

Réf :.....

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

MASTER

Thème

**EFFICACITE DE LA TERRE
DECOLORANTE SUR L'HUILE DE
TABLE AU NIVEAU DE CO. G.B.
LABELLE**

Présenté par :

TABOUDA FOUZIA et CHEURFA KATIA

Soutenu le : **01/07/2019**

Devant le jury composé de :

M. CHIKHOUNE	Amirouche	MCA	Président
M. MOUSSI	Kamal	MCB	Encadreur
M. BOUKHALFA	Farid	MCB	Examineur
M. ADDAR	Meziane		Responsable de stage

Année universitaire : 2018 / 2019

REMERCIEMENTS

Nous tenons à remercier vivement notre encadreur **M. MOUSSI Kamal** pour avoir accepté de diriger ce travail et aussi pour sa gentillesse, sa disponibilité, sa patience et sa contribution générale à l'élaboration de ce travail.

Nous remercions également les membres du jury, **M. CHIKHOUNE Amirouche** et **M. BOUKHALFA Farid** pour avoir accepté d'examiner ce travail.

Nous remercions le directeur de l'unité **CO.G.B-La Belle** de nous avoir accueillis au niveau de son organisme et nous remercions toute l'équipe de **CO.G.B-La Belle**, principalement le responsable du service raffinage **M. ADDAR Meziane** et la responsable du laboratoire **Mme HAMMICHE Djamila** pour les orientations et les explications très enrichissantes.

DEDICACE

Je dédie ce modeste travail :

A La mémoire de ma mère, repose en paix,

*A Mon père que dieu le protège qui m'a toujours soutenu dans mes études, et
qui a tout fait pour que je réussisse.*

Mes frères et sœurs, symbole de complémentarité

☆

*A toute ma famille **Cheurfa***

*Tous mes amis en particulier « **lamine** », merci pour tous ce que vous faites pour
moi.*

*A mon binôme **FOUZIA** ainsi qu'à toute sa famille*

*Ainsi qu'à toute la promotion de Master II Sciences
des corps gras 2018/2019*

CHEURFA KATIA

DEDICACE

A ma maman qui m'a soutenu et encouragé durant tous ces années d'études, qui sans elle ma réussite n'aura pas eu lieu. Quelle trouve ici le témoignage de ma profonde reconnaissance.

A mon très cher père qui toujours été à mes côtés pour me soutenir et m'encourager, que ce travail traduit ma gratitude et mon affection.

A ma grand-mère repose en paix.

A mes très chers frères, leurs femmes, et mes chères sœurs.

A mon binôme KATIA pour son soutien moral, sa patience et sa compréhension tout le long de ce projet.

A tous mes proches et mes amis qui m'ont soutenu de près ou de loin et qui me soutiennent encore, je leur exprime toute ma gratitude et mon profond respect.

TABOUDA FOUZIA

LISTE DES ABRIVIATIONS

FAO : Food & Agriculture Organization

H.AP.D : Huile après la décoloration

H.AV.D : Huile avant la décoloration

H.B : Huile brute

H.F : Huile raffinée

OCDE : Organization for Economic Co-operation and Development

PET : polyéthylène téréphtalate

ppb : parts per billion

ppm : parts per million

ppt : parts per trillion

Spa : société par action

LISTE DES FIGURES

Figure 1. Description de soja.....	3
Figure 2. Composition des corps gras	4
Figure 3. Etapes de raffinage chimique et physique.....	7
Figure 4. Etapes du raffinage de l'huile de Soja au niveau de CO.G.B-Labelle.....	13
Figure 5. Etapes de décoloration à l'échelle du laboratoire.....	15
Figure 6. Etapes de détermination l'acidité.	16
Figure 7. Etapes de détermination les trace de savon..	17
Figure 8. Etapes de détermination de l'indice peroxyde.	19
Figure 9. Calorimètre « LOVIBOND ».....	20
Figure 10. Couleur des huiles obtenues du process.....	22
Figure 11. Couleur des huiles obtenues par décoloration à l'échelle de laboratoire.	22
Figure 12. Acidité de l'huile de Soja en fonction de la concentration en terre décolorante à différentes températures.	24
Figure 13. Teneur des traces de savon dans l'huile de Soja en fonction de la concentration en terre décolorante à différentes températures.	25
Figure 14. Indice de peroxyde de l'huile de soja en fonction de la concentration de la terre décolorante à différentes températures.....	26
Figure 15. Couleur rouge de l'huile de Soja en fonction de la concentration de la terre décolorante à différentes températures.....	27
Figure 16. Couleur jaune de l'huile de Soja en fonction de la concentration de la terre à différentes températures	27

Figure 17. La teneur des chlorophylles de l'huile de soja en fonction de la concentration de la terre décolorante à différentes températures.	28
Figure 18. Spectre UV - Visible de l'huile de soja obtenues à partir du process.....	29
Figure 19. Spectre UV - Visible de l'huile de soja en fonction de la concentration de la terre décolorante à différentes températures.....	30
Figure 20. Spectre UV- Visible de l'huile de soja en fonction de la concentration de la terre décolorante à différentes températures.....	31
Figure 21. Spectre UV-Visible de l'huile de soja en fonction de la concentration de la terre décolorante à différentes températures.....	32

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I. Classification botanique de <i>Glycine max</i> (L.) Merr.	2
Tableau II. Composition de l'huile de soja Brute et raffinée	5
Tableau III. Analyses physico-chimiques des différentes étapes du raffinage de l'huile de soja	23

SOMMAIRE

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Liste des figures

Introduction 1

PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE

Généralités sur le soja

I.1. Description botanique de soja 2

I.2. Huile de soja 3

I.3. Composition chimique de l'huile de soja 5

II. Raffinage 6

II.1. Différents types de raffinage 6

II.1.1. Raffinage chimique 6

II.1.2. Raffinage physique 6

II.2. Conditions du raffinage 6

II.2.1. Raffinage physique 6

II.2.2. Raffinage chimique 8

II.3. Etapes de raffinage 8

II.3.1. Degommage (démucilagination) 8

II.3.2. Neutralisation (désacidification) 8

II.3.3. Lavage et séchage 8

II.3.4. Décoloration 9

II.3.5. Décirage (wenterisation) 9

II.3.6. Désodorisation 9

Décoloration de l'huile végétale

III. Décoloration de l'huile végétale 10

III.1. Adsorption 10

III.1.1. Types d'adsorption 10

III.1.1.1. Adsorption physique (physisorption) 10

III.1.1.2. Adsorption chimique (chimisorption) 11

III.2. Facteurs influents l'adsorption 11

III.2.1. Temps de contact.....	11
III.2.2. Température	11
III.2.3. Quantité de la terre décolorante.....	12

PARTIE EXPERIMENTALE

Matériel et méthodes

I.1. Présentation de l'organisme d'accueil	13
I.2. Echantillonnage.....	13
I.3. Décoloration de l'huile Séchée à l'échelle du laboratoire	14
I.4. Analyses physico-chimiques.....	15
I.4.1. Acidité.....	15
I.4.2. Détermination des traces de savon.....	17
I.4.3. Détermination de l'indice de peroxyde.....	18
I.4.4. Détermination de La couleur par la Méthode Lovibond.....	19
I.4.5. Dosage de chlorophylle.....	20
I.5. Analyses spectrales UV-Visible	21

Résultats et discussion

II.1. Aspect visuel des huiles obtenues	22
II.2. Analyses physico-chimiques	23
II.2.1. Huiles de process	23
II.3. Huiles obtenue à l'échelle du laboratoire	24
II.3.1. Acidité	24
II.3.2. Détermination des traces de savon	24
II.3.3. Indice de peroxyde.....	25
II.3.4. La couleur	26
II.3.5. Chlorophylle	28
II.4 . Analyses spectrales UV-Visible	29
Conclusion.....	33
Références bibliographiques	

Introduction

INTRODUCTION

Le soja (*Glycine Max*) est l'une des plus anciennes cultures au monde et en Asie (Teixeirei et al., 2011), a été utilisé en Chine depuis plus de 5 000 ans, non seulement comme aliment, mais comme ingrédient en médecine, en le considérant comme l'une de leurs cultures les plus importantes et comme l'une des cinq céréales sacrées nécessaires à la vie (McMann., 2000). L'huile de soja est mentionnée pour la première fois dans le traité de Wulei xiangan zhi en 980, par Lu Zanning dans une section intitulée «Recueil» indique : «L'huile de soja peut être mélangée à l'huile de bois pour être utilisée dans le calfatage des bateaux/navires» (Shurtleff et Aoyagi., 2016). L'histoire de l'huile de soja devient un progrès, d'une huile mineure, peu connue, à une source majeure d'huile comestible étiquetée sur des produits haut de gamme dans les années 1980 (Dutton., 1981).

Le soja soit cultivé principalement pour ses protéines, il constitue également une source importante d'huile comestible. Il s'agit de l'une des principales graines oléagineuses, avec environ 18% de matières grasses, beaucoup plus que d'autres légumineuses. Le volume considérable de cette huile sans cholestérol, associé à sa saveur douce, explique en partie pourquoi l'huile de soja est la plus populaire au monde (anonyme 1., 2019). En 2018, la production mondiale de l'huile de soja a atteint 361 million de tonnes, avec principalement 34,27% aux États-Unis, 32 % au Brésil et 15 % en Argentine (Soystats., 2019). En Algérie, la consommation d'huiles végétales s'établissait à un peu plus de 12 kg/personne en 2009, où l'huile de soja occupe 49% (Belaid., 2015).

L'objectif du traitement de l'huile n'est pas seulement à extraire un maximum d'huile, mais aussi à produire des huiles de très haute qualité et facilement stockable (Asiedu., 1992). En effet, le raffinage a pour but de maintenir ou d'améliorer les caractères organoleptiques, nutritionnels et la stabilité des corps gras. Pour ce faire, il met en œuvre plusieurs étapes pour éliminer des composés indésirables (Pages et al., 2010). La dernière étape de la fabrication de l'huile de soja comestible est le raffinage, dont la phase la plus délicate est la décoloration, qui consiste à traiter l'huile séchée avec la combinaison de la terre décolorante et de la température (Škevin et al., 2012).

Dans ce contexte le présent travail consiste à l'optimisation de deux paramètres (terre décolorante et la température) de la décoloration de l'huile de soja à l'échelle du laboratoire au niveau de CO.G.B-La Belle. L'effet de ces paramètres sur l'efficacité de la coloration a été suivi par l'analyse de l'acidité, de l'indice de peroxyde, des traces de savons, de la chlorophylle, la couleur et d'analyses spectrales UV-visible des huiles obtenues.

Partie
bibliographique

Généralités sur le soja

I. Généralité sur le Soja

La culture du soja est originaire de Chine (Qiu et Chang., 2010) et mentionnée dans la littérature japonaise aux alentours de 712 après J-C (Brink et Belay., 2006). La Chine a été le plus grand producteur et exportateur de soja au monde au cours de la première moitié du 20^{ème} siècle (Qiu et Chang., 2010), ce n'est qu'après la seconde guerre mondiale "les années 50" que la culture du soja à grande échelle a commencé aux États-Unis. Aujourd'hui, le Midwest des États-Unis produit environ la moitié de l'offre mondiale de soja (Garden-Robinson et Ericson., 2006). De nos jours, le soja est largement cultivé dans les régions tropicales, subtropicales et tempérées du monde entier (Brink et Belay., 2006). Contrairement aux graines de la plupart des autres légumineuses (à l'exception de l'arachide), le soja est riche en huile et s'appelle souvent "oléagineux". La valeur du soja est d'environ 18% d'huile et 35% de protéines (Soyinfo Center., 2007).

I. 1. Description Botanique de soja

Le soja, *Glycine max* (L.) Merr., est une Fabaceae (tableau I) qui n'existe qu'à l'état cultivé ; elle est très proche de *Glycine soja* Siebold & Zucc. Qui est vraisemblablement son ancêtre spontané. C'est une petite plante herbacée, annuelle, à tiges dressées volubiles, à feuilles alternes trifoliolées, à folioles ovales et pubescentes. Les fleurs, petites sont groupées en petites grappes insérées à l'aisselle des feuilles. Le fruit est une gousse, brune, bosselée et très velue, elle renferme 1-4 graines ovoïdes à sphériques de coloration variable (figure 1) (Jean ., 2009).

Tableau I. Classification botanique de *Glycine max* (L.) Merr. (USDA).

Rang	Nom scientifique et nom commun
Règne	Plantae – Plantes
Sous-règne	Tracheobionta – Plantes vasculaires
Superdivision	Spermatophyta – Plantes à graines
Division	Magnoliophyta – Plantes à fleurs
Classe	Magnoliopsida – Dicotylédones
Subclasse	Rosidae
Ordre	Fabales
Famille	Fabaceae– Légumineuse
Genre	<i>Glycine</i>
Espèce	<i>Glycine max</i> (L.) Merr. – Soja

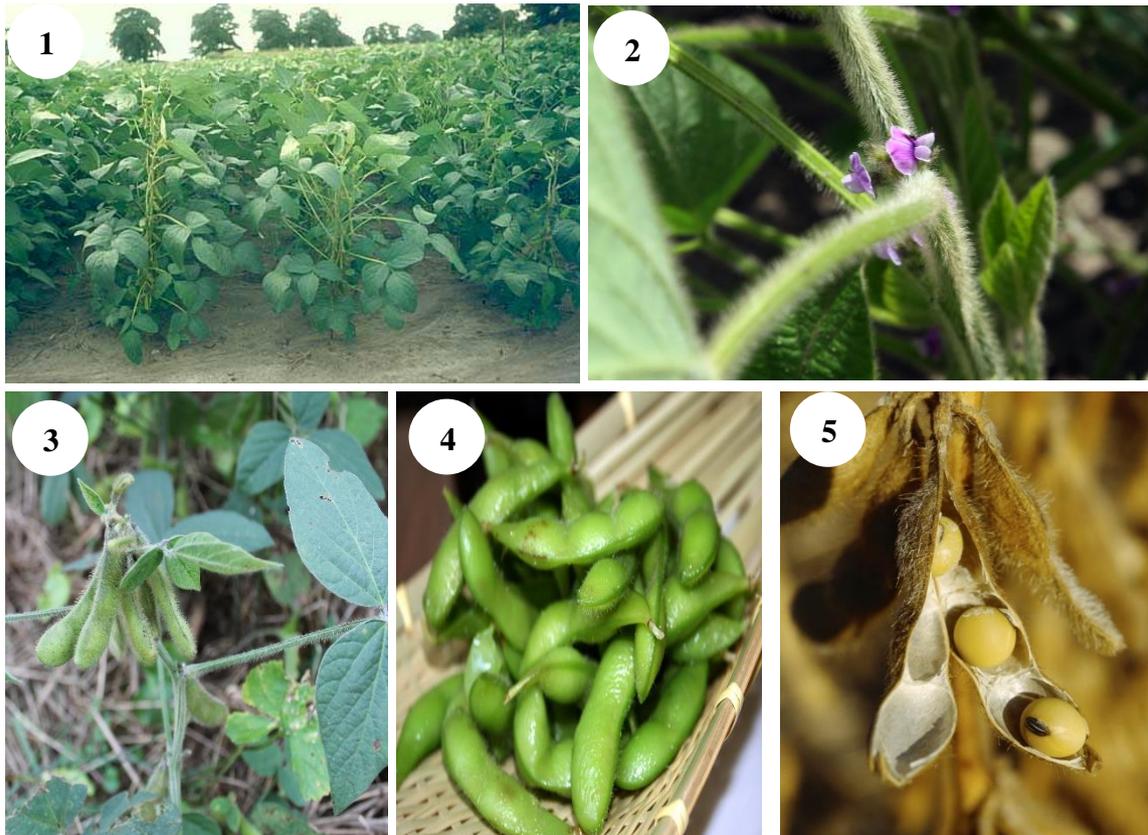


Figure 1 : Description de soja : 1) - plante complète au champ ; 2) – Fleurs ; 3) - Fruit immature ; 4) - Edamame ; 5) - Fruit mur ([Anonyme 1](#)).

I. 2. Huile de soja

Les huiles végétales sont la partie vitale de la nutrition humaine ([Jokić et al ., 2013](#)), sont extraites de graines comme celle du soja, du colza, du tournesol ou du coton ou de la partie molle de fruits tels que l'olive ou le palme ([United Nations., 2004](#)). Il est important de comprendre que toutes ces huiles végétales ne sont pas liquides à température ambiante ([Hammond., 2003](#)). Le corps gras (huile ou graisse) est constitué de triglycérides (95-99 %). Ces derniers sont composés de glycérol (3-5 %) et d'acides gras (90-95 %). En outre, d'autres composés sont présents en plus faible quantité : les lipides à caractère polaire tels que les phospholipides (0,1-0,2 %) et des composés insaponifiables appartenant à une fraction non glycéridique de l'ordre de 0,1 à 3 % (stérols et les tocophérols, tocotriénols, caroténoïdes, des alcools terpéniques, du squalène, des composés phénoliques, etc.) (Figure 2) ([Morin et Pages-Xatart-Pares., 2012](#)).

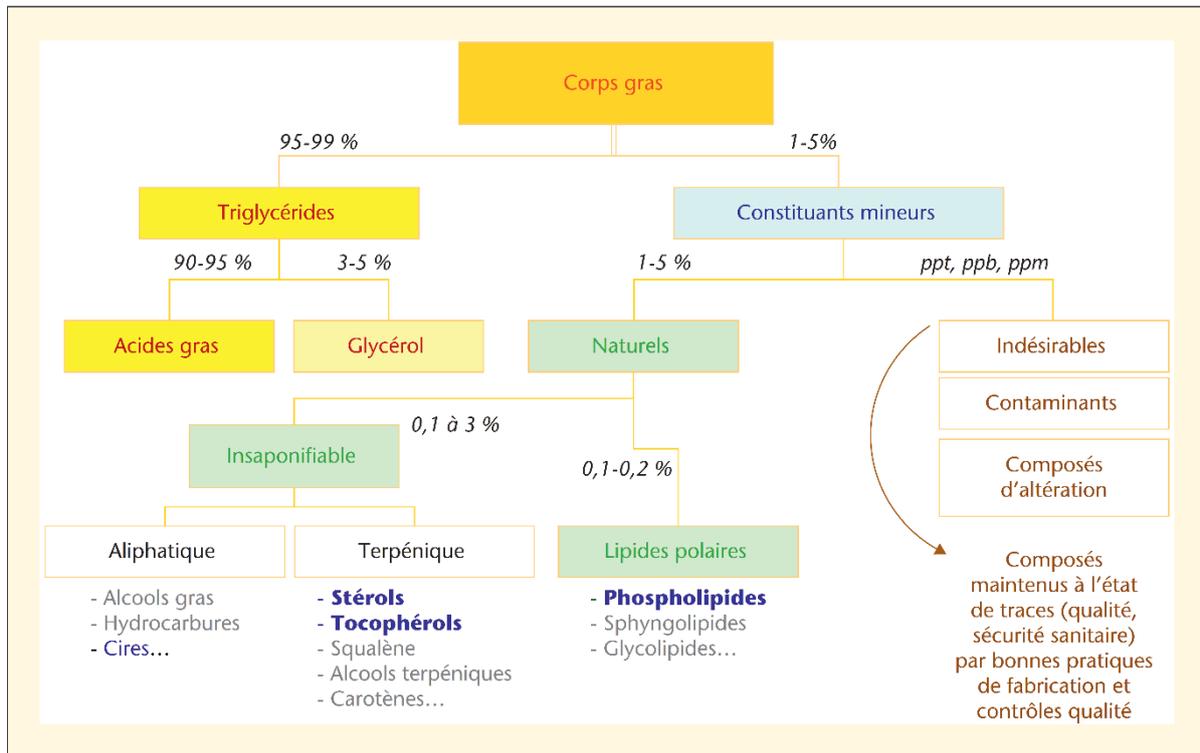


Figure 2 : Composition des corps gras (Morin et Pages-Xatart-Pares., 2012).

Les huiles végétales sont connues pour ses bienfaits pour la santé, notamment comme antioxydants, anti-inflammatoires, antivasoconstricteurs, antiarythmiques, antithrombotiques, antimicrobiens, antihypertenseurs, anti-vieillessement, etc. (Onsaard .,2019).

Les huiles végétales sont pour la plupart raffinées avant consommation, en une série d'étapes conçues pour produire une huile douce et stable perfectionnée afin de se conformer aux normes modernes d'un produit alimentaire sain. Cela implique d'éviter la formation de produits indésirables et de minimiser l'enlèvement de composants mineurs de valeur (Hamm., 2003).

L'huile de soja a été la plus utilisée dès les années 1950 (United Nations., 2004). Depuis sa première apparition au 11^{ème} siècle de notre ère, le terme chinois pour "huile de soja" a été écrit avec les deux caractères signifiant "haricot" et "huile", avant les années 1970, le système Wade-Giles romanisait la prononciation mandarin standard de ce terme sous la forme tou-yu (prononcé dou-you; "huile de haricot") ou huang tou-yu "huile de haricot jaune" (Shurtleff, et Aoyagi ., 2007).

Aujourd'hui le soja (*Glycine max* L.), représente environ 60% de la consommation mondiale d'oléagineux et 68% de la consommation mondiale de tourteaux de protéines

(Soystats., 2019). D'après les perspectives de l'OCDE et la FAO, la production mondiale d'oléagineux 2018-2027 devrait progresser au rythme annuel d'environ 1,5 %, soit bien moins vite que pendant la décennie écoulée. Le Brésil et les États-Unis seront les principaux producteurs de soja (OCDE/FAO., 2018). L'huile de soja a également une utilisation industrielle dans les peintures, les vernis et les savons. La farine de soja est principalement utilisée comme source de protéines pour l'alimentation de bétail destinée à la production de volaille, de bœuf, de porc, de lait, de beurre et d'œufs (Soyinfo Center., 2007).

La grande majorité du soja dans le monde est transformée par l'industrie de trituration pour produire de l'huile de soja brute et de la farine de soja (Shurtleff et Aoyagi., 2007), elle est la deuxième culture oléagineuse la plus importante au monde, après l'huile de palme (Andrade, et al., 2013), en raison de sa teneur élevée en protéines et de son bon pourcentage en lipides (Teixeira., 2011) et sa digestibilité élevée (Bracher., 2019).

I. 3. Composition chimique de l'huile de soja

L'huile de soja de base est composée de cinq acides gras : l'acide palmitique (16: 0), l'acide stéarique (18: 0), l'acide oléique (18: 1), l'acide linoléique (18: 2) et l'acide linoléique (18: 3). Le pourcentage de ces cinq acides gras dans l'huile de soja est en moyenne de 10, 4, 18, 55 et 13%, respectivement (Clemente et Cahoon., 2009). Le tableau II résume la composition de l'huile de soja brute et raffinée.

Tableau II. Composition de l'huile de soja brute et raffinée (Salunkhe et al 1992).

Composition	Huile Brute	Huile raffinée
Triglycerides (%)	95 - 97	> 99
Phosphatides (%)	1,5 – 2.5	0.003 – 0.015
Matières insaponifiables(%)	0,6	0,3
Stérols végétaux (%)	0,33	0,13
Tocophérols (%)	0,15 – 0,21	0,11 – 0,18
Hydrocarbures (squalène) (%)	0,014	0,01
Acides gras libres (%)	0,3 – 0,7	0,05
Fer (ppm)	1 – 3	0,1 – 0,3
Cuivre (ppm)	0,03 - 0,05	0,02 – 0,06

Raffinage des huiles

II. Raffinage des huiles

Le raffinage consiste généralement à éliminer les matières grasses non triglycéridiques. Aux États-Unis, le terme «raffinage» est appliqué aux opérations de prétraitement et de désacidification ou neutralisation. Dans la plupart des autres pays, cela signifie une série complète de traitements, y compris la décoloration et désodorisation, pour rendre la graisse appropriée aux utilisations comestibles (Bhosle et Subramanian ., 2004).

II. 1. Différents types de raffinage

Le raffinage est une étape majeure de la production de l'huile. Il existe essentiellement deux types de procédés de raffinage disponibles dans l'industrie des huiles, à savoir le raffinage physique et chimique (Khan et al., 2015). Les différences techniques entre eux tiennent à la modalité et la durée de l'élimination des acides gras libres de l'huile brute (OCDE., 2001).

II.1.1. Raffinage chimique

Sert à éliminer les acides gras libres par une étape de neutralisation à la soude ; la distillation neutralisante élimine ces composés indésirables (désacidification) par distillation sous vide poussé avec injection de vapeur (figure 3).

II.1.2. Raffinage physique

Ce procédé a été breveté en 1923 et est devenue applicable avec la même efficacité que le raffinage chimique dans les années 90. Parfaitement adapté lorsque l'indice d'acide des huiles brutes est supérieur à 4-5 (Ballerini et Alazard-Toux., 2006). Dans ce type de raffinage, La neutralisation se fait par distillation à la vapeur d'eau, sous vide poussé (2 à 3 mbar mais inférieur à 5 mbar), a une température supérieure à 235°C (figure 3), pour faciliter la distillation des acides gras, en dépendant de l'efficacité de dégommage et de la décoloration et du vide pendant la désodorisation, en permettant des pertes limitées en huile contrairement au traitement chimique (Bauer et al 2010).

II.2. Conditions du raffinage

II.2.1. Raffinage physique

Nécessite un prétraitement de 0,1 % d'acide phosphorique à 70°C pendant 45 minutes, puis un traitement au Tonsil 210 FF (1 %) pendant 30 minutes sous vide et une filtration sur Büchner, puis désacidification par injection de vapeur d'eau, sous vide inférieur à 5 mb entre 2 à 4 h à 240°C. Les étapes du raffinage physique est résumé dans la figure 3 (Pages et al., 2010).

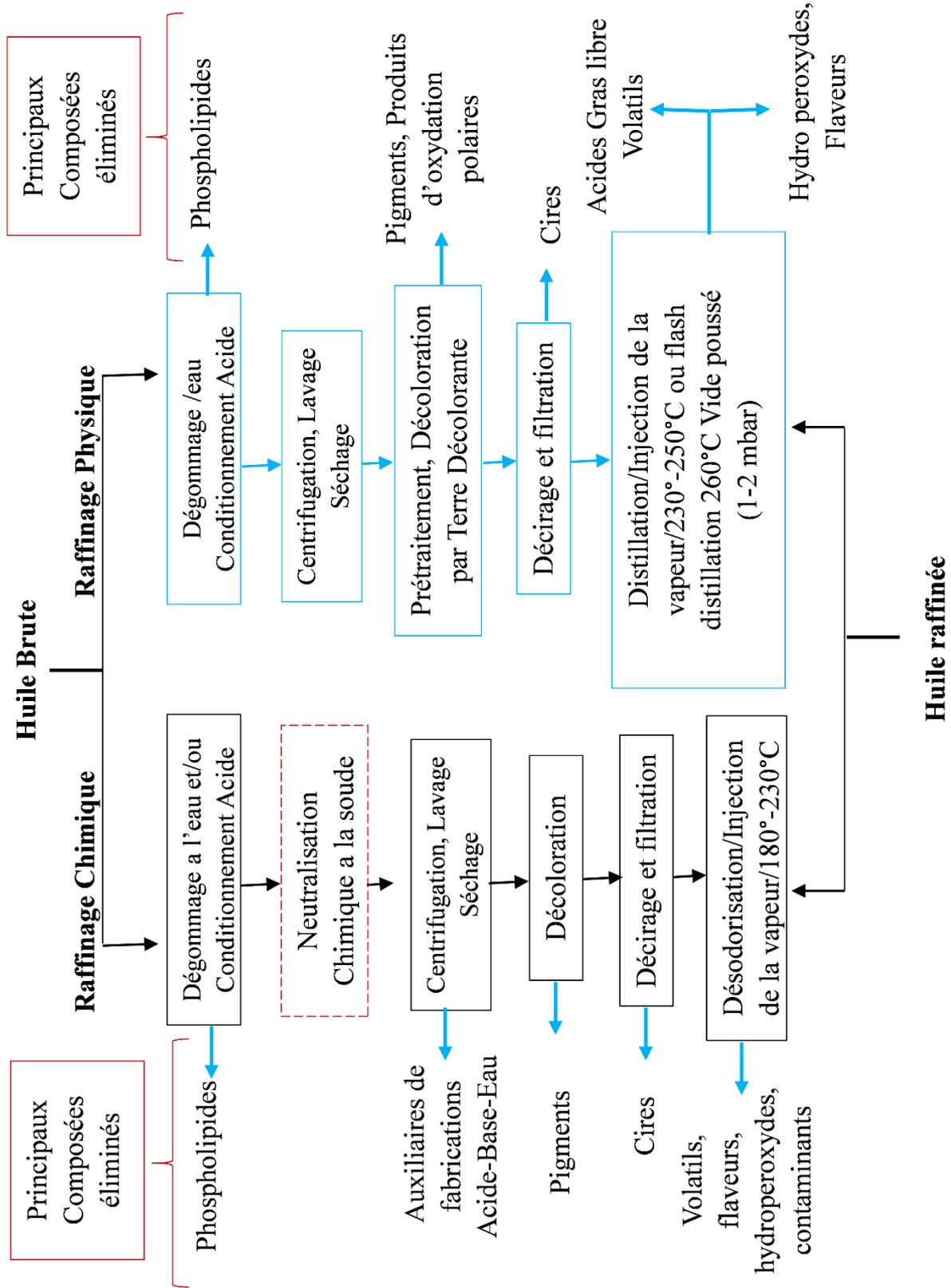


Figure 3: Etapes de raffinage chimique et physique (Pages et al., 2010).

II.2.2. Raffinage Chimique

Nécessite un conditionnement acide (0,1 % d'acide phosphorique à 70 °C pendant 45 min), une neutralisation à la soude (un excès de 10% pendant 30 minutes à 70 °C), un lavage (jusqu'à pH = 7), un séchage sous vide pendant 1h à 85°C, une décoloration à 1 % de Tonsil optimum 210 FF (à 85°C, sous vide pendant 40 min et filtration sur Büchner) et une désodorisation (injection de vapeur d'eau, sous vide inférieur à 5 mb, 2 à 4 h à 200°C). Les étapes du raffinage chimique est résumé dans la figure 3 (Pages et al.,2010).

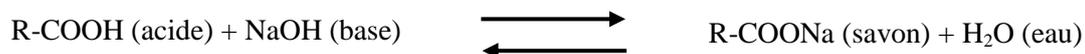
II.3. Etapes de raffinage

II.3.1. Dégommage (démucilagination)

A pour but d'éliminer les phospholipides et les substances mucilagineuses (protéines et autres impuretés colloïdales) par précipitation en présence d'eau, parce qu'elles réduisent l'activité des terres décolorantes et le rendement de la filtration, ainsi que l'élimination partielle des phospholipides responsables de la coloration brune et du gout indésirable (Bauer et al., 2010). Le dégommeage consiste à une hydratation des phospholipides par brassage de l'huile brute à 60-70°C et pendant 35 min avec de l'eau déminéralisée acidifiée par l'acide phosphorique (dégommage à l'acide), en donnant naissance à des précipités gommés, qui seront éliminer par centrifugation continue ou décantation (Evon., 2008).

II.3.2. Neutralisation (désacidification)

Les acides gras sont neutralisés par l'hydroxyde de sodium ou le carbonate de sodium pour former des sels de savon solubles dans l'eau, ça permet d'éliminer aussi les résidus de phospholipides laissé par le dégommeage et réalise une première décoloration par la destruction de certains pigments ou leur absorption par la phase aqueuse (Berk., 1993). Le principe de la neutralisation est représenté selon la réaction suivante (Lawson., 1995) :



Le procédé génère des pâtes de neutralisation qui peuvent être valorisées en savonnerie, lipochimie, etc. (ITERG., 2019).

II.3.3. Lavage et séchage

Cette étape permet d'éliminer les substances alcalines (savons et soude en excès) présentes dans l'huile à la sortie de la turbine de neutralisation, ainsi que les dernières traces

de métaux, de phospholipides et autres impuretés à deux lavages à l'eau chaude. Cette étape permet d'éliminer toutes les traces de savons. Après lavage, l'huile est séchée par pulvérisation sous vide à environ 90°C pour éliminer l'humidité (CHO., 2018)

II.3.4. Décoloration

La décoloration élimine les impuretés telles que les pigments, savons, gommés, métaux pro-oxydants et les produits de décomposition des peroxydes qui sont soit dissous soit dans la suspension colloïdale (Monteiro et Silva., 2013). Cette étape est réalisée par un brassage du mélange huile et de la terre décolorante (généralement de nature siliceuse) à 90-110°C et sous vide léger. Ces impuretés sont adsorbées à la surface de la terre décolorante, qui sera éliminées par passage dans un filtre (Evon., 2008).

II.3.5. Décirage (Wenterisation)

L'élimination de la cire des huiles comestibles n'est nécessaire que pour les huiles destinées à la vente en tant qu'huile de salade et susceptibles d'être conservées dans un réfrigérateur. Par conséquent, le décirage en Europe est limité à l'huile de tournesol et à l'huile de germe de maïs. (Dijkstra., 2002). Cette opération de purification complémentaire a pour but d'éliminer les cires naturelles, solubles à 40°C, mais très peu solubles à température ambiante (Cossut., 2002). Le procédé consiste à refroidir en faisant passer l'huile à travers des échangeurs de chaleur continus pour la ramener à une température comprise entre 4 et 7°C avec une agitation lente. Il est nécessaire d'agiter pour éliminer la chaleur latente de la cristallisation, mais une trop grande agitation brise le cristal, ce qui le rend plus difficile à éliminer (Min., 2008).

II.3.6. Désodorisation

Vise à éliminer les composés volatils produits par auto-oxydation de l'huile (aldéhydes, cétones et hydrocarbures) qui ont une odeur très déplaisante repoussante. Ils sont responsables du rancissement de l'huile et peuvent surtout nuire à sa qualité gustative. Cette étape commence par l'élimination de l'oxygène dissout dans l'huile par chauffage sous pression réduite et un préchauffage par échange thermique avec l'huile chaude, puis une désodorisation par entraînement à la vapeur d'eau à température élevée (de 220 à 275°C), sous faible pression (de 260 à 800 Pa) et pendant un temps relativement long (de 90 à 180 minutes) (Evon., 2008).

Décoloration de l'huile végétale

III. Décoloration de l'huile végétale

Au cours du processus de décoloration, les matières en suspension dans l'huile sont adsorbées sur des argiles à différents taux (Medina-Juárez et Gámez-Meza., 2011). Ce processus de blanchiment est effectué sous vide, avec une température de contact typique comprise entre 80 et 120 ° C et un temps de contact allant de 20 à 40 minutes. Le dosage de la terre de blanchiment est variable en fonction du processus et le type d'huile. Le raffinage chimique utilise 0,5-2% en poids, allant jusqu'à 2-4% pour les huiles plus foncées (Valenzuela et Santos., 2001)

III.1. Adsorption

Le terme "adsorption" a été utilisé par Kayser en 1881 pour décrire la condensation d'un gaz sur une surface par opposition au terme "absorption" (Uzio., 2001). L'adsorption est le processus où des molécules contenues dans un fluide (gaz ou liquide) et appelées adsorbat, se fixent à la surface d'un solide appelé adsorbant et les sièges de fixation sont appelés sites actifs. L'adsorption est dite chimique ou physique selon la nature des interactions qui lient l'adsorbat à la surface de l'adsorbant (Reungoat., 2007). L'adsorption physique se réalise par des forces d'interactions physiques (réversibles) et l'adsorption chimique se fait par une liaison chimique (irréversible) entre l'adsorbant et l'adsorbat (anonyme 3).

L'opération d'adsorption en solution exploite l'aptitude de certains solides à concentrer à leurs surfaces des substances spécifiques, à noter qu'il est un processus d'échange et qu'il se produit à des emplacements spécifiques à l'interface solide-solution, activée par plusieurs acides (l'acide acétique, l'acide phosphorique, l'acide citrique et l'acide oxalique), le meilleur est celui qui génère plus de sites actifs (Khan et Javed., 2015).

III.1.1. Types d'adsorption

III.1.1.1. Adsorption physique (physisorption)

C'est une attraction physique résultante d'une faible et non spécifique force de Van der Waals ne dépassent généralement pas 80 kJ mole, peut s'effectuer sur n'importe quelle surface à condition que la température et la pression soient favorable, où les molécules adsorbées peuvent diffuser le long de la surface de l'adsorbant, car ne sont pas liés à un site spécifique, donc faiblement lié et facilement inversé. Implique le partage d'électrons entre l'adsorbat et l'adsorbant (Webb., 2003).

III.1.1.2. Adsorption chimique (chimisorption)

Dans ce cas, la molécule adhère à la surface par des liaisons ioniques ou covalentes. Elle est souvent difficilement réversible et engendre une couche mono-moléculaire. Cette liaison est spécifique, c'est-à-dire qu'elle n'est possible qu'entre éléments ayant une configuration électronique adaptée. On parle de complexation de surface lorsqu'un ion métallique réagit avec un groupement anionique qui fonctionne comme un ligand inorganique (comme OH⁻, Cl⁻, SO⁴⁻, CO₃²⁻), ainsi ces sites de surface forment des liaisons chimiques avec les ions en solution (Boualla et Benziane., 2011). Cette adsorption est généralement forte et se limite à une monocouche. Une distinction avec l'adsorption physique peut généralement être faite de la dépendance à la température du processus d'adsorption (Somasundaran et Wang., 2006).

III.2. Facteurs influents l'adsorption

L'adsorption a été largement étudiée en tant que technique efficace pour éliminer les contaminants organiques et les métaux de l'huile végétale. L'efficacité d'élimination est influencée par divers facteurs (Gudret et al., 2017), parmi eux on distingue la nature de l'adsorbant, surface spécifique, la composition chimique des feuillettes, la température de la solution, la présence d'espèces compétitives, le pH du milieu, le temps de contact et la vitesse d'agitation (Talidi., 2006). Les paramètres physicochimiques les plus influents sont la température, le temps de contact et la quantité de l'argile (Henache et al., 2018).

III.2.1. Temps de contact

L'effet de temps de décoloration sur différentes huiles, montre que jusqu'à un moment donné, le blanchiment à haute température donne une couleur plus claire qu'à la basse température. Cependant, avec l'augmentation du temps, l'huile blanchie à haute température s'assombrit rapidement, contrairement à l'huile à basse température, qui se stabilise avec le temps (Rich., 1964).

III.2.2. Température

Son effet sur l'adsorption est variable selon le mode physio- ou chimisorption, jouant sur la solubilité des colorants et la mobilité des sites actifs (plus la température augmente plus le colorant est soluble, et plus l'intensité des forces d'interaction colorant/solution favorisant ainsi l'adsorption des molécules d'adsorbat). La température permet d'augmenter la taille des pores et libère plus de fonction amines, ce qui favorise une meilleure diffusion des colorants sur les adsorbants. Par contre, d'autres études ont rapporté que l'adsorption diminue fortement avec l'augmentation de la température, expliquée par le fait que l'équilibre thermodynamique et/ou

cinétique est favorisé à haute température, de plus le temps d'équilibre sont d'autant plus court que la température élevée (Crini., 2009).

III.2.3. Quantité de la terre décolorante

Il existe une variété d'adsorbants les plus connus dans l'industrie des huiles végétales, la terre décolorante, le charbon actif, les silicates synthétiques et les résines synthétiques (Gudret et al., 2017). Pour la terre décolorante, la quantité utilisée dans l'industrie des corps gras dépend à la fois de l'objectif poursuivi et de la nature de l'huile à traiter. Ces quantités varient de 0,6 à 0,9% pour les huiles de soja, de colza et de coton. Pour l'huile de palme et l'huile grignon d'olive qui peuvent contenir jusqu'à plus de 20 ppm de la chlorophylle, la quantité des terres activées peut être $\geq 2\%$ (Škevin et al., 2012).

Partie expérimentale

Matériel et méthodes

I.1. Présentation de l'organisme d'accueil

L'unité CO.G.B-Labelle ex CO.G.B de Bejaia est une Spa au capital de 1 000 000 000 Da, spécialisée dans la transformation des huiles brutes. La date de création de l'entreprise est en 1902, son extension est en 1984 et devient CO.G.B-Labelle à partir de 2006. Cette entreprise est constituée d'atelier de raffinage des huiles (500 tonnes/jour), atelier de savonnerie (150 tonnes/jour), atelier de margarinerie (80 tonnes/jour) et atelier de soufflage de bouteilles en PET.

I.2. Echantillonnage

Les échantillons utilisés dans le présent travail ont été prélevés à partir de l'huile brute, de l'huile séchée, de l'huile après décoloration et de l'huile raffinée. La figure 4 montre les différentes étapes du raffinage de l'huile de soja au niveau de l'entreprise CO. G.B-Labelle et les points de prélèvement des échantillons pour les analyses à effectuer.

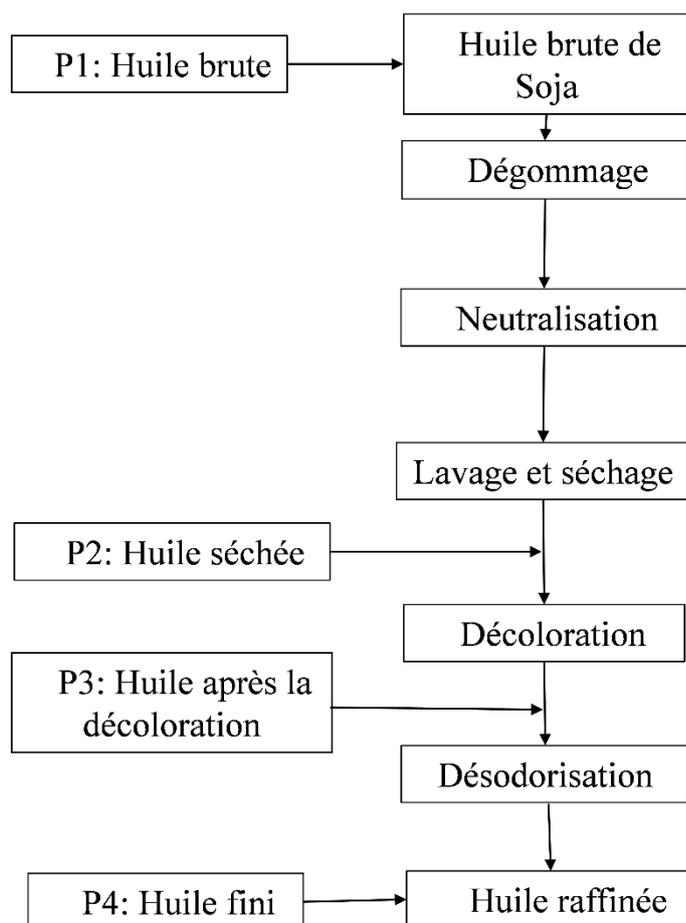


Figure 4 : Etapes du raffinage de l'huile de soja au niveau de CO.G.B-Labelle. P1, P2, P3 et P4 : points d'échantillonnage.

Dans le cadre des analyses physico-chimiques, les échantillons P1, P2, P3 et P4 d'une part ont été prélevés directement de la chaîne de production (figure 4) et d'autre part des échantillons ont été obtenus après décoloration de l'huile séchée (P2) à l'échelle du laboratoire.

L'huile raffinée est obtenue après plusieurs étapes de transformation d'huile brute (figure 4). L'huile brute est soumise au dégommage (environ de 80 à 95°C), lavage et séchage (environ 90 à 95°C et sous vide 30 mm Hg) à une neutralisation (environ de 80 à 90°C), la décoloration (105°C et sous 30 mm Hg, la terre décolorante à 0,9% et sous vide de 20 à 30 mm Hg) et la désodorisation (225 à 220°C et sous vide de 2 à 3 mm Hg).

I.3. Décoloration de l'huile séchée à l'échelle du laboratoire

Le but de cette étape est d'optimiser les paramètres de la décoloration de l'huile séchée, en variant deux paramètres (le pourcentage de la terre décolorante et la température de la décoloration).

Les huiles raffinées, dans la plupart des cas, sont encore fortement colorées du jaune au rouge. En effet, pour obtenir un produit de coloration uniforme, une décoloration est nécessaire pour éliminer toute les pigments indésirables, en utilisant de la terre décolorante, avec une durée de contact de 15 à 30 minutes à des températures de 80 à 90°C ou même à 100°C. Au cours de cette étape, les pigments caroténoïdes et les pigments chlorophylliens sont adsorbés et l'huile acquiert la coloration recherchée par le consommateur (Brisson., 1982).

Les échantillons de l'huile séchée (P2) obtenue à partir du process (figure 4) ont été soumis séparément à une décoloration à l'échelle du laboratoire, en utilisant de la terre décolorante à 0,7, 0,8 et 0,9%, et à des températures de chauffage de 85, 90 et 95°C. La figure 5 montre la terre décolorante utilisée (Tonsil).



Figure 5 : Terre décolorante utilisée (Tonsil).

Pour la décoloration, 100 g de l'huile séchée ont été pesés dans un bécher et chauffés jusqu'à 40 °C, ensuite des quantités de la terre décolorante (0,7 ; 0,8 et 0,9 %) ont été ajoutées séparément. Sous agitation sur des plaques chauffantes, les trois mélanges ont été chauffés séparément à des températures de 85, 90 et 95°C pendant 25 min, suivi directement par une filtration sur papier filtre (figure 6).

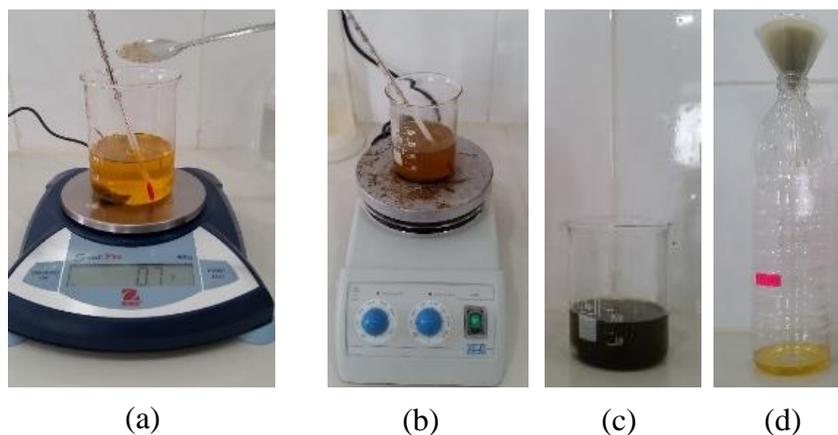


Figure 6 : Etapes de décoloration à l'échelle du laboratoire. (a) : pesée de 100g d'huile séchée et ajout de la terre décolorante à 40°C, (b) : chauffage en agitation, (c) : l'aspect du mélange obtenu et (d) : la filtration du mélange.

I.4. Analyses physico-chimiques

L'huile brute, l'huile séchée, l'huile après décoloration (obtenue au niveau du process ou du laboratoire) et de l'huile raffinée ont été soumises à des analyses d'acidité, de la couleur, des traces de savon, de l'indice de peroxyde, de chlorophylle et analyses spectrales UV-Visible.

I.4.1. L'Acidité

L'acidité est un indicateur important de la qualité de l'huile et exprimé en quantité de KOH pour neutraliser les acides gras libres contenu dans l'huile. La majorité des normes nationales et internationales de la détermination de l'acidité dans les huiles végétales est une techniques de titrage acide-base dans les solvants non aqueux (Kardash et Tur'yan., 2005).

L'indice d'acide est défini comme le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH) ou de soude (NaOH) nécessaire pour neutraliser l'acide gras libre présent dans un gramme de graisse en présence de phénolphtaléine comme indicateur coloré (Singh., 2019).

10 g d'huile ont été pesés dans un bécher bien sèche, ensuite 75 ml d'alcool neutralisé ont été ajoutés. Sous agitation, le mélange a été chauffé légèrement sur une plaque chauffante. Après le chauffage quelques gouttes d'indicateur coloré (phénolphtaléine), suivi de titrage avec une solution de soude (0,036 N) jusqu'au virage de couleur rose (NE.1.2.43.1985). La figure 7 montre les étapes de détermination de l'acidité.

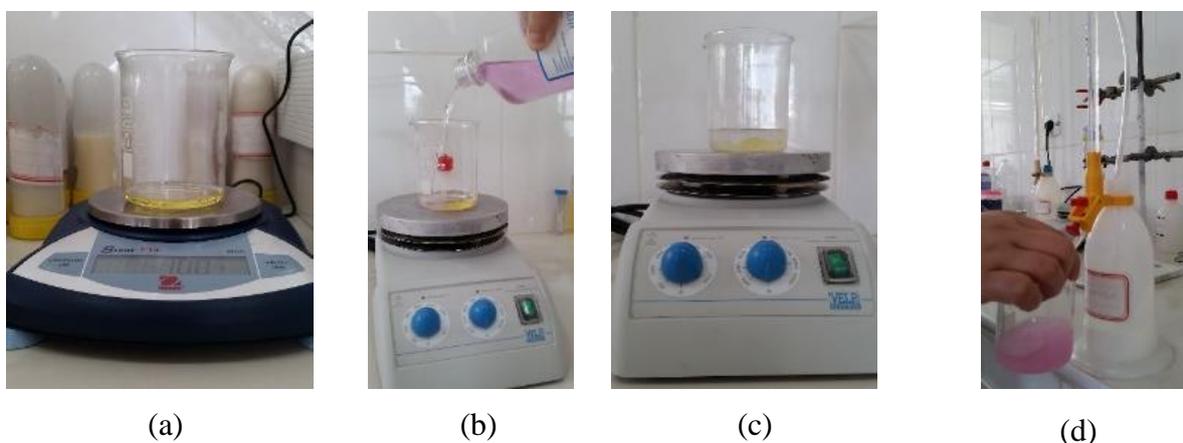


Figure 7 : Etapes de détermination de l'acidité. (a) : pesée de 10 g d'huile, (b) :ajoute 75 ml d'alcool neutralisé, (c) : chauffage légèrement du mélange et (d) : titrage avec une solution de soude.

Le calcul de l'acidité est effectué par la relation suivante :

$$A\% = \frac{N_{NaOH} * V_{NaOH} * 282}{1000 * p} * 100$$

N : Normalité du NaOH 0.1N

P : Poids de prise d'essai

V : Volume de NaOH utilisé pour titrage

282 : Masse molaire d'acide oléique (g/mol)

100 : Expression en pourcentage

I.4.2. Détermination des Traces de savon

Typiquement une huile de soja brute contient 0,3 à 0,7% d'acides gras libres après neutralisation, l'huile est mélangée vigoureusement avec de l'eau douce chaude de manière à éliminer toute trace de savon (lavage) (Berk., 1993). L'objectif est de vérifier l'absence de traces de savon issues de la phase de neutralisation.

La teneur en savon est exprimée en partie par million (ppm) d'oléate de sodium dans l'huile (NE.1.2365.1989).



Un mélange contenant de l'acétone (22,5 ml), l'eau distillée (1,5 ml) et quelques gouttes de bromophénol a été ajouté dans un bécher qui contient 20 g d'huile. Si la solution devient bleue ou verdâtre donc l'huile contient des traces de savon, dans ce cas on titre avec une solution d'acétone contenant du HCl 0,01 N jusqu'au virage jaune. Dans le cas où la couleur ne change pas, cela indique l'absence des traces de savon (NE.1.2365.1989). La figure 8 montre les étapes de détermination la teneur en traces de savon.

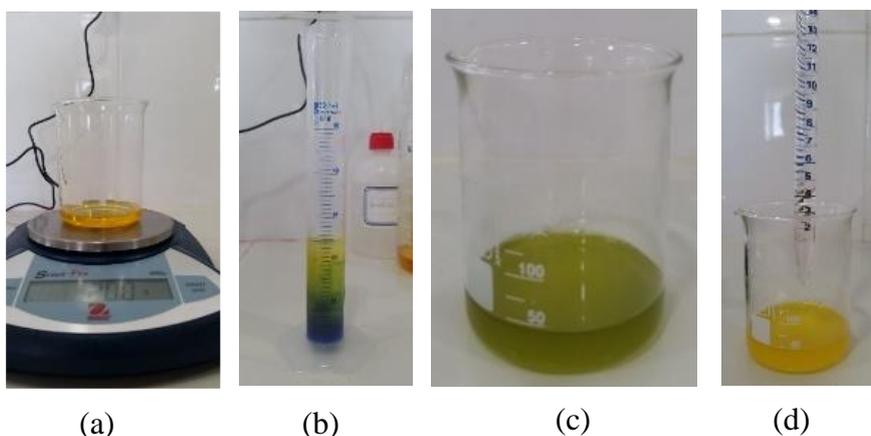


Figure 8 : Etapes de détermination des trace de savon. (a) : pesée de 20 g d'huile, (b) : préparation du mélange acétone/eau distillée/bromophénol, (c) : l'ajout du mélange dans un bécher contenant l'huile, (d) : Titrage avec du HCl.

La teneur en savon est exprimée par la relation suivante :

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

N : normalité de HCl cétonique = 0,01N

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

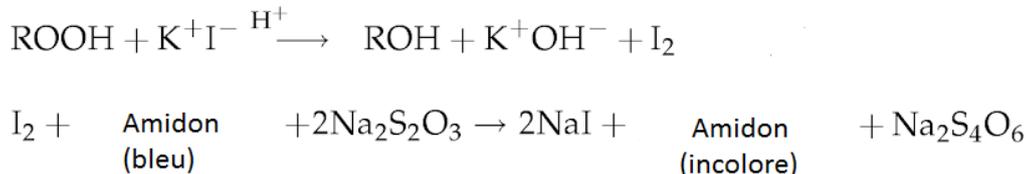
V : poids de la prise d'essai en gramme

I.4.3. Détermination de l'indice de peroxyde

Le peroxyde sert d'indicateur de l'oxydation des lipides, graisses et huiles et sa présence provoque la rancidité des produits alimentaires contenant des lipides, en causant des mauvais goûts, de détérioration de l'huile et la production de toxines, ce qui affecte négativement la qualité et la durée de stockage des huiles (Saad et Dermis., 2012).

L'indice de peroxyde est défini comme le milliéquivalent de peroxyde par un kilogramme d'huile (Singh., 2019).

Le principe implique que les peroxydes libèrent l'iode de l'iodure de potassium qui se combine avec de l'amidon pour donner une coloration bleue. La quantité est déterminé par titrage avec le thiosulfate de sodium jusqu'à la décoloration, les réactions ci-dessous explique le principe du dosage (Patterson., 2011 ; Singh., 2019).



La quantité de peroxydes est calculée par la quantité de thiosulfate de sodium (Na₂S₄O₆) titrée. L'indice de peroxyde est exprimé en unités de milligrammes (meq) peroxyde par 1 kg de l'huile (Kong et Singh., 2011).

Dans une fiole conique avec un bouchon, 2 g d'huile ont été pesés, ensuite on ajoute un mélange qui contient 10 ml de chloroforme, 15 ml d'acide acétique et 1 ml d'iodure de potassium (KI) (préparé dans un ballon et à l'abri de l'air, suivi d'incubation à l'obscurité pendant 5 min). Après incubation, on ajoute 75 ml d'eau distillée et 1 ml d'amidon, ensuite on titre avec une solution de thiosulfate de sodium (Na₂ S₂ O₃) à 0,002 N jusqu'à décoloration (NE.1.2.50 1986). La figure 9 montre les étapes de détermination de l'indice peroxyde.

L'indice de peroxyde est calculé selon la formule suivante :

$$\text{Ip (meqg O}_2 \text{ / kg)} = [\text{N} \times (\text{V1} - \text{V0}) \times 1000] / \text{P}$$

IP : Indice de peroxyde exprimé en milliéquivalent gramme d'oxygène par kilogramme d'huile.

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

V1 : Volume de thiosulfate de sodium utilisé en ml.

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

P : Prise d'essai en gramme.

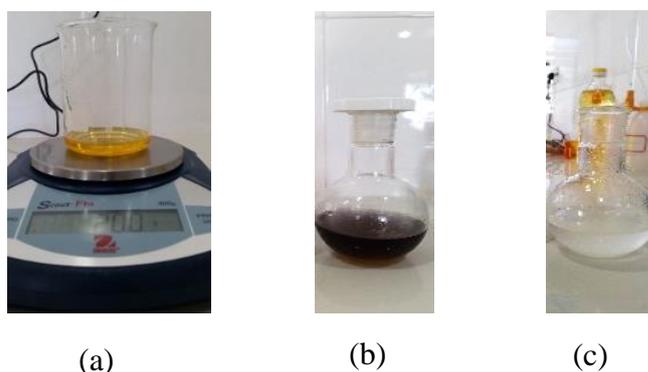


Figure 9 : Etapes de détermination de l'indice peroxyde (a): pesée de 2 g d'huile, (b) : ajout du mélange de chloroforme, d'acide acétique, iodure de potassium et eau distillée, et (c) : titrage avec une solution de thiosulfate de sodium.

I.4.4. Détermination de la couleur par la méthode Lovibond

Dans la méthode de Lovibond, l'huile est placée dans une cellule en verre de taille standard et sa couleur est comparée visuellement aux standards de couleurs rouge et jaune, les résultats sont exprimés en termes de nombres associés aux couleurs standards. Actuellement des colorimètres automatiques Lovibond sont disponibles (O'Keefe et Pike, 2010).

L'huile à tester a été versée dans une cellule de 1 cm de longueur et placée dans colorimètres automatiques Lovibond (figure 10). La lecture des résultats a été effectuée automatiquement et les nombres obtenus ont été comparés à la norme.



Figure 10 : Calorimètre « LOVIBOND »

I.4.5. Dosage de chlorophylle

La famille des pigments chlorophylliens est responsable de la couleur verte des huiles. Il a été rapporté que les chlorophylles "a" et "b" dans l'huile sont presque entièrement converties en phéophytines par la perte de leur calcium et magnésium au cours du processus (Young., 1990). La chlorophylle est décomposée thermiquement en pigment phéophytine, en donnant une huile terne de couleur foncée. Ce pigment contribue à donner un mauvais goût et peut également favoriser l'oxydation de l'huile réduisant ainsi sa stabilité au stockage (Diosady, L., 2005). La teneur de pigments apparentés à la chlorophylle dans les huiles est déterminée en mg/kg (ppm) par absorbance à des longueurs d'onde de 630, 670 et 710 nm (Sabah, 2007).

L'huile à tester a été versée dans une cellule de 1 cm de longueur et placée dans colorimètres et la transmittance a été enregistrée à 630, 670 et 710 nm. Le taux de la chlorophylle est exprimée en mg de phéophytine "a" et calculé selon la formule suivante :

$$Ch (ppm) = \frac{A_{670 \text{ nm}} - (A_{630 \text{ nm}} - A_{710 \text{ nm}})/2}{0.0964 L}$$

I.5. Analyses spectrales UV-Visible

La spectrophotométrie est une méthode quantitative ainsi qualitative, sensible, et permet d'analyser les échantillons à faible concentration. Les spectres d'absorbance sont caractéristiques des types de molécules (Malki., 2017).

Le spectre d'absorption de la chlorophylle "a" et chlorophylle "b" dans l'éther diéthylique présentent des bandes étroites (maxima) dans les plages spectrales bleue (près de 428 et 453 nm) et rouge (près de 661 et 642 nm). Par contre les caroténoïdes absorbent dans le bleu, avec une large absorption dans la gamme spectrale entre 400 et 500 nm ([Lichtenthaler et Buschmann., 2001](#)).

L'huile brute, l'huile séchée, l'huile après décoloration (obtenue au niveau du process ou du laboratoire) et de l'huile raffinée ont été soumises à des analyses spectrales au spectrophotomètre UV-visible (RAYLEIGH UV 1800, China) entre 350 et 800 nm.

Résultats et discussion

II.1. Aspect visuel des huiles obtenues

La figure 11 montre l'aspect des huiles obtenues à partir du process, en présentant des densités de couleur différentes du marron foncé, marron clair, jaune-orangé et jaune pâle, respectivement, pour l'huile brute, huile sèche, huile après la décoloration et huile raffinée.

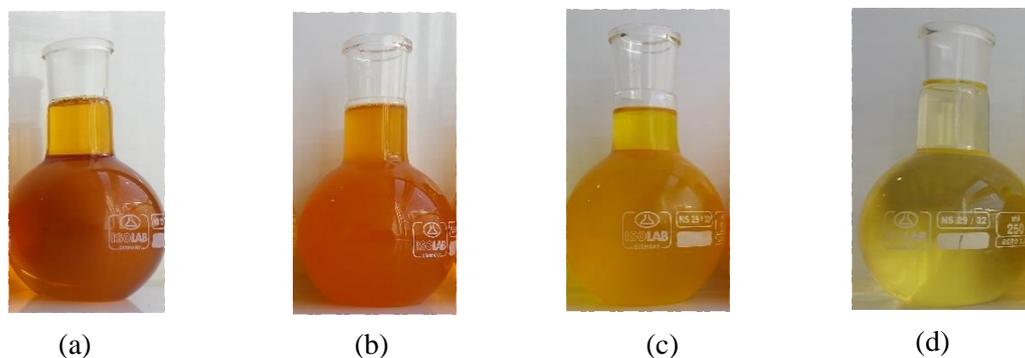


Figure 11 : Couleur des huiles obtenues du process. (a) : Huile brute, (b) : Huile avant la décoloration, (c) : Huile après la décoloration, (d) : Huile raffinée.

La couleur obtenue pour les huiles de la décoloration à l'échelle du laboratoire montre des intensités qui varie du marron foncé pour le 0,7% de la Tonsil à 85, 90 et 95°C, jaune-orangé clair 0,8% de la Tonsil à 90°C, jaune orangé foncé pour 0,8% de la Tonsil à 85°C et 95°C, jaune-orangé moins clair pour 0,9% de la Tonsil à 85, 90 et 95°C. Le traitement qui donne une meilleure décoloration est celle de la combinaison de 0,8% de la Tonsil et 90°C (jaune-orangé clair) (figure 14).

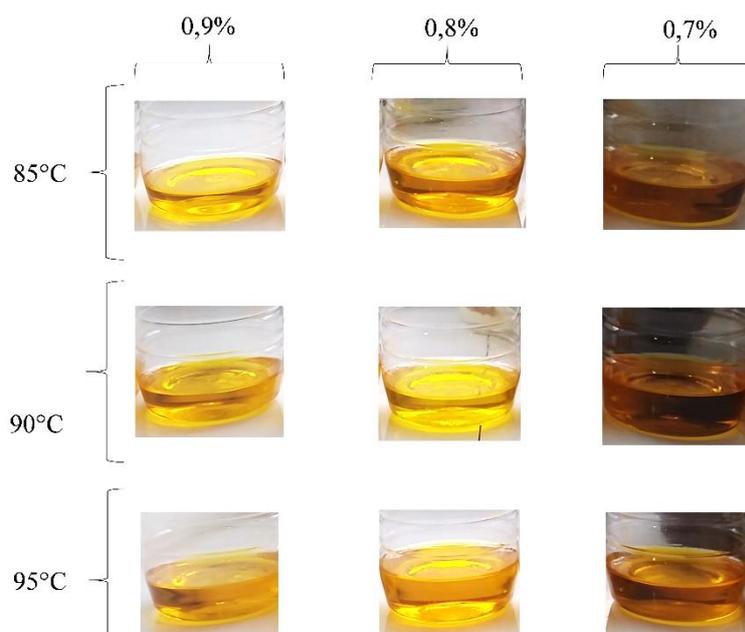


Figure 14 : Couleur des huiles obtenues par décoloration à l'échelle du laboratoire pour la combinaison de Tonsil (0,7, 0,8 et 0,9%) et température (85, 90, 95°C).

L'intensité de la couleur des huiles végétales est liée à la présence de différents pigments, tels que la chlorophylle et les caroténoïdes, qui sont efficacement éliminés lors de l'étape de traitement de l'huile (dégommage, raffinage et en particulier blanchiment) (Anwar., 2016). En effet, la réduction de la couleur de l'huile de soja se produit à chaque étape, avec la réduction la plus importante des chlorophylles au cours de la décoloration (Hammond et al., 2005).

II.2. Analyses physico-chimiques

La qualité des huiles dépend de leur composition chimique (Kaleem et al., 2015).

II.2.1. Huiles du process

Les résultats de toutes les analyses physicochimiques de l'huile brute, l'huile séchée, l'huile après décoloration et de l'huile raffinée obtenue au niveau du process sont répertoriés dans le tableau III. En effet, les résultats obtenus montrent que l'acidité, les traces de savon, l'indice de peroxyde, la couleur et la chlorophylle pour l'huile brute, huile sèche, huile après la décoloration et huile raffinée obtenues du process répondent aux normes à l'exception de la couleur jaune de l'huile brute et celle avant la décoloration qui présentent des résultats élevés par rapport à la norme, mais cette quantité a diminué au cours des étapes suivantes du raffinage, en répondant aux normes. Ces résultats indiquent la bonne qualité de l'huile brute et le respect des bonnes pratiques du raffinage.

Tableau III : Analyses physico-chimiques des différentes étapes du raffinage de l'huile de soja.

Huile	brute		Avant la décoloration		Après la décoloration		Raffinée		
	résultats	norme	résultats	Norme	résultats	norme	résultats	norme	
L'acidité (%)	0,6	≤2	0,2	≤0,20	0,1	≤0,20	0,005	≤0,20	
Trace de savon (ppm)	abs	abs	0.01	≤50	abs	abs	abs	abs	
Indice de peroxyde (meq O2 / kg)	7	<10	5,5	<10	3,5	<10	3	<10	
Couleur (°L)	Rouge	1,5	< 5	1	< 5	0.5	< 1	00	< 1
	J aune	70	< 50	70	< 50	22	< 5	0,6	< 5
Chlorophylle (ppm)	0.27	–	3,19	–	0,7	–	1,33	–	

II.3. Huiles obtenue à l'échelle du laboratoire

II.3.1. Acidité

Les résultats obtenus (figure 12) montrent que la plus faible acidité a été obtenue par la combinaison de 0,8% de Tonsil et de température de 85°C suivi de 0,7% et 95°C, 0,7% à 85°C, 0,9% à 95°C, 0,9% à 90°C, 0,8 et 0,9% à 95°C, et 85°C et en dernier 0,7 et 0,8% à 90°C. Les valeurs de l'acidité de la plupart des combinaisons pourcentage de la terre décolorante et la température répondent aux normes à l'exception 0,7 et 0,8% à 90°C. en effet, il a été rapporté que la phase la plus délicate au cours de la fabrication de l'huile de soja comestible est la décoloration, où une perte importante de la stabilité à l'oxydation peut survenir et la teneur en acides gras peut augmenter (Škevin et al., 2012). En termes de l'acidité, la meilleure combinaison obtenue pour la décoloration est de 0,8% de Tonsil et de température de 85°C.

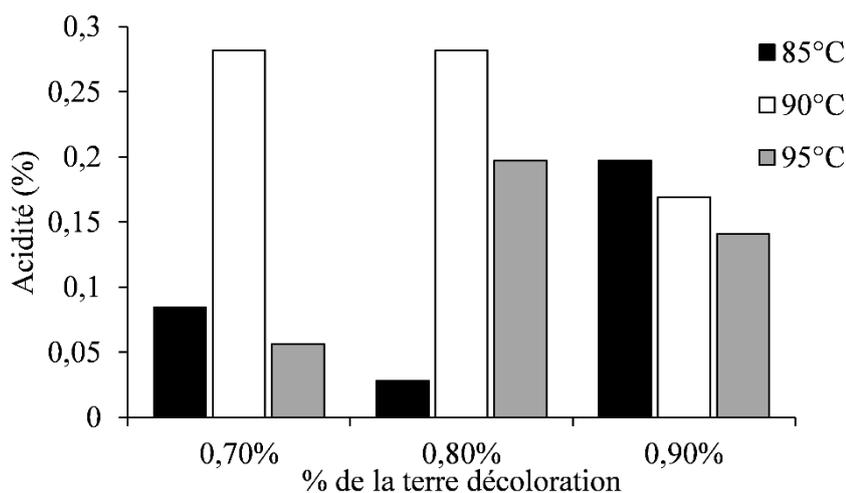


Figure 12 : Acidité de l'huile de soja en fonction de la concentration en terre décolorante à différentes températures.

II.3.2. Détermination des Traces de savon

Après l'ajout du mélange (acétone, l'eau distillée et bleu bromophénol) toutes les huiles obtenues ont montré une couleur verdâtre, ce qui indique la présence des traces de savon. Les résultats obtenus après le titrage avec une solution d'acétone contenant du HCl 0,01 N est récapitulés dans la figure 13 qui montre que la teneur des traces de savon est à faible quantité à 0,9 % de Tonsil et de température de 95°C suivi de 0,8% à 95°C, 0,7% à 85°C, 0,8 et 0,9 % à 85°C, 0,8 % à 90°C, 0,7% à 90% et à la fin à 0,7% à 95°C. Les résultats indiquent une présence des traces de savon qui ne répondent pas à la norme (absences). Dans le cas où les mêmes

résultats sont obtenus au niveau du process, un deuxième lavage/séchage et une décoloration sont réalisés. La combinaison qui donne une faible quantité de savon est à 0,9% de la Tonsil et 95°C.

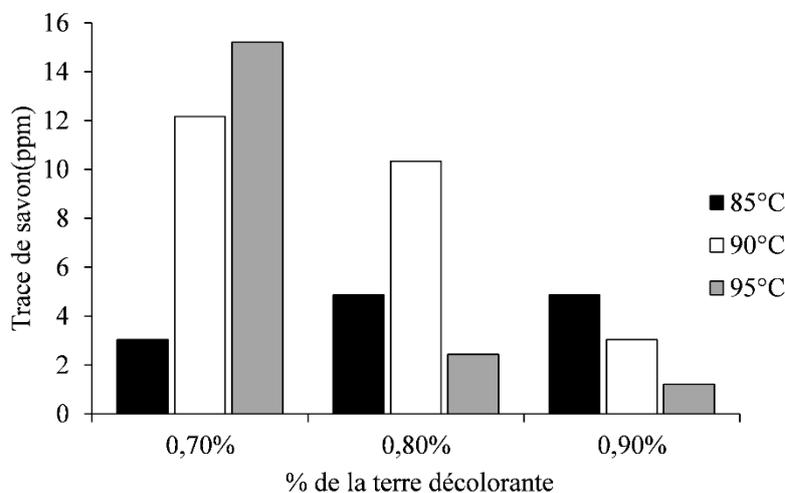


Figure 13 : Teneur des traces de savon dans l'huile de soja en fonction de la concentration en terre décolorante à différentes températures.

Les traces de savon provient de l'étape de neutralisation et pour pouvoir les éliminer l'étape de lavage et de séchage de l'huile est nécessaire (CHO., 2018). Le savon restant est éliminé pendant la décoloration (Johnson., 2002). Il a été rapporté qu'après la décoloration, des résidus de savon peuvent également rester dans l'huile (Meziti C., 2016).

II.3.3. Indice de peroxyde

Pour l'indice de peroxyde après l'ajout de mélange (chloroforme, d'acide acétique et d'iodure de potassium (KI), d'eau distillée d'amidon) à l'huile, une coloration bleue a été obtenue et après le titrage avec un volume de la solution de thiosulfate de sodium, une décoloration a été constatée. En effet, les résultats obtenus (figure14) montrent que l'indice de peroxyde est faible à 0,7 % à 95°C suivi de 0,8% à 85°C, de 0,7% à 85°C et à 90°C, 0,8% à 90°C et 95°C, 0,9% à 85°C, 0,9% à 90°C et 0,9% à 95°C. Toutes ces valeurs dépassent celle fixées par la norme (<10) (figure14), qui peut être expliqué par la réalisation de la décoloration à l'air libre. Shahidan (2015) a rapporté que la valeur de peroxyde augmente en fonction de la durée de stockage, du contact avec l'air et de la température. Li et al. (2019) ont démontré que l'indice de peroxyde de l'huile de colza exposée à la lumière avait considérablement augmenté, en particulier pour l'huile à haute teneur en chlorophylle. En outre, dans la présente étude, on a remarqué que l'indice de peroxyde augmente proportionnellement avec le pourcentage de la

terre décolorante (figure 14). Pour la température, l'indice de peroxyde est inversement proportionnellement pour 0,7% de Tonsil, contrairement à 0,8 et à 0,9%. En particulier à 0,9% de Tonsil, l'indice de peroxyde est très influencé par l'augmentation de la température (figure14). Cette observation est identique à celle rapportée par [Kaleem et al. \(2015\)](#). Le traitement qui a donné le meilleur indice de peroxyde est la combinaison de 0,7% de la Tonsil et 95°C.

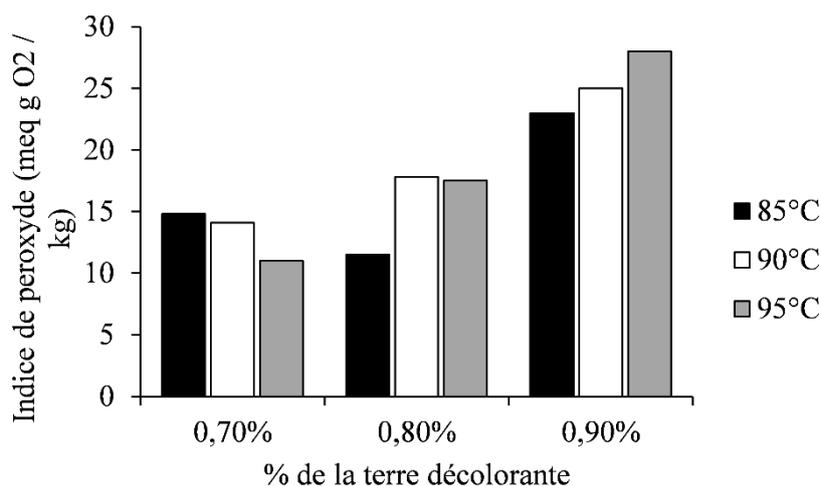


Figure 14 : Indice de peroxyde de l'huile de soja en fonction de la concentration de la terre décolorante à différentes températures.

L'indice de peroxyde est lié à la mesure des réactions de rancidité et peut être utilisé comme une indication de la qualité et de la stabilité des graisses et des huiles. Les peroxydes sont des composés instables qui peuvent créer des radicaux libres qui non seulement causent la détérioration des aliments, mais peuvent également endommager les tissus corporels des consommateurs ([Hassanzadazar et al., 2018](#)).

II.3.4. La couleur

Les matières colorantes sont dues à la présence de pigments qui passent dans l'huile lors du concassage, ou lors du traitement de pressage ([Topkafa et al., 2015](#)). Les deux pigments les plus courants présents dans les huiles végétales sont les caroténoïdes et les chlorophylles ([Topkafa et al., 2015](#) ; [Gotor et Rhazi., 2016](#)). En outre, l'huile contient des résidus de savon, des phosphatides et des métaux à des concentrations en traces. Ces impuretés sont éliminées lors de la décoloration ([Topkafa et al., 2015](#)). Il a été rapporté que le processus de raffinage réduit la teneur en chlorophylles jusqu'à 96% et la teneur en β -carotène jusqu'à 80% ([Gotor, et Rhazi., 2016](#)).

Les résultats obtenus montre que la plus faible couleur rouge est à 0,8% de Tonsil de 90°C, suivie de 0,9% à 85°C, 90°C et 95°C et aussi de 0,8% à 95°C. Au niveau de 0,7% et 0,8% il y a augmentation à 85°C, suivi de 0,7% à 90°C, 0,7% à 95°C (figure 15), Tous les valeurs sont conforme à la norme (<1), à l'exception de 0,7% à 90°C et 95°C, qui présentent des valeurs élevées. La valeur la plus proche de celle obtenue au niveau du process (0,6°L) est celle de la combinaison de 0,8% de la Tonsil et 90°C (0,7°L).

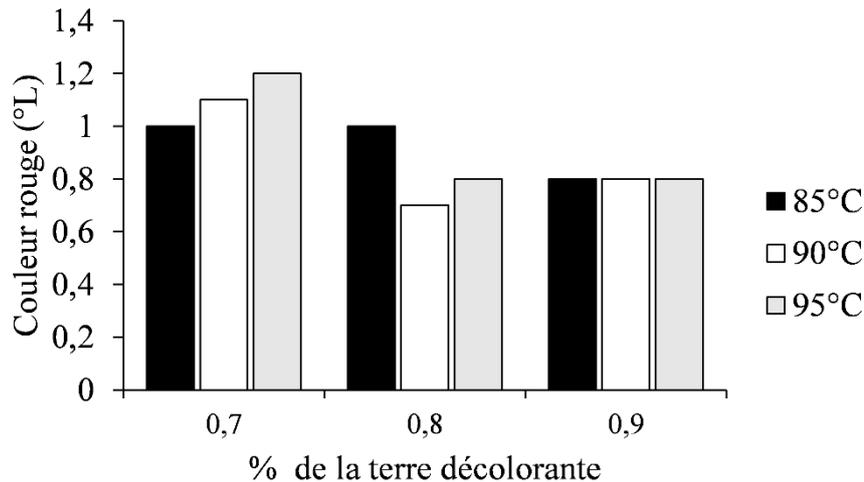


Figure 15: Couleur rouge de l'huile de soja en fonction de la concentration de la terre décolorante à différentes températures.

Pour la couleur jaune, les valeurs obtenues (figure 16) pour toutes les combinaisons de pourcentage de la terre décolorante et la température dépassent largement celle fixée par la norme (< 5). La plus valeur obtenues est de 13°L pour la combinaison de 0,8% de la Tonsil à 90°C. Il a été rapporté que la présence excessive de savon dans l'opération de décoloration peut réduire l'efficacité de l'élimination de la couleur (Johnson., 2002).

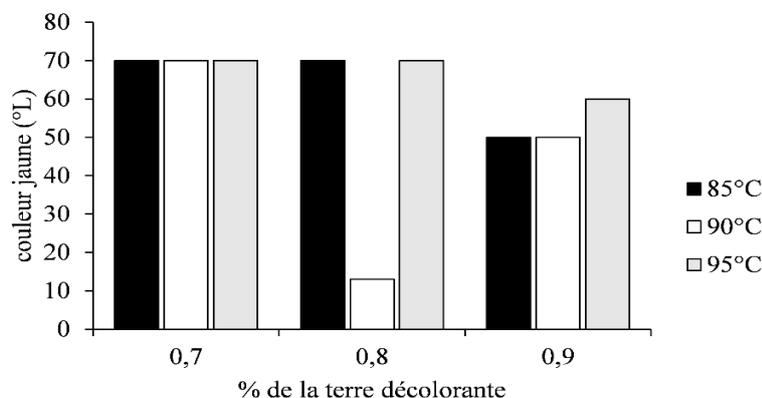


Figure 16: Couleur jaune de l'huile de soja en fonction de la concentration de la terre à différentes températures.

La meilleure combinaison Tonsil et température qui a donné la plus faible intensité de la couleur rouge et jaune est de 0,8% et 90°C, en confirmant les résultats de l'évaluation visuelle de l'huile obtenue à la même combinaison.

II.3.5. Chlorophylle

La présence de pigments verts ou de chlorophylle peut induire l'oxydation des graisses et des huiles, et ces pigments doivent être éliminés lors de la décoloration (O'brien., 2008 ; Li et al., 2019).

Les résultats obtenus dans la figure 17 montrent une absence des chlorophylle à 0,7 et 0,8% de Tonsil à température de 95°C et une faible quantité à 0,9% à 90°C, suivi de 0,8% à 90°C, 0,7% à 85°C et 90°C, 0,8% à 85°C, et en dernier à 0,9% à 95°C. Pohndorf et al. (2016) ont rapporté que l'augmentation de la température augmente la capacité d'adsorption de la chlorophylle, qu'est le cas de la combinaison 0,7 et 0,8% de la Tonsil à 95°C, contrairement à la combinaison 0,9% et 95°C, en montrant que l'élimination de la chlorophylle ne dépend pas seulement de la température, mais aussi du pourcentage de la terre décolorante. En outre, Li et al., (2019) ont rapporté que l'indice de peroxyde est influencé proportionnellement par la teneur en chlorophylle en présence de la lumière, contrairement à l'huile stockée à l'obscurité qui reste inchangé, en recommandant de prendre des mesures pour réduire la teneur en chlorophylle de l'huile ou de conserver l'huile à l'obscurité le plus tôt possible.

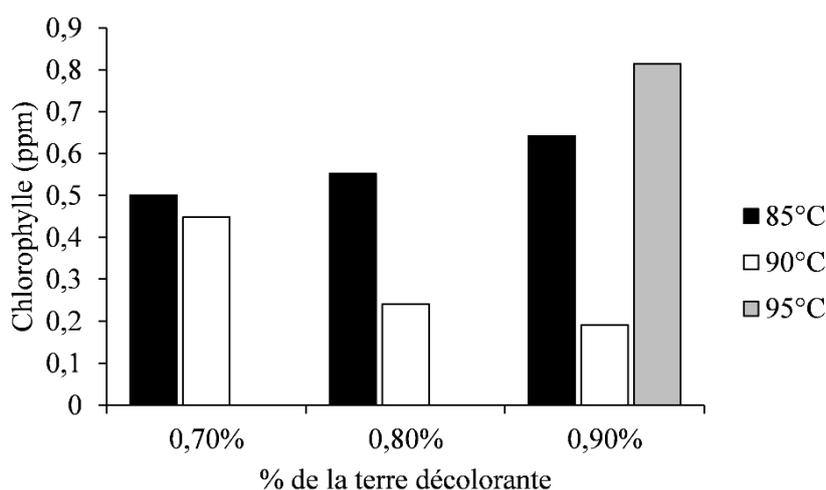


Figure 17 : La teneur des chlorophylles de l'huile de soja en fonction de la concentration de la terre décolorante à différentes températures.

II.3. Analyses spectrales UV-Visible

L'analyse spectrale UV-visible de la chlorophylle montre une forte absorption entre 500 et 700 nm dans la région du visible et une large bande autour de 400 nm (Marquez et Sinnecker., 2007). En effet, le spectre d'absorption de la Chlorophylle 'a' et Chlorophylle 'b' dans l'éther diéthylique présentent des bandes étroites (maxima) dans les plages spectrales bleue (près de 428 et 453 nm) et rouge (près de 661 et 642 nm). Par contre, les caroténoïdes absorbent dans le bleu, avec une large absorption dans la gamme spectrale entre 400 et 500 nm (Lichtenthaler et Buschmann., 2001 ; Scott, K. J. 2001).

Les résultats des analyses spectrales des huiles obtenues à partir du process (huile brute, huile sèchée, huile après la décoloration et huile raffinée) sont représentés dans la figure 18. Les spectres de l'huile brute avant décoloration présentent des bandes d'absorbance entre 370-550 nm et une bande entre 645 et 687 nm, avec un maximum à 670 nm (bande caractéristique de la chlorophylle). Pour l'huile après décoloration, le spectre présente une bande entre 370-550 nm, avec des maximums à 408, 430, 453 et 482 nm (caractéristique des caroténoïdes) et absence de la bande caractéristique de la chlorophylle, ce qui indique l'élimination complète de la chlorophylle au cours de la décoloration. Par contre, pour le spectre de l'huile raffinée (H.F.), il y a une faible absorbance dans la bande entre 370 et 550 nm pour l'huile Raffinée (H.F.), en montrant qu'il y a une grande élimination des caroténoïdes dans les étapes suivantes du raffinage.

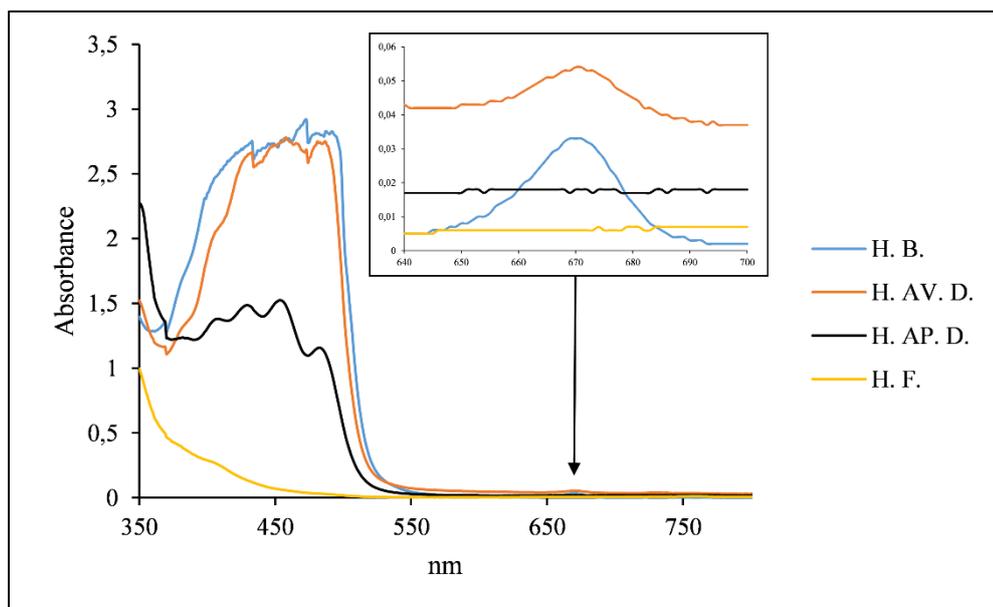


Figure 18 : Spectre UV - Visible de l'huile de soja obtenues à partir du process (H.B : huile brute, H.AV.D : huile avant la décoloration, H.AP.D : huile après la décoloration, H.F :huile raffinée)

Par rapport au max d'absorbance de 453 nm, il y a une diminution de 44,14% des caroténoïdes de l'huile brute (H.B.) à la décoloration (H.AP.D.) et une diminution de 99,88% jusqu'au produit fini (H.F.).

Il a été rapporté que les caroténoïdes, la chlorophylle et ses produits de décomposition sont éliminés au cours de la décoloration. En outre, les acides gras libres, peroxyde, pigments et leurs produits décomposition sont éliminés au cours de la désodorisation (Helme., 1984).

Les résultats des analyses spectrales des huiles obtenues à partir de la décoloration au laboratoire pour 0,7% de la terre décolorante et à la température 85, 90 et 95°C sont représentés dans la figure 19. Les spectres présentent des bandes d'absorbance entre 370-550 nm, avec des maximums à 408, 430, 453 et 482 nm (caractéristique des caroténoïdes) et absence de la bande caractéristique de la chlorophylle, ce qui indique l'élimination complète de la chlorophylle au cours de la décoloration au laboratoire.

Par rapport au max d'absorbance de 453 nm, il y a une diminution de 59,01, 54,03 et 60,29% des caroténoïdes de l'huile décolorée à 0,7%, respectivement, à 85, 90 et 95°C.

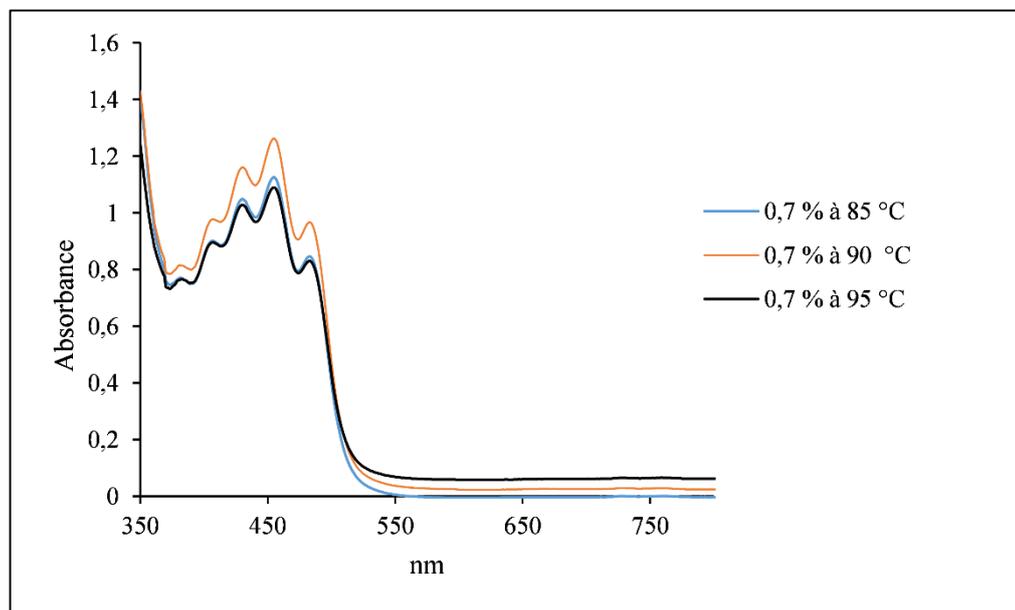


Figure 19 : Spectre UV - Visible de l'huile de soja en fonction de la concentration de la terre décolorante à différentes températures.

Les résultats des analyses spectrales des huiles obtenues à partir la décoloration au laboratoire pour 0,8% de la terre décolorante et à la température 85, 90 et 95°C sont représentés dans la figure 20. Les spectres présentent les mêmes bandes d'absorbance, avec les maximums que le 0,7% de la terre décolorante à 85, 90 et 95°C, avec absence de la bande caractéristique de la chlorophylle.

Par rapport au max d'absorbance de 453 nm, il y a une diminution de 56,95, 63,15 et 54,95% des caroténoïdes de l'huile décolorée à 0,8%, respectivement, à 85, 90 et 95°C.

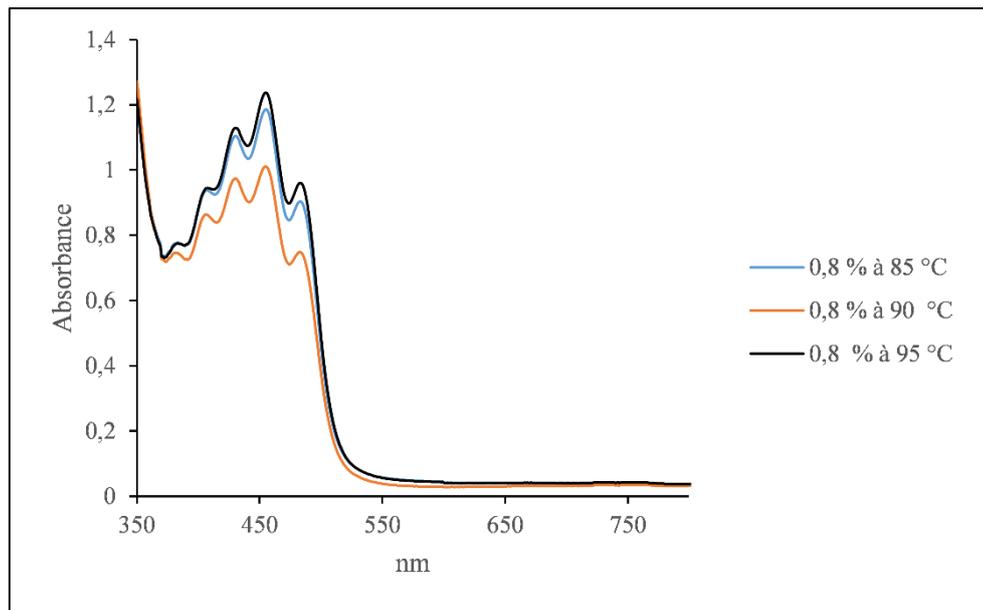


Figure 20 : Spectre UV- Visible de l'huile de soja en fonction de la concentration de la terre décolorante à différentes températures.

Les résultats des analyses spectrales des huiles obtenues à partir la décoloration au laboratoire pour 0,9% de la terre décolorante et à la température 85, 90 et 95°C sont représentés dans la figure 21. Les spectres présentent les mêmes bandes d'absorbance, avec les maximums que le 0,7 et 0,8% de la terre décolorante à 85, 90 et 95°C, avec absence de la bande caractéristique de la chlorophylle.

Par rapport au max d'absorbance de 453 nm, il y a une diminution de 61,57, 67,73 et 80,18% des caroténoïdes de l'huile décolorée à 0,9%, respectivement, à 85, 90 et 95°C.

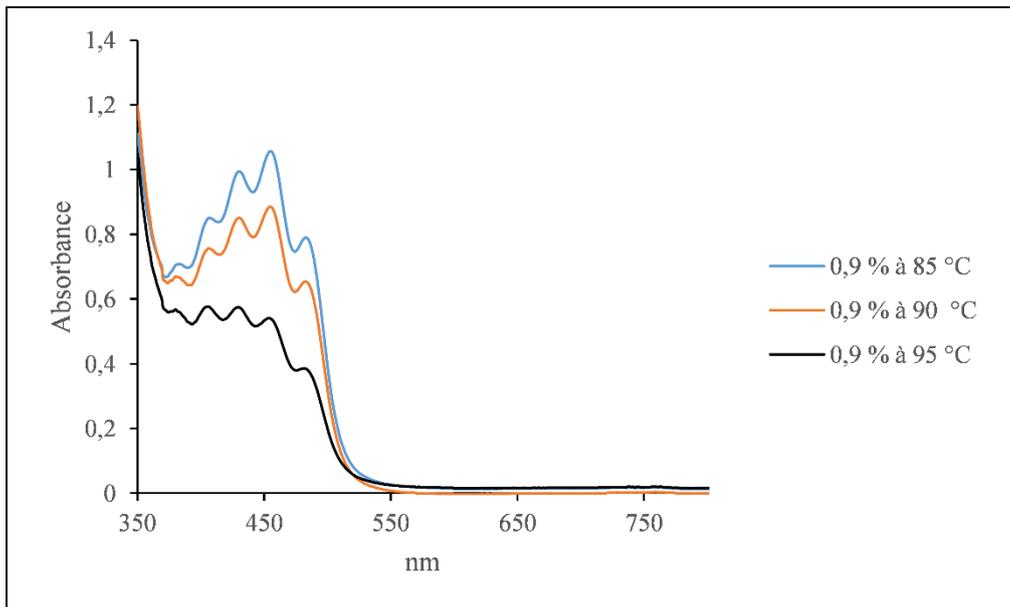


Figure 21 : Spectre UV-Visible de l'huile de soja en fonction de la concentration de la terre décolorante à différentes températures.

Conclusion

CONCLUSION

Cette étude a été réalisée au niveau de l'unité «CO.G.B-Labelle» et entre dans le cadre de l'optimisation de deux paramètres de la décoloration (le pourcentage de la terre décolorante et la température) de l'huile séchée au niveau du laboratoire. Les réponses de l'optimisation sont des analyses physico-chimiques (l'acidité, les traces de savon, l'indice de peroxyde, la couleur, dosage la de chlorophylle et analyses spectrales UV-visible) pour l'huile après décoloration. En parallèle les mêmes analyses ont été effectuées pour les huiles obtenues du process (huile brute, huile avant et après décoloration, et l'huile raffinée (fini)).

Concernant les résultats obtenus pour les huiles obtenues du process, toutes les analyses répondent aux normes à l'exception de la couleur jaune de l'huile brute et celle avant la décoloration. Pour des analyses physico-chimiques de l'huile décolorée au laboratoire, les résultats montrent que la combinaison de 0,8% de la Tonsil et 90°C donne une meilleure couleur jaune-orangé clair pour l'évaluation visuel et ce résultat a été confirmé par l'analyse de la couleur par la méthode de Lovibond. La plus faible valeur d'acidité est obtenue à 0,8% Tonsil et 85°C, celle des traces de savon est obtenue à 0,9% Tonsil et 95°C et celle de l'indice de peroxyde est obtenue à 0,7% Tonsil à 95°C. Pour la chlorophylle est obtenue pour 0,7 et 0,8% Tonsil à 95°C. Par contre, les analyses spectrales indiquent l'absence de la chlorophylle pour toutes les huiles décolorées au laboratoire pour toutes les combinaisons Tonsil/température, et l'huile décolorée et raffinée obtenues du process.

Concernant la bande caractéristique des caroténoïdes des spectres obtenues et par rapport au max d'absorbance de 453 nm, il y a une diminution de 44,14% des caroténoïdes de l'huile brute (H.B.) à la décoloration (H.AP.D.) et une diminution de 99,88% jusqu'au produit fini (H.F.) obtenues du process. Pour les huiles décolorées au laboratoire ; il y a une diminution de 59,01, 54,03 et 60,29% des caroténoïdes à 0,7% Tonsil, respectivement, à 85, 90 et 95°C ; une diminution de 56,95, 63,15 et 54,95% des caroténoïdes à 0,8% Tonsil, respectivement, à 85, 90 et 95°C ; et une diminution de 61,57, 67,73 et 80,18% des caroténoïdes à 0,9% Tonsil, respectivement, à 85, 90 et 95°C.

En perspective, pour l'obtention d'une meilleure combinaison des deux paramètres étudiés, une étude au niveau du process à l'échelle pilote est nécessaire.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

-A-

Anonyme 1. The Story of Soy: From Wild Vine to Soy. Eating china. <http://www.eatingchina.com/articles/soystory.htm>. Consulté le 10/06/2019.

Anonyme 2. Glycine max. pl@nt use. https://uses.plantnet-project.org/fr/Glycine_max. Consulté le 20/06/2019.

Anonyme 3. Le phénomène d'adsorption physique, Sciences et Technologies des Poudres. https://nte.mines-albi.fr/STP/co/uc_Introduction.html. Consulté le 10/06/2019.

Anwar, F., Kamal, G. M., Nadeem, F., Shabir, G., 2016. Variations of quality characteristics among oils of different soybean varieties. Journal of King Saud University-Science, 28(4), 332-338.

Andrade, E. T., Teixeira, L. P., da Silva, I. M., Pereira, R. G., Tulcan, O. E. P., & de Andrade, D. O., 2013. Facilities for Obtaining Soybean Oil in Small Plants. In Soybean-Bio-Active Compounds, IntechOpen.

Asiedu, J. J., 1992. La transformation des produits agricoles en zone tropicale : approche technologique. ACCT, CTA KARTHALA Editions, Brésil.

-B-

Ballerini, D., Alazard-Toux, N., 2006. Biocarburants (les) état des lieux perspectives et enjeux du développement, TECHNIP, Paris.

Bauer, W. J., Badoud, R., Lölliger, J., 2010. les lipides, in : PPUR Presses polytechniques (Eds), Cheese : Science et technologie des aliments: principes de chimie des constituants et de technologie des procédés, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Lausanne, pp.169-171.

Belaid, D., 2015. Filière oléagineuse en Algérie 4. La Production d'oléagineux en Algérie. Collection Dossiers Agronomiques. <file:///C:/Users/Invit%20C3%A9/Downloads/LivreColza.pdf> consulté le 12/06/2019.

Belhaine, A., 2017. Synthèse de nouveaux matériaux silicatés pour la dépollution des eaux. Université Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem. Thèse de doctorat

Berk, Z., 1993. Technologie de production de farines alimentaires et de produits protéiques issus du soja. Editions Food & Agriculture Organisation (FAO), Volume 97 de Bulletin des services agricoles de la FAO.

Bhosle, B. M., Subramanian, R., 2004. New approaches in deacidification of edible oils-a review. Journal of Food Engineering 69 (2005) 481-494

Boualla, N., Benziane, A., 2011. Étude expérimentale sur l'élimination des nitrates par adsorption sur des argiles activées et non activées de la sebkha d'Oran. Afrique Science : Revue Internationale des Sciences et Technologie, 7(2)

Bracher, A., 2019. Les légumineuses comme alternative aux protéines importées. Recherche agronomique suisse, 10(5), pp.180-189.

Brink, M., Belay, G., 2006. Céréales et légumes secs. Technical Centre for Agricultural and Rural Cooperation.

Brisson, G., 1982. Lipides et nutrition humaine analyse des données récentes sur les corps gras alimentaire. Editions Masson, Paris.

-C-

CHO., 2018. Raffinage des huiles et des huiles d'olives. CHO group (Natural and Organic Olive OIL Producer). <http://groupe-cho.netissedev.com/index.php/nos-metiers/valorisation-des-sous-produits/raffinage-des-huiles-vegetales-et-des-huiles-dolives/>. Consulté le 15/06/2019.

Clemente, T. E., Cahoon, E. B., 2009. Soybean oil: genetic approaches for modification of functionality and total content. Plant physiology, 151(3), pp. 1030-1040.

Cossut ., J. 2002 . les corps gras : Etre tradition et modernité. Projet réalisé dans le cadre de Dess en Qualimap. Université des sciences et technologie de Lille-institut agroalimentaire de Lille.

Crini, G., 2009. Chitine et chitosane: du biopolymère à l'application. Presses Univ. Franche-Comté.

-D-

De Andrade, E. T., Teixeira, L. P., Da Silva, I. M., Pereira, R. G., Tulcan, O. E. P., de Andrade, D. O., 2013. Facilities for obtaining soybean oil in small plants. Soybean-bio-active compounds. IntechOpen.

Dermiş, S., CAN.S. Dođru, B., 2012. Determination of peroxide values of some fixed oils by using the mFOX Method, Spectroscopy Letters: An International Journal for Rapid Communication, 45 (5), 359-363

Dijkstra, A.J., 2002. Hydrogenation and fractionation, in: Rajah, K.K., (Ed), Cheese : Fats In Food Technology. Sheffield Academic Press, pp. 123-158.

Diosady, L., 2005. Chlorophyll removal from edible oils. International Journal of Applied Science and Engineering 3 (2), 81-88

Dutton, H. J., 1981. History of the development of soy oil for edible uses. Journal of the American Oil Chemists' Society, 58(3Part1), pp. 234-236.

-E-

Evon, P., 2008. Nouveau procédé de bioraffinage du tournesol plante entière par fractionnement thermo-mécano-chimique en extrudeur BI-VIS : étude de l'extraction aqueuse des lipides et de la mise en forme du raffinage en agro matériaux par thermoulage. Institut National Polytechnique De Toulouse. Thèse de doctorat

-G-

Garden-Robinson, J., 2006. Questions and Answers soy foods, North Dakota State University. Food Storage Guide. <https://www.ag.ndsu.edu/publications/food-nutrition/questions-answers-about-soy-foods/fn1786.pdf>. Consulté le 21/06/2019.

Gotor, A. A., Rhazi, L., 2016. Effects of refining process on sunflower oil minor components: a review. OCL, 23(2), D207.

Gudret., G. N., Jamal., I. H., Arif., A. J., Ali, A. F., Meherrem., I. Z., 2017. Investigation of using bleaching earth and activated carbon mixture in sun flower oil refining. Journal of Advances in chemistry, 13(1), 5932-5936.

-H-

Hamm,W., 2003 . Vegetable oils. Oil production and processing, in: Caballero, B., Trugo, L. C., Finglas, P. M (Eds), Cheese: Encyclopedia of food sciences and nutrition. Academic.

Hammond, E. G., Johnson, L. A., Su, C., Wang, T., White, P. J., 2005. Soybean oil, in: Shahidi, F. (Eds). Bailey's industrial oil and fat products, sixth edition, V6. John Wiley & Sons, Inc., pp. 357–385.

Hassanzadazar, H., Ghayurdoost, F., Aminzare, M., Mottaghianpour, E., Taami, B., 2018. Monitoring of Edible Oils Quality in Restaurants and Fast Food Centers Using Peroxide and Acid Values. Journal of Chemical Health Risks, 8(3).

Helme, j.p., 1984. Soybean oil refining. Consultant, Paris. https://www.doc-developpement-durable.org/file/Culture-plantes-alimentaires/FICHES_PLANTES/soja/oilref-Soybean%20Oil%20Refining.pdf. Consulté le 23/06/2019.

Henache, Z., Boukerroui, A., Kashi, I., 2018. Modeling of the soybean oil bleaching and optimization of its conditions in the refining process for environmental interest. Nova Biotechnologica et Chimica, 17(1), 48-57.

-I-

ITERG. La technologie des corps gras. Institut des corps gras produits apparentés <http://iterg.com/wp-content/uploads/2019/02/FicheinformationN2.pdf>. Consulté le 15/06/2019

-J-

Jean, B., 2009. Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales (4e éd.). Lavoisier.

Johnson, L.A., 2002. Recovery, refining, ronnering, stabilizing edible fats and oils, in: Akoh, C. C. , Min, D. B.(Eds). Food lipids: chemistry, nutrition, and biotechnology. Marcel Dekker, Inc, New York. pp. 223-274.

Jokić, S., Sudar, R., Svilović, S., Vidović, S., Bilić, M., Velić, D., Jurković, V., 2013. Fatty acid composition of oil obtained from soybeans by extraction with super critical carbon dioxide. Czech Journal of Food Sciences, 31(2), pp. 116-125

-k-

kaleem, A., aziz, S., Iqtedar, M., Abdullah, R., Aftab ,M., rashid, F., shakoori, F.F., naz, S., 2015. Investigating changes and effect of peroxide values in cooking oils subject to light and heat. *FUUAST Journal of Biology*, 5(2), 191-196.

Kardash, E.,Tur'yan, Y.I., 2005. Acid value determination in vegetable oils by indirect titration in aqueous-alcohol media. *Original Scientific Paper*.99-10

Khan, A., Naqvi, S. H. J., Kazmi, M. A., & Ashraf, Z., 2015. Surface activation of fuller's earth (bentonite clay) using organic acids. *Science International*, 27(1), 329-332.

Khan, A., Javed, H., 2015. Bleaching of vegetable oil using organic acid activated Fuller's earth. *LAP Lambert Academic Publishing*.

Kong, F., singh, R.P., 2011. Advances in instrumental methods to determine food quality deterioration, in: Kilcast, K. Subramaniam P. (Eds), food and beverage stability and shelf life. *Woodhead publishing, Sawston*, PP. 381-404.

-L-

Lawson, H. W., 1995. Food oils and fats: technology, utilization and nutrition. *Springer Science & Business Media*.

Li, X., Yang, R., Lv, C., Chen, L., Zhang, L., Ding, X., Zhang, W., Zhang, Q., Hu, Ch., Li, P., 2019. Effect of chlorophyll on lipid oxidation of rapeseed oil. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 121(4), 1800078.

Lichtenthaler, H.K ., Buschmann,C., 2001. Chlorophylls and carotenoids: measurement and characterization by UV-VIS spectroscopy. *Current Protocols in Food Analytical Chemistry*, F4.3 Supplement.

-M-

Malki, S., 2017. Etude Morphologique, biochimique, physiologique et biologique de quelques populations de *Teucriumpolium L. capitatum* dans l'Est Algérien. *Université des Frères Mentouri - Constantine 1. Thèse de doctorat*.

Marquez, U.M.L., Sinnecker.p., 2007. Analysis of chlorophylls, in: Socaciu, C. (Eds). *Food colorants: chemical and functional properties*. *CRC Press*, 429-444.

McMann, M.C., 2000. *Soy protein: what you need to know* penguin New York.

Medina-Juárez, Á.L., Gámez-Meza, N., 2011. Effect of refining process and use of natural antioxidants on soybean oil, soybean - biochemistry, chemistry and physiology, Prof. Tzi-Bun Ng (Ed.), *IntechOpen*.

Meziti, C., 2016. Mise en valeur d'un déchet provenant d'une raffinerie d'huile alimentaire. *Université A.MIRA-BEJAIA. Thèse de doctorat*.

Min, B. D., 2008. *Food lipids: chemistry, nutrition, and biotechnology*, third editions ,*CRC Press Taylor &Francis Group*.

Minguez-Mosquera, M., Rejano-Navarro, L., Gandul-Rojas, B., Sanchez -Gomez, A. H., Garrido-Fernandez, J., 1991. Color-pigment correlation in virgin olive oil. Journal of the American Oil Chemists Society, 68(5), 332-336.

Monteiro e silva,S., 2013.On the physical refining of edible oils for obtaining high quality products. Ghent University Faculty of Bioscience Engineering. Doctoral thesis.

Morin, O. et Pages-Xatart-Pares, X., 2012. Huiles et corps gras végétaux : ressources fonctionnelles et intérêt nutritionnel. OCL, 19(2), pp. 63-75.

-N-

NE.1.2.50.,1986. Détermination d'indice de peroxyde.

NE.1.2.43.,1985. Détermination d'acidité.

NE.1.2.2365., 1989.Détermination de traces de savon.

-O-

O'Keefe, S. F., Pike, .O. A., 2010. Fat characterization, in : Nielsen,s (Eds), Cheese : Food Analysis. Springer, pp. 241-260.

O'brien, R. D., 2008. Fats and oils: formulating and processing for applications. CRC press.

OCDE., 2001. Les biotechnologies au service de la durabilité industrielle, Organisation de coopération et de développement économiques (Eds), organisation de coopération et de développement économiques, France.

OCDE/FAO., 2018. Oléagineux et produits oléagineux, in : perspectives agricoles de l'OCDE et de la FAO 2018-2027. http://www.fao.org/3/i9166f/i9166f_chapitre4_Oleagineux.pdf. Consulté le 23/06/2019.

Onsaard, E., Onsaard, W., 2019. Microencapsulated vegetable oil powder. in micro encapsulation-processes, Technologies and Industrial Applications. IntechOpen

Ötles, S., Çagindi, Ö., 2007. Carotenoids as natural colorants, in : Socaciu, C. (Eds). Food colorants: chemical and functional properties. CRC Press, pp. 51-67.

-P-

Pages, X., Morin, O., Birot, C., Gaud, M., Fazeuilh, S., Gouband ., M., 2010. Raffinage des huiles et des corps gras et élimination des contaminants. OCL 17(2), 86-99.

Patterson, H.B.W., 2011. Quality and Control, in: Gary R. L., Jerry, W.K (Eds). Hydrogenation Of Fats And Oils , Second Edition, pp.329-350

Pohndorf, R. S., CadavalJr, T. R. S., Pinto, L. A. A., 2016. Kinetics and thermodynamics adsorption of carotenoids and chlorophylls in rice bran oil bleaching. Journal of Food Engineering, 185, 9-16.

-Q-

Qiu, L.J. et R.Z. Chang., 2010. The origin and history of soybean, in : Singh, G. (Ed.), *cheese : The soybean: botany, production and uses*, CABI, pp.1-24.

-R-

Reungoat., J.2007. Etude d'un procédé hybride couplant adsorption sur zéolithes et oxydation par l'ozone. Application au traitement d'effluents aqueux industriels. Université de Toulouse. Thèse doctorat

Rich, A. D., 1964. Some basic factors in the bleaching of fatty oils. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 41(4), 315-321.

-S-

Sabah, E., 2007. Decolorization of vegetable oils: Chlorophyll- adsorption by acid-activated sepiolite. *Journal of Colloid and Interface Science*, 310 (1), 1-7.

Salunkhe, D. K., Adsule, R. N., Chavan, J. K., Kadam, S. S., 1992. *World oil seeds*. Springer Science and Business Media.

Scott, K. J., 2001. Detection and measurement of carotenoids by UV/VIS spectrophotometry. *Current protocols in food analytical chemistry*, (1), F2-2.

Shahidan, F. S., 2015. Determination of peroxide value in deep- frying cooking oil collected at night market in kepalabatas, University Sains Malaysia. Dissertation Degree of Master of Science.

Shurtleff, Aoyagi, W. A., 2016. *History of soybean crushing - soy oil and soybean meal (980-2016)*, Published by Soyinfo Center, USA.

Shurtleff, W., Aoyagi, A., 2007. *History of soybean crushing: Soy oil and soybean meal— Part 1. A Chapter from the Unpublished Manuscript, history of soybeans and soyfoods, 1100 BC to the 1980s.* http://www.soyinfocenter.com/HSS/soybean_crushing1.php. Consulté le 22/06/2019.

Singh P., 2019. *Handbook of phytochemical, pharmacognostical water and edible oil analysis: A Lab Manual*. Educreation Publishing, India.

Škevin, D., Domijan, T., Kraljić, K., GajdošKljusurić, J., Nederal, S., Obranović, M., 2012. Optimization of bleaching parameters for soybean oil. *Food Technology and Biotechnology*, 50(2), 199-207.

Soyinfocenter., 2007. *History of Soybean Crushing: Soy Oil and Soybean Meal*.

http://www.soyinfocenter.com/HSS/soybean_crushing1.php. Consulté le 22/06/2019.

Somasundaran, P., Wang, D., 2006. *Solution chemistry: minerals and reagents (Vol. 17)*. Elsevier.

Soystats, 2019. International: World Protein Meal Consumption. <http://soystats.com/international-world-protein-meal-consumption/>. Consulté le 22/06/2019.

Soystats., 2019. International: world soybean production. <http://soystats.com/international-world-soybean-production/>. Consulté le 12/06/2019.

-T-

Talidi, A.,2006. Etude de l'élimination du Chrome et du bleu de méthylène en milieu aqueux par adsorption sur la pyrophyllite traitée et non traitée, Université Mohammed V-Agdal Rabat. Thèse de doctorat.

Teixeira, T. F. S., Moreira, A. P. B., Rosa, D. D., Peluzio, M. D. C. G. , 2011. Soybean oil: How good or how bad in comparison with other dietary oils in the context of colon cancer. In soybean and health. IntechOpen, pp.360-361.

Topkafa, M., Ayyildiz, H. F., Arslan, F. N., Kucukkolbasi, S., Durmaz, F., Sen, S., Kara, H., 2013. Role of different bleaching earths for sunflower oil in a pilot plant bleaching system. Polish journal of food and nutrition sciences, 63(3), 147-154.

-U-

USDA. *Glycine max* (L.) Merr . Soybean. <https://plants.usda.gov/core/profile?symbol=GLMA4>. Consulté le 22/06/2019.

United Nations.,2004. Atlas des produits de base .United nations publications .New York et Genève. Fonds commun pour les produits de base.

-V-

Valenzuela Díaz., F. R., Santos., P. D. S., 2001. Studies on the acid activation of Brazilian smectitic clays. Química Nova, 24(3), 345-353.

-W-

Webb, A.P., 2003. Introduction to chemical adsorption analytical techniques and their applications to catalysis. Micromeritics Instrument Corp Publications

-y-

Young, F., 1990. Physinical reffining, in: Erickson, D. R. (Ed.). (1990). Edible fats and oils processing: basic principles and modern practices: World Conference Proceedings. The American Oil Chemists Society, pp. 124-136.

Résumé

Cette étude entre dans le cadre de l'optimisation de deux paramètres de la décoloration (le pourcentage de la terre décolorante et la température) de l'huile séchée au niveau de laboratoire. Les réponses de l'optimisation sont des analyses physico-chimiques pour l'huile après décoloration. Les résultats des analyses physico-chimiques de l'huile décolorée au laboratoire montrent que la combinaison de 0,8% de la Tonsil et 90°C est la meilleure pour la couleur, 0,8% Tonsil et 85°C pour l'acidité, 0,9% Tonsil et 95°C pour les traces de savon et 0,7% Tonsil à 95°C pour l'indice de peroxyde. L'absence de la chlorophylle est obtenue pour 0,7 et 0,8% Tonsil à 95°C. Par contre, les analyses spectrales indiquent l'absence de la chlorophylle pour toutes les huiles décolorées au laboratoire et la diminution de la quantité des caroténoïdes à des pourcentages différents pour toutes les combinaisons Tonsil/température.

Mots clés : Huile de soja, raffinage, décoloration, analyses physico-chimiques.

Abstract

This study is part of the optimization of two parameters of discoloration (percentage of bleaching earth and temperature) of dried oil at the laboratory level. The optimization responses are physico-chemical analyzes for the oil after discoloration. The results of the physicochemical analyzes of the discolored oil in the laboratory show that the combination of 0.8% of the Tonsil and 90 °C is the best for the color, 0.8% Tonsil and 85 ° C for the acidity, 0.9% Tonsil and 95 °C for traces of soap and 0.7% Tonsil at 95 °C for the peroxide value. The absence of chlorophyll is obtained at 0.7 and 0.8% Tonsil at 95 °C. On the other hand, the spectral analyzes indicate the absence of chlorophyll for all the discolored oils in the laboratory and the reduction of the carotenoids quantity at different percentages for all the combinations Tonsil/temperature.

Key words: Soybean oil, refining, discoloration, physico-chemical analyzes.