

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

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie  
Département : Des Sciences Alimentaires  
Spécialité : Sciences des Corps Gras



Réf :.....

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

**MASTER**

*Thème*

**Evolution des paramètres physico-chimique  
de l'huile de soja au cours du traitement de  
décoloration**

Présenté par :

**Kheladi Sarah & Madi Tin-hinane**

Soutenu le : **14/07/2022**

Devant le jury composé de :

Mme MOUHOUBI-TAFENINE Zina  
Mme MAMOU née DJELILI Farida  
Mme BOUBCHIR  
Mr ADDAR Meziane

Professeur      Président  
MCA              Encadreur  
MAA              Examineur  
Co-promoteur

**Année universitaire : 2021 / 2022**

# Remerciement

D'abord nous tenons à remercier le bon Dieu de nous avoir donné la force afin d'accomplir ce modeste travail.

Nous tenons à remercier notre promotrice **M<sup>me</sup> MAMOU née DJELILI Farida** d'avoir accepté de diriger ce projet de fin cycle, et pour ses conseils précieux.

Nous remercions également les membres du jury, **M<sup>me</sup> MOUHOUBI-TAFENINE Zina** et **M<sup>me</sup> BOUBCHIR** 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 du service raffinage **M<sup>r</sup> ADDAR Meziane** et la responsable du laboratoire **M<sup>me</sup> HAMMICHE Djamila et M<sup>elle</sup> Abir** pour les orientations et les explications très enrichissantes.

Enfin, Nous exprimons notre reconnaissance envers toutes les personnes qui de près ou de loin nous ont soutenu et contribué ainsi à la réalisation de ce travail.

Sarah et Tin-hinane

## **Dédicaces**

Avec l'aide de dieu le tout puissant, j'ai pu achever ce modeste travail que je dédie :

A ceux qui ont donné un sens à mon existence, mon très cher père MOURAD et ma très chère mère BAHIA pour leur amour, la confiance qu'ils ont placée en moi depuis mon très jeune âge, leur soutien moral surtout et pour leurs encouragements tout au long de mes études.

A mes frères et ma sœur

A ma grande famille : MADI

A ma très chère accompagnatrice dans ce travail : SARAH

A tous mes amis et à toutes les personnes qui m'ont aidé de près comme de loin et à tous ceux qui me sont très chers.

TIN-HINANE

## **Dédicaces**

Je dédie le fruit de ce modeste travail comme un geste de gratitude

A mes chers parents, pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur soutien et leurs prières tout au long de mes études,

A mon cher frère et ma chère sœur, pour leurs encouragements permanents, et leur soutien morale et pour leur appui,

A toute ma famille pour leur soutien tout au long de mon parcours universitaire,

A ma chère cousine Meriem et à mon amie Maya qui m'ont toujours encouragé et soutenu,

A ma chère binôme : Tin-hinane pour son soutien moral, sa patience et sa compréhension tout au long de ce projet,

A tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin.

**SARAH**

## Liste d'abréviation

**AGL** : Acide Gras Libre

**AG** : Acide Gras

**MG** : Matière grasse

**C.O.G.B** : Corps Gras de Bejaia.

**NE**: Norme d'Entreprise.

**AOCS** : Américain Oil Chimists Society.

**ISO** : International Standard of Organisation.

**UP/07** : Unité de Production N°07

**FAO** : Organisation des Nations unies pour l'alimentation et l'agriculture

**ASA** : American Soybean Association

## Liste des figures

N°	Titre	Page
<b>1</b>	Photographie de feuilles (1), fleurs (2), fruits (3) et graines de soja (4)	<b>3</b>
<b>2</b>	Structures chimique des principaux pigments appartenant à la famille des caroténoïdes	<b>7</b>
<b>3</b>	Structure chimique de la chlorophylle a et b	<b>8</b>
<b>4</b>	Procédé d'extraction de l'huile brute de soja	<b>10</b>
<b>5</b>	Schéma représentant les opérations du raffinage chimique	<b>16</b>
<b>6</b>	Différentes étapes de décoloration de l'huile du soja séchée (à l'échelle du laboratoire)	<b>19</b>
<b>7</b>	Mode opératoire pour la détermination de l'acidité des échantillons d'huiles étudié	<b>21</b>
<b>8</b>	Mode opératoire pour la détermination de l'indice de peroxyde des échantillons d'huiles étudiés	<b>23</b>
<b>9</b>	Mode opératoire pour le dosage des traces de savon dans les échantillons d'huiles étudiés	<b>25</b>
<b>10</b>	Détermination du taux d'humidité des échantillons d'huiles étudiés	<b>26</b>
<b>11</b>	Dosage des pigmentes des échantillons d'huiles étudiés	<b>28</b>
<b>12</b>	Taux d'acidité des échantillons d'huiles du soja étudiés	<b>29</b>
<b>13</b>	Indice de peroxyde des échantillons d'huiles du soja étudiés	<b>30</b>
<b>14</b>	Détermination de la coloration des échantillons d'huiles du soja étudiés	<b>31</b>
<b>15</b>	Teneurs de chlorophylles des échantillons d'huiles du soja étudiés	<b>33</b>
<b>16</b>	Teneur de $\beta$ -carotène des échantillons d'huiles du soja étudiés	<b>35</b>

## Liste des tableaux

<b>N°</b>	<b>Titre</b>	<b>Page</b>
<b>I</b>	Classification botanique du soja	<b>3</b>
<b>II</b>	Composition de la graine de soja exprimée en pourcentage	<b>4</b>
<b>III</b>	Composition en acide gras de l'huile de soja (exprimée en %)	<b>5</b>
<b>IV</b>	Les principaux constituants mineurs de l'huile de soja	<b>9</b>
<b>V</b>	Constituants indésirables éliminée au cours du raffinage de l'huile brute de soja	<b>12</b>
<b>VI</b>	Résultats de taux d'humidité des échantillons d'huiles du soja étudiés (exprimée en %)	<b>33</b>

# SOMMAIRE

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Liste des figures

Introduction ..... 1

## Partie théorique

### Chapitre I : Huile de soja

I. Généralités sur les corps gras ..... 2

II. Définition et origine de soja ..... 2

II.1. Description et classification botanique ..... 3

II.2. Graine de soja ..... 4

II.3. Huile de soja ..... 4

II.3.1. Composition de l'huile de soja ..... 5

II.3.1.1. Constituants majeurs..... 5

II.3.1.2. Constituants mineurs ..... 5

II.3.2. Obtention de l'huile de soja..... 9

III. Intérêt de l'huile de soja ..... 10

### Chapitre II : Raffinage de l'huile de soja

I. Définition ..... 11

II. Constituants à éliminer au cours du raffinage ..... 11

III. Différents types de raffinage ..... 13

III.1. Raffinage physique..... 13

III.2. Raffinage enzymatique.....	13
III.3. Raffinage chimique .....	13
III.3.1. Démucilagination ou dégomme.....	13
III.3.2. Neutralisation .....	14
III.3.3. Lavage et séchage.....	14
III.3.4. Décoloration ou blanchiment .....	15
III.3.5. Désodorisation.....	15
IV. Mécanisme de décoloration.....	17
IV.1. Processus de la décoloration .....	17
IV.1.1. Décoloration discontinue .....	17
IV.1.2. Décoloration continue .....	17
IV.2. Facteurs influençant la décoloration .....	18

## **Partie Expérimentale**

### **Matériel et méthode**

I. Préparation des échantillons.....	19
II. Les analyses physico-chimiques réalisées .....	20
II.1. Détermination de l'acidité .....	20
II.2. Détermination de l'indice de peroxyde .....	22
II.3. Détermination de la couleur .....	24
II.4. Détermination des traces de savon .....	24
II.5. Détermination de l'humidité.....	25
II.6. Dosage des pigments .....	27

II.6.1. Dosage des chlorophylles .....	27
II.6.2. Dosage de $\beta$ -carotène.....	27

## **Résultat et discussion**

I. Acidité.....	29
II. Indice de peroxyde.....	30
III. Détermination de la couleur .....	31
IV. Les traces du savon .....	32
V. Taux d'humidité .....	32
VI. Teneurs des pigments (chlorophylles et caroténoïdes) .....	33
VI.1. Chlorophylles .....	33
VI.2. $\beta$ -carotène.....	34
Conclusion.....	36

Références bibliographiques

Annexe

# **INTRODUCTION**

Les corps gras alimentaires sont l'un des constituants principaux de la ration alimentaire quotidienne, présents sous forme liquide (huiles végétales) ou concrète (matière grasse) (**Petter *et al.*, 2002**). Leur intérêt nutritionnel est surtout lié à leur richesse en acides gras essentiels (notamment en acide linoléique et acide alpha-linolénique), en vitamines et en sels minéraux (**Graille, 2003a**). Ils contribuent à l'apport énergétique et à l'amélioration de la qualité organoleptique des produits, en leur apportent une texture onctueuse, un aspect brillant et une saveur spécifique (**Cuvelier et Maillard, 2012**).

Les huiles végétales sont majoritairement extraites de quatre plantes : soja, tournesol, colza et palme. Le reste provient du coton, des noix et des olives (**Degnon *et al.*, 2020**). L'huile des graines de soja fait parti des oléagineux les plus produits dans le monde. Son principal domaine d'application est l'alimentation humaine, tel que l'huile de table ou la fabrication de la margarine (**Cossut *et al.*, 2002a ; Kartika, 2005a**).

Les huiles végétales brutes sont produites au cours d'un procédé de trituration des graines oléagineuses (**Régis *et al.*, 2016a**). Avant d'être utilisées, ces huiles nécessitent un raffinage, opération ayant pour but de maintenir ou d'améliorer leurs caractéristiques organoleptiques, nutritionnels ainsi que leur stabilité pendant le stockage. Pour ce faire, il met en œuvre plusieurs étapes qui ont pour but d'éliminer les composés indésirables à savoir : le dégommeage, la neutralisation, la décoloration et la désodorisation (**Pages, 2010**). La décoloration étant la phase la plus délicat, elle consiste à traiter l'huile séchée avec une quantité de terre décolorante sous une température bien déterminée (**Škevin *et al.*, 2012**).

Dans la présente étude, nous nous sommes intéressés à l'analyse de l'évolution des concentrations des pigments (chlorophylles et  $\beta$ -carotènes), et de l'efficacité de la terre décolorante utilisée au cours de décoloration de l'huile séchée, effectuée au niveau de l'unité de production COGB la Belle de Bejaïa.

Pour cela, notre travail est divisé en deux grandes parties ; la première est consacrée à une recherche bibliographique, basée sur les généralités des corps gras, de l'huile de soja et des différentes étapes du raffinage. Concernant la deuxième partie, elle résume les diverses analyses physico-chimiques réalisées sur trois échantillons d'huile de soja (brute, séchée et décolorée), ainsi que la discussion des résultats obtenus.

# **Partie théorique**

# **Chapitre I**

## **Huile de soja**

## I. Généralités sur les corps gras

Les corps gras sont des substances composés d'une grande variété de constituants tels que les triglycérides, aux propriétés hydrophobes (**Gornay, 2006**), les phospholipides, les stérols, les tocophérols, etc. (**Pagès et Morin, 2010**). Ils existent à l'état naturel sous forme solide (graisse) ou liquide (huile) et ont des rôles nutritionnels importants (**Poisson et Narce, 2003**). Ils sont soit d'origine animale (suifs et saindoux) ou végétale (graine oléagineuse, pulpe de certains fruits oléagineux) (**Wolff, 1968 ; François, 1974**). A l'état naturel ils sont constitués essentiellement de 99% de lipides, de triglycérides, de phosphatides et d'insaponifiables (**Francois, 1974**).

Les huiles végétales sont des corps gras comestibles, elles représentent une source privilégiée d'acides gras indispensables (**Rakotorimana, 2010**). Ces huiles proviennent soit des fruits oléagineux (olive et palme), soit des graines oléagineuses (arachide, soja, tournesol, etc.) (**Apfelbaum et al., 2009**).

## II. Définition et origine du soja

Le soja est une légumineuse de type oléo-protéagineuse, cultivée pour ses graines particulièrement riches en protéines et en éléments nutritifs (**Kouamé et al., 2007**). Il n'est pas consommé tel qu'il est, mais toujours transformé (**Lecerf, 2014**). Ces graines sont également utilisées en alimentation animale comme source de protéines, au même titre que les tourteaux de maïs, de tournesol, etc., mais leur usage en alimentation humaine est beaucoup plus ancien (**Lecerf et Schlienger, 2016**).

Le soja est originaire des régions chaudes du Sud-est de l'Asie, dont 45% des surfaces cultivées se trouvent aux Etats-Unis et 55% de la production mondiale provient du Brésil, de l'Argentine, de la Chine et de l'Inde. Ce n'est qu'au cours de ce dernier siècle que le soja s'est développé comme culture en Europe et en Amérique du Sud (**Debruyne, 2001**).

## II.1. Description et classification botanique

D'après **Pouzet (1992)**, la classification botanique du soja est donnée dans le **tableau I**. La **figure 1**, illustre les différentes parties de la plante de soja (feuilles, fleurs, gausses et graines).

**Tableau I** : Classification botanique du soja (**Pouzet, 1992**).

<b>Règne</b>	Plantae
<b>Sous règne</b>	Tracheobionta
<b>Division</b>	Magnoliophyta
<b>Classe</b>	Magnoliopsida
<b>Ordre</b>	Fabales
<b>Famille</b>	Fabaceae
<b>Genre</b>	<i>Glycine</i>
<b>Espèce</b>	<i>Glycine max</i>



**Figure 1** : Photographie de feuilles (1), fleurs (2), fruits (3) et graines de soja (4) (Anonyme1, 2022).

## II.2. Graines de soja

Les graines de soja ont une forme allant de sphérique à ovale (les graines sphériques sont utilisées pour l'extraction de l'huile, tandis que celles qui ont une forme ovale sont consommées comme légume) (**Berk, 1992**). Elles sont riches en protéines et en huile (**Fehr et al., 2015**), contrairement aux glucides dont la teneur est faible, comme le montre le **tableau II** (**Lecerf, 2014**).

**Tableau II:** Composition de la graine de soja exprimée en pourcentage (**Jacques, 2010**).

Constituants	Pourcentage %
Protéines	35
Autres	25
Matière grasse	18
Eau	12
Cellulose	5

## II.3. Huile de soja

C'est une huile très digeste et de qualité, riche en vitamine E et phytostérols, cette huile contient principalement des acides gras essentiels polyinsaturés dont le pourcentage en acide  $\alpha$ -linoléique est significatif, et peu d'acides gras saturés et mono-insaturés. Étant donné que les acides gras mono et poly-insaturés sont sensibles à la chaleur, ils se transforment en acides gras saturés. L'huile de soja doit donc préférentiellement être utilisée comme huile de table (**Labat, 2013**).

## II.3.1. Composition de l'huile de soja

### II.3.1.1. Constituants majeurs

Comme toutes les huiles végétales, l'huile de soja est constituée majoritairement de triglycérides qui représentent 90 à 99% de sa composition totale. Ce sont des esters d'acides gras et de glycérol (**Denise, 1998**). Ils font partie des composants des graisses et des lipides membranaires. Ces composés peuvent être saturés ou insaturés, hydroxylés ou ramifiés (**Weil, 1995 ; Platon, 1998**). La composition de l'huile de soja en acide gras, exprimée en pourcentage est donnée dans le **tableau III**.

**Tableau III** : Composition en acide gras de l'huile de soja (exprimée en %) (**Platon, 1998**).

Type d'acide gras	Pourcentage %
Acide palmitique (C16 : 0)	11,5
Acide stéarique (C18 : 0)	4,0
Acide arachidique (C20 : 0)	0,5
Acide linoléique (C18 : 2, cis : cis)	51,5
Acide linoléique (C18 : 2, cis : trans)	7,5
Acide oléique (C18 : 1, cis)	25,0

### II.3.1.2. Constituants mineurs

#### ➤ Phospholipides

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

#### ➤ Insaponifiables

Les insaponifiables sont des composés qui ne participent pas à la réaction de saponification, ils sont peu solubles dans l'eau et solubles dans les solvants organiques (**Poison et Narce, 2003**). La teneur des corps gras en ces composés est généralement très faible (inférieure à 1%), parmi ces insaponifiables :

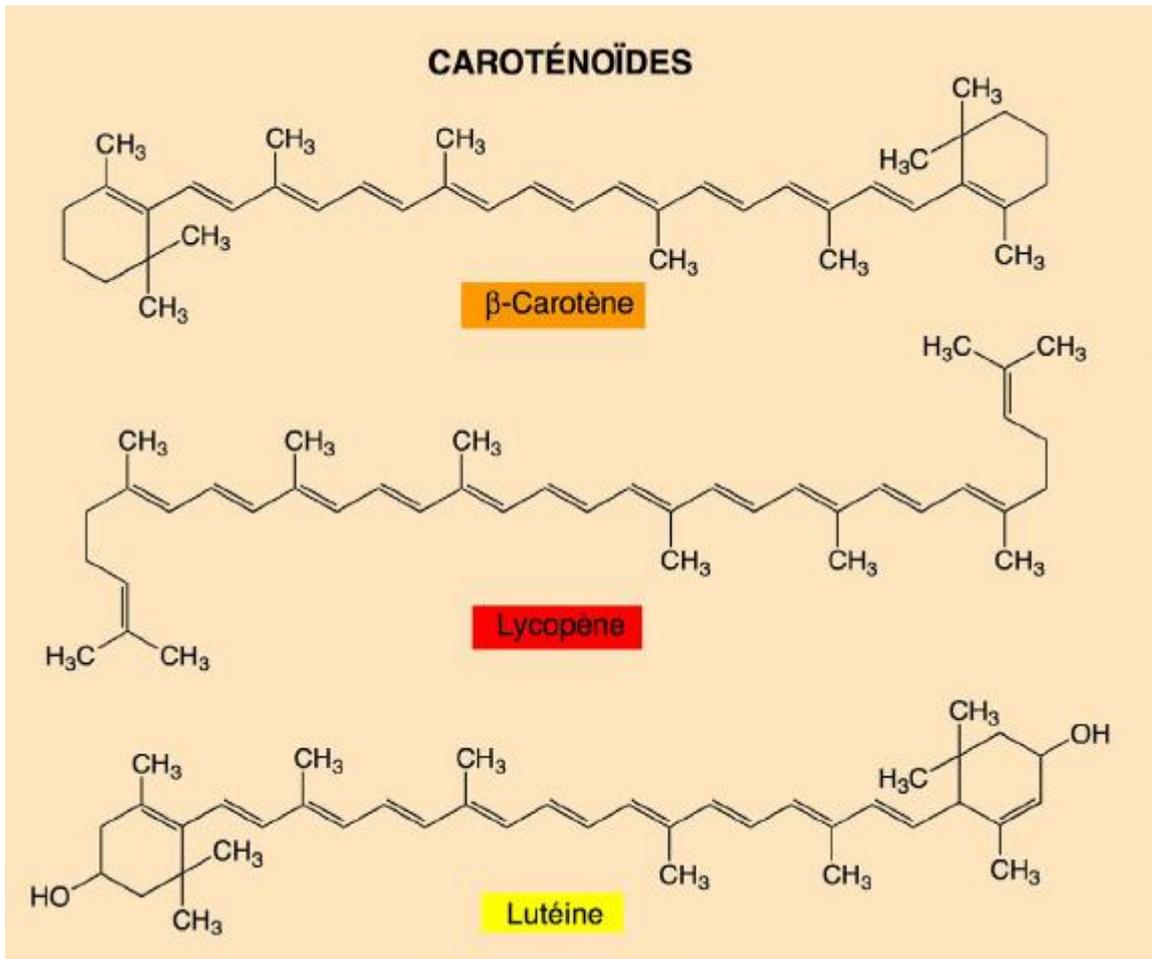
- **Stérols** : Ils constituent la part la plus importante de l'insaponifiable, allant de 30% à 60%. Ils existent sous forme libre ou estérifiée. Les deux phytostérols les plus importants sont le bêta-sitostérol et le stigmastérol (**Graille, 2003b**).
- **Tocophérols** : Les huiles végétales en contiennent 30 à 100 mg pour 100 g, et elles jouent un rôle dans l'anti-rancissement des huiles végétales. Dans les tocophérols, l'alpha-tocophérol a un effet antioxydant très puissant (**Jammes, 2007**).
- **Cires** : Ils correspondent à des esters d'acides gras et d'alcool gras à longue chaîne (de 18 à 22 atomes de carbone) (**Graille, 2003b**).
- **Pigments** : Le pigment est un élément chimique qui permet de créer une couleur. Ils peuvent être d'origine minérale, animale, végétale ou synthétique. Ceux des végétaux sont de trois catégories: les caroténoïdes, les chlorophylles et les flavonoïdes (**Marouf, 2005**).

Les pigments végétaux ou leurs produits de dégradation, sont responsables de la coloration spécifique des huiles végétales. Par exemple, les pigments verts contenus dans les huiles sont les chlorophylles a et b et leurs produits de dégradation. Certaines huiles sont riches en caroténoïdes comme l'huile de palme, tandis que d'autres sont riches en chlorophylle, comme l'huile d'olive (**Mazière, 1997**).

- **Caroténoïdes**

Les caroténoïdes sont des molécules liposoluble appartenant à la famille des terpènes, dont l'unité de base est l'isoprène (C5). Ils font partie des tétraterpènes car ils sont généralement issus de la condensation de 8 unités C5 (**Renoult, 2015a**). La couleur caractéristique de ces molécules peut varier du jaune au rouge (**Zaghdoudi, 2015**).

Le système conjugué de doubles liaisons des caroténoïdes constitue le chromophore qui absorbe la lumière UV-visible. La majorité des caroténoïdes ont un spectre d'absorption généralement entre 400 et 500 nm, en relation avec leur structure chimique (**figure 2**) (**Anonyme2, 2022**).



**Figure 2 :** Structures chimiques des principaux pigments appartenant à la famille des caroténoïdes (**Renoult et Valeur, 2015b**).

- **Chlorophylles**

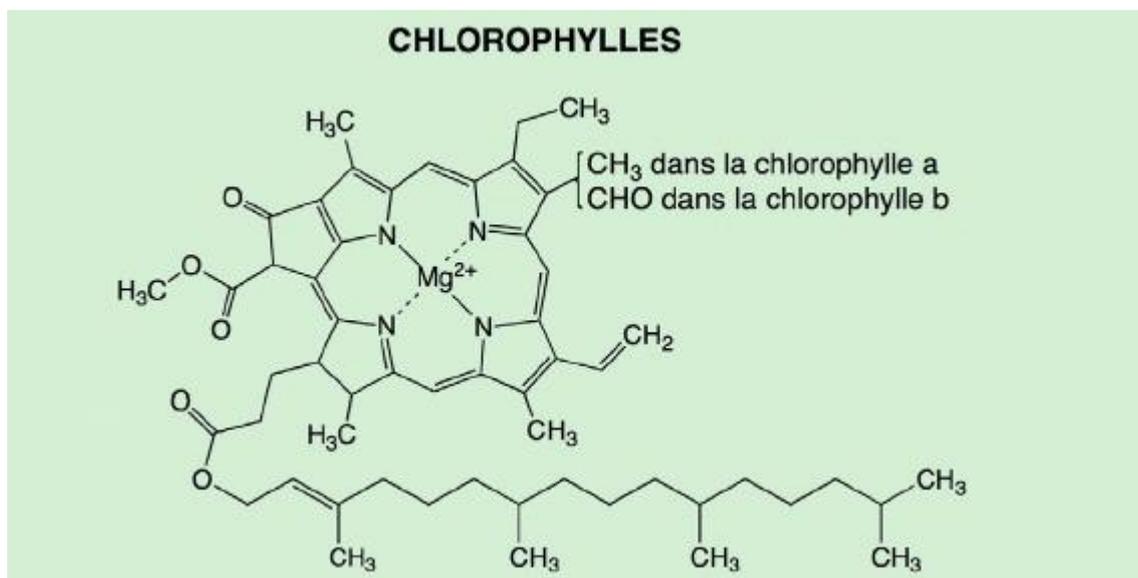
Pigments verts qui jouent un rôle biologique important dans la photosynthèse (**Folly, 2000**). Elles assurent la captation et la migration de l'énergie lumineuse, qui est ensuite convertie en énergie chimique (**Guignard, 2000**).

Les chlorophylles représentent la classe la plus importante et la plus largement distribuée des trois principales classes de pigments naturels. La totalité des plantes vertes contiennent des chlorophylles a et b, responsables de la photosynthèse. La chlorophylle est le pigment principal et la b le pigment accessoire que l'on retrouve dans de petits organites subcellulaires verts appelés chloroplastes (**Gross, 1991**).

La teneur des huiles végétales en chlorophylles et en phéophytines dépend du mode d'extraction de l'huile, du degré de maturité des graines ou des fruits, etc. (**Rahmani et Saaricsallany, 1989**).

Les chlorophylles et phéophytines correspondantes peuvent être dosées directement dans le corps gras par spectrophotométrie visible (**Psomiadou et Tsimidou, 2001**). L'absorption de la lumière par la chlorophylle est due à la présence de nombreuses doubles liaisons conjuguées dans sa structure. La chlorophylle a absorbe la lumière dans les longueurs d'ondes bleues (478- 483 nm) et rouges (660 nm); la chlorophylle b absorbe la lumière dans les longueurs d'ondes bleues (445 nm) et rouges (645 nm) (**Anonyme2, 2022**).

La structure chimique des chlorophylles a et b est représentée dans la **figure 3**.



**Figure 3:** Structure chimique de la chlorophylle a et b (**Renoult et Valeur, 2015b**).

- **Hydrocarbures**

Ce sont des paraffines de 11 à 35 atomes de Carbone, se trouvant à l'état de traces dans l'huile (**François, 1974**).

Le **tableau IV** regroupe les constituants mineurs de l'huile de soja, dont certains doivent être obligatoirement éliminés durant le raffinage.

**Tableau IV** : Les principaux constituants mineurs de l'huile de soja (**Platon, 1988 ; Rohani Binti, 2006**).

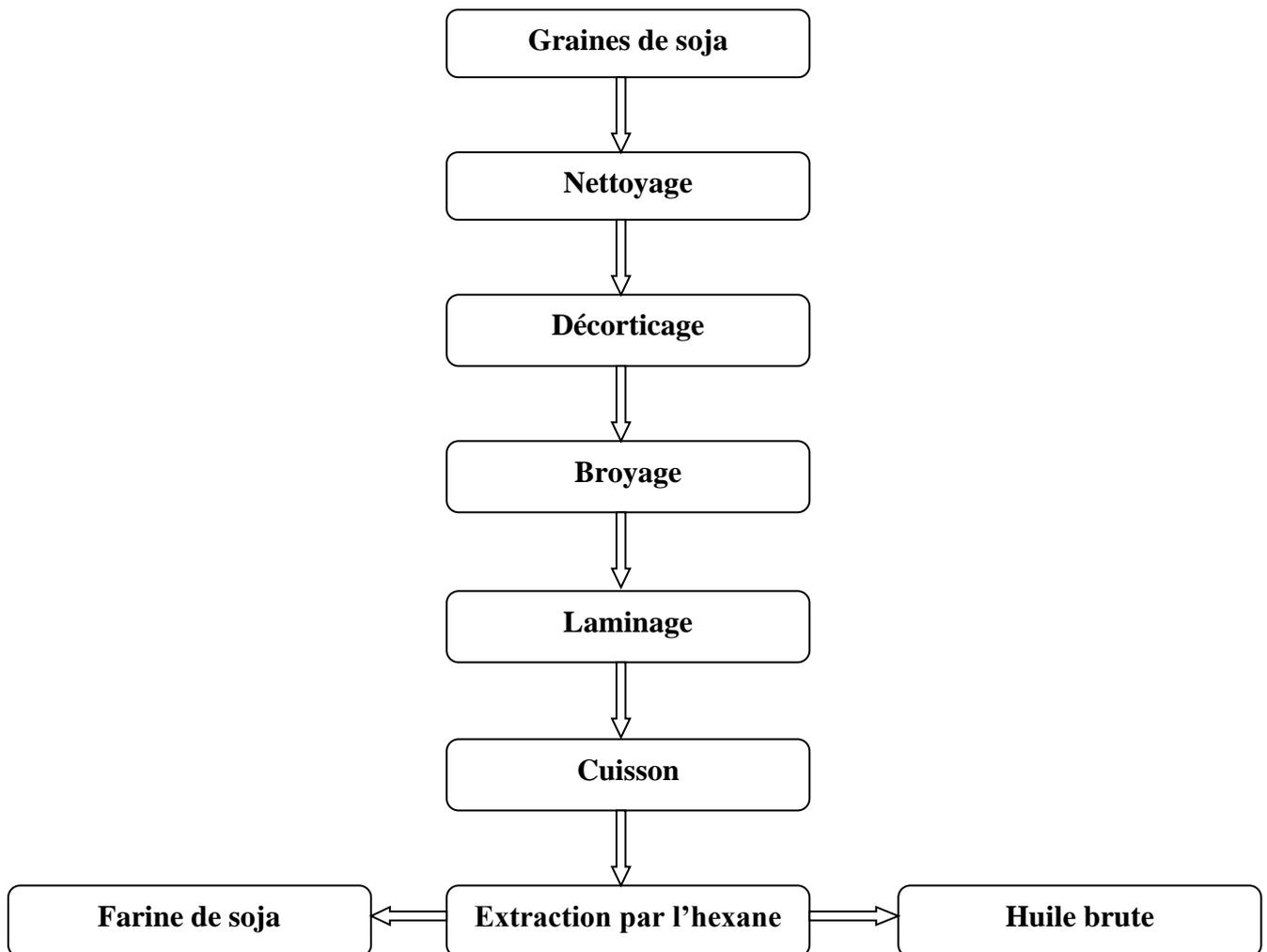
Nature du composant	Composé
Lipidique	Phosphatides hydratables et non hydratables, glycérides partiels et acides gras libres
Glucidique	Sucres libres et glycolipides.
Ions métallique	Fer, cuivre, calcium et magnésium.
Pigments colorants	Caroténoïdes et chlorophylle.
Produits oxydés	Aldéhydes, cétones et peroxyde.
Autres	Composés odorants, matières insaponifiables (hydrocarbonés, alcools et stérols).

### II.3.2. Obtention de l'huile de soja

Le soja a une faible teneur en huile (environ 20 %). L'extraction de cette dernière se fait alors par un solvant qui se mélange avec les flocons à contre-courant. Le solvant le plus utilisé est l'hexane en raison de sa basse température d'évaporation (63 à 69°C), sa stabilité élevée et son rendement d'extraction très satisfaisant (**Seth et al., 2007**).

La phase de préparation des graines (nettoyage, décorticage, broyage et laminage) est la première étape de l'extraction (**Blin et al., 2008**), ainsi les flocons obtenus peuvent subir une hydrolyse enzymatique ou un chauffage pour faciliter l'opération. Après extraction de l'huile brute, l'hexane sera ensuite séparé par distillation et récupéré par condensation afin d'être réutilisé (**Kashyap, 2007**).

Les résidus d'extraction (tourteaux et farines) sont utilisés pour l'alimentation animale, tandis que l'huile brute destinée à l'alimentation humaine sera purifiée (**Carli et al., 2008**). Le procédé d'extraction de l'huile brute de soja est représenté dans la **figure 4**



**Figure 4:** Procédé d'extraction de l'huile brute de soja (Costa *et al.*, 2010).

### III. Intérêt de l'huile de soja

L'huile de soja est une huile 100 % végétale, riche en acides gras essentiels et pauvres en cholestérol. C'est une huile de table excellente par sa teneur en acide linoléique qui la rend fragile à la chaleur. C'est une bonne source de vitamines, elle est naturellement protégée à l'oxydation par la vitamine E qu'elle contient (Poisson et Nacre, 2003).

## **Chapitre II**

# **Raffinage de l'huile de soja**

## **I. Définition**

Le raffinage est une opération qui a pour but de débarrasser les huiles alimentaires des impuretés qu'elles contiennent, de leur conférer un gout discret et de permettre leur bonne conservation (**Cossut *et al.*, 2002b**).

Les opérations de raffinage ont pour but d'éliminer ces substances qui donnent à l'huile un aspect trouble, une odeur et un goût désagréables (**Belhaine, 2017**).

Après extraction, l'huile brute obtenue peut contenir, en plus des triglycérides, des impuretés et des composés indésirables qui se trouvent à l'état soluble insoluble ou en suspension colloïdale tels que les Acides Gras Libres (AGL), les pigments (les carotènes), les mucilages, les phosphatines, les peroxydes et les cires (**Belhaine, 2017**).

Obtenir une huile neutre non peroxydée, peu colorée et désodorisée est une garantie d'innocuité et l'assurance d'une huile de bonne qualité répondant aux exigences réglementaires établies (**Kovari, 2000**).

## **II. Constituants à éliminer au cours du raffinage**

D'après (**Pagés, 2012**), la nature de certains composés indésirables, leur origine et leur teneur ainsi que les inconvénients de leur présence dans l'huile de soja sont reportés dans le **tableau VI**

**Tableau V** : Constituants indésirables éliminés au cours du raffinage de l'huile de soja brute  
(Pagés, 2012)

Constituants	Taux	Origine	Inconvénients de leur présence
<b>Acides gras libre</b>	0,3 à 5 %	Constituants naturels libérés par hydrolyse	Gout fumée à chaud Hydrolyse Instabilité organoleptique
<b>Phospholipides</b>	0,2 à 1,8 %	Constituants naturels	Aspect trouble Instabilité organoleptique Dépôt et brunissement à chaud
<b>Produits d'oxydation</b>	Variable avec l'état de la matière première	Auto-oxydation	Instabilité organoleptique Couleur
<b>Flaveurs</b>	< 0,1 %	Naturelle Auto-oxydation	Odeur Gout
<b>Cires</b>	N × 100 mg/kg	Constituants naturels	Aspect trouble
<b>Pigments</b>	N × 10 mg/kg	Constituants naturels	Couleur Instabilité organoleptique
<b>Métaux(fer, cuivre)</b>	N × en mg/kg	Constituants naturels Contamination	Catalyseurs d'oxydation
<b>Contaminants</b> <b>Métaux lourds</b> <b>Pestisides</b> <b>HAP</b> <b>Mycotoxines</b>	N × 10 mg par tonne	Contamination	Hygiène alimentaire Santé
HPA : Hydrocarbures Polycyclique Aromatiques N : Nombre entier (compris entre 0 et 9)			

### III. Différents types de raffinage

#### III.1. Raffinage physique

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) à une température supérieure à 235°C, pour faciliter la distillation des acides gras. L'efficacité du dégomme, de la décoloration et du vide pendant la désodorisation permet de limiter les pertes en huile, contrairement au traitement chimique (Bauer *et al.*, 2010)

#### III.2. Raffinage enzymatique

C'est la méthode la plus récente qui consiste en un raffinage physique où une phospholipase est employée pour convertir des phosphatides non hydratés en leur forme hydratée, insoluble dans l'huile et les séparer par une centrifugation continue (Young *et al.*, 2006).

#### III.3. Raffinage chimique

C'est le procédé le plus couramment utilisé et le plus fiable pour obtenir une huile de soja de bonne qualité (Platon, 2013). Il se déroule en quatre étapes qui sont : la déémucilagination, la neutralisation, la décoloration et la désodorisation. L'objectif de ces étapes est d'éliminer les phospholipides qui sont à l'origine de l'aspect trouble des huiles ainsi que de leur brunissement à chaud, les acides gras libres qui rendent les huiles acides, les pigments qui colorent trop intensément les huiles et les composés volatils qui sont responsables des saveurs des huiles (Régis *et al.*, 2016b).

##### III.3.1. Déémucilagination ou dégomme

Pour la plupart des huiles, la première étape du raffinage est le dégomme qui permet l'élimination des phospholipides, facteurs d'instabilité qui tendent à troubler l'huile et induisent des colorations lors de son chauffage (Morin et Pagés, 2002 ; Ciofalo *et al.*, 2006). On distingue deux types de dégomme selon le traitement utilisé (Dijkstra, 1998).

❖ **Dégommage acide**

De façon générale, l'acide phosphorique est largement utilisé, car il se forme des liaisons fortes entre les groupements phosphates et les ions calcium, fer ou magnésium (Kartika, 2005b ; Deffense, 2009).

La technique la plus employée consiste à disperser dans l'huile brute chauffée à 60°C, 1 à 3 % d'acide phosphorique commercial à 75%. Ensuite, un brassage durant 20 minutes est effectué pour permettre l'hydratation des phospholipides (Denise, 1992a).

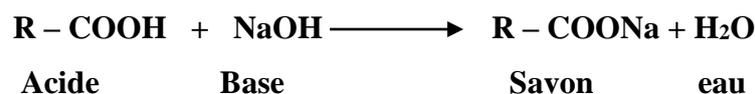
❖ **Dégommage enzymatique**

La démulcination enzymatique est un type de procédé physique performant, qui produit des rendements en huile plus élevés (Gibon et Tritiaux, 1998 ; Kovari, 2004a). Elle consiste à transformer les phospholipides non hydratables en lysophospholipides hydratables sous l'action d'une phospholipase (Gibon et Tritiaux, 1998).

**III.3.2. Neutralisation**

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

La soude joue également un rôle de décoloration partielle (Denise, 1992b).

**III.3.3. Lavage et séchage**

C'est l'opération qui permet d'éliminer les substances alcalines (savons et soude en excès) présentes dans l'huile à la sortie de la tribune de neutralisation ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides et autres impuretés (Denise, 1992c). Un à deux lavages à l'eau chaude (90°C) permettent d'éliminer la quasi-totalité des traces de savons résiduels.

L'humidité présente dans l'huile lavée est éliminée avant l'opération de décoloration car elle peut provoquer un colmatage rapide des filtres surtout en présence de savon. L'huile neutralisée sortant de lavage est pulvérisée dans une tour verticale maintenue sous une pression de 30 à 60 bars (Denis, 1992e).

### **III.3.4. Décoloration ou blanchiment**

Les huiles déémucilaginées et neutralisées ont également acquis une teinte plus ou moins foncée due à la présence de pigments colorés qui peuvent accentuer cette teinte au cours du stockage ultérieur (**François, 1974**). La décoloration vise à éliminer les pigments que la neutralisation n'a que très partiellement détruit, elle fait intervenir un phénomène physique d'adsorption sur la terre décolorante ou sur le charbon actif (**Helme, 1984**). La terre est additionnée à l'huile, le mélange est ensuite chauffé à 90°C sous pression réduite, après contact de quelques minutes, le mélange est séparé par filtration via des filtres automatiques de type NIAGARA (**Adrian et Potus, 1998**).

### **III.3.5. Désodorisation**

La dernière étape du raffinage et « la désodorisation », elle consiste en l'élimination des substances odorantes telles que les composés aromatiques (aldéhydes, cétones et hydrocarbures) et d'autres substances comme les stérols et les tocophérols par distillation au moyen de vapeur d'eau, sous vide poussé ou à une température voisine de 250°C (**Bor, 1991 ; Berk, 1993a**).

Les différentes étapes du raffinage chimique sont présentées dans **la figure 5**

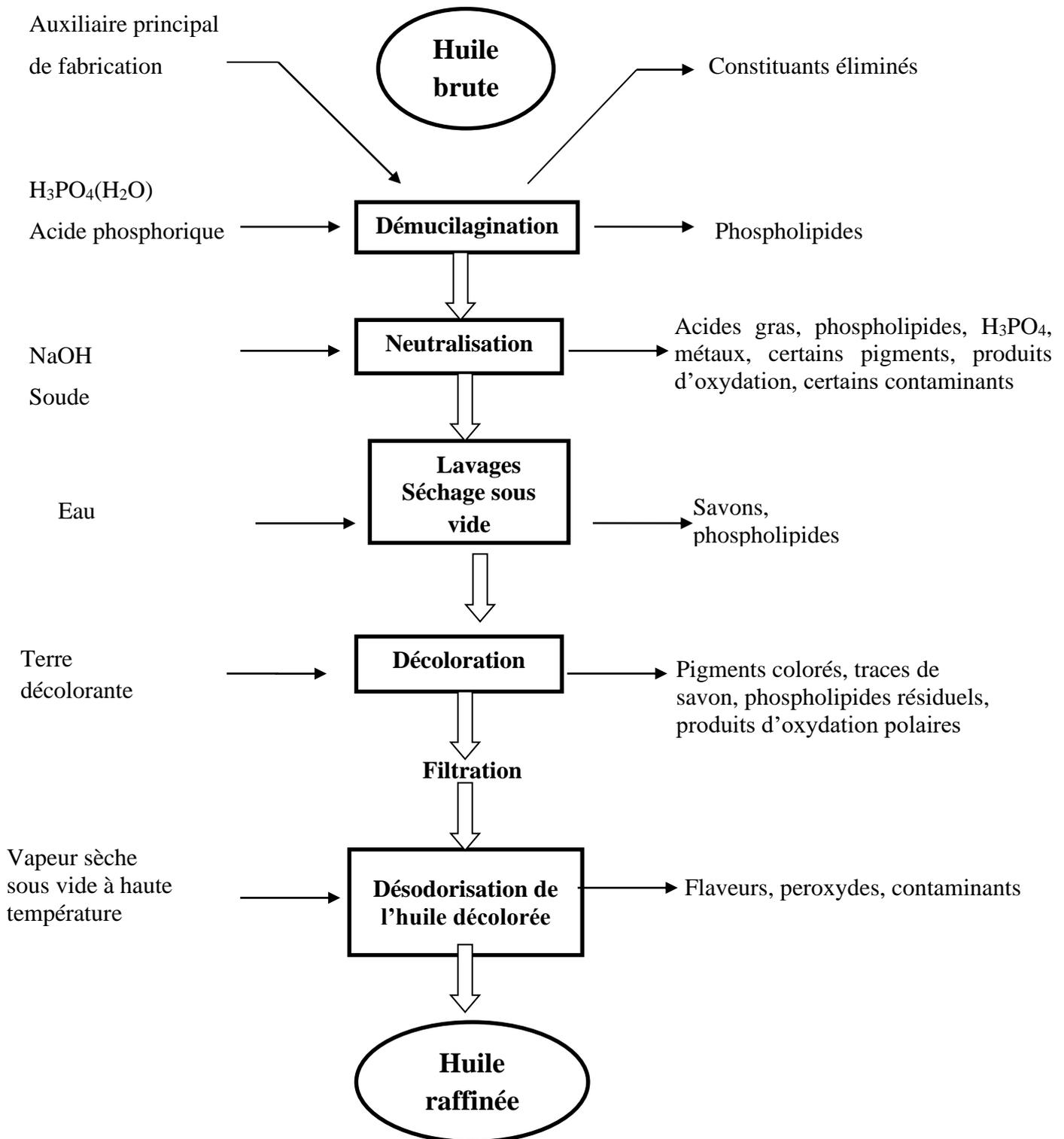


Figure 5: Schéma représentant les opérations du raffinage chimique (Pages, 2012).

## IV. Mécanisme de décoloration

La décoloration ou blanchiment est un traitement qui fait appel, soit à des réactions chimiques (oxydation, réduction, carbonisation), soit à des réactions physiques (agents adsorbants, charbon actif) qui contribuent à l'élimination des pigments naturels (les chlorophylles et caroténoïdes), et les traces métalliques (cuivre, fer) qui agissent sur la stabilité oxydative de l'huile (Zschau, 2001).

Les composés à supprimer peuvent être naturels (pigments naturels, phospholipides), contaminants de l'environnement (pesticide, hydrocarbure poly-aromatique), et sous-produits formés pendant le stockage, mais également les produits chimiques utilisés lors du raffinage (savon) (Kovari, 2004b).

L'adsorption est le processus au cours duquel des molécules contenues dans un fluide (gaz ou liquide) sont appelées adsorbat, se fixent à la surface d'un solide appelé adsorbant via des sites spécifiques. L'adsorption est dite chimique ou physique selon la nature ces interactions (Wuithier, 1972).

### IV.1. Processus de la décoloration

La décoloration est réalisée soit en continue ou en discontinue. Dans les deux cas, le traitement est réalisé sous vide, avec l'utilisation d'une terre décolorante à la température de 80-120°C pendant une durée de 15-30 minutes (Zschau, 2001).

#### IV.1.1. Décoloration discontinue

La décoloration discontinue est effectuée dans un ou plusieurs récipients équipés d'une terre décolorante. Cette dernière est ajoutée à l'huile à une certaine température. La suspension est agitée pendant 15-30 minutes. A la fin de la décoloration, le mélange huile - terre est séparé par filtration (Zschau, 2001).

#### IV.1.2. Décoloration continue

Ce procédé de décoloration continue a été découvert pour la première fois par KING - WHARTON. La terre de décoloration est ajoutée en continue à l'huile. La terre de décoloration et l'huile sont séparées par filtration après un certain temps (Zschau, 2001).

## IV.2. Facteurs influençant la décoloration

### ▪ Pourcentage de terre décolorante

On détermine la quantité de terre décolorante à utiliser selon l'objectif de l'utilisation et la nature de l'huile à traiter. Un pourcentage important colore l'huile traitée tandis qu'un faible pourcentage n'affecte pas la coloration. Il est donc nécessaire de définir un rapport optimal pour chaque type de terre et d'huile afin d'obtenir un rendement de décoloration maximale (**Denise, 1992b**).

### ▪ Temps de contact

La durée suffisante pour une décoloration satisfaisante se situe entre 15 et 20 minutes. Au-delà, le sur chauffage peut entraîner la réversion de l'absorption (**Ericksson et Widermann, 1989**).

### ▪ Température

Pour l'optimisation des résultats de la décoloration des huiles végétales fluides par les terres activées, il est conseillé de conduire l'opération à une température avoisinant les 90°C (**Denise, 1992d**).

### ▪ Agitation

Afin de limiter le temps de réaction à une demi-heure, il est préférable d'opter pour une agitation efficace (**Denise, 1992e**).

### ▪ Humidité

Il est important de ne pas sécher complètement les argiles blanchissantes (qui contiennent généralement 10 à 18% d'humidité) pour éviter l'effondrement de leur structure, ce qui entraîne la diminution du pouvoir de blanchiment, résultant de la diminution de la surface. L'ajout d'argile activée à l'acide à de l'huile chaude défavorise la capacité d'adsorption de l'argile, qui est dû à l'effondrement de sa structure à cause de l'expulsion de l'humidité trop rapidement (**Wiedermann, 1981**).

### ▪ Vide

L'oxydation de l'huile est favorisée par sa dispersion sur les particules de terre, c'est pourquoi il est préférable d'effectuer la décoloration sous vide léger (**Denise, 1992e**).

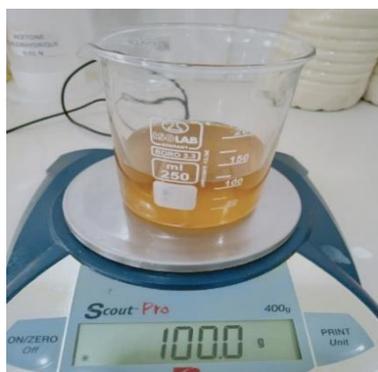
# **Partie Expérimentale**

# **Matériel et méthodes**

## I. Préparation des échantillons

Le présent travail porte sur une évaluation physico-chimique de trois échantillons d'huiles du soja. Deux échantillons d'huiles (brute et séchée) ont été prélevés directement à partir de la chaîne de production, lors du raffinage. Cependant l'autre échantillon (huile décolorée), a été préparée et traitée au niveau du laboratoire (à l'échelle pilote).

Pour la décoloration, 100 g de l'huile séchée ont été pesés dans un bécher puis chauffés jusqu'à 40 °C, des quantités de terre décolorante (0,7 ; 0,8 et 0,9g) ont ensuite été ajoutées séparément. Sous agitation sur des plaques chauffantes, les trois mélanges ont été chauffés à une température de 90°C pendant 15 minutes, suivi directement par une filtration sur papier filtre. Les principales étapes de cette opération sont illustrées dans la **figure 6**.



100 g d'huile séchée



Chauffage jusqu'à 40°C

Addition de terre décolorante  
(0,7g- 0,8g et 0,9 g)Echantillon après l'ajout  
de la terre décolorante

Filtration

Echantillon après  
filtration

**Figure 6** : Différentes étapes de décoloration de l'huile du soja séchée (à l'échelle du laboratoire)

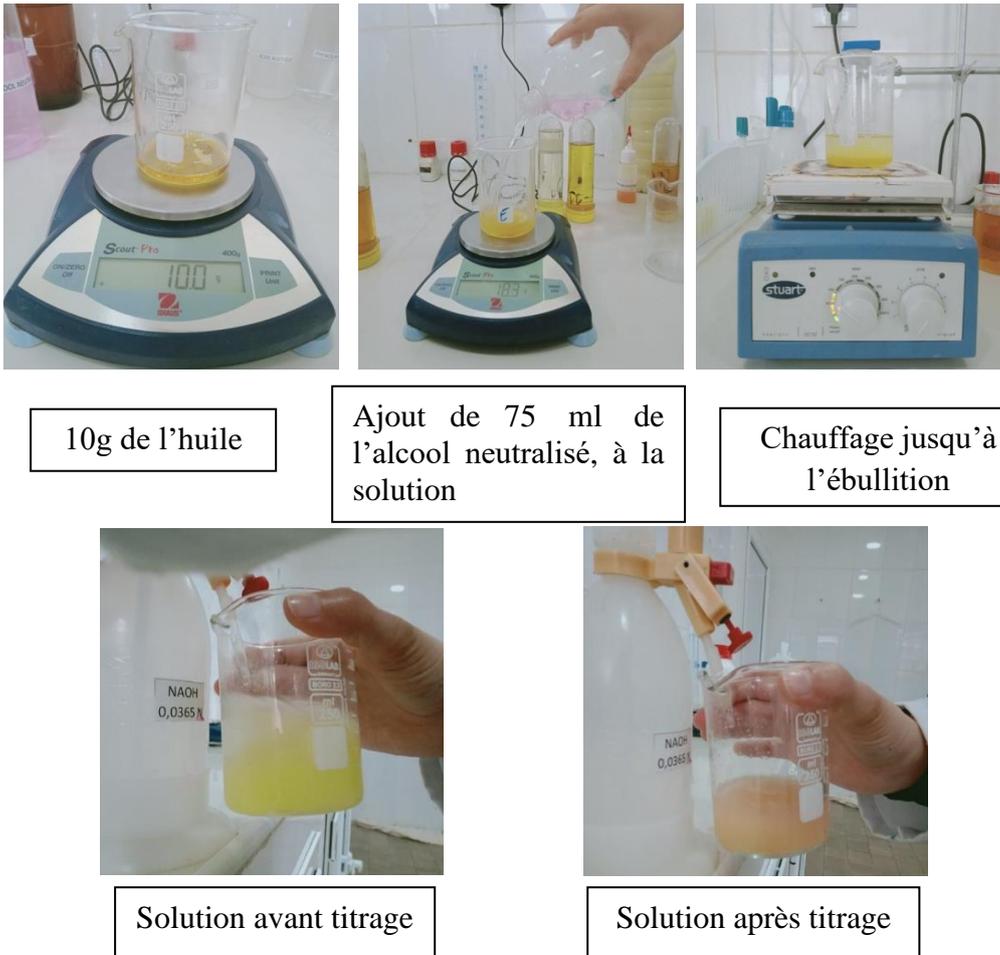
## II. Les analyses physico-chimiques réalisées

### II.1. Détermination de l'acidité (ISO, 1996)

C'est le pourcentage d'acide gras libre exprimé conventionnellement selon la matière du corps gras en acide oléique, acide palmitique et en acide uréique, dont le principe de la méthode, est de neutraliser les acides gras libres présents dans l'huile par une solution de soude et en présence d'un indicateur coloré (phénolphtaléine) selon la réaction suivante :



10g d'huile sont versé dans un bécher. Un volume 75ml d'alcool neutralisé est ajouté à l'huile après la solution est réchauffée jusqu'à l'ébullition. Quelques gouttes d'un indicateur coloré (phénolphtaléine à 1%) est rajoutée à la préparation. Agiter bien le mélange et passer à la procédure du titrage par NaOH à 0,0365 N. l'opération de titrage est arrêtée lorsque la préparation vire au rose. Enfin lire les résultats de titrage en se référant à la chute de burette (**figure7**).



10g de l'huile

Ajout de 75 ml de l'alcool neutralisé, à la solution

Chauffage jusqu'à l'ébullition

Solution avant titrage

Solution après titrage

**Figure 7** : Mode opératoire pour la détermination de l'acidité des échantillons d'huiles étudiés

Le taux d'acidité (A) déterminé dans les échantillons d'huiles analysés, exprimé en pourcentage est donné par la formule suivante :

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

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

**N** : La normalité de NaOH (0,0365 N).

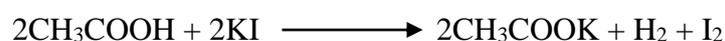
**V** : Volume de NaOH nécessaire pour la neutralisation.

**m** : La masse de la prise d'essai (2g).

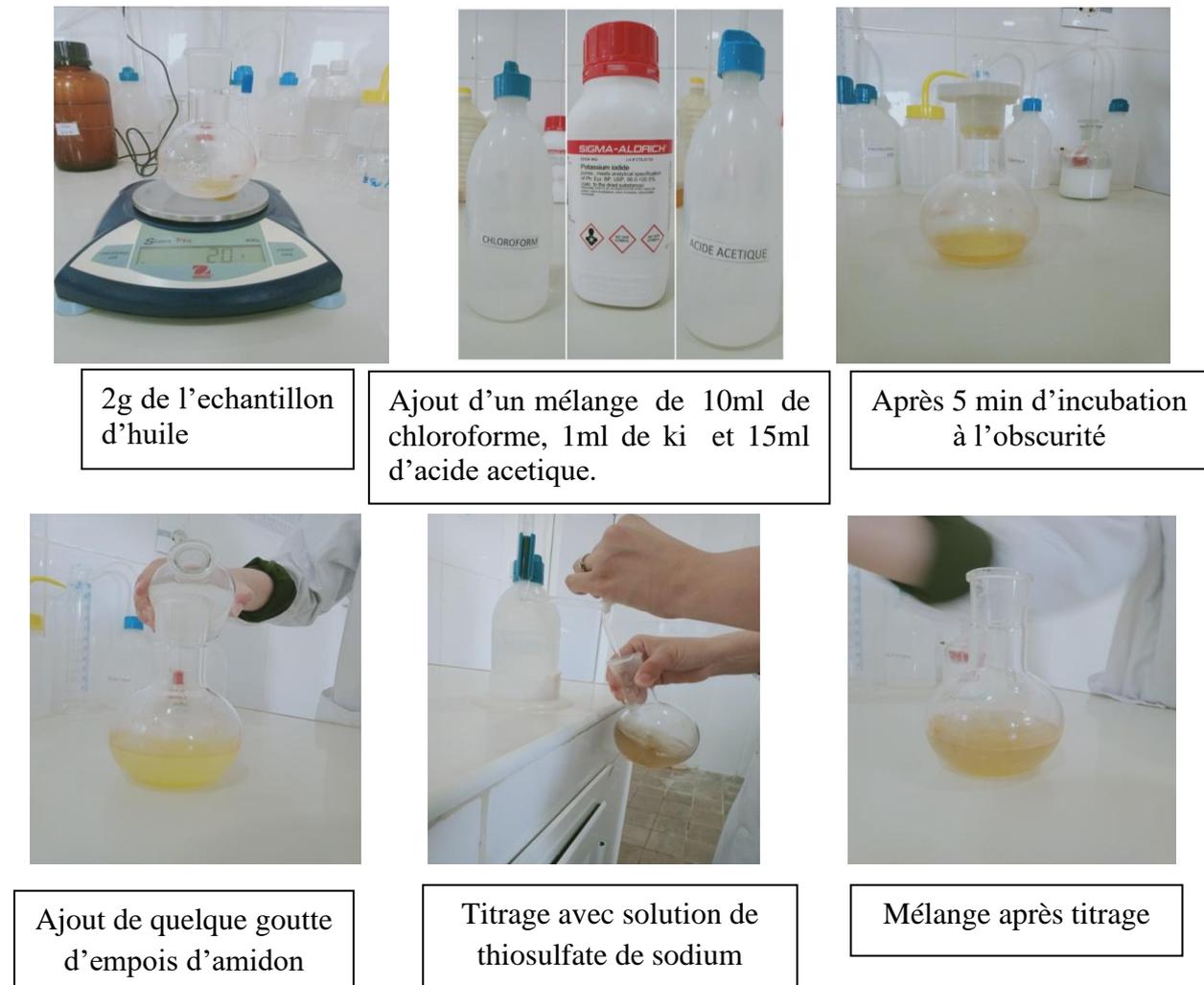
## II.2. Détermination de l'indice de peroxyde (ISO, 2007)

C'est la quantité de produit présente dans l'échantillon exprimée en milliequivalent 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.

Le principe consiste en un traitement d'une quantité d'huile en solution dans l'acide acétique et le chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI), le titrage d'iode libéré se fait par une solution de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré selon la réaction suivante :



Peser 2g d'huile dans un erlenmeyer, rajouter un mélange formé de 10ml de chloroforme, 15ml d'acide acétique et 1ml de la solution saturée d'iodure de potassium (KI, environ 14g/10ml). Agitation du mélange est laissé 5 minutes à l'abri de la lumière. La préparation est complétée à 75 ml par de l'eau distillée, plus 3 à 4 gouttes d'amidon à 1% (indicateur coloré), agitation de mélange qui vire au bleu juste après l'ajout de dernier. À ce moment le titrage effectué sous agitation par la solution de thiosulfate de sodium à 0,002 N, jusqu'à la disparition de la couleur bleue. L'opération est arrêtée et la lecture de volume se fait en référence à la chute de la burette. Le protocole opératoire est résumé dans la **figure 8**.



**Figure 8 :** Mode opératoire pour la détermination de l'indice de peroxyde des échantillons d'huiles étudiés

L'indice de peroxydes (IP) de différents échantillons est calculé selon la formule ci-après :

$$IP \text{ (még.g O}_2 \text{ / kg MG)} = (N \times (V1-V0) \times 1000) / P$$

**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 (0,002 N).

**P :** Prise d'essai en gramme (2g).

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

### **II.3. Détermination de la couleur (ISO, 1998a)**

La couleur joue un rôle important dans l'évaluation de la qualité d'un aliment. En effet, elle est liée aux principaux constituants qui sont déterminés à leur maximum d'adsorption. Les chlorophylles et les caroténoïdes sont les principaux pigments rencontrés dans l'huile, et qui peuvent être affectés par de mauvaises conditions d'entreposage et aussi par le processus d'oxydation.

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

Dans le but de réaliser ce test, une quantité d'huile à analyser est versée dans une cellule en verre de cinq puces, placée dans le colorimètre. Par la suite, la couleur de l'échantillon est déterminée par une meilleure comparaison possible avec les lames de couleurs standards, et les résultats s'expriment en termes de nombre d'unités jaune et rouge nécessaires pour l'obtention de la couleur correspondante.

### **II.4. Détermination des traces de savon (AOCS, 1989)**

C'est la teneur en oléate de sodium présente dans l'huile, exprimée en partie par million (ppm). L'alcalinité du savon est libérée dans l'acétone en présence du bleu de bromophénol comme indicateur coloré, elle est ensuite titrée par l'acétone chlorhydrique (0,01N) Hcl

Dans une éprouvette, 22,5 d'acétone sont versés, plus quelques gouttes du bleu de bromophénol, puis ajouter quelques gouttes d'eau distillée. La solution obtenue doit être d'une couleur jaune, dans le cas où elle est bleue ou verte cette dernière doit être titrée avec l'acétone chlorhydrique à 0,01N jusqu'à l'obtention de cette couleur jaune.

Par la suite nous avons mis 20 g d'huile à analyser dans cette solution. Le titrage se fait avec l'acétone chlorhydrique à 0,01N jusqu'à virage de couleur jaune (**figure 9**).



**Figure 9** : Mode opératoire pour le dosage des traces du savon dans les échantillons d'huiles étudiés

Les traces du savon (TS), des différents échantillons d'huiles étudiés sont données par la formule suivante :

$$\text{TS ppm} = 304. \text{ N. V. } 1000/\text{P}$$

**304g/mol**: Equivalent gramme d'oléate de sodium.

**N**: Normalité d'acétone chlorhydrique = 0,01N.

**V**: Volume d'acétone chlorhydrique à la chute de la burette.

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

## II.5. Détermination de l'humidité (ISO, 1998b)

Ce test est basé sur la détermination du poids d'une prise d'essai après séchage à l'étuve, et toute différence dans le poids indique la présence d'eau ou de matière volatile.

Dans un bécher de 100 ml est peser à vide, son poids est noté P1, puis 2g d'huile sont versé dedans tout en notant le poids de cette huile P2. Cet échantillon est placé dans une étuve réglée à une température de 103° pendant 1 à 2 heures, puis dans un dessiccateur pour

empêcher la reconstitution de l'humidité de nouveau. Ensuite pesé le poids de l'échantillon P3 et le remettre dans l'étuve à chaque fois jusqu'à ce que le poids P3 soit stable (**figure 10**).



Prendre les poids du bécber, sans et avec l'échantillon



Séchage de l'échantillon dans l'étuve à 103°C pendant 1 à 2h



Mettre l'échantillon dans un dessiccateur pour compléter le séchage.

**Figure 10** : Détermination du taux d'humidité des échantillons d'huiles étudiés

Le taux d'humidité (H), exprimé en pourcentage, des différents échantillons est calculé comme suit :

$$H \% = \frac{(P1+P2-P3) \times 100}{P2}$$

P1 : Poids du bécber à vide.

P2 : Poids de l'huile sécher.

P3 : Poids de l'échantillon après séchage.

## II.6. Dosage des pigments

### II.6.1. Dosage des chlorophylles

La spectrophotométrie UV-visible est utilisée pour doser les pigments présents en solution, lorsque ces derniers sont capables d'absorber les photons dans la gamme de longueurs d'onde de domaine de visible.

Les teneurs en chlorophylles dans nos échantillons d'huiles ont été déterminés selon la méthode décrite par **Wolf (1992)**, basée sur une quantification par spectrophotométrie. Les absorbances aux longueurs d'onde 630, 670 et 710 nm des échantillons d'huile filtrés ont été respectivement lues par spectrophotométrie par rapport à un solvant de référence (tétrachlorure du carbone). Les concentrations en chlorophylles dans les huiles analysées sont données par la relation suivante :

$$\text{Chlorophylles (ppm)} = \frac{A_{610} - [(A_{630} + A_{710})/2]}{k \times l}$$

D'où

**A** : Est l'absorbance à la longueur d'onde indiquée (630,670 et 710) ;

**K** : Est coefficient d'extraction de la chlorophylle dans l'huile ( $\approx 0,0964$ ) ;

**L** : Est l'épaisseur de la cuve (1cm).

### II.6.2. Dosage de $\beta$ -carotène

Pour déterminer la teneur de  $\beta$ -carotène dans nos échantillons, nous avons optés par la méthode décrite par (**Minguez-Mosquera et al., 1990**) Pour cela, une quantité d'huile à analyser (7,5 g) a été introduite dans une fiole jauge de 25 ml, et nous avons compléter jusqu'au trait de jauge par le cyclohexane (**figure 11**). Par la suite, l'absorbance de nos solutions est lue à une longueur d'onde de 455 nm contre un blanc constitué du tétrachlorure de carbone. La teneur en  $\beta$ -carotène, de nos échantillons, est déterminée comme suit :

$$\beta\text{-carotène (mg/kg)} = \frac{A_{455} \times 10^6}{E^\circ \times L \times 100}$$

D'où

$A_{455}$  : Est la valeur de l'absorbance lue à une longueur d'onde de 455 nm ;

$E^{\circ}$  : Est l'extraction spécifique des carotènes égaux à 2590 ;

$L$  : Est l'épaisseur de la cuve (1cm).



7,5 g de l'huile



Ajuster avec du cyclohexane au trait de jauge  
jusqu'à 25ml

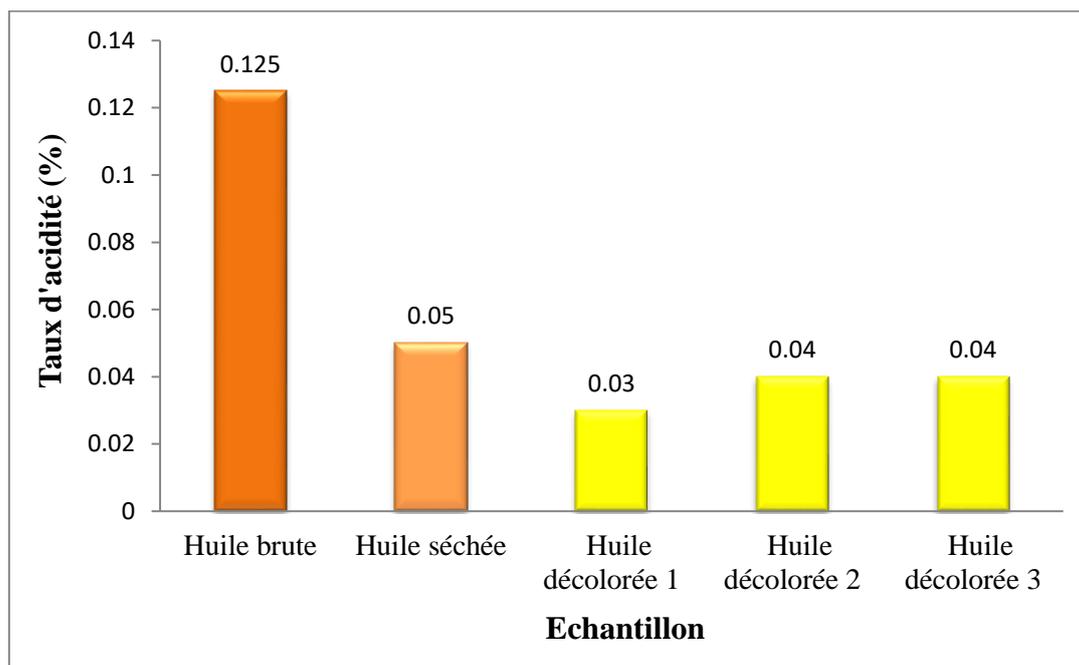
**Figure 11** : Dosage des pigments des échantillons d'huiles étudiés

# **Résultats et discussion**

Les résultats de détermination des différents paramètres physicochimiques obtenus, pour les échantillons d'huile de soja étudiés (brute, séché et décolorée), sont les suivants :

## I. Acidité

La **figure 12**, présente les résultats obtenus pour la détermination du taux d'acidité des échantillons d'huiles de soja analysés.



**Figure 12 :** Taux d'acidité des échantillons d'huiles de soja étudiés

À partir des résultats obtenus (**figure12**), nous constatons que l'acidité de l'huile de soja brute est inférieure aux normes établies ( $\leq 1,5\%$ ), ce qui nous mène à dire que l'huile de soja importée est de bonne qualité. Cela signifie, également, que les conditions d'extraction et celles du stockage de cette l'huile, ont été bien respectées (**Talal Elsir et al., 2013**).

Après le traitement du séchage de l'huile brut, nous remarquons que l'acidité a diminué d'une façon importante (de 0,125% à 0,05%) (**figure12**). Ceci peut être expliqué par la neutralisation des acides gras libres par la soude (NaOH). En effet, d'après **Berk (1993b)**, la neutralisation par NaOH permet l'élimination d'une majeure partie des acides gras libres et l'acidité résiduelle n'est que de 0,05%, ce qui met en conformité l'huile séchée avec la norme qui est de 0,10%.

Selon Denis (1992b), après décoloration, il doit y avoir une légère augmentation de l'acidité due aux quantités importantes ajoutées de terre décolorante, qui s'explique par une transformation des traces du savon en acides gras libres, sous l'action de la terre décolorante, et aussi au caractère acide de cette terre après son activation par l'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ).

Cependant pour nos échantillon (figure 12) les résultats obtenus montrent une légère diminution de l'acidité après le traitement avec la terre décolorante cela a été expliqué par (Addar, 2022) par l'acide citrique ajouté lors du deuxième lavage qui résulte dans l'augmentation de l'acidité de l'huile séchée.

## II. Indice de peroxyde

Les résultats de l'indice de peroxyde obtenus pour nos échantillons sont illustrés dans la figure 13 :

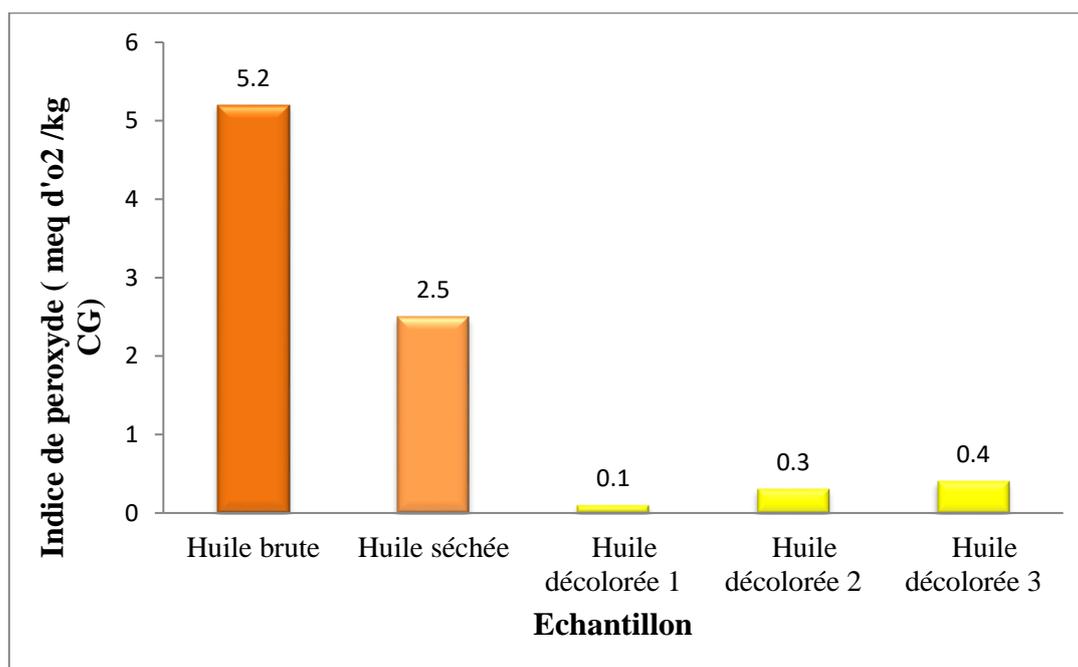


Figure 13 : Indice de peroxyde des échantillons d'huiles du soja étudiés

D'après nos résultats dans la figure 13 nous constatons que l'indice de peroxyde de l'huile brute est conforme à la norme qui est inférieure ou égale à 12 ( $\leq 12$ ) mais aussi il est faible, ce qui signifie qu'il n'y avait pas d'oxydation très importante au cours du stockage de l'huile brute de soja. La formation des peroxydes est due à la présence de l'oxygène dissout dans l'huile (Shahidan, 2015). Il est à noter, que l'indice de peroxyde diminue au cours du

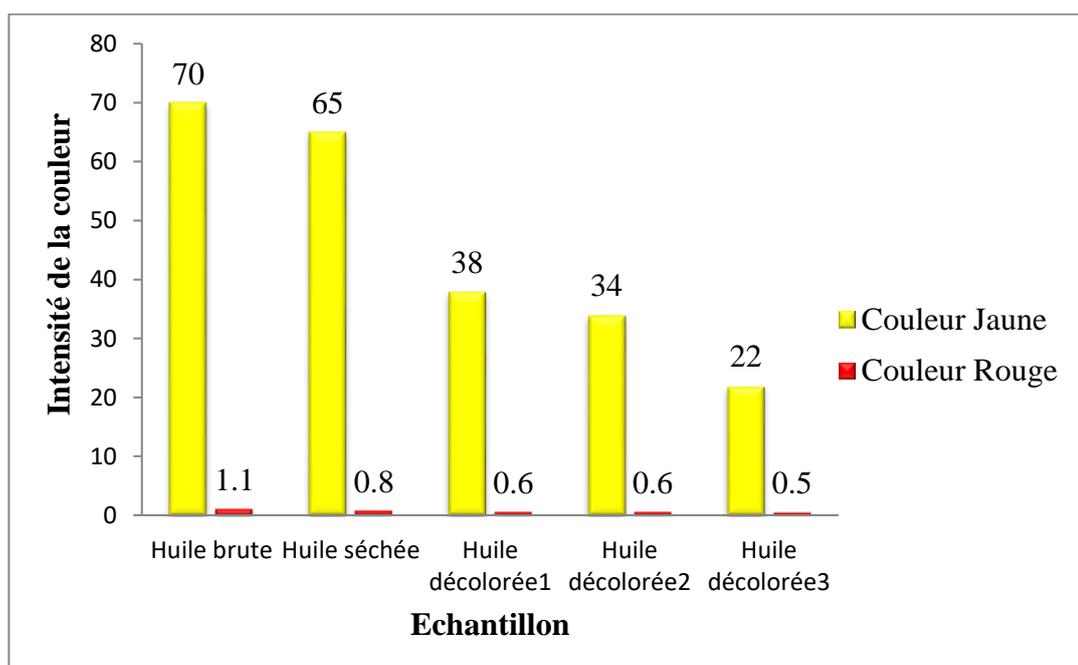
raffinage notamment pour l'huile séchée, cela peut être expliqué par l'élimination des peroxydes au cours des opérations de neutralisation et de lavage (Addar, 2022).

Dans l'étape de décoloration nous remarquons que les indices de peroxydes enregistrés augmentent avec les quantités en terre décolorante rajoutées (**figure 13**), sachant que dans les normes cet indice doit être nul. En effet, cela est probablement dû aux réactions d'oxydation de cette huile. Selon **Pestana et al. (2008)**, en présence d'oxygène les acides gras insaturés se transforment aux peroxydes. Ces derniers réagissent avec d'autres acides gras insaturés pour donner des hydroperoxydes qui s'oxydent à leur tour et donnent naissance, aux aldéhydes et aux cétones responsables du rancissement des huiles.

L'influence de la terre décolorante rajoutée pendant les opérations de traitement de décoloration de l'huile est non négligeable. Il a été démontré que l'indice de peroxyde augmente avec la quantité de terre décolorante rajoutée. Néanmoins ces substances peuvent être éliminées au cours de la dernière étape de raffinage, l'opération de désodorisation va permettre l'élimination des produits primaires de l'oxydation (Addar, 2022).

### III. Détermination de la couleur

Les résultats obtenus pour la détermination de la couleur de nos échantillons, sont présentés sous forme d'histogrammes dans la **figure 14**.



**Figure 14** : Détermination de la coloration des échantillons d'huiles du soja étudiés

D'après les résultats obtenue dans la **figure 14**, nous constatons que la couleur rouge reste plus au moins stable quel que soit la quantité en terre décolorante rajoutée après le traitement de décoloration, contrairement à l'intensité de la couleur jaune qui diminue au fur et à mesure que les étapes de raffinage, notamment au cours des différentes opérations de décolorations (**figure 14**).

D'après la **figure 14**, la couleur jaune de l'huile brute est estimée à 70, suivie par l'huile séchée (65) et pour l'huile décolorée il diminue aussi par rapport aux deux huiles (brute et séchée), allant de 38 à 28. Cependant, pour la couleur rouge il diminue légèrement, de 1,1 (huile brute) à 0,8 (huile séchée), et pour l'huile décolorée avec des valeurs très voisines (de 0,6 à 0,5). En effet, d'après **Topkafa** et ses collaborateurs (**2015**), la diminution de la couleur de l'huile séchée par rapport à l'huile brute serait liée à l'effet de l'élimination des résidus du savon, des phosphatides et des métaux sous forme de traces. Ces impuretés sont éliminées lors des opérations de dégommage et de neutralisation.

Il est à noter, que la couleur jaune est inversement relative avec la quantité de terre décolorante rajoutée. Ce sont les pigments, prioritairement, les plus touchés et qui présentent une bonne affinité avec la terre décolorante, qui s'explique ainsi par les phénomène d'adsorption (**Topkafa et al., 2015**), autrement dit, l'effet de la terre décolorante qui adsorbe ces pigments (**Werner, 2010**).

#### **IV. Les traces du savon**

Les résultats obtenus sur l'huile séchée montre que la teneur des traces de savon conforme à la norme qui doit être inférieur ou égale à 50ppm ( $\leq 50$  ppm) mais elle est à très faible quantité (0.02 ppm), on explique ca par la bonne séparation des deux phases huile-savon par la centrifugation au cours du deuxième lavage. Ceci est avantageux lorsqu'on sait que leur présence peut entraîner l'inactivation de la terre décolorante. (**Johnson, 2002**).

#### **V. Taux d'humidité**

Le tableau ci-après résume les taux d'humidité trouvés pour les huiles de soja brute et séchée, comparés aux normes établis par l'entreprise.

**Tableau VI** : Résultats de taux d'humidité des échantillons d'huiles du soja étudiés (%)

Echantillon	Résultats	Normes
Huile brute	0,96 %	0,5 à 1,5 %
Huile séchée	0,11 %	0,1 à 0,3 %

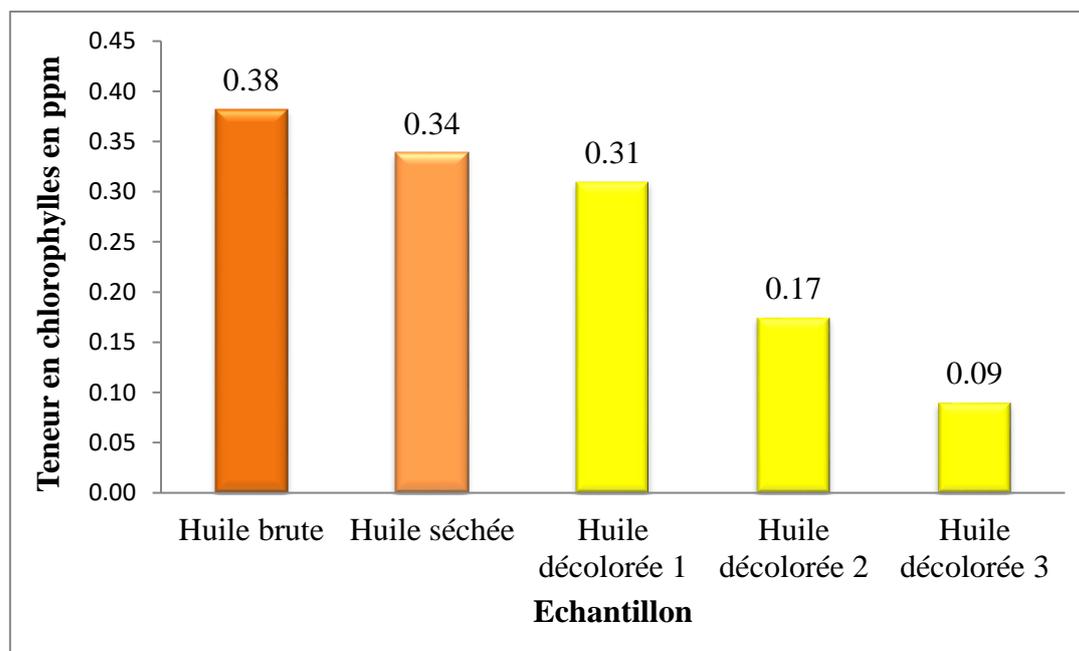
L'humidité de l'huile brute conforme à la norme qui varie de 0,5 à 1,5%, ce qui indique les bonnes conditions de trituration et de stockage des huiles aux niveaux des bacs (**Karleskind, 1992**).

Après séchage le taux d'humidité est abaisser jusqu'à 0,11% dans l'huile séchée, et qui répond également aux normes. D'après **Karleskind (1992)**, cette étape est très importante car l'humidité présente dans l'huile désactive la terre décolorante qui provoque un colmatage des filtres et gêne les opérations ultérieures.

## VI. Teneurs des pigments (chlorophylles et caroténoïdes)

### VI.1. Chlorophylles

Les résultats obtenus, pour le dosage des chlorophylles de nos échantillons, sont donnés par les histogrammes de la **figure 15**.

**Figure 15** : Teneurs de chlorophylles des échantillons d'huiles de soja étudiés

La présence de pigments verts ou de chlorophylle peut induire l'oxydation des graisses et des huiles, c'est la raison pour laquelle la décoloration de l'huile est une étape obligatoire à réaliser, afin d'éliminer ces pigments (**O'brien, 2008 ; Li et al., 2019**).

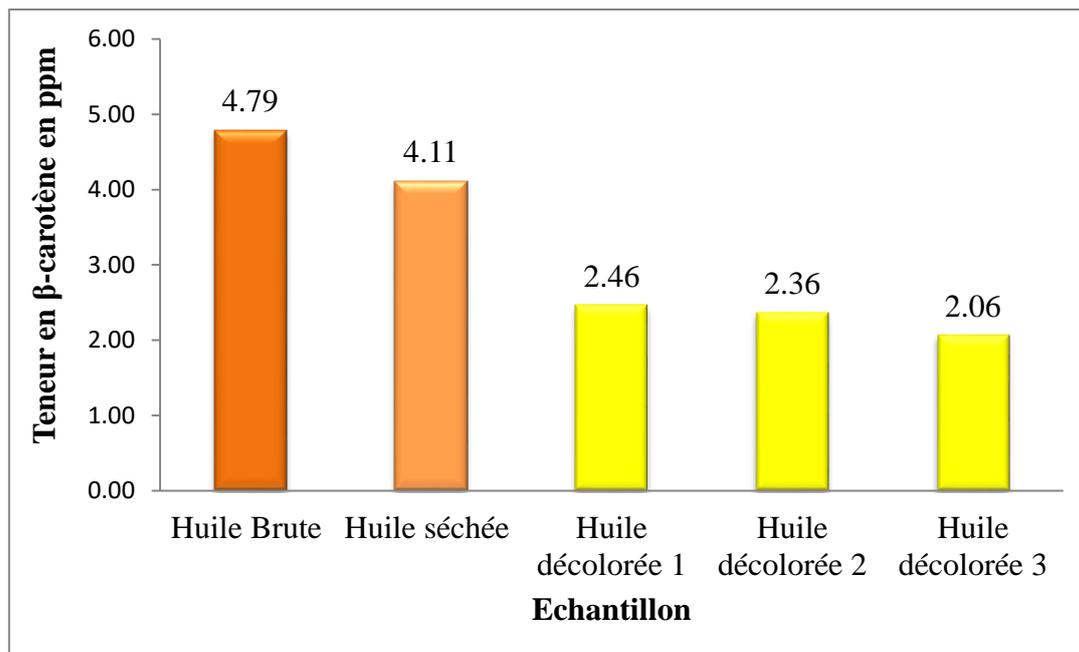
D'après nos résultats (**figure 15**), nous remarquons que la teneur de chlorophylles dans l'huile séchée diminue légèrement (0,34ppm) par rapport à l'huile brute (0,38ppm). Cela peut être expliqué par l'élimination partielle des chlorophylles dans l'étape de dégomme, qui conduit à la destruction de certains pigments ou leur absorption par la phase aqueuse (**Berk, 1993b**). A titre d'exemple, au cours de dégomme, l'acide phosphorique réagit avec les chlorophylles, en les décomposant en d'autres molécules plus simples ce qui aboutit ainsi à la diminution de leur concentration (**Kartika, 2005b ; Deffense, 2009**).

Après la décoloration nous constatons que la quantité de pigment chlorophyllien diminue progressivement (0,31 ppm, 0,17 ppm et 0,09 ppm) avec l'augmentation de la teneur décolorante (0,7g, 0,8g et 0,9g) respectivement (**figure 15**). Cette diminution peut être expliquée par le phénomène d'adsorption qui se produit entre l'huile et la terre décolorante (**Ming-Hong et Chun-Lin, 2004**), par formation de liaisons covalentes sur les sites acides de Brönsted et/ou de liaisons de coordination sur les sites acides de Lewis (**figure 17**) (**Rahmani et Saari Csallany, 1985**).

## **VI.2. $\beta$ -carotène**

Les résultats obtenus pour le dosage de  $\beta$ -carotène, de nos échantillons sont illustrés dans la **figure 16**.

D'après la **figure 16**, nous remarquons que la teneur des  $\beta$ -carotène dans l'huile séchée diminue à 4,11 ppm par rapport à l'huile brute qui est de 4,79ppm. Après la décoloration une légère diminution a été observé (2,46 ppm, 2,36 ppm et 2,06 ppm). Il est très clair, d'après les **figures 15** et **16**, que l'évolution des  $\beta$ -carotène au cours du raffinage est similaire à celle des chlorophylles.



**Figure 16 :** Teneur de  $\beta$ -carotène des échantillons d'huiles du soja étudié

Selon **Raman *et al.* (1996)**, la réduction de teneur de  $\beta$ -carotène a été expliquée par leur élimination, en partie, au cours de l'opération de neutralisation soit sous l'effet de NaOH (décomposition de  $\beta$ -carotène), ou par le savon formé au cours de cette étape qui peut adsorber ces pigments.

Tout comme les chlorophylles, la terre décolorante élimine aussi une partie de  $\beta$ -carotène par le phénomène d'adsorption au cours de décoloration de l'huile séchée. En effet, les  $\beta$ -carotènes sont des meilleurs accepteurs et donneurs d'électrons qui peuvent s'attacher à la surface de l'argile sous forme de carbocation. Lorsqu'ils se fixent sur le site de Lewis, il présente un caractère nucléophile par contre il présente un caractère électrophile lorsqu'il réagit sur le site acide de Brönsted (**Rahmani et Saaricsallany, 1989**)

# Conclusion

L'étude réalisée a pour objectif de déterminer l'effet du procédé de décoloration de l'huile séchée, avec la terre décolorante, sur les quantités des chlorophylles et de  $\beta$ -carotène, qui a été réalisé au niveau du laboratoire de l'unité de production COGB labelle de Bejaia.

À l'issu des résultats obtenus, pour les différents paramètres physicochimiques, sur les huiles brute, séchée et décolorée, nous avons pu tirer les conclusions suivantes :

- La concentration des pigments (chlorophylles et  $\beta$ -carotènes) ainsi que l'intensité de la couleur des huiles étudiées, diminuent avec l'augmentation des concentrations de terre décolorantes utilisées (0,7-0,8 et 0,9 g) ;
- Les résultats obtenus (de toutes les huiles étudiées) pour l'acidité, l'indice de peroxyde, le taux d'humidité et la teneur en savon, sont conformes aux normes établies par l'entreprise; ceci témoigne le bon déroulement des opérations du raffinage, parallèlement aux contrôle régulier au niveau du laboratoire ;
- Cependant, il est à noter, que pour les teneurs de pigments et l'intensité de la couleur des huiles, n'ont pas répondues aux normes de l'entreprise, qui mène à dire que les quantités de terres décolorante utilisées sont insuffisantes.

Ces tests et résultats restent partiels, d'autres travaux s'imposent afin d'améliorer et d'optimiser les conditions de décoloration, et d'avoir une huile de qualité et plus appréciée par le consommateur, il serait donc intéressant :

- De prendre en considération le suivi d'autres paramètres, tels que le temps de contact, le vide, l'agitation, la température au cours de la décoloration, etc. ;
- D'augmenter le nombre d'essai ;
- De tester d'autres concentrations de la terre décolorante, etc.

# Référence Bibliographique

## **A**

**Adrian J., Potus J., E.T. et Frangne R. (1995).** La science alimentaire de A à Z. Ed. Tec et doc. Lavoisier. Pp 320-369.

**Adrian J., Potus J. et Poifait A. (1998).** Méthode physicochimiques générale. In : Introduction à l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaires. Paris : Tec.Doc Lavoisier, pp 47-51.

**Apfelbaum M., Romain M. et Dubus M. (2009).** Diététique et nutrition. 7<sup>ème</sup> édition. Masson, Paris. pp 321-334.

**AOCS. (1989).** Méthodes d'analyse des corps gras. Détermination des traces de savon. Méthode off 1.2-365.

## **B**

**Bauer W.J., Badoud R. et Löliger 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.

**Belhaine A. (2017).** Synthèse de nouveaux matériaux silicates pour la dépollution des eaux. *Thèse doctorat*, Université Abdelhamid Ibn Badis, Mostaganem, Algérie, p 104.

**Berk Z. (1992).** The soybean. In «*Technology of production of edible flours and protein products from soybeans*». FAO agricultural services bulletin. N°97.

**Berk Z. (1993a).** *Technologie de production de farines alimentaires et de produits protéiques issus du soja*. Ed FAO. Rome. P 192.

**Berk Z. (1993b).** 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*.

**Blin J., dabat H., Faugere G., Hanff E. et Weisman N. (2008).** Opportunité de développement des biocarburants au Burkina Faso. Ministère de l'agriculture, de l'hydraulique et des ressources halieutiques, p 63.

**BOR S. LUH. (1991).** Rice, Volume 2: Utilization. Second Edition copyright by Van Nostrand Reinhold. University of California, Davis. P 413.

## C

**Carli M., Coelho Costa F. et Silva O. (2008).** Guide technique pour une utilisation énergétique des huiles végétales. CDU. Éd2. pp. 27.

**Ciofalo V., Barton N., Kreps J., Coats I. et Shanahan D. (2006).** Évaluation de l'innocuité d'une préparation d'enzyme lipase, exprimée dans *Pichia Pastoris*, destinée à être utilisée dans le dégommeage d'huile végétale comestible. *Toxicologie pharmacologie réglementaires*, 45 (1), 1–8.

**Cossut J., Defrenne B., Desmedt C., Ferroul S., Garnet S., Roelstraete L., Vanuxeem M. et Vidal D. (2002a).** *Les corps gras : Entre tradition et modernité*. Dess Qualimapa (Gestion de la Qualité Nutritionnelle et Marketing des Produits Alimentaires), Institut Agro- Alimentaire de Lille Université des Sciences et Technologies de Lille, Institut d'Administration des Entreprises de Lille, pp 21-64.

**Cossut J., Defrenne B., Desnedt C., Ferroul S., Garnet S. et Humbert S. (2002b).** *Les corps gras : entre tradition et modernité*. Lille, Université des sciences et technologie de Lille. P 26.

**Costa J., Mafra I., Amaral J.S. et Oliveira M.B.P.P. (2010).** Monitoring genetically modified soybean along the industrial soybean oil extraction and refining processes by polymerase chain reaction techniques. *Food Research International*. 43(1), 302.

**Cuvelier M.E. et Maillard M.N. (2012).** Stabilité des huiles alimentaires au cours de leur stockage. *19(2)*, 125-132.

## D

**Debruyne. (2001).** Ignace. Soja : Technique de l'ingénieur F 6030, pp 128-9064.

**Deffence E. (2009).** From organique chemistry to fat and oil chemistry. *Oleagineux, corps gras, lipides*. 16(1). 14-24.

**Degnon R.G., Konfo C.T., Aboudou K. et Bagbonon Y.M. (2020).** Influence de la variété sur les caractéristiques microbiologiques, physico-chimiques et sensorielles du afitin, un condiment produit à base de graines de soja au Bénin. *International journal of Innovation and Applied Studies*. 29(4), 1153-1160.

**Denis J. (1998).** Raffinage des corps gras. In Manuel des corps gras. Tome 2ème Ed. Paris. Ed : Lavoisier. P 88.

## ***Référence bibliographique***

**Denise J. (1992 a) Raffinage des corps gras.** In manuel des corps gras tom I. Ed : Tec et doc. Paris : Lavoisier. P 789.

**Denis J. (1992 b) Raffinage des corps gras.** In Manuel des corps gras. Tome 2. Ed : Technique et documentation. Paris : Lavoisier. Pp 787-1580.

**Denise J. (1992 c) Raffinage des corps gras.** In Manuel des corps gras. Volume 2. Ed. Tec et doc Lavoisier. pp: 789-881.

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

**Denise J. (1992 e) Raffinage des corps gras,** In : manuel des corps gras Tome 2, ed. Tec et Doc. Paris, Lavoisier. pp 789-842.

**Dijkstra A.J. (1998).** Degumming revisited. *Oleagineux, corps gras, lipides*. Synthèse 5. pp 367 -370.

## **E**

**Ericksson D.R et Widermann L.H. (1989).** Huile de soja, Méthode de traitement et utilisation actuelle. pp 1-20

## **F**

**Fehr W.R. (2015).** Soybean. *Hybridization Crop*, 142: pp 589–599.

**Folly P. (2000).** Catabolisme de la chlorophylle b: structure, mécanismes et synthèse. Institut de chimie organique. *Thèse*. Doc. Science naturel. N°1287, Suisse, p 7.

**François R. (1974).** Les industries des corps gras : *Biochimie-extraction-raffinage-nuisances et réglementation*, Tec et Doc, Lavoisier, Paris, p 431.

## **G**

**Graille J. (2003a).** Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec et Doc, Lavoisier, Paris. pp 1-170.

## *Référence bibliographique*

**Graille J. (2003b).** Les corps gras alimentaires: aspects chimique, biochimique et nutritionnelles. In: Les lipides et corps gras alimentaire. Paris. Ed : Lavoisier. Collection sciences et technique agroalimentaire. 2.

**Gross J. (1991).** Chlorophylles. *Pigments in Vegetables*, 3–74. doi: 10.1007 / 978-1-4615-2033-7\_2

**Gornay J. (2006).** Transformation par voie thermique de triglycérides et d'acides gras. Application à la valorisation chimique des déchets lipidiques. *Thèse doctorat. Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy, France.*

**Gibon V. et Tirtiaux A. (1998).** Un Raffinage SOFT. *Oléagineux, corps gras, lipides.* 5(5), pp 371-377. ISSN 1258-8210.

**Guignard J.L. (2000).** Bases de l'autotrophie végétale. In « Biochimie végétale ». Éd. 2. Dunod, Paris, p 8.

## **H**

**Helme J.P. (1984).** Influence des techniques sur la qualité des produits alimentaires dans les industries des corps gras. pp : 33-35-40-42-125.

## **I**

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

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

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

**ISO 3960. (2007).** Corps gras d'origine animale et végétale. Détermination de l'indice de peroxyde. 4<sup>ème</sup> édition.

## **J**

**Jacques. (2010).** Le soja. biosléve. p 4-5.

**Jammes C. (2007).** Co-valorisation d'effluents graisseux et de résidus lignocellulosiques : Déshydratation mécanique. p 7-19.

**Johnson L.A. (2002).** Recovery, refining, reconstituting, 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.

## **K**

**Karleskind A. (1992).** Manuel des corps gras. Tome2. Ed tec et doc, Lavoisier : Paris, ISBN 2-85206-662-9, pp 1571-1578.

**Kartika I.A. (2005a).** Nouveau procédé de fractionnement des graines de tournesol : expression et extraction en extrudeur bi-vis, purification par ultrafiltration de l'huile de tournesol. *Thèse de Doctorat de Sciences des Agroressources*. L'institut national polytechnique, Faculté de Chimie Agro-Industrielle, Toulouse, p 339

**Kartika Ika. Amalia. (2005b).** Nouveau procédé de fractionnement des graines de tournesol : expression et extraction en extrudeur bi-vis, purification par ultrafiltration de l'huile de tournesol. *Thèse de doctorat, institut national polytechnique de toulouse*. N° d'ordre : 2223, p 288.

**Kaynak G., Ersoz M. et Kara H. (2004).** Investigation of the properties of oil at the bleaching unit of sunflower oil refinery. *Journal of Colloid and Interface Science*. 280(1). 131-138.

**Kouamé C., N'Gbesso M., Adako M. et Tahouo O. (2007).** Bien cultiver soja en Côte d'Ivoire. CNRA, 01 BP 1740 Abidjan 01. Côte d'Ivoire.

**Kovari K. (2000).** Physical refining of sunflower oil. OCL 07(4), 305 -308.

**Kovari K. (2004a).** Recent developments new trends in seed crushing and oil refining. Volume 11(6). 7-381.

**Kovari K. (2004b).** Recent developments, new trends in seed crushing and refining, OCL, 11, (6).

## **L**

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

**Lecerf J.M et Schlienger J.L. (2014).** Les aliments In : Nutrition Clinique Pratique : Chez l'adulte et l'enfant. Elsevier Masson, Paris. 2e édition, pp 24-40.

**Lecerf J.M et Schlienger J.L. (2016).** Les aliments et leur effet sur la santé. In nutrition préventive et thérapeutique. Paris. P 49.

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

## M

**Mazière J.C. (1997).** Structure de l'épiderme et particularités du métabolisme des lipides en relation avec la fonction de barrière hydrique de la peau In : lipides et cosmétologie, JHON LIBBEY eurotexte, revue *Oléagineux corps gras et lipides* (OCL), 4(4) 258-265.

**Marouf A. (2005).** Analyse instrumentale, Dar el gharb, oran, 276.

**Morin O. et Pagés X. (2002).** Industries des corps gras. In Multon J. L. Additifs et auxiliaires de fabrication dans l'industrie agroalimentaires. Ed.3. Technique et documentation, Paris. Chapitre 27. pp 627-637.

**Minguez-Mosquera MI., Gandul-Rojas B., Garrido-Fernandez J. et Gallardo-Guerrero L. (1990).** Pigments present in virgin olive oil. *Journal of the American Oil Chemists Society*. 67(3) : 192-196.

**Ming-Hong M. et Chun-Lin. (2004).** Adsorption Kinetics of  $\beta$ -carotene from Soy oil using regenerate clay. *Separation and purification Technology*.39, 201-209.

## O

**O'brien R.D. (2008).** *Fats and oils: formulating and processing for applications*. Third Edition. CRC press.

## P

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

**Pages X. (2012).** Technologie des corps gras (huiles et graisses végétales). Université Claude Bernard Lyon agence comptable SCE facturier technique de l'ingénieur. Paris. Pp 1-19.

## *Référence bibliographique*

**Pestana V.R., Zambiasi R.C., Mendonça C.R.B., Bruscatto M.H., Lerma-garcía M.A.J., Ramis-ramos G. (2008).** Quality Changes and Tocopherols and  $\gamma$ -Orizanol Concentrations in Rice Bran Oil during the Refining Process. *Journal of the American Oil Chemist's Society*, 85, 1013-1019.

**Petter N., Anthony C. et Smith D. (2002).** Les phospholipides in biochimie illustrée ; Ed Malouine, pp 309-311.

**Platon J.F. (1988).** Raffinage de l'huile de soja. *American soybean association*. Ed, p 30.

**Platon J.F. (2013).** Raffinage de l'huile de soja. *American soybean association*, united soybean board. P 30.

**Poisson J.P. et Narce M. (2003).** Corps gras alimentaires : aspect chimiques, biochimiques et nutritionnels. In « Lipides et corps gras alimentaires ». Tec et Doc. Lavoisier, Paris. pp.1-2-17-36.

**Poisson F et Nacre L. (2003).** Corps gras alimentaires, aspects chimiques, biochimique et nutritionnels. In lipides et corps gras alimentaires. Ed. Tec et Doc, Lavoisiner.

**Pouzet A. (1992).** « Manuel des corps gras », *Technique et Documentation*, Paris. P: 787.

**Psomiadou E. et Tsimidou M. (2001).** Pigments dans les huiles d'olive vierges grecques: occurrence et niveaux. *Journal de la science de l'alimentation et de l'agriculture*, 81 (7), 640–647.

## **R**

**Rahmani M. et Saaricsallany A. (1989).** Mise au point d'une méthode de chromatographie liquide à haute performance (clhp) pour la détermination des pigments chlorophylliens dans les huiles végétales.

**Rakotorimana S.R. (2010).** Contribution à l'amélioration de la comestibilité de l'huile d'arachide artisanale par raffinage. Mémoire d'Ingénieur en Génie chimique. Université d'Antananarivo. P 110.

**Raman L.P., Cheryan M., et Rajagopalan N. (1996).** Deacidification of soybean oil by membrane technology. *Journal de l'American Oil Chemists 'Society*, 73 (2), 219-244.

**Renoult J.P. et valeur B. (2015a).** Les couleurs de la vie : Mécanismes de production, fonctions et diversité, l'actualité chimique N°13, 397-398.

**Renoult J.P., Valeur B. (2015b).** Les couleurs de la vie. L'actualité chimique. N°12, 397-398.

**Régis J, Joffre F. et Fine F. (2016a).** Impact de la trituration et du raffinage sur la teneur en micronutriments des huiles végétales de colza, soja et tournesol. OCL. 23(3) : 302.

**Regis J., Joffre F. et Fine F. (2016b).** Impact des procédés de fabrication des huiles végétales sur les micronutriments d'intérêt. Lipide nutri+ bulletin d'informations scientifiques, N°29.

**RohaniBinti M.Z. (2006).** Process design in degumming and bleaching of palm oil. Centre of lipids engineering and applied research, pp 9-45.

## S

**Sabah E., Inar M. C., Elik M. S. C. (2007).** «Decolorization of vegetable oils: Adsorption mechanism of b-carotene on acid-activated sepiolite». Food Chemistry, vol. 100, N° 4, pp.1661- 1668.

**Seth S., Agrawal Y C., Ghosh P K., Jayas D S. et Singh B P N. (2007).**oil extraction rates of soya bean using isopropyl alcohol as solvent. Biosystems engineering. Vol. 97. 209-210.

**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.

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

## T

**Talal El Sir M A S., Jiang j. et Yuanfa L. (2013).** Chemical refining of sunflower oil: effect on oil stability, total tocopherol, free fatty acids and colour. *International journal of engineering science and technology* 5(2), 449-454.

**Topkafa M., Ayyildiz H F., Arslan F N., Kucukkolbasi S., Durmaz F., Sen S. et Kara H. (2015).** 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.

## W

**Weil J.H. (1995).** Biochimie générale. 7<sup>ème</sup> édition, p 239.

**Widemann L.H. (1981).** Huile de soja, Méthode de traitement et utilisation Actuelle, ASA.

**Werner J. B., Badoud R., Loliger J. et Etournaud A. (2010).** Science et technologie des aliments. Principes de chimie des constituants et de technologies des procédés. *Presses polytechniques et universitaires Romandes*, ISBN :978-2-88074-754-1, p163-179.

**Wolff J.P. (1968).** Manuel d'analyse des corps gras, AZOULAY, Paris, *Food and Nutrition Sciences*, Vol.5, p519.

**Wuithier P. (1972).** Raffinage et Génie Chimie. Deuxième Edition, tome II, édition TECHNIP. Paris, p 644.

## Y

**Yan R., Zhang L., Li P., Yu L., Mao J., Wang X., et Zhang Q. (2006).** A review of chemical composition and nutritional properties of minor vegetable oils in China. *Trends in Food Science & Technology*, 74, 26–32.

## Z

**Zaghdoudi K. (2015).** Optimisation de l'extraction des caroténoïdes à partir du persimmon (*Diospyros kaki L*), de l'abricot (*prunus armeniaca L*) et de la pêche (*prunus persica L*) : étude photophysique en vue d'une application en thérapie photodynamique (PDT) [phD Thesis]. Université de lorraine.

**Zschau W. (2001).** Bleaching of fats and oils, *European Journal of lipid science and technology*, ISSN 1438-7697, 103(8), 499-558.

### Site web et consultation personnelle

**Anonyme 1 (2022):** <https://fr.wikipedia.org/wiki/Soja>

**Anonyme 2 (2022).** UPMC. (2000). Laboratoire biologie et multimédia: Nutrition carbonée - Photosynthèse – Pigments, consulté le: 12/05/2022 et disponible sur :

<http://www.edu.upmc.fr/uel/biologie/module1/apprendre/chapitre2/photosynt/photosynt3det.h>

**Addar M. (2022).** Consultation personnelle, chef de service raffinage au niveau de l'unité de production COGB labelle de Bejaïa.

# Annexe

## **Présentation de l'unité**

### **Historique**

Le complexe des corps gras de Bejaia (CO.G.B), est situé dans la zone industrielle de la ville de Bejaia (route des Aurès). Il occupe une superficie de 108,800<sup>0</sup> ǀ dont 56, 500<sup>0</sup> ǀ sont couvertes. En matière d'emploi, le complexe opère avec un effectif de 750 personnes, selon les données de 1998 ; réparties dans les différents services, le régime de travail est 24 heures effectués par trois équipes qui se relèvent toutes les huit heures.

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

### **Production de l'unité**

Le complexe est conçu pour :

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

### **Présentation du laboratoire**

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

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

- **Laboratoire des huiles**

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

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

• **Laboratoire de traitement des eaux**

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

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

• **Laboratoire des caristes**

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

Les analyses qui s'effectuent dans ce laboratoire sont :

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

**Laboratoire de margarinerie**

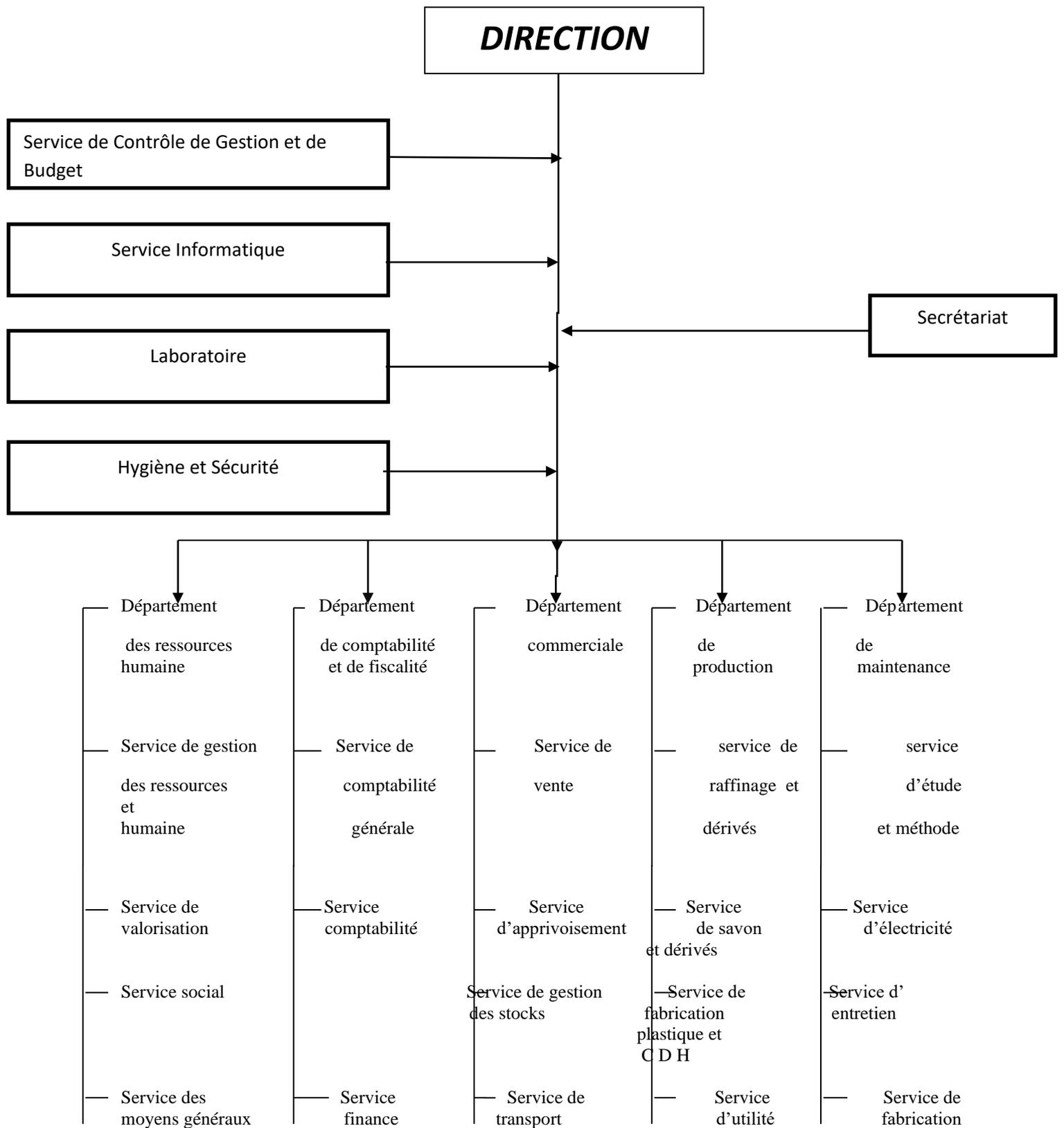
Ce service occupe une place très importante dans le fonctionnement de l'unité de production car il permet d'assurer une meilleure qualité du produit, il est composé de deux laboratoires qui sont:

- Laboratoire d'analyse physico-chimique: analyse de l'acidité, de l'indice de peroxyde, de NaCl, de l'amidon, du point de fusion et de la consistance de la margarine.

- Laboratoire d'analyse microbiologique : les germes dénombrés sont le germe aérobie à 30°C, les coliformes fécaux, *Staphylococcus aureus*, les levures et moisissures et les *Salmonella*.

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

- Laboratoire d'analyse physico-chimique: analyse de l'acidité, de l'indice de peroxyde, de NaCl, de l'amidon, du point de fusion et de la consistance de la margarine.
- Laboratoire d'analyse microbiologique: les germes dénombrés sont les germes aérobies à 30°C, les coliformes fécaux, *Staphylococcus aureus*, les levures et moisissures et les *Salmonella*. L'organigramme de l'unité CO.G.B la Belle est illustré dans la **figure 1**.



**Figure 1 :** Organigramme de l'unité de production COGB labelle Béjaia

Tableau I : Matériel et réactifs utilisés

Matériels	Réactifs :
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Bécher 250 ml</li> <li>• Balance électrique</li> <li>• Plaque chauffante</li> <li>• Burette</li> <li>• Erlenmeyer</li> <li>• Ballon</li> <li>• Papier filtre</li> <li>• Etuve</li> <li>• Entonnoir</li> <li>• Cuillère de plastique</li> <li>• Barreau magnétique</li> <li>• Thermomètre</li> <li>• Fiole jaugées de 25 ml , munies de bouchons en verre agitateur</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Alcool neutralisée</li> <li>• NaOH (0,0365N)</li> <li>• Thiosulfate de sodium (0,002N)</li> <li>• Chloroforme</li> <li>• Acide acétique</li> <li>• Iodure de potassium de qualité en solution aqueuse saturé</li> <li>• Acétone chlorhydrique</li> <li>• Phénolphtaléine</li> <li>• Cyclohexane</li> <li>• Tétrachlorure de carbone</li> <li>• Amidon</li> <li>• KOH alcoolique (0,5N)</li> <li>• Bromophénol</li> </ul>

Tableau II : Appareillage et les huiles utilisés dans la partie expérimentale



Spectrophotomètre



Lovibond



Balance



Etuve



Plaque chauffante



Les huiles utilisées

**Tableau III : Récapitulatif des différentes analyses physico-chimiques réalisées sur les échantillons d'huile (brute, séchée et décolorée)**

Huile	Analyse
<b>Huile brute</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- L'acidité</li> <li>- L'indice de peroxyde</li> <li>- L'humidité</li> <li>- L'indice de saponification</li> <li>- Couleur</li> <li>- Chlorophylles</li> <li>- <math>\beta</math>-carotène</li> </ul>
<b>Huile séchée</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- L'acidité</li> <li>- L'indice de peroxyde</li> <li>- L'humidité</li> <li>- Les traces de savon</li> <li>- Couleur</li> <li>- Chlorophylles</li> <li>- <math>\beta</math>-carotène</li> </ul>
<b>Huile décolorée</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- L'acidité</li> <li>- L'indice de peroxyde</li> <li>- Couleur</li> <li>- Chlorophylles</li> <li>- <math>\beta</math>-carotène</li> </ul>

### Terre tonsil

C'est un mélange de terre décolorante hautement activée et 10% de charbon actif. Le nom chimique : bentonite de calcium acide activée et 10% du charbon actif (**TONSIL 4112-B FF**). Elle est d'origine : SUD-CHEMIE AG, BAA-QS, Ostenriederstr.15, 85368 Moosburg/Deutschland.

Elle est constituée de certain composés chimiques tels que :  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{AL}_2\text{O}_3$ ,  $\text{FeO}_3$ ,  $\text{Cao}$ , etc. La Tonsil est une poudre fine grise, avec un pH (10% Suspension) 3 max, Humidité (2h,  $110^\circ\text{C}$ ) 10%max, de densité apparente 430g/l et d'acidité de 2 mg KOH/g Maximum. La mode d'utilisation de cette terre est simple, elle est mise en contact direct avec l'huile lors de l'étape de décoloration.

Elle est ajoutée en fonction de la qualité des huiles brutes, dans le but d'éliminer les pigments colorants présents dans l'huile ainsi que certains contaminants, en particulier les hydrocarbures aromatiques lourds. (**Fichetechnique fournisseur, norme ISO 22000 : 2005, Fediol**).



**Figure 2 : Terre Tonsil**

### Indice de saponification (ISO, 2000)

L'indice de saponification correspond au nombre de potasse nécessaires pour saponifier les acides gras contenus dans un gramme de matière grasse. 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, selon l'équation ci-après :



La **figure 3** montre les différentes étapes opérationnelles afin de déterminer l'indice de saponification des échantillons d'huiles étudiés.



2g d'huile



KOH ajouté à l'échantillon de l'huile



Chauffe ballon surmonté d'un réfrigérant à reflux



Addition de quelques gouttes de phénolphaléine



Titration de la solution avec l'acide chlorhydrique

**Figure 3** : Mode opératoire pour la détermination de l'indice de saponification des échantillons d'huiles étudiés

L'indice de saponification (IS) des échantillons d'huiles analysés est donné par la formule ci-dessous :

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

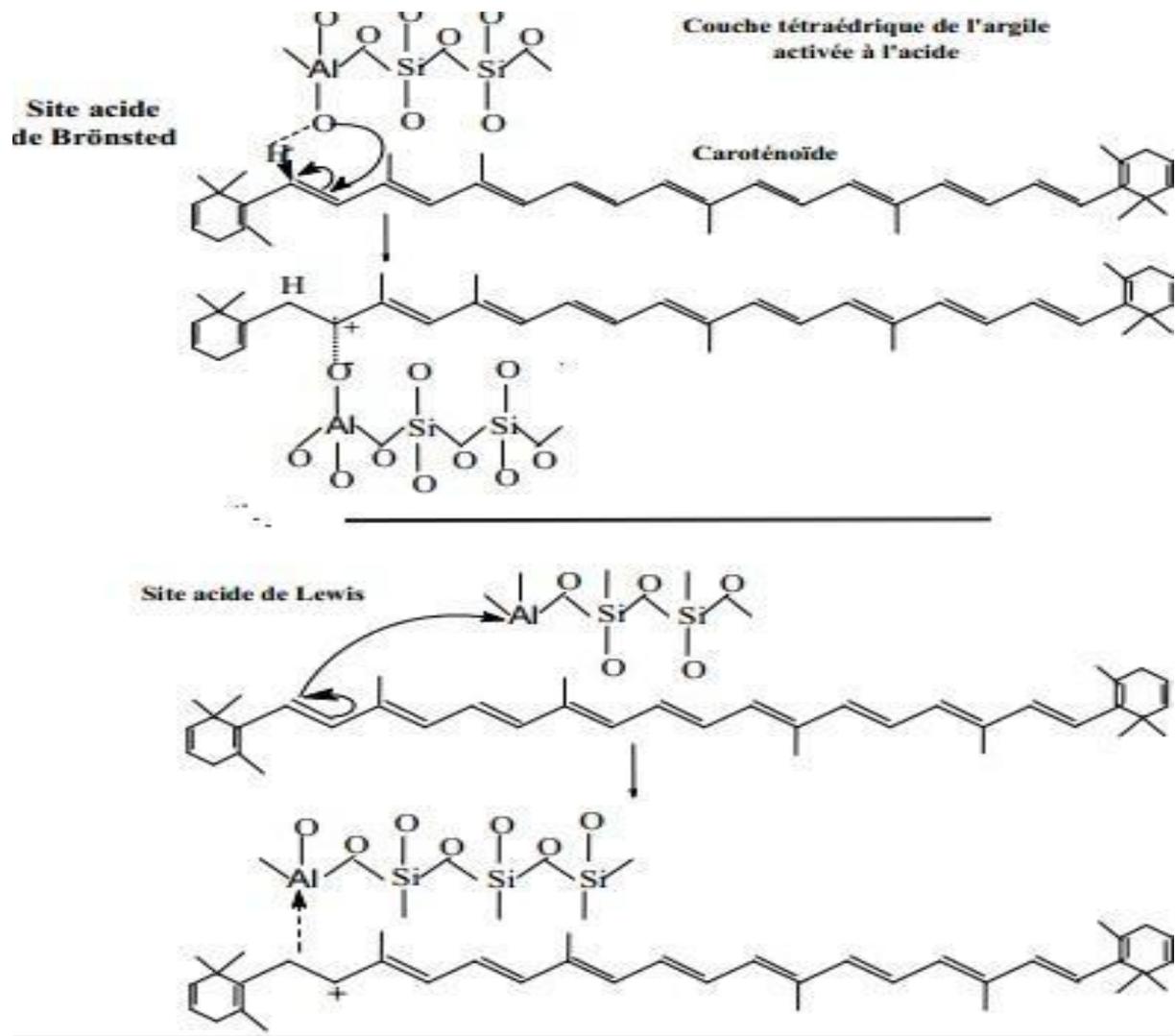
Avec:

**V<sub>0</sub>** : Volume en ml de Hcl utilisé pour l'essai à blanc.

**V** : Volume en ml de Hcl pour l'échantillon à analyser.

**P** : Prise d'essai en gramme (2g).

**N** : La normalité de l'acide chlorhydrique Hcl 0,5N



**Figure 4:** Adsorption des carotènes sur la terre décolorante (Sabah *et al.*, 2007).

## **Résumé :**

L'huile brute issue des graines de soja, renferme des impuretés qui peuvent être nocives à la santé de l'Homme et qui doivent être éliminées au cours de raffinage. La décoloration a donc, pour effet d'éliminer une partie de ces substances ; les pigments (chlorophylles et  $\beta$ -carotène). Les résultats obtenus pour les analyses physicochimiques sur les huiles étudiées (brute, séché et décolorée) sont conformes aux normes de l'entreprise, à l'exception de deux paramètres (déterminations des pigments et de la couleur). Ce qui nous mène à conclure que les concentrations de terre décolorantes utilisées sont insuffisantes, pour éliminer le maximum de pigments, et d'autres analyse sont, alors, demandées afin de résoudre aux problèmes discernés et de compléter cette présente étude.

**Mots clés :** Huile végétale, huile brute, soja, raffinage, décoloration, terre décolorante.

## **Abstract:**

Crude oil from soybeans contains impurities that can be harmful to human health and must be removed during refining. Discoloration therefore has the effect of eliminating some of these substances; pigments (chlorophylls and  $\beta$ -carotene). The results obtained for the physicochemical analyzes on the oils studied (raw, dried and discolored) comply with company standards, with the exception of two parameters (determinations of pigments and color). This leads us to conclude that the concentrations of bleaching earth used are insufficient to eliminate the maximum of pigments, and other analyzes are, then, requested in order to solve the problems identified and to complete this present study.

**Keywords:** Vegetable oil, crude oil, soybeans, refining, bleaching, bleaching earth.