

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'enseignement Supérieur et de la Recherche scientifique
Université A. MIRA - Bejaia

Faculté des Sciences et de la Nature et de la Vie
Département des Sciences Alimentaires
Filière : Science corps gras



Réf :.....

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

MASTER

Thème

**Influence du dosage de l'acide phosphorique
et de la quantité d'eau sur l'élimination des
pigments chlorophylliens de l'huile de soja au
cours du dégomme**

Présenté par :

Harik Samia et Ikhenoussene Dalila

Soutenu le : 13 Juillet 2022

Devant le jury composé de :

M^{me} Merzouk Hafida

MCB

Présidente

M^{me} Deflaoui Leila

MCA

Promotrice

M^{me} Slimani sakina

MAA

Examinatrice

Année universitaire : 2021 / 2022

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 madame Deflaoui Leila , qui nous a constamment guidé et encouragé. 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 M^{me} Merzouk et M^{me} Slimani qui ont accepté de juger et d'évaluer ce travail.

Nous tenons aussi à remercier tout le personnel du complexe CO.G.B La belle, 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.

Dédicace

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.

Je le dédie aussi à mes chers frères et sœurs et à mon fiancé Aucune dédicace ne peut exprimer mes sentiments je leurs souhaite une vie pleine de bonheur et de réussite.

Dalila.

Dédicace

Je dédie ce travail

À mes très chers parents et grand parents qui m'ont tout donné. Qui ont toujours été là pour moi, et qui m'ont donné un magnifique modèle de labeur et de persévérance.

J'espère qu'ils trouveront dans ce travail toute ma reconnaissance et tout mon amour.

À mes deux frères moha et massi à qui je souhaite une vie pleine de bonheur et de joie.

Samia.

Liste des figures

Figure 01 : Organigramme de l'unité CO.G.B la Belle de Bejaia	11
Figure 02 : : Acidité des huiles en fonction de la concentration d'acide phosphorique et de la quantité d'eau utilisées lors du dégommege.....	19
Figure 03 : Teneur de l'indice de peroxyde des huiles en fonction de la concentration d'acide phosphorique et de la quantité d'eau dans le procéder de dégommege acide.....	20
Figure 04 : :Indice de saponification en fonction de la concentration d'acide phosphorique et de la quantité d'eau lors de dégommege de l'huile de soja	22
Figure 05 : Teneur en chlorophylles des huiles en fonction de la concentration d'acide phosphorique et de la quantité d'eau dans le procéder de dégommege acide.....	23
Figure 06 : Teneur en caroténoïdes des huiles en fonction de la concentration d'acide phosphorique et de la quantité d'eau dans le procédé de dégommege acide.	25

Liste des tableaux

Tableau I: Composition de la graine de soja	2
Tableau II : Composition en acides gras de l'huile de soja (% des acides gras totaux)	4
Tableau III : Composition en insaponifiable de l'huile de soja	4
Tableau IV : Différents échantillons d'huile dégommée.....	13
Tableau V : : Résultats de la couleur de l'huile de soja dégommée utilisant différentes concentrations d'acide phosphorique et quantité d'eau.....	18

Sommaire

Liste des figures
Liste des tableaux

Sommaire

Introduction 1

Revue bibliographique

I. Généralités sur le soja 2

I.1. soja 2

I.2. Graine de soja 2

II. Huile de soja 2

II.1. Obtention de l'huile de soja 2

II.2. Définition de l'huile de soja 3

II.3. Composition de l'huile de soja 3

II.3.1. Fraction majeure 3

a). Composition de l'huile de soja en acide gras 3

II.3.2. Fraction mineure 4

a). Composition de l'huile de soja en insaponifiable 4

II.4. Intérêt nutritionnel de l'huile de soja 5

III. Raffinage de l'huile de soja 5

III.1 Définition et but 5

III.2. Etapes de raffinage 5

III.2.1. Démucilagination ou dégommage 6

III.2.1.1. Dégommage à l'eau 6

III.2.1.2. Dégommage à l'acide 6

III.2.1.3. Dégommage à "sec" 7

III.2.1.4. Dégommage SOFT 8

III.2.1.5. Dégommage enzymatique 8

III.2.1.6. Dégommage micellaire 8

III.2.2. Neutralisation 8

III.2.3. Lavage 9

III.2.4. Séchage 9

III.2.5. Décoloration 9

III.2.6. Désodorisation 9

Partie expérimentale

Chapitre I. Présentation du complexe « CO.G.B » la belle

I.1. Historique	10
I.2. Localisation et superficie	10
I.3. Potentiel de production	10
I.4. Les principaux produits de l'entreprise	11

Chapitre II. Matériel et méthodes

II.1. Echantillonnage	12
II.1.1. Huile brute	12
II.1.2. Huiles dégommées.....	12
II.2. Analyses effectuées sur l'huile de soja après le dégommage.....	14
II.2.1. Analyses physiques.....	14
II.2.1.1. Détermination de la couleur.....	14
II.2.2. Analyses chimiques	14
II.2.2.1. Détermination de l'acidité	14
II.2.2.2. Détermination de l'indice de peroxyde.....	15
II.2.2.3. Détermination de l'indice de saponification.....	16
II.3. Analyse des pigments (chlorophylles et caroténoïdes)	17
II.5. Analyse statistique	18

Chapitre III : Résultats et discussion

III.1. Couleur	19
III.2. Acidité	20
III.3. Indice de peroxyde	21
III.4. Indice de saponification	23
III.5. Chlorophylles	24
III.6. Caroténoïdes.....	26
Conclusion.....	28
Références bibliographiques	

Introduction

Les huiles végétales représentent un vaste ensemble très varié de corps gras d'origine, de composition, de qualité et de goûts différents. Celles-ci sont classées selon leurs caractéristiques physico-chimiques, leur mode de fabrication, leur composition en acides gras, en vitamines, en composés mineurs, leur intérêt nutritionnel et leurs usages (**Lecerf, 2011**).

Les huiles et les graisses appartiennent à un groupe d'aliments qui fournissent des calories et qui possèdent des fonctions importantes en tant qu'agent protecteurs et transporteur de vitamines liposolubles (**Badolato et al., 1994**).

En raison des préoccupations générales en matière de sécurité alimentaire, l'élimination des contaminants mineurs des huiles et des graisses doit être examinée en détail (**Jan De Kock et al., 2005**).

L'huile de soja est l'huile alimentaire la plus consommée à travers le monde. Elle provient de l'extraction de la graine de soja. Les principaux pays producteurs d'huile de soja sont les Etats-Unis, le Japon et la Chine. Ce dernier est le premier à planter le soja (**Platon, 1988 ; Denise, 1982**).

L'huile de soja qui provient d'une huile brute et qui nécessite, pour obtenir une huile comestible, le passage obligatoire par le traitement de raffinage (**Platon, 1988**). Ce traitement doit garantir au consommateur un produit d'aspect engageant, neutre de goût, résistant à l'oxydation, adapté à l'emploi désiré et débarrassé de ses substances toxiques ou nocives (**Denise, 1982**).

En Algérie, la consommation de l'huile est assurée pour une part importante par les huiles importées de l'étranger, qui doivent être traitées avant l'utilisation. Elles subissent un traitement de purification et de raffinage, la qualité des produits obtenus dépend de la qualité des matières premières, du procédé de fabrication, de la qualité de l'emballage et enfin des conditions de stockage.

Dans ce présent travail, nous nous sommes intéressées à l'influence de la concentration de l'acide phosphorique et de la quantité d'eau sur l'élimination des pigments chlorophylliens de l'huile de soja au cours du dégommeage. Cette étude est axée sur deux parties principales.

- Synthèse bibliographique qui traite les généralités sur la graine et l'huile de soja ainsi que la description des étapes du raffinage.

- La partie expérimentale est consacrée à la présentation de l'entreprise CO.G.B. La Belle, du matériel et méthodes ainsi que le développement des résultats et leur discussion.

**Revue
Bibliographique**

I. Généralités sur le soja

I.1. Soja

Le soja [*Glycine max (L.) Merrill*], est une espèce de plante annuelle de la famille des légumineuses (*fabacées*), sous –famille des *faboideae*, tribu des *phascoleae*, sous tribu des *glycininae*, genre *glycine* (**Rasolohery , 2007**) cette plante est dicotylédone herbacée , dressée et peut atteindre une hauteur de 1,8m (**Simon , 2005**).

I.2. Graine de soja

A l'issue de la floraison et de la nouaison, une gousse se développe contenant, selon les cas, entre 2 et 5 graines de couleur noire, marron, verte ou jaune. La graine est composée d'une enveloppe lisse, appelée la coque, de deux cotylédons et d'un embryon. Sa taille varie généralement entre 5 et 11 mm de diamètre et son poids (selon les variétés) oscille entre 50 et 400 mg (**Merrill et al., 1992 ; Lersten et Carlson, 2004**).

Le soja est un oléo protéagineux qui contient en moyenne 22 % d'huile et 40 % de protéine.

Tableau I : Composition de la graine de soja (Tremolieres et al., 1984)

Composants	Teneur (% MS).
Huile	17-27
Proteines	34-52
Cellulose	5-7

II. Huile de soja

II.1. Obtention de l'huile de soja

D'après **Scriben (1988)**, L'huile de soja est extraite en utilisant un procédé mécanique appelé pression selon les étapes suivantes :

- **Aplatissage** : Les graines passent entre deux cylindres lisses et ressortent sous forme de «flacons» .
- **Pressage à froid** : Il s'effectue à l'aide de presses hydrauliques à une température maximale de 60°C .

- **Cuisson :** Les flocons sont chauffés à une température de 80° C. Cette cuisson a pour but de faciliter l'extraction de l'huile des flocons au cours de la pression (**Scriben, 1988**)
- **Le pressage à chaud :** Il s'effectue uniquement par le passage de la pâte dans des presses à une température (80° à 120°C). Les flocons séchés passent dans les presses. L'huile s'écoule tandis que « les écailles de presse » sont recueillies à la sortie. L'huile obtenue « l'huile de pression » est tamisée et séchée par pulvérisation sous vide pour conserver ses qualités au cours du stockage. (**Scriben, 1988**).

II.2. Définition de l'huile de soja

L'huile de soja est fluide et d'un jaune plus ou moins foncé suivant la nature des graines et les procédés d'extraction. Fraîche, elle a une saveur assez prononcée d'haricot qui s'atténue peu à peu. Elle est riche en acides gras polyinsaturés et notamment en acide gras essentiel ; alpha-linolénique. Elle est recommandée pour les assaisonnements. (**Cossut et al., 2002**).

II.3. Composition de l'huile de soja

La composition de l'huile de soja peut être divisée en deux fractions : la fraction saponifiable comprend 98-99% du poids total de l'huile. La mineure fraction de composants environ 2% du poids total, principalement des stérols, pigments, hydrocarbure...ect.

II.3.1. Fraction majeure

a) Composition de l'huile de soja en acide gras

La teneur en acide gras insaturés de l'huile de soja étant très élevée, les molécules de triglycérides contiennent au moins deux acides gras insaturés (**Debruyne, 2001**).

Cette huile est riche en acide linoléique (50%) et en acide oléique (24%) et comprend 15% d'acides gras saturés. La présence de 7% d'acide linoléique (C18 :3) la rend très fragile à la chaleur et on doit l'utiliser uniquement pour les assaisonnements (à froid) (**Lamballais, 1989 ; Debruyne, 2001**).

Tableau II: Composition en acides gras de l'huile de soja (% des acides gras totaux)
(**Morin et al., 2012**).

Acides gras	Teneur(%)
Ac.myristique (C14 :0)	<0,2
Ac.palmitique (C16 :0)	8-11
Ac.margarique (C17 :0)	-
Ac.stearique (C18 :0)	3-6
Ac.arachidique (C20 :0)	<1
Ac.beheutique (C22 :0)	<0,7
Ac.lignocerique (C24 :0)	<0,4
Ac.palmitoleique (C16 :1)	<0,2
Ac.heptadinoique (C17 :1)	-
Ac.oleique (C18 :1)	17-26
Ac.gadoleique/gondoique (C20 :1(n-11)/C20 :1(n-9))	<0,4
Ac.erucique (C22 :1(n-9))	0,2
Ac.linoleique (C18 :2(n-6))	50-62
Ac.alphalinolenique (C18 :3(n-3))	4-10

II.3.2. Fraction mineure

a). Composition de l'huile de soja en insaponifiable

Tableau III : Composition en insaponifiable de l'huile de soja (Pouzet, 1992).

Composants	Teneurs	Composants	Teneurs
Stérols (en mg/100g)	250-418	Hydrocarbures (mg/100g)	80-167
Composition des stérols (en %des stérols totaux)		Tocophérols (mg/100g)	
Cholestérol	<1	Composition des tocophérols (en% des tocophérols totaux)	5-10
Brassicasterol	-	Alpha-tocophérol	
Compasterol	19-23	Bêta-tocophérol	2-3
Stigmastérol	17-19	Gamma –tocophérol	44-60
β sitostérol	47-59	Delta-tocophérol	30-43
Δ5 Avina stérol	2-4	Tocophérol	-
Δ7 stigmastérol	1-3		
Δ7 Avina stérol	1-2		
Ergostérol	<3		

❖ Composition de huile de soja en phosphatides

Ils se présentent dans l'huile sous deux formes ; Hydratables : ce sont en particulier la phosphatidylcholine (30%) et la phosphatidyléthanolamine (30%) ; non hydratables : ce sont des sels de calcium et de magnésium des acides phosphatidiques et des phosphatidylinositol (40%) (**Platon, 2007**).

II.4. Intérêt nutritionnel de l'huile de soja

L'huile de soja est une huile 100 % végétale, riche en acides gras essentiels et pauvres en cholestérol. C'est une excellente huile de table pour sa teneur en acide linoléique et acide alphalinolenique et aussi une bonne source de vitamines particulièrement en vitamine K1, elle est naturellement protégée de l'oxydation par la vitamine E qu'elle contient (**Poisson et Nacre, 2003 ; Silva, 2012 ; Ciquel, 2017**).

III. Raffinage de l'huile de soja

III.1 Définition et but

Pour obtenir une huile neutre, stable et comestible, l'huile brute de soja nécessite le passage obligatoire par le raffinage. Ce dernier est un traitement destiné à éliminer les acides gras libres et les composants autres que les triglycérides qui contribuent à l'odeur et à la flaveur indésirable (**Farhoosh et al., 2009**).

Le raffinage permet de garantir l'innocuité d'innocuité avec l'élimination efficace des éventuels contaminants chimiques (solvants organiques, métaux lourds, hydrocarbures, résidus phytosanitaires, dioxines...) et microbiologiques pouvant être présents dans les corps gras bruts (**Rossignol, 2000; Lin et Lin, 2009**).

III.2. Etapes de raffinage

L'huile de soja brute extraite des graines de soja nécessite, pour obtenir une huile comestible, le passage obligatoire par le traitement de raffinage qui est constitué d'une série d'opérations que doit subir une huile brute dont les principales étapes sont ; la démucilagination, la neutralisation, le lavage, le séchage, la décoloration et la désodorisation (**Cossut et al., 2002 ; Belitz et al., 2009**).

III.2.1. Démucilagination ou dégommage

Cette opération consiste à éliminer dans l'huile brute les gommages ou mucilages composés surtout de phospholipides, facteurs d'instabilité qui tendent à troubler l'huile et induisent des colorations lors du raffinage (**Multon, 2002**).

L'objectif principal du dégommage est cependant l'élimination des phospholipides. La présence de ce constituant dans les huiles brutes entraîne plusieurs inconvénients :

- Ils forment des précipités (mucilages) qu'il n'est pas possible d'admettre dans une huile destinée à la consommation,
- Ils s'acidifient, s'oxydent et développent plus rapidement un goût désagréable,
- Ils sont souvent liés à des métaux lourds catalyseurs d'oxydation (**Karleskind et Wolff, 1992**).

Par ailleurs, l'élimination incomplète des composés phosphorés peut avoir comme conséquence de créer des difficultés dans les étapes ultérieures du raffinage : émulsion, formation de mousses au séchage, désactivation de la terre décolorante et colmatage rapide des filtres, inactivation des catalyseurs d'hydrogénation, inhibition de la décoloration thermique lors de la désodorisation (**Karleskind et Wolff, 1992 ; Gibon et Tirtiaux, 1998**).

Il existe différents types de protocole de dégommage : le dégommage à l'eau, à l'acide à sec, le dégommage enzymatique, le dégommage SOFT et le dégommage micellaire (**Dijkstra, 1998**).

III.2.1.1. Dégommage à l'eau

Le dégommage à l'eau est conduit par addition d'eau chaude ou de vapeur d'eau pour précipiter les "gommages". Les gommages sont alors séparés de l'huile par centrifugation continue (**Snape et Nakajima, 1996**). Les conditions de séparation doivent être optimisées afin d'éviter les pertes en huile, tout en conservant une bonne efficacité de séparation. Les paramètres clés sont la quantité d'eau ajoutée, la température, la vitesse de rotation et la durée d'agitation (**Thomopoulos et Tzia, 1993 ; Indira et al., 2000**).

III.2.1.2. Dégommage à l'acide

Le dégommage à l'acide est particulièrement adapté à la séparation des lécithines, en particulier en vue de leur valorisation industrielle. Néanmoins il est moins efficace pour éliminer les phospholipides qui ne sont pas ou peu hydratés. Plusieurs procédés ont donc été développés pour améliorer cette opération, 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 les acides phosphorique, citrique, acétique, oxalique, etc. (**Du, 1996**

et Smiles *et al.*, 1999 ; Pan *et al.*, 2001). De façon générale, l'acide phosphorique est largement utilisé, car il se forme une liaison forte entre les groupements phosphates et les ions calcium, fer et magnésium.

L'efficacité de dégommage de 6 agents (l'eau, acide citrique, phosphorique, oxalique, anhydride acétique et maléiques) a été comparée sur les huiles brutes de colza, de soja et de tournesol. Dans les conditions testées, l'eau s'est révélé l'agent le moins efficace, et l'efficacité de chaque acide dépend de l'huile utilisée. Pour l'huile de colza, l'acide citrique et l'acide phosphorique sont les plus efficaces avec respectivement 91 et 93% d'élimination des gommages. Pour l'huile de soja l'élimination est supérieure à 98% avec tous les acides. Dans le cas de l'huile de tournesol, c'est l'anhydride maléique et l'acide oxalique qui sont les plus performants (Smiles *et al.*, 1999). Les conditions optimales de dégommage de l'huile de tournesol à l'acide phosphorique sont 35 minutes de contact à 60 - 70°C, alors qu'elles sont de 25 minutes à 70°C pour l'acide citrique (Pan *et al.*, 2001).

Remarquons que le dégommage séparé à l'eau ou en présence d'acide commence à être abandonné dans les procédés de raffinage chimique. Toutefois la plus part des raffineurs font subir à l'huile brute un prétraitement avant la neutralisation qui permet une meilleure précipitation des phospholipides lors de cette étape.

III.2.1.3. Dégommage à "sec"

L'opération de dégommage à sec est conduite en combinant le dégommage acide et la décoloration en une seule étape. L'acide (0.05 à 1.2%) est dispersé dans l'huile chaude (80 - 100°C) pour décomposer les phospholipides non hydratables. Une quantité de terre activée (1 à 3%) est ajoutée pour fixer l'acide phosphorique libéré et l'excès d'acide ajouté. Cette opération est réalisée à 120 - 140°C sous pression réduite (Cmolik et Pokorny, 2000). La terre activée peut être remplacée par une silice "hydrogel" synthétique. L'utilisation de cette dernière est en particulier recommandée pour la décoloration de l'huile de tournesol après dégommage à l'acide citrique (Dimic *et al.*, 1994). L'utilisation d'une combinaison de silice et terre activée est aussi proposée pour la purification de l'huile de maïs après dégommage à l'eau (Antoniassi *et al.*, 1998).

III.2.1.4. Dégommage SOFT

Le dégommeage SOFT développé par Tirtiaux est un nouveau procédé de dégommeage physico-chimique (**Gibon et Tirtiaux, 1998**) qui permet d'éliminer complètement les cations métalliques et d'extraire rapidement les phospholipides. Il est basé sur la mise en contact de l'huile brute, ou dégommee à l'eau, avec une solution aqueuse d'un agent chélatant: l'acide éthylène diamine tétra acétique (EDTA) ou l'un de ses sels. L'avantage du procédé réside dans la douceur du traitement permettant d'atteindre une haute qualité d'huile en une seule étape. Appliqué aux huiles de graine de lin, de soja, de tournesol, de colza, et de palme, il permet d'atteindre des taux de phosphore résiduel inférieurs à 5 ppm (**Choukri et al., 2001**).

III.2.1.5. Dégommage enzymatique

La méthode la plus récente pour dégomme les huiles végétales est le dégommeage enzymatique. Cette technique a été initialement développée par Lurgi (Enzymax). Sous l'action de la phospholipase, les phospholipides non hydratables sont convertis en lyso-phospholipides, insolubles dans l'huile, et séparés par centrifugation continue (**Gibon et Tirtiaux, 1998 ; Roy et al., 2002**).

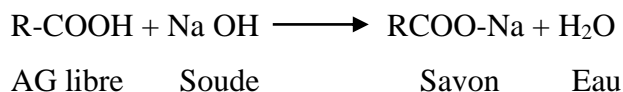
III.2.1.6. Dégommage micellaire

Le dégommeage micellaire met en œuvre les techniques membranaires. L'application de cette technique au raffinage des huiles ouvre de larges perspectives car ce sont des procédés simples, avec une faible consommation énergétique, facilement extrapolables, et ne nécessitant pas de produits chimiques additionnels (**Wankat, 1990**). Plusieurs auteurs ont montré que cette technique permet d'éliminer totalement les phospholipides, tout en retenant les pigments et certains acides gras libres (**Cheryan et al., 1994 ; Snape et Nakajima, 1996**). Les techniques ont été surtout étudiées pour le raffinage de mélange huile-solvant organique (**Pagliari et al., 2001 ; In-Chul Kim et al., 2002 ; Pagliero et al., 2004**). Mais, les études se sont aussi portées sur le traitement direct de l'huile brute (**Alicio et al., 2002 ; Miyagi et al., 2003**). Jusqu'à présent elles n'ont cependant conduit à aucune application industrielle.

III.2.2. Neutralisation

Elle vise essentiellement à l'élimination des acides gras libres. Cette étape consiste en l'ajout d'une solution de la soude dont la concentration dépend de l'acidité de l'huile au mélange issu du dégommeage (**Régis et al., 2016**)

Selon (**korleskind,1992**), la réaction de neutralisation et de forme suivante :



III.2.3. Lavage

Le lavage est l'opération qui permet d'éliminer les substances alcalines (savon et soude en excès) présentes dans l'huile à la sortie du séparateur, ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides et autres impuretés (**Denise, 1982**).

III.2.4. Séchage

L'humidité présente dans l'huile lavée est éliminée avant l'opération de décoloration car elle peut provoquer un colmatage rapide des filtres, surtout en présence de savon (**Densie, 1992**). La présence d'eau inhibe la terre décolorante (**Eaur, 1988**).

III.2.5. Décoloration

Cette opération vise à éliminer les pigments colorés tel que (caroténoïdes et chlorophylles et les HAP hydrocarbure polycyclique aromatique), (**Lacoste et al., 2003**).

La décoloration des huiles se fait par adsorption des pigments sur terre décolorante maintenue en contact avec l'huile environ 30 min. la terre chargée en pigments est alors séparée de l'huile par filtration (**Pages et al., 2010**).

III.2.6. Désodorisation

L'objectif de la désodorisation est d'éliminer par distillation au moyen de vapeur d'eau, sous vide, des substances qui portent un arôme et une saveur indésirable et qui sont des constituants naturels de l'huile brute (**Flacoste et al., 2005**).

Partie Expérimentale

Présentation de L'entreprise

Chapitre I. Présentation du complexe « CO.G.B » la belle

I.1. Historique

Le groupe Lesieur Afrique a lancé les travaux de réalisation de la raffinerie savonnerie de Bejaia, en 1942. C'est donc en cette année qu'est née la société des corps gras de Bejaia. Suite aux effets de la seconde guerre mondiale, les travaux de cette raffinerie n'ont pu être achevés qu'en 1948, année de son entrée en activité et son rattachement à la société de l'Afrique du nord(SI.A.N).

En 1982 a été créé l'entreprise nationale des corps gras(E.N.C.G) à l'issue de la restauration organique de l'entreprise mère : société de gestion et des projets de développement des industries alimentaires (SO.G.DI.A), la création du projet du complexe revient à la décision 76 /03IH83 du 23 Mai 1976.

L'E.N.E.C.G a accédé au statut de d'entreprise autonome en 1989et, est devenue la société par action spa- E.N.E.C.G réparties en cinq filiales : Alger ; Oran ; Bejaia ; Annaba et Meghna. Ce n'est qu'en 1998 que l'unité de Bejaia se privatise et prendre nom de CO.G.B la belle /SPA .

I.2. Localisation et superficie

Le complexe occupe une superficie de 121757m

L'entreprise COGB se situe à la willaya de Bejaia, implanté dans la zone industrielle de la ville de Bejaia, elle est limitée par :

- ALCOSTE (SPA), au sud-ouest
- OUED SEGHIR et la centrale ESIMIA, au nord.
- La route des AURES à l'Ouest.
- TRANSBOIS, au sud.

I.3. Potentiel de production

- Raffinage d'huile : 530Tonnes /j
- Production savon de ménage : 150 Tonnes/ j
- Production savon de toilette 10 Tonnes/ j
- Production Glycérine : 50 Tonnes / j
- Production Acides Gras Distillés : 20 Tonnes / j

- Production Margarines : 80 Tonnes/ j

I.4. Les principaux produits de l'entreprise

L'entreprise est spécialisée dans la fabrication des corps gras suivants :

✓ **Usage alimentaire**

Huile de table et Margarine

✓ **Usage domestique**

Savonnette et Savon de ménage

✓ **Usage industriel**

Savon industriel type lubrification et Acide gras distillé pour peinture, détergeant....

✓ **Usage pharmaceutique**

Glycérine codex

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

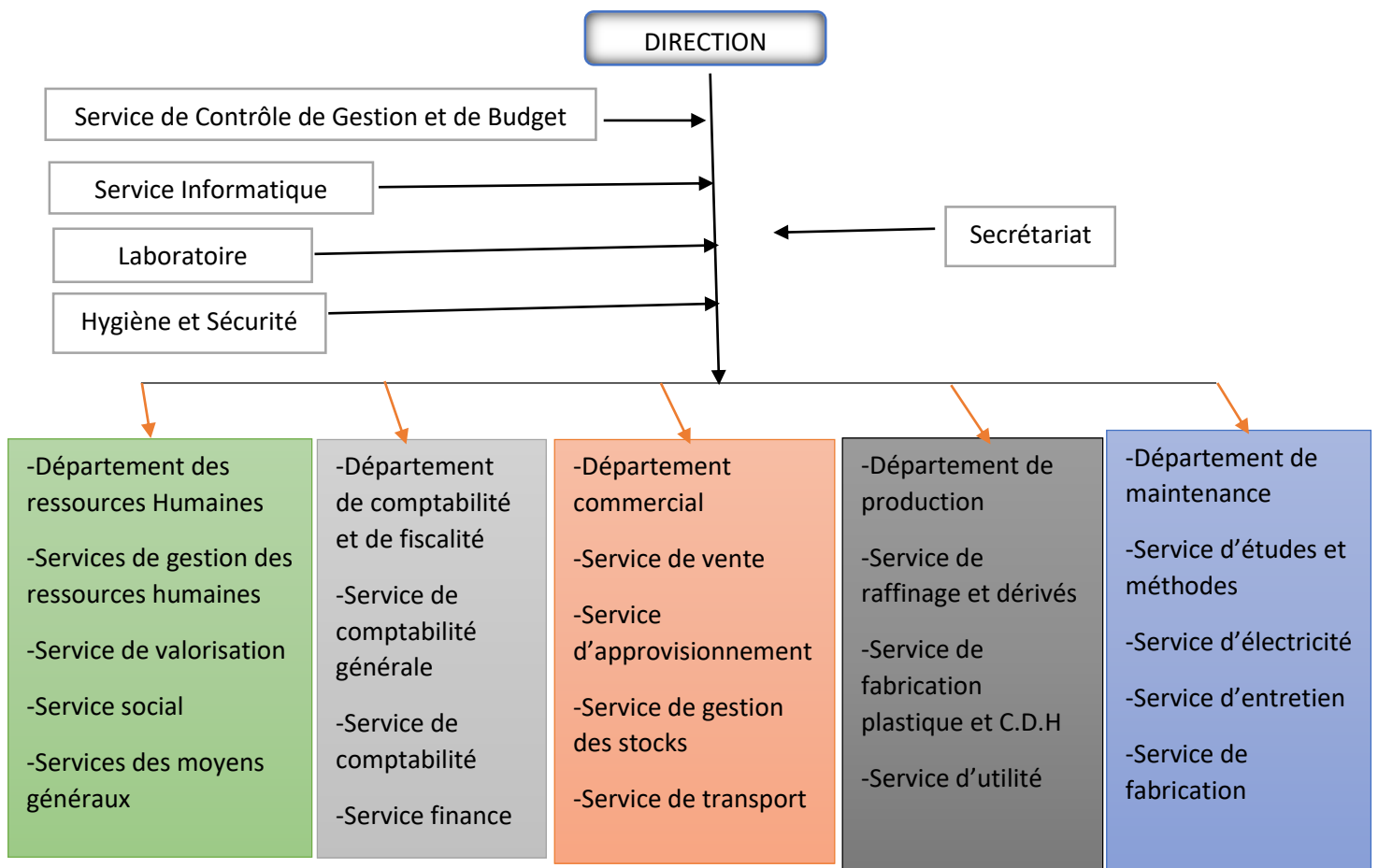


Figure01 : Organigramme de l'unité CO.G.B la Belle

Matériel
Et
Méthodes

Chapitre II. Matériel et méthodes

L'objectif de cette étude consiste à déterminer l'effet de la concentration de l'acide phosphorique et de la quantité d'eau sur quelques paramètres physico-chimique de l'huile de soja au cours de l'étape de la déémucilagination.

La partie expérimentale est réalisée au sein du laboratoire de physico-chimie de l'entreprise « CO.G.B » la belle (Bejaïa).

II.1. Echantillonnage

II.1.1. Huile brute

Le prélèvement des échantillons d'huile brute a été effectué du bac de stockage au niveau de la raffinerie d'huile de « CO.G.B » la belle (Bejaïa). 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.1.2. Huiles déémommées

Après l'homogénéisation de l'huile brute de soja, 12 échantillons de 500g sont prélevés et répartis en 3 groupes (E1,E2,E3,E4) ,(E5,E6,E7,E8) et (E9,E10,E11,E12). Après chauffage à 85°C, chaque groupe est traité par une concentration d'acide phosphorique (1,1% ; 1,25% et 1,5%) ; respectivement. Sept (7) minutes après, des quantités d'eau de procédé sont ajoutées pour chaque échantillon d'un groupe (10ml, 20ml, 40ml et 100ml) ; respectivement. Par la suite le mélange est filtré et centrifugé à 3600Tr/min pendant 10 minutes afin de séparer les phospholipides hydratables et récupérer la phase de l'huile déémucilaginée.

Tableau IV : Différents échantillons d'huile brute à dégommer

Echantillon	composition
E1	500g d'huile +1,1% d'acide phosphorique + 10ml d'eau procédée
E2	500g d'huile +1,1% d'acide phosphorique + 20ml d'eau de procédée
E3	500g d'huile +1,1% d'acide phosphorique + 40ml d'eau de procédée
E4	500g d'huile +1,1% d'acide phosphorique + 100ml d'eau de procédée
E5	500g d'huile +1,25% d'acide phosphorique + 10ml d'eau de procédée
E 6	500g d'huile +1,25% d'acide phosphorique + 20ml d'eau de procédée
E7	500g d'huile +1,25% d'acide phosphorique + 40ml d'eau de procédée
E8	500g d'huile +1,25% d'acide phosphorique + 100ml d'eau de procédée
E9	500g d'huile +1,5% d'acide phosphorique + 10ml d'eau de procédée
E10	500g d'huile +1,5% d'acide phosphorique + 20ml d'eau de procédée
E11	500g d'huile +1,5% d'acide phosphorique + 40ml d'eau de procédée
E12	500g d'huile +1,5% d'acide phosphorique + 100ml d'eau de procédée

II.2. Analyses effectuées sur l'huile de soja après le dégommage

II.2.1. Analyses physiques

II.2.1.1. Détermination de la couleur

a) Principe

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

b) Mode opératoire

Une quantité d'huile est mise dans une cellule en verre de cinq pouces que nous plaçons dans le colorimètre. La couleur de l'échantillon est déterminée par une meilleure comparaison possible avec les lames de couleurs standards, réalisée par **ISO 15305, (1998)**.

c) Expressions des résultats

Les résultats sont déterminés en unités jaune (**J**) et rouge (**R**).

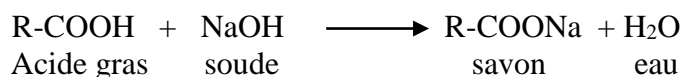
II.2.2. Analyses chimiques

II.2.2.1. Détermination de l'acidité (A%)

L'acidité (A%) est le pourcentage d'acides gras libres exprimé conventionnellement selon la nature du corps gras, en acide oléique pour la grande majorité des corps gras, l'acidité est réalisée selon **ISO660, (1996)**.

a) Principe

Le principe consiste à 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 :



b) Mode opératoire

Après dissolution de 10g d'huile dans 75ml d'alcool éthylique neutralisé en présence de phénolphtaléine le mélange est chauffé (avec agitation) pendant une minute afin d'améliorer la

réaction. Les acides gras sont titrés par une solution de NaOH à 0.1N jusqu'à une coloration rose persistante une dizaine de seconde.

c) Expression des résultats

$$A (\%) = (N \times M \times V) / 10 \times m$$

A : Acidité de l'huile (%);

N : Normalité de NaOH (0,0365N);

V : Volume de la chute de burette NaOH (ml);

M : Masse molaire de l'acide adapté pour l'expression = 282g/mol pour l'acide oléique ;

m : La masse en gramme (g) de la prise d'essai.

II.2.2.2. Détermination de l'indice de peroxyde

L'indice de peroxyde représente des substances présentes dans l'échantillon, exprimé en milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme de corps gras, oxydant l'iodure de potassium. Cet indice nous renseigne sur le degré d'oxydation et d'altération des matières grasses, est réalisée selon **ISO3960, (2007)**.

a) Principe

Traitement d'une prise d'essai en solution avec de l'acide acétique et du chloroforme par une solution d'iodure de potassium. Le titrage de l'iode libéré par une solution titrée de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré.

b) Mode opératoire

Une masse de 2g d'huile sont ajoutés à 10ml de chloroforme et 15ml d'acide acétique puis incorporer à cette solution 1ml d'iodure de potassium KI. La solution est agitée pendant 1 minute et mise à l'abri de la lumière pendant 5 minutes puis ajouter 75ml d'eau distillée et agiter vigoureusement en présence d'empois d'amidon. Cette solution est titrée avec le thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) à 0,02N jusqu'à l'apparition de la couleur transparente et parallèlement effectuer un essai à blanc (sans huile).

c) Expression des résultats

$$\text{IP (még g O}_2\text{/ kg MG)} = (V - V_0) \times N \times 1000 / P$$

IP : Indice de peroxyde (meqd'O₂/ kg) ;

V : Volume de NaS₂O₃ utilisé dans le titrage (ml) ;

V₀ : Volume de Na₂S₂O₃ pour l'essai à blanc (ml) ;

N : Normalité de la solution de thiosulfate de sodium 0,002 N ;

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

II.2.2.3. Détermination de l'indice de saponification

L'indice de saponification est la quantité d'hydroxyde de potassium (potasse caustique KOH) en mg nécessaire pour saponifier les acides gras libres qui nous renseignent sur la longueur de la chaîne et nous permet de déterminer la masse moléculaire moyenne de l'acide gras, réalisée selon **NE.1.2.4.9, (1985)**

a) principe

C'est une réaction lente et incomplète, pour l'accélérer on l'apporte à une température élevée d'excès d'alcalin.

b) Mode opératoire

On pèse 2g d'huile sont introduit dans un ballon à cole rode puis ajoutés 25ml de solution KOH dans l'éthanol à 0.5N avec trois pierres pence, le mélange est porté à ébullition dans un chauffe ballon surmonté d'un réfrigérant à reflux pendant une heure.

Après refroidissement le mélange est récupéré puis on ajoute quelques gouttes de l'indicateur coloré (phénolphtaléine) la solution est titrée avec l'acide chlorhydrique Hcl à 0.5N jusqu'à la disparition de la couleur rose et réapparition de la couleur initiale du mélange (transparente). Le volume de Hcl est noté.

c) Expression des résultats

$$\text{IS} = ((V_0 - V) \times N \times M) / P$$

V₀ : Volume en ml de HCL utilisé pour l'essai à blanc ;

V : Volume en ml de HCL utilisé pour l'échantillon à analyser ;

P : Prise d'essai en grammes ;

N : La normalité de l'acide chlorhydrique HCL 0.5N.

II.3. Analyse des pigments (chlorophylles et caroténoïdes)

a) Mode opératoire

Le protocole adopté au dosage des chlorophylles et caroténoïdes est celui de (Minguez-Mosquera *et al.*, 1991). Une quantité de 7,5g d'huile est introduite dans une fiole de 25 ml qui est ajustée avec du cyclohexane jusqu'au trait de jauge, puis agiter pendant 10 minutes. Une lecture spectrophotométrique est mesurée à une longueur d'onde de 670 nm qui renseigne sur la fraction chlorophyllienne, alors que la fraction en caroténoïdes est détectée à 455 nm.

b) Expression des résultats

- La teneur en chlorophylle est déterminée comme suite :

$$\text{Teneur en chlorophylle a (mg/kg)} = A_{670} \times 10^6 / 613 \times 100 \times d$$

A : L'absorbance à la longueur d'onde 670 nm ;

613 : Extinction spécifique de chlorophylle ;

d : Largeur de la cuve = 1 cm.

- La teneur en caroténoïdes est déterminée comme suite :

$$\text{Teneur en } \beta\text{-carotène a (mg/kg)} = A_{455} \times 10^6 / 2590 \times 100 \times d$$

A : L'absorbance à la longueur d'onde 455 nm ;

2590 : Extinction spécifique de caroténoïdes.

II.5. Analyse statistique

Pour la comparaison des résultats et la mise en évidence des différences significatives entre les échantillons, l'analyse de la variance entre les différents échantillons étudiés est réalisée, à l'aide du test ANOVA-LSD du logiciel STATISTICA 7.1 à un niveau de signification de $<0,05$.

**Résultats
Et
Discussion**

Chapitre III : Résultats et discussion

III.1. Couleur

La couleur est une caractéristique importante pour déterminer l'acceptation visuelle d'une huile (Parry *et al.*, 2006), elle est due à la présence de quelques pigments (Mehmood *et al.*, 2013).

Résultats de la couleur des échantillons d'huile de soja dégommée sont résumés dans le **tableau V**.

Tableau V: Résultats de la couleur de l'huile de soja dégommée utilisant différentes concentrations d'acide phosphorique et différentes quantités d'eau.

Echantillon	Rouge	Jaune
Huile brute	2,5 (i)	70
E1	2,3 (h)	70
E2	2,1 (g)	70
E3	2 (f)	70
E4	1,9 (f)	70
E5	1,8 (e)	70
E6	1,8 (e)	70
E7	1,7 (d)	70
E8	1,5 (c)	70
E9	1,5 (b)	70
E10	1,3 (a)	70
E11	1,3 (a)	70
E12	1,3 (a)	70

Les résultats du **tableau V** révèlent qu'il n'existe aucune différence significative ($p < 0,05$) dans la couleur jaune des huiles analysées. Par contre des différences significatives sont notées dans la couleur rouge des échantillons d'huiles dégommées.

Les résultats représentés dans le **tableau V** montrent une relation inversement proportionnelle entre l'intensité de la couleur rouge et la concentration en acide phosphorique. Une diminution graduelle de la couleur rouge est notée lorsque la concentration en acide phosphorique augmente, cette diminution est plus prononcée à la concentration de 1,5%.

L'analyse de cette dernière, montre que le procédé de dégommage influe sur la couleur de l'huile de soja brute. En effet, il y a une diminution de l'intensité de couleur passant de 2,5 de l'huile brute à 1,3 de l'échantillon traité de 1,5% d'acide phosphorique et 100ml d'eau.

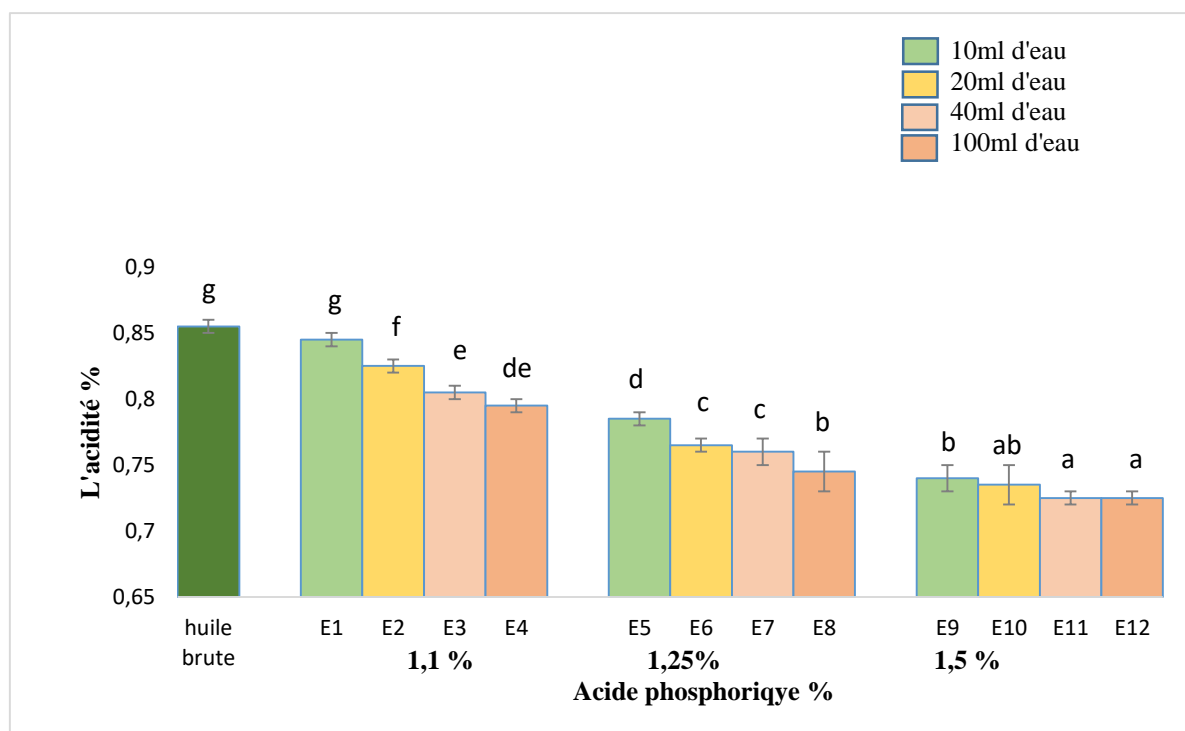
Cela confirme que les échantillons de l'huile de soja dégommée, ont subi un changement de composition affectant la couleur. Selon (**Barrera *et al.*, 1997**), tout changement de couleur d'huile signifie un changement de composition.

La diminution de la couleur des huiles dégommées peut être expliquée par la diminution des pigments présents dans l'huile (chlorophylles et caroténoïdes).

III.2. Acidité

L'acidité d'une huile est un paramètre qualitatif important dans l'industrie, étant donné que la teneur en acides gras libres a un effet direct sur la stabilité de l'huile végétale (**Sadoudi, 2014**), ce paramètre réduit la qualité et la valeur marchande de l'huile (**Hubert *et al.*, 2017**).

L'analyse statistique **figure 02** révèle des différences significatives ($p < 0,05$) selon la concentration d'acide phosphorique et la quantité d'eau de procédé utilisées.



*Les barres verticales représentent les écarts-types.

*Les différentes lettres présentent des différences significatives ($p < 0,05$)

Avec : $a < b < c < d < e < f < g$

Figure02 : Acidité des huiles en fonction de la concentration d'acide phosphorique et de la quantité d'eau utilisées lors du dégommage.

L'acidité de tous les échantillons d'huile dégommée est inférieure à l'acidité de l'huile brute (0,85%). Une diminution progressive de l'acidité est notée au fur et à mesure que la concentration en acide phosphorique et la quantité d'eau ajoutée augmentent.

Les valeurs les plus faibles sont enregistrées par les huiles dégommées utilisant 1,5% d'acide phosphorique et 40 et 100ml d'eau (0,72%).

Les valeurs atteintes dans cette étude sont très faibles par rapport à la norme ($< 1,5\%$) fixée par l'entreprise.

La diminution de l'acidité au cours de l'étape de dégommage est due à l'entraînement des acides gras libres avec les mucilages dans la phase aqueuse, ce qui protège l'huile de l'oxydation (**Motri et al., 2021**).

Le rôle principal de l'acide phosphorique est l'élimination des phospholipides non hydratables, l'eau a aussi un rôle d'élimination des phospholipides hydratables (**El Ouardy, 2014**).

III.3. Indice de peroxyde

La valeur de peroxyde est une mesure de la concentration de peroxydes et d'hydroxydes formés dans les étapes initiales de l'oxydation des matières grasses.

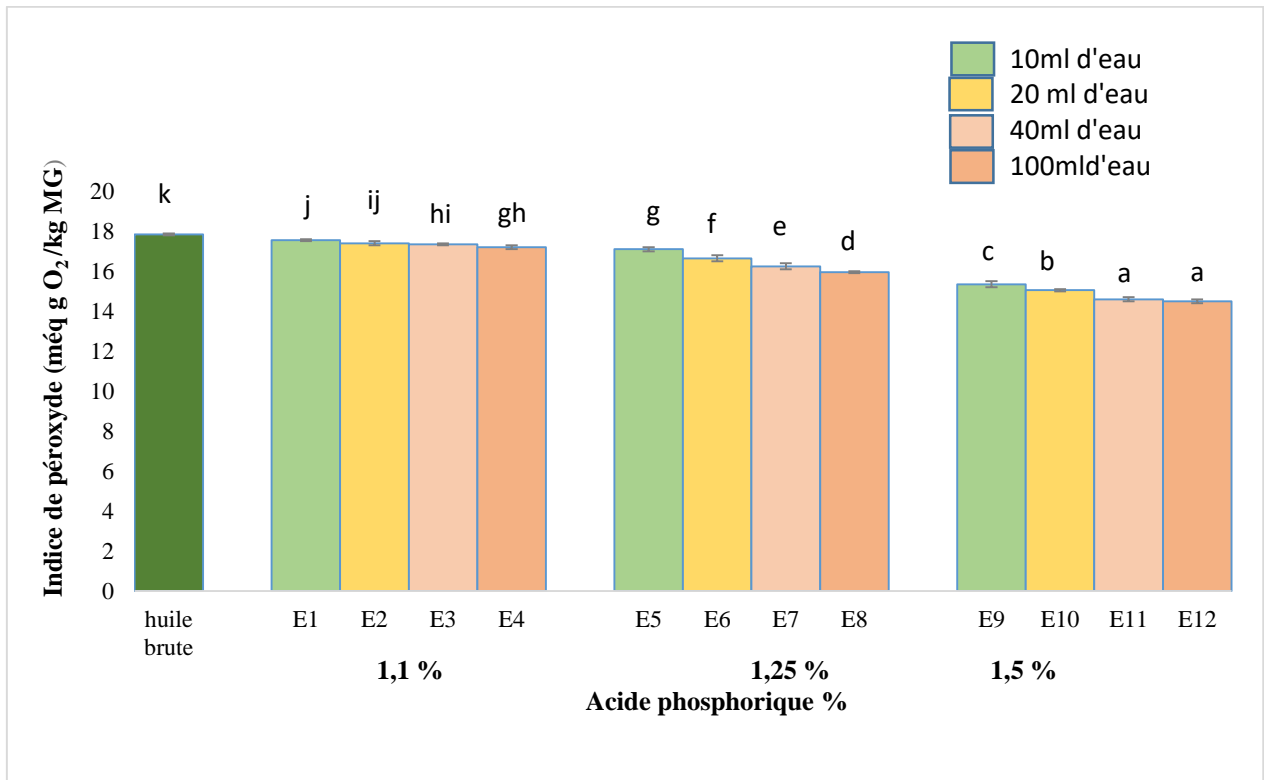
Ce processus conduit à la dégradation des lipides pouvant affecter ainsi leur saveur et leur couleur (**Lorenzo et al., 2013**). Il est utilisé pour l'évaluation du rancissement oxydatif dans les huiles et graisses (**Mohdaly et al., 2010**).

L'indice de peroxyde des échantillons d'huile analysés sont exprimés en (meqO₂/kg MG) (**figure 03**).

L'analyse statistique montre des différences significatives ($p < 0,05$) selon la concentration d'acide phosphorique et la quantité d'eau de procédé utilisé.

Les résultats de la **figure 03** montrent que l'huile brute possède un indice de peroxyde de (17,85meq O₂/kg) nettement plus élevé que celui des huiles dégommées.

Les résultats illustrés dans la **figure 03** indiquent que l'indice de peroxyde diminue en augmentant la concentration de l'acide phosphorique et de la quantité d'eau ajoutée.



*Les barres verticales représentent les écarts-types.

*Les différentes lettres présentent des différences significatives ($p < 0,05$)

Avec : $a < b < c < d < e < f < g < h < i < j < k$

Figure 03 : L'indice de peroxyde des huiles en fonction de la concentration d'acide phosphorique et de la quantité d'eau dans le procédé de dégommeage acide.

Les valeurs les plus faibles ($14,5 \text{ meqO}_2/\text{kg}$) sont enregistrées par les huiles dégommeées par 1,5% d'acide phosphorique et traitées par 40 et 100ml d'eau.

Les indices de peroxydes les plus élevés ($17,55 \text{ meqO}_2/\text{kg}$) sont notés par les échantillons d'huiles dégommeées par la plus faible concentration en acide phosphorique (1,1%) surtout les échantillons traités par 10 et 20ml d'eau.

Les valeurs obtenues dans les huiles traitées par les trois concentrations en acide phosphorique (1,1%, 1,25% et 1,5%) ainsi qu'avec 10, 20, 40 et 100ml d'eau sont inférieure au seuil maximal ($17,55 \text{ meqO}_2/\text{kg}$) établi par l'entreprise.

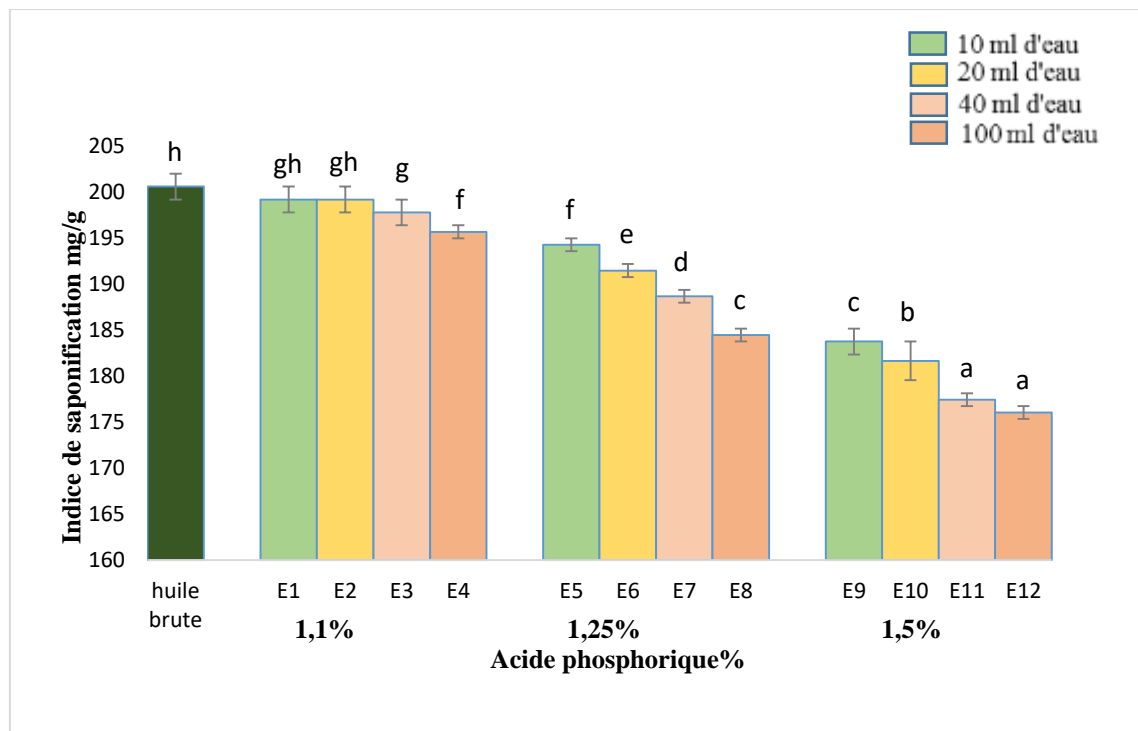
Les indices de peroxydes relativement faibles obtenus pour tous les échantillons d'huiles dégommees traités par les différentes concentrations en acides phosphoriques et différents quantités d'eau sont liés à l'absence d'altération de la matière grasse (M'baye,2012).

III.4. Indice de saponification

C'est le nombre de mg de potasse caustique (KOH) nécessaires pour transformer en savon les acides gras libres ou combinés, d'un gramme de corps gras (François, 1974).

Les indices de saponification des échantillons d'huile analysés sont exprimés en mg(KOH)/g d'huile (figure 04).

L'analyse statistique révèle des différences significatives ($p < 0,05$) selon la concentration d'acide phosphorique et la quantité d'eau de procédé utilisée.



*Les barres verticales représentent les écarts-types.

*Les différentes lettres présentent des différences significatives ($p < 0,05$)

Avec : $a < b < c < d < e$

Figure04 : Indice de saponification en fonction de la concentration d'acide phosphorique et de la quantité d'eau lors de dégomme de l'huile de soja.

D'après l'analyse des histogrammes représentées dans la **figure 04**, une diminution d'indice de saponification est observée pour l'huile au fur à mesure que la concentration de l'acide phosphorique augmente ainsi que l'augmentation de la dilution avec différentes teneurs en eau de procédé (10, 20, 40,100) ml ; cela est probablement dû à la saponification de tous les acides gras libres.

Les paramètres les plus efficaces pour éliminer les acides gras libres durant le dégommeage acide de l'huile de soja est l'utilisation de forte dilution avec de l'eau de procédé et une concentration de 1,5% d'acide phosphorique.

Les valeurs de l'indice de saponification obtenues dans cette étude sont faibles et inférieurs au seuil maximal établi par l'entreprise. Ces résultats sont similaires à ceux obtenues par **Erickson et al. (1980)** et **Abitogun et al. (2008)**.

III.5. Chlorophylles

Les huiles végétales sont généralement destinées à un usage commercial où une couleur claire est importante ; par conséquent, les chlorophylles doivent être éliminées des huiles avant leur transformation en huiles commerciales finales (**Dietz et Wiesbaden, 2018**).

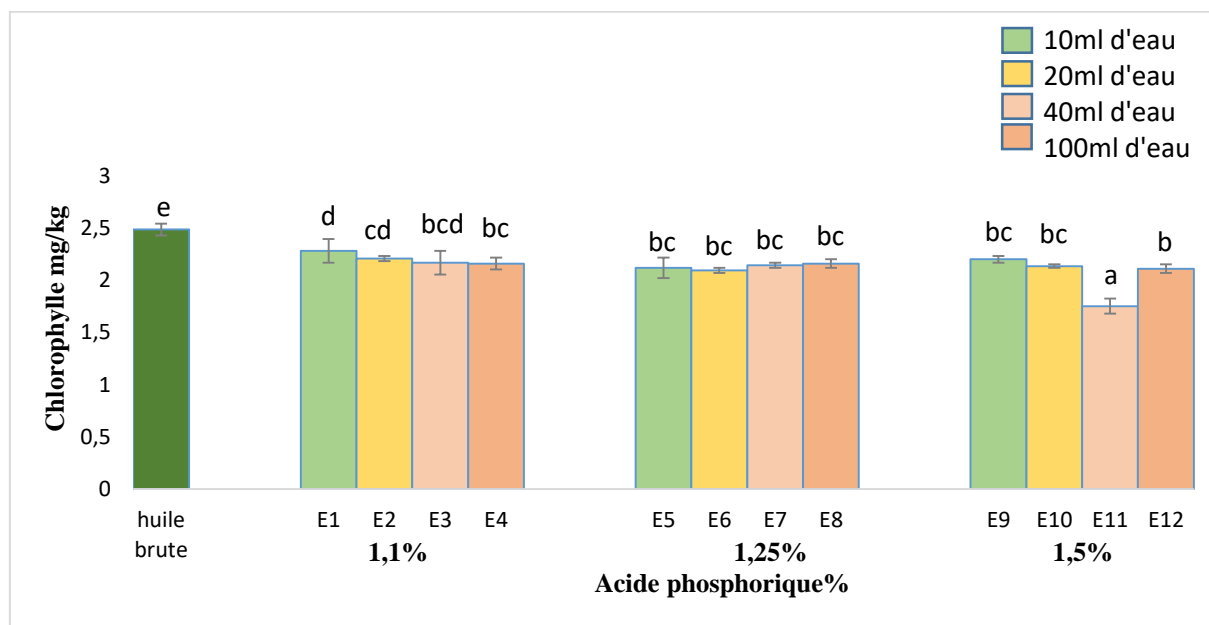
Le traitement d'huile brute de soja avec l'acide phosphorique dans l'étape de dégommeage est un prélude au processus de décoloration pour faciliter l'élimination totale des pigments chlorophylliens (**Beharry et al., 1994 ; muralidhara et al., 2002**).

L'analyse par spectrométrie de masse indique que la chlorophylle est irréversiblement convertie en phéophorbides insolubles dans l'huile par ce Traitement.(**Levente Diosady, 2005**).

Les teneurs en pigments chlorophylliens des échantillons d'huile analysés sont exprimées en mg/kg d'huile (**figure 05**).

L'analyse statistique révèle des différences significatives ($p < 0,05$) entre l'huile brute et les huiles traitées par différentes concentration d'acide phosphorique et quantité d'eau de procédé.

D'après l'analyse des histogrammes représentés dans la **figure 05**, une diminution de concentration en chlorophylles pour l'huile de soja au fur à mesure que la concentration de l'acide phosphorique augmente est notée. selon **Beharry, (1994)** et **Muralidhara et al.,(2002)**,cette baisse peut être expliquée par l'élimination partielle des chlorophylles au cours du dégommeage acide .



*Les barres verticales représentent les écarts-types.

*Les différentes lettres présentent des différences significatives ($p < 0,05$)

Avec : $a < b < c < d < e$

Figure05 : Teneur en chlorophylles des huiles en fonction de la concentration d'acide phosphorique et de la quantité d'eau dans le procédé de dégommeage acide.

On déduit que les paramètres les plus efficaces pour réduire les chlorophylles partiellement, sont ceux adoptés au cours de la dilution avec 40 ml d'eau en utilisant une concentration en acide phosphorique de 1,5% ; ces résultats sont similaires à ceux constatés par **Saadia M-Aly, (1991) et Beharry, (1994)** ; en effet la diminution observée s'explique par l'augmentation du rapport acide /huile ; par conséquent l'augmentation de la quantité d'acide utilisée, s'accompagne de l'augmentation du taux d'élimination des chlorophylles.

Les résultats obtenus dans cette étude se situent dans l'intervalle des limites établies par l'entreprise CO.G.B la belle concernant les teneurs en chlorophylles de l'huile de soja dégommée. L'élimination partielle des pigments chlorophylliens dans l'étape de dégommeage améliore les résultats de décoloration et l'élimination totale des pigments chlorophylliens ainsi que l'économisation de la quantité de la terre décolorante au cours de la décoloration.

Jusqu'à 98 % des chlorophylles dans l'huile peuvent être éliminées avant l'étape de décoloration finale. Il en résulte une réduction d'au moins environ 50 % de la quantité d'argile décolorante nécessaire pour éliminer la couleur restante de l'huile. Il s'agit d'une économie

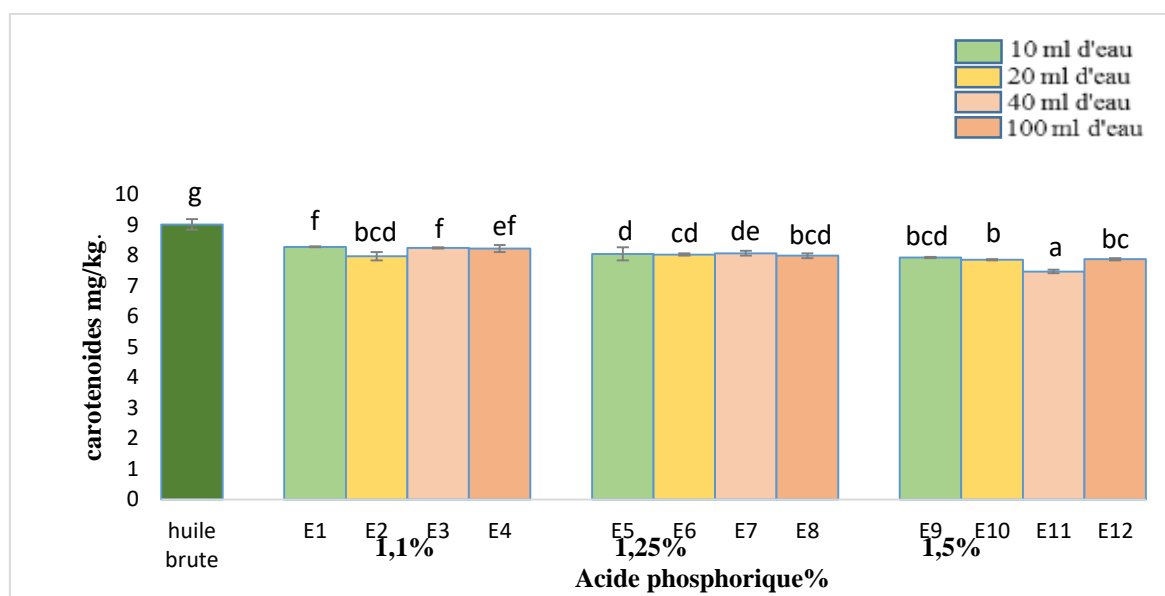
importante car moins d'huile est perdue lorsque moins d'argile est utilisée (**Beharry et al., 1994**).

III.6. Caroténoïdes

Les caroténoïdes sont une famille de molécules sensibles à la température, à la lumière et à l'oxygène. Leurs structures chimiques insaturées les rendent peu stables et très réactives (**Lemmens et al., 2013**). Les caroténoïdes se présentent sous plusieurs formes (α , β et γ) dont la plus abondante est le β -carotène (précurseur biochimique de la vitamine A) (**Psomiadou et Tsimidou, 1998**).

Les teneurs en caroténoïdes des échantillons d'huile analysés sont exprimés en mg/kg d'huile (**figure 06**).

L'analyse statistique révèle des différences significatives ($p < 0,05$) selon la concentration d'acide phosphorique et la quantité d'eau de procédé utilisées.



*Les barres verticales représentent les écarts-types.

*Les différentes lettres présentent des différences significatives ($p < 0,05$)

Avec : $a < b < c < d < e < f < g$.

Figure 06 : Teneur en caroténoïdes des huiles en fonction de la concentration d'acide phosphorique et de la quantité d'eau dans le procédé de dégommeage acide.

L'histogramme représenté dans la **figure 06** montre qu'à une concentration d'acide phosphorique de 1,1%, la teneur la plus faible est notée pour E2 (20 ml d'eau) par rapport à E1, E3 et E4 qui connaissent une similarité de concentration.

L'utilisation d'une concentration d'acide phosphorique de 1,25% montre une diminution similaire de la concentration des caroténoïdes dans les échantillons E5, E6, E7 et E8 par rapport à l'huile brute .

Par contre à 1,5% d'acide phosphorique ; une diminution des caroténoïdes plus remarquable au niveau de E11 (avec 40 ml d'eau).

Les caroténoïdes au cours de ces manipulations ont diminué de 9,01 mg/kg jusqu'à 7,47 mg/kg.

D'après l'analyse globale de l'histogramme représenté dans la **figure 06** on remarque une diminution de concentration en caroténoïdes pour l'huile dégommé par rapport à huile brute. Cela est probablement due à l'élimination partielle des caroténoïdes à cause de l'activité de l'acide phosphorique qui décompose et dégrade les caroténoïdes pendant l'excès de la chaleur durant cette étape (**Hashim et al., 2014 ; Mayuree et al., 2017**).

Comme les chlorophylles ; les caroténoïdes aussi seront complètement éliminés lors du processus de neutralisation et la décoloration.

L'unité CO.G.B la belle de Bejaia essaie de trouver un moyen pour retenir les caroténoïdes à la fin du raffinage car ces composants sont des antioxydants qui participent à la prévention contre les maladies cardiovasculaire et le cancer et protègent l'huile de l'oxydation (**Landrum et Bone, 2001 ; Ferruzzi et Blakeslee, 2007**).

Conclusion

Le raffinage constitue une étape clef de la technologie de production des huiles et des corps gras naturels d'origine végétale ou animale, permettant d'obtenir une qualité conforme aux exigences des différents secteurs utilisateurs : alimentation, pharmacie, cosmétique ...ect.

L'huile de soja brute extraite des graines nécessite, pour obtenir une huile comestible, le passage obligatoire par les différentes étapes du raffinage.

La démulcination est un prélude de l'étape de décoloration en raison de l'élimination totale des pigments chlorophylliens.

L'objectif principal de cette étude consiste à optimiser l'étape de la démulcination (dégommage) de l'huile produite par CO.G.B la belle de Bejaia en déterminant la concentration en acide phosphorique et la quantité d'eau nécessaire pour éliminer une majeure partie des pigments chlorophylliens.

Les résultats des analyses physico-chimiques de l'huile de soja brute et des huiles dégommées par différentes concentrations d'acides phosphoriques et différentes quantités d'eau .Sont conforme aux normes fixées par l'entreprise .

Globalement les résultats obtenue font ressortir que l'utilisation de 1,5% d'acide phosphorique enregistrent les plus faibles valeurs d'acidité, indice de peroxyde, indice de saponification et pigments.

Un dégommage de l'huile de soja avec 1,5% d'acide phosphorique et l'utilisation de 40 ml d'eau a enregistré une élimination de 70,5% de pigments chlorophylliens. Cette forte perte de pigments peut améliorer les résultats de l'étape de décoloration (élimination totale des pigments).

Dans le but de compléter ce travail, il serait intéressant :

- D'utiliser d'autres concentrations d'acide phosphorique ;
- D'ajouter plusieurs quantités d'eau ;
- Doser les chlorophylles avec d'autres méthodes ;

Pour atteindre une bonne concentration d'acide phosphorique et d'eau pour bien se débarrasser des pigments chlorophylliens.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

A

Antoniassi R ; esteves W ; almeida meirelles a.j. (1998).*Pretreatment of corn oil for physical refining*, J. Am. Oil Chem. Soc., 75 : 1411-1415.

Aly s.m. (1992). *Degumming of soybean oil*, Grasas aceites, 43 : 284-286, Chem. Abstr., 120 : 75922.

Abitogun A, Jide A, Arawande J, Alademeyin O, Omosheyin A.(2008). *effets de l'acide phosphorique sur les paramètres physico-chimiques d'huile de soja* . Le Journal Internet de la nutrition et du bien-être. Volume 8 Numéro 2

B

Beharry,Christopher R., Cincinnati,Ohio.,Levente L. Diosady,Willowdale, Canada., Leon J. Rubin,Toronto, Canada., Ahmed A. Hussein,Toronto, Canada., (1994) . *process for removing chlorophyll color impurities from vegetable oils* .

C

Cossut j., defrenne b., desmedt c., ferroul s., garnet s., roelstraete l., vanuxeem m.,et vidal d.(2002).*Les corps gras : Entre tradition et modernité*. p.111

Ciquel .(2017). *santé et nutrition*

Cheryan m ; raman l.p ; rajagopalan n. (1994). *Refining vegetable oils by membrane technology*, dans Yano, T., Matsuno, R., Nakamura, K. (eds.), *Developments in food engineering*, Blakie Academic and Professional, p 677-679.

Clausen k. (2001). *Enzymatic oil degumming by a novel microbial phospholipase*, *Eur. J. Lipid Sci. Technol.*, 103 : 333-340.

Cmolik j ; pokorny j. (2000). *Physical refining of edible oils*, *Eur. J. Lipid Sci. Technol.*, 102 : 472-486.

Choukri a ; kinany m.a ; gibon v ;tirtiaux a ; jamil s. (2001). *Improved oil treatment conditions for soft degumming*, *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 78 : 1157-1160.

Cossut j ; humber s ; defrenne b ; roelstraete l ; desmedt c ; vanuxeem m ; ferroul s ;

vidal d ; garnet s. (2002). *Les corps gras entre tradition et modernité*. Projet réalisé dans le cadre de Dess en Calimapa. Université des sciences et technologies de Lille- Institut agroalimentaire de Lille. 111 p1-30.

champoo, Mayuree ;chiang Mai university .(2017) . *effect of chemical degumming process ou physico chemical properties of oil .*

D

Dijkstra a.j. (1998). *Degumming revisited*, *Oléagineux Corps gras Lipides*, 5 : 367- 370.

Denise J. (1992). *raffinage des corps gras*. In : Manuel des cors gras. Tome 2. Edition

Technologique et documentation, Lavoisier, Paris. p.789-842.

Dimic e ; karlovic d.j ; turkulov j. (1994). *Pretreatment efficiency for physical refining of sunflower seed oil*, J. Am. Oil Chem. Soc., 71 : 1357-1361.

Denise. J. (1982) . *Raffinage des corps gras*. Westhoek, Editions : P. 31 – 197-789-881.

Debruyne i . (2001). *Soja : transformation et aspects industriels*. Techniques d'ingénieur. 1-6

Denise j.(1982). *Manuel des corps gras, le raffinage des corps gras*, édition des beffrois. Ed. Technique et documentation. Lavoisier.

E

Ed.tec et doc,lavoisiner.(2003). *nutritionnels*. In *lipides et corps gras alimentaires*.

Erickson D.R., Pryde E.H., Brekks.O.L Mount. T.L and Falb R.A.(1980). *Handbook of soy oil processing and utilization American soybean” Association St. Louis and American oil chemists society, Champaign PP 65-*

F

Ferruzzi M.G., Blakeslee J. (2007) . *Digestion, absorption, and cancer preventative activity of dietary chlorophyll derivatives*. Nutrition Research, 27, 1-12

G

Gu k ; lu q ; liang s .(1995). *Effects of degumming conditions on the quality of soybean oil and lecithin yield*, Zhongguo Youzhi, 20 : 9-13, Chem. Abstr., 123 : 54506

Gibon v ; tirtiaux a. (1998). *Un raffinage SOFT, Oléagineux Corps gras Lipides*, 5 : 371-377.

H

Hennin b ; rudolf b ; hannau s.j. (1997). *Process for enzymatically degumming vegetable oil*, J. Cleaner Prod., 5 : 156.

hashim ,Mohd suraia affandiyusoff,Razam Adb latip, Ananthan krishnan

.(2014) .Refining of edible oil .

I

Iwama a. (1987). *New process for purifying soybean oil by membrane separation and an economical evaluation of the process*, *Biotechnology for the fats and oils industry*, p. 244-250.

Indira t.n ; hemavathy j ;sakina khatoon, gopala krishna a.g ; bhattacharya s ; (2000).

Water degumming of rice bran oil : A response surface approach, *Journal of Food Engineering*, 43 : 83-90.

J

Jennifer régis .,florent joffre., Frédéric fine .(2016). *Impact de la trituration et du raffinage sur la teneur en micronutriments des huiles végétales de colza, soja et tournesol* ,ITERG publié par EDP sciences ,PESSAC France .

J.f. Platon. (1988). *Raffinage de l'huile de soja*, americanSoybean Association U.S.A,

K

Karleskind a ; wolff j.p.(1992). *Manuel des corps gras*, Lavoisier TEC & DOC, Paris.

L

Lersten r.f ;carlson j.b.(2004).*Vegetative morphology. In :Boerma HR, Specht JE(eds) Soybeans :improvement production and uses . 3rd edn. Agron Monogr 16. ASA,CSSA and SSSA,Madison Wl,P 15-96*

Lacoste f ., lechat h.,pages x,j. Arnaud n., brenne e., soulet b., camisuli c., birot s., Fazeuilh., escabasse j.(2005).*Contrôle des composés indésirables dans les huiles végétales et mise en place d'observatoires* ITERG, Pessac, France.

Lorenzo, J. M., González-Rodríguez, R. M., Sánchez, M., Amado, I. R., & Franco, D.

2013.Effects of natural (grape seed and chestnut extract) and synthetic 432 antioxidants

(butylatedhydroxytoluene, BHT) on the physical,chemical,433 microbiological and

sensory characteristics of dry cured sausage chorizo. Food 434 Research International, 54 :

611–620.

Lin l .,rhee k.c ., koseoglu s.s. (1997). *Bench-scale membrane degumming of crude vegetable oil* : Process optimization, *Journal of Membrane Science*, 134 : 101-108.

Lee t.k .,rho m.w ., yang h.c .,kim c.k ., song g.s ., uhm t.b ., kim y.j. (1991) *.Effect of degumming reagents on the recovery and nature of acetone insoluble from rice bran oil,* *Han'guk Yongyang Siklyong Hakhoechi*, 20 : 220-224, *Chem. Abstr.*, 161 : 39991.

Lacostef.lechath .,pages x .,arnaudj.n.,brenne e .,soulet b .,camisuli b .,birot c.

Fazeuilh s. Et escabasse j. (2005).*Itegr, Institut des Corps Gras*, Rue Monge, 33600 Pessac, France *.Contrôle des composés indésirables dans les huiles végétales et mise en place d'observatoires* ,374p.

Lamballais h.(1989) . *Les aliments*. Ed. Maloine. 94-102

Levente L., Diosady.(2005) :*Chlorophyll Removal From Edible Oils*

Lemmens L., Tchuente E.S., Van Loey A. et Hendrickx M. (2013). *Beta-carotene isomerisation in mangopuree as influenced by thermal processing and high-pressure homogenisation.* *European Food Research and Technology*. 236: 155-163.

Landrum J.T, Bone R.A. (2001) . *Lutein, zeaxanthin and the macular pigment*:. *Archives of Biochemisrty and Biophysics*, 385, 28-40.

M

Multon jl. (2002) . *Additifs et auxiliaires de fabrication*. Les industries agroalimentaires. Edition : Technique et documentation, Lavoisier, Paris. P 628-635.

Morin o. Et pages-xatart-pares x. (2012). *Huiles et corps gras vegetaux. ressources fonctionnelles et interet nutritionnel.* OCL,19(2), pp : 63 – 75.

Max Dietz, Wiesbaden (DE).(2018).*methode for refining lipid phases and use.*

Muralidhara ., Harapanahalli S., Plymouth.,Gary F. Seymour., Howard Lake; Bassam F. J irjis, Plymouth; Dennis D. Otten, Elk River.(2002). *all Of MN (US); Xiaohong Luo, Fresno, CA (Us) (REMOVAL OF GUM AND CHLOROPHYLL-TYPE COMPOUNDS FROM VEGETABLE OILS .*

Marty C. Et Berset C.(1988). *Degradation Products of trans-â- Carotene Produced During Extrusion Cooking,* J. Food Sci. 53:1880–1886.

Minguez-Mosquera M.I. et Jaren-Galan M. (1995). *Kinetics of the Decoloring of Carotenoid Pigments,* J. Sci. Food Agric. 67:153–161.

M'baye B.K., Alouemine S.O.,Lo B. B., Bassene E., (2012).*Etude de l'effet de la temperature sur les huiles alimentaires en mauritanie :dosage des indice de peroxyde* Rev. Ivoir. Sci. Technol., 19 :26-33.

P

Platon. J. F. (2007) *.Raffinage de l'huile de soja,* ASA, USB, 30P.

Pouzet a.(1992) *.Raffinage des corps gras.* In : Manuel des corps gras. Tome 1, éd tec doc Paris, Lavoisier, P 131-136. ISBN : 2-85206-662-9.

Poisson f et nacre l. (2003).*Corps gras alimentaires, aspects chimiques, biochimique et nutritionnels. In lipides et corps gras alimentaires.* Ed.Tec et Doc,Lavoisiner,

Pages x ., morin o .,birot c ., gaud m .,fazeuilh s ., gouband m. (2010). *Raffinage des huiles et des corps gras et élimination des contaminants OCL* Volume 17, Number 2, Mars-Avril.

Pan l.g ., noli a .,campana a ., barrera m ., thomas m.c ., anon m.c . (2001). *Influence of the operating conditions on acid degumming process in sunflower seed oil*, J. Am. Oil Chem. Soc., 78 : 553-554.

Perrin, J. L. 1992. Détermination de l'altération. In manuel des corps gras. Vol. 2. Ed. tec et doc. lavoisier ,pp. 1201-1204.

Psomiadou, E. et Tsimidou, M.(1998). *Détermination HPLC simultanée des tocophérols, des caroténoïdes et des chlorophylles pour surveiller leur effet sur l'oxydation de l'huile d'olive vierge.* Journal de chimie agricole et alimentaire, 46 (12), 5132–5138.

R

Roy s.k ., rao b.v.s.k ., prasad r.b.n. (2002). *Enzymatic degumming of rice bran oil*, J. Am. Oil Chem. Soc., 79 : 845-846.

-Rasolohery,C.A.2007.Etude des variation de la teneur en isoflavones et de leur composition dans le germe et le cotyledon de la graine de soja [Glycine max (L)Merrill](doitoral dissertation).these de doctorat de l'institut national polytechnique de toulouse.pp :9-45.

R. François.(1974) . *Les industries des corps gras, biochimie, extraction, raffinage, nuisances et réglementations.* Ed.: Tec et Doc. Lavoisier, paris, 36-51.

S

Scriben d. (1988).*Les industries agricoles et alimentaires*, TEC et DOC Lavoisier.

Smiles a ., kakuda y ., macdonald b.e. (1999). Effect of degumming reagents on the recovery and nature of lecithins from crude canola, soybean and sunflower oils, J. Am. Oil Chem. Soc., 65 : 1151-1155.

Simon j-p.(2005).*plantes utilisees par l'homme* :chapitre 11 les legumineuses . prepares pour le departement de sciences biologiques . universite de montreal.

Snape j.b ., nakajima m. (1996). *Processing of agricultural fats and oils using membrane technology*, Journal of Food Engineering, 30 : 1-41.

Saadia M-Aly .(1991). *degumming of soybean oil* .

Sadoudi Rabah.,(2014). *conséquences métaboliques de la consommation de l'huile de tournesol thermo-oxydée chez le rat blanc*, thèse de doctorat, ENSA, Alger .

Samia motri.,samia taleb hsan., sleh rahali et safouen garayaa.(2021).*etude comparative de procedes de degommage de l'huile de soja*. Institut supérieure des études technologique de zaghouan.

T

Thomopoulos c.d ., tzia c. (1993). *The effect of degumming by hydration on the purification of high acidity solvent extracted olive oil*, Grasas Aceites, 44 : 259-262, Chem. Abstr., 121 : 106954.

Tremolieres j., serville y., jacotot r et dupin h.(1984).*Les bases de l'alimentation* in manuel d'alimentation humaine T 1.Ed ESF : p. 148.

W

Wankat, p.c. (1990).*Rate controlled separation*, Elsevier Applied Science, London.

Z

Référence de matériel et méthode :

ISO 660. (1996). *Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination de l'acidité.* 2ème édition.

ISO 15305. (1998). *Corps gras d'origine animale et végétale. Détermination de la couleur.* 1ème édition

ISO 3960. (2007). *Corps gras d'origine animale et végétale. Détermination de l'indice de peroxyde.* 4^{ème} édition.

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

NE .1.2.4.9 (1985). *Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination de l'indice de saponification .*

Résumé

Les huiles végétales brutes contiennent des impuretés diverses qui doivent être éliminées au cours du raffinage. Ce présent travail réalisé au complexe des corps gras de Bejaia CO.G.B la belle, a pour objectif l'optimisation de quelques paramètres de dégommage (dosage de l'acide phosphorique et la quantité d'eau ajoutée) de l'huile de soja sur l'élimination des pigments chlorophylliens.

Les résultats obtenus ont montré que l'utilisation de 1,5% d'acide phosphorique enregistrent les plus faibles valeurs d'acidité, indice de peroxyde, indice de saponification et de pigments.

Un dégommage de l'huile de soja avec 1,5% d'acide phosphorique et 40 ml d'eau enregistre une élimination de 70,5% de pigments chlorophylliens.

Mots clés : Huile de soja, dégommage acide, élimination des chlorophylles.

Abstract

Crude vegetable oils contain various impurities that must be removed during refining. This present work carried out at the fatty substances complex of Bejaia CO.G.B la belle, aims to optimize some degumming parameter (dosage of phosphoric acid and the amount of water added) of soybean oil on elimination of chlorophyll pigments.

The results obtained showed that the use of 1.5% phosphoric acid recorded the lowest values of acidity, peroxide index, saponification index and pigments.

A degumming of soybean oil with 1.5% phosphoric acid and 40 ml of water records an elimination of 70.5% of chlorophyll pigments.

Keywords: Soybean oil, acid degumming, chlorophyll removal.