

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université ABDERRAHMANE. MIRA – BEJAIA



Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département des Sciences Alimentaires
Spécialité : Qualité des Produits et Sécurité Alimentaire

Mémoire de fin de cycle

En vue de l'obtention du diplôme de

MASTER

Thème

***Influence des peroxydes sur le rendement des huiles au
niveau de la neutralisation***

Présenté par :

HADDAD Tinhinane & HAMAMOUCHE Lamia

Soutenu le : **14 septembre 2022**

Devant le jury :

M ^{me} Guendouze N.	MCA	Présidente
M ^{me} Hamitri-Guerfi F.	MCA	Encadreur
M ^{me} Fella S.	MCB	Examinatrice

Année universitaire : 2021/2022

Remerciements

« La connaissance est la seule chose qui s'accroît lorsqu'on la partage ».

*Avant tout, on tient à remercier le bon Dieu, de nous avoir donné le courage et la volonté
pour réaliser ce travail.*

Nous remercions sincèrement Mme GUERFI pour avoir encadré et dirigé ce travail.

*Nous exprimons nos profonds remerciements aux membres de jury : Mme Guendouze N. et
Mme Fella S. d'avoir accepté de juger notre travail.*

*Nous remercions spécialement l'unité CO.G.B-LaBelle pour leur accueil, docteur Touzinet
Lamia et Les personnels de labo HPLC, infra rouge pour leurs aides, précieux conseils et
encouragements.*

*Un grand merci aux enseignants et professeurs de la faculté des Sciences de la Nature et de
la Vie de l'Université de Bejaia, qui ont éclairé notre chemin tout au long du parcours
universitaire par leurs précieuses expériences scientifiques.*

*Nous adressons nos sincères remerciements à tous nos collègues, amis et étudiants de
master.*

*Un grand merci à toutes personnes ayant participé de près ou de loin à notre formation et à
tous ceux qui nous ont apporté leurs soutiens et leurs encouragements durant la réalisation
de ce travail.*

Merci infiniment à tous.

Dédicaces

Tous les mots ne sauraient exprimer ma gratitude, mon amour, mon respect et ma reconnaissance.

Je dédie ce mémoire :

À ma très chère maman «Zohra» : celle qui m'a arrosé de tendresse et d'espoirs, tu es la source de vie, d'amour et d'affection qui m'a bénie par ses prières, tu n'as jamais cessé de m'encourager, de me soutenir et de m'épauler. Ceci est ma profonde gratitude pour ton éternel amour.

À mon très cher papa «Achour» : qui a consacré toute sa vie pour mon éducation, mes études, son amour a fait de moi ce que je suis aujourd'hui, que ce travail soit le meilleur cadeau que je puisse lui offrir.

A mon frère adoré «Amine» qui a toujours répondu présent, ton encouragement tout au long de mes années d'études, ton amour et ton affection, ont été pour moi l'exemple de persévérance.

A mes très chères sœurs «Meriem», «Fella» et «Dihya»: pour leur dévouement, leur compréhension et leur grande tendresse, qui en plus de m'avoir encouragé tout au long de mes études, m'ont consacré beaucoup de temps et qui par leurs soutiens, leurs conseils et leurs amours, m'ont permis d'arriver jusqu'ici.

A ma belle-sœur «Typhaine» ainsi qu'à mes deux beaux-frères «Djelloul», «Mehdi» et «Islam».

A mes très chers neveux que j'aime tellement et qui me manquent énormément «Neilla», «Nazim», «Koceila», «Massine», «Racim » et ma petite «Mouna».

A tous mes amis (es): Spécialement «Nadine», «Lydia», « Nesrine », «Kamillia», « Kahina », « Lamia Hamour », « Hanane », « Rania », « Samira », « Karima » et « Ahlem »

A toute ma famille paternelle et maternelle.

Et surtout à mon binôme Lamia Hammamouche, qui a partagée avec moi les moments difficiles pour réaliser ce travail.

Tinhinane

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail :

*À ma **mère** qui m'a soutenue et encouragée durant toutes ces années d'études. Qu'elle trouve ici le témoignage de ma profonde reconnaissance.*

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

*À mes très chers frères **NADJM-EDDIN & MOULOUD**.*

*À mes chères sœurs **NARIMENE et HANIA**.*

*À tous mes amis pour qui je souhaite plus de succès Rachida, Lamia, Kahina, Sonia ,Ines,Amel,Nawel,Merva ,Maissa , Lylia et surtout mon binôme
Nina.*

À ceux qui ont partagé avec moi tous les moments d'émotions lors de la réalisation de ce travail, ils m'ont chaleureusement supportée et encouragée tout au long de mon parcours.

Lamia HAMAMOUCHE

Liste des tableaux

Tableau	Titres	Pages
1	Composition chimique en acide gras de l'huile de soja.	4
2	Composition d'insaponifiable de l'huile de soja.	4
3	Caractéristique physique et chimique de l'huile de soja.	5
4	Moyenne de caractéristiques physico-chimique de 3 échantillons de l'huile brute de soja.	22
5	Résultats d'analyses physico-chimiques effectuées pour l'huile déémucilaginée.	23
6	Comparaison des résultats d'acidité, l'indice peroxyde et l'humidité de l'huile brute et l'huile déémucilaginée	25
7	Résultats d'absorbances à E_{232} et E_{270} pour les différents échantillons.	27
8	Résultats des analyses de (la couleur - la teneur en chlorophylle – teneur en B-carotène) de l'huile brute et déémucilaginée.	29
9	Résultats d'analyses d'indice de saponification sur l'huile brute et l'huile déémucilaginée.	31
10	Résultats des indices de qualité (E_{232}/E_{270} , acidité, indice de peroxyde) pour les différents échantillons.	32
11	Concentration d' α tocophérols des différents échantillons.	33
12	principaux pics et différentes absorbances des spectres obtenus pour les échantillons analysés.	36

Liste des figures

Figure	Titres	Pages
1	Réaction générale d'estérification des acides gras.	2
2	Schéma représentatif des étapes du raffinage chimique des huiles végétales brutes.	8
3	Structure générale d'un acide phosphatide.	9
4	Structure générale de phosphatidylcholine.	10
5	Réaction de dégommeage à l'eau.	11
6	Variation de l'indice de peroxyde de l'huile brute jusqu'au déémucilaginée (dégommée).	26
7	Evolution de l'acidité de l'huile brute jusqu'à la phase de déémucilagination.	28
8	Evolution de la teneur en pigments de l'huile brute vers l'huile déémucilaginée.	30
9	Spectres du balayage IR des échantillons déémucilaginées.	35
10	Superposition des spectres des échantillons analysés.	36
11	Superposition des spectres des échantillons de l'huile déémucilaginées analysés.	37
12	Superposition des spectres des échantillons déémucilaginées	37

Liste des abréviations

Ac : Acidité.

AG : Acide gras.

AGL : Acide gras libre.

H₃PO₄ : Acide phosphorique.

HB : Huile brute.

HD : Huile déémucilaginée.

HF : Huile finie.

HPLC : Chromatographie liquide haute performance.

IP : Indice peroxyde.

IR : Infrarouge.

IS : Indice saponification.

J : Jaune.

UV/ VIS : Ultraviolet/ visible.

KI : Iodure de potassium.

N : Nanomètre.

PC : Phosphatidylcholine.

PE : Phosphatidyléthanolamine.

PL : Phospholipide.

R : Rouge.

Sommaire

Introduction	1
--------------------	---

Chapitre I : Généralités sur les Corps Gras.

I. Définition	2
II. Composition d'un corps gras.....	2

Chapitre II : Huile de soja.

I. Définition	4
II. Composition de l'huile de soja.....	4
III. Principales constantes physico-chimiques de l'huile de soja.....	5
IV. Valeur nutritionnelle de l'huile de soja	5
V. Production de l'huile brute de soja	5
1. Prétraitement.....	5
2. Extraction	6
3. Raffinage.....	7

Chapitre III : La démucilagination.

I. Définition et but de la démucilagination	9
1. Le mécanisme d'élimination des phospholipides	9
2. Type de dégommege	10
3. Agents démucilaginant	12
4. Les Facteurs influençant la démucilagination.....	12

Chapitre IV : Matériel et méthodes.

I. Echantillonnage.....	14
II. Caractérisations physico-chimiques de l'huile brute et démucilaginée.....	14
1. Humidité	14
2. Détermination de la couleur	15
3. Détermination de l'indice de peroxyde	15

4.	Acidité.....	16
5.	Détermination des pigments.....	17
6.	Détermination de l'indice de saponification.....	18
III.	Détermination de l'absorbance spécifique dans l'ultraviolet-visible.....	19
IV.	Détermination de la teneur en tocophérols des huiles par chromatographie liquide haute performance (HPLC)	19
V.	Caractérisation spectrale de l'huile déémucilaginée.....	21

Résultats et discussion

I.	Caractérisation de l'huile de soja brute.....	22
II.	Caractérisation de l'huile déémucilaginée.....	23
III.	Etude de l'impact de l'ajout d'acide phosphorique	24
1.	L'humidité	25
2.	Indice de peroxyde	25
3.	L'absorbances spécifique à E_{232} et E_{270}	26
4.	Acidité	28
5.	Détermination de la couleur et des pigments	29
6.	Indice de saponification	30
IV.	Effet de la déémucilagination sur la qualité de l'huile brute	31
V.	Dosage des tocophérols	32
VI.	Analyses spectrales IR	33
	Conclusion.....	38

Références bibliographiques

Annexe

Résumé

Introduction

Les graisses, en quantité modérée, sont un composant essentiel du régime alimentaire. Elles apportent de l'énergie, des vitamines liposolubles et des acides gras essentiels. Ces acides gras essentiels doivent obligatoirement provenir de l'alimentation: graines végétales et graines animales. La graine de soja est l'oléagineux le plus riche en acide gras essentiels et l'huile de soja constitue 58% de la production mondiale des huiles et les produits qui sont dérivés de sa transformation appartiennent à la gamme des produits agroalimentaires les plus internationalisés (**Goacolou, 2004 ; Collomb et Mayor, 2007**).

En Algérie, la consommation annuelle est aux environs de 20 tonnes de graines de soja dont 10 sont importées d'Italie et les 10 autres sont collectées chez les agriculteurs qui font des essais dans la culture de cette légumineuse qui doivent être traitées avant l'utilisation pour améliorer leur qualité et garantir leur consommation, les produits obtenus dépendent de la qualité des matières premières, du procédé de fabrication, de la qualité de l'emballage et enfin des conditions de stockage (**Belaïd , 2021**).

Les huiles brutes obtenues sont généralement inconsommables puisqu'elles sont chargées d'impuretés variées telles que les débris végétaux, les insaponifiables, les phosphatides (gomme ou mucilage)... etc ces derniers ont une influence néfaste sur la qualité de l'huile et leur élimination nécessite une maîtrise de deux opérations : La démucilagination (dégommage) suivi de la neutralisation (**Nidzam et al., 2022**).

L'objectif de notre travail qui a été effectué au niveau de l'unité CO.G.B-LaBelle est d'étudier l'effet démucilagination et l'efficacité de certains paramètres (quantité d'acide phosphorique) tout en comparant quelques caractéristiques physico-chimiques de l'huile brute et de l'huile démucilaginée pour ressortir l'importance de cette étape de raffinage sur la qualité finale de l'huile. Etant donné que plusieurs auteurs ont confirmé que lorsqu'une huile n'est pas soumise à de bonnes conditions de conservation ou à un bon traitement, sa qualité peut se détériorer de diverses manières (hydrolyse, oxydation, peroxydation, rancissement...). Elle devient ainsi impropre à la consommation (**Ndeye, 2001; Dennis et al., 2006 ; Nidzam et al., 2022**). Sur cette optique le mémoire est construit comme suit : introduction, les chapitres un, deux et trois sont consacrés à une synthèse bibliographique sur les corps gras, l'huile de soja comme matière première et enfin la démucilagination, le chapitre quatre ou est présentée la partie expérimentale qui comporte les différentes méthodes d'analyses et la discussion des résultats obtenus et enfin nous avons terminé notre travail par une conclusion.

I. Définition

Les graisses et les huiles sont constituées de triglycérides résultants de la combinaison d'une unité de glycérol et de trois unités d'acides gras. Elles sont insolubles dans l'eau mais solubles dans la plupart des solvants organiques et ont une densité plus faible que celle de l'eau (Dennis et al., 2006).

II. Composition d'un corps gras

Un corps gras brut tel qu'on le rencontre à l'état naturel est constitué essentiellement de triglycérides environ 99%, de phosphatides et des insaponifiables (Roger, 1974).

a) Constituant majeurs :

➤ Les triacylglycérols :

Les triacylglycérols ou triglycérides sont les constituants majeurs des corps gras alimentaires (Alais et al., 2003).

Ce sont des esters d'acide gras et de glycérol, selon la réaction suivante illustré dans la figure1 :

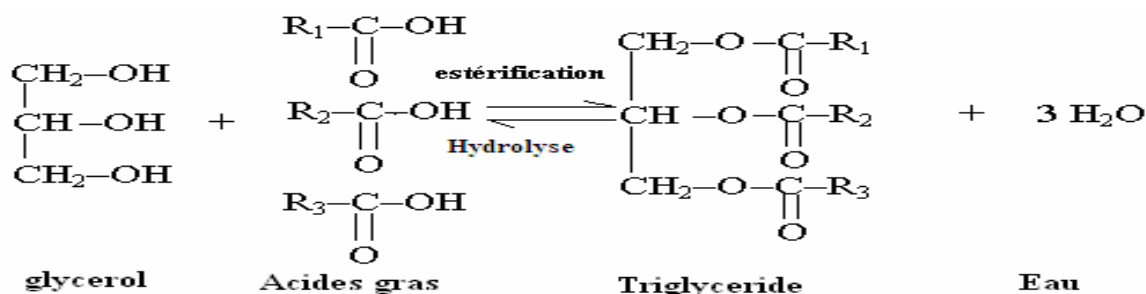


Figure 1 : Réaction générale d'estérification des acides gras (Gornay, 2006).

➤ Acide gras :

Il existe deux types :

▪ Acides gras saturés :

Ils sont solides, stables, dépourvus de doubles liaisons, ont pour formule générale $\text{C}_n\text{H}_{2n}\text{O}_2$, et pour formule semi développée : $\text{CH}_3\text{-(CH}_2)_n\text{-COOH}$. Dans les huiles, les acides gras les plus fréquemment rencontrés sont l'acide palmitique ($\text{C}_{16}:0$) et l'acide stéarique ($\text{C}_{18}:0$) la formule semi-développé de ce dernier est : $\text{CH}_3\text{-(CH}_2)_{16}\text{-CO}_2\text{-H}$ (Karleskind, 1992).

▪ Acides gras insaturés :

Ils sont liquides pourvus d'une plusieurs doubles liaisons, on distingue les acides gras

mono-insaturés (acide oléique) dont la formule semi-développé est : $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_7-\text{CH}=\text{CH}-(\text{CH}_2)_7-\text{CO}_2-\text{H}$ et les acide gras polyinsaturés entre autre on trouve : l'acide linoléique ($\text{C}_{18} : 2$), l'acide linoléique ($\text{C}_{18} : 3$) (**Karleskind, 1992**).

b) Constituants mineurs :

Ils représentent 0,5 à 2% de la masse d'huile. Ils renferment principalement les phospholipides et les insaponifiables (**Gornay, 2006**).

- **Phospholipide** : Substance naturelles provenant des graines végétales.
- **Les insaponifiables** : constituants non glycéridiques

Les insaponifiables sont des composés qui ne participent pas à la réaction de saponification; ils sont peu solubles dans l'eau et solubles dans les solvants organiques des corps gras.

Les insaponifiables contiennent des alcools divers (stérols, alcool gras, cires) des colorants (caroténoïdes, chlorophylles) des vitamines liposolubles, cétones et aldéhydes (**Pouzet, 1992 ; Grailles, 2003**).

Parmi les insaponifiables:

- **Stérols :**

Les stérols constituent la fraction la plus importante de l'insaponifiable de 30 à 60%. Ce sont des composés tétra-cycliques le plus souvent de 27 ou 28 atomes de carbones. Ils sont présents sous formes libres ou estérifiés. Les deux stérols les plus importants du règne végétal sont le β -sitostérol et le stigmastérol (**Chentel et Henri, 1977**).

- **Cire :**

Ce sont des esters d'acide gras et d'un alcool à longue chaîne aliphatique (**Naudet, 1992**).

- **Les vitamines liposolubles :**

Les vitamines sont des molécules organiques sans valeurs énergétique, ils sont indispensables au fonctionnement de l'organisme. Les vitamines A, D, E et K sont des vitamines liposolubles, elles sont apparentées aux lipides par leur insolubilité en milieu aqueux (**Olivier, 2005**).

- **Pigments :**

Un pigment est une substance qui absorbe la lumière visible. La notion de pigment est donc liée à la vision humaine (**Pouzet, 1992**).

I. Définition

L’huile de soja est un fluide de couleur jaune plus ou moins foncés suivant la nature des graines et les procédés d’extraction.

L’huile de soja issue de la graine de soja ou « soja » de la famille des légumineuses Papilionacées du genre Glycine max proche du haricot.

Le soja présente 8,5% d’humidité et composé de 36,5% de protéines, 30% de matières glucidiques, 20% de matières grasses, 5% de matières minérales.

Cette huile est particulièrement instable en raison de sa haute teneur en acides gras polyinsaturés et plus spécialement en acide gras α -linoléique c’est pourquoi elle est recommandée pour les assaisonnements (Pouzet, 1992 ; Cossut et al., 2002).

II. Composition de l’huile de soja

Cette huile est particulièrement instable en raison de sa haute teneur en acides gras polyinsaturés et plus spécialement en acide linoléique. (Roger, 1974).

➤ **Composition en acide gras :**

L’huile de soja contient des AG, ceux-ci sont regroupés dans le **tableau 1**.

Tableau 1 : Composition chimique en acide gras de l’huile de soja (COGB, 2020).

Acide gras	Nature	AG(%)
Acide palmitique	C16 :0	8-13,5
Acide palmitoléique	C16 :1	0-0,2
Acide stéarique	C18 :0	2-5,4
Acide oléique	C18 :1	17-30
Acide linoléique	C18 :2	48-59
Acide linoléique	C18 :3	4,5-11

➤ **Composition de l’insaponifiable :**

Les taux des insaponifiables dans l’huile de soja sont représentés dans le **tableau 2**.

Tableau 2 : composition d’insaponifiable de l’huile de soja. (COGB, 2020).

Type d’insaponifiable	Teneur en (mg/100gde corps gras)
Tocophérols	0,9-2,2
Stérols	1,5-3,8
Campestérols(exprimé en % stérols)	19
Stigmastérols (exprimé en % stérols)	24
Béta sitostérols (exprimé en % stérols)	57

III. Principales constantes physico-chimique de l'huile de soja

Les caractéristiques physiques et chimiques de l'huile de soja sont représentées dans le **tableau3**.

Tableau 3 : Caractéristique physique et chimique de l'huile de soja(COGB, 2020).

Caractéristique physico-chimiques	
Densité à 20°C	0,919-0,925
Indice de réfraction à 40°C	1,466-1,470
Indice de saponification (mg KOH/g huile)	189-195
Indice d'iode (wijs) (g I2/100g huile)	124-139
Insaponifiables (g/kg)	15 Max

IV. Valeur nutritionnel de l'huile de soja

L'huile de soja est une alliée santé qui mérite sa place dans l'alimentation variée et équilibrée. C'est une très bonne huile pour la cuisson, sans cholestérol, pauvre en graisses saturées et riche en AGI (acide gras saturé), en vitamine E et en une excellence source de protéines végétales riche en phytoestrogènes (Labouret, 2005 ; Collomb et Mayor, 2007).

V. Production de l'huile brute de soja

Les procédés d'obtention d'huile végétale dont l'huile de soja comprennent trois étapes : le prétraitement, l'extraction et le raffinage.

5. Prétraitement

C'est l'ensemble des opérations qui préparent la matière première à l'extraction.

➤ **Séchage :**

Le séchage a pour but de stabiliser microbiologiquement les graines (élimination de l'eau) à une teneur de 10 à 13% par plusieurs procédés ; naturels (séché au soleil), artificiels (four).

➤ **Nettoyage et triage :**

C'est l'élimination des corps étrangers pour ne pas nuire à la qualité finale par méthode de vannage ou tamisage. Le triage a pour but d'éliminer les graines défectueuses.

➤ **Maturation :**

Consiste à stocker la graine séchée dans un silo de 1 à 3 jours dans le but d'équilibrer l'humidité.

➤ **Concassage :**

Les graines sont concassées en 8 à 16 morceaux en passant à travers une série d'appareils.

➤ **Déglumage :**

Le déglumage a pour but de séparer la pellicule de la graine séchée et maturée en ajoutant un peu d'humidité à leur surface, cette eau sera absorbée ce qui provoque le détachement de la pellicule de la chair, celle-ci sera récupérée.

➤ **Conditionnement thermique :**

La chair est chauffée de 70°C à 100°C pour la ramollir afin d'éviter sa transformation en farine car le chauffage améliore la perméabilité de la paroi des cellules oléifères afin de séparer l'huile de la masse.

➤ **Broyage :**

La chair conditionnée sera broyée pour réduire les dimensions afin d'obtenir une granulométrie plus faible pour faciliter l'extraction.

6. Extraction

La qualité de la matière première (graine ou fruit) en entrée de processus est essentielle pour pouvoir garantir la qualité de l'huile produite.

L'extraction des huiles de graines ou de fruits oléagineux, ou trituration, regroupe les opérations mécaniques et/ou chimiques, qui vont conduire au déshuilage en optimisant le rendement et la qualité de l'huile obtenue.

Si le processus n'emploie que des opérations mécaniques (pression), les huiles peuvent être ultérieurement raffinées partiellement (par exemple, désodorisées) ou totalement (huile de pression raffinées).

La très grande majorité des huiles produites suit un processus comportant en plus une étape d'extraction par solvant à partir du résidu de pression. Pour certaines graines considérées comme peu riches en huile (< 25%), telles que le soja, l'étape de pré-pression mécanique n'est pas nécessaire ; l'huile produite ainsi par extraction au solvant doit systématiquement être raffinée.

Le mode d'obtention, par pression avec ou sans conditionnement thermique des graines influence l'aspect (couleur) et les teneurs en phospholipides et en constituants mineurs : la pression à froid favorise l'extraction des triglycérides en limitant celles des

phospholipides(PL) contrairement à une pression avec conditionnement thermique qui augment les quantités extraites de PL.

La comparaison d'huiles obtenues par pression et par extraction au solvant révèle que ce dernier procédé produit des huiles plus riches en composés mineurs (stérols, tocophérols) et en phospholipides (**Pagès, 2009 ; Carré, 2010**).

7. Raffinage

Les huiles obtenues par pressage et extraction des graines oléagineuses contiennent de nombreuses autres substances que les triglycérides, en proportions minoritaires (matières colorantes et odorantes, acides gras libres).

Si certaines d'entre elles ont un apport important comme les vitamines ou les stérols, d'autres ont un effet négatif sur la qualité et la conservation des huiles. Ces molécules peuvent donner un mauvais goût, un aspect indésirable et une mauvaise odeur. Ces substances doivent donc être éliminées des huiles végétales par le raffinage.

Le raffinage des corps gras met en œuvre une série d'étapes qui présentent chacune ses objectifs, afin de produire une huile de bonne qualité

Le raffinage des huiles brutes de soja est obligatoire 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.

Comme toutes les graisses et huiles, la qualité d'une huile de soja raffinée dépend de la qualité de l'huile à son état brute initial et de la qualité des fèves de soja dont elle a été extraite.

Un raffinage chimique est conventionnellement appliqué et comprend quatre étapes **Figure 2**.

Tout d'abord, le dégomme qui consiste à éliminer les résidus solides, les stérols et les lécithines conférant un goût amer. Puis, une neutralisation afin d'éliminer les acides gras libres. L'huile est ensuite décolorée à l'aide d'une terre décolorante, les traces métalliques, les stérols, les hydro-peroxydes et les pigments sont éliminés. La dernière étape est la désodorisation de l'huile au cours de laquelle les composantes olfactives et gustatives sont supprimées. Lors de cette étape des températures élevées (230-250°C) peuvent être atteintes. Des substances telles que les peroxydes, les pesticides, les tocophérols et autres matières volatiles peuvent être éliminées (**Wiedermann et Jaocs, 1981 ; Karleskind et Wolff, 1992 ; Gibon et Tirtiaux, 1998 ; Brevedanet al., 2000 ; Zufarov et al., 2008 ; Xavier, 2008**).

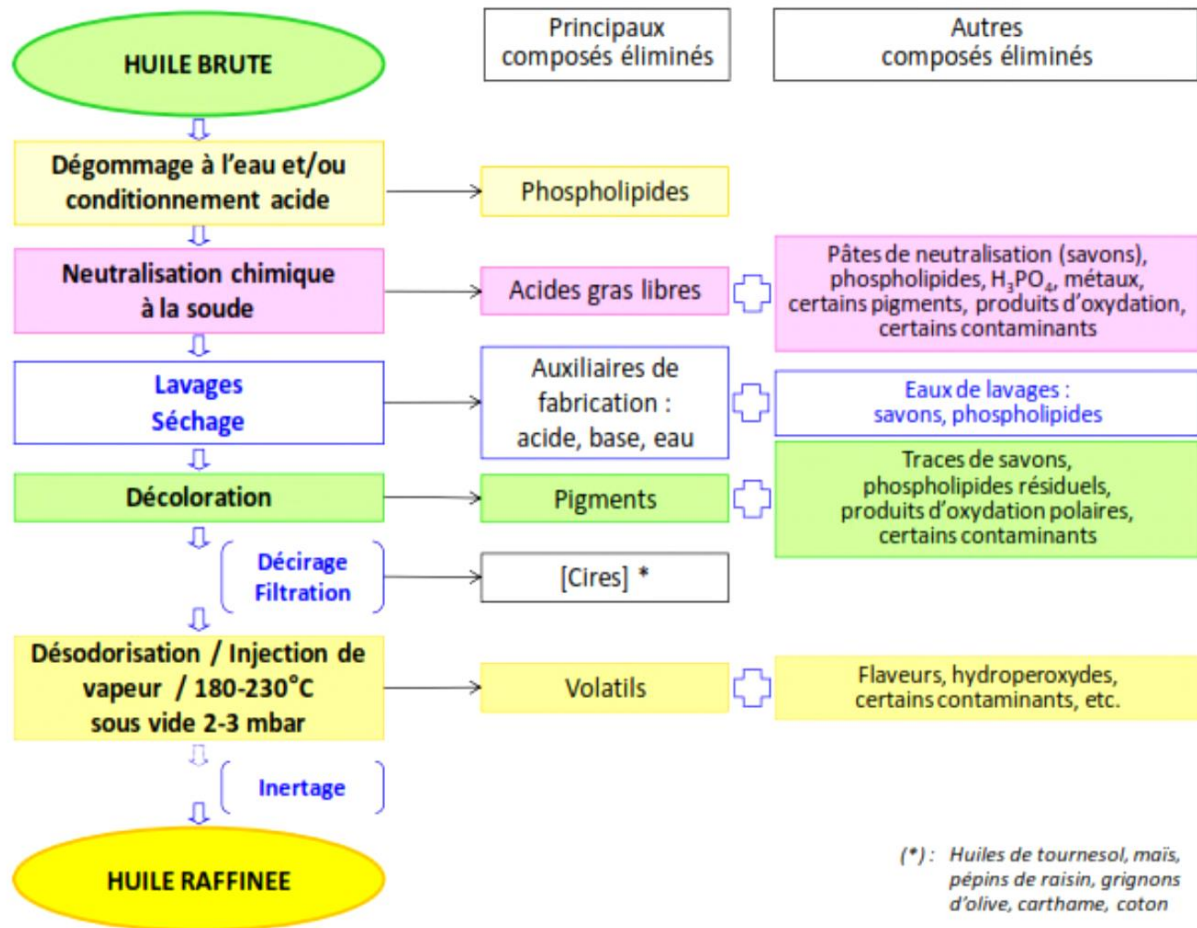


Figure 2 : Etapes du raffinage chimique des huiles végétales brutes (Aboutayeb, 2011).

Le raffinage permet d'obtenir une huile débarrassée de ses impuretés, dont la saveur est discrète et agréable, et qui présente toutes les garanties sur le plan de l'hygiène alimentaire (Aboutayeb, 2011).

I. Définition et but de la démucilagination

La démucilagination consiste à éliminer de l'huile brute les composés susceptibles qui ont une action nuisible au cours du raffinage, durant la conservation et l'utilisation de l'huile.

Elle sert à éliminer aussi les sucres libres et glycolipides, les pigments et notamment les chlorophylles. Il est indispensable, si l'on veut obtenir une huile de bonne qualité de les éliminer pour éviter des dépôts ultérieurs dans les bouteilles et la formation de mousse à la friture (Roger, 1974 ; Cossut, 2002).

Cette étape est nécessaire car les phospholipides forment en présence d'eau des précipités peu souhaitables dans le produit et provoquent des problèmes de coloration de l'huile au cours de son chauffage. Enfin, ils présentent une augmentation des pertes au raffinage.

1. Le mécanisme d'élimination des phospholipides :

Les phospholipides ou phosphatides présents dans l'huile brute, sont des substances naturelles provenant des graines végétales, ils constituent plusieurs classes de composés où entrent les acides gras, le glycérol, l'acide phosphorique et dans certains cas les bases alcooliques azotées ou les acides aminés. (Roger, 1974).

▪ Les phosphatides proprement dits (non azotés)

Ce sont les esters mixtes d'acide gras et d'acide phosphorique, la forme générale d'un acide phosphatidique est représentée sur la Figure 3.

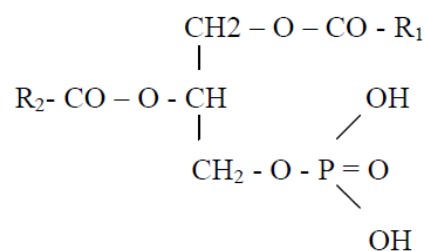


Figure 3 : Structure générale d'un acide phosphatide (Roger, 1974).

▪ Les phosphoglycérides (azotés) :

Ce sont des phosphatides dans lesquels un hydrogène libre de l'acide phosphorique est remplacé par un groupe amino-alcool (Boulanger *et al.*, 1979) Parmi lesquels on trouve :

• Phosphatidyl-choline (Lécithine).

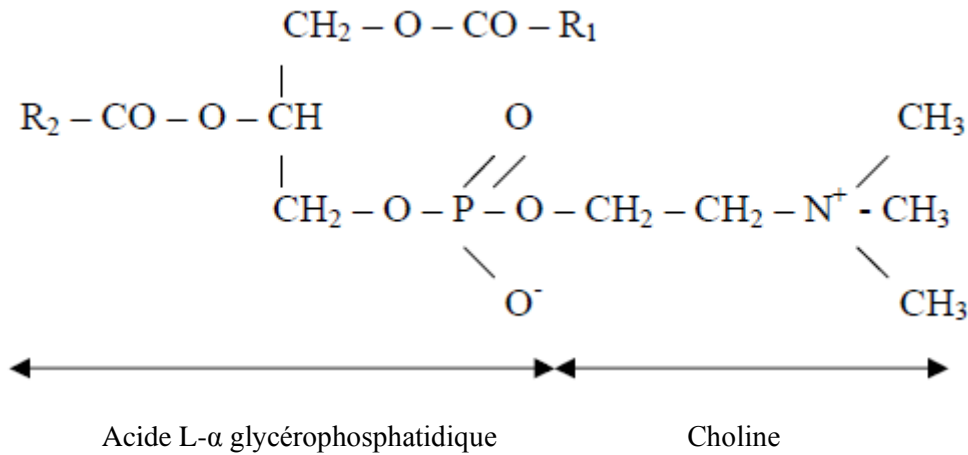


Figure 4 : Structure générale de phosphatidyl-choline (Louisot, 1980).

- **Céphalines :** phosphatidyl-éthanolamine, Phosphatidyl-sérine.

Il est important de les enlever totalement durant la démucilagination de l'huile brute pour que celle-ci reste limpide. De l'eau acidulée par l'acide phosphorique est ajoutée à cette dernière, préalablement chauffée aux alentours de 90°C provoquant ainsi la formation des mucilages (Substances présentes chez de nombreux végétaux qui gonflent au contact de l'eau donnant une solution visqueuse plus lourde que l'huile), Ces derniers sont éliminés dans un séparateur centrifuge (Cossut, 2002).

2. Type de dégommage :

➤ A l'eau :

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

Le dégommage à l'eau (**figure 5**) permet de produire de la lécithine de soja (lécithine alimentaire) car la principale source de la lécithine est l'huile de soja.

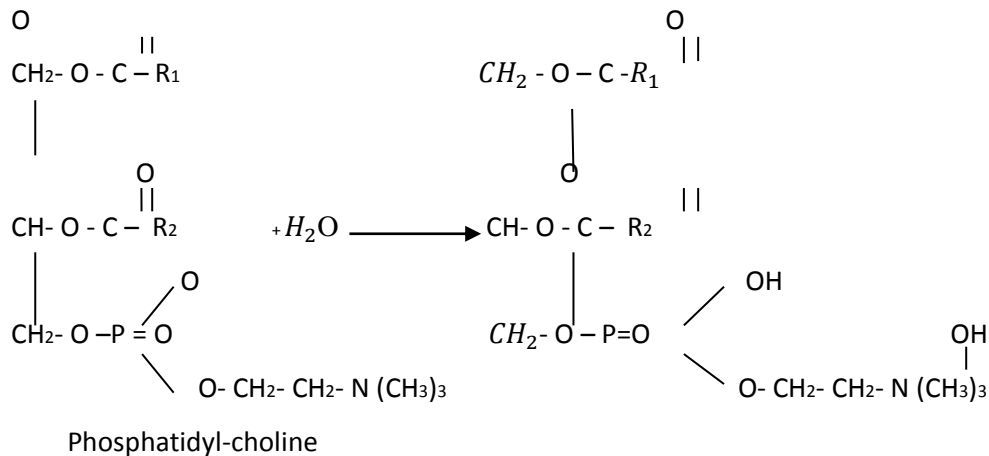


Figure 5 : Réaction de dégomme à l'eau (Karleskind, 1992).

➤ **A l'enzyme :**

La méthode la plus récente pour dégommer les huiles végétales est le dégomme enzymatique. Cette technique a été développée par Lurgi qui consiste à convertir les phospholipides non hydratables en phospholipides hydratables qui peuvent être éliminés avec les mucilages par centrifugation. L'enzyme utilisée est une phospholipase A1 (Lecitase Ultra).

Utilisation des enzymes dans des processus de raffinage industriel présente un certain nombre d'avantages par rapport aux catalyseurs chimiques, tels :

- Une spécificité du mode d'action.
- Une puissance catalytique élevée.
- Un travail dans des conditions modérées de température et de pH.
- Une réduction de la pollution.
- Un besoin en énergie réduit (Novozymes, 2004 ; Parmjital., 2010).

➤ **A l'acide :**

Il est basé sur un contact entre l'huile brute chauffée et une substance acide (**L'acide phosphorique**) saisissant les ions Ca²⁺ et Mg²⁺ présents dans l'huile pour transformer les sels de ces ions de phosphatides en phosphatides hydratables qui flocculeront et qui pourront se séparer par centrifugation (Garciani, 1999).

➤ **Micellaire :**

Ce dégomme met en œuvre les techniques membranaires. L'application de cette technique au raffinage des huiles ouvre de larges perspectives car ce sont des procédés simples, avec une faible consommation énergétique, facilement extrapolables, et ne nécessitent pas de produits chimiques additionnels. Plusieurs auteurs ont montré que

cette technique permet d'éliminer totalement les phosphatides, tout en retenant les pigments et certains acides gras libres (Ika Amalia, 2005).

3. Agents démulcinateurs :

Le choix des produits dépend : de la qualité des mucilages présents ; de la qualité de l'huile que l'on désire obtenir ; enfin de l'utilisation des mucilages séparés.

Plusieurs acides sont utilisés pour le démulcination mais l'acide phosphorique est largement utilisé car il se forme une liaison forte entre le groupement phosphates et les ions calcium, fer et magnésium.

On doit toujours s'assurer que les produits utilisés n'introduisent pas d'impuretés indésirables et qui sont eux-mêmes éliminés (Roger, 1974 ; Kovari, 2004 ; Ika Amalia, 2005).

4. Les Facteurs influençant la démulcination :

➤ Qualité des mucilages présents dans l'huile :

L'huile de soja contient des phosphatides hydratables et non hydratables, la proportion de ces derniers est élevée de 5 à 10%, La présence de sel de Phosphatidyl-éthanol-amine (PE) seul dans l'huile ne peut être éliminé par le démulcination à l'eau, cependant lorsqu'il est présent avec d'autres phosphatides hydratables tel que la Phosphatidyl-choline (PC), son élimination est plus au moins facile (Dijkstra, 1998).

➤ La température :

Les huiles ne peuvent jamais être chauffées au-dessus des températures nécessaires pour le traitement. La vitesse d'oxydation des huiles est approximativement triplée pour chaque augmentation de 10°C.

➤ Qualité et quantité d'eau :

L'utilisation d'une eau contenant des minéraux bivalents (calcium et magnésium) augmente le risque de formation des phosphatides hydratables (Kanamoto et al., 1981 ; Garciani, 1999).

➤ Temps de contact :

La réaction entre l'huile et l'acide immédiate et des temps de traitement excessivement longs provoque la formation de composés non hydratables (Mendez, 1999).

➤ **Agitation :**

Si on utilise une forte agitation, avec un temps de contact très court, ou une agitation modérée, avec un temps de contact plus long, on aura séparation des mucilages dans les deux cas.

Pour étudier l'effet des peroxydes sur la qualité de l'huile raffinée, l'huile brute et les conditions de la démulcination ont été sélectionnés et donnés par l'entreprise « COGB LABELLE », sachant que la quantité d'acide phosphorique a été aussi fixée à 0,625g.

I. Echantillonnage

Le prélèvement de l'huile brute a été effectué au niveau de l'atelier de la raffinerie COGB, au niveau de la pompe d'alimentation N°1 prévenant des bacs de stockage. Le schéma du processus de démulcination ainsi que la fiche technique de l'huile brute sont donnés en annexe.

Le dégomme de l'huile brute à l'échelle laboratoire a été effectué en suivant le protocole appliqué à grand échelle au niveau de l'entreprise. Cependant, le dégomme consiste à chauffer une quantité de 500g de l'huile brute à 80°C, sous agitation sur une plaque chauffante, puis verser une quantité de 0,625g d'acide phosphorique et laisser agir pendant 7 min et enfin verser 10mL d'eau de procédé chauffée à 85°C. C'est cette huile qui doit être analysée pour poursuivre les autres étapes du raffinage.

II. Caractérisation physico-chimiques de l'huile brute et démulcinée

Les analyses physico-chimiques effectuées sur l'huile brute et démulcinées:

1. Humidité :

➤ Définition :

C'est la perte en masse que subira un échantillon de l'huile après chauffage à 105°C exprimée en pourcentage de masse.

➤ Principe :

Est basé sur la détermination de poids d'une prise d'essai avant et après séchage à l'étuve à une température de 103°C pour une durée d'une heure de temps.

➤ Mode opératoire :

Dans un bécher de 100ml, peser à vide et noter son poids (P1) ; puis verser 2g d'huile dans le bécher et en notant le poids (P2).

Mettre cet échantillon dans une étuve réglée à une température de 105°C pendant une heure et le mettre ensuite dans un dessiccateur pour empêcher la reconstitution de l'humidité à nouveau.

A sa sortie de l'étuve peser et noter son poids (P3), tout en le remettant dans l'étuve jusqu'à ce que le poids (P3) soit stable.

- **La formule exprimant l'humidité est :**

$$\text{L'humidité} = \frac{(P1 + P2 - P3) * 100}{P2}$$

P1 : Poids du bécher à vide.

P2 : poids de l'huile à sécher.

P3 : poids de l'échantillon après séchage.

2. Détermination de la couleur : (ISO 15305, 1998)

➤ **Définition :**

La couleur de l'huile joue un rôle important dans l'évaluation de sa qualité au cours du processus du raffinage.

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

➤ **Principe :**

Cette méthode consiste à faire une comparaison entre la couleur de la lumière transmise à travers une certaine couche d'huile et la couleur de la lumière provenant toujours de la même source transmise à travers les lames colorées standardisées.

➤ **Mode opératoire :**

Verser l'huile à analyser dans une cellule en verre de cinq pouces que nous plaçons dans le colorimètre, la couleur de l'échantillon est déterminée par une meilleure comparaison possible avec les lames de couleurs standards.

3. Détermination de l'indice de peroxyde :

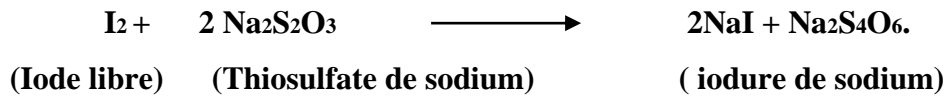
➤ **Définition :**

C'est la quantité de produit présente dans l'échantillon exprimée en milliéquivalent gramme d'oxygène actif par kilogramme de corps gras oxydant l'iodure de potassium. Cet indice nous renseigne sur le degré d'oxydation et d'altération des matières grasses.

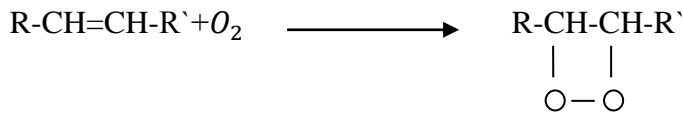
➤ **Principe :**

Consiste à un traitement d'une quantité d'huile en solution dans l'acide acétique (CH_3COOH) et le chloroforme (CH_2Cl_2) par une solution d'iodure de potassium (KI), le titrage

d'iode libéré se fait par une solution de thiosulfate de sodium ($Na_2S_2O_3$) en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré selon la réaction suivante :



- **La réaction d'oxydation est donnée comme suit:**



(AGL)

(Peroxyde)

- **Mode opératoire:**

Peser 2g d'huile puis ajouter 10 ml de chloroforme et 10ml d'acide acétique puis incorporer à cette solution 1 ml d'iodure de potassium (KI). Agiter la solution pendant 1 min et mettre à l'abri de la lumière pendant 5 min puis ajouter 75ml d'eau distillée et agiter vigoureusement en présence d'empois d'amidon. Titrer avec le thiosulfate de sodium ($Na_2S_2O_3$) à 0,02N jusqu'à l'apparition de la couleur transparente et parallèlement effectuer un essai à blanc (sans huile).

- **La formule exprimant l'indice de peroxyde :**

$$IP \text{ (még g O}_2 \text{ / kg MG)} = (N \times (V_1 - V_0) \times 1000 / P)$$

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 solution de thiosulfate de sodium.

P : prise d'essai en gramme.

IP : indice de peroxyde exprimé en milliéquivalent gramme d'oxygène actif par kilogramme de matière grasse.

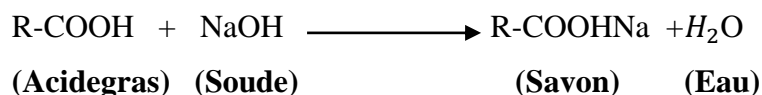
4. Acidité :

- **Définition :**

C'est le pourcentage d'acides gras libres exprimés conventionnellement selon la matière du corps gras : en acide oléique, acide palmitique et en acide uréique. il nous renseigne sur le degré de la fraîcheur des corps gras.

- **Principe :**

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



➤ **Mode opératoire :**

Introduire 75ml d'alcool éthylique neutralisé en présence de phénolphtaléine, puis peser 10g d'huile, chauffer et agiter le mélange pendant une min jusqu'à dissolution de l'huile, titrer par une solution de NaOH à 0,0365N jusqu'à une coloration rose permanente.

• **La formule exprimant l'acidité :**

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

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

N : La normalité de NaOH (0,0365N)

V : Volume de NaOH nécessaire pour la neutralisation.

m : La masse de prise d'essai.

5. Détermination des pigments :

a) Chlorophylle :

➤ **Définition :**

Les chlorophylles font partie d'un groupe de pigments tétra-pyrroliques avec des fonctions et des éléments structuraux communs. Elles sont caractérisées par un iso-cycle à cinq membres et par la présence d'un atome de magnésium complexé à leur centre. Les plus répandues et également les plus étudiées sont les chlorophylles "a" et "b" (OCL, 1988).

➤ **Mode opératoire :**

Le protocole adopté au dosage des chlorophylles est celui de (Minguera-Mosqueta et al, 1991). Une quantité de 7.5g d'huile est introduire dans une fiole de 25ml qui est ajustée avec du cyclohexane jusqu'au trait de jauge, puis agiter pendant 10 min. Une lecture spectrophotométrique est mesurée à une longueur d'onde de 670 nm qui correspond à la longueur d'onde où la fraction chlorophyllienne absorbe au maximum.

• **La formule exprimant la teneur en chlorophylle :**

$$(Mg / Kg) = A_{670} \times 10^6 / 613 \times 100 \times d$$

A : l'absorbance à la longueur d'onde 670nm.

613 : extinction spécifique de chlorophylle.

d : largeur de la cuve =1cm.

b) β -Carotène :

➤ **Définition des caroténoïdes :**

Les caroténoïdes sont des pigments naturels, largement répandus dans la nature. Ils sont à l'origine de teintes, jaune, orange et rouge. Ce sont des tétra-terpènes provenant de l'évolution du lycopersène, ils comprennent les carotènes et les xanthophylles. Le protocole adopté au dosage de b-carotène est le même que celui des chlorophylles.

• **La formule exprimant la teneur en b-carotène :**

$$(Mg / Kg) = A_{455} \times 10^6 / 2590 \times 100 \times d$$

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

2590 : Extinction spécifique de b-carotène.

d : largeur de la cuve =1cm.

6. Détermination de l'indice de saponification :

➤ **Définition :**

L'indice de saponification correspond au nombre de milligrammes de potasse nécessaires pour saponifier les acides gras contenus dans un gramme de matière grasse.

➤ **Principe :**

Si l'on traite un ester par de la potasse suffisamment concentrée et chaude, on régénère suivant une réaction totale d'alcool et le sel de potassium de l'acide puis on forme un ester.

➤ **Mode opératoire :**

Peser 2g d'huile à analyser que l'on introduit dans un ballon à Cole rode puis ajouter 25ml de solution KOH dans l'éthanol à 0,5 N avec trois pierres pence, porter le mélange à ébullition dans un chauffe ballon surmonté d'un réfrigérant à reflux pendant une heure. Après refroidissement récupérer le mélange en ajoutant quelques gouttes de l'indicateur coloré Phénolphaléine puis titrer la solution avec l'acide 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.

• **La formule exprimant l'indice de saponification :**

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

V0 : Volume en ml d'HCL utilisé pour l'essai à blanc.

V : Volume en ml d'HCL utilisé pour l'échantillon à analyser.

P : Prise d'essai en grammes.

N : La normalité de l'acide chlorhydrique HCL 0,5 N.

III. Détermination de l'absorbance spécifique dans l'ultraviolet- visible

La spectrophotométrie ultraviolette est basée sur les pouvoirs que possèdent certaines substances à absorber de l'énergie lumineuse. Les produits d'oxydation des huiles chauffées ont des spectres caractéristiques dans l'UV.

La méthode est fondée sur le fait que les hydro-peroxydes linoléiques absorbent à 232nm. Et que les produits non volatils de décomposition des hydro-peroxydes, représentés essentiellement, par des acides oxydés (en particulier des cétones insaturées) absorbent à 270nm.

La détermination des coefficients d'absorption spécifique (extinction spécifique) dans le domaine de l'ultraviolet est nécessaire pour l'estimation de la phase d'oxydation de l'huile. (Kiritsakis, et al. 2000). Selon la méthode décrite par règlement (CCE) N°2568/91, 0,1 g d'huile sont dissouts dans 10ml de cyclohexane. L'absorbance est mesurée à deux longueurs d'ondes 232nm et 270nm.

IV. Détermination de la teneur en tocophérols des huiles par chromatographie liquide haute performance (HPLC)

La composition des huiles en tocophérols est déterminée par chromatographie liquide haute performance (HPLC) ISO 9936:2012.

➤ Présentation de l'appareillage :

Les échantillons sont analysés par un système de chromatographie en phase liquide de type Dionex Ultimate 3000 pump, équipé d'un système de distribution qui est constitué de quatre différent modules.

Le premier module est un plateau c'est un support de flacons, il n'est ni alimenté d'un système du courant ni de système de communication, constituer de quatre flacons qui sont fabriqués d'une matière très résistante par rapport au solvant grade HPLC ainsi que certains

acides forts, ces derniers sont destinés à mettre des solvants de la phase mobile (dans notre cas la phase mobile est constituée de deux solvants : acéto-nitrile et méthanol).

Après le plateau, il ya la pompe qui est le cœur de l'HPLC, elle est quaternaire (de quatre voies), elle aspire la phase mobile des flacons et la ramène dans la tour d'injection, menée d'un dégazeur intégré à l'intérieur, son rôle est de dégazer la phase mobile avant de la mettre dans les flacons, une fois que les quatre voies sont dégazées la vanne au milieu fait le mélange par une pompe électrostatique d'aspiration. Le système opère en mode Isocrate à un flux de débit de 0,8 mL.min⁻¹, en parallèle, il ya un capteur de pression qui calcule la pression.

Le troisième module est un injecteur AUTO simple constitué à l'intérieur de trois treuilles, chaque treuille il a 40 positions, sont numérotées pour indiquer l'adresse de la position de l'échantillon dans logiciel.

Il est constitué aussi d'une aiguille son rôle est d'aspirer l'échantillon et d'une seringue qui est responsable du volume de l'injection et du rinçage à l'intérieur et à l'extérieur de l'aiguille. La seringue est alimentée à partir de la voie D ; le quatrième flacon du plateau qui est constitué de 60% de l'eau et de 40% de méthanol HPLC.

La phase mobile arrive dans la boucle de l'aiguille au niveau de la tour d'injection pour prélever l'échantillon et le diluer une autre fois, elle est ensuite injectée vers la colonne qui est un cylindre en acier inoxydable, constitué à l'intérieur d'une phase stationnaire adhérente de la silice là où s'effectue la séparation selon l'affinité entre l'échantillon ou la molécule à doser et la phase mobile et la phase stationnaire.

La mesure est faite par un détecteur UV-visible, les lectures se font par l'acquisition de points qui forment un chromatogramme pour cela il existe deux lampes ; une lampe pour UV appelé Deutérium et une lampe pour le visible nommée Tincstin..

➤ **Mode opératoire :**

La quantification de tocophérol est basée sur une méthode standard externe. Les standards de tocophérol (α -tocophérol) est mélangé en solution dans l'hexane (1 μ l/10ml) et injectés dans les mêmes conditions chromatographiques que les échantillons d'huile.

Pour ensuite réaliser cinq dilutions successives (3/10 ; 1/2 ; 4/5 ; 9/10 et 1) afin d'établir une courbe de linéarité.

L'échantillon (huile) a été préparé en diluant une quantité de 2 g de ce dernier dans 25 ml d'hexane puis filtré, ensuite 20 µl de la solution ont été injectés manuellement dans l'HPLC sur une Colonne analytique en phase normale.

La séparation des Tocophérols a été réalisée avec une élution isocratique de méthanol/acétonitrile (70v/30v) au débit de 0,8 ml/mn.

Le détecteur UV- visible a été mis à une longueur d'onde de 292 nm pour détecter les α tocophérols.

Des courbes de calibrage externe ont été préparées pour calculer les quantités de tocophérols présentes dans les deux échantillons d'huiles ($r^2 = 0,999$). Les échantillons ont été injectés en triple, les résultats ont été exprimés en mg de tocophérols par kg d'huile.

V. Caractérisation spectrale de l'huile démuçilaginée

➤ Définition :

La spectroscopie infrarouge (IR) permet d'identifier la présence de groupements chimiques spécifiques. Les liaisons entre atomes vibrent selon une fréquence spécifique qui dépend de la masse des atomes engagés et de la rigidité relative de la liaison. Ces liaisons absorbent des ondes infrarouges d'énergie spécifique selon la fréquence de leur vibration. L'analyse par spectroscopie infrarouge permet d'identifier les plages de fréquence d'absorption des infrarouges d'un échantillon et de déterminer par la suite les groupements fonctionnels.

➤ Principe :

Cette méthode est basée sur l'absorption d'énergie dans le domaine spectral infrarouge (Nombre d'ondes 400 à 4000 cm^{-1}). Les spectres obtenus présentent de nombreuses bandes d'absorption qui sont spécifiques à divers groupements atomiques. Cette technique peut donner des informations sur la nature, la réactivité et l'arrangement des groupes fonctionnels de surface.

Dans l'objectif d'étudier l'effet des peroxydes sur la qualité de l'huile produite par l'entreprise COGB-LABELLE, trois échantillons de l'huile brute ont été prélevés, démulcinés et analysés.

Le tableau (4) représente les résultats d'analyses physico-chimiques effectuées sur l'huile brute de soja.

I. Caractérisation de l'huile de soja brute

Les résultats d'analyses physico-chimiques effectuées pour l'huile brute de soja prélevé le : 11/04/2022 sont représentés dans le **tableau 4** :

Tableau 4 : Moyenne de caractéristiques physico-chimique de 3 échantillons de l'huile brute de soja.

Analyses effectuées	Résultats	Normes de l'entreprise
Humidité %	0,2128±0,01	1
IP (meqO ₂ /kg MG)	3,6±0,5	8-10
Absorbance dans l'UV	E232	3,493 ± 0,08
	E270	0,52 ± 0,09
AC%	0,58 ±0,01	1,5
IS (mg/g)	197,75 ± 1,97	191-192
Couleur	Jaune	70
	Rouge	1,8
Teneur en chlorophylle ppm	2,28	2-4
Teneur en β-carotène ppm	4,903	140

L'ensemble des résultats obtenus de la caractérisation de l'huile de soja à l'état brut confirme la conformité de cette huile par rapport aux normes internes fixées par l'entreprise, néanmoins, nous confirmons l'état peroxydé de l'huile de soja en se basant sur les spécifications de qualité recommandées par (**Platon, 1988**). Cet auteur confirme qu'il convient de noter qu'une bonne donnée d'appréciation est la valeur de l'extinction spécifique à 232nm. Cependant si E à 232 est inférieure ou égale à 3,0 la qualité est bonne et si E à 232

est supérieure à 3,0 la qualité est peroxydé. Comme, nous remarquons que l'huile à étudier est presque dépourvue des pigments nécessaires pour sa protection et sa résistance.

II. Caractérisation de l'huile démulcinée

Comme l'huile brute de soja est une huile d'extraction et de pression, l'étape de dégomme est nécessaire (**Denise, 1992**). Rappelons que la température de 80°C et le temps de contact 7 min Avec une agitation en présence d'acide phosphorique 0,625g , ont permis de dégommer l'huile et d'éliminer des composés indésirables déjà décrites en chapitre 3. Le **tableau 5** reporte les résultats d'analyses physico-chimiques effectuées sur cette huile.

Tableau 5 : Résultats d'analyses physico-chimiques effectuées pour l'huile démulcinée.

Analyses effectuées	Résultats			Normes de l'entreprise	
	HD (1)	HD (2)	HD (3)		
Humidité (%)	0,2857±0,01	0,9569±0,01	0,2339±0,01	0,5-1	
IP (meqO ₂ /kg MG)	6±0,4	7,7±0,3	12,7±1,1	/	
Ac (%)	0,94±0,07	0,95±0,08	0,68±0,07	0,10	
IS (mg/g)	192,84±4,9	192,02±0,1	190,03±0,9	192-194	
Couleur	Jaune	70,0	70,0	70	/
	Rouge	1,0	1,0	1,0	/
Teneur en chlorophylle ppm	1,8	1,16	1,29	/	
Teneur en β-carotène ppm	4,67	4,82	4,84	/	
Absorbance dans l'UV	E232	3,420±0,1	3,327±0,1	3,340±0,08	/
	E270	0,424±0,04	0,340±0,1	0,274±0,01	/

Les échantillons démulcinés présentent une humidité qui est conforme à la norme fixée par l'entreprise COGB-LABELLE. Selon les recommandations de NSPA

(National Soybean Processors Association) l'échantillon 3 est le plus intéressant car il contient moins de 0.3% d'humidité (**Platon, 1988**).

Nous constatons une augmentation d'acidité passant de 0,58 % pour l'huile brute à 0,94 %, 0,95% et 0,68 % pour le déémucilaginée 1,2 et 3. Ces résultats sont supérieurs à la norme fixée par l'entreprise ce qui explique l'effet de l'ajout d'acide phosphorique au cours de cette étape.

L'indice de saponification, qui indique la quantité en milligramme de potasse nécessaire pour saponifier un gramme de CG. Nous constatons que la valeur obtenue pour l'huile brute dépasse la norme par contre pour les échantillons déémucilaginées les valeurs sont dans la norme. Toutes fois nous remarquons une diminution d'indice de saponification de l'huile brute vers l'huile déémucilaginées.

Test de l'estimation de la couleur de l'huile déémucilaginée indique une intensité de la couleur jaune de 70(Unité d'intensité de couleur) de recherchée par l'entreprise, en revanche selon NSPA une spécification de couleur a été plafonnée à 50 max. Une diminution de l'intensité de la couleur rouge de l'huile brute est observée après la déémucilagination. Cette estimation est justifié par l'interprétation des résultats de la mesure des pigments correspond. Cependant, les résultats obtenus montre une diminution remarquable de la teneur en chlorophylle de l'huile brute (2,28ppm) vers l'huile déémucilaginées (1,8 / 1,16/ 1,29) ppm ; et une légère diminution de la teneur en β -carotène de l'huile brute (4,903ppm) vers l'huile déémucilaginées (4,67/ 4,82/ 4,84) ppm respectivement pour les trois échantillons analysés.

III. Etude de l'impact de l'ajout d'acide phosphorique

Pour estimer l'impact de l'ajout de l'acide phosphorique, une étude comparative a été réalisée entre l'huile brute et l'huile déémucilaginée. Ainsi, Les résultats d'acidité, d'indice de peroxyde et d'humidité de l'huile brute et l'huile déémucilaginée sont illustrés dans le **tableau 6**.

Tableau 6 : Comparaison des résultats d'acidité, l'indice peroxyde et l'humidité de l'huile brute et l'huile démucilaginée.

Analyses effectuées	Résultats				Normes de l'entreprise
	H.B	H.D			
		1	2	3	
Ac(%)	0,58±0,01	0,94±0,07	0,95±0,08	0,68±0,07	H.B =1,5Max H.D = 1,10Max
IP (MeqO ₂ /kg MG)	3,6±0,5	6±0,4	7,7±0,3	12,7±1,1	H.B=8-10
Humidité	0,2128	0,2857	0,9569	0,2339	H.B=1 H.D=0,5-1

1. L'humidité :

D'après les résultats obtenus, nous constatons chez l'huile brute présente une teneur en humidité très faible, ce qui reflète probablement les bonnes conditions de séchage des graines au cours de l'étape de préparation pour l'extraction, en revanche, il faut signaler selon **Platon (1988)**, un maximum du taux d'humidité de l'huile brute doit être à 0.3%.

Une légère augmentation de la teneur en humidité chez l'huile démucilaginée est observée, elle est alors engendrée par l'ajout de la quantité d'eau nécessaire à la démucilagination.

2. Indice de peroxyde :

L'indice de peroxyde détermine les hydro-peroxydes et constitue l'un des moyens les plus directs pour mesurer l'auto-oxydation lipidique (**Ryan et al, 1998**). L'indice de peroxyde, qui indique la teneur en peroxydes et hydro-peroxydes, produits primaires de l'oxydation des huiles, est l'un des indicateurs de qualité les plus courants des graisses et huiles. C'est un paramètre qui rend compte de l'historique de l'échantillon et qui peut aussi être prédictif de la durée de vie d'une huile (**Antolovich et al., 2001 ; Ruíz et al., 2001 ; Van Der Merwe et al., 2003 ; Yildiz et al., 2003**).

Variation de l'indice de peroxyde de l'huile brute jusqu'au démucilaginée (dégommée) est représenté dans **la figure 6**.

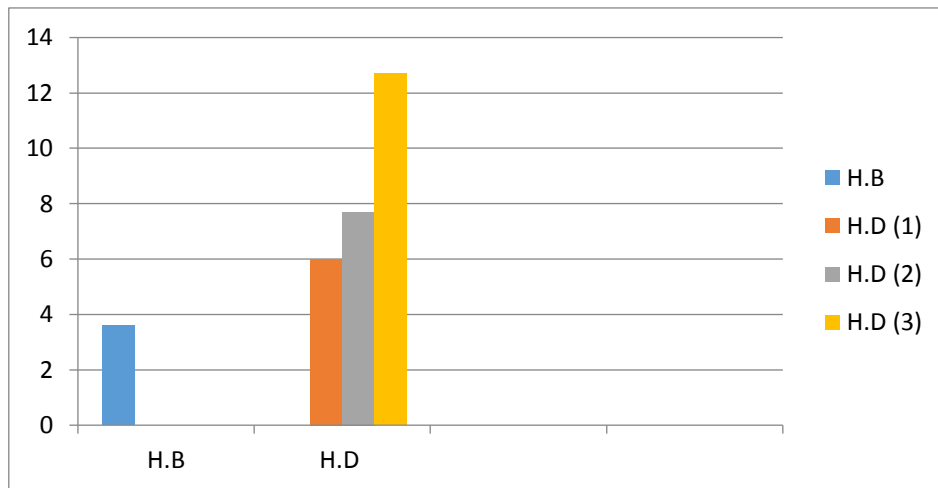


Figure 6 : Variation de l'indice de peroxyde de l'huile brute et démucilaginée (dégoimée).

- Les valeurs de l'indice de peroxyde obtenues pour l'huile brute et l'huile démucilaginée (1) et (2) sont inférieures à la norme cela veut dire que les échantillons analysés ne sont pas oxydés par contre les valeurs obtenues pour l'échantillon démucilaginée (3) sont supérieures à la norme cela veut dire que l'échantillon analysés est oxydé.
- L'évolution de l'IIP est plus importante dans l'huile brute, les phospholipides à des teneurs élevés sont donc des facteurs d'instabilité de la matière grasse.

3. L'absorbance spécifique à E_{232} et E_{270} :

La détermination des absorbances au voisinage de 232nm et au voisinage de 270nm d'un corps gras renseigne sur le degré d'oxydation. Les hydro-péroxydes absorbent au voisinage de 232nm et les produits secondaires d'oxydation tel que les aldéhydes et les cétones sont quantifiés à 270nm (Osawa *et al.*, 2007).

Les résultats d'absorbances à E_{232} et E_{270} pour les différents échantillons sont illustrés dans le **tableau 7**.

Tableau 7 : Résultats d'absorbances à E_{232} et E_{270} pour les différents échantillons.

Echantillons	E_{232}	E_{270}	E_{232}/E_{270}
H.B	3,493±0,08	0,522±0,09	6,829±1,4
H.D (1)	3,339±0,1	0,4245±0,04	8,094±0,6
H.D (2)	3,327±0,1	0,3405±0,1	10,2295±2,8
H.D (3)	3,34±0,08	0,274±0,01	12,092±0,4
H.F	3,44±0,05	2,257±0,01	13,402±0,6

- l'huile brute pour E_{232} présente une légère augmentation de l'absorbance par rapport aux valeurs obtenues pour l'huile déémucilaginée, donc l'huile brute représente l'étape de la propagation qui correspond à la formation des peroxydes.
- les valeurs obtenues d' E_{232} pour les différents échantillons de l'huile déémucilaginée ont tendances à diminuer par rapport à l'huile brute mais cela ne peut pas être associé à la décomposition des hydro-péroxydes (diminution de l'IP), mais cela peut être expliqué par le type d'hydro-péroxydes formés qui sont inactifs et restent stable après leurs formations.
- On constate que les résultats obtenus pour E_{270} des échantillons d'huile déémucilaginée semblent avoir les mêmes valeurs, alors que pour l'huile brute présente des valeurs d'absorbance importantes par rapport aux résultats précédant ceci coïncident avec les valeurs de l'indice de peroxyde qui ont tendance à augmenter de l'état brute à l'état déémucilaginé
- Cette augmentation de l'absorbance à 270nm chez l'huile brute est due à sa richesse en impuretés tel que les phospholipides, les AGL, le degré d'insaturation et même les conditions de conservation. La diminution des valeurs d'absorbances pour les échantillons déémucilaginés explique la diminution ou élimination de ces impuretés au cours de la phase de déémucilage.

4. Acidité :

L'acidité est un paramètre classique qui permet de caractériser les différentes huiles en évaluant la matière grasse. Ce paramètre détermine la teneur en acide gras libre résultant de l'hydrolyse des TG (Ben Yousef et al., 2012).

Evolution de l'acidité de l'huile brute jusqu'à la phase démucilagination est représentée dans la figure 7.

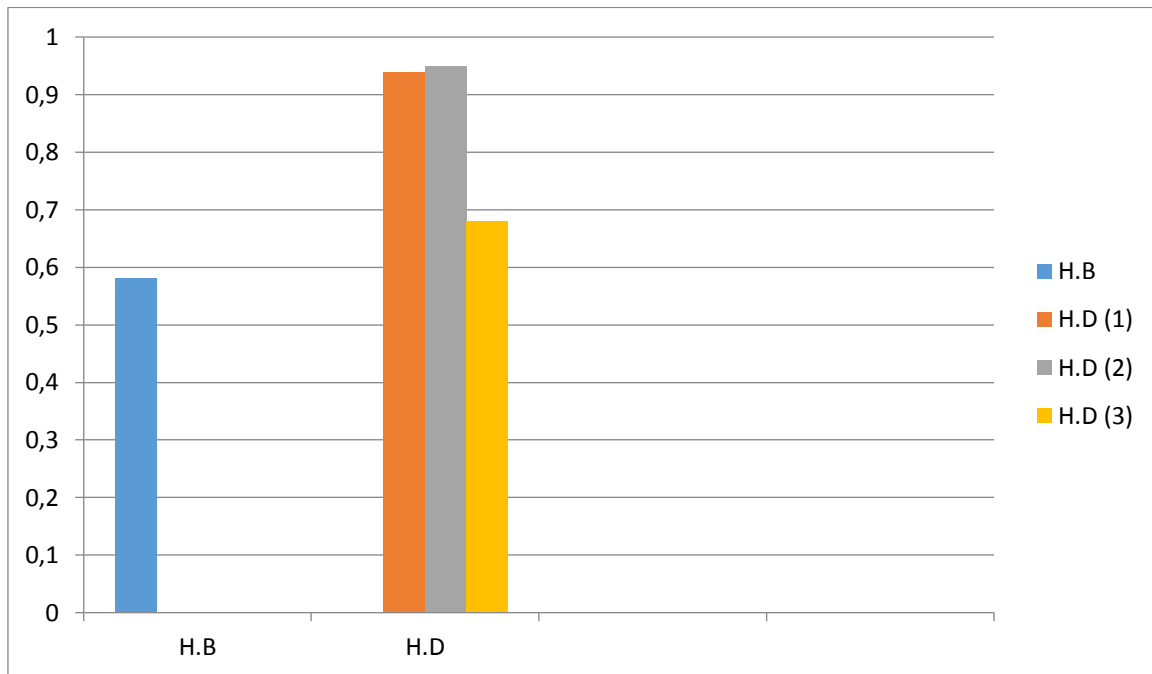


Figure 7 : L'évolution de l'acidité de l'huile brute jusqu'à la phase de démucilagination.

- Nous constatons que les résultats consignés dans le **figure 7**, nous remarquons que toutes les valeurs d'acidité exprimées en (% d'acide oléique) oscillent entre (0.58 et 0.95%) qui sont dans l'intervalle des caractéristiques de la qualité des huiles végétales qui est au maximum de 1.5%(H.B) et 1.1%(H.D), ce qui explique le bon déroulement des opérations d'extraction et de stockage, cela implique que l'huile peut subir les différentes étapes du raffinage pour être prête à la consommation. L'acidité légèrement augmentée dans l'huile démucilaginée par rapport à l'huile brute, est due à la présence d'acide phosphorique (solution H_3PO_4) qui est nécessaire à la réalisation de la démucilagination.
- une faible acidité de l'huile contribuerait non seulement à une meilleure qualité commerciale mais aussi à une meilleure résistance à l'hydrolyse spontanée qui se produit au cours du stockage.

5. Détermination de la couleur et des pigments :

Les chlorophylles et les caroténoïdes sont les principaux pigments de l'huile, ils sont responsables de sa couleur caractéristique. La couleur de l'huile est l'un des facteurs influençant le choix du consommateur, elle est considérée donc comme étant un paramètre de qualité (**Gandul-Rojas et Minguez-Mosquera, 1996**).

Les résultats des analyses (la couleur - la teneur en chlorophylle – teneur en β -carotène) de l'huile brute et démucilaginée sont illustrés dans le **tableau 7** :

Tableau 8: Résultats des analyses de (la couleur - la teneur en chlorophylle – teneur en B-carotène de l'huile brute et démucilaginée.

Analyses effectuées	H.B	H.D (1)	H.D (2)	H.D (3)	Normes
couleur	1,8 R 70J	1,0 R 70J	1,0 R 70J	1,0 R 70J	H.B : 3,5 R/ 70 J H.D : /
Chlorophylle (ppm)	2,28	1,8	1,16	1,29	H.B :2-4 H.D : /
β-carotène (ppm)	4,903	4,67	4,82	4,84	H.B : 140 H.D : /

Evolution de la teneur en pigments de l'huile brute vers l'huile démucilaginée est illustré dans la **figure 8**.

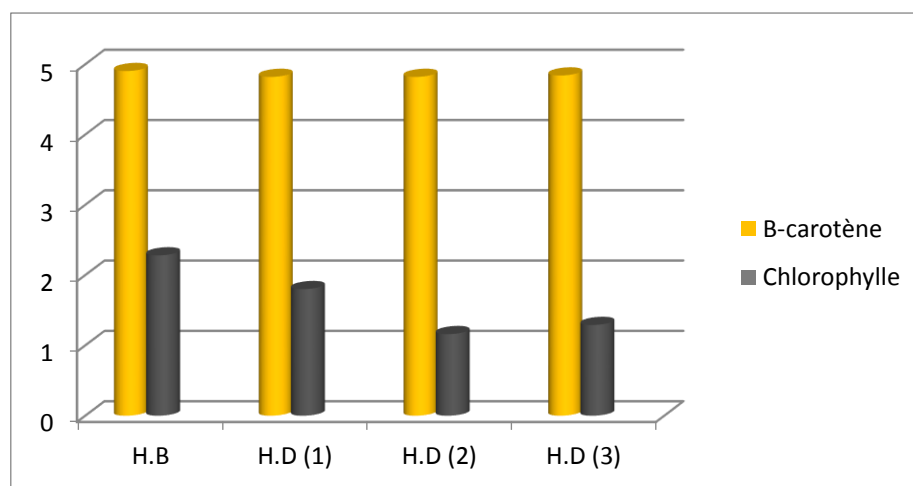


Figure 8 : Evolution de la teneur en pigments de l'huile brute vers l'huile démucilaginée.

Les résultats obtenus pour ses analyses nous renseignent que la couleur rouge reflète sur la teneur en chlorophylle et la couleur jaune reflète la teneur en b-carotène.

La teneur en chlorophylle et l'intensité de la couleur rouge de l'huile brute de soja sont plus élevée à celle de l'huile déémucilaginée. Par contre la teneur en b-carotène et intensité de la couleur jaune est resté pratiquement stable.

Tous les échantillons déémucilaginés analysés présentent une diminution de la teneur en chlorophylle et de l'intensité de la couleur rouge ce qui explique que le dégommage a une influence sur la diminution de la quantité des chlorophylles ; selon (**Loussert et Brousse, 1978**) ont signalé que la teneur en chlorophylle a tendance à diminuer avec la progression du processus du raffinage.

6. Indice de saponification :

L'indice de saponification est par définition la quantité en milligramme de potasse nécessaire pour saponifier un gramme de CG. Pour un poids donné de TAG, la quantité de potasse nécessaire pour la saponification augmente avec la diminution de la longueur des chaînes d'AG. L'indice de saponification renseigne sur la longueur moyenne des chaînes d'AG constitutifs de CG (**Mordet, 1992**). Il est inversement proportionnel à la longueur des chaînes des AG estérifiant le glycérol (**Adrian et al., 1998**).

Les résultats d'analyses d'indice de saponification sur l'huile brute et l'huile déémucilaginée sont illustrés dans le **tableau 8**.

Tableau 9 : Résultats d'analyses d'indice de saponification sur l'huile brute et l'huile déémucilaginée.

Échantillons analysés	IS (mg/g)	Normes (mg/g)
H.B	197,75 ± 1,97	191-192
H.D (1)	192,84±4,9	192-194
H.D (2)	192,02±0,1	
H.D (3)	190,03±0,9	

- La diminution de l'indice de saponification de l'état brute vers l'état démucilaginée serait due à la formation de polymères par pontage intermoléculaires des TG oxydés (Perrin, 1992). Elle serait également due à la polymérisation des AG signalée par (Miller et Whitte, 1988)

IV. Effet de la démucilagination sur la qualité de l'huile brute :

Les résultats des indices de qualité (E_{232}/E_{270}), acidité et indice de peroxyde) pour les différents échantillons sont illustrés dans le **tableau 10**:

Tableau 10 : Résultats des indices de qualité, acidité, (E_{232}/E_{270}) et indice de peroxyde) pour les différents échantillons.

Echantillons	AC (%)	IP	E_{232}/E_{270}
H.B	0,58±0,01	3,6±0,5	6,829±1,4
H.D (1)	0,94±0,07	6±0,4	8,094±0,6
H.D (2)	0,95±0,08	7,7±0,3	10,2295±2,8
H.D (3)	0,68±0,07	12,7±1,1	12,092±0,4

- l'extinction spécifique a 232 nm et 270nm d'une huile peut être considéré comme une image de son état d'oxydation, plus son extinction a 232nm est forte plus elle est peroxydé, de même plus l'extinction a 270nm est forte plus elle est riche en produit d'oxydation secondaire ce qui traduit une faible aptitude a la conservation.
- La détermination de l'extinction spécifique peut donc venir en complément de la détermination de l'indice de peroxyde.

V. Dosage des tocophérols

Les tocophérols (regroupés sous la dénomination de vitamine E) sont les antioxydants des huiles végétales. Leur activité antioxydante est due à la possibilité de donner leur hydrogène phénolique aux radicaux lipidiques libres retardant ainsi les réactions de propagation (**Burton et Ingold, 1981 ; Kiokias et al., 2008 ; Seppanen et al., 2010**).

Le Codex Alimentarius fixe la teneur en α -tocophérol dans l'huile de soja est entre 9-352 mg.kg⁻¹.

Les tocophérols sont séparés en fonction de leur affinité pour la phase stationnaire et la phase mobile. Le détecteur de fluorescence (Agilent série 1100) est fixé à 290 nm pour la longueur d'onde d'excitation et à 330 nm pour la longueur d'onde d'émission.

Les concentrations d' α -tocophérols de différents échantillons sont illustrées dans le **tableau 11**.

Tableau 11 : Concentration d' α tocophérols des différents échantillons.

Echantillons	Concentration $\mu\text{l/ml}$
H.B	5948,33
H.D(1)	1007,83
H.D(2)	1146,33
H.D(3)	1894,83
H.F	3243,33

- D'après les résultats obtenus on constate qu'il y'a une perte d' α -tocophérol au cours du raffinage.
- L'huile brute contient une quantité importante d' α -tocophérol et celle-ci diminue au cours de la déémulsion.

VI. Analyses spectrales IR

Il existe différentes classes de composés chimiques contenant des unités structurales absorbant essentiellement la radiation IR à des fréquences et intensités similaires. Il semble donc que la présence dans un spectre de certaines fréquences caractéristiques puisse être

considéré comme significative de la présence d'un groupe chimique donné (Mckelvy *et al.*, 1996 ; Dalibart et servant, 2000).

Les spectres obtenus du balayage effectué dans l'IR des échantillons analysés sont présentés dans l'annexe.

➤ **Caractérisation des spectres IR :**

• **[3000-2800] cm^{-1} :**

Cette partie du spectre est caractéristique des vibrations d'élongation du type C-H ainsi trois bandes sont détectées l'une à $2852cm^{-1}$ elle est attribuable à la vibration d'élongation asymétrique du groupement CH_2 , une autre est à $2923cm^{-1}$ celle-ci est associée à l'élongation asymétrique du groupement CH_3 ainsi la dernière a été détectée vers $3000cm^{-1}$ correspondant à au groupement HC=CH ou C=CH (Guillén et Cabo, 2000 ; Contreras *et al.*, 2010)

• **[1755-1700] cm^{-1} :**

Cette partie du spectre est caractéristique des vibrations d'élongation du type C=O des esters est visible vers $1746cm^{-1}$. sachant que le groupe carbonyle C=O fait partie d'un groupe carbonyle ester de triglycéride selon D'après les spectres enregistrés, ces bandes sont moins intenses chez les différents échantillons de l'huile démuçilaginée et l'huile finie par rapport à l'huile brute, On déduit alors que l'huile brute est plus riche en acides gras et en esters (Safar, 1994 ; Whittinghill *et al.*, 1999 ; Guillén et Cabo, 2000).

• **[1500-1450] cm^{-1} :**

Cette partie du spectre est caractéristique des vibrations d'élongation du type C=C cette bande correspond aux groupements aromatiques.

• **[1380-1370] cm^{-1} :**

Cette partie du spectre est caractéristique des vibrations d'élongation du type C – NO_2 cette bande correspond aux groupements nitro (aliphatiques).

• **[1300-1200] cm^{-1} :**

Cette partie du spectre est caractéristique des vibrations d'élongation du type C-O cette bande correspond aux groupements acides.

• **[1200-1125] cm^{-1} :**

Cette partie du spectre est caractéristique des vibrations d'élongation du type C-O cette bande correspond aux alcools tertiaires.

- $[1085-1050]cm^{-1}$:

Cette partie du spectre est caractéristique des vibrations d'élongation du type C-O cette bande correspond aux alcools primaires.

- $[968]cm^{-1}$:

Cette partie du spectre est caractéristique des vibrations d'élongation du type =C-H cette bande correspond aux groupements acides gras insaturés selon (Wolf, 1963).

- $[723]cm^{-1}$:

Cette partie du spectre est caractéristique des vibrations d'élongation du type CH_2 .

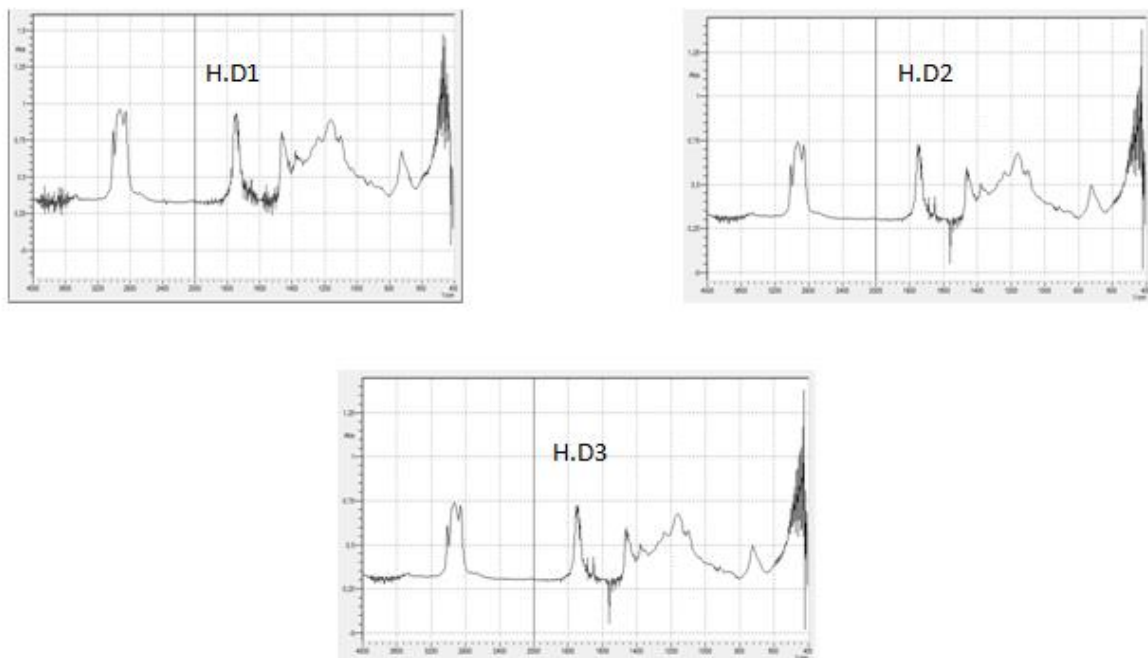


Figure 9 : Spectres du balayage IR des échantillons démucilaginés.

Les principaux pics et différentes absorbances enregistrés sont identifiés selon (Poré et Rasori, 1984 ; Safar et al., 1994 ; Guillén et Cabo, 2000) et résumés dans le tableau ci-après :

Tableau 12 : Les principaux pics et différentes absorbances des spectres obtenus pour les échantillons analysés.

Nombre d'ondes (cm^{-1})	Type de liaison	Absorbances				
		H. B	H.D			H.F
			(1)	(2)	(3)	
723	CH_2	0,335	0.496	0.678	0.555	0,442
968	$=C-H$	0,271	0.391	0.501	0.399	0,332
1050	C-O	0,300	0.439	0.573	0.452	0,739
1085	C-O	0,352	0.533	0.717	0.582	0,482
1125	C-O	0,365	0.561	0.751	0.625	0,513
1200	C-O	0,367	0.565	0.765	0.644	0,516
1300	C-O	0,319	0.471	0.624	0.500	0,410
1370	$C - NO_2$	0,317	0.479	0.644	0.519	0,421
1380	$C - NO_2$	0,322	0.483	0.643	0.519	0,425
1450	C=C	0,350	0.542	0.730	0.610	0,251
1500	C=C	0,220	0.318	0.378	0.308	0,491
1745	C=O	0,412	0.713	0.934	0.993	0,623
1750	C=O	0,423	0.659	0.885	0.830	0,717
2852	CH_2	0,444	0,724	0.946	0.939	0,710
2923	CH_3	0,451	0.736	0.962	0.976	0,731
3000	HC=CH ou C=CH	0,371	0.557	0.744	0.603	0,495

Les principaux pics et différentes absorbances enregistrés sont superposés et présentés dans les **figures 10-11-12**.

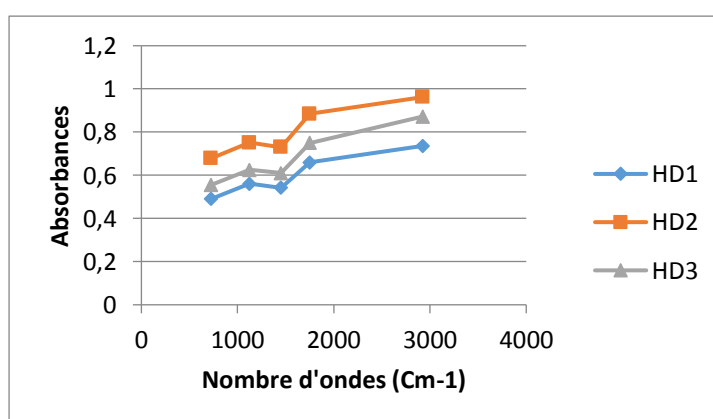


Figure 10: Superposition des spectres des échantillons de l'huile démuçilaginées analysés.

D'après la superposition des spectres des trois échantillons de l'huile déémucilaginées nous constatons apparition de nombreux pics a des nombres d'ondes identiques avec une petite variation de l'absorbance, cela est peut être due a la variation dans l'indice de peroxyde des échantillons.

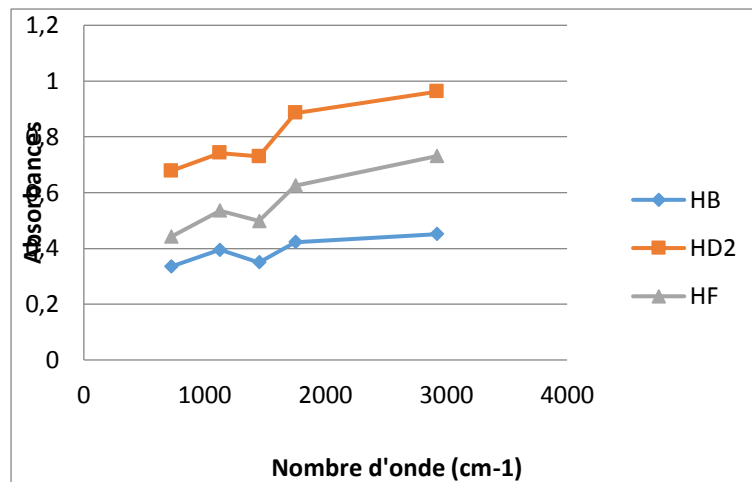


Figure 11: Superposition des spectres des échantillons analysés.

D'après la superposition des spectres des trois échantillons de l'huile brute, déémucilaginée(2) et finie nous constatons l'apparition de nombreux pics a des nombres d'ondes identiques avec une variation de l'absorbance. Nous remarquons une augmentation d'absorbance à partir de l'huile brute vers le déémucilaginée (2) et une diminution de ces absorbance à partir de l'huile déémucilaginée (2) vers l'huile finie.

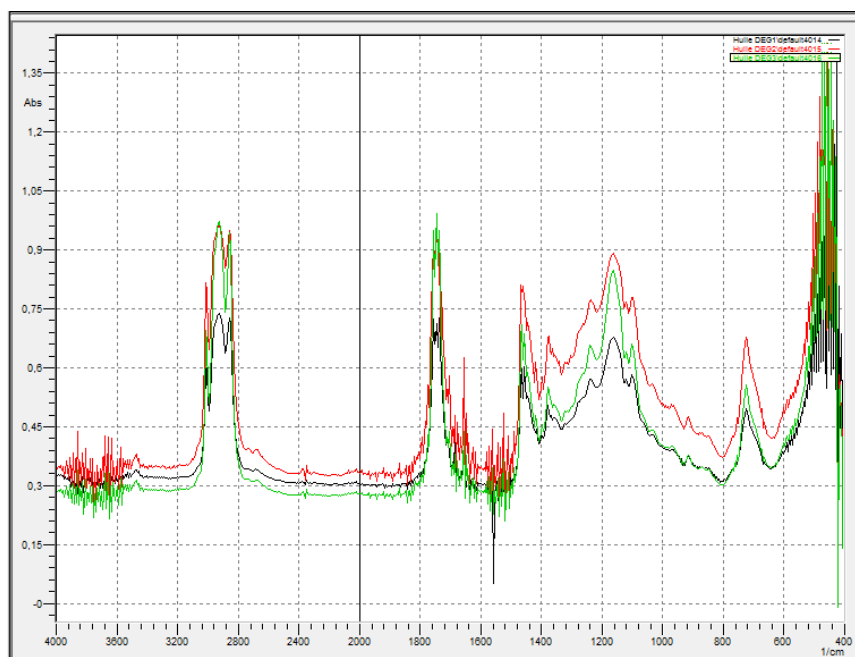


Figure 12: Superposition des spectres des échantillons déémucilaginés.

L'industrie des corps gras constitue un investissement important vu la diversité des produits qu'il en ressort et des matières premières utilisées.

Le souci major de l'industriel est de produire de l'huile avec un fort rendement tout en préservant les qualités nutritionnelles en termes de sa constitution essentielle en triglycérides.

L'objectif principal de notre étude porte sur l'effet de la démucilagination et l'efficacité de la dose d'acide phosphorique tout en comparant quelques caractéristiques physico-chimiques de l'huile brute et de l'huile démucilaginée pour ressortir l'importance de cette étape. Cependant une seule concentration d'acide phosphorique a été choisie.

Les résultats d'analyses physico-chimiques (indice de peroxyde, acidité, humidité, indice de saponification, couleur, pigments) obtenus pour l'huile démucilaginée de soja par l'entreprise COGB-La Belle et les tests effectués au niveau du laboratoire de l'université en utilisant la spectroscopie infrarouge, la spectroscopie UV/VIS et la chromatographie haute performance, relèvent l'intérêt de la démucilagination en tant qu'une étape qui conditionne la réussite du raffinage et de la maîtrise de la qualité de l'huile finie.

A travers les résultats obtenus, nous soulignons deux points clés de suivi de l'efficacité de la démucilagination et ou le dégommeage des huiles végétales :

1/-La mesure de l'extinction spécifique de l'huile à l'aide d'un spectrophotomètre UV/VIS à une longueur d'onde de 232 nm ;

2/-La caractérisation spectrale de l'huile au cours du processus de raffinage à l'aide de la spectroscopie infrarouge par balayage de 400 à 4000 nm.

Toutefois, nous constatons que ce sont des outils d'appréciation de qualité. La spectroscopie UV/VIS et IR se sont des méthodes instrumentales les mieux adaptés à l'analyse et à la caractérisation des huiles alimentaires vue la rapidité et la nature de l'information spectrale qu'elles permettent d'acquérir.

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 démucilagination.

Toutefois, nous interpelons la communauté scientifique à se focaliser sur :

-Le suivi de la qualité de l'huile de la graine à la table.

- La caractérisation des contaminants possibles de l'huile brute ;

-L'impact de l'utilisation des hautes températures des étapes du raffinage sur la qualité nutritionnelle de l'huile raffinée commercialisée en terme de dosage de deux contaminants à savoir :

-Les hydrocarbures aromatiques polycycliques,

-Les esters glycériques plus précisément les esters en 3-monochloropropane-1,2-diol.

A

Alais C. ; Linden G. et Miclo L. (2003) : Biochimie alimentaire. Edition : Dunod, Paris : 55p.

Aboutayeb R. (2011) : Raffinage de l'huile brute. Edition azaquar.p1.

Antolovich M. ; Prenzler P.D. ; Patsalides E. ; McDonald S. et Robards K. (2002) .Methods for Testing Antioxidant Activity .127 (1):pp.183-98.

Adrian J. ; Dan Villier et Potus J. (1998) : Introduction à l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaire. Edition : Tec.et.Doc.,Paris.

Anonyme (2002) : AMSOL (Industrie des semences de plantes pléoprotéagineuses). L'huile de tournesol : un partenaire de notre alimentation quotidienne. Février 2002.

B

Bélaïd D. (2021) : L'agriculture en Algérie.pp1-264.

Brevedan M.I.V. ; Carelli AA. et Crapiste GH. (2000) :Changes in composition and quality of sunflower oils during extraction and degumming, pp.417-423.

Boulangier P. ; Polonovski J. ; Biserte G. et Autrevaux M. (1979) : Abrégé de biochimie médicale, édition : Masson, Paris.pp.67-78.

C

Collomb V. et Mayor M. (2007): Le soja, la reine des légumineuses Edition :Haute école de santé

Genève filière diététique, pp.1-4.

Carré P. (2010) : Communication personnelle –programme Optim'oils.

Cossut J. (2002) :Les corps gras entre tradition et modernités. Projet réalisé à l'industrie agroalimentaire de Lile.pp;30-31.

Cheftel et Henri. (1977) : Introduction à la biochimie et la Technologie des aliments, Tec.et.Doc.Lavoisier, pp.243-265.

COGB (2020): Composition.Fiche technique N° Réf MP-001.COGB,1p.

Contreras M.P. et Avula R.Y. (2010): Evaluation of Nano Zinc (ZnO) for surface Enhancement of ATR-FTIR Spectra of butter and spread. Food bioprocess Technol. 3: 629-635.

D

Dennis et al. (2006) : Food Fats and Oils. Institute of Shortening and Edible Oils. Inc. Ninth édition.

Dilmi-bouras A. (2004) : Biochimie alimentaire, édition : Office des publications universitaires. pp.36-72.

Denis J. (1992) : « Raffinage des corps gras », In : manuel des corps gras Tome 2, ed. Tec. Doc. Paris, Lavoisier, pp.789-842.

Dijkstra A. (1998) : Degumming revisited. OCL 15(5), pp.367-370.

G

Gornay J. (2006) : Transformation par voie thermiques de triglycérides et d'acide gras. Application à la valorisation chimique des déchets lipidiques. Thèse doctorat en génie des procédés. Ecole nationale supérieure des industries chimiques, Nancy. pp9-12.

Graille J. (2003) : Lipides et corps gras alimentaires, édition : Tec. et Doc, Lavoisier, Paris : pp.23-366.

Gibon V. et Tirtiaux A. (1998) : Un raffinage S.O.F.T.

Goacolou J. (2004) : Les huiles alimentaires. p1.

Guillén MD. et Cabo N. (2000) : Some of the most significant changes in the Fourier transform infrared spectra of edible oil under oxidative conditions. pp.2028-2036.

I

Ika Amalia K. (2005) : Nouveau procédé de fractionnement des graisses de Tournesol. Thèse de doctorat: Toulouse, Institut polytechnique de Toulouse. 288p.

(ISO 15305, 1998)

J

Julien (2005): Biographie de Soja.

Joyce (1983) : Synergie et acides gras – XXI e siècle : *une ère nouvelle pour les lipides.*

K

Karleskind A. (1992) : Manuel des corps gras.Tome 2, Editions Tec et Doc, Lavoisier : Paris, pp.1571-1578.

Kovari K. (2004) : Recent developments, new trends in seed crushing and oil refining. OCL,11(8), pp.381-387.

Kiritsakis, A.K. et Christie, W.W. (2000) : Analysis of Edible Oils. In: Handbook of Olive Oil – Analysis and Properties – An AspenPublication, Aspen Publishers, Inc., Gaithersburg, Maryland,USA, 129-158.

L

Linder G. et Lorient D. (1994) : <Biochimie agro-industrielle>, Edition Masson, Paris, pp95-338.

Loussert et Brousse (1978) : L'olivier. Ed. Maisonneuve, Paris.

Labouret P (2005). Les huiles alimentaires. Vegetal oils : The different advantages of different oils in health, pp : 1-6.

M

Miller L.A. et White P.J. (1988) :High temperature stabilities of low linolenate, highstearate and common soybean oils. J.A.O.C.S. (8),pp.1324-1326.

Mordret F. (1992) : Analyse des corps gras. In : Manuel des corps gras. Edition : Tec.et.Doc.,Lavoisier, Paris. pp.1147 – 1182.

N

Naudet M. (1992) : Manuel des corps gras.Tome 1, édition : tec.et.doc, Lavoisier,Paris : pp.1020-1198.

Nidzam M.S (2022):Influence of the degumming process parameters on palm oil quality analyses. Foods (11): 124pp. 1-14.

Novozymes (2004) : Why enzymatic degumming.pp.4-11.

Ndeye A. K. (2001) : Etude de la composition chimique et de la qualite d'huiles vegetales artisanalesconsommees aux SENEGAL. These pour l'obtention du grade de docteur en pharmacie.

O

Olivier M. (2005) : Biochimie, édition : technique et documentation, Paris : pp.85-98.

Oléagineux, Revue internationale des corps gras OCL (1988).

P

Parmjit S.; Satwinder S. et Harish K. (2010) :Enzymes in food processing fundamentals and potential applications. Edition international publishing house. p1.

Pouzet A. (1992) : Raffinage des corps gras. In : Manuel des corps gras. Tome 1, éd Tec.et.Doc, Lavoisier, Paris. pp.85-136.

Perrin J.L. (1992) : Evolution des corps gras au cours de leur utilisation alimentaire. In :Manuel des corps gras. Edition : Tec.et.Doc, Lavoisier, Paris,pp.1015-1031.

Perrin J.L. (1992) : Les composés mineurs et les anti oxygènes naturels de l'olive et de son huile. Revue française des corps gras, (39), .25-32.

Platon J.F. (1988) : Raffinage de l'huile de soja. Edition American Soyben Associatin, United Soybean Board, 30p.

Poré J. et Rasori I. (1984) : Analyse des condensats d'aminoalcools sur acides gras, RFCG,(04),.23-27.

Pages X. ; Morin O. ; Birot C. et al. (2010) : Raffinage des huiles et des corps gras et élimination des contaminants ,Oleagineux Corps gras Lipide,(17).86-99.

Pages X (2008) : Technologie des corps gras (huiles et graisses végétales).Technique de l'ingénieur.pp1-19.

R

Rodriguez G. Juan R. (1999) : Raffinage physique. *Institue de la Grasas y Aceites CSIC.*

Rossignol-Castrera A. Institut des Corps Gras, ITERG, rue Monge, Parc Industriel, 33600 Pessac.

Roger F. (1974) : « les industries des corps gras : biochimie-extraction-raffinage nuisances et réglementation ». Edition Lavoisier. Paris.192p.

S

Safar M. ; Bertrand D.; Robert P.; Devaux M.F.; et Genot C. (1994). Characterization of Edible oils, butter and Margarines by fourrier infrared spectroscopy with attenuated total reflectance.(71),pp.371.

V

Van der Merwe G. H. ; du Plessis L. M. ; et Taylor J. R. N. (2004). « Changes in Chemical QualityIndices during Long-Term Storage of Palm-Olein Oil under Heated Storage and Transport-Type Conditions ».Journal of the Science of Food and Agriculture, 84 (1).52-58.

W

Werner J Bauer.(2010) :raphaelbadoud, Jurgloliger,science et technologie des aliments: principe de chimie des costituants et de technologies des procédés: Ed Alain Etournaud.

Whitting J.M. ; Norton J. et Proctor A. (1999). A Fourier transform infrared spectroscopy study of the effect of temperature on soy lecithin-stabilized emulsion. JOCS.76 (12), pp.1393-1398.

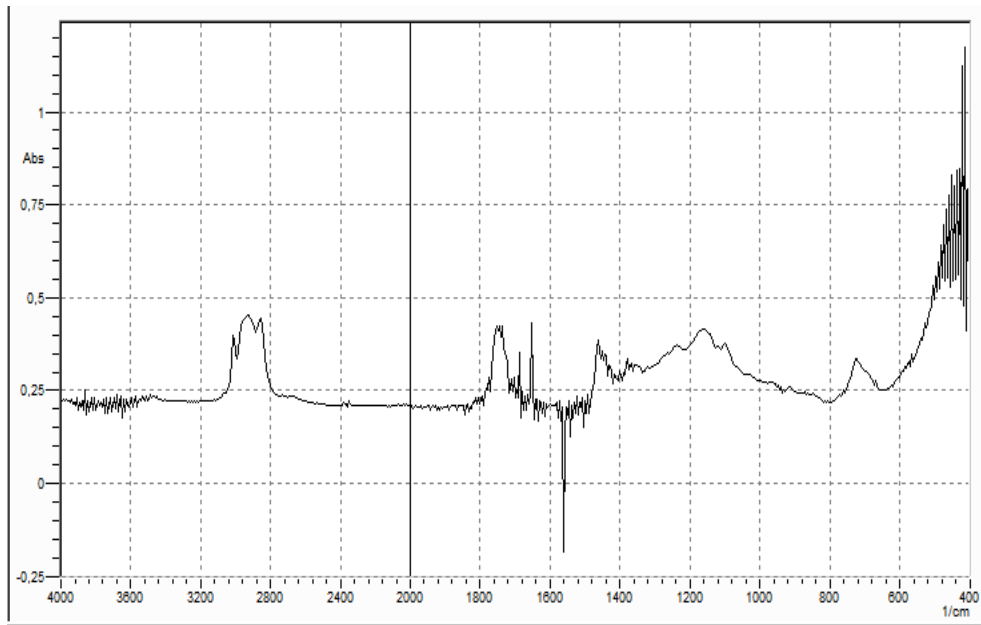
Y

Yildiz G. Wehling R. L.; et Cuppett S. L. (2003) Comparison of Four Analytical Methods for theDetermination of Peroxide Value in Oxidized Soybean Oils . Journal of the American OilChemists' Society, 80 (2).7-103.

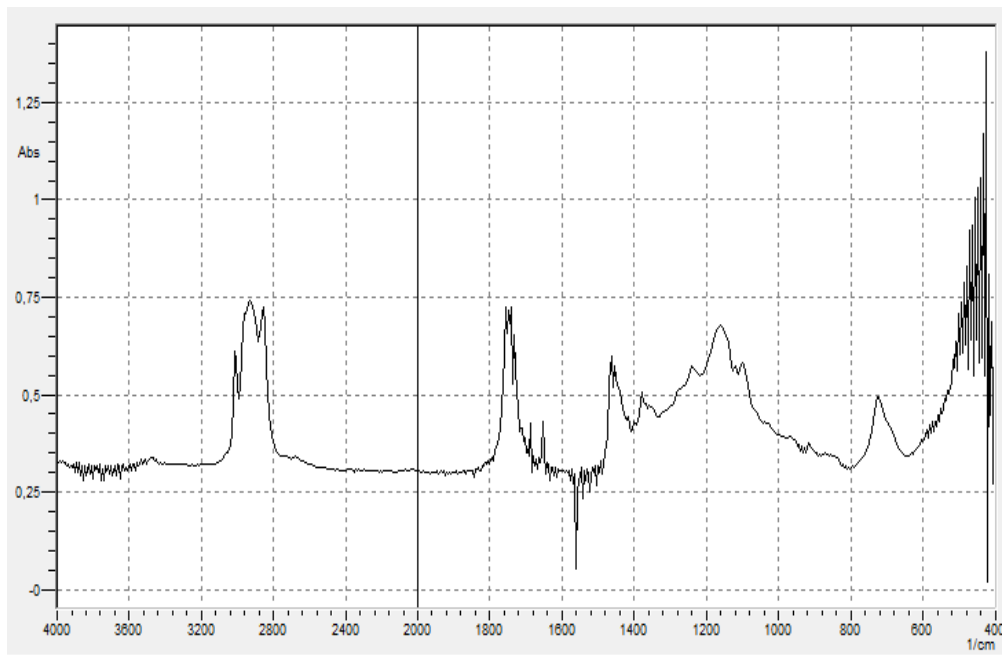
Z

Zufarov O. ; Schmidt S. et Sekretar S. (2008) : Degumming of rapeseed andsunflower oils. Institute of biotechnology and food science and technology, Faculty ofchemical and food technology, Slovak university of technology.pp.321-328.

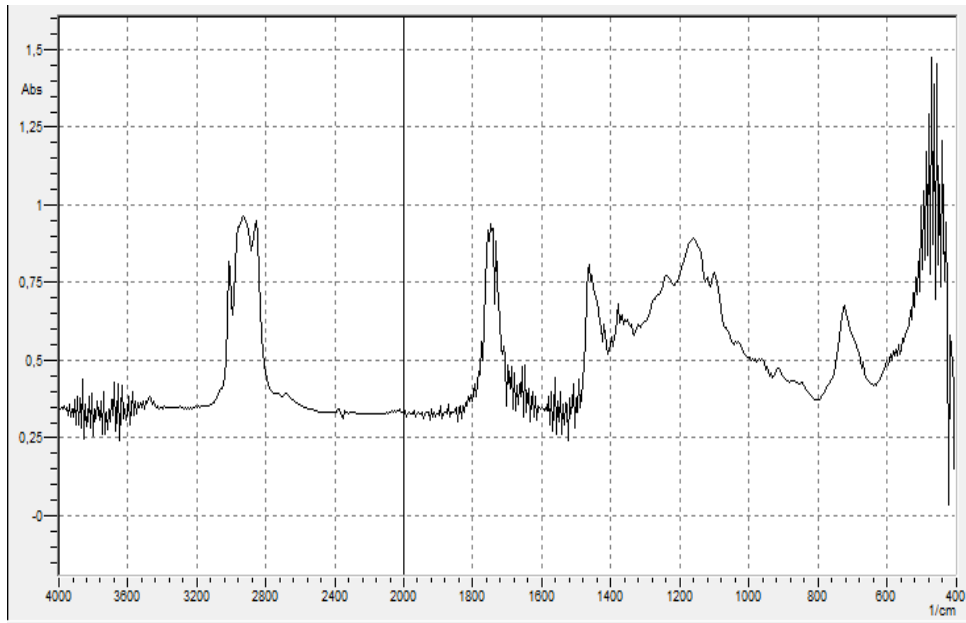
Annexe 1 : Analyse spectral IR de l'huile brute.



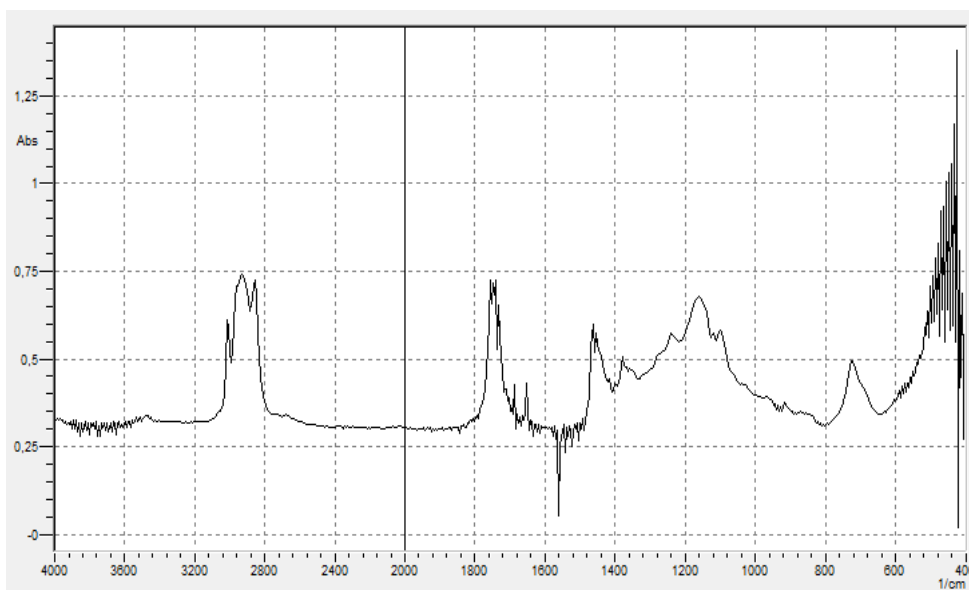
Annexe 2 : Analyse spectral IR de l'huile démulcinée (1).



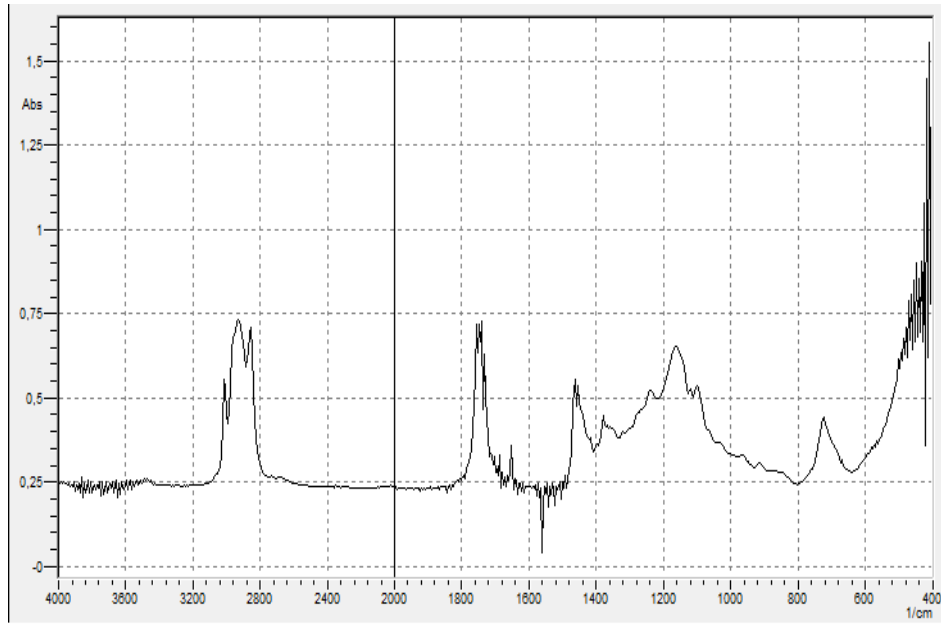
Annexe 3 : Analyse spectral IR de l'huile démulcinée (2).



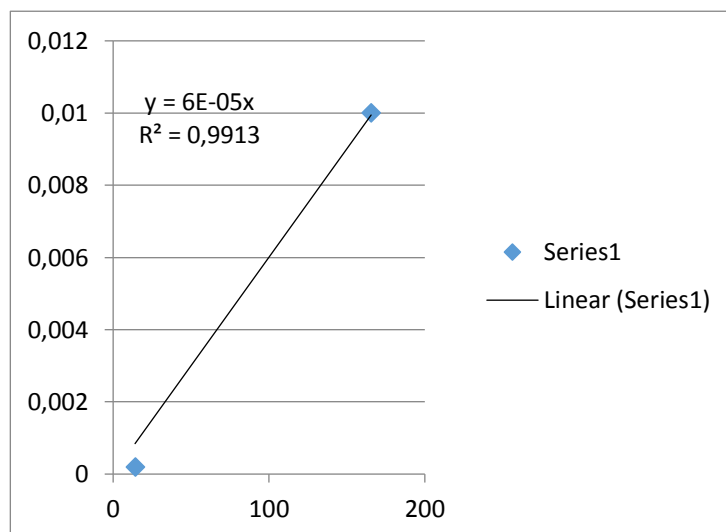
Annexe 4 : Analyse spectral IR de l'huile démulcinée (3).



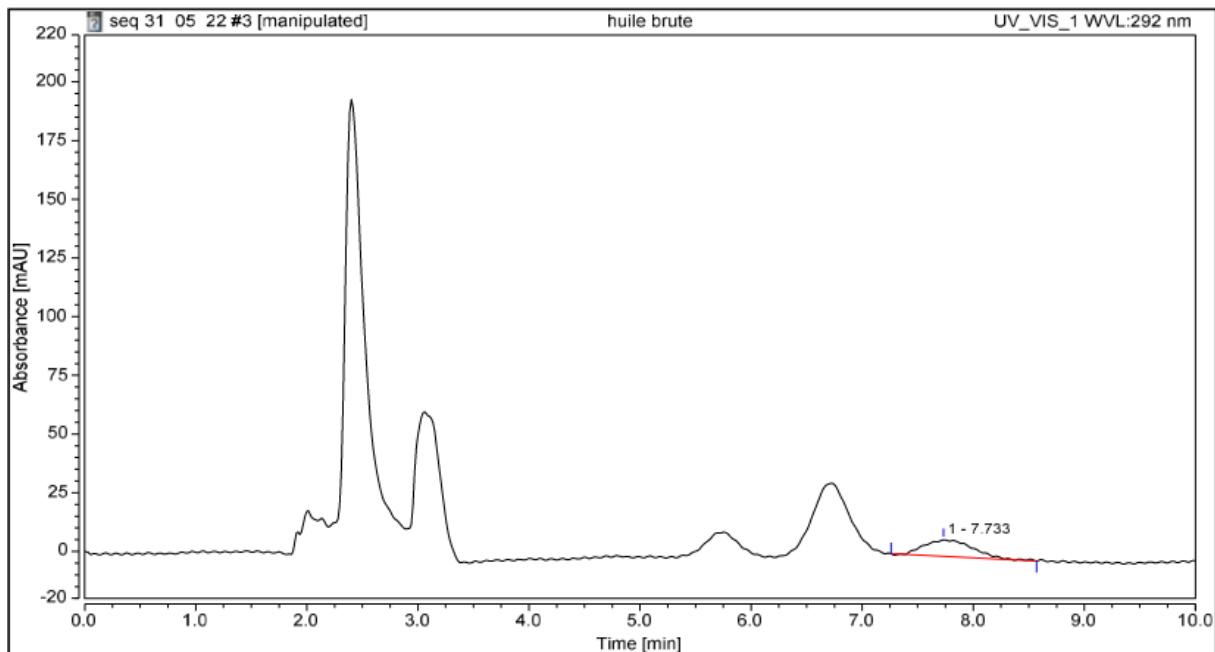
Annexe 5: Analyse spectral IR de l'huile finie.



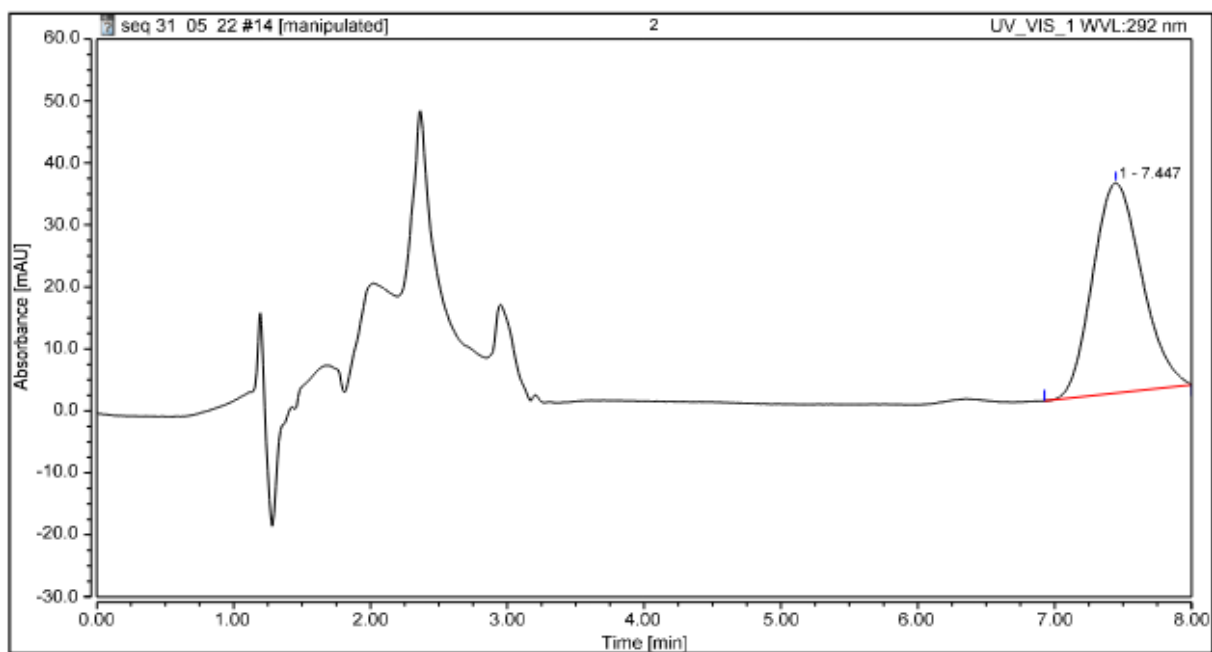
Annexe 6 : Courbe d'étalonnage du dosage d' α -tocophérol.



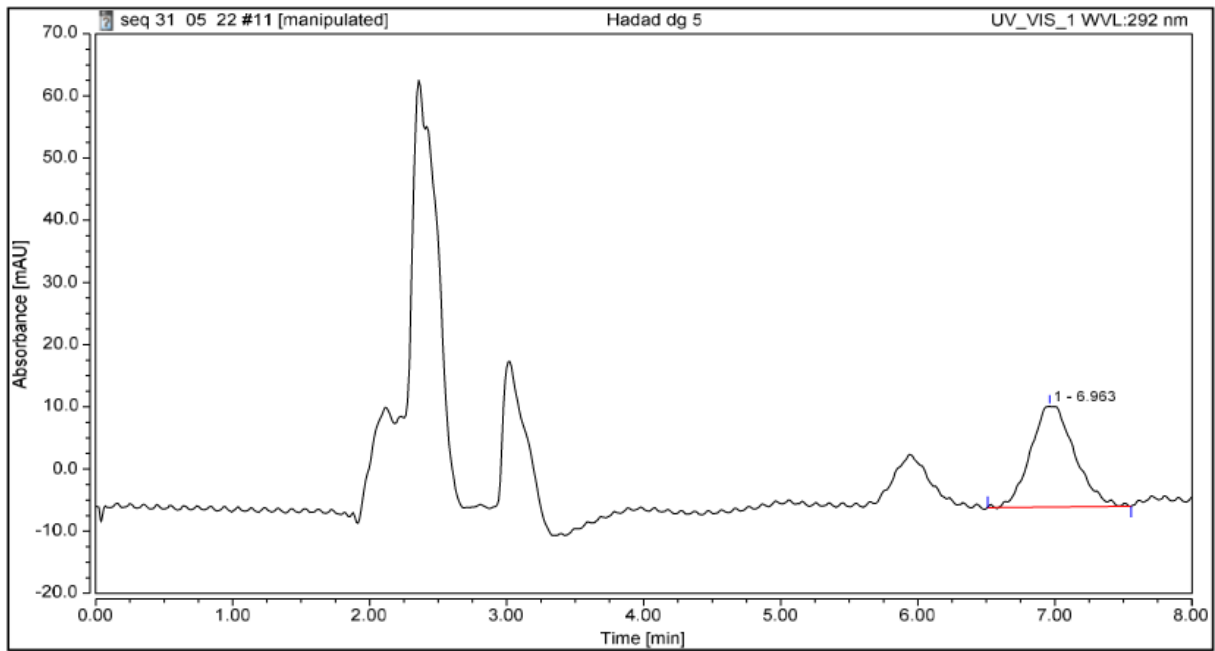
Annexe 7 : Teneur en tocopherol pour l'huile brute.



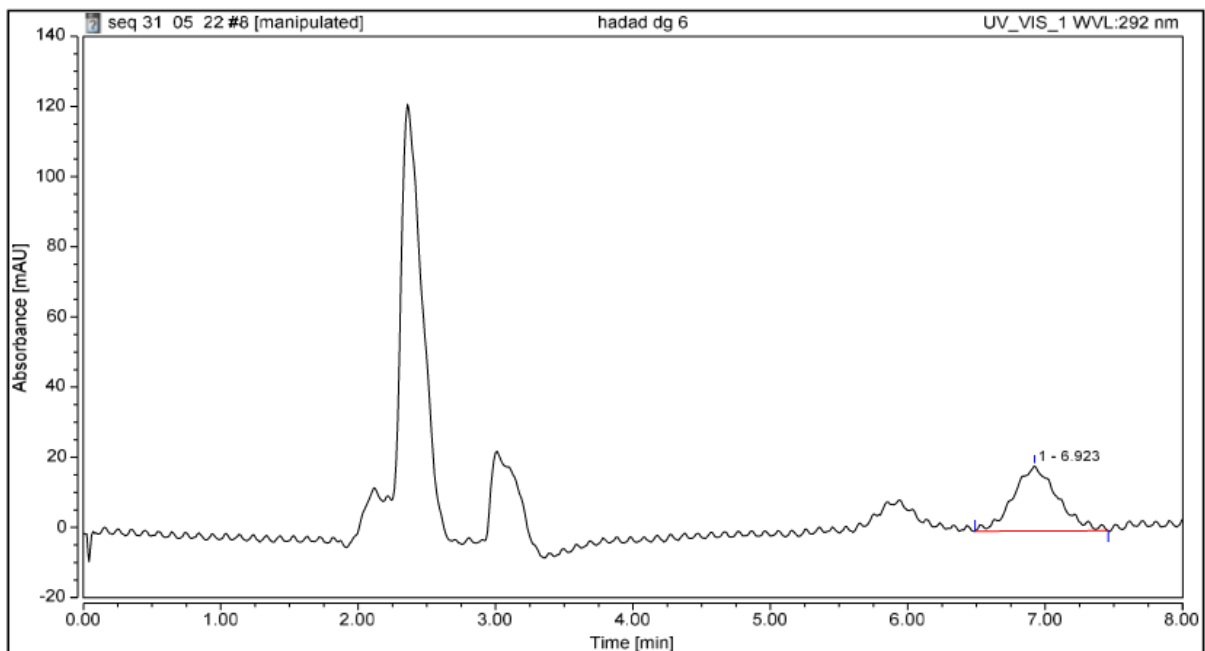
Annexe 8 : Teneur en tocophérol pour la solution mère (0,1µl)



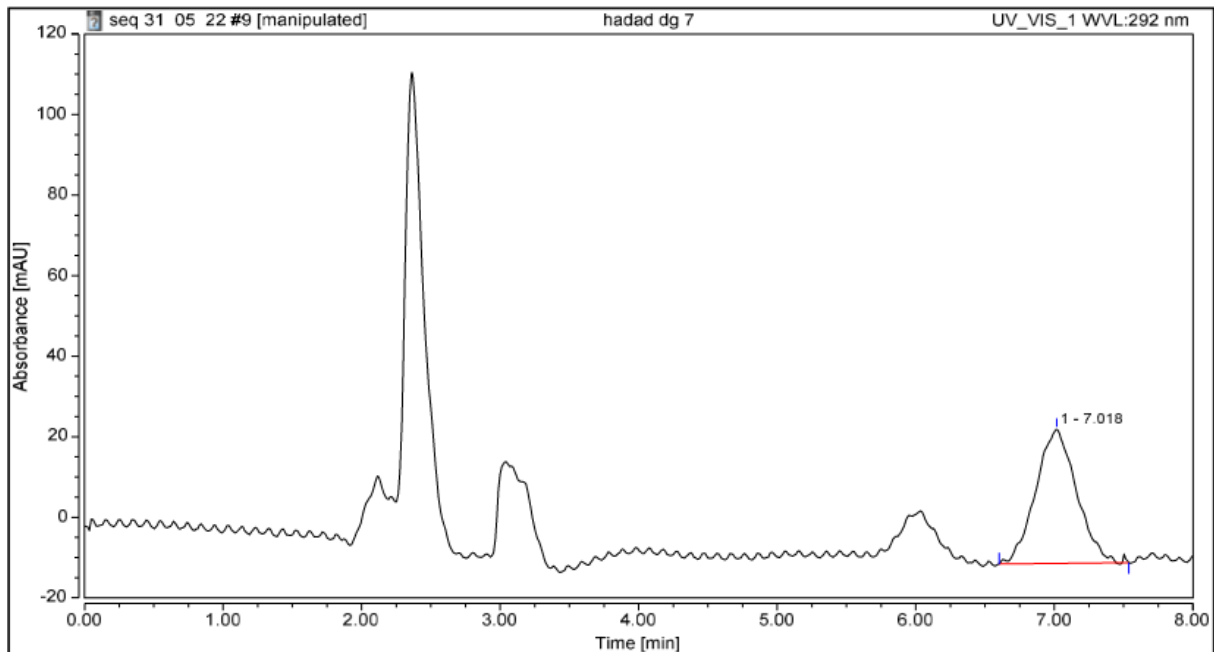
Annexe 9 : Teneur en tocophérol de l'huile démulcinée (1)



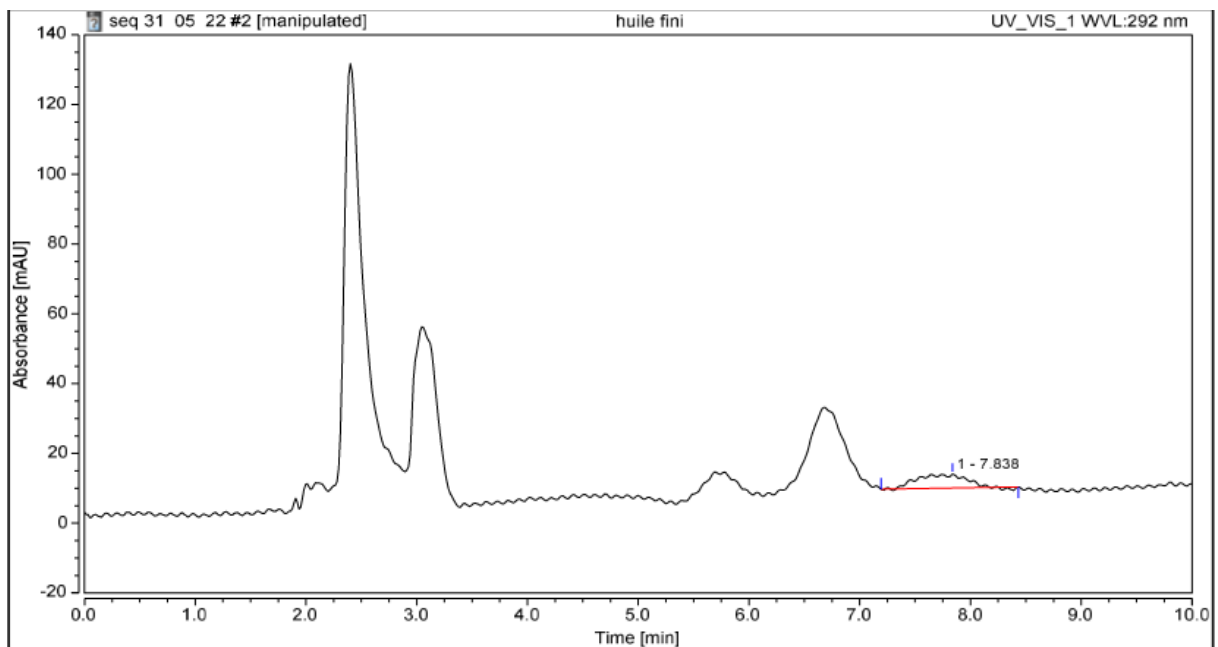
Annexe 10 : Teneur en tocophérol de l'huile démulcinée (2)



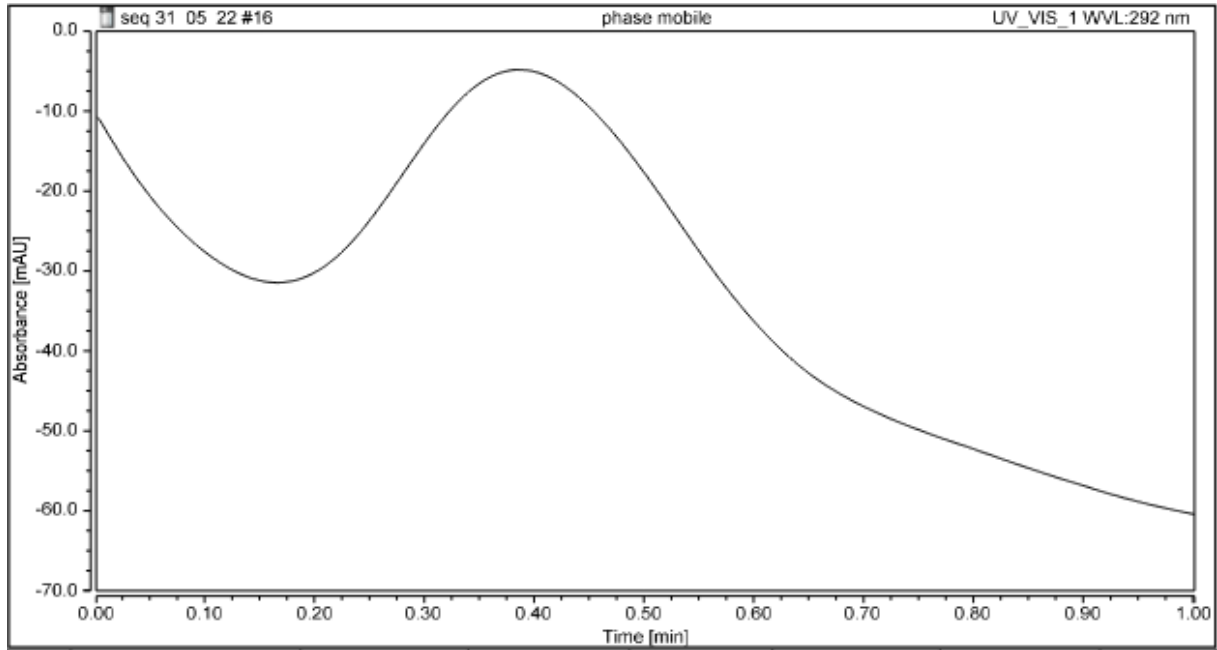
Annexe 11 : Teneur en tocophérol de l'huile démulcinée (3)



Annexe 12 : Teneur en tocophérol de l'huile finie



Annexe 13 : La phase mobile de l'HPLC.



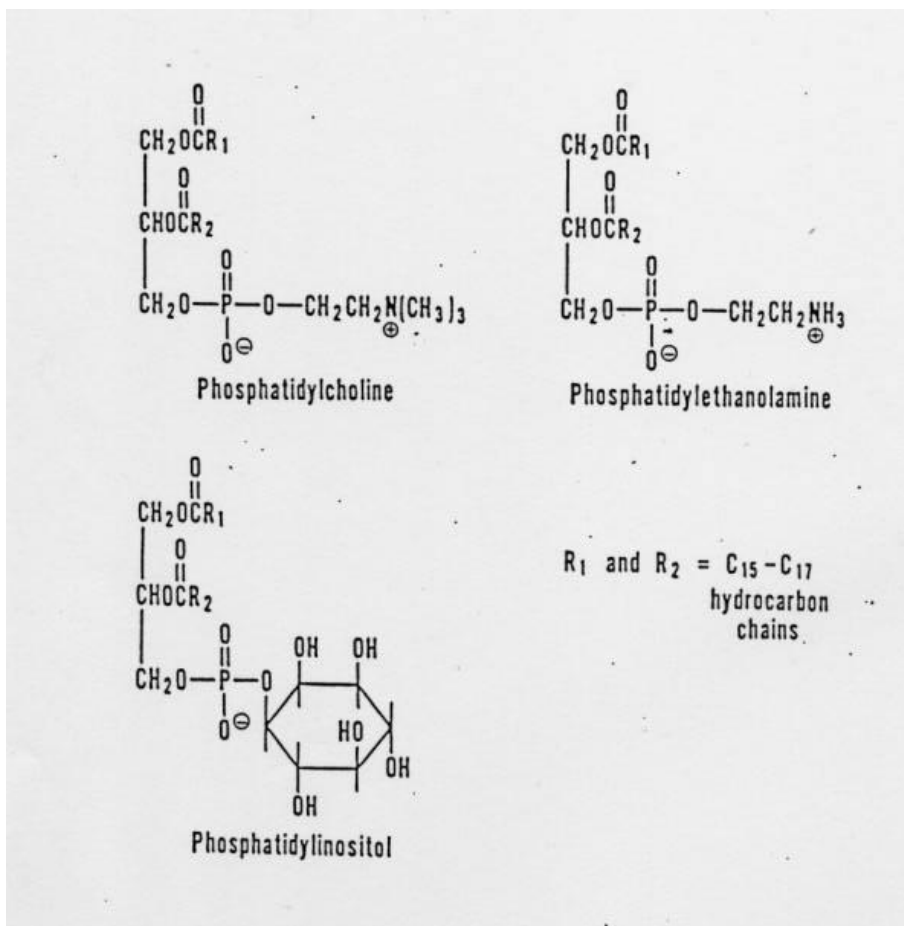
Annexe 14 : Appareil HPLC.




Annexe 15 : Spectrophotomètre.



Annexe 16 : Formule chimique des 3 principales phosphatides.



Annexe 17 : Fiche technique de l'huile brute de soja.

	SYSTEME DE MANAGEMENT QUALITE	Edition du 21.10.2020
	FICHE TECHNIQUE	Réf : MP-001 Page : 1/1

HUILE BRUTE DE SOJA

✓ **DESCRIPTION:** L'huile de Soja est préparée à partir des graines de Soja (Glycène max (L) Merr).

✓ **CRITERES DISTINCTIFS :**

- Densité à 20°C	:	0.919 - 0.925
- Indice de refraction Dn ^{40°C}	:	1.466 - 1.470
- Indice de saponification (mg KOH/g huile)	:	189 - 195
- Indice d'iode (wijs) (g I ₂ /100g huile)	:	124 - 139
- Insaponifiables (g/kg)	:	15 max

✓ **COMPOSITION CENTESIMALE DES ACIDES GRAS :**

- Acide palmitique	C _{16:0}	:	8 - 13.5
- Acide palmitoléique	C _{16:1}	:	0 - 0.2
- Acide stéarique	C _{18:0}	:	2 - 5.4
- Acide oléique	C _{18:1}	:	17 - 30
- Acide linoléique	C _{18:2}	:	48 - 59
- Acide linoléique	C _{18:3}	:	4.5 - 11

✓ **COMPOSITION DE L'INSAPONIFIABLE (mg/100g d huile) :**

- Tocophérols	:	0.9 - 2.2
- Stérols	:	1.5 - 3.8
- Campestérols (exprimés en % stérols)	:	19
- Stigmastérols (exprimés en % stérols)	:	24
- Beta sitostérols (exprimés en % stérols)	:	57

✓ **CRITERES DE QUALITE :**


- Couleur (Lovibond cellule 1 pouce) J/R	:	50/5 max
- Odeur et saveur	:	Caractéristiques du produit désigné
- Acidité oleique (%)	:	2 max
- Teneur en impuretés insolubles et matières volatiles (%)	:	1 max
- Teneur en phosphatides	:	0.23(230 ppm de phosphore)

✓ **CONTAMINANTS :**

- Teneur en fer	:	5 mg/kg max
- Teneur en cuivre	:	0.4 mg/kg max
- Teneur en plomb	:	0.1 mg/kg max
- Teneur en arsenic	:	0.1 mg/kg max

✓ **ADDITIFS ALIMENTAIRES :**

L'adjonction de colorants et d'aromatisants n'est pas admise.



Résumé

L'huile brute de soja obtenue par extraction de graines de soja oléagineuse nécessite le passage obligatoire par le traitement de raffinage pour éliminer les impuretés qui peuvent détériorer la qualité final de l'huile. Notre travail consiste à étudier l'effet de l'étape cruciale du raffinage qui est la dégommeuse qui vise à éliminer certains substances non souhaitables qui ont une action nuisible au cour de ce traitement. Nous avons effectué des analyses physico-chimiques (A%, IP, humidité, teneur en pigments, couleur, dosage d' α tocophérol, extinction 232/270....) sur l'huile brute et l'huile dégommeuse pour étudier l'efficacité de la dose d'acide phosphorique utilisé à la dégommeuse.

Mots clés : Huile de soja; Raffinage; Dégommeuse; spectroscopie IR.

Abstract

Crude soybean oil obtained by extraction of oleaginous soybeans requires mandatory passage through refining treatment to remove impurities that can deteriorate the final quality of the oil. Our work consists in studying the effect of the crucial stage of refining which is the degumming which aims to eliminate certain undesirable substances which have a harmful action during this treatment. We performed physico-chemical analyzes (A%, IP, humidity, pigment content, color, dosage of α tocopherol, extinction 232/270....) on crude oil and degummed oil to study the effectiveness the dose of phosphoric acid used for degumming.

Keywords: Soybean oil; Refining; Degumming; IR spectroscopy.