières premières dans la raffinerie jusqu'au stockage du produit fini prêt pour sa distribution en tant que tel.

Durant le processus de décoloration, différentes sortes d'anomalies et de la non-conformité peuvent avoir des origines divers:

- ✚ Les origines liées directement à la production : la qualité des produits utilisés, les fonctionnements des appareils et matériels, la maîtrise des paramètres de production;
- ✚ Les origines indirectement liées à la production : la production des utilités (le vide, l'air comprimé, la vapeur, l'électricité, l'eau de service,...).

La classification des origines de ces anomalies sur la méthode de 5 M (Matières, Méthode, Main d'œuvre, Matériels et Milieu) permet de les éclaircir. Nous nous sommes limitées seulement sur les causes ayant un impact sur la qualité de la décoloration de l'huile. Ces causes sont reportées sur la figure 13 :

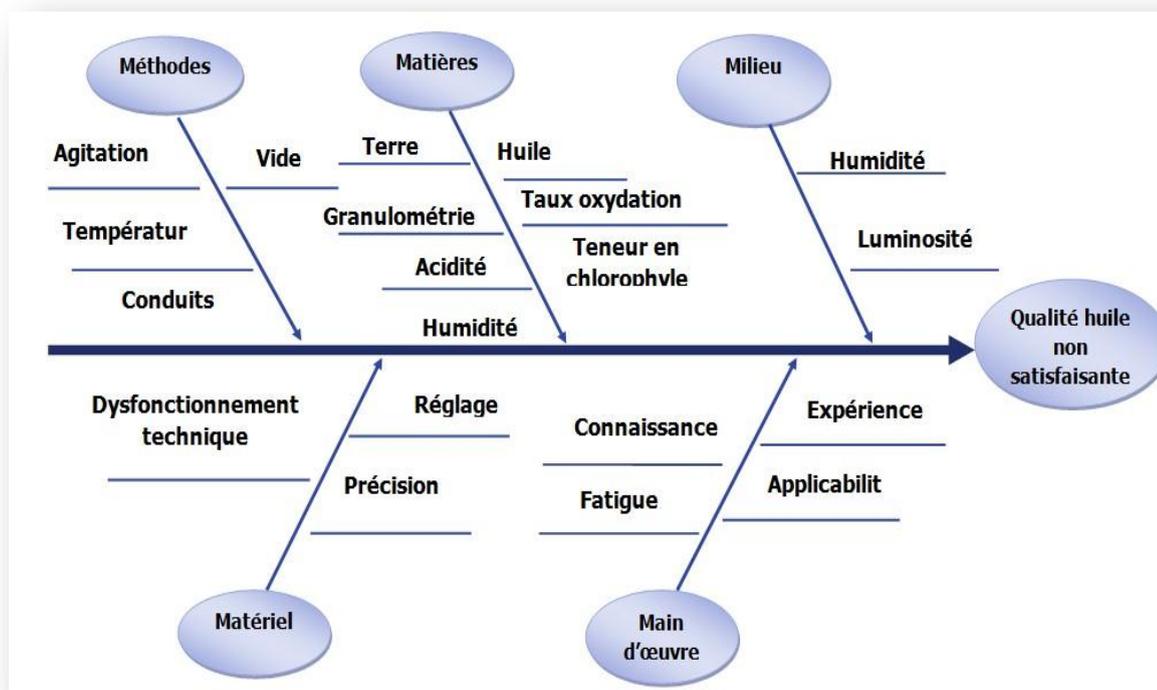


Figure 13 : Diagramme d'Ishikawa.

Comme chaque procédé, la décoloration de l'huile de Soja est réalisée sous la direction d'une main d'œuvre, en exploitant des matières premières, et des moyens, et en suivant des méthodes, dans un milieu bien déterminé. Tous ces éléments constitutifs peuvent être une source de dysfonctionnement de ce procédé :

Matières premières

La principale matière première alimentant la raffinerie de l'entreprise COGB-La BELLE est l'huile de Soja brute dégommée importée, arrivée à l'usine par l'intermédiaire des citernes provenant du port. Pour chaque lot, une fiche de résultat d'analyse et un échantillon doivent être envoyés au laboratoire interne de l'entreprise. C'est à partir du résultat d'analyse de cet échantillon qu'il y a une discussion sur la décision des paramètres à appliquer pour les différentes étapes de raffinage.

Les matières secondaires dites aussi les auxiliaires technologiques (terre décolorante, charbon actif, terre filtrante, les produits chimiques,...) qui sont nécessaires pour le raffinage de l'huile de Soja. Ces produits doivent être autorisés. Tous les produits utilisés dans la raffinerie doivent être des produits de qualité alimentaire.

Les travaux de **Morin (2007)** confirment que la qualité du produit fini dépend surtout de la qualité des matières premières.

Méthodes

La méthode la plus sûre pour avoir des produits finis sains et de bonne qualité est la « bonne pratique de fabrication », il faut maîtriser essentiellement :

✓ **Echantillonnage et analyse**

Prélèvement des échantillons en vue de leur analyse, doit répondre aux exigences de la norme ISO5555 relative à l'échantillonnage des huiles végétales. L'analyse de tout échantillon doit suivre un protocole normalisé.

✓ **Décoloration**

Addition d'un pourcentage bien déterminé de terre décolorante à l'huile afin d'éliminer les pigments que la neutralisation n'a que partiellement détruits en atmosphère exempte d'air.

✓ **Filtration**

Un filtrage incomplet et présence de terres décolorantes dans l'huile peuvent avoir lieu en cas de rupture ou détérioration des filtres ou manipulation incorrecte du technicien chargé de l'opération.

Main d'œuvre

Les ouvriers doivent être conscients de l'importance de l'utilisation de la solution de soude et que l'erreur de la mise en solution entraîne une répercussion grave sur la qualité du produit fini et sur les paramètres des appareils.

Chacun des opérateurs devra comprendre et savoir exécuter avec précision les activités dont il est responsable. On doit alors procéder à une formation, à une remise à niveau ou reformation si besoin, et une surveillance stricte suivie d'une obligation de signature et d'enregistrement.

Matériels

Il est recommandé à l'entreprise de maintenir renforcées les mesures d'hygiène qui sont déjà adoptées. Les principaux appareils et matériels utilisés au niveau du laboratoire sont les

centrifugeuses, appareils spectrométrie, plaque chauffante, calorimètre LOVIBOND, appareils pour filtrations, verreries et pompe sous vide qui analysent l'huile de l'amont en aval.

L'utilisation des matériels propres est une méthode préventive pour éviter toutes sortes de contamination des produits. Après chaque réparation ou entretien des appareils, il faut procéder aussi à une vérification stricte.

Milieu

L'état et la qualité du milieu influent considérablement à la qualité du produit à traiter.

L'hygiène du milieu est très importante, deux risques sont à prendre en considération :

- *Risque 1* : La dégradation chimique de l'huile (formation des peroxydes) : causée par les conditions incorrectes d'entretien des dépôts et des tubes et/ou temps de stockage et de contact avec l'air excessif.
- *Risque 2* : possibilité de contamination physique de l'huile (parasites, éléments étrangers) qui pourrait rendre l'huile non apte à la consommation : causée par les conditions défectueuses d'entretien et de nettoyage des dépôts, tubes et installations et/ou manipulation incorrecte de la part du personnel.

IV.10.1.2 Paramètres de maîtrise influençant le processus de décoloration

Afin d'améliorer le rendement du processus de décoloration et de filtration de huile brute, Il faut tout d'abord maîtriser les différents paramètres influençant le processus de décoloration:

Ces paramètres sont :

IV.10.1.2.1 Agitation

Elle permet, non seulement, de mettre rapidement le milieu à décolorer en contact avec les corps adsorbants mais aussi à homogénéiser ce contact et à limiter le temps de la réaction **(Boukerroui et al., 1999)**.

IV.10.1.2.2 Temps de contact

La durée de contact entre l'huile et la terre décolorante a aussi son influence sur le pouvoir de décoloration de l'absorbant, mais ne revêt pas une importance aussi critique que la température. La durée doit être limitée pour éviter les risques de reversions ultérieures de couleur. Elle dépend notablement de l'agitation ou de tout autre dispositif de contact **(Francisco et al., 2001)**. 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 (**Ericksson et al., 1989**).

IV.10.1.2.3 Température

C'est bien connu que la température a une influence sur le processus de décoloration des huiles. Elle donne de meilleurs résultats lorsque l'opération est conduite à une température au voisinage de 90°C (**Denise, 1992**).

IV.10.1.2.4 Humidité

L'humidité restante dans l'huile non séchée favorise l'effet acide de la terre, des valeurs, excessives ou très faibles, d'humidité dans l'huile diminuent la capacité d'adsorption de la terre (**Ericksson, et al., 1989**).

IV.10.1.2.5 Sous Vide

La décoloration sous vide est légèrement plus efficace que la décoloration à pression atmosphérique. Elle nécessite moins de terre, comme elle peut être effectuée à des températures inférieures provoquant la diminution de l'oxydation en réduisant l'exposition à l'air (**Ericksson et al., 1989**).

La décoloration sous vide léger favorise la dispersion de l'huile sur la terre décolorante, les valeurs sont comprises entre 50 et 60 bars (**Denise, 1992**).

Conclusion générale

Notre étude, qui s'inscrit dans le cadre général, de la décoloration d'huile de Soja, a eu pour objectif d'étudier l'impact de la qualité de la terre décolorante sur la qualité de l'huile.

Dans ce sens, nous avons suivi une démarche en divisant le travail en deux plans, chacun entraînant l'autre, tout en se servant d'une méthodologie adoptée.

Sur le plan théorique, nos recherches se sont basées sur le Soja comme étant une matière première potentielle en termes de production d'huile. L'huile brute issue de son extraction est impropre à la consommation et doit subir un traitement de raffinage. Le raffinage comprend plusieurs étapes à savoir le dégommeage, la neutralisation, la décoloration et la désodorisation.

La décoloration constitue donc une des étapes essentielles du raffinage des huiles alimentaires étant donné que c'est au cours de cette étape qu'il y a une réduction au maximum du niveau de contamination ; elle vise essentiellement à éliminer des pigments que la neutralisation n'a que partiellement détruits, des peroxydes (produits d'oxydation primaire), des produits d'oxydation secondaire, des traces de savon, de métaux et de phospholipides. Elle est très délicate du fait que son élaboration peut mener à différentes qualités d'huile alimentaire.

Sur le plan expérimental, nous avons optées pour une démarche pour décrire la problématique, les objectifs du projet, et la méthodologie de travail qui entraînera la bonne gestion en se basant sur la méthode de 5M afin de bien déterminer les différents paramètres ayant une influence sur le processus de décoloration et atteindre les niveaux de satisfaction de la qualité de l'huile.

Au terme de cette étude, nous présumons avoir atteint l'objectif tracé au départ, car l'application de « Diagramme d'Ishikawa » nous a permis d'accéder aux paramètres qui influencent la décoloration à savoir :

- ❖ Agitation
- ❖ Temps de contact
- ❖ Température
- ❖ Humidité
- ❖ Et Sous vide

Conclusion générale

L'examen de l'équipement de l'entreprise a décelé des difficultés pour la mise en application des nouveaux réglages surtout pour la cadence du travail (décoloration sous pression atmosphérique). Le problème rencontré se situe au niveau du processus de décoloration de l'huile de Soja à l'échelle industrielle.

La décoloration à l'échelle industrielle introduit un paramètre très déterminant. Ce paramètre « Travailler sous vide » permet de diminuer le taux d'oxydation des acides gras, et bien sûr, d'augmenter l'efficacité de la décoloration.

Afin d'avoir une bonne décoloration de l'huile de Soja, nous recommandons aux personnels de vérifier les paramètres suivant:

- la température est inférieure ou égal à 90°C.
- la pression de vide inférieure à 100bars.
- un temps de contact entre 70 et 75 du niveau de décorateur.
- et la quantité et la qualité de terre décolorante dosée.

La mise en place du diagramme d'ISHIKAWA recommande de bonnes valeurs que l'entreprise doit mettre en considération : la responsabilité des personnels, l'esprit d'équipe et de recherches de solution, la maîtrise et le nettoyage quotidiens ainsi la relation entre la matière première et la méthode employée.

Cependant, nous recommandons aussi :

- **Matière première** : Veiller à la qualité des matières premières (huiles brutes) pour assurer la qualité du produit fini.
- **Personnels** : assurer à tout le personnel une formation sur les notions et les politiques relatives à l'hygiène et les comportements assurant la salubrité des aliments.
- **Locaux** : concevoir et installer des systèmes de ventilation qui permettent d'assurer de bonnes conditions de travail car la température augmente surtout pendant l'été à l'unité de raffinage.
- **Chaînes de productions** : respecter les concentrations et les températures des différents produits chimiques destinés au nettoyage pour assurer une meilleure protection et un meilleur nettoyage.
- **Produit fini**: empêcher la commercialisation avant de vérifier les notions de qualité afin d'avoir un produit fini satisfaisant et qui répond aux exigences du client.

Références bibliographiques

A

Alais, C., Linden, G., 1997. Abrégé de biochimie alimentaire. *Editions Masson*, pp.13-69.

Alexanian, C., 1956. L'argile et la décoloration des huiles minérales. *Bulletin du Groupe français des argiles*, vol. 7, N° 2, pp. 39-44.

B

Berk, Z., 1993. Technologie de production de farine alimentaire et produits protéiques issus de soja. *Bulletin des services agricoles de la Food and agriculture*, vol. 97, pp: 192-195.

Boki, K., Kubo, M., Kawasaki, N and Mori, H., 1992. Adsorption isotherms of pigments from alkali-refined vegetable oils with clay minerals. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, vol. 69, N° 4, pp. 372-378.

Boukerroui, S., Ouali M., Derriche Z., 1999. Décoloration d'une huile alimentaire par une bentonite activée au chlorure d'ammonium. *Journal de la Société Algérienne de Chimie*, vol. 9, N° 2, pp. 237-245.

Carter, H. E., Celmer, W. D., Galanos, D. S., Gigg, R. H., Lands, W. E., Law, J. H and Weber, E., 1958. Biochemistry of the sphingolipides. X. Phytoglycolipide, a complex phytosphingosine-containing lipide from plant seeds. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, vol. 35, N° 7, pp. 335-343.

C

Cheftel, J.C., Cheftel, H., 1992. Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. *Editions Tec et Doc. Lavoisier*, vol. 1, pp. 243-267.

Christidis, G. E., Scott, P. W., 1997. Acid activation and bleaching capacity of bentonite from the islands of Milo and Chios, agean, Greece. *Applied Clay science*, vol. 12, pp. 329-347.

Cossut, J., Defrenne, B., Desmedt C., Ferroul, S., Garnet S., Roelstraete, L., Vanuxeem, M and Vidal D., 2002. Les corps gras : Entre tradition et modernité. (Gestion de la Qualité

Nutritionnelle et Marketing des Produits Alimentaires). *Institut Agro Alimentaire de Lille Université des Sciences et Technologies de Lille*, Institut d'Administration des Entreprises de Lille, pp. 21-64.

CTA., 2011. Note de synthèse, le secteur des oléagineux.

COI, 2006. Guide de gestion de la qualité de l'industrie de l'huile d'olive: les raffineries. vol. 2, N° 2, pp. 29.

D

Debruyne, I., 2001. Soja : « transformation et aspect industriels ». *Technique de l'ingénieur F6030*, pp. 128-9064.

Denise, J., 1992. Raffinage des corps gras. *In : manuel des corps gras*. Tome 2. Editions Tec. Doc. Paris: Lavoisier, pp. 787-1580.

Didi, M, A., Makhoukhi, B., Azzouz, A. D. Villemin., 2009. «Colza oil bleaching through optimized acid activation of bentonite. A comparative study», *Applied Clay Science*, vol. 42, pp. 336-344.

De Kock J., W. Degreyt, Gibon V. 2005. Développements récents en matière de raffinage. *Oléagineux Corps gras Lipides*, vol. 12, N° 5, pp.378-384.

E

Echeverría, C.J., Morera, M.T, Mazkiarán., C and Garrido, J.J., 1998. Competitive sorption of heavy metal by soils. Isotherms and fraction al factorial experiments. *Environ. Pollut.*, vol. 101, N° 2, pp. 275-84.

Evrard, J., Pagès-Xatart-Pares, X., Argenson, C., and Morin, O., 2007. Procédés d'obtention et compositions nutritionnelles des huiles de tournesol, olive et colza. *Cahiers de Nutrition et de Diététique*, vol. 42, pp. 13-23.

F

Francois, R., 1974. Les industries des corps gras, édition : *Technique et documentation*,

Lavoisier, Paris, pp. 32-192.

Frankel, E. N., Cooney, P. M., Moser, H.A., Cowen, J.C., Evans, C.D., 1959. Effects of Antioxidants and Metal Inactivators in Tocopherol-free Soybean Oil Fette Seif en Anstrichmittel, vol. 10, pp. 1036-1039.

Frènot, M., Vierling, E., 2001. Biochimie des aliments diététique du sujet bien portant. 2^{ème} Edition centre régional de documentation pédagogique d'aquitaine. 225p.

Fritsch, J., 1905. «Fabrication et Raffinage des huiles végétales ». *Librairie Générale Scientifique & Industrielle*, Paris VI, pp. 432-479.



Galão, O., Carrão-Panizzi, F., Mandarino, M. C., Júnior, J. M. G., Maruyama, O. O. S., Figueiredo, S. A. and Visentainer, J., V., 2014. Differences of fatty acid composition in Brazilian genetic and conventional soybeans (*Glycine max* (L.) Merrill) grown in different regions. *Food Research International*, vol. 62, pp. 589-594.

Gemeinschaftsarbeitender DGF. M., 1990. Dampfung von Speisefenttenundoldenzur Desorierung und Entsauerung VII. *Fat. Sci. Technol.*, vol. 92, pp. 459-463.

Gertz, C., Klostermann, S., Kochhar, S. P., 2000. Testing and comparing oxidative stability of vegetable oils and fats at frying temperature. *European Journal of Lipid Science and Technology*, vol. 102, N° 8/9, pp. 543-551.

Gibon, V., Tirtiaux, A., 1998. Un raffinage SOFT®: Innovations technologiques. *Oléagineux, corps gras, lipides*, vol. 5, N° 5, pp. 371-377.

Goh, S. A., MChoo, Y., Ong, S.H., 1985. Minor Constituents of Palm oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, vol. 62, N° 2, pp. 237-240.

Graille, J., 2003. Les corps gras alimentaires : aspects chimiques, biochimiques et nutritionnelles. *Les lipides et gras alimentaires*. Editions Lavoisier. Paris, pp. 225.

Gannouni, A., Bellagi, A., 2001. Acid activation of some clay from south Tunisian preparation of bleaching grounds for vegetable oils. *J. Soc. Chim. Tunisie*, vol. 10, N° 4, pp. 1357-1369.

Gannouni, A., Bellagi, A., and Bagane, M., 1999. Préparation d'une argile activée pour la décoloration de l'huile d'olive. *Annales de chimie science des matériaux*, Vol. 24, N° 6, pp. 407-416.

#

Hubert, J., 2006. Caractérisation biochimique et propriétés biologiques des micronutriments du germe de Soja: étude des voies de sa valorisation en nutrition et santé humaines. *Thèse de doctorat, École doctorale des Sciences Ecologiques, Vétérinaires, Agronomiques et Bioingénieries*, Qualité et sécurité des aliments, Toulouse. 174p.

I

Islas-Rubio, A. R., Higuera-Ciapara, I., 2002. *Soybeans: post-harvest operations*. FAO, United Nations.

J

Jozja, N., 2003. «Etude de matériaux argileux Albanais. Caractérisation multi échelle d'une bentonite magnésienne», Thèse doctorat, Université d'ORLEANS (France), pp. 293.

Jürg L., Badoud, R., Werner, J., Baouer, R., 2010. Science et technologie des aliments : principe de chimie des constituants et de technologie des procédés, 1^{ère} Edition. *PPUR Presses polytechniques*, Italie, pp. 177-178.

K

Karleskind, A., 1992. «Manuel des corps gras ». *Editions Tec et Doc, Lavoisier* : Paris, pp.1571-1578.

L

Le Goff, L., 1998. Raffinage des céréales, sucre, sel, huiles. Aliments dénaturés. *Médecines nouvelles*. vol. 91, pp. 13-28.

Lepage, M., 1964. Isolation and characterization of an esterified form of steryl glucoside. *Journal of lipid research*, vol. 5, N° 4, pp. 587-592.

M

Marty, J., 2003. Organisation, qualité, gestion du risque en anesthésie-réanimation. 1^{ère} Edition, *Elsevier Masson*. Paris, pp.19-20.

Mokaya, R., Jones, W., Davies, A., M.E and Whittle, M.E., 1983. Chlorophyll adsorption by alumina pillare acid activated days. *Journal of American Oil Chemist's Society*, vol.70, pp.241- 244.

Morin, O., Xatart-Parès, P., 2012. Huiles et corps gras végétaux: ressources fonctionnelles et interet nutritionnel. *Oléagineux Corps gras Lipides*, vol. 19, N°2, pp.63-75.

N

Neukom, H.P., Grob, K., Biedermann, M., Noti, A., 2002. Food contamination from the atmosphere. *Atmos. Environ.*, vol. 36, pp. 4839-4847.

NA 2221/1991 : Norme Algérienne corps gras d'origine animale et végétale. Détermination de la couleur au Lovibond.

O

OCDE/FAO, 2016. «Perspectives agricoles de l'OCDE et de la FAO », Statistiques agricoles de l'OCDE (base de données), <http://dx.doi.org/10.1787/agr-outl-data-fr>.

Önal, M., Sarikaya, Y., Alemdaroğlu, T. and Bozdoğan, İ ., 2002. The effect of acid activation on some physic-chemical properties of a bentonite. *Turkish Journal of Chemistry*, vol. 26, N° 3, pp.409-416.

P

Platon, J-F., 1997. Lipids in cosmetology. *Oléagineux corps gras lipides* (France), vol. 4, N° 4, pp. 271- 275.

Pouzet, A., 1992. «Manuel des corps gras », *Technique et Documentation*, Paris. Pp: 787.

Psomiadou, E., Tsimidou, M., 2001. Pigments in Greek virgin olive oils: occurrence and levels. *J. Sc. Food Agric.*, vol. 81, pp. 640-647.

Prévot, P. 1977. Les progrès de l'adsorption et les corps gras. *RFCG*, N°8/9, pp.409-410.

R

Régis, J., Joffre, F. and Fine, F., 2016. Impact de la trituration et du raffinage sur la teneur en micronutriments des huiles végétales. *Oléagineux Corps gras Lipides*, vol. 23, N° 3, pp.1-5.

S

Sabah, E., Inar M. C., Elik, M. S. C., 2007. «Decolorization of vegetable oils: Adsorption mechanism of b-carotene on acid-activated sepiolite». *Food Chemistry*, vol. 100, N° 4, pp.1661-1668.

Serres, E., Calmés, J., Viala, G., Cavali., G., 1985. *Uréides et asparagine chez deux variétés de Soja cultivées au champ: stockage dans la tige et utilisation.* *Agronomie*, vol. 5, N°10, pp. 899-904.

T

Teng, H., Wangs, S-C., 2000. *Preparation of porous carbon from phenol-formaldehyde resins with chemical and physical activation.* *Carbon*, N° 38, pp.817-824.

Valenzuela Díaz, F. R., and Santos, P. D. S., 2001. Studies on the acid activation of Brazilian smectitic clays. *Química Nova*, vol. 24, N°3, pp. 345-353.

W

Williams, M.,D. A., Berglund, D. R., and Endres, G. J., 1999. Soybean growth and management quick guide. North Dakota State University Extension Service.

Wolf, J., P., 1992. Manuel des corps gras. Editions. Lavoisier, Paris. pp.1793-1809.

Wuithier, P., 1972. Raffinage et Génie Chimie. Deuxième Edition, tome II, édition TECHNIP. Paris, pp. 644.

x

Pagès-Xatart-Parès, X., 2008. Technologies des corps gras (huiles et graisses végétales). *Techniques de l'ingénieur*, pp. 1-19.

y

Yahouach, W., 2002. Décoloration des huiles végétales. *Mémoire diplôme d'études approfondies en chimie organique*, Université Sfax, 101p.

z

Zhitkovich, A., Voitkun, V., Kluz, T and Costa, M., 1998. Utilization of DNA-protein cross- links as a biomarker of chromium exposure. *Environmental health perspectives*, vol. 106, N° 4, pp. 969-974.

Zschau, W., 2001. Bleaching of fats and oils. *European Journal of lipid science and technology*, vol. 103, N° 8, pp. 499-769.

WEBOGRAPHIE

<http://www.aprifel.com/fiche-nutri-produit-composition-Soja-pousse-de,69.html>

<http://www.deco.fr/jardin-jardinage/plante-potagere/Soja/>

<http://www.soystats.com/2008/page-30.htm>

<https://books.google.fr/books?isbn=9252033122>

http://www.espaceagro.com/huiles/edible-oils-refined-and-crude_i164746.html

Annexes

Annexe I :

Tableau I:Composition du grain de Soja

	Unité	Littérature (*)	Valeurs expérimentales
Energie	Kcal	416	496,35 ± 14,85
Humidité	G	8,54	8,82 ± 0,61(**)
Matière sèche	G	91,55 (**)	91,18 ± 0,61
Matière minérale dont :	G	4,87 (**)	4,37 ± 0,17
Calcium	Mg	277	269,5
Magnésium	Mg	280	255
Phosphore	Mg	704	658
Zinc	Mg	4,89	5,1
Matière grasse dont :	G	19,94	21,30 ± 0,11
Cholesterol	Mg	0	-
Acides gras saturés :	G	2.88	
C12 (acide laurique)	% MG	Trace	0,59
C16 (acide palmitique)	% MG	11.0	11,07
C18 (acide stéarique)	% MG	4.1	3,20
C20 (acide arachidique)	% MG	Trace	Trace
Acides gras insaturés :	G	15.659	
16:1 (acide palmitoléique)	%MG	trace	-
18:1 (acide oléique)	%MG	22.0	25,29
18:2 (acide linoléique)	%MG	54.0	53,48
18:3 (acide linoléénique)	%MG	7.5	6,37
Matière azotée totale	G	36,49	35,25 ± 0.23
Matières glucidiques	G	30, 16 dont 9,31 fibres	30,26

Annexe II :

Tableau II : Composition en acides gras d'huile de Soja (Wahnon *et al.*, 1988)

Acides gras	Symbole	Pourcentage en poids (%)
Laurique	12 :0	4.5 %
Mirystique	14 :0	4.5 %
Palmitique	16 :0	11.6 %
Stéarique	18 :0	2.5 %
Oléique	18 :1	21.1 %
Linoléique	18 :2	52.4 %
Linoléinique	18 :3	7.1 %

Annexe III :

Tableau III : Constituants mineurs d'huile de Soja (Platon, 1997).

Nature	Composés
Lipides	Phosphatides hydratables et non hydratables Glycérides partiels Acides gras libres
Glucidique	Sucres libres et glycolipides
Ions métalliques	fer(Fe), cuivre(Cu), Calcium, Magnésium
Pigments colorants	Caroténoïdes, chlorophylle et autres pigments
Produits oxydés	Aldéhydes, cétones, peroxyde
Autres	Composés odorants Matières insaponifiables (hydrocarbonées, alcools triterpéniques, stérols) Tocophérols.

Annexe IV :

Tableau IV : Composition en insaponifiable de huile de Soja (Karleskind, 1992).

Insaponifiable : 0,5 -1,6%	
Stérols(mg/100g de corps gras)	250 – 418
Tocophérols (mg/100g de corps gras)	80 – 167
Hydrocarbures (mg/100g de corps gras)	/
Composition de stérols(% des stérols totaux)	
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
Composition des tocophérols (% des tocophérols totaux)	
Alpha tocophérols	5-10
Beta tocophérols	2-3
Gamma tocophérols	44-60
Delta tocophérols	30-43

Annexe V :

Tableau V : Les constituants à éliminer au cours du raffinage.

Nature	Pourcentage	Origine	Inconvénients de leur présence
Des constituants			
Acides gras libres	0.3 à 5 %	Constituants naturels libérés par hydrolyse	Gout, fumée, hydrolyse
Phospholipides	0.2 à 1.8%	Constituants naturels	Aspect trouble, instabilité organoleptique, brunissement
Produits d'oxydation	Varie selon la matière première	Auto-oxydation	Instabilité organoleptique, couleur, nutrition
Flaveurs	<0.1%	Naturelle, Auto-oxydation	Odeur, Gout
Cires	N*100 mg/kg	Constituants naturels	Aspect trouble
Pigments	N*100 mg/kg	Constituants naturels	Couleur, instabilité organoleptique
Métaux (Fer, Cuivre)	N*100 mg/kg	Constituants naturels, contaminants	Catalyseurs d'oxydation
Contaminants (Métaux lourds, pesticides, HAP, Mycotoxines)	N*100 mg/Tonnes	Contaminants	Hygiène alimentaire, Santé

TECHNICAL INFORMATION

CLARIANT 

Tonsil® 278 FF

Product description

Tonsil® 278 FF is a highly active Bleaching Earth used in wide scope application

Tonsil® 278 FF Is a fine, beige powder showing a highly adsorption capacity of polar compounds like chlorophyll, carotinoids, phospholipids, peroxides, metals...

Tonsil® 278 FF Is very suitable for refining vegetable and animals oils and fats, especially soybean and olive oils.

Physical/chemical characteristics (typical product data)

Free moisture:	<10,0 %
Apparent bulk density:	<600 g/l
pH:	5-7

Filtration Properties

It shows excellent filtration performance. Time filtration according to BE 0013 averages between **25-45 s**

Particle size

Besides other methods, the particle size of **Tonsil® 278 FF** is determined by a sieve analysis of dry powder. The following average values have been found for the various sieve fractions (μm):

> 150	0,5 %
> 100	3 %
> 63	10 %
> 45	22 %
> 25	42 %

Chemical analysis

Tonsil® 278 FF (dried at 100°C for 2 hours) has the following composition (average values):

SiO ₂ %	59,1
Al ₂ O ₃ %	6,1
Fe ₂ O ₃ %	2,2
TiO ₂ %	0,2
MgO %	19,3
CaO %	0,9
Na ₂ O %	0,2
K ₂ O %	0,9
Loss of ignition	11,2

Further information and technical advice

All data mentioned in this leaflet are typical for this product and based on average values. Certain deviations can appear due to the processing of natural clays as a raw material. In no case are these values to be regarded as specifications.

If desired, our Technical Service Department will readily provide further support.

All information in this publication is in accordance with our present experience and knowledge. However, since we have no influence on the way in which our products are treated and used, we cannot take any responsibility in this respect. The user must assume responsibility himself for checking whether the products are suitable for the purpose and use proposed by him. All existing proprietary rights, laws and regulations shall be observed.

Résumé

L'huile de soja, extraite de la graine de soja nécessite, pour obtenir une huile comestible, le passage obligatoire par le traitement de raffinage. La qualité de l'huile de soja dépend essentiellement de sa composition chimique. Cependant, suivant les conditions de décoloration et les propriétés diverses de la terre décolorante, des modifications plus ou moins importantes pouvant porter préjudice à la qualité de l'huile. Le contrôle analytique est basé sur des analyses physico-chimiques de l'huile de soja à décolorer et de l'huile fini.

Dans ce travail, une étude des facteurs influençant le phénomène de décoloration des huiles végétales, en l'occurrence l'huile de soja a été réalisée. Tout en précisant l'impact de la qualité de la terre décolorante sur la qualité de l'huile.

Nous constatons, grâce à l'application du diagramme d'Ishikawa que l'étude des paramètres concernant la terre décolorante, durant les différentes étapes de la décoloration, essentiellement, l'humidité, granulométrie, l'acidité, agitation, temps de contact et la température sont indispensables pour garantir la qualité de l'huile.

Mots clés : Qualité, Terre décolorante, Huile, Raffinage, Diagramme d'Ishikawa.

Abstract

Soybean oil, extracted from the soybean, requires, to obtain edible oil, the obligatory passage through the refining treatment. The quality of soybean oil depends primarily on its chemical composition. However, depending on the discoloration conditions and the various properties of the bleaching earth may undergo more or less significant changes which may adversely affect the quality of the oil. The analytical control is based on physico-chemical analyzes of the soybean oil to be decolorized and finished. In this work, a study of the factors influencing the phenomenon of vegetable oils discoloration, in this case soybean oil, was carried out. While specifying the impact of the quality of the decolorizing earth on the quality of the oil.

It can be seen that the study of the parameters concerning the bleaching earth using Ishikawa diagram, during the various stages of the discoloration, essentially, the humidity, grain size, acidity, agitation, contact time and temperature are essential to guarantee the quality of the oil.

Keywords: Quality, Bleaching earth, oil, Refining, Ishikawa diagram.