

*République Algérienne Démocratique et Populaire*  
*Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique*  
Université A. MIRA - Béjaia

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie  
Département des sciences biologiques de l'environnement  
Spécialité : Biologie de la Conservation



Réf : .....

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

**MASTER**

*Thème*

**Influence de la température sur  
l'élimination des phospholipides au cours de  
la démucilagination**

Présenté par :  
*BOUCHERGUINE Wafia & BOURNANE Lydia*

Soutenu le : Le 13 SEPTEMBRE 2022

Devant le jury composé de :

Mme OUKIL Naima	MCB	Encadreur
Mme AIDLI Amel	MAA	Examinatrice
Mr. TAMENDJARI Arezak	Professeur	Président

**Promotion : 2021-2022**

# *Remerciements*

*On commence par remercier Dieu tout puissant de nous avoir donné la force volonté pour mener ce travail à terme*

*On tient à témoigner notre respectueuse reconnaissance à notre promotrice Madame Oukil. N pour l'encadrement très efficaces, pour son aide précieux et pour avoir dirigé ce travail, ainsi que pour ses conseils et ses critiques judicieux.*

*On tient à exprimer notre meilleur remerciement et notre profonde gratitude à Mr ADDAR.M pour l'encadrement et les interventions enrichissantes et encourageantes qu'ils nous accordé au cours de ce travail*

*On tient à exprimer nos profonds respects au président de jury Mr MOUKRANI d'avoir accepté de juger notre travail de juger ce travail :*

*Notre sincère gratitude à Mme AIDLI pour avoir accepté d'examiner ce mémoire.*

*On tient à remercier tous les enseignants du département « science Alimentaire » pour les efforts qu'ils ont fournis pour notre formation.*

*On adresse notre plus vif remerciement à Madame « Soraya kherfallah » chef du laboratoire qui nous a permis d'effectuer le dosage du phosphore au sein du laboratoire « PREVOLAB » à El-kseur*

*On n'oublie pas de dire un grand à toutes les personnes, tous les employés, tous les professionnels pour le temps qu'ils nous ont donné pour nous guider, nous orienter, leur soutien et leur compréhension durant toute la période de stage. Sincèrement et cordialement*

*Enfin, on remercie tous ceux qui ont participé, de près ou de loin, à réussir ce travail.*



*Wafia & Lydia-*

# *Dédicace*

*A ma très chère mère*

*Quoi que je fasse ou que je dise, je ne pourrai jamais te remercier comme il se doit. Ton affection me couvre, ta bienveillance me guide et ta présence à mes côtés a toujours été ma source de force pour affronter les différents obstacles.*

*A mon très cher père*

*A celui qui a lutté avec tous les moyens et aux prix de tous les sacrifices pour m'offrir les conditions promis à ma réussite. Puisse dieu faire en sorte que ce travail porte son fruit ; merci pour les valeurs nobles, l'éducation et le soutien permanent venu de toi.*

*A Mes très chers frères : Yassine, Lyes, Walid, Haní, Azzedine. A mes très chères sœurs : Habiba, Salima, Nadjia, Taous, qui m'ont beaucoup soutenu et encouragé et qui m'ont enseigné la fraternité, la patience, la politesse, le sacrifice qui ont toujours été là pour moi.*

*A ma chère amie celina qui représente pour moi tous le sens de la sincérité et de la fidélité, et avec qui j'ai passée des moments inoubliables.*

*A ma chère binôme Lydia et sa famille.*



*- Wafia -*

# *Dédicace*

*A ma très chère mère*

*Quoi que fasse ou que je dise, je ne pourrai jamais te remercier comme il se doit. Ton affection me couvre, ta bienveillance me guide et ta présence à mes côtés a toujours été ma source de force pour affronter les différents obstacles.*

*A mon très cher père*

*A celui qui a lutté avec tous les moyens et aux prix de tous les sacrifices pour m'offrir les conditions promises à ma réussite. Puisse Dieu faire en sorte que ce travail porte son fruit ; merci pour les valeurs nobles, l'éducation et le soutien permanent venu de toi.*

*A mon grand frère Lyes pour tout son amour et son attention, à mon unique sœur Melissa et mon petit adorable frère Billel*

*A toute ma famille*

*A mes meilleures copines avec qui je partage tant de souvenirs Lydia et Nina, à mes très chers amis qui me comblent de joie, yasmína, kamília et manel*

*A ma chère binôme wafia et sa famille*

*Enfin, sans oublier tout ceux ou toutes celles qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce mémoire.*

 - Lydia-

# *Sommaire*

## *Sommaire*

---

Remerciements

**Dédicace**

**Sommaire**

Liste d'abréviation.....	9
Liste des tableaux .....	10
Liste des figures.....	11
<b>Introduction Générale.....</b>	<b>1</b>

### **Synthèse bibliographique**

I. Généralités sur les lipides alimentaires et l'huile de soja.....	3
I.1. Définition et classification des lipides alimentaires .....	3
I.2. Rôle biologique et nutritionnel des lipides alimentaires .....	4
I.3. Définition et composition d'une huile alimentaire.....	4
I.4. Caractéristiques de quelques huiles alimentaires .....	4
I.4.1. Origine et émergence du soja .....	5
I.4.2. Description du soja.....	5
I.5. Procédé d'extraction de l'huile de soja .....	6
I.5.1. Trituration .....	6
I.5.1.1. Préparation des graines .....	7
I.5.1.2. Extraction physique (par pression).....	7
I.5.1.3. Extraction chimique .....	7
I.6. Définition de l'huile de soja.....	7
I.6.1. Composition de l'huile de soja.....	8
I.6.2. Valeur nutritionnelle de l'huile de soja .....	9
II. Raffinage des huiles .....	10
II.1. Définition .....	10
II.1.1. Les différents types de raffinage .....	10
II.2. Processus industriel de raffinage d'huile de soja.....	11
II.2.1. Dégommage .....	11
II.2.2. La Neutralisation.....	11
II.2.3. Séchage .....	11
II.2.4. Décoloration.....	12
II.2.5. Désodorisation .....	12
II.3. Comparaison entre huile brute et huile raffinée.....	12
III. Démucilagination ou dégommege .....	14

## *Sommaire*

---

III.1. Principe du dégommege .....	14
III.2. Dégommege enzymatique .....	15
III.3. Le dégommege à l'eau.....	15
III.4. Le dégommege à l'acide.....	15
III.5. Influence de divers paramètres sur le dégommege.....	15
III.5.1. La concentration en phospholipides .....	15
III.5.2. La température.....	16
III.5.3. La concentration en eau.....	16
III.5.4. L'agitation .....	16
III.5.5. Contrôle de l'efficacité de la démuclagination.....	17

### **Partie expérimentale**

I. Présentation de l'organisme d'accueil.....	19
I.1. Historique .....	19
I.2. L'organisation de l'entreprise .....	19
I.2.1. Présentation de laboratoire d'analyse.....	19
I.2.2. Présentation du service de conditionnement .....	19
I.2.3. Organigramme de CO.G.B-La Belle.....	20
I.3. Echantillonnage.....	20
I.4. Analyse physico-chimiques effectuées sur l'huile de soja.....	20
I.4.1. Détermination de l'acidité.....	21
I.4.1.1. Définition .....	21
I.4.1.2. Principe .....	21
I.4.1.3. Mode opératoire .....	21
I.4.1.4. Expression des résultats .....	21
I.4.2. Indice de peroxyde .....	21
I.4.2.1. Définition .....	21
I.4.2.2. Principe .....	22
I.4.2.3. Les réactions mise en jeu .....	22
I.4.2.4. Mode opératoire .....	22
I.4.2.5. Expression des résultats .....	22
I.4.3. Indice de saponification .....	23
I.4.3.1. Définition .....	23
I.4.3.2. Principe .....	23

## *Sommaire*

---

I.4.4. Mode opératoire .....	23
I.4.4.1. Expression des résultats .....	24
II. Dosage de phosphore .....	25
II.1. Domaine d'application.....	25
II.2. Principe .....	25
II.2.1. Mode opératoire .....	25

### **Résultats et discussion**

I. Résultats des analyses physico-chimiques .....	27
I.1. Indice d'acidité.....	27
I.2. Indice de peroxyde .....	28
I.3. Indice de saponification .....	28
I.4. Spectrophotométrie .....	29
I.5. Dosage de phosphore .....	30
<b>Conclusion Générale .....</b>	<b>33</b>
<b>Référence bibliographiques .....</b>	<b>35</b>
<b>Annexes.....</b>	<b>41</b>

## *Liste d'abréviation*

---

### **Liste d'abréviation**

**AGMI** : Acide gras mono-insaturés

**AGS** : Acide gras saturés

**AL** : Acides gras libres

**ATP** : Adénosine triphosphate

**g**: gramme

**Kcal** : Kilocalorie

**Kg** : Kilogramme

**KOH** : Hydroxyde de potassium

**L** : Litre

**Meq** : milliéquivalent

**MG** : Matière grasse

**Mg** : milligramme

**MOg** : Oxyde carbonate de magnésium

**Liste des tableaux**

<b>Tableau I</b> : Critères de classification des lipides alimentaires .....	3
<b>Tableau II</b> : Caractéristique physique de quelques huiles alimentaires ( <b>Charles,1997</b> ). ....	5
<b>Tableau III</b> : Teneurs en acides gras d'huile de soja ( <b>Lecerf ., 2011</b> ).....	8
<b>Tableau IV</b> : Teneurs en vitamine, tocophérols et phytostérols de l'huile de soja (en mg/100g) ( <b>Lecerf, 2011</b> ).....	9
<b>Tableau V</b> : Les différents types de raffinage .....	10
<b>Tableau VI</b> : Composition moyenne de l'huile de soja brute et raffinée. (Ericksson et Wiederman, 1989). ....	12
<b>Tableau VII</b> : Efficacité de dégomme à différents agents.....	14
<b>Tableau VIII</b> : Résultats de l'indice de peroxyde obtenu au cours de stage pratique.....	28
<b>Tableau IX</b> : Résultats d'indice de saponification .....	29
<b>Tableau X</b> : Moyenne des absorbances mesuré pour différentes échantillons d'huile de soja .....	29
<b>Tableau XI</b> : La moyenne en phosphore contenue dans huile dégomme.....	31

## *Liste des figures*

---

### **Liste des figures**

<b>Figure 1</b> : Graines et la plante de soja .....	6
<b>Figure 2</b> : Schéma des trois étapes principales de la trituration .....	6
<b>Figure 3</b> : Huile de soja (Platon 1988).....	8
<b>Figure 4</b> : Les étapes du raffinage de l'huile de soja.....	13
<b>Figure 5</b> : Nature, pourcentage et structure des phospholipides dans l'huile brute.....	16
<b>Figure 6</b> : Evolution de l'acidité d'huile dégomée à des différentes températures .....	27
<b>Figure 7</b> : L'évolution de la saponification d'huile soja.....	28
<b>Figure 8</b> : Courbe d'étalonnage des absorbance en fonction des concentrations de phosphate .....	30
<b>Figure 9</b> : Teneur en phosphore dans l'huile dégomé .....	31

# *Introducción General*

## *Introduction Générale*

---

Les lipides ou, graisses occupent une place très importante dans l'alimentation humaine les lipides sont des produits naturels largement répandus dans le règne animal et végétal. Parmi ces produits on cite l'huile de soja extraite des graines extraite des graines de soja donnant une huile brute et qui nécessite un traitement de raffinage pour obtenir une huile comestible (**Prior, 2003**).

Les procédés de raffinages des huiles alimentaires ont pour objectif principal de retirer les impuretés (acides gras libres ,cires ,pigments ,phospholipides) qui nuisent à la qualité de l'huile (goût odeur, apparence ,stabilité) sans pour autant altérer les triglycérides et avec une perte aussi minimale que possible .A cette effet deux méthodes ;chimique et physique ont été développées afin d'éliminer ces impuretés présentes dans l'huile brute .Le procédé chimique qui reste le plus utilisé génère des effluents polluants(**Buchholz et al.,2005**)

La démulcination est l'opération la plus importante du raffinage. Son principe est basé sur l'élimination des phosphatides « gomme » de soja brute et d'autres huiles végétales appelées l'huile dégomme (**Deffense.,2009**) .

Les analyses de contrôle effectuées au sein de l'entreprise constituent une étape primordiale garantissant le bon suivi de l'huile dès sa réception à la société à l'état brute jusqu'à la fin du processus de raffinage et la vérification de sa conformité avec les normes imposées. Le dosage du phosphore à était effectué afin de déterminer les teneurs en phosphore résiduels en pourcentage pour l'huile dégomme.

Ce travail est divisé en deux parties :

- . La première partie qui est une synthèse bibliographique consacrée à l'évaluation de la filière du soja et aux différents raffinages chimiques et physiques que subit l'huile brute de soja.
- . La seconde partie, qui est la partie expérimentale, sera consacrée aux différentes analyses physico-chimiques effectuées sur l'huile de soja au cours du raffinage et l'influence de la température sur l'élimination des phospholipides au cours de la démulcination.

# *Synthèse bibliographique*

## I. Généralités sur les lipides alimentaires et l'huile de soja

### I.1. Définition et classification des lipides alimentaires

Les lipides alimentaires se trouvent dans les aliments riches en matières grasses. Ils comprennent les huiles d'origine végétale et les graisses d'origine animale. Les huiles alimentaires sont extraites à partir des graines ou des fruits oléagineux de production végétale tandis que les graisses animales sont récupérées de divers tissus adipeux d'animaux terrestres ou marins. On différencie généralement les huiles des graisses par leur point de fusion. Les huiles sont des corps gras liquides à la température de 15°C alors que les graisses animales sont plus ou moins solides à cette température (**Uzzan., 1984**).

Les lipides alimentaires sont parfois classés non seulement en fonction de leurs sources, mais également selon d'autres critères résumés dans le **tableau I**

**Tableau I : Critères de classification des lipides alimentaires**

Selon leur analyse élémentaire ( <b>Frenot,Vierling, 2001</b> ).	Selon leur caractère de SP ( <b>Jeantetet al., 2006</b> ).	Selon leur rôle physiologique ( <b>Masson, 2002</b> ).	Selon leur consistance à température ambiante ( <b>Fredot, 2005</b> ).	Selon leur origine ( <b>Mohtadji et Lambollais, 1989</b> ).
<p><b>-Lipides simples</b> : composé de C, H, O : TG, stérides, AG.</p> <p><b>-Lipides complexe</b> : composés de C, H, O, P et N</p> <p>Ex : glycérophospholipides -sphingolipides</p>	<p><b>-Lipides saponifiable</b> : Acylglycérols, cires etc.</p> <p><b>-Lipides non saponifiables</b> : Hydrocarbures, pigments...etc.</p>	<p><b>-Lipides de structure</b> : phospholipides</p> <p><b>-Lipides de réserve</b> : TG</p>	<p><b>-Etat fluide</b> : huile de soja, tournesol</p> <p><b>-Etat solide</b> : l'huile de palme margarine végétale, beurre.</p>	<p><b>-Origine végétale</b> : huile, margarine.</p> <p><b>-Origine animale</b> : beurre, graisse de bœuf.</p> <p><b>-Origine mixte</b> : margarine</p>

				avec une graisse d'origine végétale + graisse de poisson.
--	--	--	--	--

## **I.2. Rôle biologique et nutritionnel des lipides alimentaires**

Les lipides alimentaires ont une valeur énergétique élevée de 9 Kcal/g. Ce rôle est principalement assuré par les AGS, voir même les AGMI, grâce à leur potentiel d'oxydation biologique ( $\beta$ -oxydation) qui génère de l'ATP. Ils sont également une source d'acides gras essentiels tel que l'acide linoléique oméga 6 et l'acide arachidonique, indispensables au fonctionnement essentiel de l'organisme humain (agrégation plaquettaire, immunité, etc.). Ils sont également source de la vitamine E qui aurait une action anticancéreuse (**Vigneron et al., 2006**).

## **I.3. Définition et composition d'une huile alimentaire**

Selon le Codex (**Codex., 1999**), les huiles alimentaires sont définies comme : « des denrées alimentaires qui se composent essentiellement de glycérides, d'acides gras mono-insaturés ou polyinsaturés exclusivement d'origine végétale. Elles peuvent contenir en faible quantité d'autres lipides comme les phosphatides, des constituants insaponifiables et les acides gras libres. Pour chaque huile, il existe une température critique (température à laquelle survient n'importe quelle transition de phase) au-dessus de laquelle il est déconseillé de chauffer l'huile (**Benabid., 2009**).

## **I.4. Caractéristiques de quelques huiles alimentaires**

Parmi les caractéristiques des huiles alimentaires dépendant des acides gras contenus dans les huiles nous citons :

- Les huiles riches en acides gras saturés et en acide oléique telle que l'huile d'olive avec des taux de 14% et 81%, respectivement.

- Les huiles riches en acides gras polyinsaturés telle que l’huile de soja avec 50 à 60% d’acide linoléique, 20à30% d’acide oléique et 5 à 9% d’acide linoléique.
- Les huiles intermédiaires telles que l’huile de colza avec 33% d’acides gras polyinsaturés, 60% d’acide oléique et 7% d’acides gras saturés (voir tableau II) (**Charles,1997**).

**Tableau II** : Caractéristique physique de quelques huiles alimentaires (**Charles,1997**).

Huiles	Point de fusion (°C)	Densité (Kg/L)	Viscosité (Pa/s)
Huile de tournesol	-1,5	0,94	66
Huile de soja	-15	0,91	57-76
Huile de colza	< 2	0,91	98

### I.4.1. Origine et émergence du soja

Le soja est considéré comme une des plus anciennes plantes cultivées annuelles. D’un point de vue historique, cette plante constitue une ressource économique depuis environ 5000 ans. Le soja est originaire du nord et du centre de la chine. Il fait son apparition comme plante fourragère puis le soja a connu une grande évolution au début du 21<sup>ème</sup> siècle. La plante est aujourd’hui cultivée sur les cinq continents avec une nette domination de l’Amérique. Sa culture a permis d’améliorer les régimes alimentaires de nombreuses populations rurales dans les régions défavorisées (**Lecerf.,2014**).

### I.4.2. Description du soja

Le soja ou *Glycina max* appartient à la famille des Fabaceae appelée communément légumineuses de type oléo-protéagineux. Cette plante est classée parmi les cultures relativement résistantes à la sécheresse. Sa richesse en protéines et en éléments nutritifs en fait un aliment de choix voir la **figure 1** (**Kouamé et al., 2007**).



Figure 1 : Graines et la plante de soja (Planchenault., 2016).

## I.5. Procédé d'extraction de l'huile de soja

### I.5.1. Trituration

La trituration industrielle est l'une des opérations unitaires nécessaires pour transformer les graines en huile. Elle est basée sur deux techniques majeures qui sont la pression mécanique et l'extraction à l'hexane. Les graines dites « riches » en huile (teneur supérieure à 35% d'huile) sont triturées par pression puis par extraction à l'hexane. Tandis que les graines classées « pauvres » en huile (teneur inférieure à 35% d'huile, cas du soja par exemple) subissent généralement une extraction directe à l'hexane après préparation (La trituration industrielle des graines oléagineuses comporte classiquement trois étapes (figure 2) (Evard., 2003).

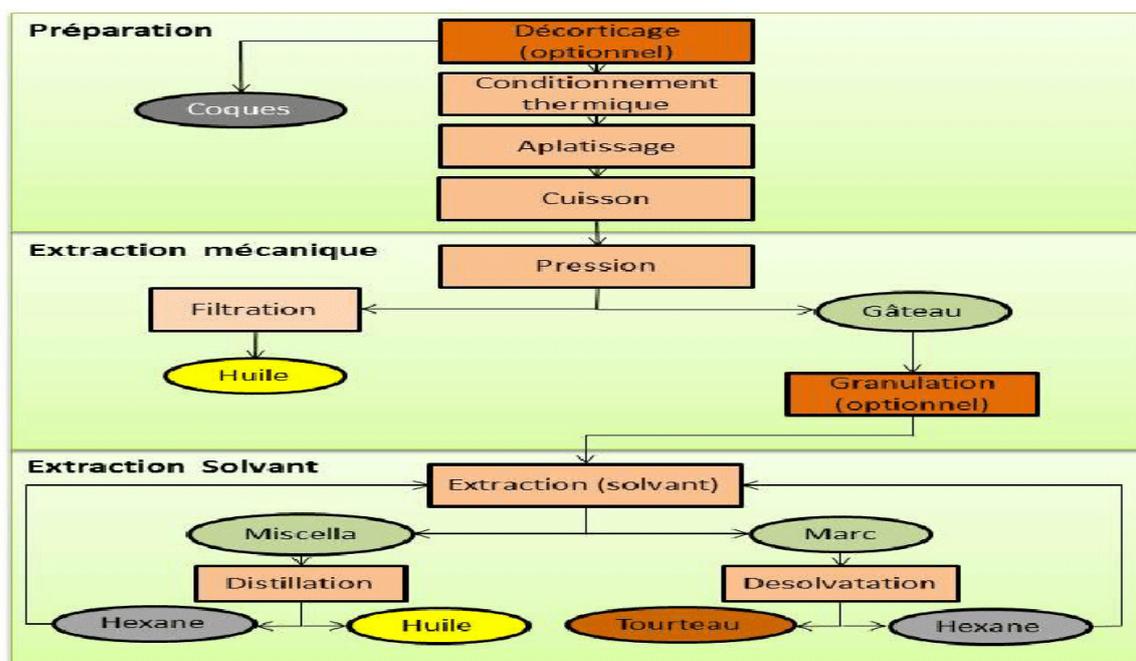


Figure 2 : Schéma des trois étapes principales de la trituration (Régis et al., 2016).

### **I.5.1.1. Préparation des graines**

La préparation des graines ou des fruits joue un rôle très important dans la qualité de l'huile. Les graines sont tout d'abord triées afin d'éliminer celles qui sont endommagées. Elles subissent ensuite un dépoussiérage suivi d'un tamisage et d'un brossage. Les grains sont décortiqués et broyés à l'aide d'un broyeur dans le but de les réduire en fractions de granulométrie optimale (**Laisney ,1992**).

### **I.5.1.2. Extraction physique (par pression)**

Elle est réalisée dans une machine (une presse) avec une pression relativement élevée de 400 à 500 bar ce qui permet de séparer l'huile brute, qui devrait subir une centrifugation et une filtration afin d'éliminer les fibres, les protéines et l'amidon, et les écailles de presse (tourteaux) contenant de 8-10% d'huile résiduelle et qui peuvent être retraités. L'huile va pénétrer dans les réservoirs de réception pour le stockage (**Laisney, 1992**).

### **I.5.1.3. Extraction chimique**

Les écailles de presse sont acheminées vers l'atelier d'extraction où l'hexane est utilisé comme solvant d'extraction qui sera éliminé à la fin par distillation après condensation et sous vide à une température de 60°C. L'hexane est toxique et son point d'ébullition reste bas ce qui permet une évaporation facile. L'huile brute extraite et distillée est stockée le plus souvent en mélange avec l'huile brute de pression dans des réservoirs aériens avant un éventuel raffinage (**Regis et al.,2016**).

## **I.6. Définition de l'huile de soja**

L'huile de soja est un fluide jaune plus ou moins foncé suivant la nature des graines et les procédés d'extraction. C'est une huile très digeste de grande qualité riche en vitamine E et en acide gras polyinsaturés notamment en acides gras essentiels dont l'acide alpha linoléique , Elle est recommandée pour les assaisonnements et doit donc préférentiellement être utilisée comme l'huile de table (**figure 3**) (**Labat, 2013**).



**Figure 3 :** Huile de soja (Platon 1988).

### **I.6.1. Composition de l'huile de soja**

La composition de l'huile de soja en type varié d'acides gras présente un intérêt pour la santé humaine. On note en effet qu'elle contient une teneur en micronutriments intéressante (vitamine E aurait une action anticancéreuse), en tocophérols et (voire les **tableaux III et IV**)

**Tableau III :** Teneurs en acides gras d'huile de soja (**Lecerf ., 2011**)

<b>Les acides gras</b>	<b>Les teneurs en %</b>
<b>Acide gras saturés</b>	11-21%
Acide palmitique	8-13%
Acide stéarique	3-6%
<b>Acides gras mono-insaturés</b>	17-27%
Acide oléique	17-26%
<b>Acide gras polyinsaturés</b>	54-72%
Acide linoléique	50-62%
Acide alpha-linolénique	4-10%

**Tableau IV** : Teneurs en vitamine, tocophérols et phytostérols de l'huile de soja (en mg/100g) (**Lecerf, 2011**).

Les composants	Teneur en mg/100g
Vitamine E	12-15
Calcium- Ca	≤1,52
Magnésium-Mg	1,52
Tocophérols totaux	96
Phytostérols	250-400

### **I.6.2. Valeur nutritionnelle de l'huile de soja**

L'huile de soja est une huile de table d'une bonne qualité par sa forte concentration naturelle en acide linoléique qui la rend fragile à la chaleur, c'est pour cette raison qu'elle est conseillée pour l'assaisonnement que pour la friture. La lécithine de soja est bénéfique pour le cerveau puisqu'elle contribue à l'augmentation de la quantité d'acétylcholine, mais aussi à favoriser la propagation d'influx nerveux. La lécithine a également une action hypocholestérolémiante et très riche en acide gras essentiels oméga 3. Cette huile est une bonne source de vitamines, elle est naturellement protégée de l'oxydation par la vitamine E qu'elle contient (**Poisson et Nacre., 2003**).

## **II. Raffinage des huiles**

### **II.1. Définition**

Le raffinage est une technologie puissante pour fournir 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. Les processus de raffinage doivent répondre effectivement à des objectifs pour chaque contaminant sur leur nature, leur origine, leur statut réglementaire avant de décrire

Les conditions requises de leur élimination par le raffinage (Itegr, 2010).

#### **II.1.1. Les différents types de raffinage**

L'huile de soja brute nécessite pour obtenir une huile comestible le passage obligatoire par le traitement de raffinage, différents procédés peuvent être utilisés sont cités dans le (tableau V) (Itegr, 2010)

**Tableau V** : Les différents types de raffinage

<b>Particularités de raffinage physique</b>	<b>Particularités de raffinage chimique</b>
<ul style="list-style-type: none"><li>• Taux de raffinement élevé, moins de perte d'huile</li><li>• Plus d'acides gras libres distillés</li><li>• Adapté pour les huiles très acides et celles à faible teneur en gommes</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• L'huile raffinée est conforme et stable</li><li>• Excellente adaptabilité et moins d'exigences en matière d'huile de qualité élevée.</li><li>• Moins d'argile de blanchiment nécessaire par rapport au raffinage physique</li></ul>

## **II.2. Processus industriel de raffinage d'huile de soja**

Une fois l'huile brute obtenue, l'industrie utilise un procédé de raffinage qui se traduit par l'ensemble des opérations suivantes :

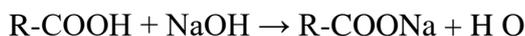
### **II.2.1. Dégommage**

L'objectif principal de l'étape de dégomme est d'éliminer les phospholipides (Segers., 1990) car ils conduisent à une couleur d'huile foncé et favorisent les mauvaises saveurs dans les huiles traitées. Le dégomme peut être effectué avec de l'eau lorsque l'huile contient des phospholipides hydratables ou avec un traitement antérieur avec un acide comme l'acide phosphorique ou citrique lorsque l'huile contient des phospholipides non hydratables (Segers, 1990. Zufarov, 2008)).

Les deux traitements convertissent les formes hydratables et non-hydratables en gommes hydratées (Segers., 1990).

### **II.2.2. La Neutralisation**

Cette étape consiste à éliminer les acides gras libres, leur présence dans un corps gras peut être assimilée à celle d'un catalyseur d'oxydation. Pour neutraliser une huile, on rajoute une solution caustique à base d'hydroxyde de sodium à l'huile. Le mélange est agité afin de permettre la réaction chimique recherchée, c'est à dire la saponification. :



Acide gras    La soude    Savons    Eau

Une fois saponifiés, les acides gras passent dans la phase aqueuse et peuvent être séparés par centrifugation dans un premier séparateur pour obtenir deux phases : une phase lourde contenant les pâtes de saponification et une phase légère constituée de l'huile neutre. Cette dernière est ensuite entraînée dans un deuxième séparateur (lavage) pour éliminer la soude en excès et les résidus de savons en présence d'eau chaude (90°C). (Brisson et Germain., 1982)

### **II.2.3. Séchage**

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

#### **II.2.4. Décoloration**

Cette opération vise à éliminer les pigments colorés que la neutralisation n'a que très partiellement détruits. Elle fait intervenir un phénomène physique : l'adsorption sur des terres décolorantes, du charbon actif, des silices spéciales ou des combinaisons de ces substances (Falaras, 1999).

#### **II.2.5. Désodorisation**

Les huiles neutralisées et décolorées présentent une odeur et un goût particulier de par leur origine et aussi en raison des traitements effectués pendant le raffinage. Cette étape consiste en l'élimination des substances odorantes par distillation à la vapeur, sous vide poussé à des températures voisines de 215-225°C. La désodorisation permet donc d'éliminer les traces des produits volatiles qui donneraient à l'huile un goût fruité désagréable ou un goût de rance (Zaim, 2017).

### **II.3. Comparaison entre huile brute et huile raffinée.**

La composition de l'huile de soja brute et celle raffinée n'est pas la même, le tableau suivant le confirme :

**Tableau VI** : Composition moyenne de l'huile de soja brute et raffinée. (Ericksson et Wiederman, 1989).

<b>Composés (%)</b>	<b>Huile brute</b>	<b>Huile raffinée</b>
<b>Triglycérides</b>	95-97	99
<b>Phosphatides</b>	1,5-2,5	0,003-0,045
<b>Substances insaponifiables</b>	1,6	0,3
<b>Stérols</b>	0,33	0,13
<b>Tocophérols</b>	0,15-0,21	0,11-0,18
<b>Acides gras libres</b>	0,3-0,7	<0,05

La **figure 4** suivante représente les étapes de raffinage de l'huile de soja (Andriamisaima.,2013).

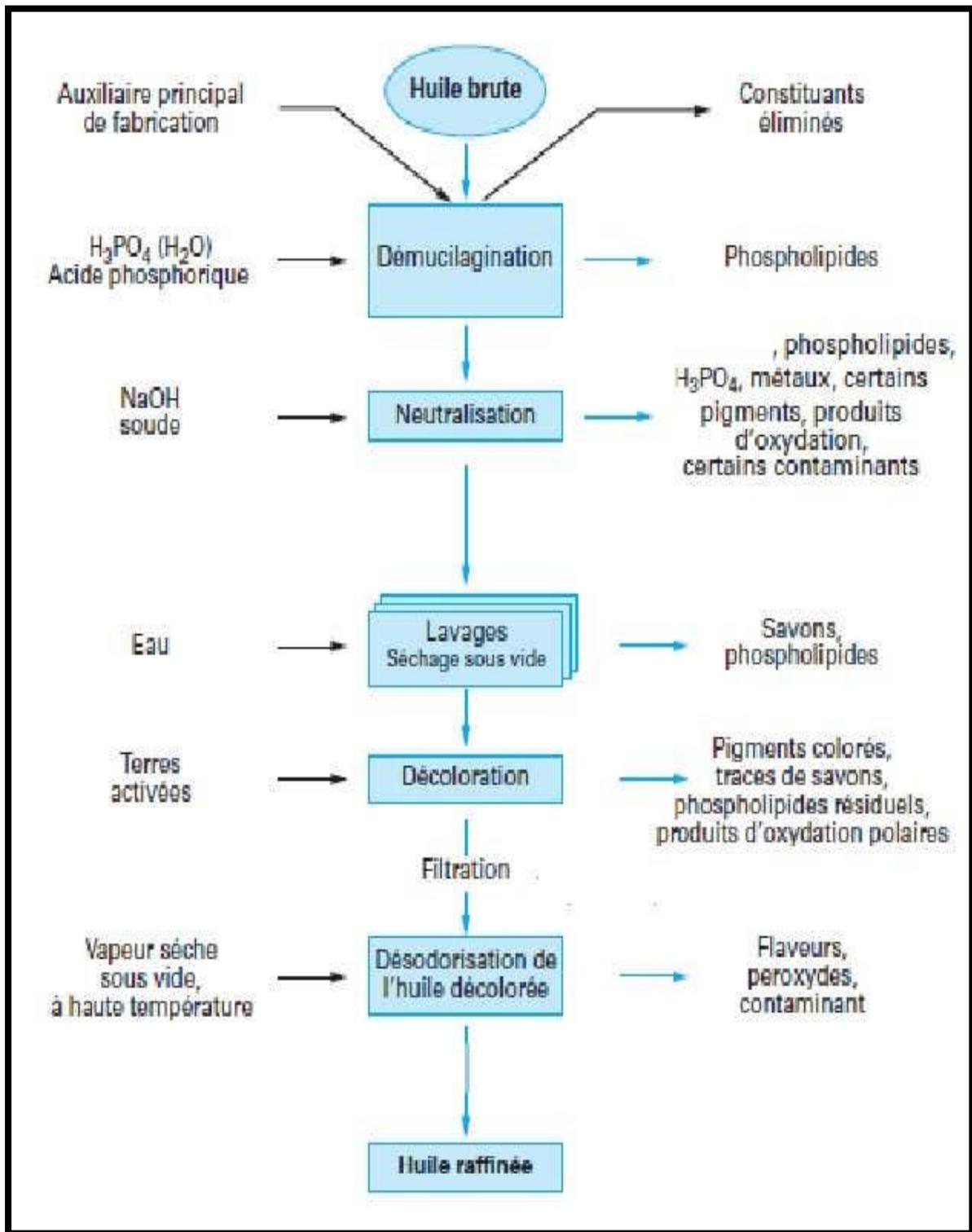


Figure 4 : Les étapes du raffinage de l'huile de soja.

### III. Démucilagination ou dégomme

Le dégomme est le processus d'élimination des phosphatides présents dans l'huile de soja brute et d'autres huiles végétales. Les phosphatides sont aussi appelés gomme et lécithine. Bien que toutes les huiles végétales contiennent des gommes, l'huile de soja est actuellement la principale source de lécithine commerciale car elle contient la plus grande quantité de gomme et est également la première huile végétale au monde (**Daive et Erickson., 1995**)

#### III.1. Principe du dégomme

Le principe du dégomme est assez simple : il suffit de mélanger l'huile, portée à une température de 85°C, avec l'acide phosphorique ou citrique pour dissocier les phosphatides non hydratés (NHP). L'acide phosphorique n'est utilisé qu'en petite quantité (0,1 à 0,3%) (**Deffense., 2009**). L'élimination incomplète du phosphore est responsable de la formation d'une couleur sombre qui s'installe pendant le stockage de l'huile (**Wibisino., 2014**). Pour obtenir une huile raffinée de bonne qualité, il est indispensable d'avoir un indice de phosphore inférieur à 5 ppm.

➤ L'efficacité de dégomme a été appréciée en suivant la quantité d'eau,( acides citrique, phosphorique, oxalique, acétique et maléiques) a été comparée sur les huiles brutes de colza, de soja et de tournesol (**Tableau VII**).

**Tableau VII** : Efficacité de dégomme à différents agents.

Agent testé	Colza	Tournesol	Soja
Acide citrique	Efficace		Plus performant
Anhydride maléique		Plus performant	Efficace
Acide phosphorique	Plus performant		Plus performant
Acide oxalique		Efficace	
Eau	L'eau s'est révélée l'agent le moins efficace		

➤ Il existe différents types de protocole de dégomme parmi lesquels : le dégomme enzymatique, le dégomme à l'eau et le dégomme à l'acide (**Giribrasad, 2013**)

### **III.2. Dégommage enzymatique**

Le dégomme enzymatique est un procédé alternatif émergent pour diminuer la teneur en phosphore dans l'huile brute sous l'action de la phospholipase et la lécithinase (**Jiang et al. 2015**). La teneur en phosphore diminue avec l'augmentation de la concentration en enzymes. En conséquence, les phospholipides diminuent et le rendement en huile augmente et préserve sa qualité ; ce qui en fait un agent de dégomme viable.

### **III.3. Le dégomme à l'eau**

Le dégomme à l'eau est réalisé par addition d'eau chaude ou de vapeur d'eau pour précipiter les "gommages". Ces dernières sont alors séparées 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. Ils varient selon le type d'huile (10 minutes d'agitation à 95°C et 2% d'eau pour l'huile d'olive) (**Thomopoulos et Tzia, 1993**).

### **III.4. Le dégomme à l'acide**

La technique la plus couramment employée consiste à disperser dans l'huile brute des acides comme les acides phosphorique, citrique, acétique, oxalique, etc. 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. Il est recommandé en particulier pour le dégomme de l'huile de soja. D'autres acides sont employés : l'acide citrique est une excellente alternative, bien que plus coûteux. L'anhydride acétique a également été utilisé pour le dégomme de cette huile (**Gu et al., 1995**).

### **III.5. Influence de divers paramètres sur le dégomme**

#### **III.5.1. La concentration en phospholipides**

En règle générale, toutes les huiles contiennent à la fois des phosphatides hydratables et non hydratables. La proportion de ces derniers est simplement plus élevée dans le cas de l'huile de soja (5 à 10%). Si ces dernières huiles sont démulcinées aisément par l'eau ou les solutions salines, cela tient au fait que la faible quantité des mucilages non hydratables qui subsiste normalement après hydratation est entraînée par la masse de la fraction phospholipidique hydratée qui précipite (**figure 5**). (**Munch., 2004**).

Nom de constituants	structure	Nature	pourcentage
1. Phosphatidylcholine	X=CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -N <sup>+</sup> (CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	Hydratable	29.0-39.0
2. Phosphatidylinositol	X=C <sub>6</sub> O <sub>5</sub> H <sub>11</sub>		13.0-17.5
3. Phosphatidylserine	X=CH <sub>2</sub> -CH(COO <sup>-</sup> )NH <sub>3</sub> <sup>+</sup>		5.9-6.
4. Phosphatidic acide	X=Hydrogen	Non hydratable	5.0-9.0
5. Phosphatidylethanolamine	X=CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -NH <sub>3</sub> <sup>+</sup>		20.0-26.3

R<sub>1</sub> = AG saturé  
R<sub>2</sub> = AG insaturé

**Figure 5 :** Nature, pourcentage et structure des phospholipides dans l’huile brute (Sharma et al. 2019).

### III.5.2. La température

Suivant l’agent de démulcification utilisé et le mode de séparation, la température optimum se situe entre 60 et 80°C. A des températures supérieures, il se produit une décomposition des mucilages et une partie de la fraction phospholipidique repasse dans huile (Munch.,2004).

### III.5.3. La concentration en eau

La quantité d’eau est un facteur très important pour le dégommeage d’huile de soja. Si on ajoute trop d’eau lors de l’hydratation, au moment de la centrifugation, il y aura une phase d’eau et l’autre de gommages de couleur jaune brunâtre, donnant un contenu excessif en huile neutre (Munch.,2004).

Si on ajoute peu d’eau, l’unique phase aqueuse est plus sombre et l’huile contiendrait plus de phosphore que l’exige sa commercialisation. L’utilisation de l’eau contenant des minéraux bivalents (Ca<sup>2+</sup> et Mg<sup>2+</sup>) augmente le risque de formation de phosphatides non hydratés dits « mucilage » qui n’est pas possible d’admettre dans une huile livrée à la consommation (Munch., 2004)

### III.5.4. L’agitation

Dans la centrifugation, il se produit également un dépôt de produit solide vraisemblablement à des mucilages complètement déshydratés et qui prennent une forme plastique ne leur permettant plus d’être évacués par la force centrifugeuse. L’agitation est un facteur encore mal étudié. On peut appliquer une forte d’agitation pendant un temps de contact très court ou une agitation modérée pendant un temps de contact plus long. Si on

utilise une agitation violente et que l'on prolonge le temps de contact, on obtient l'effet inverse à celui recherché par une très grande dispersion des mucilages dans l'huile et la formation des fines micelles qui sont très difficiles à séparer (**Munch.,2004**).

### **III.5.5. Contrôle de l'efficacité de la démulcination**

Lorsque l'huile dégommée est agitée avec de l'eau, l'émulsion doit disparaître rapidement et l'huile sera limpide. Si toutes les gommes ne sont pas enlevées, l'émulsion prendra plus de temps à disparaître. L'efficacité de la démulcination est estimée grâce à un turbidimètre, un instrument utilisé pour mesurer le degré de nébulosité. Cependant, la seule mesure valable est le dosage du phosphore dans l'huile démulcinée (**Moustapha.,1990**).

# *Partie expérimentale*

## **I. Présentation de l'organisme d'accueil**

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

La société Dahmani, spécialisée au début des années 1990 dans l'importation de denrées alimentaires devenue 1995 une entreprise de transformation en agroalimentaire sous le nom La Belle.

Au début des années 2000, l'entreprise a développé ses investissements une minoterie à oued Moussa, une semoulerie et une unité de production du café de la marque bonale.

En 2004, l'unité de production de margarine est ouverte à Dar El Beida. Elle acquiert en 2005, l'entreprise Nationale des corps gras (ENCG) qui compte deux unités de raffinage et en 2006 les Moulins de la Mezghenna une filiale du groupe public ERIAD Alger dotée d'une minoterie d'une capacité de 400 tonnes/j.

Au début de 2010, elle se lance dans le conditionnement de produits alimentaires comme le riz, lentilles, haricots, pois chiches, le sucre cristallisé et lait dans une usine à Khemis el Khechna.

### **I.2. L'organisation de l'entreprise**

#### **I.2.1. Présentation de laboratoire d'analyse**

Le service laboratoire a pour objectif d'améliorer la qualité et la quantité du produit fabriqué par l'analyse des matières premières et auxiliaires, les produits au cours de fabrication ainsi que les produits finis. IL comprend 4 laboratoires :

- Laboratoire des huiles - laboratoire de margarine
- Laboratoire de traitement des eaux - laboratoire de savon

#### **I.2.2. Présentation du service de conditionnement**

Il est composé de deux ateliers :

- Le premier atelier : 300 T (Bouteilles de 2L et de 5 L)
- Le deuxième atelier : 300 T (bouteilles de 1L)

Chaque atelier comprend la fabrication plastique et le conditionnement.

Le conditionnement est la mise sous emballage des huiles pour assurer leur conservation et leur transport depuis l'usine de fabrication jusqu'au consommateur.

L'administration de l'entreprise CO.G.B-La Belle comprend cinq départements différents :

- 1- Département des ressources humaines.
- 2- Département de comptabilité et de fiscalité
- 3- Département commercial.
- 4- Département de production.
- 5- Département de maintenance.

### **I.2.3. Organigramme de CO.G.B-La Belle**

Elle est illustrée dans l'annexe

### **I.3. Echantillonnage**

Au cours de notre stage nous avons effectué différentes analyses physico-chimiques et le dosage du phosphore pour l'huile de soja. Le prélèvement de l'huile brute effectué de bac de stockage.

Un échantillon est préparé à base de 100g d'huile brute, qui feront l'objet d'une démucilagination à réaliser par l'ajout d'une teneur d'acide phosphorique de 1,25g environ de 5 gouttes, chauffé le mélange à une température donnée sous l'agitation (7 min), le mélange est additionné de l'eau de process chaude, puis est centrifugé immédiatement à 3000 tours par min pendant 30 secondes, afin de séparer les phospholipides et récupérer l'huile démucilaginée. Toute cette préparation est portée à 70°C

Le même travail a été refait à des températures de 75 °C à 90°

### **I.4. Analyse physico-chimiques effectuées sur l'huile de soja**

Le responsable d'un atelier de raffinage doit disposer de données analytiques concernant les huiles mises en œuvre. Ces données sont indispensables aux opérateurs pour adapter leur procédure de raffinage afin d'avoir les meilleurs rendements (**Vignerot et al., 2003**)

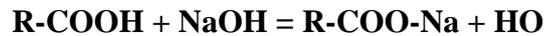
## **I.4.1. Détermination de l'acidité**

### **I.4.1.1. Définition**

L'acidité exprimée conventionnellement en pourcentage d'acide gras prédominant dans le corps gras : en acide oléique, acide palmitique (ISO 660 ,1996)

### **I.4.1.2. Principe**

Neutraliser les acides gras libres présents dans l'huile par une solution d'hydroxyde de potassium ou de soude en présence d'un indicateur coloré phénolphtaléine selon la réaction suivante (Diatta.,1998)



AGL Soude Savon Eau

### **I.4.1.3. Mode opératoire**

Introduire 75 ml d'alcool éthylique neutralisé en présence de phénolphtaléine Puis on pèse 10g d'huile, chauffer et agiter le mélange pendant une minute jusqu'à dissolution de l'huile Titrer par une solution NaOH 0.0365 N jusqu'à à une coloration rose permanente (Afnor.,1981)

### **I.4.1.4. Expression des résultats**

$$\mathbf{A (\%) = (V.N .M) / (10 .m)}$$

**M** : La masse molaire d'acide adapté pour l'expression utilisée (M=282g/mol pour l'acide oléique).

**N** : La normalité de NaOH (0.0365).

**V** : Volume de NaOH nécessaire pour la neutralisation.

**m** : La masse de la prise d'essai

## **I.4.2. Indice de peroxyde**

### **I.4.2.1. Définition**

L'huile est exposée à l'oxydation chimique durant la conservation selon un mécanisme qui prévoit la formation des radicaux libres, la réaction et favorisée par la lumière, la chaleur, l'oxygène de l'aire et les traces des métaux (fer, cuivre, nickel.) [Kroun et al ,2004).

IP est le nombre de milligramme d'oxygène actif par kilogramme de corps gras Oxydant (Afnor., 1981).

#### **I.4.2.2. Principe**

L'huile est mise en solution dans un solvant anhydre (acide acétique – chloroforme) et mise en contact avec un excès d'iodure de potassium (KI). Puis l'iode libéré est titré par une solution de thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2 \text{S}_2 \text{O}_3$ ) en présence d'empois d'amidon jusqu'à décoloration. (Afnor.,1981)

#### **I.4.2.3. Les réactions mise en jeu**

En milieu acide, les hydro-peroxydes sont réduits par l'ion iodure :



L'iode libéré est titré par le thiosulfate de sodium, selon la réaction suivante :



#### **I.4.2.4. Mode opératoire**

- Peser 2g d'huile dans un erlenmeyer.
- Ajouter 10 ml de chloroforme.
- Ajouter 15 ml d'acide acétique, puis 1 ml de solution d'iodure de potassium saturé.
- Boucher aussitôt le flacon,
- Dissoudre rapidement la prise d'essai en agitant Durant 1 min, puis placer l'erien a labri de la lumière pendant 5 min.
- Ajouter 75 ml d'eau
- Rajouter quelques gouttes d'empois d'amidon (indicateur coloré) et titrer l'iode avec le thiosulfate de sodium 0,01 N. - -Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions opératoires.

#### **I.4.2.5. Expression des résultats**

L'indice de peroxyde est donné par la relation suivante :

$$\text{IP} = [(\text{V}_2 - \text{V}_1) \times \text{N} \times 1000] / \text{P}$$

**V1** : Est le volume de thiosulfate de sodium nécessaire pour l'essai à blanc en (ml)

**V2** : Est le volume de thiosulfate de sodium nécessaire pour doser l'iode en (ml)

**N** : La normalité de sodium de thiosulfate de sodium utilisée.

**P** : La prise d'essai en gramme.

### **I.4.3. Indice de saponification**

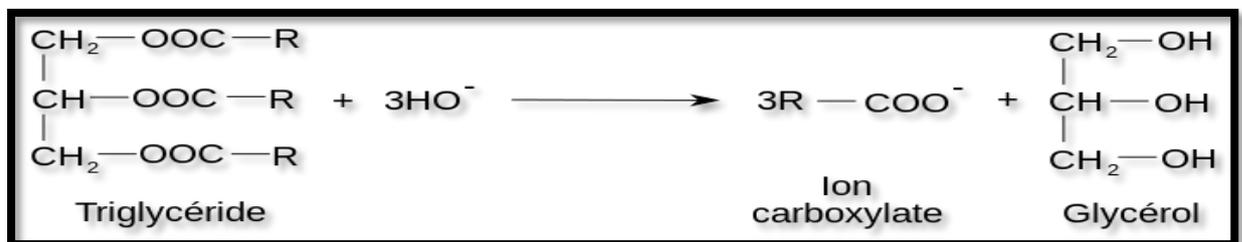
#### **I.4.3.1. Définition**

L'indice de saponification est la quantité de potasse (KOH) Ou (NaOH), exprimé en mg nécessaire pour saponifier 1 g de Corps gras .En effet plus les molécules d'acides ont d'atomes de carbone, moins l'indice de saponification est élevé. (**Alloune et al., 2012**)

#### **I.4.3.2. Principe**

L'échantillon d'huile est saponifié par reflux avec un excès connu de solution d'hydroxyde de potassium alcoolique. L'alcali nécessaire à la saponification est déterminé par titrage de l'hydroxyde de potassium en excès avec de l'acide chlorhydrique (**Cassiday et Materials., 2017**)

La réaction de saponification est complète, exprimé par l'équation suivant :



### **I.4.4. Mode opératoire**

- Peser 2g d'huile brute dans un ballon colle rodé.
- Ajouté 25 ml de solution KOH dans éthanol à 0,5 N avec 3pierre ponce
- On porte le mélange à ébullition dans un chauffe ballon surmonté d'un réfrigérant à reflux pendant une heure.
- Après refroidissement, récupérer le mélange

- Ajouter quelques gouttes de l'indicateur coloré (phénolphtaléine)
- Titrer la solution avec chlorhydrique(HCl) à 0,5 N jusqu'à la disparition de la couleur rose et réapparition de la couleur initiale du mélange (transparente)
- Noter la chute de volume de HCl

#### **I.4.4.1. Expression des résultats**

$$\mathbf{IP} = [(\mathbf{V0} - \mathbf{V}) \times \mathbf{N} \times \mathbf{M}] / \mathbf{P}$$

**VO** : est le volume, en ml, d'HCl utilisé pour essai à blanc ;

**V1**: est le volume, en ml, d'HCl utilisé pour l'échantillon à analyser ;

**C** : est la concentration exacte, d'acide chlorhydrique ;

**P** : la prise d'essai en gramme

## **II. Dosage de phosphore**

### **II.1. Domaine d'application**

La présente partie d'ISO **10540** spécifie une méthode colorimétrie pour la détermination de la teneur en phosphore des corps gras d'origine animale ou végétale.

### **II.2. Principe**

La prise d'essai est brûlée (carbonisée) en présence d'hydroxycarbonate de magnésium, puis réduite en cendre, les cendres sont dissoutes dans l'acide chlorhydrique dilué, la détermination de la teneur en phosphore s'effectue par colorimétrie selon la méthode au bleu de molybdène. ISO 10540-1 : 2003(F)

#### **II.2.1. Mode opératoire**

##### **Partie 1 : Préparation d'échantillon**

Peser 0,014 g MgO dans chacun d'une série de 12 creuset, Ajouter respectivement 0,2 g d'huile pour chaque creuset puis l'incinération à 350°C dans un four à moufle pendant 1h à 2h en suite une 2ème incinération à 550 pendant 2h.

##### **Partie 2 : Dosage de phosphore**

-Après refroidissement dans un déclicateur, introduire 3ml d'eau distillée ajoutant 2.5 ml de HCl ; Attendre jusqu'à apparition de effervescences et ajouter une 2ème quantité HCl concentré (0.8ml). Mettre dans un bain marie jusqu'à évaporation,

-Ajouté 0.8 d'acide nitrique et le remettre dans le bain marin jusqu'à ébullition pendant 5 min.

- Ajouter jusqu'à le tri de jauge dans une fiole de 50ml et filtrer dans des flacons avec bouchons

-Ajouter 1ml d'acide ascorbique et une quantité de 4 ml de réactif pour phosphore et mélange.

-Réaliser un blanc

-Mettre à l'obscurité pendant 30min

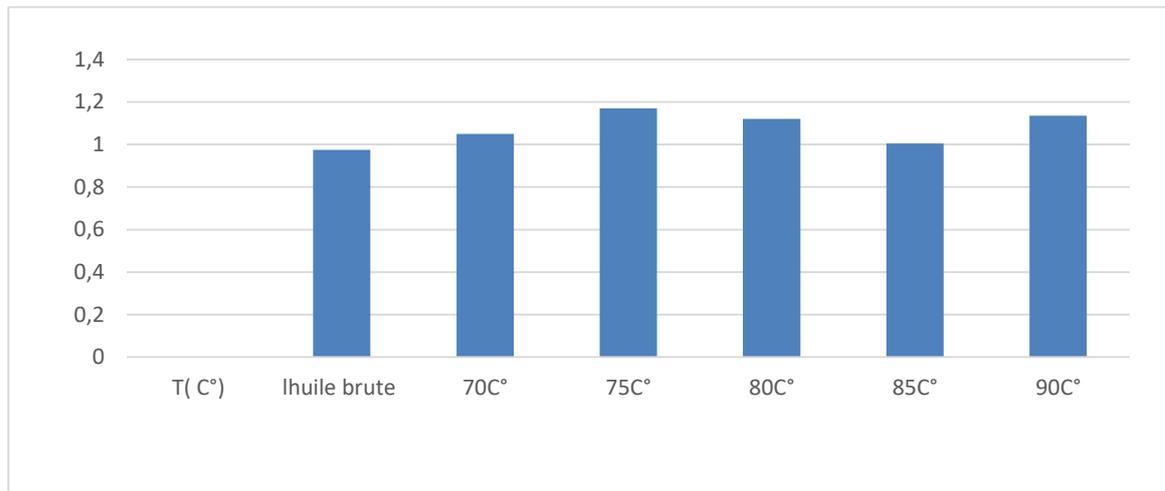
- Lecteur de l'absorbance à 700nm (par rapport à l'apparition de la couleur bleu)

## *Résultats et discussion*

## I. Résultats des analyses physico-chimiques

### I.1. Indice d'acidité

Les résultats de l'analyse de l'acidité des différents échantillons de l'huile de soja dégommée sont représentés dans la **figure 6** ci dessous



**Figure 6 :** Evolution de l'acidité d'huile dégommée à des différentes températures

Selon **Bekkar.,(2019)**,La mesure de la quantité d'acides gras libre d'un corps gras est l'un des meilleurs moyens de déterminer son altération par hydrolyse.

L'acidité de l'huile brute dosée est évaluée à  $0,975 \% \pm 0.021\%$ , elle est due à l'effet de traitement thermique, cependant elle est toujours conforme aux normes (2% Max). Ceci traduit le bon déroulement des opérations de trituration (extraction et stockage des graines et de l'huile)

A  $70\text{ C}^\circ$  et  $75\text{ C}^\circ$  et à  $90\text{ C}^\circ$  l'acidité a légèrement augmenté de (1.05 à 1.17 1.13)% respectivement, elle est due à effet de traitement thermique lors de l'étape de dégommage, à la présence d'un excès en acide phosphorique sous forme de traces.

On remarque une légère diminution de l'acidité de 1.17% à 1.12% puis diminue à 1%  $75\text{ C}^\circ$ ,  $80\text{ C}^\circ$  et  $85\text{ C}^\circ$  respectivement après dégommage ce qui est due à la libération des AGL avec les mucilages dans la phase aqueuse, ceci offre l'avantage de ne pas accélérer le niveau d'oxydation de l'huile au cours de son stockage

En fait, d'après les normes prise en considération, l'acidité est respectivement conforme à la norme d'entreprise ( $\leq 1,5\%$ )

### **I.2. Indice de peroxyde**

**Tableau VIII :** Résultats de l'indice de peroxyde obtenu au cours de stage pratique

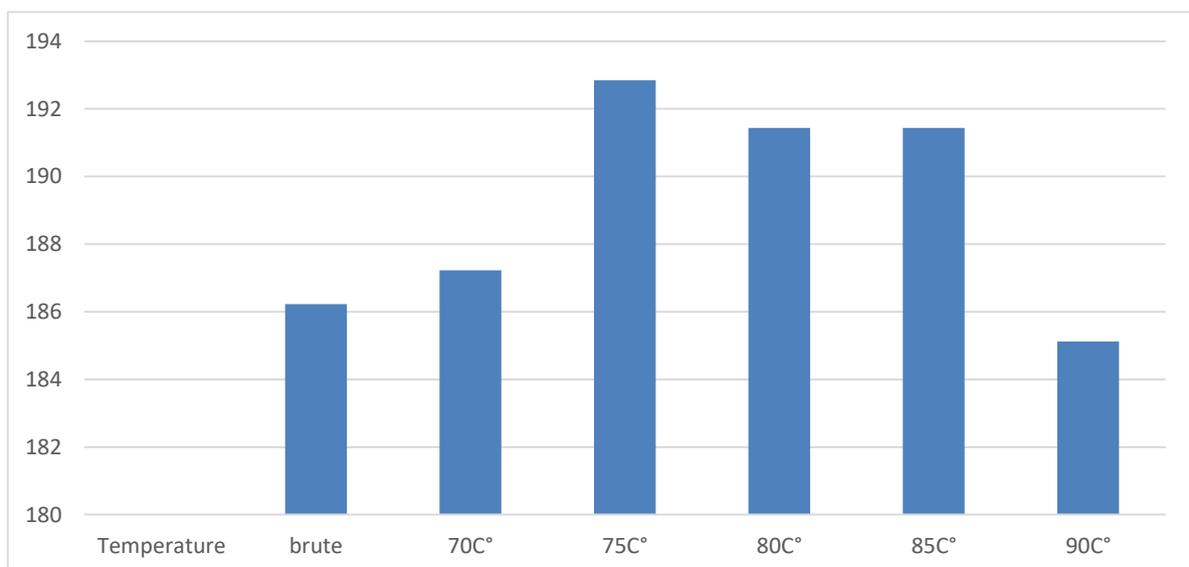
<b>Etape paramètre</b>	<b>Huile brute</b>	<b>Norme (meq d'o<sub>2</sub>/Kg)</b>
<b>Indice de peroxyde (meq d'o<sub>2</sub>/Kg)</b>	<b>6,65</b>	<b>10</b>

Selon **Kabre.,(2021)** .La détermination de l'indice de peroxyde est la méthode la plus appropriée pour la mesure de ces composés peroxydés.

L'évolution de l'indice de peroxyde est plus importante dans l'huile brute (6.65 meq/O<sub>2</sub>), due au contact de l'huile avec l'oxygène dans les bacs de stockage, la présence des phospholipides à des teneurs élevées sont donc des facteurs d'instabilités de la matière grasse.

### **I.3. Indice de saponification**

Les résultats de l'analyse de l'indice de saponification des différents échantillons de l'huile de soja dégommes sont représentés ci dissous



**Figure 7 :** L'évolution de la saponification d'huile soja

**Tableau IX :** Résultats d'indice de saponification

Echantillon	Moyenne	Norme international
L'huile brute	186.23 ± 4,384	189-195mg de KOH/g de MG
L'huile à 70C°	187.23 ± 0,989	
L'huile à 75C°	192.84 ± 2,969	
L'huile à 80C°	191.44 ± 0,989	
L'huile à 85 C°	191.43 ± 2,976	
L'huile à 90C°	185.12 ± 1,986	

D'après les résultats obtenus on remarque que ;

Les valeurs d'indice de saponification (Is) enregistrées sur les huiles dégomées à 75C°, 80C°, 85C° sont conformées à la norme imposée par une entreprise (189 mg KOH/g-195mgKOH/g MG).

Selon **Césaire et al., (2019)** Les valeurs d'indice de saponification (Is) enregistrées sur l'huile brute et l'huile dégomée à 70C° et 90C° sont inférieures a la norme ce qui expliquer par la Formation des polymères par le pontage intermoléculaire des triglycérides oxydés

#### **I.4. Spectrophotométrie**

Les absorbances mesurées à 650 nm pour les deux essaie effectué sont présentées ci-dessous

**Tableau X :** Moyenne des absorbances mesuré pour différentes échantillons d'huile de soja

Température (C°)	Moyenne
Huile brute	0,1715 ± 0.0045
70	0,1375 ± 0.0015
75	0,135 ± 0.004
80	0,132 ± 0.005
85	0,126 ± 0.0035
90	0 ,167 ± 0.007

D'après les résultats obtenus

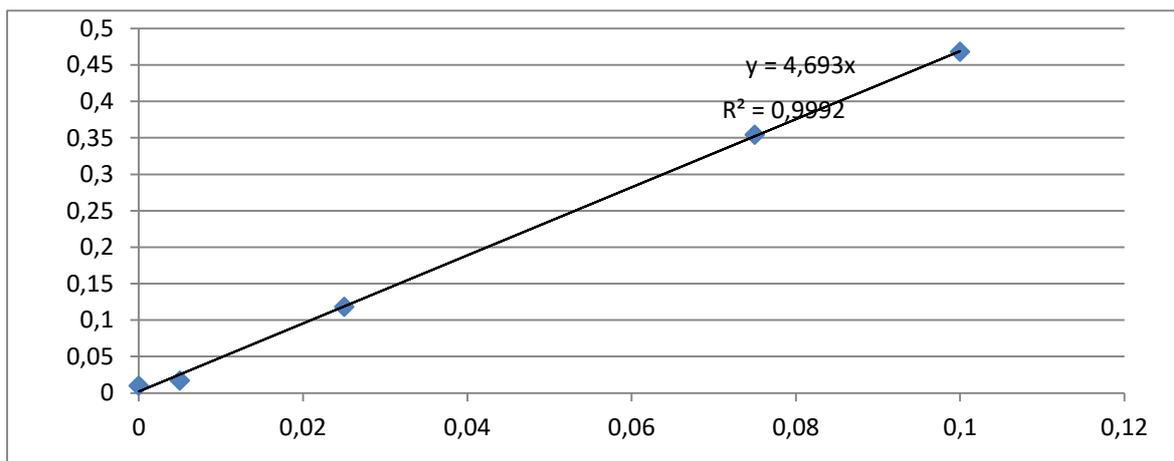
On remarque que les absorbance de l'huile dégommes diminue avec l'augmentation de la température de  $(0.1375 \pm 0.0015$  à  $0.126 \pm 0.0035)$  aux temperature entre  $70C^{\circ}$  à  $85C^{\circ}$  et augmente à nouveau à  $90C^{\circ}$ .

Selon **Bekkar.,(2019)** L'analyse UV visible à une longueur d'onde 650 nm permet d'observer que tous les minimums d'absorbance se situe dans l'intervalle de  $80-85 C^{\circ}$ , a ces températures une absence de la coloration trouble ceci constate par un bon déroulement de dégommage.

A  $90 C^{\circ}$  une légère augmentation d'l'absorbance  $(0.167 \pm 0.007)$  résultat d'une huile de couleur dance grâce à la dispersion des impuretés.

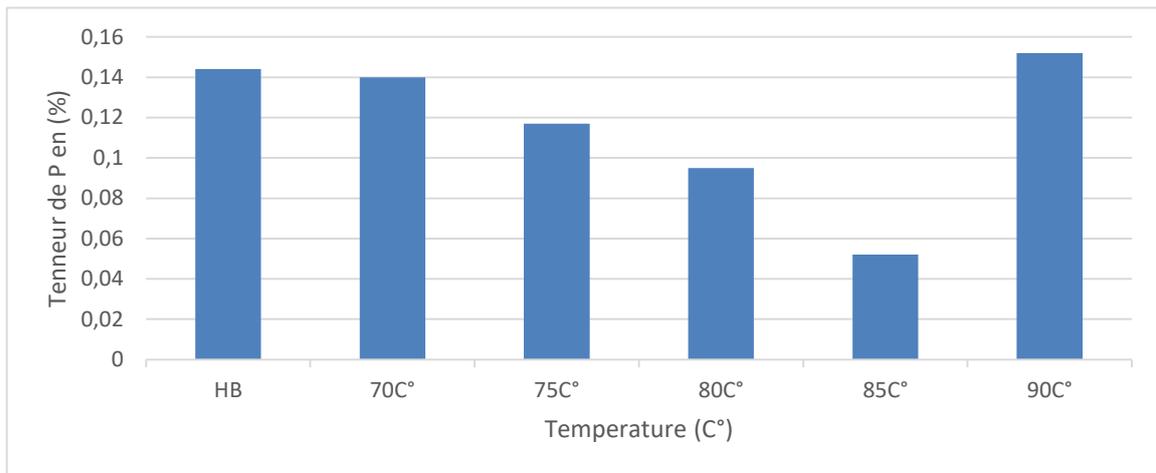
### **I.5. Dosage de phosphore**

La **Figure 8** : Représente la courbe d'étalonnage



**Figure 8** : Courbe d'étalonnage des absorbance en fonction des concentrations de phosphate

Les résultats sont présentés ci-dessous :



**Figure 9 :** Teneur en phosphore dans l'huile dégommé

Après la démulagination, les teneurs du phosphore résiduel en (%) sont inférieures à celles de l'huile brute, ce qui est expliqué par la réaction de l'acide phosphorique avec les mucilages présents dans l'huile brute

**Tableau XI :** La moyenne en phosphore contenue dans huile dégommé

Les températures C°	La moyenne en p
HB	0.144±0.0021
70	0.140±0.0014
75	0.117±0.0134
80	0.095±0.0098
85	0.052±0.0056
90	0.152±0.0332

Nous constatons une teneur élevée en phosphore dans l'huile brute qui atteint 0,144 % ±0,0021 cette teneur dépend fortement de la qualité de la graine qui varie selon l'origine géographique et la période de la récolte.

On revanche on remarque une teneur très faible de phosphore résiduelle aux températures 80-85 C° on atteint des teneurs (0,095 ± 0,0098 et 0,052 ± 0,0056) respectivement, au-delà on constate que les températures 80-85C° c'est des températures

optimale qui favorisent une bonne affinité et meilleure réaction entre l'acide phosphorique et les phospholipides non hydratés, pour que la proportion de ces derniers est simplement transformés en phospholipides hydratés, sous l'action d'eau chauffé à des températures 80-85°C favorise la précipitation des gommes sont alors séparés par centrifugation.

Nos résultats sont comparables à ceux de **Nzossie, et al., (2022)**, L'analyse comparative des cinq températures montre que la dégomme réalisée dans l'échelle 80-85, C° est plus efficace par rapport à celle réalisée à 70,75 et 90 C°, où ce produit l'élimination adéquate des phospholipides.

Les températures élevées peuvent accélérer l'opération de la dégomme ou l'élimination des mucilages à 90°C, il se produit une décomposition des mucilages et d'une partie de fraction phospholipides repasse en solution dans l'huile avec la formation des floccules plus dur (mucilages complètement hydratés).

# *Conclusion Générale*

## *Conclusion Générale*

---

Au cours du raffinage des huiles végétales, l'un des inconvénients majeurs rencontrés pendant leurs traitements est la présence des phospholipides. Cependant des différents chercheurs se sont penchés sur des éventuelles solutions afin d'y remédier à cette tare qui sanctionne les rendements et génère des pertes énormes en huile comestible.

L'opération de dégomme est appelé démulcination a pour but d'éliminer les phospholipides et les substances mucilagineuses (protéines, impuretés) par précipitation en présence d'acide phosphorique.

Durant notre stage au niveau du complexe CO.G.B, nous avons pu suivre le processus de production des huiles végétales plus précisément l'étape de la démulcination qui a été réalisée avec différents températures et des concentrations constantes d'acide phosphorique et l'eau.

Concernant notre recherche nous avons utilisé le dosage du phosphore avec la méthode de bleu molybdène (cette méthode a pour objet la détermination de la teneur en phosphatides dans les huiles végétales) pour l'huile brute de soja et cinq échantillons d'huile avec différents températures (70C°,75C°,80C°,85C°,90C°) pour 100g d'huile de soja, portant sur plusieurs paramètres (l'acidité, indice de peroxyde, indice de saponification).

Cette étude, nous a appris que la température possède une certaine limite pour l'élimination des phospholipides, augmentation de la température provoque la dispersion des phospholipides.

Ainsi, d'après notre recherche, dans 100 g d'huile la température 80 C° et 85C° sont conseillées pour éliminer un maximum des phospholipides qui posent de nombreux problèmes pour les autres étapes du raffinage et le stockage de l'huile.

Il est important de s'appuyer sur une étude statistique afin d'obtenir des résultats significatifs, et de confirmer nos résultats.

## *Référence bibliographiques*

## *Référence bibliographiques*

---

### *A*

**Ahmed Moustafa, Clyde E Stauffer 1990**, American Soybean Association.

**Alais C et Linden G. (1987)**. Biochimie alimentaire ; Masson. Paris. P 20.

### *B*

**Bekkar ., k (2019)**.Application de la spectroscopie à l'étude des huiles alimentaires (Doctoral dissertation).

**Benabid H., (2009)** caractérisation de l'huile d'olive algérienne : Apports des méthodes thèse de doctorat, Université Mentouri de Constantine.

**Brisson, Germain.1982** Lipides Et Nutrition Humaine : Analyse des données récentes sur les corps gras alimentaires. Presses de l'université Laval.

**Burchholz K, Kasch V, Bornscheuer U.T., (2005)** .Biocatalysts and enzyme technologie .WILEY-VCH, Weinheim.

### *C*

**Césaire,K ,S,T ,Albert ,D,M,J,Sastile,M .N.,Godswill,N.Emmanuel,M.M.,(2019)**.Etude de l'origine et de l'identité de quelques types d'huile végétales raffinées commercialisées à Douala /cameroun .Journal of the Cameroun Academy of science ,15(1),25-38 .

**Charles A. Den G., (1997)** Abrégé de Biochimie alimentaire.4eme Edition : Masson, paris, 225-232.

**Codex Stan 210- (1999)** Normes pour les huiles Végétales Portant un Nom Spécifique.

### *D*

**David R. Erickson., (1995)** in, Practical handbook of soybean processing and Utilisation, Deffense. From organic chemistry to fat and oil chemistry. Oléagineux. Corps gras, lipides.

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

## *Référence bibliographiques*

---

### *E*

**Ericksson, D. R. et Wiedermann, L. H., (1889).** Huile de soja – Méthodes de traitement et utilisations actuelles. American Soybean Association. Pp : 1-21.

**Evard J. (2003).** Protéine et lipides : des technologies adaptées aux usages actuels et futurs. Volume 10, Numéro 1, p 57-60.

### *F*

**Falaras.P., (1999)** Cottonseed oil bleaching by Acid activated Montmorillonite, Clay Minerals 34(1999) 221-232.

**Fredot E. (2005).** **Connaissance** des aliments : base alimentaire et nutritionnelle de la diététique. Edition : Tec & Doc Lavoisier Paris. pp 196-197.

**Frendot M. et Vierling f, (2001).** Biochimie des aliments : Diététique du sujet bien portant .2<sup>ème</sup> Edition. Doin éditeur. pp 79-97.

### *G*

**Giribrasad. H. S and M. Goswami., (2008)** Animal fat processing and its quality control, Journal of Food Processing & Technology, vol. 4, NO.8.

### *I*

**Iterg,** institut des corps gras, 11, rue Gaspard-Monge, 33600 Pessac, France 2 MARS-2010).

**ISO 3656:2011**

### *J*

**Jiang, Chang, Jin, & Wang.,(2015);** Qu et al.,( 2016); Sampaio, Zyaykina, Uitterhaegen, Greyt, & Verhé, 2019).

**Jnetet R., Croguennec M. Schuck P. et Brule G. (2006).** **Oxydation** des lipides. In : science des aliments. Volume I. Edition : Tec & doc, Lavoisier paris, pp 95-113.

### *K*

**Kabre,E ,Hien,H,Kabore,C.S Meda ,Nikiema,F .(2021)** .Evaluation de la teneur e vitamine A et de l'indice de peroxyde des huiles végétales couramment vendues dans les

## *Référence bibliographiques*

---

marchés au Burkina Faso .International Journal of Biological and chemical science  
15(6),2366-2379

**Karleskind, A., Wolff, J.P., (1992),** Manuel des corps gras, Lavoisier TEC & DOC, Paris.

**Kouamé C, N’Gbesso M, Adako M et Tahouo O. (2007).** Bien cultiver soja en côte d’ivoire. CNRA, 01 BP Abidjan 01. Cote d’ivoire.

### *L*

**Labat E., (2013).** Thèse doctorat : le soja : influence de sa consommation sur la santé humaine et conséquence de l’expansion de sa culture au niveau mondial. Université Toulouse III. Paris P 88.

**Laisney J., (1992).** Obtention des corps gras. In Manuel des corps gras. Volume 3 Edition : Tec & doc, Lavoisier, Paris.

**Lami aima Nampoina ., (2013).** Etude prévisionnelle d’une mise en œuvre d’un système de gestion de la qualité au sein de l’unité de raffinage d’huile alimentaire de HITA.(2013)

**Lecerf J M., (2011).** Les huiles végétales : particularités et utilisés. Institut Pasteur de Lille, service de Nutrition. P 137-143.

**Lecerf J M. Les aliments. In Schlienger J L., (2014).** Nutrition clinique pratique : Chez l’adulte et l’enfant. Elsevier Masson, Paris 2 ème edition 24-40.

**Liang, S., (1995),** Effects of degumming conditions on the quality of soybean oil and lecithin yield, Zhongguo Youzhi, 20 : 9-13, Chem., 123 : 54506.).

**Loubna zaim ., (2016-2017),** étude de la stabilité d’une huile végétale déodorisée (Huile de soja) au sein de la SIOF.

### *M*

**Masson O. (2002).** Biochimie : Les bases biochimiques de la diététique. Edition : Tec & Doc, Lavoisier Paris. Pp 81-83.

**Mohtadji Lambolais et Corine., (1989).** Les corps gras. In : Les Aliments. Paris: Moline. pp 93.

**Munch, E.W.,(2004)**Enzymatique degumming processes for oil from soya, rape and Sun.

## *Référence bibliographiques*

---

### *N*

**Nihadnia., (2008)**, suivi et comparaison des paramètres physico-chimiques de l'huile de soja raffinée chimiquement et enzymatique ment, produite par cévitale (Mémoire en ligne).

### *P*

**Planchenault N. (2016)**. Soja et alimentation humaine : une longue histoire et un bel avenir .1ère rencontre des grandes cultures Bio. Paris.

**Poisson F et Nacre L. (2003)**. Corps gras alimentaire aspect chimique, biochimique et nutritionnels. In lipides et corps gras alimentaires. Ed&Tec. Et Doc, Lavoisiner.

### *R*

**Regis J., Joffre F et Fine F. (2016)**. Impact de la trituration et du raffinage sur la teneur en micronutriments des huiles végétales de colza, soja et tournesol. Consommation et fonctionnalité des lipides : nouveaux horizon. OCL,23(3) D302, DOI :10.1051/ocl/2016010.

### *S*

**Segers. JCet van de sande RLKM. 1990**, Degumming-Theory and Patrice. In: Erickson DR, ed., Edible fats and oils processing ; basic principales and modern practices. Illinois (USA) : American Oil Chemists' Society) .

**Sharma-(2019)-Biofuels, \_Bioproducts\_and\_Biorefining.**

**Snape JB, Nakajima M (1996)** J Food Eng 30: 1-41

### *T*

**Thomopoulos, CD Tzia– Grasas y Aceites, 1993**. The effect of degumming by hydrations on the purification of high acidity solvent extracted olive oil.

### *U*

**Uzzan A.**, Propriétés et emploi des huiles et graisses : Manuel d'alimentation humaine Tome 2, Edition : ESF, Paris .226-230(1984).

## *Référence bibliographiques*

---

### **V**

**Vignerón PY, Caigniez J, Stoclin B, Bregnard JP. (2006).** L'huile de colza une huile multi-usages en devenir. OCL.13: 363-7.

### **W**

**Wibisino. Y Nugroho, A and T.-W. Chung, 2019** Dry degumming of corn oil for biodiesel using a tubular ceramic membrane, Procedia Chemistry, (pp. 210\_219.

### **Z**

**Zufarov . O et 2008.** Degumming of rapeseed and sunflower oils, Acta Chimica Slovaca, Vol.1, No. 1.

# *Annexes*

## *Annexes*

---

### **Annexe 1**

#### **Les différents teneurs effectués pour le premier essaie**

<b>Echantillon</b>	<b>Masse d'huile(g)</b>	<b>Abs phosphate</b>	<b>P(%)</b>	<b>(mg/ml)</b>
L'huile brute	0,2446	0,101	0,143	0,007
70 C°	0,2336	0,094	0,139	0,0065
75C°	0,2273	0,085	0,127	0,0058
80C°	0,2331	0,070	0,102	0 ,0048
85C°	0,2134	0,043	0,060	0,0029
90C°	0,2223	0,096	0,146	0,0065

### **Annexe 2**

#### **Les différents teneurs effectués pour le deuxième essaie**

<b>Echantillon</b>	<b>Masse d'huile (g)</b>	<b>Abs phosphate</b>	<b>P(%)</b>	<b>[C]massiquemg/ml</b>
HB	0,2049	0,100	0,146	0,0068
70C°	0,2261	0,089	0,141	0,0061
75C°	0,2498	0,071	0,108	0,0049
80C°	0,2381	0,059	0,088	0,0041
85C°	0,2116	0,033	0,052	0,0022
90C°	0,2166	0,081	0,129	0,0056

**Annexe 3**

**Composition moyenne des lécithines de soja**

<b>Composition</b>	<b>Pourcentage( %)</b>
Phosphatidyl choline( PC)	15-16
Phosphatidyl ethanolamine (PE)	13-14
Phosphatidyl inositol (PI)	9-11
Acide phosphatidique( PA)	5-7
Autres Phosphatides	9-12
Huile résiduelle	30-35

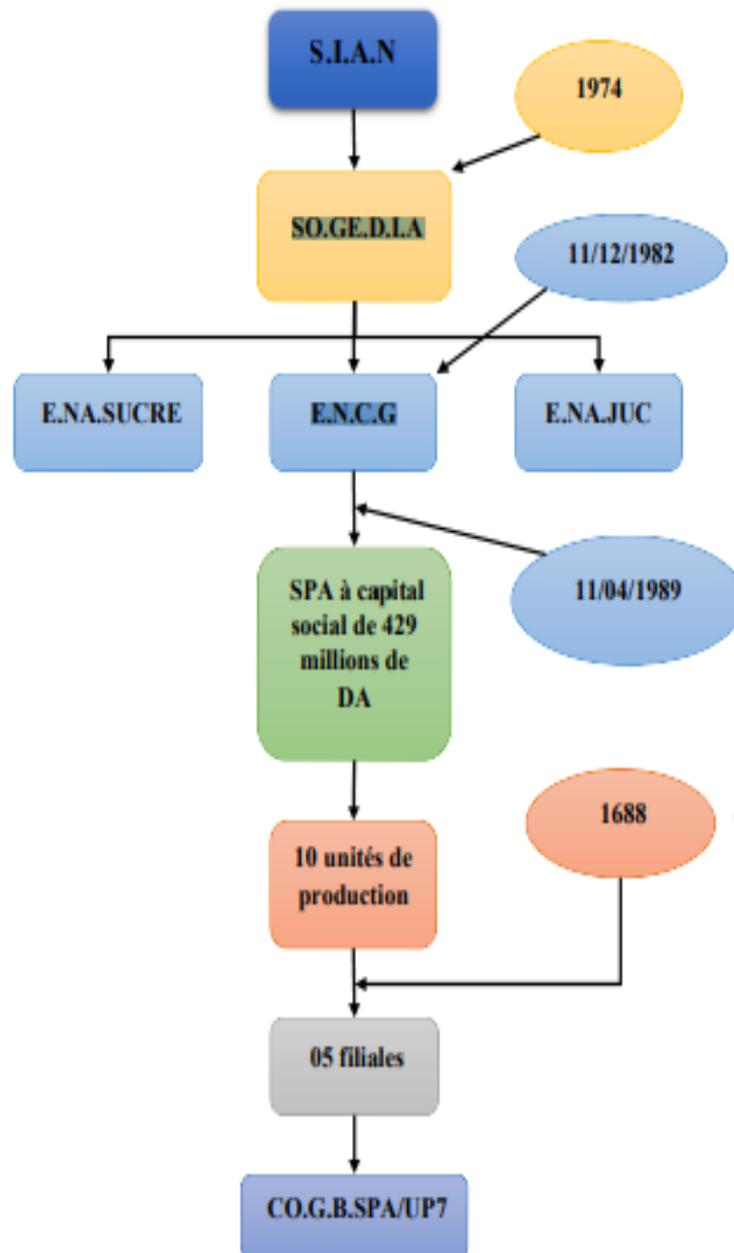
**Annex 4**

**Composition de l'huile brute de soja**

<b>Les composants</b>	<b>Les teneurs en pourcentage( %)</b>
Triglycérides	94,7
Phospholipides	3,7
Matière insaponifiable	1,3-1,6
Stérols	0,236
Tocophérols	0,123
Hydrocarbures	0,38
Acides gras libres	0,3-0,7
Traces métaux	18 PPM

ANNEX 5

Schéma n°01 : Historique de l'entreprise Labelle :



**Annex 6**

**La capacité de production de CO.G.B la belle tonnes /jour**

<b>Produit</b>	<b>Capacité de production</b>
Huile bouteilles d'un (1) litre	100
Huile bouteilles de(5) litres	200
Savon de ménage	150
Savon de toilette	50
Glycérine pharmaceutique	80
Raffinage	400
Acide gras distille	20
Conditionnement	300
Margarine	80
Hydrogénation	120
Smen	20

**Source : service commerciales de l'entreprise.**

Annex 7

Les différents types de produits de CO.G.B. Labelle

Nature de produits	Nature de produit
<b>Margarine</b>	
Labelle	Pot 500g
Labelle	Plaquette 250g
Labelle	Pot 250g
La belle feuilletage	Patch 500g
Labelle	Patch 05kg
Smen samsa	Pot 1,9kg
Smen samsa	Pot 900g
Shortening(graisse végétale)	Carton 20kg
<b>HUILES</b>	
Labelle	Bidon 5l
Labelle	Bouteille 2l
Labelle	Bouteille 1l
Goutte d'or	Bidon 5l
Goutte d'or	Bouteille 2l
Flora	Bidon 5l
Flora	Bouteille 2l
Flora	Bouteille 1l
<b>Savon</b>	
ANTILOPE (savon de ménage)	400g
LA CAILLE (savon de ménage)	400g
LA CAILLE (savon de ménage)	300g
LA CAILLE (savon de ménage)	250g
PALM d'or (savon de toilette)	75g
NESRIA (savon toilette)	75g

Source : établi par nous-mêmes d'après les donne de l'entreprise.

Annex 8

Situation géographique du complexe COGB-labelle



TABLEAU 7

LES EFFETS DES DIFFERENTS TRAITEMENTS DURANT LE RAFFINAGE  
CHIMIQUE

Composés gras altérés/artefacts formés		Produits éliminés/réduits
Extraction aux solvants	1. Solvants résiduels en petite quantité 2. Modifications mineures des huiles si chauffage excessif	
Démucilagination		1. Produits hydratables non gras, principalement hydrates de carbone et protéines partiellement extraits 2. Lipides non glycéridiques hydratables tels que phospholipides partiellement extraits 3. Chlorophylle (partiellement extraite), surtout si l'acide phosphorique est utilisé
Neutralisation alcaline		1. Acides gras libres et autres produits extraits 2. Phospholipides résiduels extraits 3. Composés protidiques réduits <sup>1</sup> 4. Matières colorantes réduites <sup>1</sup>
Décoloration	1. Formation d'acides gras conjugués et destruction de peroxydes.	1. Caroténoï des extraits 2. Chlorophylle et ses produits de décomposition extraits 3. Pigments analogues au gossypol extraits 4. Agents toxiques, tels que hydrocarbures aromatiques polycycliques extraits (si on utilise le charbon actif en quantité)
Désodorisation	1. Formation d'isomères géométriques pour les acides sensibles 2. Formation de dimères linéaires et cycliques et de polymères	3. Acides gras libres, produits de décomposition des peroxydes, principes colorants et leurs produits de décomposition éliminés. 4. Stérols et esters de stérols réduits <sup>1</sup> 5. Tocophérols réduits 6. Résidus de pesticides et mycotoxines totalement extraits
Hydrogénation	1. Saturation partielle 2. Formation d'isomères de position et géométriques 3. Formation de dimères linéaires et cycliques et de polymères	
Frigélisation	1. Augmentation des triglycérides insaturés	
Interestérisation au hasard	1. Réarrangement des triglycérides en une distribution au hasard plus poussée (to a more random distribution)	

<sup>1</sup> Réduit en quantité

(F.A.O. , Food and Nutrition Paper – Rome 1977)

.....

## *Résumé*

Notre étude porte sur l'influence de la température sur l'élimination adéquate des phospholipides au cours de la dégomme, cette étude a été réalisée au complexe CO.G. B La Belle de Bejaia pendant une durée de 42 jours.

La dégomme est une étape importante du raffinage des huiles qui vise à éliminer les phosphatides qui gênent le processus de raffinage par leurs propriétés émulsifiantes, l'huile brute de soja a été soumise à une dégomme à différentes températures (70, 75, 80, 85, 90) °C en fixant les autres paramètres tels que (la concentration d'acide phosphorique, le temps de contact, la teneur en eau, agitation).

Avant la détermination de la température optimale, un dosage de phosphore a été réalisé avec la méthode colorimétrique, en utilisant une spectrophotométrie UV-Vis à une longueur d'onde de 700 nm.

Le meilleur rendement d'élimination des phospholipides est la moyenne de 2 essais (0,095% et 0,056 %) pour les températures 80 °C et 85 °C respectivement.

**Mots clés :** Raffinage des huiles, Dégomme, Les phosphatides, Acide phosphorique.

## *Abstract*

Our study focuses on the influence of temperature on the elimination of phospholipids during degumming, this study was carried out on the CO.G. B Labelle complex in Bejaia for a period of 42 days our study.

Degumming is an important step in the refining of oils which aims to eliminate the phosphatide which hinders the refining process by their emulsifying properties, crude, soy bean, oil has been subjected to degumming at different temperatures 70,75,80,85,90 °C by fixing the other parameters such as the concentration of phosphoric acid, the contact time, the water content, agitation.

Before determining the optimum temperatures a phosphoric assay was carried out with the colorimetric method, using a UV-VIS spectrophotometer at a wavelength of 700 nm

The best efficiency of elimination of phospholipids is the average of 2 trials (0,095% and 0,056%) for the temperatures respectively.

**Keywords:** Petroleum refining, Degumming, Phosphatides, Phosphoric acid.