

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



Faculté Des Sciences de la Nature et de la Vie
Département des Sciences Alimentaire

Mémoire de Fin de Cycle

EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLÔME
D'INGENIEUR D'ETAT EN CONTRÔLE DE QUALITÉ ET ANALYSE



Réalisé par

M^{elle} MEZZAI Kahina

M^{elle} MIZI Nadia

Devant le jury

Président: M^{me} LEHOUCHE R.

Promoteur: M^f TAMENDJARI A/R

Co-promoteur: M^f ADDAR M.

Examineurs : M^{elle} BOUCHEFFA S.

M^{elle} LAINCER F.

Promotion 2013

Remerciements

D'abord nous tenons à remercier, le bon dieu de nous avoir donné la force afin d'accomplir ce modeste travail.

*Nous exprimons nos remerciements à notre promoteur **M^r TAMENDJARI A/R** d'accepter de nous encadrés, et l'intérêt qu'il a porté à notre travail, aussi pour ses conseils précieux.*

*Nous adressons toute notre gratitude aux dames et Messieurs les membres du jury qui nous feraient l'honneur de juger notre travail ; **M^{ME} LEHOUCHE R, M^{ELLE} BOUCHEFFA S. ET M^{ELLE} LAINCER F.***

*Nous sommes très reconnaissantes à **M^r ADDAR, M** d'avoir eu le courage de nous encadrés au niveau du complexe **CO.G.B** pour la confiance qu'il nous a accordé, pour son soutien, ses critiques constructives, ses conseils qui nous ont permis d'évoluer dans notre vision de la recherche et de bien mener notre étude.*

*Nous tenons également à remercier l'ensemble du personnel du labo à savoir : **M^r RACHID, OUAHIBA, NASSIMA, RIAD et KARIM** Pour leur soutien, gentillesse et de nous intégrés au sein de leur équipe pendant toute la période du stage.*

*Nous remercions **M^{ME} DJAAFRI.N** Chef de service du labo d'avoir mis à notre disposition tout le matériel nécessaire pour notre étude.*

Notre profonde Merci et reconnaissance à tous ceux qui ont participé de loin au de près à ce travail. Enfin nos remerciements sont dressés plus particulièrement à nos familles et nos amis(es) qui ont su nous soutenir, nous encourager, nous aider et nous supporter tout au long des années.

Le lendemain s'instruit aux leçons de la vieille.



DÉDICACES



Je dédie ce modeste travail

À

Mes très chers parents qui m'ont toujours soutenu pendant toutes mes études, C'est grâce à eux que je suis aujourd'hui au stade final de ma formation.

Mes Chers frères Hocine, Nabil, Mokhtar, Cherif et mes Très Chers sœurs Nouria, Nabila, Naima, Sabrina et Sonia, à qui je souhaite une vie pleine de bonheur, de santé et de réussites.

Mes beaux frère Nabil et Smail.

Mes nièces adorées : Ania, Bardai et Yasmine que j'aime énormément

Mes familles les plus proches.

Mes spéciales dédicaces pour mon binôme Nadia et toute sa famille.

Toute la promotion des ingénieurs

Contrôle de Qualité et Analyse

2013.

KAHINA

DÉDICACES



*Je dédie ce modeste travail qui n'aurait pu aboutir et voir la lumière
sans l'aide de Dieu le Tout puissant*

À

*Mes parents qui ont tant fait pour moi et auxquels je ne rendrai jamais
assez.*

*Ma grand-mère qui été toujours à mes cote et m'inciter à travailler et me
conseiller de tout et de rien*

MES chères sœurs Taous, Wiza, Lynda, Khadidja et Kenza

Et

*Mes chers frères M^D LAID, IDIR et ALI je leurs souhaite une vie
pleine de bonheur, santé et réussite*

*Ma belle-sœur Akila un merci particulier qui a été pour moi comme une
grande sœur et une confidente*

Mon beau-frère Akli

Toute la famille MIZI et Mes Proches

Mes amis(es) « Hassiba, Nadia, Zohra, Rahma, Khoukha

Azziz et Yacine»

Et en particulier Fatiha

Mon binôme Kahina et sa famille

Mon fiancée M^D Akli et toute sa famille

Toute la promotion 5ème année CQA

2013.

NADIA

TABLE DES MATIÈRES

Liste des abréviations

Liste des tableaux

Liste des figures

INTRODUCTION	1
--------------------	---

PARTIE THEORIQUE

CHAPITRE I: GENERALITES SUR LES CORPS GRAS

	2
I-1 Définition.....	
I-2- Classification des corps gras.....	2
I-2-1- Corps gras d'origine végétale.....	2
I-2-2- Corps gras d'origine animale.....	2
I-3- Composition.....	2
I- 3-1- Les triglycérides.....	2
I-3-2- Les phosphatides	3
I-3-2-1- Les phosphoglycérides.....	4
I-3-3- Les insaponifiables.....	5
I-3-4- Les acides gras libres.....	5
I-4- Rôle des lipides.....	5
I-5- Propriétés des corps gras.....	6
I -5-1- Propriétés physiques.....	6
I.5.1.1. Densité.....	6
I.5.1.2. Point de fusion.....	6
I.5.1.3. Solubilité.....	6

I.5.1.4. Viscosité.....	6
II.5.2. Propriétés chimiques.....	6
II.5.2.1. Propriétés dues à la présence de COOH.....	6
II.5.2.2. Propriétés dues à la présence de doubles liaisons.....	7
II.5.2. 2.1. Fixation des halogènes.....	7
II.5.2. 2.2. Oxydation.....	7

CHAPITRE II : RAFFINAGE DES HUILES

II-1-Définition du raffinage	8
II- 2- Les constituants éliminés au cours du raffinage	8
II-3-Les différentes étapes du raffinage.....	9
II-3-1-Démucilagination.....	9
II-3-2-La neutralisation.....	9
II-3-3-Lavage.....	10
II-3-4-Séchage.....	10
II-3-5-Décoloration.....	10
II-3-6-Filtration.....	10
II-3-7-La winterisation.....	11
II-3-8-Désodorisation.....	11

CHAPITRE III : DÉMUCILAGINATION; DÉCOLORATION

III-1-DÉMUCILAGINATION.....	13
III-1-1-Démucilagination chimiques.....	13
III-1-1-1-Principe de la démucilagination chimique.....	13
III-1-1-2-Différents types de démucilagination.....	14
III-1-1-2-1-Démucilagination à l'eau.....	14
III-1-1-2--2-Démucilagination acide.....	14
III-1-1-3- Facteurs influençant la démucilagination.....	15
III-1-1-3 -1- Quantité d'eau.....	15
III-1-1-3-2- Température.....	15

III-1-1-3-3-Durée d'hydratation.....	15
III-1-2- Démucilagination enzymatique.....	16
III-2-LA DÉCOLORATION.....	16
III-2-1- Définition.....	16
III-2-2- Principe	16
III-2-3- Conduite de la décoloration.....	16
III-2-4- Procédé de décoloration.....	16
III-2-4-1- Méthode chimique	16
III-2-4-1-1- Par oxydation	16
III-2-4-1-2- Par carbonisation	17
III-2-4-1-3- Par réduction.....	17
III-2-4-2- Méthode Physique.....	17
III-2-4-2-1- Terres décolorantes naturelles.....	17
III-2-4-2-2- Terres décolorantes activées.....	17
III-2-4-2-3- Charbons actifs.....	17
III-2-5- Facteurs influençant la décoloration.....	18
III-2-5-1- Pourcentage de terre décolorante.....	18
III-2-5-2- Activation de la Montmorillonite.....	18
III-2-5-2-1- Définition de la Montmorillonite.....	18
III-2-5-2-2- Structure et classification de Montmorillonite.....	18
III-2-5-3- Surface Spécifique de la Montmorillonite.....	19
III-2-5-4- Agitation.....	19
III-2-5-5- Temps de contact.....	20
III-2-5-6- Température.....	20
III-2-5-7- Humidité.....	20
III-2-5-8- Vide.....	20

PARTIE PRATIQUE

CHAPITRE IV : MATERIEL ET MÉTHODES D'ANALYSES

IV-1-Échantillonnage	21
IV-2-analyses effectuées à différentes étapes du raffinage	21

IV-2-1- Analyses physico-chimiques.....	22
IV-2-1-1- Analyses physiques	22
IV-2-1-1-1- Détermination de la couleur.....	22
IV-2-1-1-2- Détermination de l'humidité.....	22
IV-2-1-1-3- Indice d'iode par réfractométrie des huiles.....	23
IV-2-1-1-4- Détermination des pertes en huile dans la terre décolorante usée.....	23
IV-2-1-2- Analyses physico-chimiques.....	24
IV-2-1-2-1- Détermination de l'acidité	24
IV-2-1-2-2- Trace de savon.....	25
IV-2-1-2-3- Détermination de l'indice de peroxyde.....	26
IV-2-1-2-4- Détermination des phosphatides dans les huiles et graisses végétales.....	27
IV-2-1-2-5- Détermination de la quantité de chlorophylles	29
IV-2-1-2-6- Détermination de la quantité de carotènes totaux	30
IV-2-2- Étude statistiques	30

CHAPITRE V: RÉSULTATS ET DISCUSSION

V-1- L'acidité.....	32
V-2- Couleur.....	32
V-3- Traces de savons.....	33
V-4- L'indice de peroxyde.....	33
V-5- L'indice d'iode.....	34
V-6- Humidité et pertes en huile dans la terre décolorante usée.....	34
V-7- Le taux des pigments chlorophylles et caroténoïdes des huiles prélevées.....	35
V-8- Taux de phosphore	37

CONCLUSION

CONCLUSION.....	39
-----------------	----

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

ANNEXES

RESUME

LISTE DES TABLEAUX

Tableaux de la partie pratique

- *Matériels et méthodes*

Tableau N°I: Les analyses effectuées aux différentes étapes du raffinage.....21

- *Résultats et discussion*

Tableau N°II : Acidité des huiles prélevées au cours de raffinage..... 32

Tableau N°III : La couleur des huiles prélevées au cours de raffinage..... 33

Tableau N°IV: Indice de peroxyde des huiles prélevées au cours de raffinage..... 34

Tableau N°V : Indice d'iode des huiles prélevées au cours de raffinage..... 34

Tableau N°VI : Humidité et pertes en huile des huiles prélevées au cours de raffinage..... 35

Tableau N°VII: Taux des pigments chlorophylles des huiles prélevées..... 36

Tableau N°VIII: Taux des pigments Caroténoïdes des huiles prélevées..... 36

Tableau N°IX: Taux de phosphore des huiles prélevées..... 37

LISTE DES FIGURES

Figure N°1 : Structure des phosphatides.....3

Figure N°2: Les étapes du raffinage des huiles végétales brutes..... 12

Figure N°3 : Structure de la MONTMORIL..... 19

Figure N°4 : Courbe d'étalonnage; indice de réfraction en fonction d'indice d'iode annexe₁

Figure N°5 : Courbe étalon de phosphore.....annexe₁

Figure N°6 : Courbe étalon de β -carotène.....annexe₂

Figure N°7 : Les différents constituants adsorber par la terre décolorante.....annexe₂

liste des abréviations

A. : Acidité

AGL : Acide gras libre

CO.G.B. : Corps Gras Bejaia

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

H.B. : Huile brute

H.S. : Huile séchée

H.D. : Huile décolorée

H.R.T. : Huile recuperer de la terre décolorante

J: Couleur jaune

I.I. : Indice d'iode

I.p. : Indice de peroxyde

Iod. : Iodure

MG : Matière grasse

Mt : Million de tonne

P1 : Premier prélèvement le 25/02/2013

P2 : Deuxième prélèvement le 12/03/2013

P3 : Troisième prélèvement le 26/03/2013

ppm : Parti par million

Pot. : Potassium

R : Couleur rouge

SO.GE.DIA : Société de Gestion Des Industries Alimentaire

sod. : Sodium

UP/07 : Unité de Production N°07

Introduction

Les huiles font partie de la famille des corps gras. Il existe les huiles animales (provenant d'animaux marins) et les huiles végétales (provenant de graines oléagineuses et de fruits). Elles sont constituées de 100% de lipides, donc très caloriques mais présentent aussi de bons effets sur notre santé, en raison de leur teneur en acides gras mono-insaturés ou polyinsaturés, notamment les oméga 3. Elles sont de plus dépourvues de cholestérol. Elles contiennent également des vitamines liposolubles A, D, E et K (**Anonyme 1**).

Six espèces végétales seulement assurent plus de 90 % de la production mondiale d'huile pour la consommation humaine: palme, soja, colza, tournesol, arachide, coton. L'Algérie ne produit aucune graine oléagineuse, elle importe presque la totalité de ses besoins sous forme d'huiles brutes.

Les graisses animales et les huiles végétales extraites industriellement contiennent en plus des triglycérides plusieurs groupes de substances accompagnants qui peuvent être utiles en tant que nutriments, mais en même temps ils sont soit répréhensibles du point de vue de la valeur sensorielle (ils affectent le goût, l'odeur, la couleur et l'apparence) ou du point de vue des propriétés fonctionnelles (**Comlik et Pokory, 2000**). Les huiles sont soumises à différentes opérations (dégommage, neutralisation, décoloration et désodorisation) qui font partie du processus de raffinage de l'huile, et cela dans le but de leur conférer une saveur douce et une couleur appréciable pour le consommateur.

Une huile mal débarrassée de ses phosphatides peut entraîner, en plus de nombreux inconvénients, une désactivation de la terre décolorante et colmatage rapide des filtres. Différents procédés de démucilagination pour éliminer les phosphatides sont mis au point pour une application efficace et rentable.

- Démucilagination à l'eau ;
- La démucilagination sèche à l'acide ;
- La démucilagination humide à l'acide.

La décoloration est une étape du raffinage de l'huile dont le but principal est d'éliminer le maximum de composés indésirables (**Kovari, 2004**). Selon leurs origines, les composés à enlever peuvent être divisés en 3 groupes :

- Composés naturels (pigments naturels, phospholipides)
- Contaminants de l'environnement (pesticide, hydrocarbure polyaromatique)
- Sous-produits formés pendant le stockage, en même temps que les produits chimiques utilisés dans le raffinage (savons).

L'objectif de notre travail est de quantifier les phospholipides de l'huile de soja à différentes étapes : huile brute, huile séchée et huiles décolorée et déceler leur influence sur l'activité de la terre décolorante.

Chapitre I : Généralités sur les corps gras

I-1- Définition

Les corps gras font partie d'un ensemble complexe de composés organiques, les lipides présents dans les tissus animaux et végétaux. Ce sont des esters naturels, formés à partir d'acides gras et d'alcool ou d'amine. Ces biomolécules sont caractérisées par leurs :

- Insolubilité dans l'eau ;
- Solubilité dans les solvants organiques (éther, hexane, benzène, chloroforme) (**François, 1974**).

I-2- Classification des corps gras

I-2-1- Corps gras d'origine végétale

Les Corps gras d'origine végétale se compose de graines oléagineuses (arachide, colza, maïs, coton,...etc.), et de pulpe de certains fruits oléagineux (fruit de palme, olive).

Les corps gras d'origine végétale peuvent être classés de deux manières :

- Ceux qui sont comestibles ;
- Ceux qui sont à usage industriel.

Ou encore, par leur degré de siccativité :

- Les corps gras siccatifs : huile de lin, de bois de chine, d'abrasin et de tournesol ;
- Les corps gras demi siccatifs : huile de coton, de sésame, de maïs, de colza et de soja ;
- Les corps gras non siccatifs : huile d'olive, d'arachides de ricins et d'amandes (**François, 1974**).

I-2-2- Corps gras d'origine animale

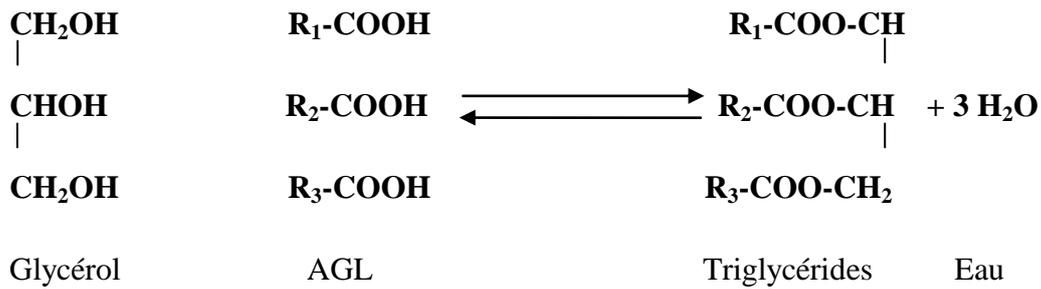
Nous citons:

- Les huiles : de pied de bœuf, de mouton, de cheval ;
- Les graisses : saindoux et suifs ;
- Les huiles de poissons : poissons entiers, foies de poissons, de déchets divers ;
- Le beurre : les ruminants ;
- Les huiles de vertébrés aquatiques (huile de baleine) (**François, 1974**).

I-3- Composition

I-3-1- Les triglycérides

Ils constituent environ 99% des corps gras, ce sont des esters d'acide gras : R-COOH et de glycérol CH₂OH-CHOH-CH₂OH, leur réaction de formation est la suivante :



Dont R₁, R₂, R₃ sont des radicaux d'acides organiques à chaîne droite (rarement ramifiée) dont le nombre d'atomes est paire et généralement compris entre 4 et 24.

Ces esters peuvent être partiels, saturés ou insaturés.

Les acides gras poly-insaturés constituent les acides gras essentiels, auxquels on attribue des propriétés biologiques particulières (François,1974).

I-3-2- Les phosphatides

Les phosphatides ou les phospholipides constituent plusieurs classes de composés où entrent les acides gras, le glycérol, l'acide phosphorique et dans certains cas, des bases alcooliques azotées ou des acides aminés.

La formule générale d'un phosphatide est :

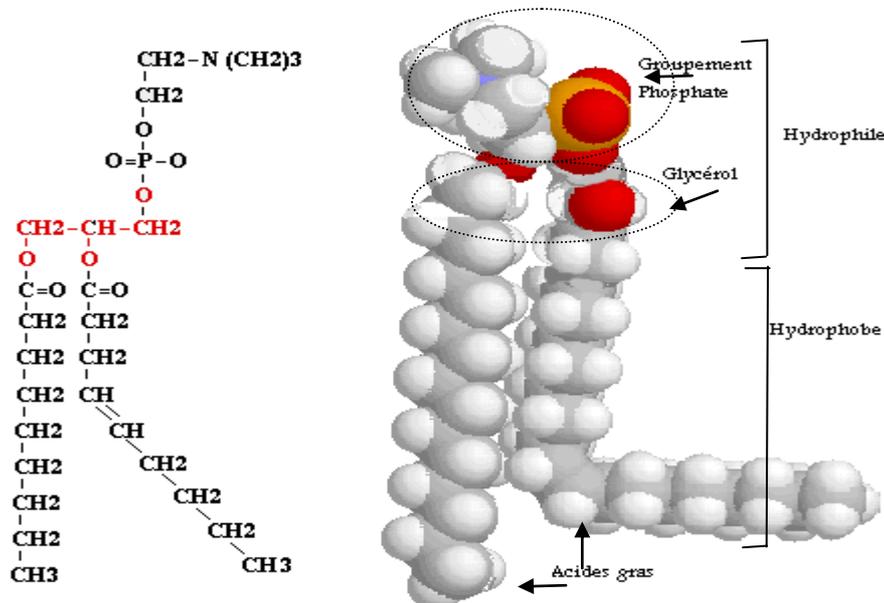


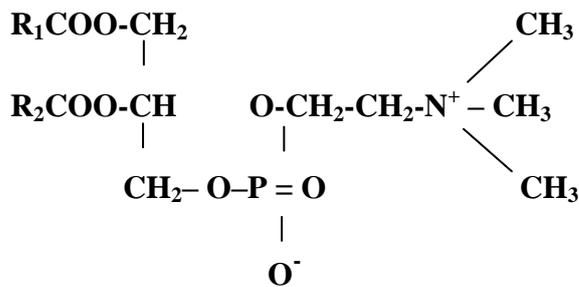
Figure N°1 : Structure des phospholipides (Anonyme 2)

Et c'est ainsi qu'on obtient :

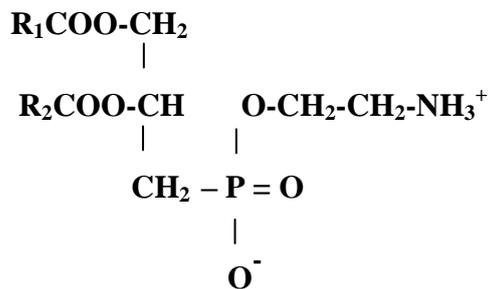
I-3-2-1- Les phosphoglycérides

Ce sont des phosphatides dans lesquels un hydrogène libre de l'acide phosphorique est remplacé par un groupe d'amino-alcool.

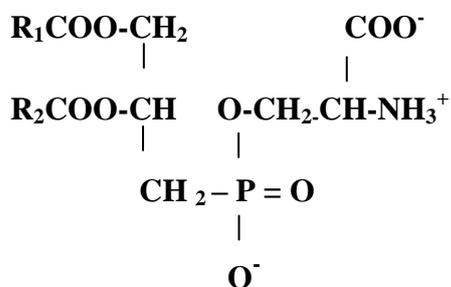
- Groupe des phosphatidyl-cholines ou lécithine :



- Groupe des phosphatidyl-ethanolamines ou céphalines :



- Groupe des phosphatidyl-serine:



Tous les phosphatides ou phospholipides, constituent la partie essentielle des mucilages. Certains ont la propriété de s'hydrolyser et de précipiter, d'autres sous l'action de réactifs comme NaOH se précipitent également, ils sont plus ou moins solubles dans l'hexane (**Karlskind, 1992**).

I-3-3-Les insaponifiables

Ensemble des corps gras qui ne sont pas des esters et ne participent pas à la réaction de saponification, peu solubles dans l'eau et solubles dans les solvants classique des corps gras.

Présents dans la plupart du temps en faible quantité 1%, ils sont représentés par :

- Stérols : composés cycliques ;
- Les tocophérols ;
- Caroténoïdes ;
- Chlorophylles ;
- Les alcools ;
- Les vitamines ;
- Les cétones ;
- Traces de métaux ;
- Les cires.

I-3-4-Les acides gras libres

C'est des acides gras qui ne sont pas combinés au glycérol et qui proviennent en général d'une décomposition naturelle des triglycérides dans la gaine et les fruits oléagineux sous l'action de la lipase. Ils possèdent une longue chaîne hydrocarbonée et une ou plusieurs insaturations, ces deux derniers paramètres permettent de les différencier entre eux (**Dénise, 1992**).

I-4-Rôle des lipides

- Une source d'énergie : le compartiment de réserve énergétique est essentiellement constitué par les triglycérides du tissu adipeux. Les acides gras de ce dernier sont pour la majorité d'origine alimentaire, ils sont une source d'énergie, particulièrement pour les muscles squelettiques, le muscle cardiaque et le foie (**Anonyme 3, 2011**).

- Rôle structurel : les lipides participent à l'architecture membranaire, la bicouche lipidique des membranes cellulaires est essentiellement constituée de lipides complexes et des phospholipides pour 70 à 90%. L'abondance respective du cholestérol et des phospholipides et la composition en acides gras des phospholipides contribuent à moduler la fluidité des membranes et interagissent avec les protéines membranaires à activité biologique comme les enzymes (**Anonyme 4, 2006**).

I-5- Propriétés des corps gras

I -5-1- Propriétés physiques

I.5.1.1. Densité

En général la densité dépend de l'insaturation et de l'état d'oxydation des huiles. Les huiles végétales et animales ont une densité inférieure à celle de l'eau ($d = 0,86 - 0,95$) (**François, 1974**).

I.5.1.2. Point de fusion

Le point de fusion des triglycérides est lié à la nature des acides gras qui les constituent, il s'élève avec la longueur de la chaîne, l'absence de doubles liaisons et l'homogénéité des acides gras (**Alais et Linden, 1997**).

Les huiles à l'état naturel ne présentent pas un point de fusion, mais une zone de fusion (**Linden et Lorient, 1994**).

I.5.1.3. Solubilité

Tous les acides gras dont le nombre de carbone est supérieur à 8 sont insolubles dans l'eau, et sont généralement solubles dans les solvants organiques tels que l'éther, le chloroforme et le benzène (**Frenot et Vierling, 2001**).

I.5.1.4. Viscosité

La viscosité est liée à la longueur de la chaîne et à sa saturation, elle augmente avec la longueur de la chaîne et diminue avec l'insaturation (**Linden et Lorient, 1994**).

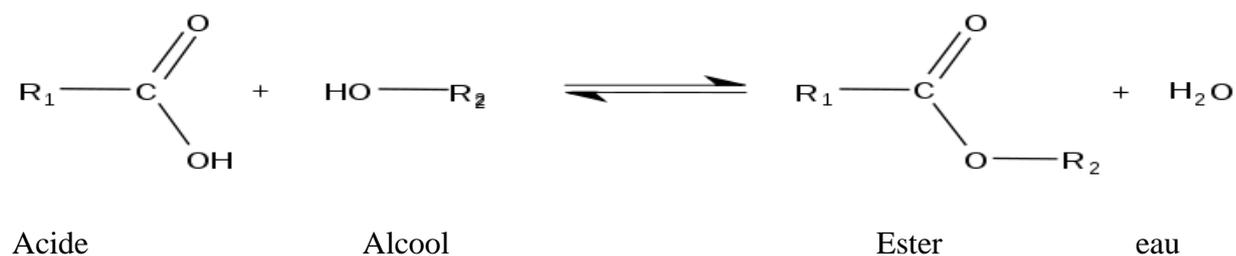
I.5.2. Propriétés chimiques

I.5.2.1. Propriétés dues à la présence de COOH

La fonction carboxylique a par définition un comportement acide c'est-à-dire qu'elle est capable de céder un proton, comme cette dissociation est partielle, on parle alors d'acide faible (**Olivier, 2005**).



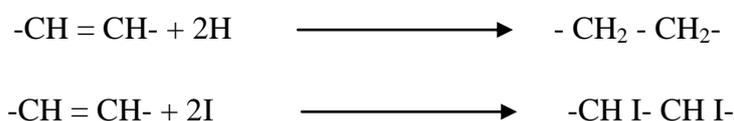
La fonction carboxylique se caractérise également par son implication dans la réaction d'estérification. Il s'agit d'une condensation avec une fonction alcool.



I.5.2.2. Propriétés dues à la présence de doubles liaisons

I.5.2. 2.1. Fixation des halogènes

Les acides gras sont chimiquement inertes sauf ceux qui sont insaturés. D'ailleurs, l'hydrogène peut se fixer sur la double liaison des acides gras insaturés pour donner un acide gras saturée ; ils peuvent aussi fixer des halogènes comme l'iode (**Kruh, 1982**), selon les réactions suivantes :



I.5.2. 2.2. Oxydation

Les doubles liaisons des acides gras sont facilement oxydables. Si l'oxydation est très énergétique, la chaîne carbonée peut être rompue au niveau de la double liaison avec formation de deux fragments acides comme le montre la réaction suivante :



Cette réaction permet de connaître la place de la double liaison dans la molécule (**Boulangier et al., 1979**).

Chapitre II : Raffinage des huiles

II-1-Définition du raffinage

Le raffinage est une opération destinée à débarrasser les huiles alimentaires des impuretés présentes (pigments, pesticides...), à leur conférer un goût discret et à permettre leur bonne conservation.

II- 2- Les constituants éliminés au cours du raffinage

Les différents constituants éliminés au cours de raffinage sont illustrés dans la figure N°2, parmi eux on cite :

- ✦ **Les acides gras libres** : Ils proviennent de réaction d'hydrolyse enzymatique qui se produit dans les huiles brutes soit au cours de leur obtention, soit au cours de leur stockage. L'élimination des acides gras libres s'effectue soit par voie chimique (neutralisation à la soude), soit par voie physique (élimination à la vapeur). C'est l'opération la plus importante du raffinage (**Dénise, 1992**).
- ✦ **Les glycérides partiels** : Considérés comme des agents émulsifiants gênants pouvant entraîner des pertes importantes lors de centrifugation. Ils entraînent la formation de mousse au cours des fritures, et ils sont éliminés au cours de la neutralisation.
- ✦ **Les phospholipides** : Ont des propriétés tensioactives et émulsifiantes qui gênent les étapes du raffinage. Ils sont éliminés au cours du démucilagination et du lavage avec l'eau.
- ✦ **Colorants** : les colorants d'origine oxydative sont responsables de la couleur brune de certaines huiles, ils sont éliminés au cours de la neutralisation et de la décoloration.
- ✦ **Hydrocarbures** : Les huiles brutes contiennent généralement des traces d'hexane qui sont issues des solvants utilisés pour l'extraction. Ces traces d'hexane sont éliminées lors de la désodorisation.
- ✦ **Stérols** : éliminés lors de la désodorisation.
- ✦ **Tocophérols** : une partie des tocophérols disparaît au cours du raffinage surtout lors de la désodorisation.

- 👉 **Cires** : présents naturellement dans les huiles de tournesol, coton, et maïs. Elles sont éliminées à la winterisation.
- 👉 **Composés métalliques** : Les plus gênants sont le fer et surtout le cuivre, puissants catalyseurs d'oxydation. Leur élimination s'effectue au cours de la neutralisation à la soude.

II-3-Les différentes étapes du raffinage

II-3-1-Démucilagination

Les phospholipides présents dans l'huile brute sont des substances naturelles provenant des graines végétales qu'il importe d'enlever totalement de l'huile pour qu'elle reste limpide. De l'eau acidulée est ajoutée à l'huile brute provoquant la précipitation des phospholipides avec formation de mucilages (substances présentes chez de nombreux végétaux qui gonflent au contact de l'eau donnant une solution visqueuse plus lourde que l'huile) ; c'est la démucilagination. Ensuite, ces mucilages sont éliminés par centrifugation.

La présence de phosphatides dans les huiles brutes entraîne un certain nombre d'inconvénients :

- Les composés phosphorés en présence d'eau, forment des précipités dits « Mucilages » qu'il n'est pas possible d'admettre dans une huile livrée à la consommation.
- De nombreux essais ont montré qu'une huile raffinée mal débarrassée de ses phospholipides s'acidifie, s'oxyde et prend rapidement un goût désagréable.
- L'élimination incomplète des composés phosphorés, au cours de la neutralisation alcaline, crée toute une série de difficultés ultérieures : émulsion (donc pertes anormales au lavage), formation de mousses au séchage, désactivation de la terre décolorante et colmatage rapide des filtres, inhibition de la décoloration thermique lors de la désodorisation.
- Les phosphatides arrivants au désodorisant, vu les températures élevées de celui-ci, peuvent provoquer l'apparition des composés sombres qui détériorent la qualité de l'huile (**Denise, 1992 et Graciani-Constanté, 1999**).

II-3-2-La neutralisation

Elle consiste à éliminer les acides gras libres sous forme de savon appelée « pâte de neutralisation », les traces de mucilage et diverses impuretés. L'opération de neutralisation consiste à chauffer l'huile à 85°C ensuite additionnée la soude (NaOH). Le mélange d'huile et de soude passe dans un mélangeur rapide avant d'être envoyé vers le séparateur centrifuge auto-débourbeur. Afin d'assurer la séparation de l'huile neutralisée et des pâtes de neutralisation (**Brasseur et al., 2004**).

La neutralisation est réalisée selon la réaction suivante :



II-3-3- Lavage

Le lavage d'huile neutralisée a pour but 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 des métaux, de phospholipides et autres impuretés. Le lavage est plus efficace lorsqu'il est effectué en deux stades :

- **Le premier lavage** : Consiste à ajouter 3 à 7 % d'eau, en passant dans un mélangeur rapide qui assure une bonne dispersion de l'eau dans l'huile, sans créer d'émulsion qui va rendre la séparation difficile. Le mélange est séparé par centrifugation.
- **Le deuxième lavage** : L'eau du deuxième lavage servant ensuite au premier lavage pour éliminer les dernières traces de savon (**Dénise, 1992**).

II-3-4- Séchage

Cette opération vise à éliminer l'humidité présente dans l'huile lavée avant la décoloration qui peut provoquer un colmatage rapide des filtres surtout en présence de savon. L'huile neutralisée sortant du lavage à une température de l'ordre de 90°C est pulvérisée dans une tour vertical maintenue sous une pression de 30 à 60 tors.

La vapeur aspirée par le vide passe par un séparateur de gouttelettes pour récupérer les acides gras à faible poids moléculaire (**Dénise, 1992**).

II-3-5- Décoloration

La décoloration a pour but d'éliminer les pigments colorés (chlorophylle et caroténoïdes) que la neutralisation n'a que très partiellement détruit. Elle fait intervenir un phénomène physique : d'adsorption sur les terres décolorantes ou sur le charbon actif, dans des conditions de température suffisante (80-115°C). Une agitation efficace favorise le contact et permet de limiter le temps de réaction à une demi-heure. L'opération s'effectue toujours sous vide.

La quantité de terre décolorante à employer dépend de l'intensité de la couleur de l'huile (**Dénise, 1992**).

II-3-6- Filtration

Consiste à séparer l'huile décolorée de la terre décolorante usée à travers des parois poreuses de diamètre suffisant (filtre, tissus) pour empêcher le passage des matières solides tout en permettant l'écoulement du liquide.

II-3-7- La winterisation

Cette opération consiste à cristalliser à basse température, et éliminer ensuite par filtration ou centrifugation des triglycérides à point de fusion élevé qui risqueraient de cristalliser dans l'huile au cours de l'entreposage (**Cheftel et Cheftel, 1977**).

II-3-8- Désodorisation

La désodorisation est l'élimination par distillation au moyen de vapeur d'eau, sous vide, des composants volatiles de saveurs indésirables, pigments et odeur persistant (**Dennis Strayer et al., 2006**).

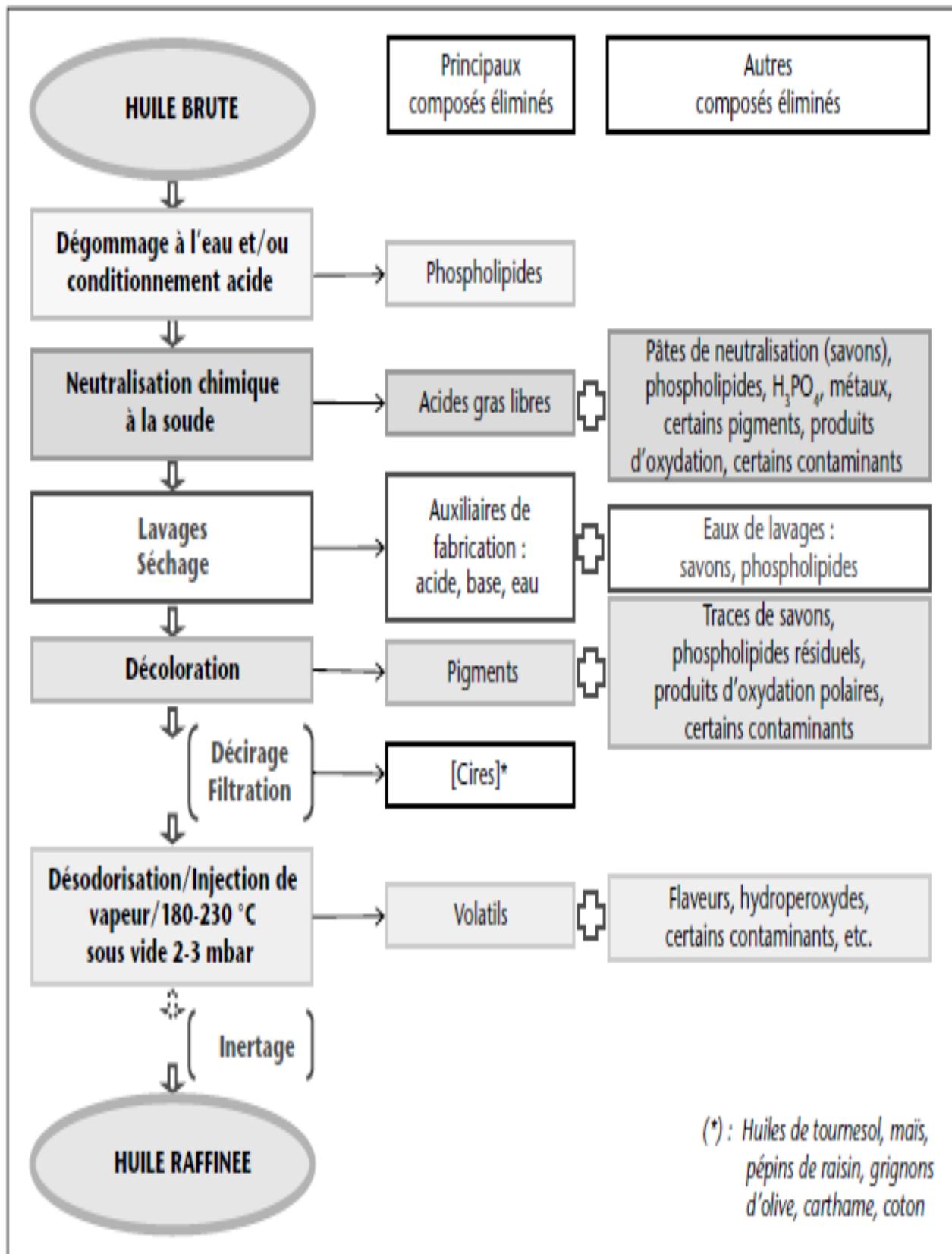


Figure N°2: Les étapes du raffinage des huiles végétales brutes (Pages et al., 2010).

Chapitre III : Démucilagination ; Décoloration

III-1-DÉMUCILAGINATION

Ce processus est généralement considéré comme la première étape du raffinage de l'huile. L'objectif de cette étape, aussi appelée dépuration ou dégommage, est d'éliminer les phospholipides ou gommés. L'élimination du phosphore, est toujours importante et indispensable à réaliser, que ce soit par un raffinage physique ou chimique, puisque d'importants contenus de phosphore dans une huile raffinée la rend inesthétique (des valeurs supérieures à 5 ppm seraient inacceptables)

(Karleskind, 1992).

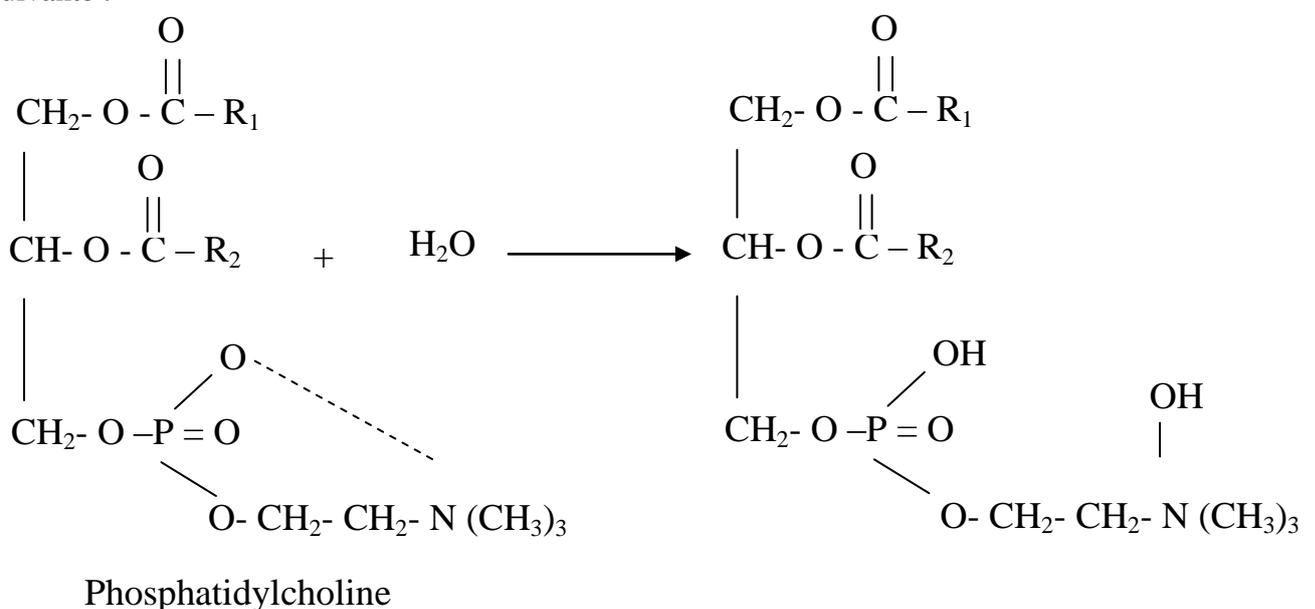
Au cours du raffinage des huiles végétales, deux procédés de démucilagination sont fréquemment utilisés ; la démucilagination chimique et la démucilagination enzymatique.

III-1-1-Démucilagination chimique

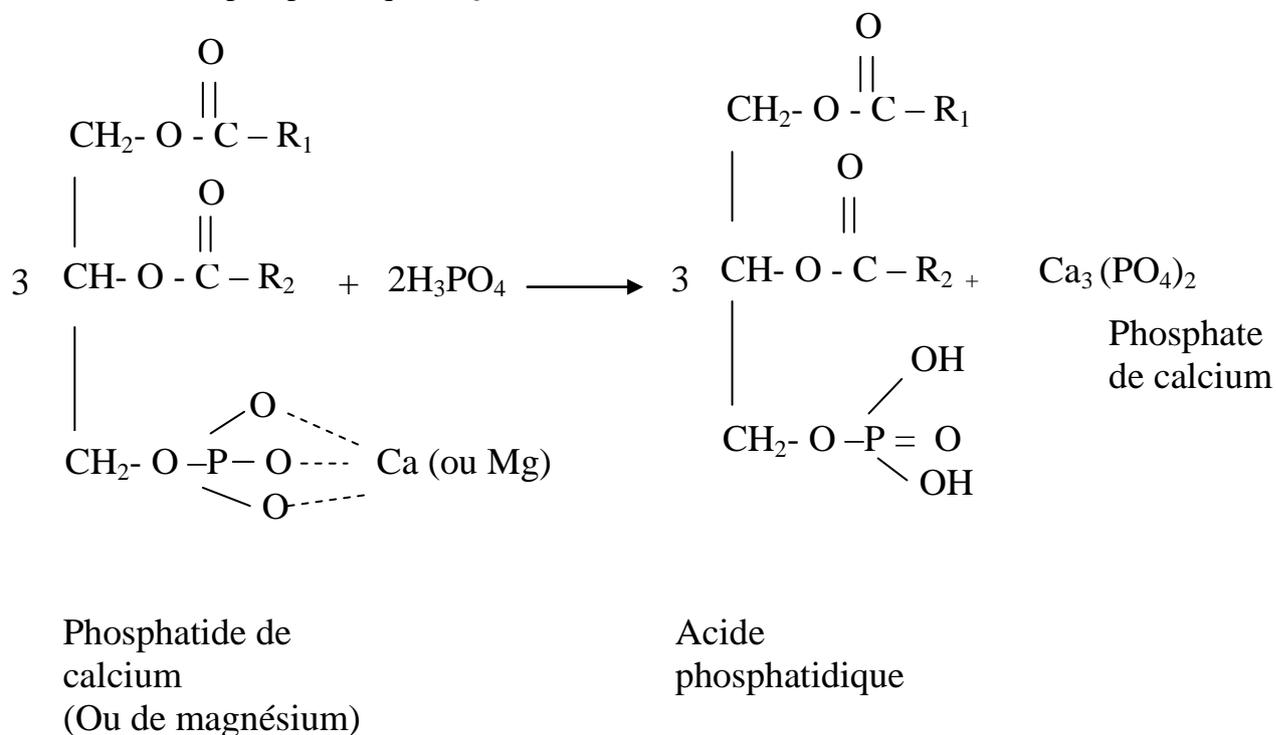
III-1-1-1-Principe de la démucilagination chimique

La démucilagination chimique consiste à éliminer les phosphatides présents dans les huiles. Ces phosphatides peuvent être hydratés ou non hydratés.

- **Les phosphatides hydratés** en contact avec l'eau forment des hydrates qui sont insolubles dans l'huile (Rodriguez, 1999). L'ajout de l'eau à une huile brute contenant des phosphatides hydratés, induit la formation progressive d'un trouble à l'interface huile-eau qui sédimente. L'apparition de cette nouvelle phase est due à la formation de feuillettes moléculaires provenant de l'association des groupements polaires des phosphatides avec l'eau, selon la réaction suivante :



● **Les phosphatides non hydratables** sont composés en majeure partie de sels de calcium et de magnésium des acides phosphatidiques. ces dernières réagissent avec l'acide phosphorique selon la réaction suivante, produisant ainsi des précipités de phosphate de calcium ou de magnésium et la libération d'acide phosphatidique (**Dijkstra, 1998**).



III-1-1-2- Différents types de démucilagination

Durant le raffinage chimique des huiles végétales, plusieurs mécanismes de démucilagination sont utilisés pour éliminer les lécithines et les phosphatides les plus importants sont :

III-1-1-2-1- Démucilagination à l'eau

Dans le dégomme à l'eau, l'huile brute est chauffée aux alentours de 90°C puis additionnée d'eau chaude, le mélange sera bien agité, après un temps de contact de 5 minutes, les phosphatides hydratables sont alors séparés de l'huile par centrifugation (**Dijkstra, 1998**).

III-1-1-2-2- Démucilagination acide

Ce procédé permet d'éliminer les cations métalliques et d'extraire rapidement les phospholipides, en utilisant l'acide citrique, l'acide acétique ; l'acide phosphorique est le plus largement utilisé. Deux différents procédés de dégomme avec l'acide peuvent être utilisés :

- **Le procédé long mix** qui est basé sur un long contact à 30-33°C, entre l'acide phosphorique concentré (concentration de 75%) et l'huile. Le temps minimum est de quatre heures.

- **Le procédé short mix** qu'est basé sur un contact plus court (1-2mn), mais à température élevée (80-90°C), entre l'acide phosphorique concentré (0.05 à 0.2%) et l'huile. La réaction transforme les sels des ions phosphatides en phosphatides hydratés qui flocculeront et pourront être éliminés par centrifugation (**Rodriguez, 1999**).

III-1-1-3-Facteurs influençant la démucilagination

III-1-1-3- 1Quantité d'eau

Si on ajoute trop d'eau lors de l'hydratation, au moment de centrifuger, il y aura une phase d'eau et une phase de gommes de couleur jaune brunâtre, due au contenu excessif en huile neutre. Si on ajoute peu d'eau, l'unique phase aqueuse (gommes) est plus sombre et l'huile contient plus de phosphore que l'exige sa commercialisation, ainsi la qualité d'eau est un facteur très important pour le dégomme de l'huile de soja, l'utilisation d'une eau contenant des minéraux bivalents (calcium et magnésium) augmente le risque de formation des phosphatides non hydratés (**Kanamoto et al., 1981 ; Graciani Constanté, 1999**).

III-1-1-3-2- Température

Le mélange doit être fait à basse température pour obtenir un bon contact entre l'huile et le réactif et éviter la formation d'émulsion. Si la température augmente de façon progressive, la précipitation augmente jusqu'à un maximum.

Si la température du mélange de l'huile et des phosphatides hydratés est inférieure à 40°C, les phosphatides précipités ont une structure semi cristalline qui permet leur élimination facile, et la diminution de la perte d'huile neutre.

Quand la température est supérieure à 60°C, même si la séparation est bonne, les gommes sont d'habitude brunes ou noires. Cependant dans les systèmes continus, où les phosphatides sont éliminés avec les savons à l'étape de neutralisation alcaline, on obtient de très bons résultats en réalisant le dégomme aux alentours de 80°C (**Karleskind, 1992**).

III-1-1-3-3- Durée d'hydratation

La précipitation de mucilages n'est pas instantanée elle tend, cependant, à s'annuler au-delà de 20-30 min. Après 15 min, le rendement est d'environ 80% au-delà d'une heure, les entraînements d'huile augmentent (**Denise, 1992**).

III-1-2-Démucilagination enzymatique

La méthode la plus récente pour dégommer les huiles végétales est le dégommage enzymatique. Sous l'action de la phospholipase, les phospholipides non hydratés sont convertis en lysophospholipides, insolubles dans l'huile, et séparés par centrifugation continue (**Ika Amalia, 2005**).

III-2-LA DÉCOLORATION

III-2-1- Définition

La décoloration ou blanchiment est un traitement qui fait appel, soit à des réactions chimiques (oxydation, réduction, carbonisation), soit à des réactions physiques (agents adsorbants, charbon actif) qui contribuent à l'élimination des pigments naturels tels que les chlorophylles et caroténoïdes, et également qui vise à éliminer les traces métalliques (cuivre, fer) agissant sur la stabilité oxydative de l'huile (**Zschau, 2001**).

III-2-2- Principe

La décoloration des huiles par les agents physiques d'adsorption se base sur le phénomène d'adsorption. Lorsqu'un adsorbant est mis en contact avec une solution, il attire à sa surface aussi bien les molécules de la substance dissoute que celle du solvant (**Denise, 1992**).

III-2-3- Conduite de la décoloration

La décoloration des huiles végétales par les terres activées donne de meilleurs résultats lorsque l'opération est conduite à une température voisine de 90 °C. Une agitation efficace favorise le contact et permet de limiter le temps de réaction à 30 minutes. L'opération s'effectue sous vide de façon à empêcher l'oxydation qui est favorisée par la dispersion de l'huile sur les particules de terre (**Denise, 1992**).

III-2-4- Procédé de décoloration

III-2-4-1- Méthode chimique : Cette méthode utilise : l'oxydation, carbonisation et réduction pour traiter l'huile.

III-2-4-1-1- 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.

III-2-4-1-2- Par carbonisation : Ce mode de décoloration consiste à traiter l'huile par une quantité limitée d'acide sulfurique (H_2SO_4) concentré, ce traitement peut provoquer la formation de substances colorées. Une grande quantité de H_2SO_4 conduit à la carbonisation de l'huile elle-même.

III-2-4-1-3- Par réduction : cette méthode consiste à fixer l'oxygène des matières colorantes par l'emploi de réducteur classique tel que l'anhydre sulfureux.



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.

III-2-4-2- Méthode physique

III-2-4-2-1- Terres décolorantes naturelles

Ces terres appartiennent à la famille des SEPIOLITES ou des POLYGONITES.

Les terres naturelles sont employées telles quelles, car elles possèdent un pouvoir décolorant naturel. Elles sont en général simplement séchées et finement broyées pour accroître la surface de contact. Ces terres sont peu actives et ne sont pas activables. Leur emploi est donc limité aux huiles très faciles à décolorer (**Denise, 1992**).

III-2-4-2-2- Terres décolorantes activées

Ce sont des argiles plastiques de type « Montmorillonite ». L'activation consiste à transformer les silicates en silice colloïdale qui possède un fort pouvoir adsorbant. Cette transformation est réalisée par l'action d'acides forts à des températures de 80-130°C (**Denise, 1992**).

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

III-2-4-2-3- Charbons actifs

Ils renferment 95 à 98% de carbone, mais leur caractère spécifique est leur porosité. On admet que la surface spécifique de 1g de charbon actif atteint 600 à 1000 m^2 (**Denise, 1992**).

L'activation du charbon actif est réalisée :

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

III-2-5- Facteurs influençant la décoloration

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

III-2-5-1- Pourcentage de terre décolorante

La quantité de terre décolorante à employer dépend de l'objectif de l'utilisation et de la nature de l'huile à traiter. Un pourcentage élevé recolor 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).

III-2-5-2- Activation de la Montmorillonite

La meilleure propriété connue pour la terre décolorante est sa grande capacité d'adsorption, qui peut être augmentée par l'activation en utilisant des acides (Valenzuela, 2001).

III-2-5-2-1- Définition de la Montmorillonite

La montmorillonite est un minéral qui comporte un nombre considérable de synonyme (Ardmorite, Askanite, Bentonite, qui sont des termes commerciaux), étant donné les divers aspects qu'elle présente à la suite de remplacement mineurs de cations structuraux (Caillere, 1982).

Le terme argile désigne non seulement une formation rocheuse, mais il définit aussi un domaine granulométrique comprenant des particules minérales, dont le diamètre des grains est inférieur à deux micromètre (<2µm).

La montmorillonite fut découverte pour la première fois en 1847 près de Montmorillon, dans le département de VIENNE (France).

La Bentonite désigne un gisement d'argile situé près de « Fort BENTON » au Wyoming (USA) (Bouras, 2003).

III-2-5-2-2- Structure et classification de Montmorillonite

La Bentonite est composée de grandes quantités de Montmorillonite (65 à 90%).

La structure généralement admise de la Montmorillonite est une unité faite en feuille octaédrique d'alumine serrée entre 2 feuilles tétraédrique de silice.

La Montmorillonite appartient à la classe des PHYLLOSILICATES, groupe : SMECTITE, et de formule chimique : $(\text{Na}, \text{Ca})_{0,3} (\text{Al}, \text{Mg})_2 \text{Si}_4 \text{O}_{10} (\text{OH})_2 n\text{H}_2\text{O}$ (Bradbury, 2002).

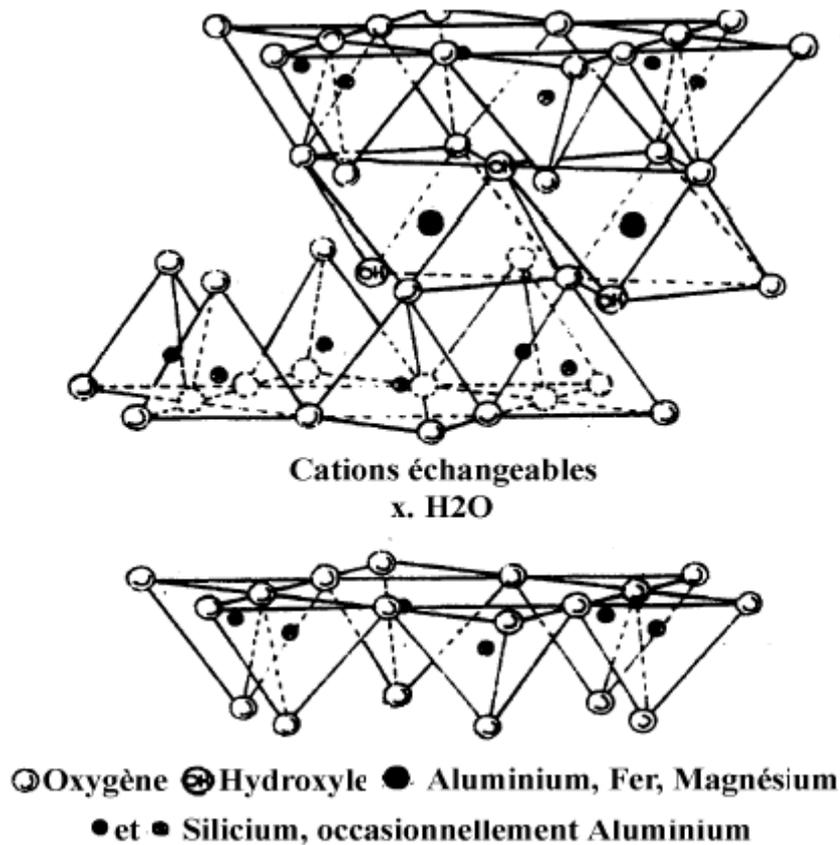


Figure N°3 : Structure de la MONTMORIL (Valenzuela Diaz, 2001).

III-2-5-3- Surface spécifique de la Montmorillonite

La variation de la porosité au cours de l'activation par des acides est liée aux variations de la structure de la Montmorillonite. Les faibles dimensions favorisent l'adsorption (Onal, 2002).

III-2-5-4- Agitation

Elle permet non seulement de mettre rapidement le milieu à décolorer en contact avec les corps adsorbants mais aussi à homogénéiser ce contact.

III-2-5-5- Temps de contact

En général, un temps de contact de 15 à 20 minutes suffit pour une bonne décoloration ; la prolongation de la durée de chauffage peut conduire à la réversion de l'adsorption (**Ericksson, 1989**).

III-2-5-6- Température

La terre ajoutée à l'huile chaude réduit son pouvoir adsorbant parce que l'humidité présente dans la terre est éliminée trop rapidement, provoquant aussi un effondrement de la structure réticulaire de la terre ce qui réduit sa surface. Dans le cas de la décoloration à l'air libre, la terre devrait être ajoutée à l'huile à 80°C (**Ericksson, 1989**).

III-2-5-7- Humidité

L'humidité restante dans l'huile non séchée favorise l'effet acide de la terre, alors que des valeurs, excessives ou très faibles, d'humidité dans l'huile diminuent la capacité d'adsorption de la terre (**Ericksson, 1989;Rodriguez, 1999**).

III-2-5-8- Vide

L'opération de décoloration s'effectue sous vide léger pour empêcher l'oxydation, qui est favorisée par la dispersion de l'huile sur les particules de terre (**Denise, 1992**).

Une grande quantité d'air (O₂) en contact avec l'huile, à une température élevée, favorise l'oxydation de l'huile (**Rodriguez, 1999**).

Chapitre IV: Matériels et Méthodes d'Analyses

Notre travail expérimental est réalisé au niveau du complexe CO.G.B « *La Belle* » qui est doté de deux laboratoires : un laboratoire d'analyses physico-chimiques qui a pour rôle d'assurer un suivi de contrôle de qualité du procès du raffinage, un laboratoire de conditionnement où se réalisent les analyses sur l'huile finie, conditionnée et sur la matière première (l'huile brute) à son arrivée.

IV-1-Échantillonnage

L'expérimentation a été réalisée sur les huiles prélevées au niveau de raffinage : huile brute, avant décoloration, après décoloration et terre décolorante usée.

Trois échantillons ont été prélevés dans des préformes de cinq litres, à des intervalles de 15 jours.

IV-2- Analyses effectuées à différentes étapes du raffinage

L'ensemble des analyses effectuées aux prélèvements sont résumées dans le tableau qui suit.

Tableau N°I: Les analyses effectuées aux différentes étapes du raffinage .

Les étapes du raffinage	Analyses effectuées
Huile brute	Couleur, acidité, indice de peroxyde, indice d'iode, humidité, taux de phosphore, détermination de la quantité de chlorophylles et de caroténoïdes.
Huile avant décoloration	Couleur, acidité, indice de peroxyde, indice d'iode, humidité, traces de savons, taux de phosphore, détermination de la quantité de chlorophylles et de caroténoïdes.
Huile après décoloration	Couleur, acidité, indice de peroxyde, indice d'iode, humidité, Traces de savons, taux de phosphore, détermination de la quantité de chlorophylles et de caroténoïdes.
Huile récupérée de la terre décolorante usée	Taux de phosphore, détermination de la quantité de chlorophylles et de caroténoïdes, pertes en huile dans la terre décolorante usée.

IV-2-1- Analyses physico-chimiques**IV-2-1-1- Analyses physiques****IV-2-1-1-1- Détermination de la couleur [NE ; ISO 15305-1998]**

Définition : la mesure de la couleur de l'huile se fait par l'utilisation d'un «colorimètre Lovibond » qui est composé de deux séries de verres de couleur jaune et rouge.

Principe : il consiste à comparer la couleur de la lumière transmise à travers l'huile dans une cuve à face parallèle, à la lumière provenant toujours de la même source transmise à travers des lames colorées standardisées. À l'aide d'une monoculaire, les verres et l'échantillon sont éclairés par la réflexion sur un bloc de carbonate de magnésium d'une lampe de 6W.

Mode opératoire : on verse l'échantillon à analyser dans une cellule de 1 cm puis on détermine la couleur on faisant la comparaison avec les lames de la cellule standard.

Expression des résultats : les valeurs de la couleur sont données comme suit : X_J, Y_R .

Où : J : Couleur jaune.

R : Couleur rouge.

X, Y : les valeurs déterminés par le colorimètre lovibond.

IV-2-1-1-2- Détermination de l'humidité [NE ; ISO 662-1998]

C'est la perte en masse qu'un échantillon de l'huile subira après chauffage à 103°C exprimée en pourcentage de masse.

Principe : est basé sur la détermination de poids d'une prise d'essai avant et après séchage à l'étuve à une température de 103°C pour une durée de deux heures de temps.

Mode opératoire : peser environ 5g d'échantillon (P_1), dans une capsule préalablement séchée, chauffer la capsule contenant la prise d'essai dans l'étuve pendant deux heures à une température de $103^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ puis refroidir dans un dessiccateur et peser ensuite le poids de l'échantillon (P_2).

Expression des résultats :

$$\text{Humidité (\%)} = [(P_1 - P_2)] \times 100$$

P₁: le poids de la prise d'essai avant chauffage (5g).

P₂ : le poids de la prise d'essai après chauffage.

IV-2-1-1-3- Indice d'iode par réfractométrie des huiles [NE ; ISO 6320-2000]

Définition d'indice de réfraction : on entend par indice de réfraction d'une substance le rapport entre la vitesse d'une lumière de longueur d'onde déterminée dans l'air et la vitesse de cette même lumière dans cette substance.

Principe : mesurer à 50°C à l'aide d'un réfractomètre approprié l'indice de réfraction de la matière grasse.

Mode opératoire : brancher avant de mettre le bain en marche, la circulation d'eau sur le thermostat à la température T°C (50°C) choisie pour la mesure et attendre que l'équilibre de température soit atteint.

Nettoyer les prismes du réfractomètre avec un chiffon propre très doux en occurrence du mouchoir en papier imbibé d'éther ou l'hexane pour éviter de rayer la plaque de verre.

Verser alors entre les prismes 1 à 2 gouttes d'huiles à analyser. Attendre 3 à 5 minutes pour que l'échantillon prenne la température de l'appareil avant de déplacer alors la lunette de visée pour que la ligne de séparation de la plage claire et de la plage sombre se situe à la croisée des fils du réticule.

Lire la valeur réfractométrique du corps étudié à T°C (50°C).

Expression des résultats : l'indice d'iode est calculé par la courbe d'étalonnage «indice de réfraction en fonction de l'indice d'iode» (figure N°4) donnée en annexe 1.

IV-2-1-1-4-Détermination des pertes en huile dans la terre décolorante usée

C'est la détermination des pertes en huile entraînée par la terre décolorante durant l'étape de la décoloration.

Principe : l'extraction de la matière grasse dans la terre décolorante se fait grâce à un appareil nommé Soxhlet et cela en introduisant la terre usée dans une cartouche en cellulose. Le solvant organique utilisé pour extraction est l'hexane.

Mode opératoire : introduire 40g de la terre usée dans la cartouche, mettre un volume de 500mL d'hexane dans le ballon à col rodé et porter à ébullition, le solvant s'évapore en traversant le tube de Soxhlet et se condense au niveau du réfrigérant, puis passe dans la colonne où se place la cartouche.

- L'obtention ainsi d'une solution Hexane-MG qui passe dans le ballon lorsque cette dernière est de même niveau que le siphon (siphonage).
- Au fur et à mesure que l'extraction progresse, la solution s'enrichie de MG.
- Après 4 heures, procéder à la distillation d'hexane, et la MG entraînée sera pesée.

Expression des résultats : la détermination des pertes en huile dans la terre usée est faite selon la formule suivante :

$$\%MG = \frac{P_F - P_V}{P_E} * 100$$

P_F : La masse du poids vide du ballon + le poids de matière grasse (g).

P_V : Le poids vide du ballon (g).

P_E : La prise d'essai de la terre usée (g).

MG : Le taux de matière grasse dans la terre usée (%).

IV-2-1-2- Analyses physico-chimiques

IV-2-1-2-1-Détermination de l'acidité [NE ; ISO 660-1996]

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

Principe : en premier lieu, on effectue la neutralisation de la solution d'éthanol qui peut présenter un caractère acide.

En deuxième lieu, on effectue la neutralisation uniquement des acides gras libres par une solution de NaOH à chaud en présence de phénolphaléine, ce dernier se caractérise par le virage de la couleur.

Mode opératoire : préparer dans un Erlenmeyer une solution de 75 ml d'alcool neutralisée (éthanol+quelques gouttes phénolphtaléine qui est un indicateur coloré, neutraliser avec NaOH (0.0365N), jusqu'à apparition d'une coloration rose). Ajouter 10g de l'huile à analyser, qu'on fait dissoudre en portant sur une plaque chauffante, puis procéder à un deuxième titrage des AGL par NaOH à 0.0365N jusqu'à apparition de la couleur rose persistante une dizaine de secondes et noter la chute de la burette.

Expression des résultats

$$\text{Acidité \%} = \frac{M * N * V}{P * 10}$$

M : masse molaire d'acide oléique = 282g/mol, utilisé comme référence.

N : normalité de NaOH (0.0365N).

P : poids de la prise d'essai.

V : volume de NaOH titré.

IV-2-1-2-2-Traces de savon [NE.1.2.365.1989]

Définition: c'est la teneur en oléate de sodium dans l'huile qui est soluble dans l'acétone avec de 3 à 4 % d'eau exprimée en partie par million (ppm), elle est déterminée pour apprécier l'efficacité des séparateurs.

Principe : on procède à une séparation d'huile à analyser en deux fractions, une supérieure dite légère (R-COONa) et une inférieure qui est l'huile.

Mode opératoire : préparer dans une éprouvette graduée 47 ml d'acétone, compléter jusqu'à 50ml avec de l'eau distillée, verser la solution dans un ballon à fond plat puis ajouter 1 à 2 gouttes de bleu de bromophénol utilisé comme un indicateur coloré, et neutraliser le mélange avec NaOH (1 goutte), la solution devient d'une couleur bleu(solution basique), ensuite procéder à un deuxième titrage par HCl acétonique (0,01N) jusqu'au virage de la couleur. Ensuite faire introduire 40g d'huile (la solution devient verdâtre) et mettre le mélange dans une ampoule à décanter puis laisser séparer les deux phases éliminer ensuite la phase lourde correspondant à l'huile, et récupérer les savons dans un ballon puis titrer avec l'HCl acétonique (0,01N) jusqu'au virage de la couleur au jaune.

Expression des résultats :

$$\text{Traces de savons (ppm)} = (\text{N.M.V}) / 10 \times \text{P}$$

Tel que :

N : normalité de HCl acétonique = 0,01N.

M : masse molaire de l'acétate de sodium = 281+23 = 304g/mol.

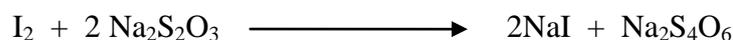
P : poids de la prise d'essai en gramme (40g).

V : volume de HCl acétonique titré.

IV-2-1-2-3-Détermination de l'indice de peroxyde [NE ; ISO 3960-2007]

Définition: est le nombre d'équivalents d'oxygène actif par kilogramme de corps gras oxydant l'iodure de potassium avec libération de l'iode (**Adrian et al., 1995**).

Principe : consiste à un traitement d'une quantité d'huile en solution dans l'acide acétique et le chloroforme par une solution de iodure de potassium (KI), le titrage d'iode libéré se fait par une solution de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon à 1% comme indicateur coloré selon les réaction suivante :

Réaction de formation de peroxyde :**Réaction d'iodure de potassium en milieu acide :****L'iode libéré va agir sur le thiosulfate de sodium :**

Mode opératoire : peser 2g d'huile dans un Erlen Mayer, ajouter 10ml de chloroforme et 15ml d'acide acétique puis incorporer à cette solution 1ml d'iodure de potassium (KI). Agiter la solution et mettre à l'abri de la lumière pendant une minute puis ajouter 75ml d'eau distillée et agiter vigoureusement en présence d'empois d'amidon. Titrer avec le thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) à 0,002N et parallèlement effectuer un essai à blanc (sans huile) jusqu'à décoloration totale de la solution.

Expression des résultats : l'indice de peroxyde est donné par la relation suivante

$$\text{Ip (meqg / kg)} = N \times (V_1 - V_0) \times 1000/P$$

Ip : indice de peroxyde exprimé en milliéquivalent gramme par kilogramme.

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

V₁ : volume de thiosulfate de sodium utilisé en ml.

N : normalité de la solution de thiosulfate de sodium 0,002 N.

P : prise d'essai en gramme.

IV-2-1-2-4-Détermination des phosphatides dans les huiles et graisses végétales [NE-AOCS Ca 1255/824225 Ed. 10.03.2003)

1-Définition et principe

Cette méthode permet de déterminer la teneur en phosphore ou l'équivalent en phosphatides par incinération de l'échantillon en présence d'oxyde de magnésium, suivi d'une mesure colorimétrique du phosphore sous forme de complexe molybdique bleu.

2-Préparation des solutions

☒ Solution de molybdate de sodium

Dissoudre 6.85 g de $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ et 0.4g de sulfate d'hydrazine dans 100ml d'eau distillée dans une fiole jaugée de 1000ml.

Ajouter doucement 100ml d' H_2SO_4 concentré, refroidir la solution.

Ajouter 500ml d'eau distillée, mélanger, et diluer à 1000ml avec de l'eau distillée.

☒ Solution standard de phosphate

Dissoudre 0.2312g de $\text{Na}_3\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ dans 1000ml d'eau distillée. 1ml de cette solution contient 0.02mg de P.

3-Procédure

Peser l'échantillon dans une capsule (0.1 -0.3 +/- 0.0001g) pour huiles brutes, huiles récupérée de la terre décolorante et (3 - 5 +/- 0.0001g) pour huiles raffinées (huile séchée et huile décolorée) puis ajouter 0.4 +/- 0.01g MgO.

Chauffer doucement sur un bec bensen ou sur une plaque électrique, ne laisser pas l'échantillon bouillir ou bruler (utiliser un couvercle). Quand l'échantillon est complètement sec augmenter le chauffage jusqu'à obtention de cendre grise.

Compléter l'incinération au four 800 °C pendant 1heure puis refroidir la capsule à la température ambiante et procéder comme suite :

Dissoudre les cendres dans 10 ml d'H₂SO₄ 2N, utiliser une raclette en verre pour gratter la capsule si nécessaire. Transférer la solution quantitativement dans des fioles de 50 ml (rincer la capsule avec maximum 30 ml d'eau distillée). Ajouter 10ml de molybdate de sodium, mélanger et chauffer pendant 30 +/-1 mn dans un bain-marie bouillant.

Retirer les fioles du bain-marie, refroidir rapidement jusqu'à 20°C, diluer a 50ml avec de l'eau distillée et mélanger. la couleur doit être lue après un délai raisonnable.

Mesurer l'extinction à 830 nm par rapport au témoin, si la valeur mesurée dépasse 0.9 faire une deuxième dilution et refaire la mesure.

Préparer le témoin selon la même méthode sans adjonction d'échantillon.

Et enfin lire la teneur en phosphore sur la courbe d'étalonnage.

4-Expression des résultats

$$\% \text{ P dans l'huile} = \frac{\text{P}}{10 \text{ G}}$$

P = lecture du phosphore (mg)

G = poids de l'échantillon

La quantité de phosphatides en % est calculée selon la formule ci-dessous proposée par **List et al.** (1992).

$$\% \text{ phosphatide} = \% \text{ phosphore} * 31.7$$

5-Préparation de la courbe d'étalonnage

Peser 0.4 +/- 0.1 g de MgO dans chacune des 05 fioles de 50ml, ajouter 0 ; 1 ; 2 ; 3 et 4ml de la solution mère de phosphore et 10ml d'H₂SO₄.

Agiter jusqu'à dissolution du MgO, ajouter 20ml d'eau distillée, ajouter 10ml de molybdate de sodium, mélanger et chauffer pendant 30mn dans un bain-marie bouillant, retirer les fioles du bain-marie et refroidir rapidement, diluer à 50ml avec de l'eau distillée et mélanger, mesurer l'extinction à 830 nm, sans la solution standard comme blanc.

Tracer la courbe E=f(P mg). La courbe obtenue (figure N°5) est donnée en annexe 1.

IV-2-1-2-5-Détermination de la quantité de chlorophylles (Minguez – Mosquera et al., 1991)**Principe**

En utilisant un spectrophotomètre UV-visible et une cellule en verre de 10 mm, on mesure l'absorbance des échantillons à la longueur d'onde 670 nm. La méthode consiste au dosage de la chlorophylle avec le cyclohexane. La teneur en chlorophylle de l'huile est exprimée en milligramme de chlorophylle par Kilogramme d'huile (mg / Kg).

Mode opératoire

On pèse 7.5 g d'huile dans un bêcher, et on ajoute 25 ml de cyclohexane, puis on mesure la densité optique à 670 nm.

Expression des résultats : concentration en chlorophylle est donné par la relation suivante

$$C = \frac{A_{670} * 10^6}{613 * 100 * L} ppm$$

C : concentration en chlorophylle.

A₆₇₀: Absorbances mesurées respectivement à 670 nm.

613 : facteur d'extinction de phéophytine pris comme major contenant de chlorophylle.

L : épaisseur de la cuve (1cm).

IV-2-1-2-6-Détermination de la quantité de carotènes totaux (Rodriguez-Amaya, 2001)**Principe**

La méthode consiste en la lecture des absorbances de l'huile dissoute dans l'hexane à 450 nm, les teneurs en carotène sont déterminées sur la courbe étalon établie en utilisant le β -carotène (figure N°6 en annexe 2).

Mode opératoire

On pèse 1 g d'huile dans un bêcher, et on ajoute 9 ml d'hexane, puis on mesure la densité optique à 450 nm.

IV-2-2-Étude statistique

L'analyse statistique des résultats est effectuée avec l'application «ANOVA/MANOVA» suivie du test de Newman-Keuls à l'aide d'un logiciel STATISTICA 5.5. Le degré de signification des résultats est pris à la probabilité $p < 0.05$.

Chapitre V : Résultats et discussion

V-1/ L'acidité

Le tableau ci-dessus représente les valeurs de l'acidité des huiles prélevées au cours de raffinage.

Tableau II : Acidité des huiles prélevées au cours de raffinage

A. (%)	P ₁	P ₂	P ₃	Norme
	25/02/2013	12/03/2013	26/03/2013	
H.B.	0.42±0.00 ^a	0.65±0.02 ^b	0.76±0.08 ^c	≤2
H.S.	0.11±0.04 ^d	0.08±0.02 ^d	0.09±0.01 ^d	0.05--0.12
H.D.	0.12 ±0.00 ^d	0.10±0.00 ^d	0.11±0.00 ^d	≤0.12

*Les moyennes suivi de lettre différente signifie une différence significative à $p < 0.05$.

D'après les résultats obtenus, on constate que les acidités des huiles brutes différent significativement d'un prélèvement à un autre, mais restent conformes à la norme. Selon **Karleskind (1992)**, cette différence serait due probablement aux différents temps et niveaux de prélèvements (temps de séjour de l'huile dans les bac avant d'être pompée pour être raffinée). Les bonnes conditions de stockage et de trituration des graines seraient à l'origine des faibles valeurs d'acidité de l'huile brute. Notre résultat est proche de celui trouvé pour l'huile de tournesol par **Talal Elsir et al. (2013)** qui est de l'ordre de 0.50%.

La neutralisation par la soude permet l'élimination de la majeure partie des acides gras libres ; l'acidité résiduelle n'est que de 0.10%, ce qui met en conformité l'huile séchée avec les normes en vigueur. Cette acidité enregistre une très légère augmentation après décoloration qui s'expliquerait selon **Denise (1992)** par une transformation des traces de savons en acides gras libres sous l'action de la terre décolorante.

*L'étude statistique ne montre pas des différences significatives de l'acidité entre l'huile séchée et l'huile décolorées entre tous les prélèvements mais il existe une différence significatif de l'huile brute - l'huile séchée; huile brute - l'huile décolorée et entre les prélèvements de l'huile brute.

V-2/Couleur

Le tableau ci-dessous illustre les résultats relatifs à la couleur mesurée par colorimètre "Lovibond".

Tableau III : Couleur des huiles prélevées au cours de raffinage

La couleur	P ₁		P ₂		P ₃		Norme	
	25/02/2013		12/03/2013		26/03/2013			
H.B.	R : 1.6	J : 70.0	R : 2.0	J : 70.0	R : 2.0	J : 70.0	--	--
H.S.	R : 2.9	J : 70.0	R : 3.2	J : 70.0	R : 2.4	J : 70.0		
H.D.	R : 0.4	J : 12.0	R : 0.5	J : 16.0	R : 1.4	J : 70.0	R :1.5	J :70

La présence des différents pigments (carotènes, chlorophylles...) confère une forte intensité de coloration à l'huile brute exprimée en unités rouge et jaune. Ces valeurs sont proches de celles obtenues par **Talal Elsir et al. (2013)** pour l'huile de tournesol qui sont de 70 unités jaunes et 5 unités rouges.

L'augmentation de la couleur de l'huile séchée par rapport à l'huile brute serait liée à l'effet de l'élimination des phospholipides par l'H₃PO₄ dans l'étape de démulcination qui ont masqué la couleur.

La décoloration entraîne une nette diminution de la coloration de l'huile suite à l'élimination des pigments par phénomène d'adsorption. Selon **Warner et al. (2010)**, les pigments colorés peuvent être détruits sous l'effet de la chaleur. Les caroténoïdes pigments solubles dans l'huile de couleur jaune à orange rouge sont les plus susceptibles en raison de leur insaturation.

V-3/ Traces de savons

L'absence de traces de savons pour les huiles prélevées est expliquée par la bonne séparation des deux phases huile-savon par la centrifugation au cours du lavage (double lavage). Ceci est avantageux lorsqu'on sait que leur présence peut entraîner l'inactivation de la terre décolorante.

V-4/ L'indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est une mesure qui permet d'estimer la quantité de peroxydes présents dans une matière grasse (**Adrian et al., 1995**).

D'après nos résultats, l'indice de peroxyde varie d'un prélèvement à un autre, mais reste conforme à la norme. Cette variation entre les prélèvements peut être expliquée par le temps de séjour de l'huile dans les bacs et par l'instabilité de ce paramètre. La formation des peroxydes est due à la présence de l'oxygène dissout dans l'huile (**Tanouti, 2010**).

L'indice de peroxyde diminue significativement au cours du raffinage notamment après dégomme et neutralisation. Si **Zacchi et Eggers (2008)** ont noté une diminution beaucoup plus importante après dégomme, d'autres auteurs (**Farsoosh et al., 2008 ; Pestana et al., 2008**) ont signalé des diminutions plus conséquentes après décoloration et désodorisation (figure N°7). La diminution que nous avons notée après décoloration serait liée à leur adsorption par les terres décolorantes. L'étude statistique ne montre pas des différences significatives de l'indice de peroxyde entre l'huile séchée et l'huile décolorées entre les prélèvements.

Le tableau qui suit représente les indices de peroxydes des huiles prélevées au cour de raffinage.

Tableau IV : Indice de peroxyde des huiles prélevées au cours de raffinage

I.p. (meq d'o ₂ /kg)	P₁ 25/02/2013	P₂ 12/03/2013	P₃ 26/03/2013	Norme
H.B.	3.05±0.21 ^a	5.25±0.07 ^b	6.35±0.49 ^c	≤10
H.S.	1.75±0.07 ^d	1.60±0.21 ^d	1.50±0.14 ^d	≤2
H.D.	1.55±0.49 ^d	1.50±0.14 ^d	1.10±0.28 ^d	≤2

*Les moyennes suivi de lettre différente signifie une différence significative à $p < 0.05$.

*L'étude statistique ne montre pas des différences significatives de l'indice de peroxyde entre l'huile séchée et l'huile décolorées entre tous les prélèvements mais il existe une différence significatif de l'huile brute - l'huile séchée; huile brute - l'huile décolorée et entre les prélèvements de l'huile brute.

V-5/ L'indice d'iode

L'indice d'iode nous renseigne sur le taux d'insaturation générale des huiles. Le tableau suivant représente les indices d'iode des huiles prélevées au cour de raffinage.

Tableau V:Indice d'iode des huiles prélevées au cours de raffinage

I.I.	P₁ 25/02/2013	P₂ 12/03/2013	P₃ 26/03/2013	Norme
H.B.	139	137	134	130-150
H.S.	140	140	140	130-150
H.D.	140	140	135	130-150

L'indice d'iode enregistré pour les différents échantillons est conforme aux normes. L'étude statistique ne montre pas de différences significative de l'indice d'iode entre les différents

prélèvements et entre les différentes huiles prélevées au cours des étapes du raffinage. Cette stabilité de l'huile, synonyme d'une résistance à l'oxydation peut se justifier par sa richesse en antioxydants. En effet, des teneurs appréciables de l'ordre de 829 mg/ Kg ont été trouvées dans l'huile de soya par **Gliszczynska-Swigto et al., (2007)**. Les tocophérols sont retenus à des niveaux considérables en raison de leur résistance à la chaleur au cours des différentes étapes du raffinage.

V-6/ Humidité et pertes en huile dans la terre décolorante usée

L'humidité représente les quantités d'eau présente dans l'huile ou résiduaire après séchage et désodorisation. Le tableau suivant illustre les différentes teneur d'humidité des huiles prélevées et la perte en huiles dans la terre décolorante usée.

Tableau VI: Humidité et pertes en huile des huiles prélevées au cours de raffinage

Humidité (%)	P ₁ 25/02/2013	P ₂ 12/03/2013	P ₃ 26/03/2013	Norme
H.B.	0.057±0.004 ^a	0.062±0.003 ^a	0.068±0.002 ^a	≤2
H.S.	0.002±0.001 ^b	0.004±0.001 ^b	0.002±0.000 ^b	≤0.05
H.D.	-	-	-	≤0.01
pertes en huile (%)	3	5	8.95	-

*Les moyennes suivi de lettre différente signifie une différence significative à $p < 0.05$.

L'humidité de l'huile brute est conforme aux normes, cela indique les bonnes conditions de trituration et de stockage des huiles aux niveaux des bacs.

Une diminution nette de l'humidité est causée par l'opération de séchage ($\leq 85^{\circ}\text{C}$) qui suit le lavage. D'après **Karleskind (1992)**, cette étape est très importante car l'humidité présente dans l'huile, désactive la terre décolorante qui provoque un colmatage des filtres et gêne les opérations ultérieures.

L'humidité de l'huile décolorée est négligeable, ceci est dû à la haute température et le sous vide appliqués lors de cette étape.

*L'étude statistique ne montre pas de différences significative d'humidité entre les différents prélèvements que ce soit pour l'huile brute ou l'huile séchée mais on marque une différence significative entre l'huile brute et l'huile séchée.

Le taux de perte en huile dans les terres usées est en moyenne de 5.6%. Ces pertes qui nous paraissent faibles dépendent en grande partie de la quantité de terre décolorante utilisée.

V-7/ Taux des pigments chlorophylles et caroténoïdes des huiles prélevées

C'est la concentration en pigments qui donne à l'huile son intensité de couleur.

Les tableaux VII et VIII ci-dessous illustrent les résultats relatifs à la teneur en pigments chlorophylles et caroténoïdes des huiles prélevées.

Tableau VII: Taux des pigments chlorophylles des huiles prélevées

		P ₁	P ₂	P ₃	Moyenne	Norme
		25/02/2013	12/03/2013	26/03/2013		
Chlorophylles (ppm)	H.B.	1.179±0.073 ^e	1.685±0.042 ^c	2.240±0.037 ^a	1.701±0.050	--
	H.S.	0.875±0.034 ^f	1.442±0.065 ^d	1.936±0.032 ^b	1.417±0.043	--
	H.D.	0.396±0.032 ^h	0.228±0.033 ⁱ	1.131±0.117 ^g	0.585±0.060	≤0.02
	H.R.T.	0.114±0.066 ^k	0.195±0.000 ⁱ	0.228±0.049 ⁱ	0.179±0.038	--

*Les moyennes suivies de lettres différentes signifient une différence significative à $p < 0.05$.

L'huile brute se caractérise par de faibles quantités de chlorophylles inférieures à 2,3 ppm. Cette teneur est proche de celle de l'huile de palme (2 ppm) (Lin et al., 2007) et très faible par rapport à l'huile de colza (10-30 ppm) (Mag, 1990). La décoloration permet une réduction importante des chlorophylles par phénomène d'adsorption et transformation en phéophytines par perte de l'ion magnésium. Une fraction des chlorophylles éliminées est retenue par la terre décolorante, l'autre fraction serait détruite probablement par la chaleur.

*L'étude statistique montre de différences significatives entre quelques prélèvements.

Tableau VIII: Taux des pigments Caroténoïdes des huiles prélevées

		P ₁	P ₂	P ₃	Moyenne	Norme
		25/02/2013	12/03/2013	26/03/2013		
Caroténoïdes (ppm)	H.B.	48±2.82 ^{cd}	64±2.8 ^b	75±7.07 ^a	62.33±4.230	--
	H.S.	44±2.82 ^d	55±1.14 ^c	66±9.89 ^b	55±4.616	--
	H.D.	0.5±0.28 ^e	0.5±0.14 ^e	0.8±0.07 ^e	0.6±0.163	--
	H.R.T.	2.2±0.28 ^e	1.9±0.14 ^e	2.9±0.14 ^e	2.33±0.186	--

*Les moyennes suivies de lettres différentes signifient une différence significative à $p < 0.05$.

Les caroténoïdes de l'huile de soya sont des pigments représentés par la lutéine et le β -carotène (**Helmy, 1992**). La teneur en caroténoïdes de l'huile brute est de l'ordre de 62,3 ppm, valeur proche de celle trouvée par **Helmy (1992)** qui est de l'ordre de 70 ppm.

L'évolution des caroténoïdes au cours du raffinage est similaire à l'évolution des chlorophylles avec des diminutions les plus importantes après la décoloration. 50% de caroténoïdes seraient éliminés lors de la décoloration de l'huile de palme (**Szydłowska-Czerniaket al., 2011**). La terre décolorante retiendrait seulement une partie, l'autre partie serait probablement détruite sous l'effet de la chaleur et de l'oxydation. Selon **Hrastar et al. (2011)**, les caroténoïdes sont hautement insaturés et facilement décomposés sous l'effet de la chaleur.

*L'étude statistique montre de différences significative entre quelques prélèvements.

V-8/ Taux de phosphore

Dans le tableau qui suit on montre les valeurs de taux de phosphore des huiles prélevées.

Tableau IX : Taux de phosphore des huiles prélevées

	P ₁		P ₂		P ₃	
	25/02/2013		12/03/2013		26/03/2013	
	Phosphore (ppm)	Phosphatides en %	Phosphore (ppm)	Phosphatides en %	Phosphore (ppm)	Phosphatides en %
H.B.	118±3.535 ^c	0.376±0.013 ^c	139±2.121 ^b	0.443±0.007 ^b	145±1.414 ^a	0.461±0.003 ^a
H.S.	8±0.142 ^f	0.027±0.002 ^f	4±0.049 ^g	0.013±0.004 ^g	5±0.014 ^g	0.016±0.002 ^g
H.D.	4±0.049 ^g	0.012±0.001 ^g	1±0.028 ^h	0.003±0.001 ^h	1±0.028 ^h	0.003±0.001 ^h
H.R.T.	14±0.219 ^d	0.044±0.001 ^d	11±0.494 ^e	0.035±0.001 ^e	9±0.636 ^f	0.035±0.001 ^f

*Les moyennes suivi de lettre différente signifie une différence significative à $p < 0.05$.

D'après nos résultats, regroupés dans le tableau IX, on constate que les teneurs en phosphore de l'huile brute est au-dessous de la norme qui de 230ppm, ce qui peut être expliquée par un dégommeage à l'eau des huiles après trituration. L'huile brute du soya contiendrait entre 1,5 et 2,5 de phosphatides, ce qui correspond à environ 476 et 788 ppm de phosphore respectivement (**Mounts, 1981**).

Selon **Antoniassi et al. (1998)**, le dosage du phosphore s'effectue après séchage et non pas après démucilagination car le phosphore contenu dans l'huile démucilaginée ne représente pas celui des phosphatides seules, à cause de la présence de traces d'acide phosphorique dans l'huile.

La démucilagination a permis une réduction importante des phospholipides par l'acide phosphorique. Selon **Kartika (2005)**, les paramètres clefs sont la quantité d'acide phosphorique et d'eau ajoutée, la température, la vitesse de rotation et la durée d'agitation.

Les phospholipides résiduels sont éliminés par la terre décolorante (**Wei et al ., 2004 ; Schurz et Hebandanz , 2011**). En effet, l'huile obtenue ne contient que des traces de phosphore.

L'étude statistique des résultats révèle une influence significative des différentes étapes du raffinage sur l'élimination des phosphatides.

Conclusion

Les lipides sont les principaux constituants des corps gras alimentaires (huiles, graisses, beurre, margarine...etc.).

Au niveau des industries agroalimentaires, les huiles subissent un raffinage ainsi que d'autres traitements de modification, ces procédés visent à améliorer leurs caractères organoleptiques et à augmenter leur stabilité à l'altération.

La présente étude effectuée au niveau du complexe COGB a porté sur l'influence des phospholipides sur l'activité de la terre décolorante. Nous avons suivi le processus de raffinage de l'huile brute de soja qui consiste à éliminer les substances indésirables (mucilages, acides gras libres, eau et pigments colorés, etc.) en prélevant trois échantillons aux dates différentes à trois niveaux (Huile brute, Huile séchée, Huile décolorée) et la terre décolorante usée et on a procédé aux différentes analyses physico-chimiques .

Des résultats obtenus, on peut tirer les observations suivantes

- Pour les paramètres étudiés (Acidité, Couleur, Indice d'Iode, Indice de Peroxyde, Humidité, Trace de Savon et Pigments) les résultats obtenus, illustrent une conformité de l'huile de différentes étapes que ce soit brute ; séchée ou bien décolorée aux normes utilisée par l'entreprise ; Cette conformité témoigne d'un raffinage effectué dans les meilleures conditions par l'unité, ainsi qu'au contrôle régulier qui s'effectue au niveau du laboratoire.

- Le taux de phosphore qui nous renseigne sur la quantité de phosphatides présentes est inférieur aux normes (134 ± 14.17 ppm) dans l'huile brute en raison probablement par une première extraction partielle des phosphatides avec de l'eau.

- L'huile récupérée de la terre décolorante usée retient une petite quantité de phosphore (11.33 ± 2.51 ppm). Ces résultats témoignent que pour les paramètres utilisées dans la démucilagination (Concentration de l'acide phosphorique (0.1%-0.3%), 2% d'eau, température (85°C - 90°C), temps de contact (1mn-2mn)) ont permis un bon déroulement de dégomme et autres étapes de raffinage.

Le présent travail peut être approfondi par une utilisation d'huiles variées et riches en phospholipides afin de cerner davantage leurs influences sur l'activité de la terre décolorante.

La méthode de dosage phosphore est longue et présente certaines difficultés, le recours à d'autres méthodes serait souhaitable.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

A

ADRIAN, J., POTUS, J. ET FRANGNE, R. (1995). La science alimentaire de A à Z. Ed. Tec et doc. Lavoisier. p320-369.

ALAIS, C et LINDEN, G. (1997). Abrégé de la biochimie alimentaire, Ed. : Masson, Paris: p67-69.

ANONYME 1, (2012). <http://www.shopwise.fr/articles/30/huile-raffinee-ou-vierge-quelle-difference>. Consulté le 12/05/2013.

ANONYME 2, (2012). <http://tpenanotech.files.wordpress.com/2012/01/phospholipide.gif>. Consulté le 13/06/2013.

ANONYME 3, (2011). Substrats énergétiques : les lipides. Collège des Enseignants de Nutrition2010-2011. - © Université Médicale Virtuelle Francophone -.

ANONYME 4, (2006). Enseignement de nutrition-collège des enseignants de nutrition Tome I physiologie. Consulté le 20/05/2013.

ANTONIASSI, R., ESTEVES, W et MEIRELLES, A.J.D. (1998). Pretreatment of corn oil for physical refining. Journal of the American Oil Chemist's Society, 75, 1411-1415.

B

BENASSI, J.L. et Michel, L. (2004). Perspectives pour les oléagineux dans les pays du Maghreb : Algérie, Maroc et Tunisie 2000-2015, Oléagineux, Corps Gras, Lipides. ,11(2), 92-96.

BOULANGER, P., POLONOVSKI, J., BISERTE, G et AUTREVAUX, M. (1979). Abrégé de biochimie médicale, Ed : Masson, Paris : p67-78.

BOURAS, O. (2003). Propriétés adsorbantes d'argile pontées organophiles : synthèse et caractérisation ; thèse doctorale, (02).

BRADBURY, M et BAEYENS, B. (2002). Porewater chemistry in compacted re-saturated MX-80 Bentonite: physico-chemical characterisation and geochemical modelling PSI Bericht,(02-10), ISSN 1019-0643.

BRASSEUR, D., DELZENNE, N., HENDERICKX, H., HUYGHEBAERT, A., KORNITZER, M. (2004). Recommandations et allégations concernant les acides gras omega-3. Conseils Supérieur D'hygiène, Belgique, p108.

C

CAILLERE, S.(1982). Minéralogie des argiles : classification et nomenclature, Ed .MASSON, p 49-56.

CHEFTEL, H. (1977). Introduction à la biochimie et la technologie des aliments, Technique et Doc-Lavoisier ISBN : 2-85206-071-X, p243-265.

CHEFTEL, J.C. et CHEFTEL, H.(1977). Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. 1, Ed: Tec et Doc Lavoisier ISBN: 2-85206-827-3, p246-264.

CHRISTIDIS, G.E. (1997). Acid Activation and bleaching capacity of bentonites from the islands of Milos and Chios, Aegean, Greece; Applied clay Science, 12,329-347.

CHRISTIDIS, G.E et KOSIARI, S. (2003). Decolorization of vegetable oils: A study of the mechanism of adsorption β -carotène by an acid-activated bentonite from CYPRUS, Clays and Clay Minerals, 51(3), 327–333.

COMLIK, J., POKORY, J. (2000). Physical refining of edible oils. International Journal of Engineering Science and Technology, 102, 472-486.

D

DIJKSTRA, A.J. (1998). Degumming revisited. Oléagineux, Corps gras, Lipides, 5(5), p367-370.

DENISE, J. (1992).Raffinage des corps gras. In : manuel des corps gras. Tome 2. Ed.Tec.Doc. Paris: Lavoisier, ISBN: 2-85206.662.9. p (787-1580).

DENNIS STRAYER, C., MAURY, B., TOM, D., BOB, D., JEFFREY, F., BRENT, F., PETE, F., CARL, H., JAN, H., FRANK, K., LINSEN, L., THOMAS, M., DON, M., GERALD, M., MARK, N., ED, P., PHIL, R., TOM, T., BOB, W., JEFF, W. (2006). Food fats and oils. 9^{eme} edition. New York: p1-28.

E

ERICKSSON.D.R. et WIDERMANN, L.H. (1989). Huile de soja, Méthode de traitement et utilisation Actuelle, ASA.

F

FARHOOSH, R., EINAFSHAR, S., SHARAYEI, P. (2009). The effect of commercial reeving steps on the rancidity measures of soybean and canola oils. *Journal of Food Chemistry*, 115,933-938.

FRANCISCO, R. VALENZUELA D.et PERSIO DE SOUZA S. (2001). Studies of the acid activation of BRAZILIAN smectitic clays, *Quin Nova*. 24(3), 345-353.

FRANÇOIS, R. (1974).Les industries des corps gras. Ed. Lavoisier : Paris, P32-138.

FRENOT M; VIERLING E. (2001). Biochimie des aliments: diététiques du sujet bien portant. 2^{ème} Ed DOIN, p80.

G

GLISZCZYŃSKA-ŚWIGŁO, A., SIKORSKA, E., KHMELINSKII, I. ET SIKORSKI, M. (2007). Tocopherol content in edible plant oils. *Polish Journal of Food and Nutrition Sciences*, 57, 157-161.

GRACIANI-CONSTANTE,E. (1999). Processus de raffinage de l'huile de soja : démulagination. *American Soybean Association* ,1-26.

H

HELMY, H. E. (1992). Studies on cartotenoids and oxidative stability of winter squash seed and soy bean oils. *Grasas y Aceites*, 46(6), 313-316.

HRASTAR, R., CHEONG, L. Z., XUEBING X., MILLER, R. L., KOSIR, I. Z. (2011). Camelina sativa oil deodorization: balance between free fatty acids and color reduction and isomerized byproducts formation. *Journal of the American Oil Chemist's Society*, 88, 581-588.

I

IKA AMALIA, K. (2005). Nouveau procédé de fractionnement des graisses de tournesol. Thèse de doctorat : Toulouse, Institut polytechnique de Toulouse,(2223), p288.

K

KARLESKIND, A. (1992). Manuel des corps gras.Tome2. Ed tec et doc, Lavoisier : Paris, ISBN 2-85206-662-9, P1571-1578.

KANAMOTO, R.,WADA, Y. ,MIYAJIMA,G. et KITO, M.(1981). Phospholipids: phospholipids interaction in soybean oil.Journal of the Americain Oil Chemist's Society,58, 12-58.

KAYNAK, G et ERSOZ, M. (2004).Investigation of the properties of oil at the bleaching unit of an oil refinery, Journal of Colloid and Interface Science, 280,131-138.

KOVARI, K.(2004) . Recent developments, new trends in seed crushing and oil refining. OCL, 11(8), p381-387.

KRUH, J. (1982). Biologie cellulaire et moléculaire, Ed : Hermann, Paris : p57-58.

L

LIN, S. W., YOO, C. K. (2007). Optimization of degumming with attapulгите and acid-activated clays in refining palm oil. Journal of Oil Palm Research, 19(1), 373 - 380.

LINDEN, M. et LAURENT, C. (1994). Lipo-chimie substitués de matière grasse. In : Biochimie agro-industrielle. Paris : Masson, p287.

LIST, G.R., MOUNTS,T.L. et LANCER,A.C.(1992). Factors promoting the formation of nonhydratable soybean phosphatide. Journal of the Americain Oil Chemist's Society,69(5), 443-446.

LIST, G. R., AVELLANEDA,J.M. et MOUNTS, T.L. (1981). Effect of degumming conditions on removal and quality of soybean lecithin. Journal of the Americain Oil Chemist's Society,58, 892-898.

M

MAG, T. K. (1990). Canola seed and oil processing. Ibid., 251-259.

MINGUEZ-MOSQUERA, M.I. , REJANO, L. , GANDUL, B. ,SANCHEZ, A. H., GARRIDO, J. ,(1991).Color-pigment correlation in virgin olive oil. Journal of the Americain Oil Chemist's Society, 68, 332-336.

Références 2012/2013

MOUNTS, T. L. (1981). Chemical and physical effects of processing fats and oils. Journal of the American Oil Chemist's Society, 58(1),51-54.

MOUSTAPHA, A. (1995). Production of top quality soybean oil. Grasas y Aceites, 46(6),306-371.

O

OLIVIER, M. (2005). Biochimie, édition : Technique et documentation, Paris : p85-98.

ONAL, M.(2002).The effect of acid activation on some physicochemical properties of a bentonite, Turk JC. 26, 409-416.

P

PAGES, X.,MORIN, O.,BIROT, C.,GAUD, M.,FAZEUILH, S.,GOUBAND, M.(2010). Raffinage des huiles et des corps gras et élimination des contaminants,ITERG,institut des corps gras,OCL 17(2),87.

PESTANA, V. R., ZAMBIAZI, R. C., MENDONÇA, C. R. B., BRUSCATTO, M. H., LERMA-GARCÍA, M.A. J., RAMIS-RAMOS, G. (2008). Quality Changes and Tocopherols and γ -Orizanol Concentrations in Rice Bran Oil During the Refining Process. Journal of the American Oil Chemist's Society, 85,1013-1019.

R

RODRIGUEZ-AMAYA, D.B. (2001). A guide to caroténoid analysis in foods. Washington, USA: (International Life Sciences Institute) Press.

RODRIGUEZ GARRIDO,J.R.(1999). Décoloration, Institut Grasas y Aceites
SEVILLERODRIGUEZ GARRIDO, J.R.(1999).Raffinage physique.Institut Grasas y Aceites CSIC.

ROSSI, M., GIANAZZA, M., ALAMPRESE, C. (2003). The role of bleaching clays and synthetic silica in palm oil physical refining. Food chemistry, 82,291-296.

S

SRASRA, E ., TRABELSI, A.(2000) .Textural properties of acid activated glauconite, Applied Clay Science 17,71–84.

Références 2012/2013

SCHURZ, K., HEBENDANZ, N. (2011). Bleaching cost calculation.SUD-CHEMIE.

SZYDLOWSKA-CZERNIAK, A., TROKOWSKI, K., KARLOVITS, G., SZLYK, E. (2011). Effect of refining process on antioxidant capacity ,total content of phenolics and carotenoids in palm oils. Food chemistry, 129, 1187-1192.

T

TALAL EL SIR, M.A.S., JIANG, j. et YUANFA, L. (2013). Chemical refining of sunflower oil: effect on oil stability, total tocopherol, free fatty acids and colourInternational journal of engineering science and technology 5(2), 449-454.

W

WEI, P.C., MAY C.Y., NGAN, M.A. ET HOCK, C.C. (2004). Degumming and bleaching:effect on selected constituents of palm oil. Journal of Oil Palm. Research, 16, 57-63.

WERNER, J. B., BADOUD, R., LOLIGER, J.et ETOURNAUD, A. (2010). Science et technologie des aliments. Principes de chimie des constituants et de technologies des procédés. Presses polytechniques et universitaires Romandes,ISBN :978-2-88074-754-1, p163-179.

WOERFEL, J. B. (2006). Techniques de production de l'huile de soja et produits dérivés de haute qualité.ASA-USB.p1-9.

Z

ZACCHI, P., EGGERS, R. (2008). High performance preconditioning of rapessed: A polyphenol enriched oil and effect of the refining. European Journal of Lipid Science and Technology, 110,111-119.

ZSCHAU, W. (2001). Bleaching of fats and oils, European Journal of lipid science and technology, ISSN 1438-7697, 103(8),499-558.

ANNEXE 1

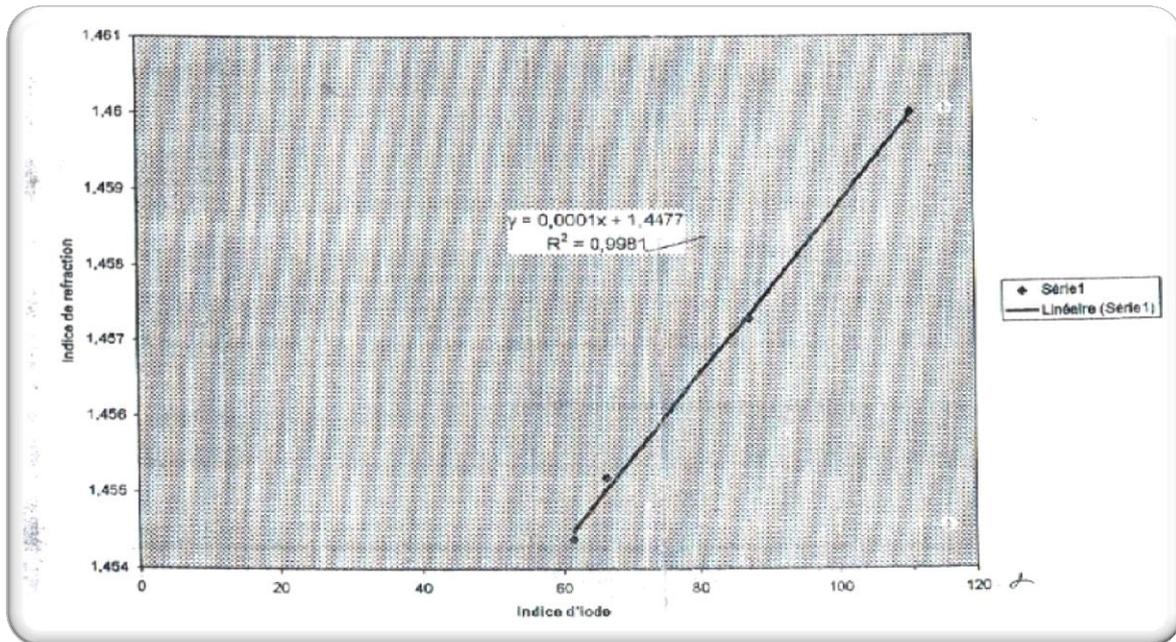


Figure N°4: Courbe d'étalonnage; indice de réfraction en fonction d'indice d'iode

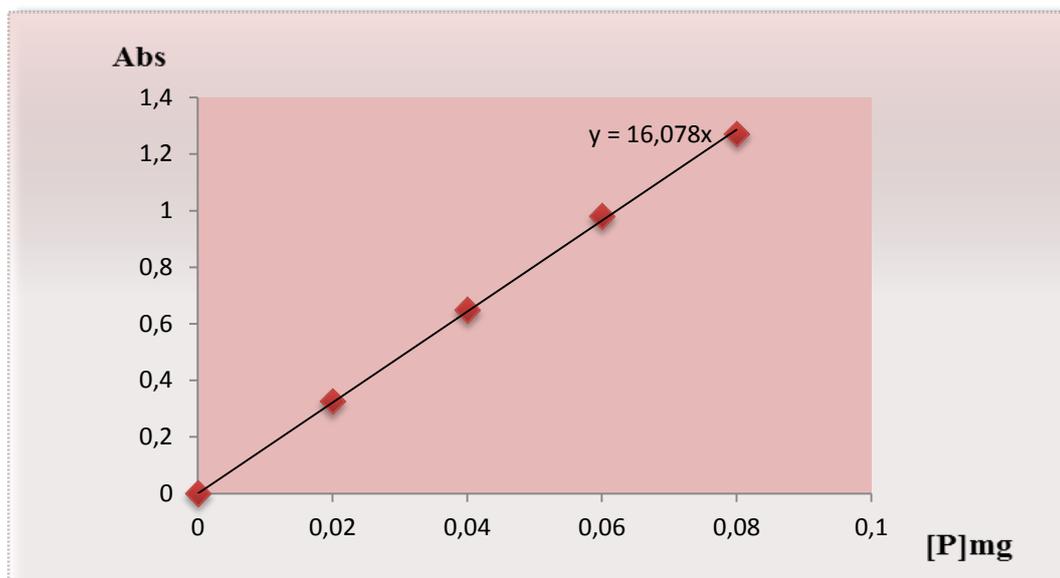


Figure N°5 : Courbe étalon de phosphore

ANNEXE 2

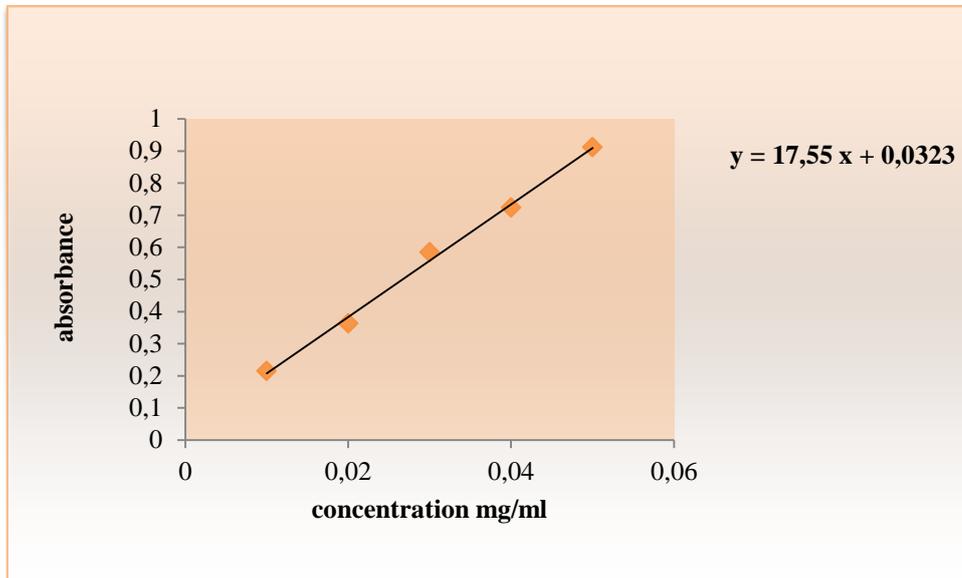


Figure N°6 : courbe étalon de β -carotène

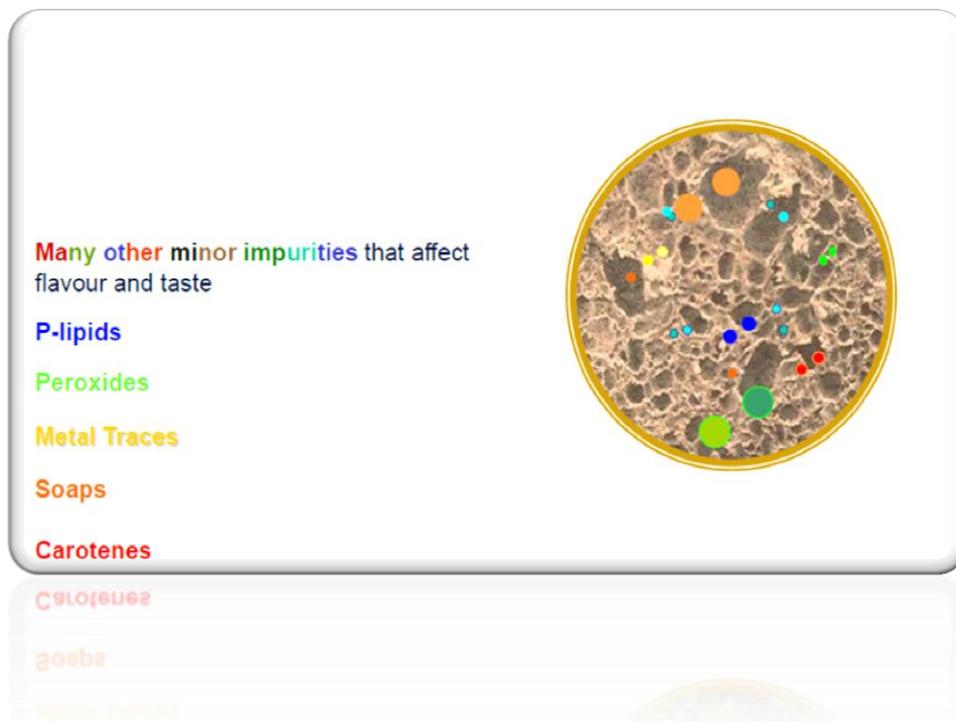


Figure N°7 : les différents constituants adsorbés par la terre décolorante (Schurz et Hebendanz.2011).

Présentation de l'unité

1- Historique

L'unité de production des corps gras de Bejaia a été créée en 1939 par TAMZALI. Après l'indépendance, elle fut nationalisée sous le régime du président BOUMEDIENE (21/08/1968) et devient l'Entreprise Nationale des Corps Gras(**E.N.C.G**).

Son organisation, sa maîtrise des processus technologique et son expansion lui ont valu d'être à partir de 01/10/1973, le chef de file de la nouvelle société de gestion des industries alimentaires (**SO.GE.DIA**) avec l'intégration des activités de la conserverie et du sucre.

En 1983, la restructuration des entreprises publiques permet à l'**E.N.C.G** de regrouper neuf unités de production :

Depuis juillet 1988, cette entreprise est devenue autonome est dénommée société par actions des corps gras. Ce complexe a pour but de promouvoir le développement des industries alimentaires et de satisfaire les besoins nationaux en huile, savon de ménage, savon de toilette, margarine, et glycérine.

À partir de 01/01/2006, avec la privatisation partielle de **CO.G.B** ; 70% passent sous la gestion de « *LaBelle* » et 30% restent étatiques.

2- Description de l'UP7

Le complexe est doté de :

- ❖ 12 bacs de stockage de 1000 m³huile finie.
- ❖ 12 bacs de stockage de 1000 m³huile brute.
- ❖ 6 bacs de stockage de 500 m³ pour suif.
- ❖ 4 bacs de stockage de 500 m³ pour coprah.
- ❖ 2 bacs de stockage de 500 m³ pour acide gras distillé.
- ❖ 2 bacs de stockage de 500 m³ pour la glycérine.

Résumée

Pour répondre aux besoins du consommateur ainsi qu'aux exigences de l'industrie en matière de qualité des huiles produites, les matières grasses premières subissent un raffinage qui consiste à éliminer les substances indésirables pour obtenir une huile consommable.

Durant notre stage pratique réalisé au complexe **CO.G.B La Belle**, nous avons suivi le processus de raffinage de l'huile brute de soja et doser le phosphore à différents niveaux : huile brute, huile séchée, huile décolorée dans le but de voir l'effet des phospholipides sur l'activité de la terre décolorante.

Le dégommage et la décoloration sont les étapes clés de notre recherche ; pour cela le dégommage effectuée avec l'acide phosphorique de 0.1%-0.3%, 2% d'eau, la décoloration faite avec terre décolorante naturelle 8%-12% à une température 80°C-115°C et temps de contact 30mn-45mn ont permis un bon déroulement de processus de raffinage. Les produits finis contiennent de très faibles quantités de phosphore.

Mots clefs : Soja, Raffinage chimique, Dégommage, Décoloration, Phospholipides.

Abstract

To meet the needs of consumers and the requirements of industry materials quality oils produced the first fats undergo a refining of removing unwanted substances for consumable oil.

During our practicum realized CO.GB La Belle complex we followed the process of refining crude soybean oil and measure the phosphorus levels: crude oil, oil dried, bleached oil in order to detect the amount of phospholipids influential on the work of bleaching earth.

Degumming and bleaching are the key steps in our research for this degumming performed with phosphoric acid 0.1% -0.3%, 2% water, fading made with natural bleaching earth 8% -12% at a temperature 80 ° C-115 ° C and the contact time 30mn-45mn can have a smooth process of refining. The obtained oils contains a weak quantity of phosphorus .

Keywords: Soybean, chemical refining, degumming, discoloration, Phospholipids.