



## Mémoire de Master

Présenté par :

*Otmani lynda & Meddour souad*

*En vue de l'obtention du diplôme de Master en Chimie*

*Spécialité : Chimie analytique*

**Thème :**

***La comparaison entre le dégommage chimique et enzymatique au niveau du complexe CO.G.B (Bejaia)***

Soutenu le : 02/07/2019

Devant le jury composé de :

| Nom & Prénom                     | Département d'affiliation | Qualité   |
|----------------------------------|---------------------------|-----------|
| M <sup>me</sup> Ait Braham Leila | Chimie                    | Président |
| M <sup>me</sup> Medouri Melaaz   | Chimie                    | Examineur |
| M <sup>me</sup> AIT AHMED Nadia  | Chimie                    | Encadreur |

Année universitaire 2018-2019

# *Remerciements*

*Nous tenons à remercier tout d'abord le bon dieu le tout puissant qui nous à procuré du courage et de la volonté pour mener ce modeste travail.*

*Nos remerciements s'étendent aussi à notre promotrice Mme AIT AHMED Nadia, qui nous a constamment guidé et encouragée. Nous ne la remercierons jamais assez pour sa disponibilité et pour avoir mis à notre disposition toute sa compétence et sa connaissance scientifique.*

*Nos remerciements aussi s'adressent aux membres de jury qui ont accepté de juger et d'évaluer ce travail.*

*Les Enseignants qui ont encadré notre promotion de Master pour l'année universitaire 2018-2019*

*Nous tenons aussi à remercier tout le personnel du complexe CO.GB Labelle, surtout le personnel du laboratoire et celui de la section du raffinage des huiles, spécialement Mme K.DJAFRI et Mr M.ADDAR, pour leurs collaborations et conseils durant notre stage pratique*

*Enfin, nous adressons nos remerciements les plus sincères à tous ceux qui ont participé de près et de loin à l'aboutissement de ce travail.*

## ***DEDICACES***

Je dédie ce modeste travail à toutes les personnes qui me sont chères  
Celle qui m'a comblé d'amour, de soutien et de tendresse. A vous mon signe de  
douceur, de joie et de bonheur, à vous ma volonté, ma fierté et mon honneur :

Ma Mère

A celui qui a consacré toute sa vie pour me guider et m'assister : Mon Père

A mes trois frères : abdelouhab, abednnour, Yacine

A toute la famille OTMANI



**LINDA**

## DEDICACE

*Je dédie ce travail*

*À mes chers parents, pour tous leurs sacrifices, leurs encouragements, leur attention et leur soutien moral. Ils ont été un réconfort constant. Ils ont veillés à mon éducation avec infiniment d'amour et d'affection.*

*À mes chers trois frères Ahmed, Said, Halim*

*A mes deux chères sœurs Samia et Souhila qui ont été toujours pour moi un exemple à suivre. Aucune dédicace ne peut exprimer mes sentiments je leur souhaite une vie pleine de bonheur et de réussite.*

*A ma belle-sœur et ces trois petits Ouilem, Adine, Roufane*

*À mes chères collègues Ferial, Nora, Sara, Nadjia et Sabrina qui ont été toujours avec moi, à qui je souhaite une vie pleine de bonheur, de santé et de réussite.*

*Souad*

## *Liste des abréviations*

**A.O.C.S:** American oil chemistry society.

**FAO :** Food and agriculture organisation.

**OMS :** L'organisation mondiale de la santé.

**AGL :** Acides gras libres.

**MG :** Matière grasse.

**A :** Acidité.

**Ii :** Indice d'iode.

**Is :** Indice de saponification.

**Ip :** Indice de peroxyde

**np<sup>20</sup> :** Indice de réfraction à 20°C.

**D<sub>20</sub> :** Densité à 20°C.

**V<sub>20</sub> :** Viscosité à 20°C.

**g :** Gramme.

**m<sup>2</sup> :** Mètre Carré.

**Méq :** Milliéquivalent.

**min :** Minutes.

**Ppm :** Partie Par Million.

**pH :** Potentiel d'hydrogène.

**% :** Pourcentage.

**°C:** Degré Celsius.

**PH :** Phosphatides hydratables.

**PNH :** Phosphatides non hydratables.

**H<sub>2</sub>So<sub>4</sub> :** Acide sulfurique.

**KOH :** Hydroxyde de potassium.

**H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> :** Acide phosphorique.

**NaOH :** Hydroxyde de soude.

**Nacl :** Chlorure de sodium.

**NaI :** Iodure de sodium.

**I<sub>2</sub> :** Iode libéré.

**KI :** Iodure de Potassium.

**PLA<sub>1</sub> :** Phospholipase A<sub>1</sub>.

**PLA<sub>2</sub> :** Phospholipase A<sub>2</sub>.

**HAP:** Hydrocarbures polycycliques aromatiques.

**NE :** Norme d'entreprise.

**CO.G.B :** Corps gras de Bejaia.

**S.I.A.N :** Société Industrielle de l'Afrique de Nord.

**SO.GE.D.IA :** Société de Gestion et de Développement des Industries Alimentaires.

**E.N.C.G :** Entreprise Nationale des Corps Gras.

**M :** Masse Molaire.

**m :** Masse.

**N :** Normalité.

**V :** Volume.

**ml :** Millilitre.

**mol :** Molle.

**L:** Litre.

**Kg :** kilogramme.

**HB :** Huile brute.

**USB:** United Soybean Board.

## *Liste des figures*

|   |    |
|---|----|
| <b>Figure 1 :</b> Graines de soja .....   | 3  |
| <b>Figure 2 :</b> Formules chimiques des trois principales phosphatides.....  | 7  |
| <b>Figure 3:</b> Les étapes du raffinage chimique d'huile de soja au niveau de CO.G.B .....                         | 11 |
| <b>Figure 4 :</b> Les sites d'action des différents types de phospholipases .....                                   | 16 |
| <b>Figure 5 :</b> Les étapes du raffinage enzymatique .....   | 17 |
| <b>Figure 6 :</b> Mode action de Quara (PLA <sub>1</sub> ) .....  | 18 |
| <b>Figure 7 :</b> Organigramme de méthodologie de travail .....   | 22 |
| <b>Figure 8 :</b> Description de l'installation du dégomme enzymatique a échelle laboratoire ...                    | 25 |
| <b>Figure 9 :</b> appareil « Lovibond ».....  | 27 |
| <b>Figure 10 :</b> Schéma de dosage du phosphore .....  | 37 |
| <b>Figure 11 :</b> évolution de l'acidité lors du dégomme chimique et enzymatique de l'huile de soja .....          | 43 |
| <b>Figure 12 :</b> évolution du taux de phosphore lors de dégomme chimique et enzymatique de l'huile de soja.....   | 44 |
| <b>Figure 13:</b> évolution de l'indice de peroxyde lors du dégomme chimique et enzymatique de l'huile de soja..... | 46 |

## *Liste des tableaux*

|  |    |
|--|----|
| <b>Tableau 1 :</b> Composition moyenne des graines de soja entières .....                                    | 4  |
| <b>Tableau 2 :</b> Paramètre chimique et physique de l'huile de soja .....                                   | 5  |
| <b>Tableau 3 :</b> Composition en acide gras de l'huile de soja .....  | 6  |
| <b>Tableau 4 :</b> Composition de l'insaponifiable de l'huile de soja .....                                  | 7  |
| <b>Tableau 5 :</b> Constituants indésirables dans les huiles « brutes » éliminés au cours du raffinage ..... | 9  |
| <b>Tableau 6 :</b> Caractéristique du raffinage chimique et enzymatique .....                                | 19 |
| <b>Tableau 7 :</b> Déterminations des avantages et inconvénients du raffinage chimique .....                 | 20 |
| <b>Tableau 8 :</b> Déterminations des avantages et inconvénients du raffinage enzymatique.....               | 21 |
| <b>Tableau 9 :</b> Caractéristiques de l'enzyme utilisée .....   | 23 |
| <b>Tableau 10 :</b> Résultats des Analyses physico-chimiques de l'huile brute de soja.....                   | 40 |
| <b>Tableau 11 :</b> Résultats de mesure du pH .....  | 41 |
| <b>Tableau 12 :</b> Résultats de mesure de l'acidité .....   | 42 |
| <b>Tableau 13 :</b> Résultats des teneurs en phosphore en fonction de la quantité d'enzyme ajoutée .....     | 42 |

# Sommaire

|  |   |
|--|---|
| Introduction .....   | 1 |
| <b>Chapitre I : Généralités sur les corps gras et les procédés de raffinage de l'huile de soja</b> |   |

## **Partie 1 :Généralités sur les corps gras**

|   |   |
|---|---|
| I.1.1.Définition et origine de l'huile de soja .....                | 3 |
| I.1.2. Composition de la graine .....                               | 4 |
| I.1.3.Extraction de l'huile de soja .....                           | 4 |
| I.1.3.1.Extraction par presse continues (extraction physique) ..... | 4 |
| I.1.3.2.Extraction par solvant (extraction chimique) .....          | 4 |
| I.1.4.Huile de soja.....  | 5 |
| I.1.4.1.Définition .....  | 5 |
| I.1.4.2.Composition de l'huile de soja .....                        | 5 |
| I.1.4.2.1.Paramètres physiques et chimiques .....                   | 5 |
| I.1.4.2.2.Composition en acides gras .....                          | 5 |
| I.1.4.2.3.Phospholipides .....                                      | 6 |
| I.1.4.2.4.Composition de l'huile de soja en insaponifiables .....   | 7 |

## **Partie 2 : Raffinage de l'huile de soja**

|   |    |
|---|----|
| I.2.1.Définition du raffinage des huiles végétales..... | 8  |
| I.2.2.Objectif du raffinage .....                       | 8  |
| I.2. 3.Types du raffinage .....                         | 10 |
| I. 2.3.1.Procédé de raffinage chimique .....            | 10 |
| I.2.3.1.1.Dégommage .....                               | 12 |
| I.2.3.1.1.1.Définition et objectifs .....               | 12 |
| I.2.3.1.1.2.Principe .....                              | 12 |
| I.2.3.1.1.3.Mécanisme de dégommege .....                | 13 |
| I.2.3.1.2.Neutralisation .....                          | 14 |
| I.2.3.1.3.Lavage .....                                  | 14 |
| I.2.3.1.4.Séchage .....                                 | 14 |

|   |    |
|---|----|
| I.2.3.1.5.Décoloration.....   | 15 |
| I. 2.3.1.6.Désodorisation .....   | 15 |
| I.2.3.2. Procédé de Raffinage enzymatique.....                                | 15 |
| I.2.3.2.1.Dégommage enzymatique.....  | 15 |
| I.2.3.2.1.1.Définition .....  | 15 |
| I.2.3.2.1.2.Objectifs.....  | 15 |
| I.2.3.2.1.3.Principe .....  | 16 |
| I.2.3.2.2.Généralités sur l'enzyme de Quara.....                              | 18 |
| I.2.3.2.2.1.Mode action de Quara.....   | 18 |
| I.2.4.Etude comparative des deux procédés du raffinage.....                   | 19 |
| I.2.4.1.Comparaison .....   | 19 |
| I.2.4.2.Avantages et inconvénients du raffinage chimique et enzymatique ..... | 20 |

## **Chapitre II : Matériels et méthodes**

|   |    |
|---|----|
| II.1.échantillonnage .....  | 22 |
| II.2.Méthodologie de travail .....  | 22 |
| II.3.Caractéristiques de l'enzyme utilisée .....  | 23 |
| II.4. Conditions opératoires de l'enzyme .....  | 23 |
| II.5.Dégommage enzymatique à l'échelle laboratoire .....  | 23 |
| II.6.Les analyses physico-chimiques effectuées sur l'huile de soja (huile brute et dégommée)..... | 26 |
| II.6.1.Analyses physiques.....  | 26 |
| II.6.1.1.Détermination du pH par la méthode potentiométrique (NOVOZYMES) .....                    | 26 |
| II.6.1.2. Détermination de la couleur [NE 1.2-364-1989 .....                                      | 27 |
| II.6.1.3.Humidité (ISO 662deuxième édition 15-09-1998).....                                       | 28 |
| II.6.1.4.Densité (Méthode conventionnelle).....   | 29 |
| II.6.2.Analyses chimiques .....   | 30 |
| II.6.2.1. Acidité.....  | 30 |
| II.6.2.2.Détermination de l'indice de peroxyde [NE 1.2-50- 1985] .....                            | 31 |
| II.6.2.3.Indice de saponification (ISO 3657 troisième édition 15-08-2000) .....                   | 33 |
| II.6.2.4.Dosage du phosphore (AOCS Official Method Ca 12-55 corrigée 1992) 35                     |    |

## **Chapitre III : Résultats et discussions**

|   |    |
|---|----|
| III.1. Résultats d'analyses physico-chimiques .....   | 39 |
| III.1.1. Huile brute .....  | 39 |
| III.1.2. Huile dégommée (enzymatique) .....   | 40 |
| III.1.2.1. Résultats de la détermination de pH (dégommage enzymatique)                      | 40 |
| III.1.2.2. Résultats de la détermination de l'acidité (dégommage enzymatique) .....         | 41 |
| III.1.2.3. Résultats de la détermination de Taux de phosphore (dégommage enzymatique) ..... | 41 |
| III.1.3. Huile dégommée (chimique et enzymatique) .....                                     | 42 |
| III.1.3.1. Acidité .....  | 42 |
| III.1.3.2. taux de phosphore.....   | 43 |
| III.1.3.3. Indice de peroxyde .....   | 44 |

## **Conclusion**

## **Synthèse bibliographie**

# *Introduction*

Les corps gras alimentaires, un des éléments essentiels de notre alimentation, comprennent les huiles et graisses d'origine végétale ou animale, les beurres et les margarines (**Uzzan, 1980**).

Ils jouent un rôle nutritionnel, grâce à l'apport énergétique d'acides gras essentiels et de vitamines liposolubles, et un rôle organoleptique par leur contribution à la texture et à la stabilité des aliments ainsi que par leurs emplois culinaires (**Cheftel et Cheftel, 1977**).

Les huiles végétales brutes contiennent un certain nombre de constituants mineurs et même de contaminants qu'il faut éliminer (**Gibon et Tirtiaux, 1998**). Une technologie récente appelée « raffinage » a été mise en œuvre (**Denise, 1992**) afin de fournir au consommateur un produit d'aspect engageant, au goût neutre et résistant à l'oxydation (**Gibon et Tirtiaux, 1998**).

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

Les procédés de raffinage des huiles alimentaires ont pour objectif principale de retirer les impuretés (acides gras libres, matières en suspension, cire, pigments, traces de pesticides et d'oligo-métaux, etc.) qui nuisent à la qualité de l'huile (goût, odeur, apparence, stabilité) sans pour autant altérer les triglycérides et avec une perte aussi minime que possible.

Le dégommeage ou démulagination est la première étape du raffinage des huiles, qui consiste à éliminer les phospholipides communément appelés phosphatides ou gommes, leur présence engendre des difficultés dans les étapes ultérieures du raffinage et donnent à l'huile un aspect peu engageant.

A cet effet, deux méthodes ; chimique et enzymatique ont été développées afin d'éliminer ces impuretés présentes dans l'huile brute. Le premier qui est chimique s'effectue avec l'acide phosphorique comme agent démulaginant et le deuxième est enzymatique utilisant l'acide citrique couplé à l'enzyme.

L'objectif de notre travail est d'effectuer une étude comparative des procédés du raffinage chimique et enzymatique de l'huile de soja.

Notre étude au niveau du complexe de production CO.G.B « La belle » nous a permis d'assister aux opérations du raffinage chimique et enzymatique de l'huile de soja.

Ce manuscrit se présente en trois chapitres :

- Le premier chapitre est organisé en deux parties : dont la première sera consacrée aux généralités sur les corps gras ainsi que la méthode d'extraction. Dans la seconde partie, nous allons étudier les procédés de raffinage chimique et enzymatique de l'huile de soja, nous nous intéresserons plus en détails au dégomme chimique et enzymatique. Et au deuxième chapitre nous décrivons les différentes méthodes d'analyses effectuées sur l'huile de soja à la dégomme.
- Le troisième chapitre est consacré aux résultats et discussions et on terminera par une conclusion.

***Chapitre I***  
*Généralités sur les*  
*corps gras et les*  
*procédés de raffinage*  
*de l'huile de soja*

## Partie 1 : Généralités sur les corps gras

### I.1.1. Définition et origine de soja

Le Soja (*Glycine max*), est une plante de la famille des légumineuses, sous famille des « papilionoideae ». Le Soja est originaire de la Chine, et son utilisation par l'homme remonte probablement aux alentours du XV<sup>ème</sup> siècle avant Jésus Christ.

Ce n'est cependant qu'au cours du dernier siècle que le Soja s'est développé comme culture au plan mondial, avec l'utilisation de cette graine en trituration industrielle aux USA d'abord, puis en Europe et en Amérique du sud. Le soja est cultivé principalement pour sa graine, qui a plusieurs usages dans les secteurs alimentaires et non alimentaires (l'huile entre dans la fabrication de peintures ou biodiesel, etc. (Debruyne, 2001).

La plante est annuelle, herbacée, dressée et peut atteindre une hauteur de 1,5 m. Le soja est cultivé principalement pour sa graine, qui possède plusieurs usages dans les secteurs alimentaires et industriels. Il constitue une des principales sources d'huile végétale comestible et de protéines destinées à l'alimentation animale (Aciá, 1996).



Figure 1 : Graines de soja.

### I.1.2. Composition de la graine

Les graines de soja constituent une excellente source de protéines de haute valeur nutritive et d'acides aminés. De plus le soja contient presque 20% en masse de lipides avec l'huile de soja et les phospholipides comme composants les plus importants, comme le montre le tableau 1.

# Chapitre I Généralités sur les corps gras et les procédés de raffinage de l'huile de soja

Tableau 1 : Composition moyenne des graines de soja entières (I. Debruyne, 2001).

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

## I.1.3. Extraction de l'huile de soja

### I.1.3.1. Extraction par presses continues (extraction physique)

L'ensemble des traitements permettant l'obtention de l'huile des graines est dénommé la trituration. Cette trituration comprend les étapes suivantes :

- **Nettoyage** : les graines de soja sont nettoyées par tamisage, ventilation et passage sur des électro-aimants (Kindji, 2001).
- **Broyage, laminage** : Cette opération a pour but de réduire les graines entières de fraction de granulométrie optimale. Elle s'effectue sur des broyeurs lamineurs à cylindres lisses ou cannelés (Pages, 2012).
- **Chauffage** : Se fait dans des chauffoirs à 80-90°C. Cette opération assure la préparation de la pâte en vue de faciliter la sortie de l'huile. De plus, ce traitement thermique favorise la destruction de certaines substances thermolabiles qui sont dans la gaine et qui nuisent à la qualité de l'huile et du tourteau (Uzzan et al., 1980).
- **Pression proprement dite** : S'effectue dans des presses à vis en continu. Elle permet de séparer, d'une part, l'huile et d'autre part, un résidu solide appelé tourteau (Alais et al., 2004).

### I.1.3.2. Extraction par solvant (extraction chimique)

La première étape de ce procédé d'extraction consiste à transformer les gaines en flocons placés dans un extracteur par percolation à écran de vapeur. Le solvant (l'hexane est le plus couramment utilisé) est ensuite percolé à travers un « lit » de flocons de soja, de façon à dissoudre l'huile. Le mélange d'huile et de solvant (miscella) sort de la partie inférieure du lit à travers une plaque perforée (trouée). L'huile de soja brute est obtenue après élimination de l'hexane du miscella (FAO, 1990).

# Chapitre I Généralités sur les corps gras et les procédés de raffinage de l'huile de soja

## I.1.4. Huile de soja

### I.1.4.1. Définition

L'huile de soja est fluide et d'une couleur jaune plus ou moins foncée 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-linoléique. Elle est recommandée pour les assaisonnements) (**J.F. Platon, 1988**).

### I.1.4.2. Composition de l'huile de soja

#### I.1.4.2.1. Paramètres physiques et chimiques

Les principales constantes de l'huile de soja sont données dans le tableau 2 :

**Tableau 2 :** Paramètre chimique et physique de l'huile de soja (**Pouzet, 1992**).

| Paramètres physiques et chimiques        | Les unités des paramètres                    |
|--|--|
| $D^{20}$ : Densité à 20°C                | 0.921-0.924                                  |
| $V^{20}$ : Viscosité à 20°C              | 53-58 (c.p)                                  |
| $n_D^{20}$ : indice de réfraction à 20°C | 1.473-1.477                                  |
| $I_i$ : indice d'iode                    | 125-0.924 (g d'I <sub>2</sub> /100g d'huile) |
| $I_s$ : indice de saponification         | 188-195 (mg KOH/g d'huile)                   |

#### I.1.4.2.2. Composition en acide gras

Les acides gras sont des chaînes hydrocarbonées avec un groupement méthyle —CH<sub>3</sub> à une extrémité et un groupement carboxyle —COOH à l'autre extrémité. Les acides gras peuvent être saturés ou insaturés. La fonction carboxylique réagit avec les alcools et les amines pour former des esters et des amides, c'est sous cette forme combinée qu'ils existent dans les aliments (**Frenot et Vierling, 2001**).

## Chapitre I Généralités sur les corps gras et les procédés de raffinage de l'huile de soja

**Tableau 3** : Composition en acide gras de l'huile de soja (I. Debruyne, 2001).

| Les Acides gras                            | Les teneurs en(%) |
|--|-------------------|
| <b>Acides gras Saturés</b>                 | 11-21             |
| Acide palmitique C <sub>16</sub> :0        | 8-13              |
| Acide stéarique C <sub>18</sub> :0         | 3-6               |
| <b>Acides gras mono-insaturés</b>          | 17-27             |
| Acide oléique C <sub>18</sub> :1           | 17-26             |
| <b>Acides gras polyinsaturés</b>           | 54-72             |
| Acide linoléique C <sub>18</sub> :2        | 50-62             |
| Acide alpha-linolénique C <sub>18</sub> :3 | 4-10              |

### I.1.4.2.3. Phospholipides

Les phospholipides ou phosphatides sont des composés minoritaires que l'on trouve dans certaines huiles brutes.

Il s'agit de composés constitués d'une molécule de glycérol estérifiée en position une et deux par des acides gras et en trois par un phosphate qui peut être libre ou lié (Denise, 1998).

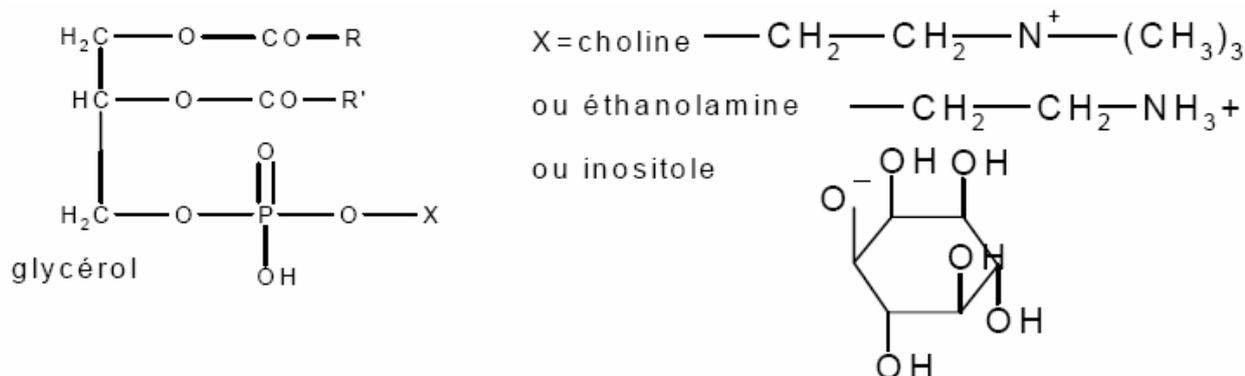
Ils se présentent dans l'huile sous forme :

- Hydratables : ces formes contiennent un groupe fortement polaire, ce sont en particulier la phosphatidylcholine (PC) et la phosphatidyléthanolamine(PE) et a des proportions respectivement de 35% ,25% qui sont aisément éliminés.

- Non hydratables : ce sont les sels de calcium et de magnésium des acides phosphatidiques et des phosphatidylinositols (15%).

Ces formes non hydratables peuvent réagir avec des acides forts en donnant des sels monovalents et des acides, elles deviennent alors hydratables et forment des composés insolubles dans l'huile (Platon, 1988).

## Chapitre I Généralités sur les corps gras et les procédés de raffinage de l'huile de soja



R et R'=Acides gras. x=Choline, Sérine, éthanolamine, Inositol, H

**Figure 2** : Formules chimiques des trois principales phosphatides (Aboiron et Hameury, 2004).

### I.1.4.2.4. Composition de l'huile en insaponifiables

Les insaponifiables sont des composés qui ne participent pas à la réaction de saponification ; ils sont peu solubles dans l'eau et solubles dans les solvants organiques (Poison et Narce, 2003).

- Représente 1.6% de l'huile brute est de 0.6 à 0.7% de l'huile raffinée. Elle se compose essentiellement de stérols et de tocophérols.

**Tableau 4** : Composition de l'insaponifiable de l'huile de soja (Pouzet, 1992).

| Huile de soja          |                                     |
|------------------------|-------------------------------------|
| Type d'insaponifiable  | Teneur (en mg / 100g) de corps gras |
| Tocophérols            | 80 – 167                            |
| -Stérols :             | 250 – 418                           |
| Campastérol            | 19-23                               |
| Stigmastérol           | 17-19                               |
| β-Sisostérol           | -                                   |
| β-Sitostérol           | 47-59                               |
| Teneur en hydrocarbure | -                                   |
| Teneur en alcool       | -                                   |

## Partie 2 : Raffinage des huiles végétales

### I.2.1. Définition du raffinage des huiles végétales

Le raffinage est l'ensemble des opérations qui servent à transformer l'huile brute en un produit comestible en éliminant les impuretés qui le rendent impropres à la consommation en l'état. En effet, les huiles contiennent de nombreux composés : certains sont très utiles (vitamines, insaponifiables, ...), d'autres sont nuisibles à leur qualité (gommes, acides gras libres, pigments, agents odorants, ...).

### I.2.2. Objectif du raffinage

L'objectif du raffinage de l'huile brute de soja est :

- Fournir une huile répondant aux attentes du consommateur et de l'industriel (**Pages, 2012**).
- Améliorer les caractères organoleptiques et la stabilité des huiles, il rend l'huile consommable et commercialisable (**Vierling, 2008**).
- Débarrasser les huiles brutes son contenu en éléments mineurs non triglycéridiques (Phospholipides, métaux, acides gras libres, savons, pigments, produits d'oxydation...) qui ont un effet néfaste sur sa qualité en termes de stabilité oxydative.
- Il convient par ailleurs de ne pas endommager la fraction triglycéridique (polymérisation, transisomérisation, etc.) Et de conserver un maximum de constituants reconnus comme bénéfiques (tocophérols, tocotriénols, stérols, etc.) (**Maes et al., 2005**).

## Chapitre I Généralités sur les corps gras et les procédés de raffinage de l'huile de soja

**Tableau 5 :** Constituants indésirables dans les huiles « brutes » éliminés au cours du raffinage (Pagés –Xatart-Parés, 2008).

| Nature des constituants  | Origine                                   | Inconvénients de leur présence  |
|--|---|---|
| <b>Acides gras libres</b>  | Constituants naturel libéré par hydrolyse | -Catalyseur d'oxydation<br>-Gout fumé à chaud<br>- Hydrolyse<br>-Instabilité organoleptique |
| <b>Phospholipides</b>  | Constituants naturels                     | -Aspect trouble<br>-Instabilité organoleptique<br>-Dépôt, brunissement à chaud              |
| <b>Produits d'oxydation</b>  | Auto-oxydation                            | -Instabilité organoleptique<br>-Couleur   |
| <b>Flaveurs</b>  | Auto-oxydation<br>Constituants naturels   | - Odeur et gout   |
| <b>Cires</b>   | Constituants naturels                     | -Aspect trouble   |
| <b>Pigments</b>  | Constituants naturels                     | - Couleur<br>-Instabilité organoleptique  |
| <b>Métaux (fer, cuivre)</b>  | Constituants naturels<br>Contamination    | -Catalyseur d'oxydation   |
| <b>Contaminants<br/>Métaux lourds<br/>Pesticides<br/>HAP<br/>Mycotoxines</b> | Contamination                             | -Santé<br>-Hygiène alimentaire  |

## I.2.3. Types du raffinage

On gros, on trouve essentiellement trois types de raffinage : raffinage chimique, physique, enzymatique ; chacune d'eux a ces propres spécificités.

Nous, dans notre travaille, on se basera beaucoup plus sur le raffinage chimique et enzymatique, plus précisément sur la premier étape de raffinage qui est le dégommeage autrement dite déémucilagination.

### I.2.3.1. Procédé de raffinage chimique

Le processus chimique le plus utilisé et le mieux connu est celui qui utilise la soude caustique, ses différentes étapes sont (**Rajkumar et al., 2010**) :

- Dégommeage
- Neutralisation
- Lavage
- Séchage
- Décoloration
- Désodorisation

# Chapitre I Généralités sur les corps gras et les procédés de raffinage de l'huile de soja

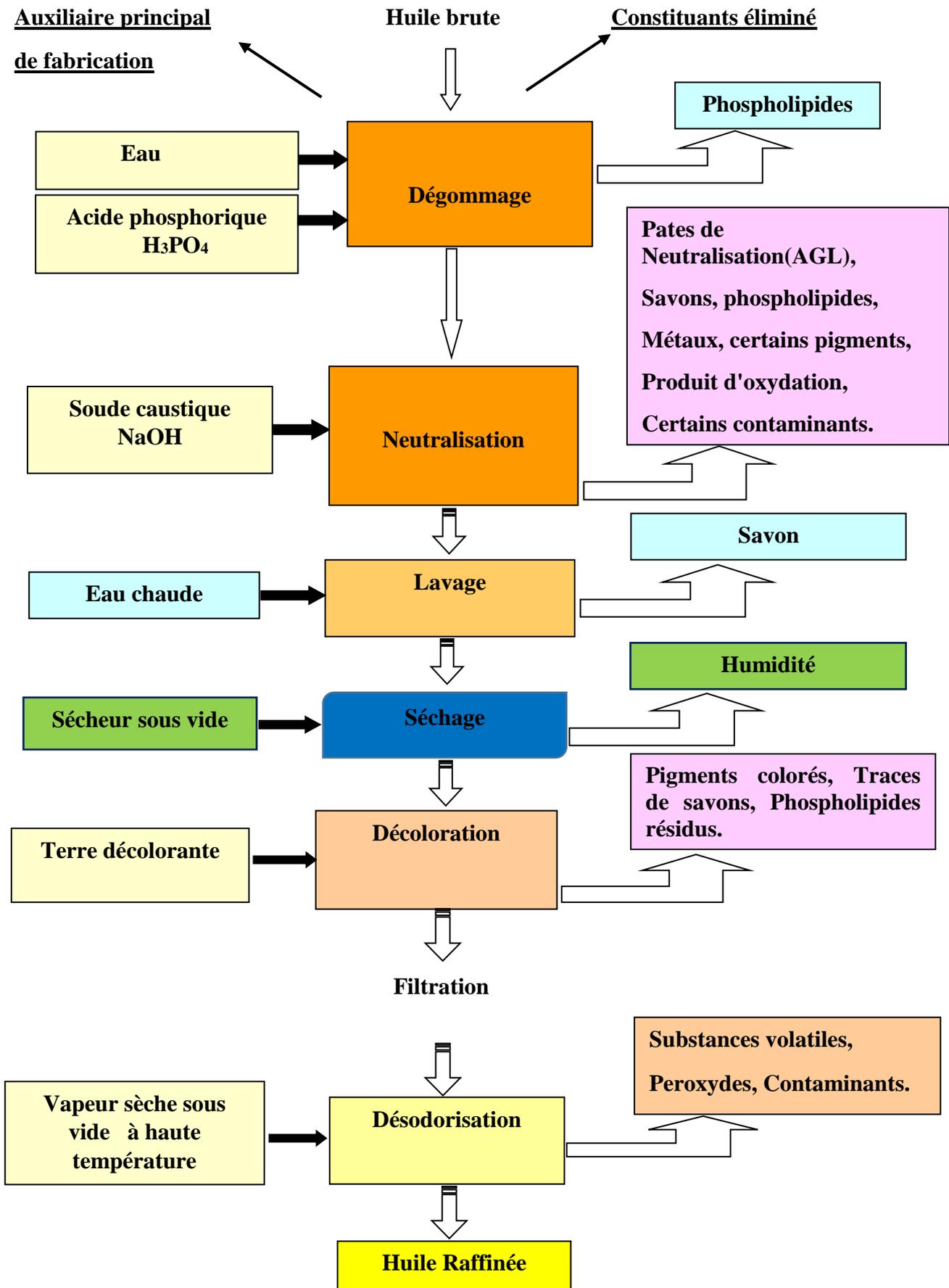


Figure 3 : Les étapes du raffinage chimique d'huile de soja au niveau de CO.G.B.

# Chapitre I Généralités sur les corps gras et les procédés de raffinage de l'huile de soja

---

## I.2.3.1.1. Dégommage

### I.3.1.1.1.1. Définition et objectifs

Ce processus est généralement considéré comme la première étape du raffinage de l'huile. L'objectif de cette étape est d'éliminer les phospholipides ou gommes. L'élimination du phosphore, est toujours importante et indispensable à réaliser (**Juan R .Rodriguez Garrido, 1999 & Victoria Ruiz Mendez, 1999**).

La présence de phosphatides dans les huiles brutes entraîne un certain nombre d'inconvénients (**J .Denise, 1992 & Enrique Graciani Constanté, 1999**) :

- Les composés phosphorés (phospholipides) 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.

### I.2.3.1.1.2. Principe

Plusieurs procédés ont été développés pour améliorer le dégomme, par l'ajout de divers réactifs destinés essentiellement à réguler le pH. La technique la plus couramment employée consiste à disperser dans l'huile brute des acides comme l'acide phosphorique, citrique, acétique ou oxalique...etc. (**Ika Amalia Kartika, 2005**).

Le dégomme consiste à éliminer une faible quantité de produits dont l'ensemble est Désigné sous le nom « mucilage » et comprend surtout des phospholipides (phosphatides) (hydratable PH et non hydratables PNH) (**R. François, 1974**).

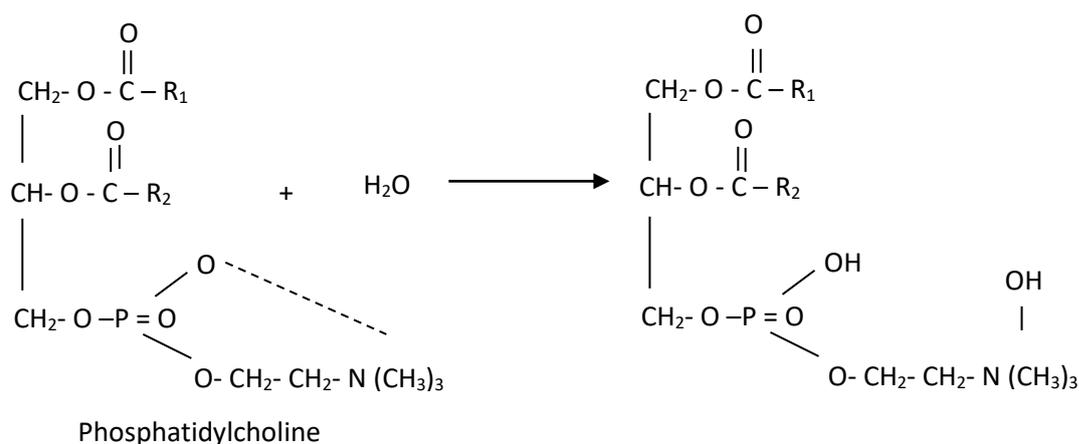
La technique la plus utilisée est la dispersion dans l'huile brute chauffée à 60°C 1 à 3% d'acide phosphorique, Après un brassage durant 20min, le mélange est chauffé à 80°C à 90°C et reçoit un ajout de 2 à 3% d'eau avant d'être brassé à nouveau pendant 20min pour permettre l'hydratation des phospholipides. Le mélange est refroidi jusqu'à 50°C pour insolubiliser les phosphatides avant leur séparation par centrifugation (**Denise, 1992**).

# Chapitre I Généralités sur les corps gras et les procédés de raffinage de l'huile de soja

## I.2.3.1.1.3.Mécanisme de dégomme

Les phosphatides s'adsorbent aux interfaces (huile-air), (huile-eau) en donnant des couches condensées. L'ajout de l'eau à une huile brute contenant des phosphatides hydratables, 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 feuilletts moléculaires provenant de l'association des groupements polaires des phosphatides avec l'eau (**R. François, 1974**).

Le mécanisme de cette réaction est le suivant (**Benbouabdellah.S & Benkhoudja. N, 2001**) :

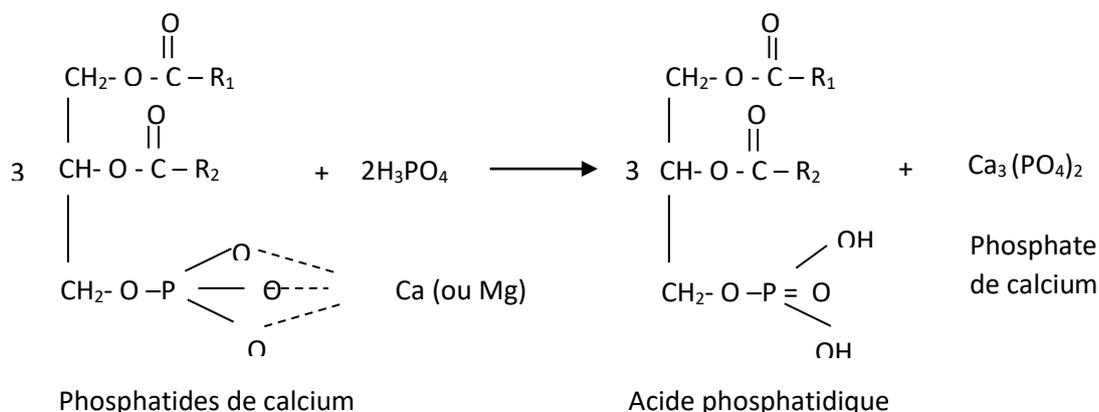


Les phosphatides non hydratables (PNH), sont composés en majeure partie de sels de calcium et de magnésium des acides phosphatidiques. La présence de ces ions bivalents suggèrent la possibilité d'association entre deux molécules de phospholipides ou entre une molécule donnant ainsi un complexe peu polaire, peu hydrophile et complètement liposoluble (**R. François, 1974**).

L'acide phosphorique décompose les sels de calcium et de magnésium des acides phosphatidiques qui réduisent leur solubilité, comme conséquence, il se forme des précipités de phosphate de calcium et de magnésium et libération d'acide phosphatidique (transformation des phospholipides non hydratables en phospholipides hydratables (**A.Dijkstra 1998**)).

# Chapitre I Généralités sur les corps gras et les procédés de raffinage de l'huile de soja

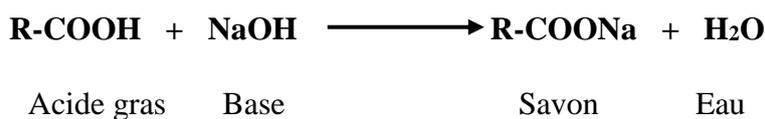
Le mécanisme de cette réaction est le suivant (Benbouabdellah.S & Benkhoudja. N, 2001) :



## I.2.3.1.2. Neutralisation

C'est l'étape la plus importante et la plus délicate où s'effectue l'élimination des acides gras libres, qui risquent de donner à l'huile un goût désagréable. La neutralisation s'effectue le plus souvent par addition de soude qui transforme les acides gras libres en savon que l'on sépare ensuite par centrifugation en même temps que les autres impuretés (J. Tremolieres et al, 1980, J. Denise, 1992).

La soude joue également un rôle de décoloration partielle. La neutralisation par les bases élimine les acides gras libres sous forme de savons appelés communément « pâtes de neutralisation » suivant la réaction (J. Denise, 1992):



Cette étape doit s'effectuer dans des conditions respectant la concentration de la soude, car un excès de NaOH peut saponifier l'huile neutre ce qui diminue le rendement.

## I.2.3.1.3. Lavage

On effectue des lavages pour éliminer les traces de savon restantes dans l'huile, ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides et autres impuretés et ces lavages se font à l'eau chaude (90°C à 95°C), et l'eau savonneuse est séparée par centrifugation (Denise, 1992).

## I.2.3.1.4. Séchage

L'humidité présente dans l'huile doit être éliminée avant l'opération de décoloration car elle peut provoquer un colmatage rapide des filtres, surtout en présence des savons et inhibé la terre décolorante.

## Chapitre I Généralités sur les corps gras et les procédés de raffinage de l'huile de soja

---

La technique de séchage est simple : l'huile sortant du séparateur centrifuge est pulvérisée dans un sécheur relié à un système de vide pour aspirer les vapeurs d'eaux. L'huile est prête à être décolorée (Denise, 1992).

### I.2.3.1.5. Décoloration

Cette opération vise à éliminer les pigments (caroténoïdes et chlorophylle) et autres matières colorantes dissous dans l'huile par voie physique uniquement. Cette opération se fait à l'aide de terres décolorantes ou de charbons actifs (Denise, 1992).

### I.2.3.1.6. Désodorisation

Dernière étape de raffinage, son but est essentiellement d'éliminer les flaveurs (aldéhydes, cétones, peroxydes, alcools et des produits organiques contenus en faible quantité et pour la plupart volatils) de l'huile afin qu'elle soit plate de goût et d'odeur, souhait du consommateur actuel. Elle est effectuée à haute température (220 à 260°C) ; l'huile désodorisée doit présenter des caractéristiques physiques et chimiques qui lui garantissent une stabilité suffisante dans le temps (Denise, 1992).

## I.2.3.2. Procédé de Raffinage enzymatique

### I.2.3.2.1. Dégommage enzymatique

#### I.2.3.2.1.1. Définition

La méthode la plus récente pour dégommer les huiles végétales est le dégomme enzymatique. Cette technique a été développée par Iurgi au sujet du projet «Enzymax process » (Ika Amalia Kartika, 2005). Le procédé de dégomme enzymatique des huiles est une forme du raffinage physique dans laquelle une phospholipase est employée pour convertir les phosphatides non hydratés en leurs formes hydratés, insolubles dans l'huile, et séparer par centrifugation continue (Yang et al, 2006).

#### I.2.3.2.1.2. Objectifs

L'enzyme utilisée est une phospholipase A<sub>1</sub> (Quara) qui est capable de convertir les phospholipides non hydratés en lyso-phospholipides hydratés qui seront éliminés avec les mucilages (Gibon et Tritiaux, 1998).

Selon le site d'action de l'enzyme on distingue cinq sous-classes de phospholipase :

A<sub>1</sub>, A<sub>2</sub> (les plus utilisées), B, C et D (figure 4) (Münch, 2004) :



## Chapitre I Généralités sur les corps gras et les procédés de raffinage de l'huile de soja

Une fois la réaction est terminée, après 4 à 6 heures à une température de 45 à 55°C, l'huile est réchauffée à 70°C afin de désactiver l'enzyme puis séparer l'émulsion mécanique par centrifugation et éliminer les mucilages pour produire une huile quasiment exempte de phosphore. (Strayer et al, 2006).

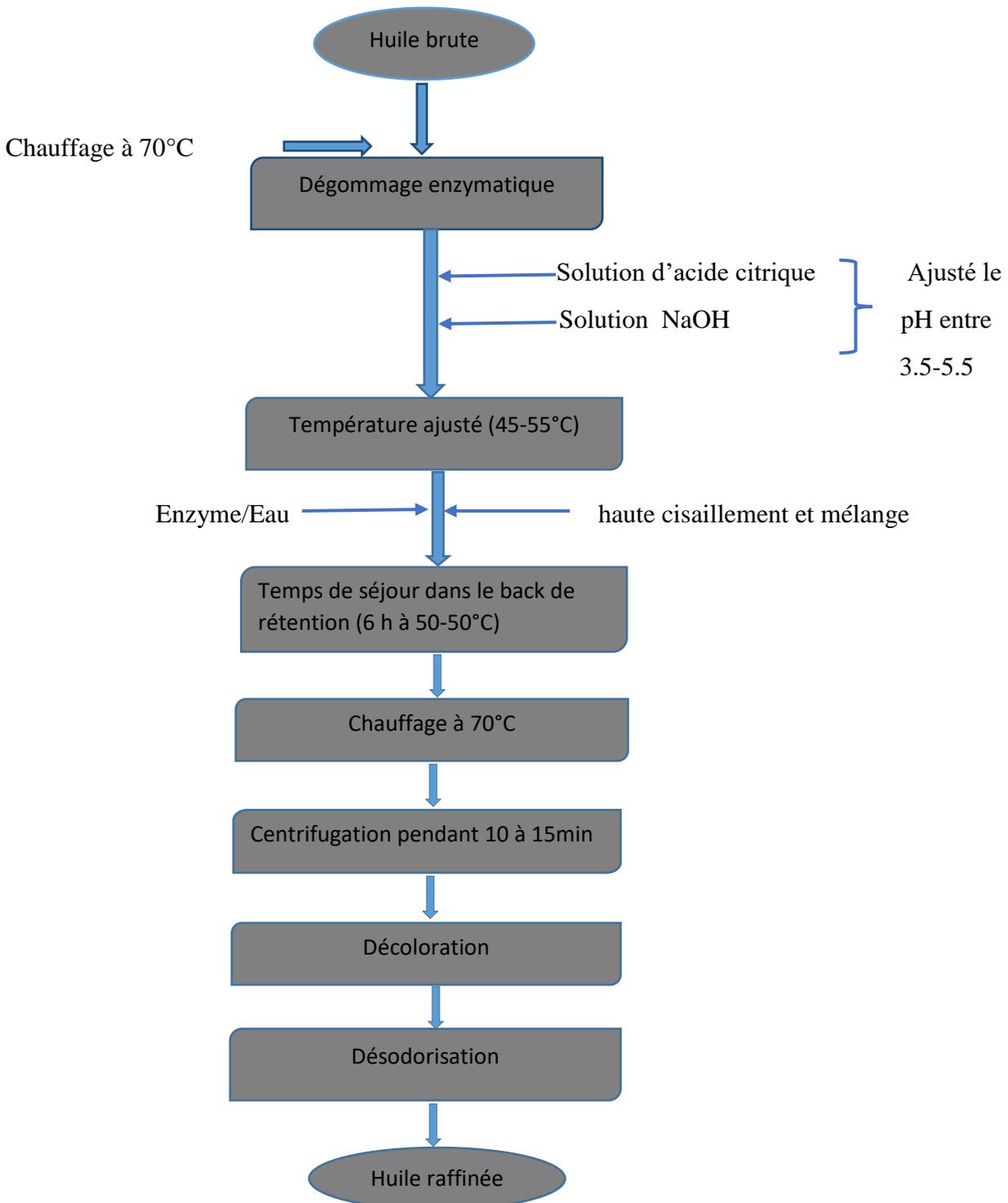


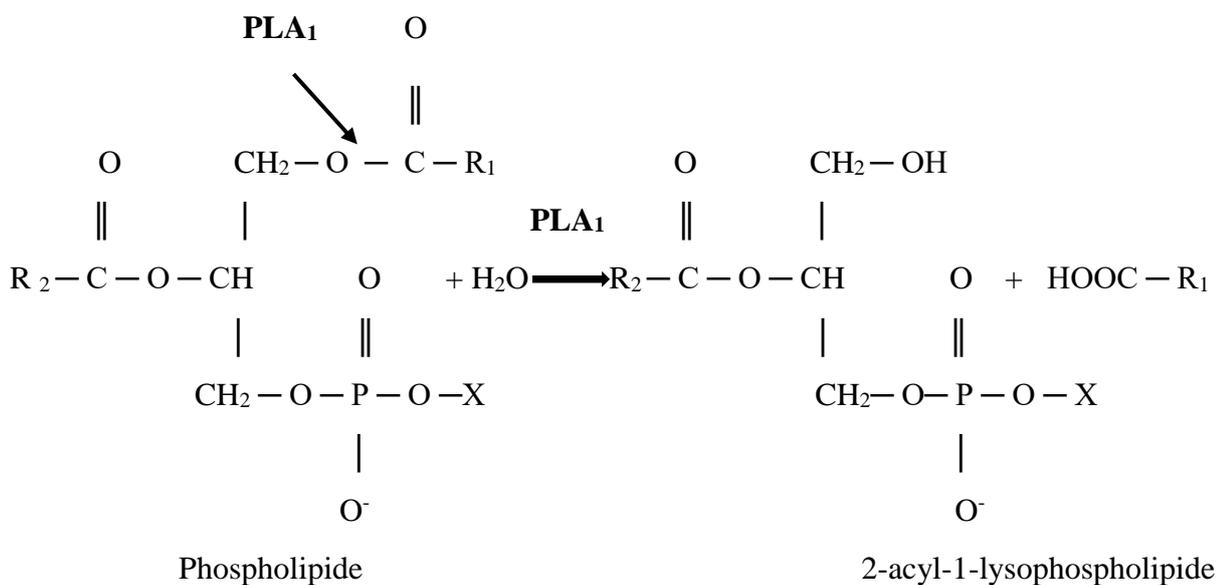
Figure 5 : Les étapes du raffinage enzymatique (Lorenz.2012 ; Novozyme.2013).

## I.2.3.2.2. Généralités sur l'enzyme de quara

Quara est une enzyme de qualité alimentaire, a été mise au point par **Novozymes** et utilisée pour la première fois en 2016. C'est une phospholipase de troisième génération (A<sub>1</sub>) d'origine Microbienne (*Thermomyces lanuginosus*/*Fusarium oxysporum*). Cette enzyme est produite par fermentation submergée d'*Aspergillus oryzae* génétiquement modifiée. Elle possède un ester carboxylique hydrolase capable de transformer les phospholipides non hydratés en lyso-phospholipides hydratés (**Fiche de données du produit : Quara**).

### I.2.3.2.2.1. Mode action de Quara

Quara (phospholipase A<sub>1</sub>) est une enzyme hydrolytique qui catalyse le déplacement du groupe acyl de la position 1 du phospholipide pour former un lyso-phospholipide et un acide gras libre. L'enzyme hydrolyse les phospholipides en libérant les acides gras dans la phase huileuse, rendant ainsi la molécule plus hydrophile. Cette dernière est éliminée par centrifugation dans la phase aqueuse (**Munch, 2004**).



(R<sub>n</sub> : Chaîne d'acide gras ; X : H, Choline, éthanolamine)

**Figure 6** : Mode action de Quara (PLA<sub>1</sub>).

# Chapitre I Généralités sur les corps gras et les procédés de raffinage de l'huile de soja

## I.2.4. Etude comparative des deux procédés du raffinage

### I.2.4.1. Comparaison

**Tableau 6:** Caractéristique du raffinage chimique et enzymatique (Karleskind et Denise ,1992 ; Munch, 2004).

| <b>Caractéristique</b><br><b>Raffinage</b> | <b>Raffinage chimique</b>  | <b>Raffinage enzymatique</b>   |
|--|--|--|
| <b>Démucilagination</b>                    | - Utilisation des solutions chimiques telles que l'acide phosphorique (H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> ). | -Démucilagination avec des enzymes « QUARA ».  |
| <b>Neutralisation</b>                      | -Avec la soude caustique (NaOH) (Création des pâtes de neutralisation (savons)).                         | -NaOH à 14%, une petite quantité d'acide citrique.<br>-L'ajout de NaOH c'est pour ajuster le pH pour l'enzyme. |
| <b>Séparation</b>                          | -l'huile dégommée neutraliser est séparée des savons et des autres impuretés.                            | -l'huile dégommée est séparé de l'enzyme et des mucilages par centrifugation.                                  |
| <b>Le lavage</b>                           | -Avec de l'eau purifiée pour éliminer les substances alcalines à l'aide des séparateurs.                 | -Pas de lavage.  |
| <b>Le séchage</b>                          | -Utilisation d'un sécheur sous vide pour éliminer l'humidité dans l'huile lavée.                         |  |

- La différence entre le procédé chimique et enzymatique c'est que le premier utilise des quantités importantes des substances chimiques (NaOH, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>.....), par contre l'enzymatique fait appel à des phospholipase (enzyme), et malgré l'utilisation des produits chimique mais en faibles quantités.

## Chapitre I Généralités sur les corps gras et les procédés de raffinage de l'huile de soja

### I.2.4.2. Avantages et inconvénients du raffinage chimique et enzymatique

Le tableau 7 présente les avantages et les inconvénients du raffinage chimique

**Tableau 7** : Déterminations des avantages et inconvénients du raffinage chimique (Munch, 2003; Novozymes 2002).

| Avantages  | Inconvénients   |
|--|---|
| <ul style="list-style-type: none"><li>-Élimination totale des substances indésirables telles que les traces métalliques, avec une présence de 2 à 5 ppm /Kg de phosphore.</li><li>-Effet décolorant de la neutralisation à la soude, ce qui facilite les étapes de décoloration et de désodorisation.</li><li>-Le dosage de la terre décolorante est inférieur à celui de raffinage enzymatique.</li><li>-Récupération des huiles acides d'une moindre que celle du raffinage enzymatique.</li></ul> | <ul style="list-style-type: none"><li>-Produits d'importants volumes de pâtes de neutralisation.</li><li>-Les pertes d'huile par entraînement dans les pâtes de neutralisation, dans les eaux de lavage et dans les terres décolorantes.</li><li>-Destruction de la vitamine E anti-oxydante, essentielles à la prévention de l'oxydation de milieu intérieur.</li><li>-Le procédé chimique utilise d'importantes quantités de produits chimique agressifs, qui pouvant avoir un impact négatif sur l'environnement.</li><li>-Consommation de l'énergie électrique plus importante.</li></ul> |

## Chapitre I Généralités sur les corps gras et les procédés de raffinage de l'huile de soja

Le tableau 8 regroupe les avantages et les inconvénients du raffinage enzymatique

**Tableau 8:** Déterminations des avantages et inconvénients du raffinage enzymatique (**Dayton et al, 2004; Novozymes 2002**).

| Avantages   | Inconvénients   |
|---|---|
| <ul style="list-style-type: none"><li>- Elimination totale des substances indésirables telles que les traces métalliques, avec une présence de 0 à 3 ppm /Kg de phosphore.</li><li>- Le dégomme enzymatique ne génère pas des pâtes de neutralisation et permet ainsi d'éviter les pertes d'huile liée à la séparation.</li><li>-consommation moindre de produits chimiques (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, NaOH).</li><li>- Le dégomme enzymatique permet d'éviter la dégradation de la vitamine E, il est donc mieux préservé dans l'huile.</li><li>- Récupération des quantités d'AGL plus importantes par apport au procédé chimique.</li><li>- Pas de lavage donc pas de traitements des eaux de lavage.</li></ul> | <ul style="list-style-type: none"><li>-Contrôle et ajustement du pH et de la température.</li><li>-l'utilisation non parfait des enzymes peut achever la démulagination donc on aura un mauvais rendement des huiles finies.</li><li>- Manque d'information sur les enzymes qui sont généralement importées des pays étrangers.</li><li>-Plus grande consommation de terre décolorante.</li></ul> |

On constate que les avantages du raffinage enzymatique sont plus importants et supérieurs que ceux du raffinage chimique.

***Chapitre II***  
***Matériels et méthodes***

Dans ce chapitre on va présenter les méthodes de prélèvements et les analyses réalisées.

## II.1. Echantillonnage

Les échantillons utilisés dans ce travail sont constitués de l'huile de soja. Les prélèvements des échantillons s'effectuent sur :

- L'huile brute de soja dans le bac de stockage.
- L'huile dégommée (chimique) au niveau du séparateur.

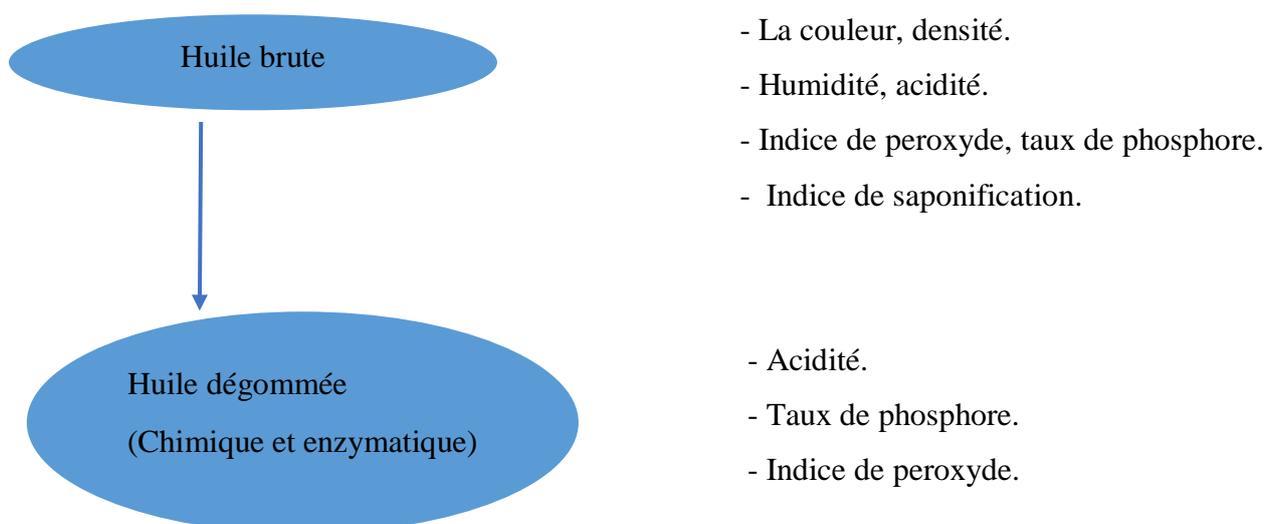
Les échantillons prélevés ont été conservés dans des bouteilles d'une capacité de 5L, à la température du laboratoire et à l'abri de la lumière.

## II.2. Méthodologie de travail

Notre travail est réalisé en deux étapes essentielles :

- La 1<sup>ère</sup> étape est consacrée au suivi des analyses physico-chimiques de l'huile brute de soja au niveau de raffinerie de CO.G.B (la couleur, densité, humidité, acidité, indice de peroxyde, taux de phosphore, indice de saponification).
- La 2<sup>ème</sup> étape qui est l'étape principale de notre travail est consacrée à la réalisation de l'étape de dégommage enzymatique au niveau du laboratoire. Ensuite, nous avons réalisé les analyses relatives de l'étape de dégommage (chimique et enzymatique) : Acidité, taux de phosphore, indice de peroxyde).

La figure 7 montre les différentes analyses effectuées sur l'huile brute et l'huile dégommée (Chimique et enzymatique).



**Figure 7** : Organigramme de méthodologie de travail.

### II.3. Caractéristiques de l'enzyme utilisée

L'enzyme utilisée dans cette étude est une phospholipase A<sub>1</sub>. Cette enzyme est produite par modification génétique d'un micro-organisme et commercialisée sous le nom de QUARA par Novozymes A/S (Bagsvaerd, Denmark). Cette enzyme nous a été gracieusement donnée par CO.G.B, Bejaïa. Les caractéristiques de l'enzyme quara (PLA<sub>1</sub>) sont récapitulées dans le tableau 9.

**Tableau 9 :** Caractéristiques de l'enzyme utilisée.

|                         |            |
|-------------------------|------------|
| Activité                | 75 PLA-L/g |
| Couleur                 | Brune      |
| Forme physique          | Liquide    |
| Densité (g /ml)         | 1.17       |
| Température de stockage | 0-10°C     |

### II.4. Conditions opératoires de l'enzyme

Les conditions optimales de l'activité maximale de l'enzyme sont un pH=5 et une température de 50°C (Si la température est supérieure à 40°C, son activité est prédominante sur les phospholipides et négligeable sur les triglycérides) (Yang et al., 2006).

### II.5. Dégommage enzymatique à l'échelle laboratoire

#### ➤ Calcul de la quantité d'enzyme

Une quantité de solution enzymatique, nécessaire pour la réalisation de différents essais, et prélevées à partir de contenants disposés au niveau de la ligne de fabrication. La solution enzymatique est conditionnée dans un flacon en verre de 250 ml, fermée hermétiquement et conservée au réfrigérateur à une température de 10°C.

Le calcul des volumes d'enzyme à utiliser est effectué comme suit: Pour la quantité d'enzyme recommandée par **NOVOZYMES**, à savoir 30 ppm, les calculs suivants sont effectués :

En détermine d'une part la quantité d'enzyme nécessaire pour 200 g de l'huile brute à traiter :

$$\begin{array}{l}
 30\text{g d'enzymes} \longrightarrow 1 \text{ T huile} \\
 x \text{ g} \longrightarrow 2 \cdot 10^{-4} \text{ T d'huile}
 \end{array}$$

On trouve  $x=0,006 \text{ g}$

D'autre part, l'enzyme n'est pas ajoutée telle que à l'état pur mais sous forme d'une solution diluée à 10% dont on calcule le volume

$$T = \frac{V_i}{V_f} \rightarrow V_f = \frac{\frac{m}{d} * 1000}{T}$$

Où :

$V_i$  = volume d'enzymes initial.

$V_f = V_{enzyme}$  : volume d'enzyme en  $\mu\text{l}$ .

$m$  : masse d'enzyme en g.

$d$  : densité de la solution enzymatique,  $d=1,02$ .

$T$  : taux de dilution, égale à 10%.

1000 : facteur de conversion du volume en  $\mu\text{l}$ .

On trouve :

$$V_{enzyme} = 58 \mu\text{l}$$

### ➤ Mode opératoire

Peser 200 g d'huile brute de soja dans un ballon et le fixer au mécanisme d'agitation, de sorte à ce que le niveau d'huile soit en totalité immergé dans le bain marie. Démarrer l'agitation à 350 tr/min et la maintenir tout au long de la manipulation. Ensuite, il est procédé au chauffage jusqu'à atteindre une température de  $70 \pm 0,1^\circ\text{C}$ . Puis 0,21 ml d'acide citrique monohydraté à 50% sont ajoutés et laissés pendant 20 minutes afin d'obtenir une bonne homogénéisation et permettre la chélation des métaux ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ....).

La température du bain est baissée et maintenue à  $50 \pm 0,1^\circ\text{C}$  (correspondant à la température optimale de l'activité de l'enzyme), la solution de soude caustique à 14% est ajoutée dans le réacteur avec 3 minutes de temps d'agitation par la suite, 5 ml d'eau distillée sont ajoutées (3 minutes).

Enfin, une quantité d'enzymes diluées à 10% est ajoutée. La catalyse est ainsi initiée et dure pendant un temps près –déterminé. A la fin de la réaction, l'agitation est stoppée. Le milieu réactionnel est centrifugé à 3600 tr/min pendant 15 min afin de récupérer la phase légère (huile dégommee) dans des tubes (préformes), (**Figure 8**).





**Figure 8 :** Description de l'installation du dégomme enzymatique a échelle laboratoire.

## **II.6. Les analyses physico-chimiques effectuées sur l'huile de soja (huile brute et dégommee).**

### **II.6.1. Analyses physiques**

#### **II.6.1.1. Détermination du pH par la méthode potentiométrique (NOVOZYMES)**

##### **➤ Principe**

Le pH de l'huile est la différence de potentiel, à la température de mesure, entre deux électrodes immergées dans la phase aqueuse séparée de l'huile émulsionnée, et exprimé en unité du pH.

##### **➤ Matériels**

pH mètre, plaque chauffante.

##### **➤ Mode opératoire**

- Verser dans un bécher de 50 ml, 5 ml d'huile.
- Ajouter 5 ml d'eau distillée chaude.
- Procéder à une agitation sur une plaque chauffante pendant 5 min jusqu'à l'obtention d'une bonne émulsion puis centrifuger à 4000 tr/min pendant 10 min.

- Récupérer la phase légère puis faire l'analyse du pH avec un pH mètre.

➤ **Expression des résultats**

$$\text{pH}_{\text{corrigé}} = \text{pH}_{\text{mesuré}} - 0,26$$

### II.6.1.2. Détermination de la couleur [NE 1.2-364-1989]

➤ **Définition**

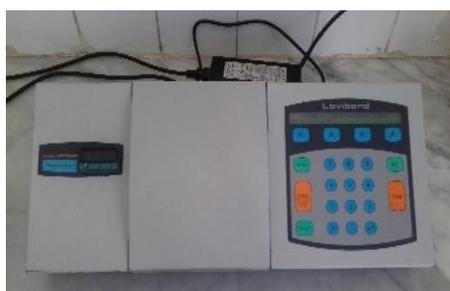
La couleur joue un rôle important dans l'évaluation de la qualité d'un élément. En effet, la couleur d'un aliment est souvent liée à sa maturité, à la mise en œuvre appropriée ou défectueuse d'un traitement technologique ou de mauvaise condition d'entreposage ou à un début de détérioration, l'appareil utilisé pour la détermination de la couleur est appelé « **LOVIBOND** » ; (c'est un colorimètre).

➤ **Principe**

Cette méthode consiste à comparer la couleur de la lumière transmise à travers une certaine couche d'huile à la couleur de la lumière provenant toujours de la même source transmise à travers des lames colorées standardisées.

➤ **Matériels**

On utilise un appareil connu sous le nom de « Lovibond ».



**Figure 9** : Appareil « Lovibond ».

➤ **Mode opératoire**

Verser notre échantillon dans la cellule en verre d'un pouce qu'on place dans l'appareil, la couleur de l'échantillon est lue directement.

➤ **Expression des résultats**

La couleur de l'huile est obtenue par :

La couleur d J/R /B

Où :

J : la valeur de la couleur jaune.

R : la valeur de la couleur rouge.

B : la valeur de la couleur bleu. Dans le cas de l'huile de soja, B=0.

### II.6.1.3. Humidité (ISO 662deuxième édition 15-09-1998)

#### ➤ Définition

C'est la perte en masse que l'huile subit après chauffage à  $103 \pm 20^\circ\text{C}$  pendant 2 heures dans l'étuve, exprimée en pourcentage massique (m/m).

#### ➤ Principe

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

#### ➤ Matériels

Une capsule, étuve, Dessiccateur.



Étuve



Dessiccateur

#### ➤ Mode opératoire

- Peser 2 à 5 g d'huile dans une capsule préalablement séché à l'étuve, refroidie dans un Dessiccateur et taré.
- Introduire la capsule contenant l'huile dans l'étuve réglée à  $103^\circ\text{C}$  pendant 2 heures.
- Peser après refroidissement jusqu'à poids constant.

#### ➤ Expression des résultats

$$H (\%) = [(P_1 - P_2) / (P_1 - P)] \times 100$$

Où :

H : L'humidité en pourcentage

$P_1$  : le poids de capsule et la prise d'essai avant chauffage.

$P_2$  : le poids de la capsule et prise d'essai après chauffage.

$P$  : la masse de la capsule vide.

#### II.6.1.4. Densité (Méthode conventionnelle)

##### ➤ Définition

La densité relative d'une huile à 20°C est le quotient de la masse dans l'atmosphère d'un certain volume de cette huile à une température T°C par masse de même volume à 20°C.

##### ➤ Matériels

Une éprouvette de 250 ml, densimètre, thermomètre.

##### ➤ Mode opératoire

Mettre 200 ml d'huile à analyser dans une éprouvette de 250 ml. Tremper le densimètre avec un thermomètre dans l'éprouvette et attendre qu'il se stabilise. Lire la densité directement sur le densimètre et la température sur le thermomètre.

##### ➤ Expression des résultats

$$\text{Densité à } 20^\circ\text{C} = DT_2 = DT_1 + 0,00069 (T_1 - T_2)$$

Ou :

$DT_1$  : La densité lue directement sur le densimètre à une température  $T_1$ .

$DT_2$  : La densité à une température  $T_2$  qui est égale à 20°C.

$T_1$  : La température lue sur le thermomètre.

$T_2$  : 20°C.

## II.6.2. Analyses chimiques

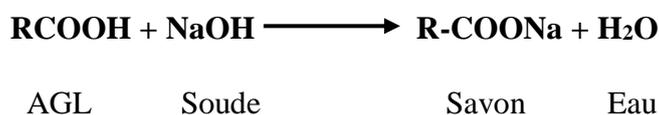
### II.6.2.1. Détermination de l'acidité [NE 1.2-43-1985]

#### ➤ Définition

L'acidité est le pourcentage en masse d'acides gras libres exprimé conventionnellement en acide oléique pour la majeure partie des corps gras.

### ➤ Principe

Neutraliser les acides gras libres présents dans l'huile par une solution de soude en présence d'un indicateur coloré phénolphtaléine, selon la réaction suivante :



### ➤ Matériels

Burette de 10 ml, bécher de 250ml, plaque chauffante, balance électronique.

### ➤ Réactifs

Alcool neutralisé, indicateur coloré (phénolphtaléine), NaOH.

### ➤ Mode opératoire

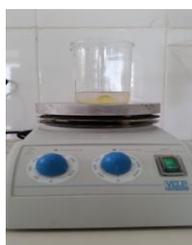
Les étapes de détermination de l'acidité



(1)



(2)



(3)



(4)

- Peser 10 g d'huile dans un bécher de 250 ml.
- Ajouter 75 ml d'alcool neutralisé (éthanol +quelque goutte de phénolphtaléine et titrer avec NaOH).
- Mettre le bécher sur une plaque chauffante jusqu'à dissolution de l'huile.
- Titrer avec le NaOH jusqu'à apparition de la couleur rose persistante.
- Noter le volume dépensé de NaOH.

### ➤ Expression des résultats

$$A(\%) = [(N * M * V) / 1000 * P_E] * 100$$

Où :

A : Acidité de l'huile en (%).

N : Normalité de NaOH (0.1N).

V : Volume de NaOH utilisé pour le titrage (ml).

P<sub>E</sub>: Poids de la prise d'essai (P = 10g).

M : masse molaire de l'acide oléique (M=282g/mol).

### II.6.2.2. Détermination de l'indice de peroxyde [NE 1.2-50-1985]

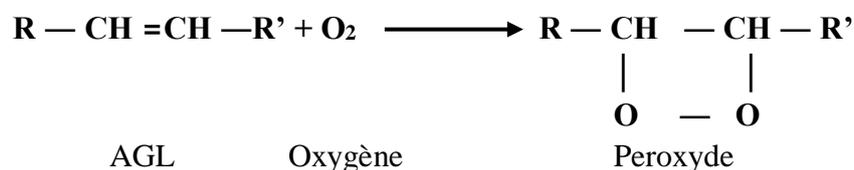
#### ➤ Définition

C'est la quantité de produit présent dans l'échantillon exprimée en Milliéquivalent d'oxygène actif fixé par kilogramme de la matière grasse dans les conditions opératoires décrites. Il nous renseigne sur le degré d'oxydation.

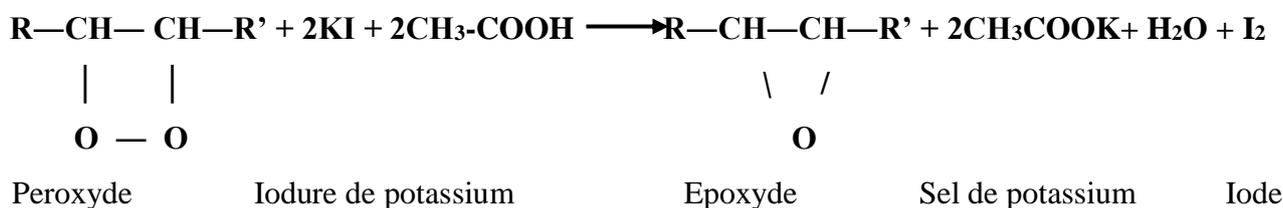
#### ➤ Principe

Traitement d'une prise d'essai en solution dans l'acide acétique et au Chloroforme par une solution d'iodure de potassium, l'iode libéré est titré par une solution de thiosulfate de sodium.

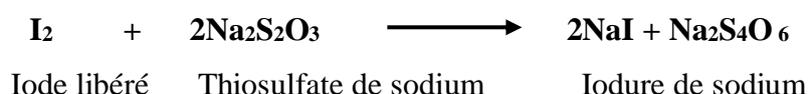
La réaction d'oxydation est donnée comme suit :



La réaction d'iodure de potassium en milieu acide :



L'iode libéré est titré par le thiosulfate de sodium:



➤ **Matériels**

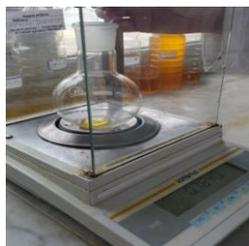
Ballon 250ml, burette de 25ml graduée, éprouvette graduée de 100 ml.

➤ **Réactifs**

Chloroforme, acide acétique, iodure de potassium (KI), thiosulfate de sodium, empois d'amidon.

➤ **Mode opératoire**

Les étapes de détermination de l'indice de peroxyde



(1)



(2)



(3)



(4)



(5)



(6)



(7)

- Peser 2 g d'huile dans un ballon et ajouter 10 ml de chloroforme et 15 ml d'acide acétique.
- Ajouter 1ml de la solution d'iodure de potassium (KI).
- Boucher le flacon et agiter pendant 1 min.
- Laisser la solution pendant 5min à l'abri de la lumière.
- Ajouter 75ml d'eau distillée et quelque goûtes d'amidon.
- Titrer avec le thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  à 0,1N) et noter le volume versé.

- Réaliser parallèlement un essai à blanc dans les mêmes conditions.

➤ **Expression des résultats**

$$I_p \text{ (még d'O}_2\text{/ Kg de MG)} = N \cdot (V_E - V_B) \cdot 1000/m$$

Où:

$I_p$  : Indice de peroxyde.

$V_E$ : Volume en ml de la solution de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  utilisé pour l'échantillon.

$V_B$ : Volume en ml de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc.

$m$ : masse en g de la prise d'essai.

$N$  : Normalité de la solution de thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) utilisée.

### II.6.2.3. Indice de saponification (ISO 3657 troisième édition 15-08-2000)

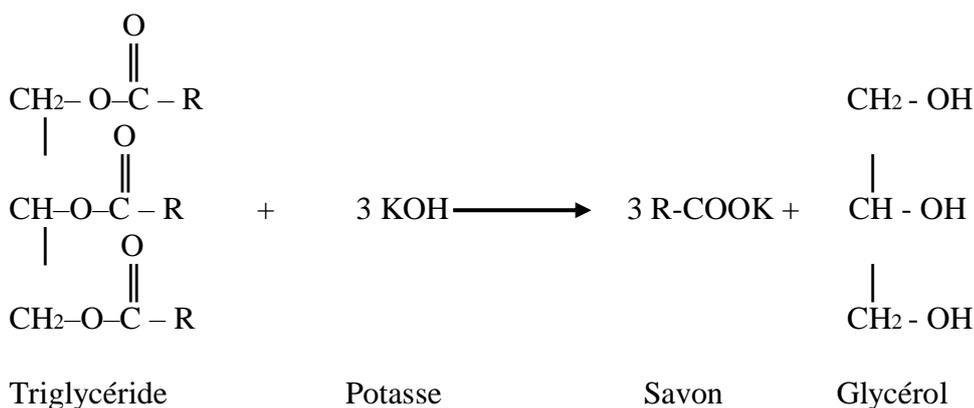
➤ **Définition**

C'est la quantité d'hydroxyde de potassium en mg, nécessaire pour saponifier les acides gras libres qui nous renseigne sur la longueur de la chaîne, et nous permet de déterminer la masse moléculaire moyenne de l'acide gras.

L'indice de saponification est le nombre de potasse caustique (KOH) exprimé en milligramme nécessaire pour saponifier 1g de corps gras.

➤ **Principe**

Le principe consiste à faire bouillir à reflux un échantillon contenant l'huile avec solution éthanoïque de KOH alcoolique pendant une 1h et à titrer l'excès par une solution de HCl. Un essai à blanc est réalisé dans les mêmes conditions.



➤ **Matériels**

Deux Ballon de 100 ml, burette de 25ml graduée, balance analytique.

➤ **Réactifs**

Potasse caustique (KOH à 0,5 N), solution HCl à 0,5 N, phénolphtaléine.

➤ **Mode opératoire**

- Peser 2g de l'huile à analyser dans un ballon de 100 ml.
- Ajouter 25 ml d'hydroxyde de potasse (KOH) à 0,5 N.
- Porter à ébullition sur montage à reflux pendant 1 heure en agitant de temps en temps.
- Titrer avec l'acide chlorhydrique à 0,52 N en présence de phénolphtaléine.
- Faire un essai à blanc dans les mêmes conditions.

➤ **Expression des résultats**

$$I_s \text{ (mg KOH/g d'huile)} = [N \times E_q \times (V_0 - V_1)] / m$$

Où :

$I_s$  : indice de saponification exprimé en milligramme de KOH par gramme d'huile.

$V_0$  : volume d'HCl utilisé dans l'essai à blanc en ml.

$V_1$  : volume d'HCl en ml utilisé dans l'essai avec l'huile

$m$  : Prise d'essai en gramme.

$N$  : normalité de la solution titrée d'HCl (0,5N).

$E_q$  : L'équivalence de KOH = 56,1 g/ml.

#### II.6.2.4. Dosage du phosphore (AOCS Official Method Ca 12-55 corrigée 1992)

➤ **Définition et Principe**

Cette méthode permet de déterminer la teneur en phosphore ou en phosphatides équivalent par calcination de l'échantillon en présence d'oxyde de zinc, suivie par la mesure spectrophotométrique du phosphore en tant que complexe bleu d'acide phosphomolybdique.

Dosage colorimétrique du phosphomolybdate (colorimétrie bleue) c'est la méthode la plus sensible qui convient particulièrement bien au dosage de phosphore dans les huiles raffinées.

➤ **Matériels**

Spectrophotomètre visible permettant de faire les mesures à 650 nm, creuset en platine ou en silice , four a moufle, dessiccateur, Fioles jaugées de 50 ml, fioles jaugées de 100 ml , fioles jaugées de 500 ml, pipette de 10ml, plaque chauffante, entonnoir, papier filtre .



Plaque chauffante



four à moufle



Dessiccateur



Les solutions standards



appareil « Lovibond »

➤ **Réactifs**

Oxyde de zinc, molybdate de sodium, sulfate d'hydrazine, HCl concentré, KOH (50%).

- **Préparations des solutions (selon la méthode officielle de l'AOCS ca 12-55 réapprouvée 1989 et Corrigée 1992)**

➤ **Molybdate de sodium**

A 140 ml d'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ) été ajoutés 300 ml d'eau distillée, la solution a été refroidit à la température ambiante, une masse de 12,5 g de molybdate de sodium a été ajouté puis ajuster à 500 ml avec de l'eau distillée, la solution est laissée se reposer pendant 24 heures avant usage.

➤ **Sulfate d'hydrazine**

Dissoudre 0,150 g de sulfate d'hydrazine dans un litre d'eau distillée pour obtenir une solution de 0,015 %.

➤ **Hydroxyde de potassium (50 %)**

Cette solution est préparée en mélangeant 50 g de KOH avec 50 ml d'eau distillée.

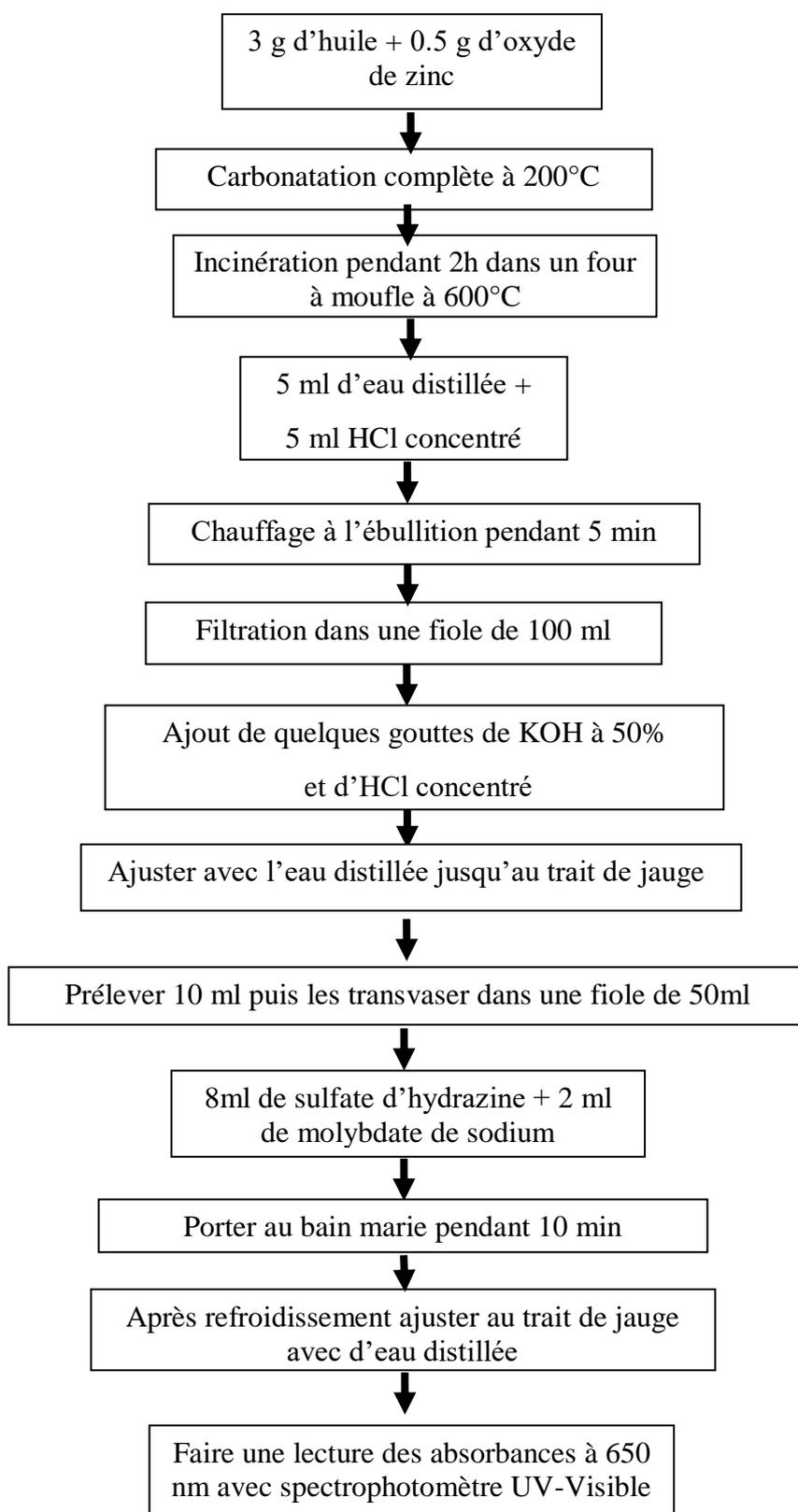
❖ **Préparation des solutions standards**

➤ **Solution standard du phosphore (solution mère)**

Dissoudre 1,0967 g de « dihydrogénophosphate de potassium »  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , préalablement séché à  $101^\circ\text{C}$  pendant 2 heures, avec 250 ml d'eau Distillée dans une fiole jaugée, cette solution contient 1 mg de phosphore par ml.

➤ **Solution standard de travail**

Pipeter 5 ml de la solution mère, puis les transvaser dans une fiole de 500 ml, et ajuster avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge. Cette solution contient 0,01 mg de phosphore par ml.

➤ **Mode opératoire****Figure 10** : Schéma de dosage du phosphore.

- Peser 3 g de l'huile dans un creuset et ajouter 0,5 d'oxyde de zinc.
- Chauffer progressivement la préparation sur une plaque chauffante puis augmenter la température de chauffage graduellement jusqu'à obtenir une carbonatation complète (couleur noire) de l'échantillon afin de permettre l'élimination de la matière organique après filtration.
- Disposer le creuset dans un four à moufle à une température de (600°C) pendant 2 heures, puis laisser refroidir jusqu'à température ambiante.
- Ajouter 5 ml d'eau distillé et 5 ml de HCl concentré aux cendres.
- Couvrir le creuset d'un verre à montre et porter à l'ébullition pendant 5 min.
- Filtrer la solution dans une fiole de 100 ml et rincer les parois du verre à montre avec 5 ml d'eau distillé chaude.
- Le creuset et le filtre sont quant à eux lavés 4 fois avec 5 ml d'eau distillée chaude afin de récupérer les traces minérales restants sur les parois.
- La solution filtrée est refroidie et neutralisée avec une solution de KOH (50%), jusqu'à apparition d'un trouble puis ajouter de l'Cl concentré jusqu'à dissolution du précipité d'oxyde de zinc, enfin, ajouter 2 gouttes en excès et ajuster avec de l'eau distillée jusqu'à trait de jauge.
- Pipeter 10 ml de cette solution est les traverser dans une fiole de 50 ml 8 ml de sulfate d'hydrazine et 2 ml de molybdate de sodium sont ajoutés respectivement et agiter modérément après avoir fermé le bouchon de la fiole.
- Retirer le bouchon de la fiole et procéder à un chauffage pendant  $10 \pm 5$  min dans un bain marie d'eau bouillante, puis refroidir dans un bain d'eau jusqu'à  $25 \pm 5^\circ\text{C}$  (couleur bleu).
- Ajuster jusqu'à trait de jauge et agiter.
- Faire un essai à blanc exactement dans les mêmes conditions. On lit alors l'absorbance dans un spectrophotomètre UV/visible à 650nm.

### ❖ Préparation d'une courbe d'étalonnage

Pour le dosage du phosphore il est nécessaire de tracer une courbe d'étalonnage du phosphore, qui consiste à :

- Pipeter 0,0 – 1,0 – 2,0 – 4,0 – 6,0 – 8,0 et 10 ml à partir de la solution standard de travail dans une fiole de 50 ml.
- Chaque échantillon sera dilué avec 10 ml d'eau distillée.
- Addition de 8 ml de sulfate d'hydrazine et 2 ml de la solution de Molybdate de sodium Préalablement préparée dans chaque fiole Respectivement.

- L'absorbance de chaque échantillon a été déterminée à l'aide d'un Spectrophotomètre UV-Visible à une longueur d'onde de travail de 650 nm. La teneur en phosphore sera respectivement de : 0,0-0,01-0,02-0,04-0,06-0,08-0,1 mg. Puis on trace la courbe d'absorbance en fonction de la concentration du phosphore.

➤ **Expression des résultats**

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

Où :

A : teneur en phosphore de l'échantillon en mg.

B : teneur en phosphore dans le blanc en mg.

W : prise d'essai de l'échantillon en g (3,0-3,2 g).

V : volume de l'échantillon (10 ml de la solution).

# *Chapitre III*

## *Résultats et discussions*

## Introduction

Les huiles importées par CO.G.B la belle subissent des analyses de contrôle et de conformité à leurs réception (huiles brutes), ainsi que durant et après les opérations de raffinage, afin d'obtenir des huiles conformes aux normes de l'entreprise. Dans ce chapitre on va présenter l'ensemble résultats obtenus lors de l'analyse physico-chimiques (l'acidité, indice de saponification, indice de peroxyde, densité relative, humidité, la couleur et taux de phosphore) de l'huile brute de soja (huile dégommée chimique et enzymatique), ainsi que leurs discussions.

### III.1. Résultats d'analyses physico-chimiques

#### III.1.1. Huile brute

Les différentes analyses physico-chimiques effectuées sur l'huile brute de soja le 10/03/2019 sur des échantillons représentatifs dont les résultats sont représentés dans le tableau 10 suivant :

**Tableau 10** : Résultats des Analyses physico-chimiques de l'huile brute de soja.

| Analyses  | Résultats | Norme       |
|---|-----------|-------------|
| Acidité (%)                                       | 0.705     | 2 max       |
| Indice de peroxyde (még<br>o <sub>2</sub> /kg Mg) | 5.2       | 15 max      |
| Humidité (%)                                      | 0.20      | 0.2         |
| Couleur (Jaune<br>Rouge)                          | 70<br>2   | /           |
| Densité à 20°C                                    | 0.920     | 0.918-0.923 |
| Phosphore (ppm)                                   | 216       | 250 max     |
| Indice de saponification (mg<br>KOH/ g huile)     | 195       | 188-195     |

Les résultats des analyses effectuées sur l'huile brute de soja : La densité, l'humidité, la couleur et l'indice de saponification sont conformes aux normes de l'entreprise CO.G.B, ce qui révèle le bon déroulement des opérations d'extraction et de stockage de l'huile. Donc on peut dire que l'huile brute présente un bon état initial, ce qui facilitera son raffinage.

Nous constatons aussi que l'indice de peroxyde est faible, ce qui signifie qu'il n'y a pas eu une oxydation très importante au cours du stockage de l'huile. La détermination de la teneur en peroxydes dans les huiles permet d'évaluer le niveau d'oxydation primaire produite au cours du stockage et/ou l'élaboration de l'huile. L'indice de peroxyde est une mesure qui nous permet d'estimer la quantité de peroxydes présents dans une matière grasse (Adrian et al., 1995).

Nous notons aussi une présence importante de phosphores dont le taux est inférieur à la norme, ces derniers seront éliminés principalement au cours de l'étape de dégomme.

### III.1.2.Huile dégommée (enzymatique)

#### III.1.2.1.Résultats de la détermination de pH (dégomme enzymatique)

Le tableau 11 présente le pH en fonction de la quantité d'enzyme ajoutée.

**Tableau 11** : Résultats de mesure du pH.

| Huile dégommée enzymatique | Volume d'enzyme ajoutée (µl) | pH   |
|----------------------------|------------------------------|------|
| (1)                        | 58                           | 5.64 |
| (2)                        | 47                           | 4.84 |
| (3)                        | 61                           | 4.24 |

Les Résultats des mesures de pH sont présentés dans le tableau 11. On remarque que les valeurs des mesures du pH corrigée correspondant à chaque quantité d'enzyme ajoutée, reste toujours dans l'intervalle de pH où l'activité enzymatique est favorable. Ceci permet de confirmer que la quantité de soude utilisée est suffisante pour amener le pH à un niveau souhaitable à l'activité phospholipasique de l'enzyme.

### III.1.2.2. Résultats de la détermination de l'acidité (dégommage enzymatique)

Le tableau 12 présente l'acidité en fonction de la quantité d'enzyme ajoutée.

**Tableau 12 :** Résultats de mesure de l'acidité.

| Huile dégommée enzymatique | Volume d'enzyme ajoutée (µl) | Acidité (%) |
|----------------------------|------------------------------|-------------|
| (1)                        | 58                           | 0.76        |
| (2)                        | 47                           | 0.77        |
| (3)                        | 61                           | 0.75        |

On comparant ces valeurs à l'acidité de l'huile brute de soja (égale à 0,705), on observe qu'elles sont toutes supérieures à cette dernière. Cette hausse est justifiée par la libération d'AGL dans le milieu réactionnel, issue de l'action de l'enzyme QUARA sur les phospholipides par le mécanisme décrit précédemment (la figure 6).

A partir de ces résultats, nous pouvons donc conclure que l'enzyme a été active au cours des différents essais effectués et permet un dégommage enzymatique.

### III.1.2.3. Résultats de la détermination de Taux de phosphore (dégommage enzymatique)

Le tableau 13 présente les teneurs en phosphore en fonction de la quantité d'enzyme ajoutée.

**Tableau 13 :** Résultats des teneurs en phosphore en fonction de la quantité d'enzyme ajoutée.

| Huile dégommée enzymatique | Volume d'enzyme ajoutée (µl) | Taux de phosphore (ppm) |
|----------------------------|------------------------------|-------------------------|
| (1)                        | 58                           | 1.66                    |
| (2)                        | 47                           | 3.21                    |
| (3)                        | 61                           | 3.22                    |

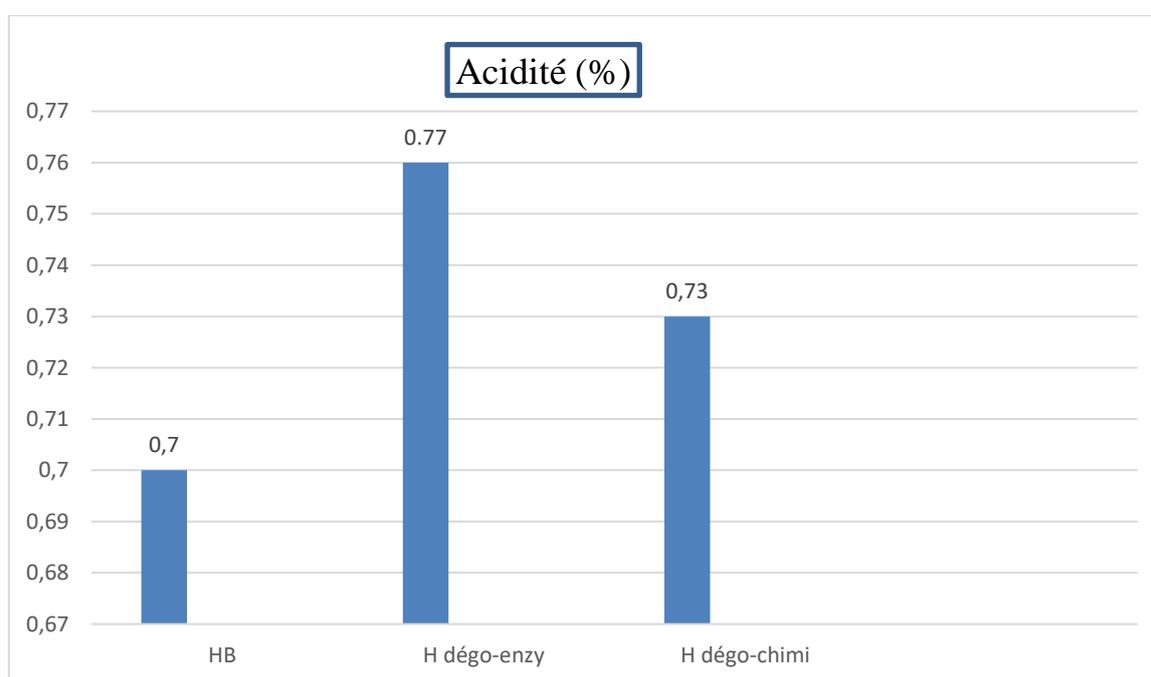
Les résultats obtenus pratiquement au niveau du laboratoire confirment que la quantité d'enzyme préconisée par NOVOZYME pour réduire au minimum le taux des phosphatides dans l'huile

dégommée est (58  $\mu$ l), dans le but d'améliorer l'élimination de taux de phosphatides, nous avons réalisés un test d'excès d'enzyme (61  $\mu$ l) mais les résultats obtenues prouvent que ce n'est pas nécessaire de faire un excès d'enzyme.

### III.1.3. Huile dégommée (chimique et enzymatique)

#### III.1.3.1. Acidité

Les résultats de l'acidité des trois huiles : huile brute, huile dégommée enzymatique, huile dégommée chimique sont représentées dans la figure 11.



**Figure 11** : évolution de l'acidité lors du dégommage chimique et enzymatique de l'huile de soja.

L'acidité de l'huile brute de soja est due à la présence d'acides gras libres issus de l'hydrolyse des triglycérides.

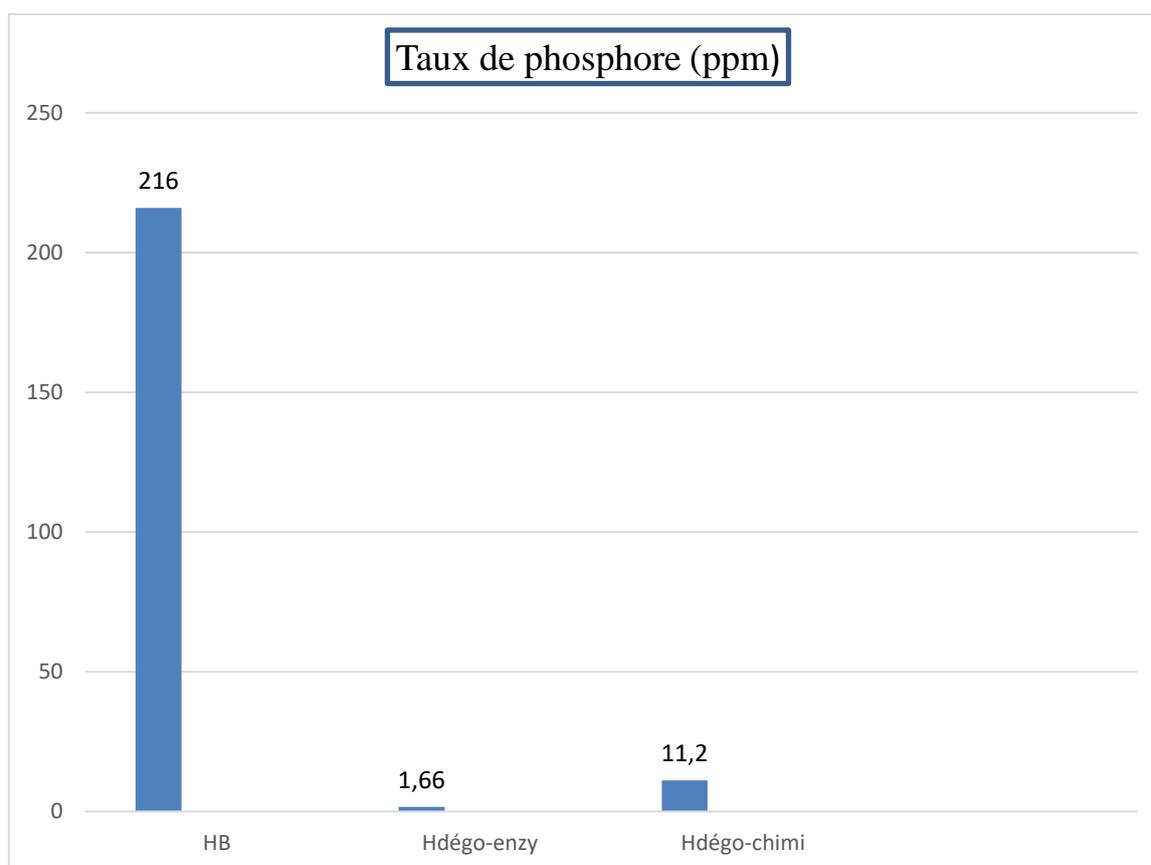
D'après les résultats de la figure 11, on constate que :

- Pour le dégommage chimique, une augmentation marquée de l'acidité de 0,70% jusqu'à 0,73 % est justifiée par la présence des traces d'acide minérales ( $H_3PO_4$ ) entrainer au l'huile dégommée après séparation par centrifugation (acide phosphorique réagit avec les phosphatides non hydratables qui sont composés en majeure partie de sels de calcium et de magnésium en formant des précipités de phosphates de calcium ou de magnésium et la libération d'acide phosphorique) (Dijkstra,1998).

- Pour le dégomme enzymatique : une augmentation légère de 0.7% à 0,77%, Cette hausse est justifiée par la libération d'AGL dans le milieu réactionnel, issue de l'action de l'enzyme QUARA sur les phospholipides par le mécanisme décrit précédemment (la figure 6).

### III.1.3.2. Taux de phosphore

Les résultats de la teneur en phosphore (ppm) de l'huile brute de soja aux cours de dégomme chimique et enzymatique sont représentés sur la figure suivante (Figure 12).



**Figure 12** : évolution du taux de phosphore lors de dégomme chimique et enzymatique de l'huile de soja.

L'élimination des phosphores est toujours incomplète dans le dégomme, Cette élimination se poursuit au cours des étapes ultérieures de raffinage.

Le dosage du phosphore permet d'apprécier l'efficacité de la démulagination car l'élimination des phospholipides est plus importante durant cette étape. Un taux élevé de mucilages rend difficile les autres traitements du raffinage de l'huile de soja.

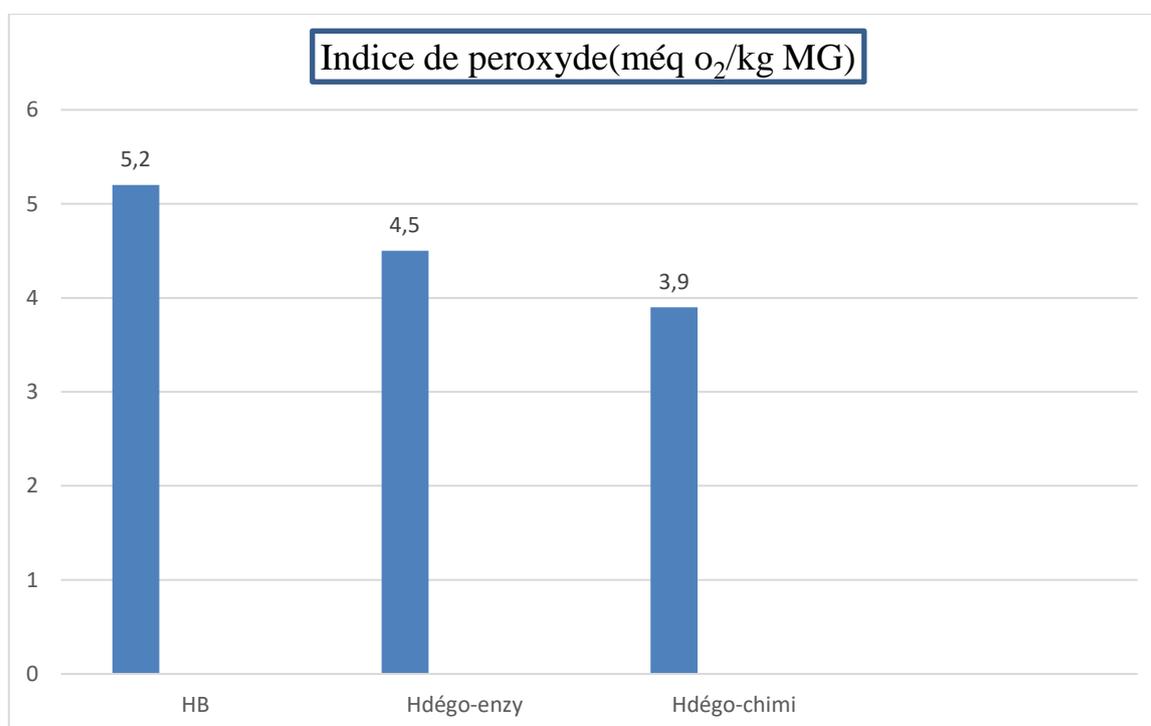
D'après Werner, 2010 : la diminution des phospholipides s'explique par le traitement des phospholipides avec des acides forts tels que les acides phosphoriques et l'acide citrique.

D'après les résultats de la figure 12 :

La teneur en phosphore est de 216 ppm pour l'huile brute de soja puis elle diminue après le dégommage enzymatique jusqu'à atteindre 1,66 ppm et 11,2 ppm après le dégommage chimique, cette diminution de la teneur en phosphore s'explique par le traitement de cette dernière avec des acides forts tels que les acides phosphoriques et l'acide citrique pour donner des sels monovalents qui sont des substances hydratables.

### III.1.3.3. Indice de peroxyde

Les résultats de l'indice de peroxyde de l'huile brute de soja aux cours de dégommage chimique et enzymatique sont représentés sur la figure suivante (figure 13).



**Figure 13** : évolution de l'indice de peroxyde lors du dégommage chimique et enzymatique de l'huile de soja.

D'après les résultats de la figure 13 :

Indice de peroxyde de l'huile dégommée chimique et enzymatique est légèrement inférieure à celui de l'huile brute à cause de la dégradation des peroxydes par action des agents chimiques tels que : l'acide phosphorique ( $H_3PO_4$ ), eau, enzyme.

# *Conclusion*

Ce présent travail réalisé au complexe « CO.G.B LA BELLE » de Bejaia a pour but l'étude comparative entre le dégomme chimique et enzymatique de l'huile brute de soja.

Le dégomme de l'huile de soja, est une étape clef du raffinage, qui vise à éliminer les mucilages dont font partie les phospholipides, leur présence engendre des difficultés dans les étapes ultérieures du raffinage et donnent à l'huile un aspect peu engageant.

Cette étude montre globalement que le procédé dégomme enzymatique présente un rendement plus élevé que le dégomme chimique.

Il est également moins polluant (l'utilisation de produits chimique en petites concentrations), plus respective de l'environnement et surtout facile à mettre en œuvre. Tout cela lui vaut la place du procédé le plus favorisé au niveau industriel.

La réussite du dégomme enzymatique semble être liée à la production du lyso-phospholipide hydrophile sous l'action du phospholipase A<sub>1</sub> ceci peut expliquer la raison pour laquelle la phase d'huile et la phase de gomme, peuvent être séparées facilement dans le dégomme enzymatique, et donc des pertes inférieures d'huile ont été obtenues.

Les résultats obtenus pour les analyses du pH et de l'acidité confirment que l'enzyme a été activé et permis un dégomme enzymatique, ceci est par ailleurs vérifié par les résultats des teneurs en phosphore des différents essais.

Notre stage effectué au niveau de l'unité de raffinage d'huile, nous a permis de rapprocher encore plus du monde Professionnel actif et de bien comprendre le procédé de production des huiles, de la réception en tant que huile brute jusqu' au produit fini.

*Références  
bibliographiques*

### A

**Adrian. J; Potus. J & Fragne. R.** La science alimentaire de A à Z. Ed. Tec et Doc., Lavoisier. Paris, p 477, (1995).

**Alais. C. G. & Niclo. L.** Biochimie alimentaire. Ed DUNOD. p250, (2004).

**Aboiron J & Hameury. E.** Additifs alimentaires : Les lécithines. Université Paris val de marne. 1-31, (2004).

**Agence Canadienne D'inspection Des Aliments (ACIA).** La biologie du Glycine max (L.) Merr. (Soja). Document de biologie BIO.1-12, (1996).

**AOCS.** Méthodes d'analyse des corps gras. Détermination de la teneur en phosphore. Méthode off Ca 12.55, (1992).

### B

**Benbouabdellah. S & Benkhouja, N.** Effet des différentes concentrations d'acide phosphorique sur la démucilagination de l'huile de colza. Thèse d'ingénieur : Bejaïa, UAMB, (2001).

### C

**Cheftel. J-C & Cheftel. H.** Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. Edition : Tec et doc. Lavoisier. Paris. p 303, (1977).

### D

**Denise. J.** Raffinage des corps gras in manuel des corps gras tom I. In : Karleskind A. Edition : Tec et Doc- Lavoisier. Paris, p. 789- 881, (1992).

**Denise. J.** Raffinage des corps gras. In : Manuel des corps gras. Tome 2. Ed tec doc. Paris : Lavoisier, p.787 – 1580, (1992).

**Denise. J.** Manuel des corps gras. in: raffinage des corps gras. Tome 2<sup>ème</sup> Ed .Paris. Ed : Lavoisier : 88, (1998).

**Debruyne, Ignace.** Transformation et aspects industriels, technique de l'ingénieur, traité agroalimentaire. F 6030. p 1 – 12. (2001).

**Dijkstra; Albert.** Degumming revisited. Ocl, vol 5, N°5, p 367 – 370. (1998).

### F

**FAO.** Utilisation des aliments tropicaux, légumineuses tropicales. Organisation des nations unies pour l'alimentation et l'agriculture. Rome. p76, (1990).

**François, Roger.** Les industries des corps gras : biochimie - extraction -raffinage - nuisances et réglementation. Paris : Lavoisier. 431 P. ISBN 2 - 88020 - 007 -5, (1974).

**Frenot. M ; Vierling. E.** les lipides .In : biochimie des aliments : diététique du sujet bien portant.2<sup>ème</sup> Ed. France : CRDP d'aquitaine.88, (2001).

### G

**Gibon. V ;Tirtiaux. A.** Un raffinage S.O.F.T. Oléagineux, corps gras, lipides. 5, 371-377, (1998).

**Graciani. C ; Enrique.** Processus de raffinage de l'huile de soja : démucilagination. Grasas y aceites, p 1 – 12, (1999).

### I

**IKA. A ; Kartika.** Nouveau procédé de fractionnement des graisses de tournesol. N° d'ordre 2223, 288 p. Thèse de doctorat : Toulouse, Institut polytechnique de Toulouse. (2005).

**ISO 662.** Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination de l'humidité. 2<sup>ème</sup> édition. (1998).

**ISO 3657.** Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination de l'indice de saponification. 3<sup>ème</sup> édition, (2000).

### K

**Kandji N. A.** Etude de la composition chimique et de la qualité d'huiles végétales artisanales consommées au Sénégal. Thèse de doctorat, Université Cheikf Anta Diop De Dakar. N°16, (2001).

### L

**Lorenz. P.,** Industrielle Herstellung Von Enzymen fur Lebensmittel, p: 1-17, (2012).

### M

**Munch E.W.** Enzymatic degumming process for oils from soya, rape and sun. Liproconsulting: 1-47. (2004).

**Munch E- W.**Expériences with refining processes. Lippro consulting: p 1-32. (2003).

**Maes. J; De Meulenaer. B; Van Heerswyn-Ghels. P ; De Greyt. W ; Eppe. G., De Pauw. E; Huyghebaert. A.** Removal of dioxins and PCB from fish oil by activated carbon and its influence on the nutritional quality. *Jam. Oil .Chem Soc*; 82(8): 593-7. (2005).

### N

**Novozymes.** Why enzymatic degomming. P1-15, (2013).

**NE 1.2-43-1985 :** normes d'entreprise pour la détermination de l'acidité.

**NE 1.2-50-1985 :** normes d'entreprise pour la détermination de l'indice de peroxyde.

**NE 1.2-364-1989 :** normes d'entreprise pour la détermination de la couleur.

### P

**Pouzet. A.** Raffinage des corps gras. In : manuel des corps gras. Tome 1. éd tec doc. Paris : Lavoisier, 787 p. ISBN 2 – 85206 – 662 – 9, (1992).

**Poisson. J.P. et Narce. M.** Corps gras alimentaire : aspect chimiques, biochimiques et nutritionnels .In Graille J. « lipides et corps gras alimentaires « .Tec et Doc. Ed. Lavoisier, Paris : p 1-2-17-36. (1989).

**Platon. J. F.** Raffinage de l'huile de soja, American soybean Association USB. p 5, (1988).

**Pages-Xatart-Pares. X.** Technologie des corps gras (huiles et graisses végétales).Ed. T. I. : p 1-19. (2008).

**Pages-Xatar-Pares X.** Technologies des corps gras (huile et graisses végétales). Université Claude Bernard Lyon 1 agence comptable SCE facturier. Ed Technique de l'ingénieur. Paris. 1-19p. (2012).

### R

**Rajkumar. K., Muthukumar M. et Sivakumar. R.** Novel approach for the treatment and recycle of wastewater from soya edible oil refinery industry-an economic perspective. *Resources, conservation and recycling* p 5. (2010).

**Ruiz .M; Victoria.** Raffinage physique. *Grasas y aceites*, p 1 – 15, (1999).

**Rodriguez Garrido, Juan. R.** Raffinage physique. Institut de la Grasas y Aceites CSIC, (1999).

### S

**Strayer. D.** Food fats and oils. Institute of shortening and edible oils. Ed 9.p.335-356. (2006).

### V

**Vierling. E.** Aliments et boisson : filières et produits. Troisième édition, CRDP d'Aquitaine. France, p 281 (2008).

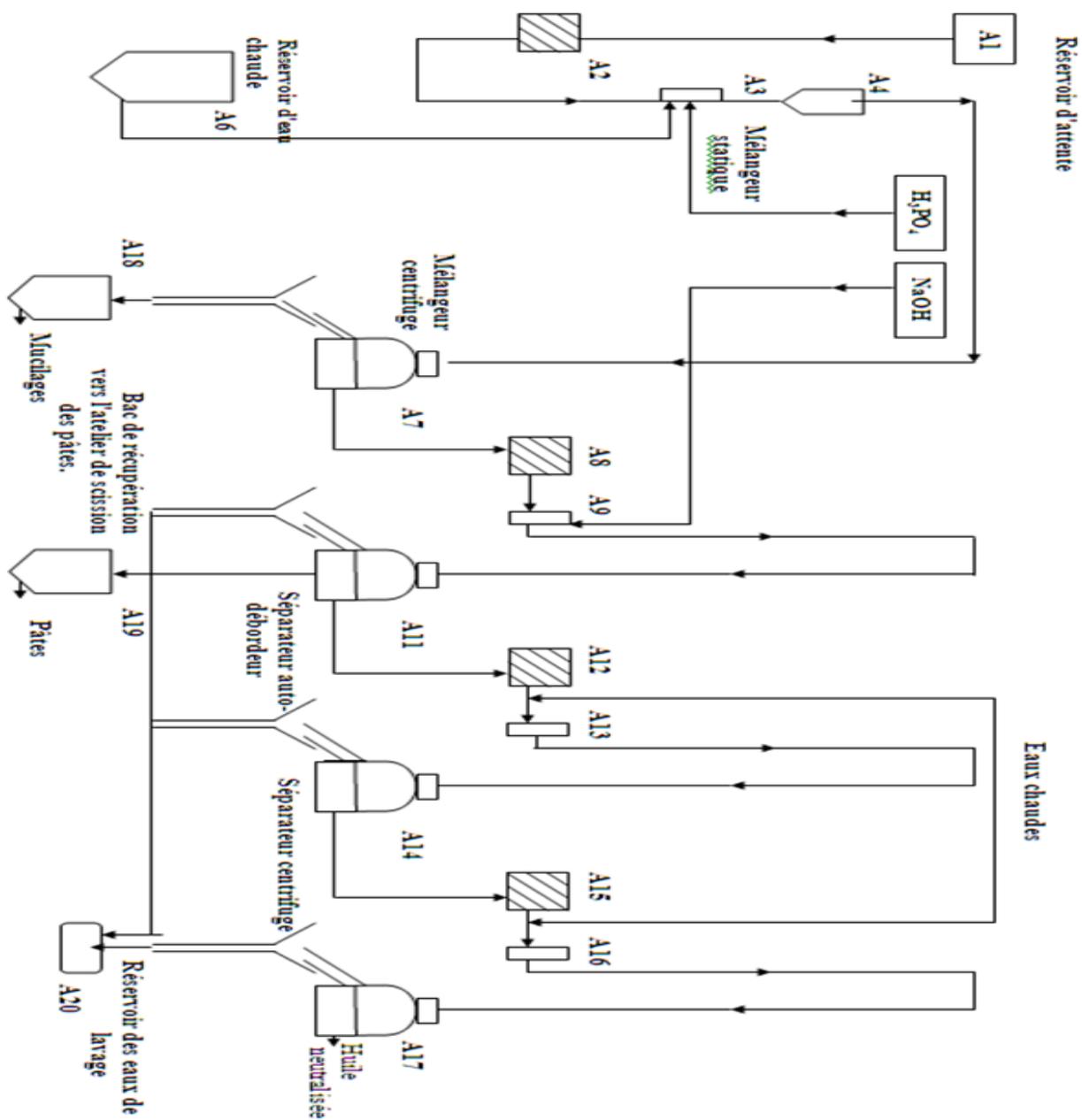
### Y

**Yang. B; Wang. Y-H ; Yang. J-G.** Optimization of enzymatic degumming process for rapeseed oil. J Am Oil Chem Soc, 83: 653 – 658, (2008).

**Yang. J.-G; Wang. Y. – H; Yang. B; Mainda. G; Guo. Y.** Degumming of vegetable oil by a new microbial lipase: p 102-103, (2006).

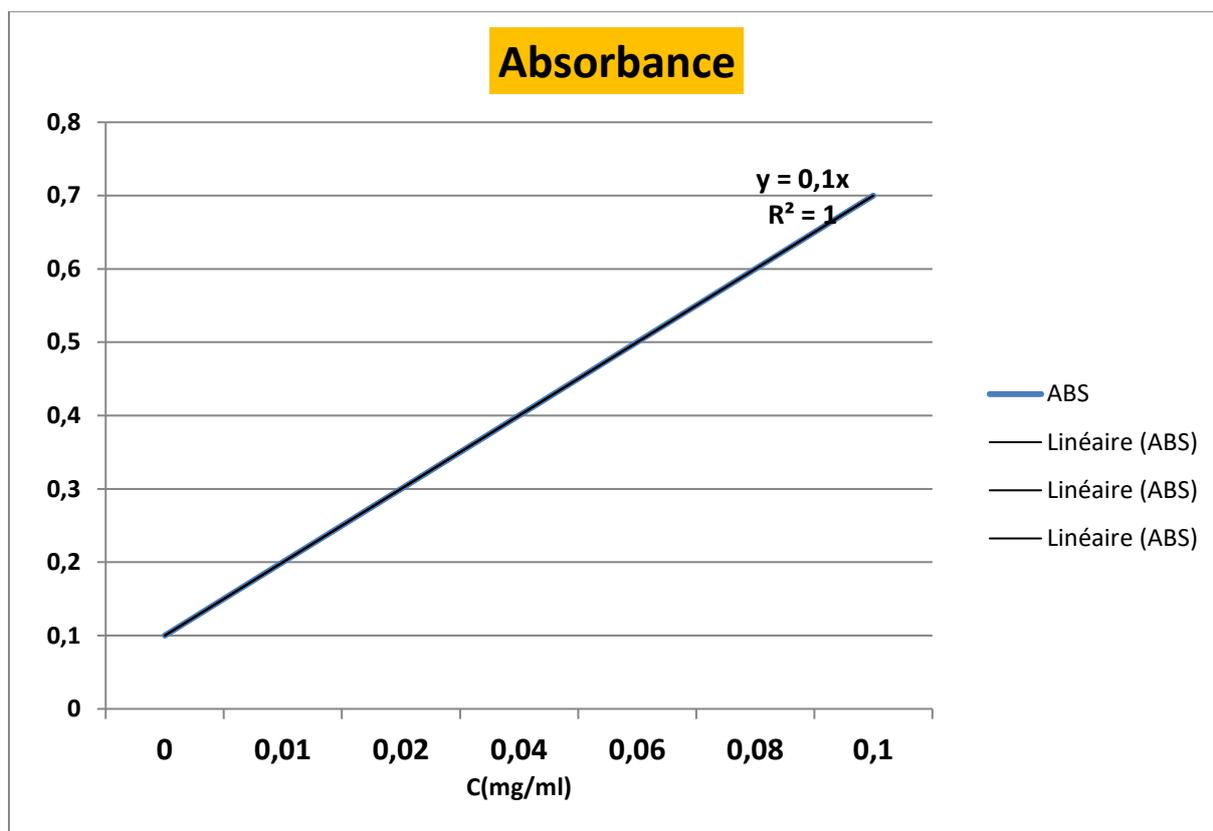
# *Annexe*

## Annexe 1 : la section de dégommage et neutralisation « doc CO.G.B ».





## Annexe 3 : courbe d'étalonnage de dosage de phosphore.



## Annexe 4 : Fiche de donnée de l'enzyme : QUARA.

Product Data Sheet  
Valid from 2017-08-24

1 of 2

## Quara® LowP

In this product the key enzyme activity is provided by phospholipase that hydrolyzes esterbond in 1-position of phospholipids

### PRODUCT CHARACTERISTICS/PROPERTIES

|                            |                     |
|----------------------------|---------------------|
| Component name             | Phospholipase A1    |
| Activity                   | 75 PLA-L/g          |
| Color                      | Colorless to yellow |
| Physical form              | Liquid              |
| Approximate density (g/ml) | 1.17                |

Color can vary from batch to batch. Color intensity is not an indication of enzyme activity.

### PRODUCT SPECIFICATION

|                          | Lower Limit  | Upper Limit | Unit  |
|--------------------------|--------------|-------------|-------|
| Phospholipase unit PLA-L | 75           |             | /g    |
| Total viable count       | -            | 10000       | /g    |
| Coliform bacteria        | -            | 30          | /g    |
| E.coli                   | Not Detected |             | /25 g |
| Salmonella               | Not Detected |             | /25 g |
| Heavy metals             |              | Max: 30     | mg/kg |
| Lead                     |              | Max 5       | mg/kg |
| Arsenic                  |              | Max 3       | mg/kg |
| Cadmium                  |              | Max 0.5     | mg/kg |
| Mercury                  |              | Max 0.5     | mg/kg |

The enzyme analytical method is available from the Customer Center or sales representative.

### COMPOSITION

|               |                                      |
|---------------|--------------------------------------|
| Preservatives | Potassium sorbate<br>Sodium benzoate |
| Stabilizers   | Sorbitol<br>Glycerol                 |

### ALLERGEN

| Allergen                                 | Substance contained <sup>1</sup> | Allergen  | Substance contained <sup>1</sup> |
|--|----------------------------------|---|----------------------------------|
| Celery                                   | no                               | Molluscs  | no                               |
| Cereals containing gluten <sup>2,3</sup> | no                               | Mustard   | no                               |
| Crustaceans                              | no                               | Nuts <sup>4</sup>   | no                               |
| Egg                                      | no                               | Peanuts   | no                               |
| Fish                                     | no                               | Sesame  | no                               |
| Lupin                                    | no                               | Soy   | no                               |
| Milk (including lactose)                 | no                               | Sulphur dioxide/sulphites,<br>more than 10 mg per kg or l | no                               |

<sup>1</sup>Definition of substances according to EU Regulation 1169/2011, as amended. List covers allergens mentioned in 21 USC 301 (US) and GB 7718-2011 (China).

<sup>2</sup>i.e. wheat, rye, barley, oats, spelt, kamut

<sup>3</sup>i.e. almond, hazelnut, walnut, cashew, pecan nut, Brazil nut, pistacchio nut, macadamia nut and Queensland nut

<sup>4</sup> If No: Glutenfree i.e. < 20ppm (EU Regulation 828/2014)

### GM STATUS

This product is not a GMO.

The enzyme product is manufactured by fermentation of a microorganism that is not present in the final product. The production organism is improved by means of modern biotechnology.

Rethink Tomorrow

novozymes 

**Product Data Sheet**

Valid from 2017-08-24

2 of 2

**STORAGE CONDITION****Recommended storage:** 0-25 °C (32-77 °F)

Packaging must be kept intact, dry, and away from sunlight. Please follow the recommendations and use the product before the best before date to avoid the need for a higher dosage.

**Best before:** You will find the best before date in the certificate of analysis or on the product label.

The product gives optimal performance if stored at 0–10 °C/32–50 °F and used prior to the best-before date. If stored at max. 25 °C/77 °F, the product should be used within 3 months after delivery.

Novozymes guarantees delivery at least 3 months prior to the best-before date.

**SAFETY AND HANDLING PRECAUTIONS**

Enzymes are proteins. Inhalation of dust or aerosols may induce sensitization and may cause allergic reactions in sensitized individuals. Some enzymes may irritate the skin, eyes, and mucous membranes upon prolonged contact. See the MSDS or Safety Manual for further information regarding safe handling of the product and spills.

**COMPLIANCE**

The product complies with the recommended purity specifications for food-grade enzymes given by the Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives (JECFA) and the Food Chemical Codex (FCC).

Kosher and Halal certificates are available from the Customer Center or sales representative.

**FOOD SAFETY**

Novozymes has carried out a hazard analysis and prepared an HACCP plan describing the critical control points (CCPs). The HACCP plan is supported by a comprehensive prerequisite program implemented in Novozymes' GMP practices.

The product is produced according to Novozymes' HACCP plan, GMP practices, and additional requirements controlled by Novozymes' Quality Management System.

The product complies with FAO/WHO JECFA- and FCC-recommended purity requirements regarding mycotoxins.

**PACKAGING**

The product is available in different types of packaging. Please contact the sales representative for more information.

**CERTIFICATIONS**

Novozymes is a signatory to United Nations Global Compact, United Nations Convention on Biological Diversity and report on our sustainability performance through Global Reporting Initiative (GRI). See all our commitments under sustainability on [www.novozymes.com](http://www.novozymes.com).



For more information, or for more office addresses, visit [www.novozymes.com](http://www.novozymes.com)

Novozymes A/S  
Krogshøjvej 36  
2880 Bagsvaerd  
Denmark

[novozymes.com](http://novozymes.com)

Laws, regulations and/or third party rights may prevent customers from importing, using, processing and/or reselling the products described herein in a given manner. Without separate, written agreement between the customer and Novozymes to such effect, this document does not constitute a representation or warranty of any kind and is subject to change without further notice.

## **Annexe 5 : Présentation de l'unité.**

### **I.1. Historique**

Le complexe des corps gras de Bejaia (CO.G.B), est situé dans la zone industrielle de la ville de Bejaia (route des Aurès). Il occupe une superficie de 108.800 m<sup>2</sup> dont 56. 500m<sup>2</sup>sont couvertes. En matière d'emploi, le complexe opère avec un effectif de 750 personnes, selon les données de 1998 ; réparties dans les différents services, le régime de travail est 24 heures effectués par trois équipes qui se relèvent toutes les huit heures.

Ce complexe a pour but de promouvoir le développement des industries alimentaires et de satisfaire les besoins locaux en huile, margarine, savon de toilette, etc.

### **I.2. Production de l'unité**

Le complexe est conçu pour :

- La raffinerie d'huile alimentaire : 400 Tonnes/Jour.
- La fabrication de savon de toilette : 50 Tonnes/Jour.
- La fabrication de savon de ménage : 150 Tonnes/Jour.
- La distillation des acides gras : 20 Tonnes/Jour ;
- La production de glycérine pharmaceutique : 20 Tonnes/Jour.
- Le conditionnement des huiles alimentaires : 500 Tonnes/Jour.
- 300 Tonnes/Jour pour les huiles de 5 Litres.
- 200 Tonnes /Jour pour les huiles de 1 Litres.
- Le traitement des eaux en production 24/24 H.
- La fabrication de la margarine : 80 Tonnes/Jour.

### **I.3. Présentation du laboratoire**

Le service laboratoire a pour objectif d'améliorer la qualité des produits fabriqués au sein de cette unité. A cet effet, des analyses sont effectuées sur les matières premières et auxiliaires, sur les produits au cours de fabrication ainsi que sur les produits finis.

Le service de laboratoire est composé de quatre laboratoires d'analyse.

### • Laboratoire des huiles

Les principales analyses qui s'effectuent dans ce laboratoire sont les suivants :

- Analyse d'huile brute.
- Analyse d'huile au cours de raffinage.
- Analyse d'acides gras libres bruts.
- Analyse d'acides gras distillés.

### • Laboratoire de traitement des eaux

Les analyses qui s'effectuent dans ce laboratoire sont les suivantes :

- Analyse de l'eau brute.
- Analyse de l'eau adoucie.
- Analyse de l'eau de la bêche alimentaire.
- Analyse de l'eau chaudière.
- Analyse de l'eau osmosée.
- Analyse de l'eau procédée.
- Analyse des eaux usées.
- Analyse des eaux de l'atelier de la margarinerie.

### • Laboratoire des caristes

Ce laboratoire s'occupe des analyses de routine pour toute la production (savonnière et huilère) ; voir même lors du conditionnement et stockage. Le mode de travail est réalisé par quatre laborantins qui travaillent en équipes et de manière alternative.

Les analyses qui s'effectuent dans ce laboratoire sont :

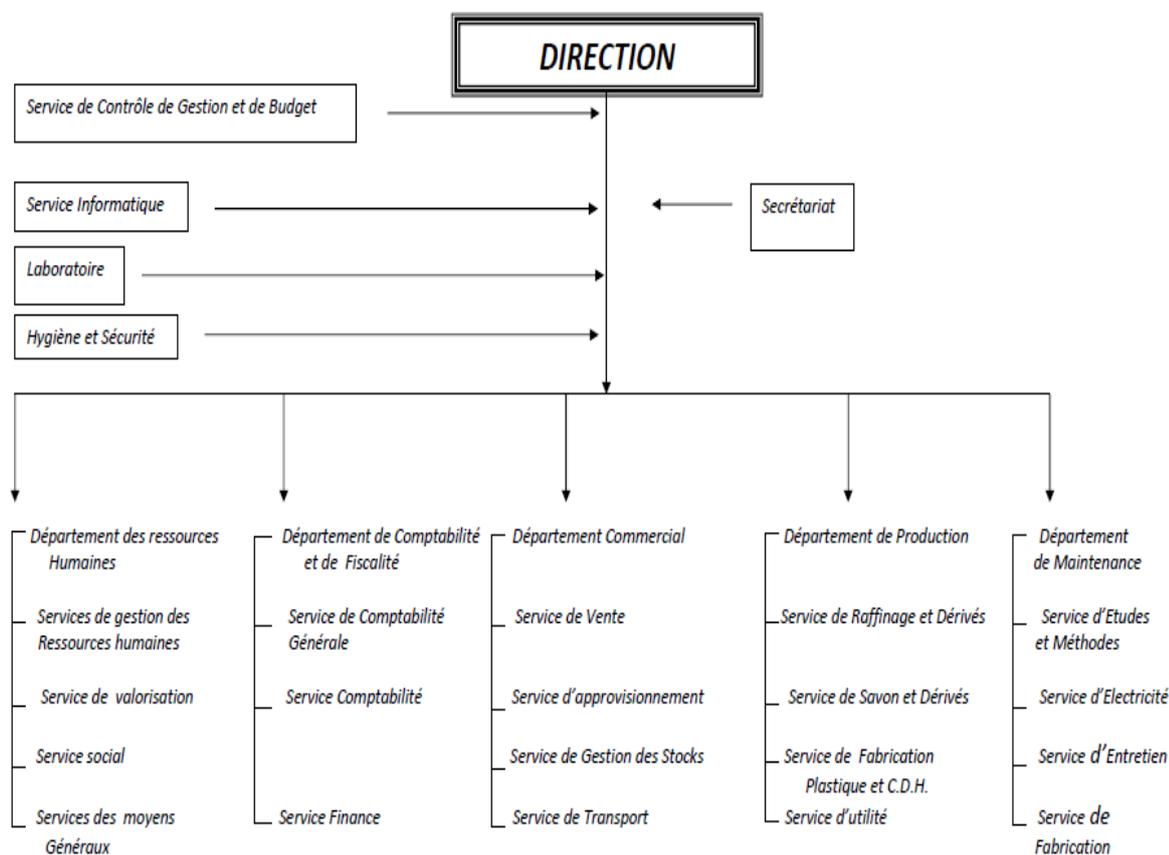
- Analyse d'huile au cours du raffinage.
- Analyse des acides gras libres au cours de la distillation.
- Analyse du savon au cours du processus de fabrication.

- **Laboratoire de margarinerie**

Ce service occupe une place très importante dans le fonctionnement de l'unité de production car il permet d'assurer une meilleure qualité du produit, il est composé de deux laboratoires qui sont :

- Laboratoire d'analyse physico-chimique : analyse de l'acidité, de l'indice de peroxyde, de NaCl, de l'amidon, du point de fusion et de la consistance de la margarine.
- Laboratoire d'analyse microbiologique : les germes dénombrés sont les germes aérobies à 30°C, les coliformes fécaux, *Staphylococcus aureus*, les levures et moisissures et les Salmonella.

L'organigramme de l'unité CO.G.B la Belle est illustré dans la figure suivante :



## **Résumé**

L'huile de soja est une huile végétale destinée à l'alimentation humaine, contenant des impuretés et des composés indésirables, qui doivent être éliminés au cours du raffinage. L'objectif de cette étude est de comparer les deux procédés de raffinage chimique et enzymatique de l'huile de soja, en se basant sur l'analyse des paramètres physico-chimique lors de dégomme enzymatique et chimique.

Les résultats ont montré que le procédé du raffinage enzymatique, est plus avantageux que le procédé chimique, grâce au fort rendement en huile raffinée, ainsi à une nette diminution de l'énergie, et couts du processus, malgré le temps élève pendant le dégomme, ainsi que le nombre limite de phospholipides autorisées.

Les résultats d'analyses obtenus montrent que l'huile raffinée est conforme aux normes adaptées par l'entreprise.

**Mots clés :** graine de soja, huile de soja, QUARA<sup>®</sup> LOWP, raffinage chimique, raffinage enzymatique.

## **Abstract**

Soybean oil is a vegetable oil intend for human conception containing Impurities and undesirable compound, which must be eliminated during refining. The aim of this study is to compare the two chemical and enzymatic refining processes of soybean oil, based on the analysis of physico-chemical parameters during enzymatic and chemical degumming.

The results showed that the processes of enzymatic refining , is more advantageous than the chemical process, because of the high yield of refined oil, thus has a clear decrease of the energy, and costs of the process , in spite of the time rises during the degumming, as well as the limit number of phospholipids allowed .

The results of analyses obtained show that the refined oil complies with the standards adapted by the company.

**Key word:** soybean, soybean oil, QUARA<sup>®</sup> LOWP, chemical refining, enzymatic refining.