

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université ABDERAHMANE MIRA De BEJAIA

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département : Biologie Physico-Chimique
Spécialité : Biochimie appliquée



Réf :

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

MASTER

Thème

**L'influence des taux d'humidité de la terre
décolorante sur la réduction des chlorophylles et du
 β -carotène au cours du processus de raffinage d'huile
de soja.**

Présenté par :

Mr ADDAR Abdelhak & Mr AHMANE Yanis

Soutenu le : **21/ 06 / 2023**

Devant le jury composé de :

Mr BOUADAM Said	MAA	Président
Mr OUCHEMOUKH Salim	Pr	Encadrant
Mme METROUH Epse Amir Hassiba	MCA	Examinatrice
Mme RAHAL Djamila		Co-encadrante

Année universitaire : 2022/2023

Remerciements

Avant tout, nous tenons à remercier le bon dieu le tout puissant pour le courage et la force qu'il nous a donné afin d'accomplir ce modeste travail.

*Nous tenons à adresser nos sincères remerciements à notre encadrant **Mr OUCHEMOUKH S.** d'avoir accepté de diriger ce travail, pour l'assistance qu'il nous a témoigné, pour sa disponibilité et pour ses précieux conseils.*

*Nous remercions également notre co-encadrante **Mme RAHAL Dj.** pour les efforts qu'elle a consentis avec beaucoup de sympathie et de patience.*

*Nous tenons à exprimer nos vifs remerciements aux membres du jury : **Mr BOUADAM S.** et **Mme METROUH Epse AMIR H.** qui nous ont fait l'immense honneur d'examiner ce mémoire.*

*Nous remercions le directeur de l'unité **CO.G.B LABELLE** de nous avoir accueilli et toute l'équipe de l'organisme, principalement le responsable du laboratoire **Mme DJA AFFRI K.** pour les orientations et les explications très enrichissantes.*

*Nous tenons à exprimer notre gratitude infinie envers nos **familles** pour leur soutien, leur présence constante et leurs encouragements inlassables nous ont donnés la force, la détermination et la persévérance nécessaires pour parvenir à cette étape cruciale de notre parcours.*

*Nos remerciements s'adressent à l'ensemble de nos camarades de la promotion **Master II biochimie appliquée**, ainsi que tous les enseignants (es) ayant contribué à notre formation.*

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail.

À mes chers parents

Vos encouragements et votre confiance en moi ont été mes sources de motivation les plus précieuses. Vos conseils sages et votre présence rassurante ont été les piliers qui m'ont permis de persévérer face aux défis rencontrés.

*À mon cher frère **Hacene** à qui je souhaite pleins de bonheur et de réussite dans sa vie.*

À tous nos enseignants (es) qui se sont donnés à fond dans l'accomplissement de notre court et long parcours universitaire.

*À mes amis **Omar, Yanis, Nassim, Nabil, Mustapha, Ghilas.**
Qui étaient toujours à mes côtés*

*À mon cher collègue **Yanis.***

Abdelhak

Dédicaces

Je dédie ce travail

*À mes chers parents, pour leur soutien, amour et confiance en
moi.*

*À mes chers frères et sœurs, que je respecte et j'aime
énormément, qui ont toujours été à mes côtés dans chaque pas de
ma vie.*

*À toutes les personnes de ma famille, mes chères belles sœurs, mes
chers petits neveux et nièces et mes chers cousins et cousines.*

*À tous nos enseignants (es) qui se sont donnés à fond dans
l'accomplissement de notre long et court parcours universitaire.*

*À mes chers amis et compagnons de vie, sans citer les noms car ils
vont se reconnaître dans cette phrase.*

*À mon cher camarade **Abdelhak**.*

Yanis

Sommaire

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction1

Partie théorique

Chapitre I : Généralités sur les corps gras

I. Définition et Origine des corps gras.....	2
II. Classification des corps gras	2
III. Constituants des corps gras	3
III.1. Constituants majeurs.....	3
III.1.1. Triglycérides	3
III.1.2. Acides gras	3
III.2. Constituants mineurs.....	3
III.2.1. Phospholipides	3
III.2.3. Lipides insaponifiables.....	4
III.2.4. Stérols.....	4
III.2.5. Tocophérols	4
III.2.6. Caroténoïdes	4
III.2.7. Chlorophylles	5
IV. Propriétés physico-chimiques des corps gras.....	6
IV.1. Propriétés physiques	6
IV.1.1. Solubilité	6
IV.1.2. Densité	6
IV.1.3. Point de fusion.....	6
IV.2. Propriétés chimiques.....	7
IV.2.1. Saponification.....	7
IV.2.2. Hydrogénation	7
IV.2.3. Hydrolyse	7
V. Importance et rôles des corps gras.....	7

Chapitre II : Procédés de fabrication des huiles végétales

I. Graines oléagineuses	8
I.1. Soja	8
I.1.1. Origine et définition	8
I.1.2. Graine	8
I.1.3. Composition de la graine	8
II. Procédé d'extraction des huiles végétales	9
II.1. Extraction mécanique	9
II.2. Extraction par solvant.....	9
III. Huile de soja.....	9
III.1. Définition	9
III.2. Composition	10
III.2.1. Acides gras	10
III.2.2. Lipides insaponifiables.	10
III.2.3. Phospholipides	11
III.3. Propriétés physico-chimiques.....	11
III.4. Qualité nutritionnelle de l'huile de soja	12
IV. Raffinage des corps gras	12
IV.1. Raffinage physique	12
IV.2. Raffinage chimique.....	12
IV.3. Etapes de raffinage	13
IV.3.1. Démucilagination.....	13
IV.3.2. Neutralisation	13
IV.3.3. Lavage.....	13
IV.3.4. Séchage	13
IV.3.5. Décoloration	14
IV.3.6. Désodorisation.....	14

Chapitre III : Procédé de décoloration des huiles végétales

I. Décoloration des huiles végétales	15
I.1. Définition et principe.....	15
I.2. Processus de la décoloration	15
I.2.1. Décoloration discontinue	15
I.2.2. Décoloration continue.....	15

I.3. Importance et rôle de la décoloration	16
II. Phénomène d'adsorption	16
II.1. Définition est principe	16
II.2. Adsorption des chlorophylles.	16
II.3. Adsorption du β -carotène	17
III. Agents décolorants.....	17
III.1. Argile	17
III.1.1. Terres décolorantes naturelles	17
III.1.2. Terres décolorantes activées.....	17
III.2. Charbons actifs	18
III.3. Montmorillonite.....	18
III.3.1. Définition.....	18
III.3.2. Interaction de l'eau avec la montmorillonite.....	19
IV. Paramètres influençant la décoloration	19
IV.1. Pourcentage de la terre décolorante.....	19
IV.2. Température.	20
IV.3. Temps de contact	20
IV.4. Agitation	20
IV.5. Humidité	20
IV.6. Vide.....	20

Partie expérimentale

Partie I : Matériel et Méthodes

I. Préparation des échantillons	21
I.1 Préparation de la terre décolorante à différents pourcentages d'humidité	21
I.2 Etape de décoloration de l'huile séchée	21
II. Analyses physico-chimiques	22
II.1. Détermination de l'acidité.	22
II.2. Détermination de l'indice de peroxyde	23
II.3. Détermination des Traces de savon.	23
II.4. Détermination de l'humidité	24
II.5. Détermination de la couleur	25
II.6. Détermination des phosphatides	25

II.7. Dosage des pigments (chlorophylles et β -carotène)	26
----------------------------------------------------------------------	----

Partie II : Résultats et discussion

I. Acidité	27
II. Indice de peroxyde.	28
III. Traces de savon	29
IV. Humidité	29
V. Phosphatides	30
VI. Couleur	31
VII. Teneurs des pigments (chlorophylles et β -carotène)	32
VII.1. Chlorophylles	32
VII.2. β -carotène	34
Conclusion	37
Références bibliographiques	38
Annexe	

Liste des abréviations

AG: Acide Gras.

AGL: Acide Gras Libre.

LDL: Low Density Lipoprotein.

PL: Phospholipides.

TAG: Triacylglycérols.

FFA: Free Fatty Acids.

CO.G.B: Corps Gras de Bejaia.

AOCS: Américain Oil Chimists Society.

ISO: International Standard of Organisation.

Liste des figures

Figure	Titre	Page
1	Structures de quelques carotènes	5
2	Structure de la chlorophylle	6
3	Structure de la montmorillonite	19
4	Taux d'acidité (%) des échantillons d'huile de soja étudiés	27
5	Taux d'indice de peroxyde des échantillons d'huile de soja étudiés	28
6	Taux de phosphatides des échantillons d'huile de soja étudiés	30
7	Couleur pour les différents échantillons de l'huile de soja	31
8	Teneurs en chlorophylles des échantillons d'huile de soja étudié	32
9	Teneurs en β -carotène des échantillons d'huile de soja étudié	34
10	Corrélation entre β -carotène et couleur jaune	35
11	Corrélation entre β -carotène et couleur rouge	36

Liste des tableaux

Numéro	Titre	Page
I	Classification des corps gras selon leur origine	2
II	Composition de l'huile de soja en acides gras	10
III	Teneur en stérols de l'huile de soja	10
IV	Teneur en tocophérol de l'huile de soja	11
V	Principales constantes physico-chimiques de l'huile de soja	11
VI	Spécificités de la terre décolorante TONSIL® OPTIMUM 230 FF	22
VII	Résultats de taux d'humidité pour les huiles brute et séchée	29

Introduction

Les lipides, généralement connus sous le terme des corps gras, se trouvent sous forme de microgouttelettes dans certains tissus animaux et végétaux et jouent des rôles importants aux niveaux énergétique et métabolique. Cependant, beaucoup d'entre eux sont intéressants par leurs apports en acides gras essentiels et/ou certaines vitamines liposolubles (**Poisson et Narce, 2003**).

Les huiles se dégradent sous l'effet d'un certain nombre de composés indésirables qu'il faut éliminer tels que les phospholipides, les acides gras libres, les pigments colorés, etc. Cela dans le but de fournir aux consommateurs des huiles neutres de goût et résistantes à l'oxydation (**Denise, 1992**). Les chercheurs ont mis au point des processus pour transformer les graisses et les huiles afin de les rendre de plus en plus utiles à l'industrie alimentaire, une technologie est mise en œuvre appelée « raffinage » (**O'Brien, 2004**).

Le raffinage est une opération ayant pour but de maintenir ou d'améliorer les caractéristiques organoleptiques et nutritionnelles ainsi que la stabilité des huiles végétales pendant le stockage. Pour ce faire, plusieurs étapes sont mises en œuvre à savoir le dégommeage, la neutralisation, la décoloration et la désodorisation qui ont pour but d'éliminer les composés indésirables (**Pages et al., 2010**).

La décoloration a pour but d'éliminer les pigments colorés contenus dans l'huile (β -carotènes, chlorophylles et autres) et des impuretés telles que les produits d'oxydations, les phospholipides et les traces de savons résiduelles (**Evrard et al., 2007**). La décoloration de l'huile se fait en utilisant des terres décolorantes qui sont des argiles plastiques de type "Montmorillonite". L'activation de ces argiles consiste à transformer les silicates en silices colloïdales qui présentent une capacité d'adsorption élevée (**Denise, 1992**).

L'humidité de la terre décolorante active peut avoir un effet sur la stabilité de l'huile de soja produite. Une humidité trop élevée peut entraîner une oxydation accrue de l'huile tandis qu'une humidité trop faible peut affecter la texture et la consistance de l'huile. De plus, un manque d'humidité peut probablement affecter négativement la réaction acide/adsorbant nécessaire pour réduire ou modifier les composés contenant de l'oxygène (**Erickson, 1995**).

L'objectif de ce travail effectué au niveau du complexe CO.G.B LABELLE est d'identifier le niveau d'humidité idéale de la terre décolorante pour obtenir une décoloration optimale de l'huile. Le travail est divisé en deux parties : La première partie est une synthèse bibliographique basée sur des généralités sur les corps gras et les différentes étapes de raffinage. Concernant la deuxième partie, elle est dédiée aux diverses analyses physico-chimiques réalisées de l'huile de Soja ainsi que la discussion des résultats obtenus.

Partie théorique

Chapitre I

Généralités sur les corps gras

I. Définition et Origine des corps gras

Les corps gras alimentaires comprennent les huiles et les graisses d'origine végétale ou animale, les beurres et les margarines (**Poisson et Narce, 2003**). Les corps gras sont composés d'une grande variété de constituants tels que les triglycérides, le glycérol et les d'acides gras. D'autres constituants sont naturellement présents en plus faible quantité, des lipides à caractère polaire tels que les phospholipides et des composés dits insaponifiables (**Morin et Pages, 2012**).

La fonction d'un corps gras est directement liée à sa composition en acides gras et à la structure de son composant principal, les triglycérides. Cette structure correspond à la nature et à la position des acides gras sur le glycérol et détermine les propriétés physiques (fusion et cristallisation) et chimiques (stabilité) du corps gras (**Morin, 2013**). Les corps gras sont appelées "huiles" lorsqu'elles sont liquides à température ambiante et "graisses" lorsqu'elles sont solides à une température de 15 °C, suivies de l'appellation animale ou végétale, selon la source d'extraction (**Ollivier et al., 2015**).

II. Classification des corps gras

Les corps gras riches en lipides sont classés selon leur origine (animale, végétale, ou mixte) (**Tableau I**) (**François, 1974**).

Tableau I : Classification des corps gras selon leur origine (**François, 1974**).

Origine	Corps gras
Animale	Beurre Crème Graisse animale
Végétale	Arachide Tournesol Colza Soja Maïs Margarines végétales
Mixte	Margarines standards à base d'huiles végétales Margarines et Shortening pour pâtisseries

III. Constituants des corps gras

Les corps gras sont constitués majoritairement de triglycérides (ou triacylglycérols) (95 à 98 %) et d'environ 2 à 5 % de composés mineurs (Ollivier et al., 2015).

III.1. Constituants majeurs

III.1.1. Triglycérides

Un triglycéride est une molécule non polaire et liposoluble. Les triglycérides sont les constituants les plus abondants des lipides. Ils résultent de l'estérification de trois fonctions alcools du glycérol par trois acides gras (Ollivier et al., 2015). Un triglycéride simple est composé d'acides gras du même type ; si plus d'un type est présent, il s'agit d'un triglycéride mixte (Patterson, 2009 a).

III.1.2. Acides gras

Le terme "acide gras" (AG) fait référence à tout acide monocarboxylique, généralement de nature aliphatique qui peut être libéré par hydrolyse de la matière grasse naturelle. Les acides gras de formule générique $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_n-\text{COOH}$ sont des chaînes carbonées aliphatiques hydrophobes saturées, plus ou moins longues, terminées par une fonction carboxylique ionisable et hydrophile. L'hydrophobicité des acides gras augmente avec la longueur de la chaîne carbonée (Ledoux, 2012).

III.2. Constituants mineurs

III.2.1. Phospholipides

Les phospholipides constituent la deuxième classe principale de lipides (outre les triglycérides) présente dans les aliments et dans l'organisme animal. Ils sont les lipides structurels majeurs de tous les organismes (Erasmus, 1986). Ils contiennent un glycérol, deux acides gras, un acide phosphorique et un alcool. Il en existe cinq types : phosphatidylcholine (lécithine), phosphatidylsérine, phosphatidyléthanolamine, phosphatidylinositol, et phosphatidylglycérol (Noudet, 1992).

III.2.2. Lipides insaponifiables

La fraction Insaponifiable d'un lipide non raffiné représente environ 0,2 à 2 % (**Soulier et Farines, 1992**). Les lipides insaponifiables sont représentés principalement par les stérols et les tocophérols mais ils renferment aussi des caroténoïdes et des chlorophylles (**Morin et Pages, 2012**).

III.2.2.1. Stérols

Les stérols représentent la majeure partie de la matière insaponifiable, le reste consiste essentiellement en hydrocarbures. Ils ont une haute température de fusion, ils sont incolores, stables à la chaleur et relativement inertes. Il a été démontré que les stérols, principalement le sitostérol sous forme d'esters d'acides gras, réduisent à la fois le cholestérol sérique et les lipoprotéines de basse densité (LDL) (**O'Brien, 2004**).

III.2.2.2. Tocophérols

Les tocophérols jouent un rôle important dans la protection des huiles contre l'oxydation (**Gibon et al., 2007**). Les antioxydants liposolubles naturels se présentent sous quatre formes : alpha, bêta, gamma et sigma –tocophérol (**O'Brien, 2000**). La stabilité de nombreuses huiles végétales est attribuée à la présence de ces antioxydants naturels. Cependant, un niveau trop élevé de tocophérols peut favoriser l'oxydation des acides gras insaturés (**White, 2000**).

III.2.2.3. Caroténoïdes

Les caroténoïdes sont la principale source de la couleur jaune/rouge dans les graisses animales et végétales. Ils sont faits à partir d'unités d'isoprène (C5) et contiennent à la fois des formes cycliques et acycliques (**Patterson, 2009 a**). Les concentrations des caroténoïdes sont faibles dans la plupart des graisses et des huiles, à l'exception de l'huile de palme qui contient de 0,05 à 0,2 % (**O'Brien, 2004**).

L'absorption de la couleur jaune/rouge se produit dans le visible et les parties bleu-vert du spectre (420-475 nm). L'absorption est liée au système étendu de doubles liaisons conjuguées (**Patterson, 2009 a**).

Les caroténoïdes sont solubles dans les graisses et insolubles dans l'eau, stables à l'alcali mais instables à la chaleur, aux acides et à l'oxydation. La plupart d'entre eux se concentrent

de manière préférentielle dans la couche d'huile (Patterson, 2009 a). Leur structure moléculaire leur confère dans certaines conditions (oxydation par photosensibilisation) un pouvoir antioxydant par désactivation de l'oxygène activé (forme singulet) (Figure 1) (Morin et Pages, 2012).

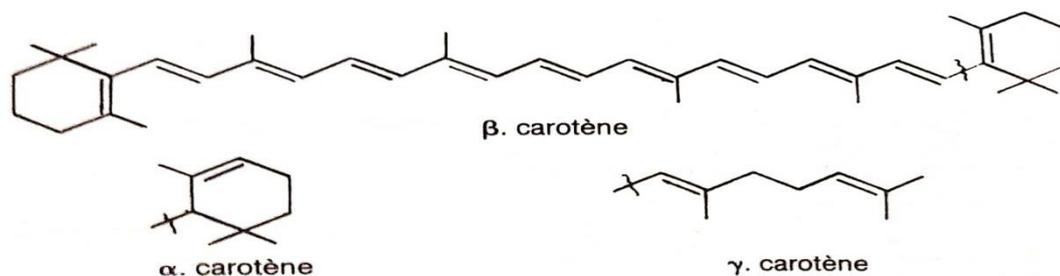


Figure 1 : Structures de quelques carotènes (Soulie et Farines, 1992).

III.2.2.4. Chlorophylles

Les chlorophylles a et b sont présentes dans les chloroplastes des plantes supérieures. Les deux chlorophylles ont un noyau tétrapyrrolique avec un atome de Mg^{2+} au centre et une longue chaîne latérale hydrocarbonée de phytyle composée de 20 atomes de carbone (figure 2), ce qui confère à la molécule un caractère liposoluble (Alais et al., 1997).

La perte de cation de magnésium les transfère en phéophytines a et b, également lipophile. Cette transformation intervient en particulier au cours du traitement en milieu légèrement acide, condition qui peut être rencontrée au cours du traitement des huiles végétales. La perte du phytol par hydrolyse de la fraction ester correspondante $R=H$ conduit aux phéophorbides si l'ion magnésium est absent et aux chlorophyllides s'il est conservé. Les phéophorbides et les chlorophyllides sont hydrophiles (Soulie et Farines, 1992). La concentration des chlorophylles dans l'huile peut être déterminée par leur absorbance aux longueurs d'ondes à 630, 670 et 710 nm (Wan, 2000).

Les chlorophylles ne sont pas vraiment solubles dans l'huile, elles ont tendance à former des combinaisons avec des acides gras. Par conséquent, l'élimination de ces pigments des huiles présentant une teinte verdâtre par des méthodes chimiques (acides, alcalis) ou adsorptives s'avère extrêmement difficile (Hoffmann, 1989).

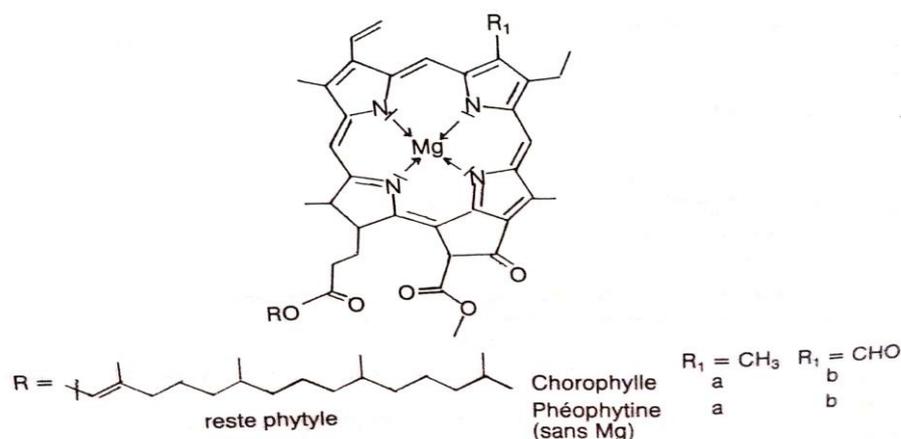


Figure 2 : Structure de la chlorophylle (Soulie et Farines, 1992).

IV. Propriétés physico-chimiques des corps gras

IV.1. Propriétés physiques

IV.1.1. Solubilité

Les acides gras à longue chaîne sont pratiquement insolubles dans l'eau. La solubilité des acides gras dans l'eau augmente avec la diminution du nombre de carbones. Les acides gras sont généralement solubles dans les solvants organiques tels que l'éther et le chloroforme (Belitz et al., 2009).

IV.1.2. Densité

Les acides gras et les lipides sont généralement composés d'atomes légers tels que l'hydrogène et le carbone. Malgré leur taille moléculaire importante, ils sont peu denses et leur densité est inférieure à celle de l'eau. Par conséquent, les lipides flottent sur l'eau (Frenot et Vierling, 2001).

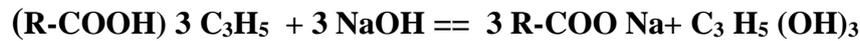
IV.1.3. Point de fusion

Le point de fusion d'un corps gras dépend du mélange de triacylglycérols qu'elles contiennent. Par conséquent, il existe une différence de point de fusion entre les huiles (environ 10 °C), le beurre (environ 20 °C) et les graisses (environ 40 °C). Il est important que le point de fusion d'une graisse alimentaire ne dépasse pas 43 °C car cela pourrait entraîner une mauvaise digestion (Poisson et Narce, 2003).

IV.2. Propriétés chimiques

IV.2.1. Saponification

La saponification d'un corps gras est réalisée en chauffant celui-ci par une base forte (NaOH, KOH) en utilisant un tiers de solvant d'éthanol, selon la réaction suivante (**Ucciani et Debal, 1992**) :



IV.2.2. Hydrogénation

Les corps gras contiennent des lipides formés d'acides gras insaturés qui peuvent être hydrogénés, ce qui augmente leur degré de saturation et élève le point de fusion. En utilisant un catalyseur métallique, l'opération d'hydrogénation catalytique permet de solidifier et de transformer les huiles en graisses solides. Le point de fusion de ces graisses solides augmente à mesure que le degré de saturation se rapproche de son maximum (**Poisson et Narce, 2003**).

IV.2.3. Hydrolyse

L'hydrolyse est l'une des procédures de réaction les plus utilisées en chimie des lipides. L'hydrolyse des triacylglycérols implique la rupture d'une liaison ester par une molécule d'eau conduisant à un acide gras et à un composé contenant un groupe hydroxyle (**Pérez et al., 2017**).

V. Importance et rôles des corps gras

Les graisses et les huiles sont essentielles en raison de leur haute teneur énergétique, fournissant (9 kcal/g). Elles permettent de stocker efficacement une grande quantité d'énergie dans une petite quantité de nourriture. De plus, les graisses permettent de consommer des vitamines liposolubles et de fournir des acides gras essentiels. Elles sont principalement stockées sous la peau offrant une isolation contre l'hypothermie (**Bockisch, 1998**).

Les lipides ont des rôles importants dans les organismes vivants. Ils fournissent les éléments constitutifs fondamentaux des membranes cellulaires leur procurant une certaine élasticité, perméabilité et fluidité (**Gurr et al., 2016**).

Chapitre II

Procédés de fabrication des huiles végétales

I. Graines oléagineuses

Les graines oléagineuses telles que le colza, le tournesol et le soja sont traditionnellement valorisées par le biais du processus de trituration et de raffinage. Cela permet d'obtenir des huiles utilisées dans l'alimentation humaine, que ce soit pour une consommation directe ou dans l'industrie alimentaire, ainsi que des tourteaux riches en protéines utilisées dans l'alimentation animale (Evrard, 2003).

I.1. Soja

I.1.1. Origine et définition

Le soja (*Glycine max* L.) est une plante annuelle de la grande famille des légumineuses (Fabaceae) et de la sous famille des Papilionoideae. Originaire de Chine, son utilisation remonte probablement aux alentours du XV siècle avant J-C (Pouzet, 1992). Le soja peut jouer un rôle crucial dans la lutte contre l'insécurité alimentaire à l'échelle mondiale grâce à sa capacité à être cultivé dans des conditions environnementales diverses (Stolton et Dudley 2014).

I.1.2. Graine

Après la période de floraison et de nouaison, une gousse se développe contenant généralement entre 1 et 4 graines. Comme dans d'autres légumineuses, la graine de soja se compose principalement d'une coque lisse et d'un embryon. Les dimensions de la graine varient généralement entre 5 et 10 mm de diamètre avec un poids variant entre 50 et 400 mg dépendant des différentes variétés. La forme de la graine peut également varier selon les cultivars (Pouzet, 1992). Les graines de soja contiennent de 18 à 23 % d'huile (Hymowitz, 2008).

I.1.3. Composition de la graine

La graine de soja contient plusieurs composants :

- 30 à 40 % de protéines
- 20 % de lipides
- 35 % de glucides dont 20 % de fibres
- 5 % de minéraux et vitamines (Jacques, 2010).

II. Procédé d'extraction des huiles végétales

L'extraction est une méthode de séparation utilisée pour extraire des composés liquides ou gazeux des matrices solides. Traditionnellement, l'extraction d'huile de graine implique plusieurs étapes, notamment un prétraitement thermique, un pressage et une extraction finale à l'hexane. Ces étapes successives permettent d'obtenir une quantité minimale d'huile résiduelle dans le tourteau (**Parmentier et al., 2004**).

II.1. Extraction mécanique

L'extraction mécanique à l'aide d'une presse à vis est devenue la méthode couramment utilisée pour l'extraction d'huile à partir de diverses matières premières. Le pressage à vis peut être effectué de manière continue et consiste essentiellement en une vis sans fin continue conçue pour accepter le matériau d'alimentation et le soumettre à une pression croissante lorsqu'il est transporté à travers la cage de l'extracteur. L'extraction par pressage n'est appliquée que comme étape de prépressage avant l'extraction par solvant (**Türkay et Yesilçubuk, 2017**).

II.2. Extraction par solvant

L'extraction par solvant est la méthode la plus courante pour transformer le soja car c'est la plus efficace pour en extraire l'huile et détruire les facteurs antinutritionnels. Au cours de l'opération, les flocons sont lavés à contre-courant avec de l'hexane. En raison de la complexité de l'opération et des préoccupations de sécurité liées à l'utilisation de solvants inflammables, cette méthode de transformation du soja n'est pas pratique. Toutefois, d'autres méthodes de transformation sont employées dans de petites installations spécialisées produisant des produits spécifiques (**Newkirk, 2010**).

III. Huile de soja

III.1. Définition

L'huile de soja est obtenue à partir des graines de la plante de soja et elle représente environ 55 % de l'utilisation mondiale d'huiles végétales. Les principales utilisations sont la fabrication de graisses végétales pour la cuisson et la friture, de graisses végétales fluides et d'huiles de cuisine et de salade (**Lawson, 1995**).

III.2. Composition

III.2.1. Acides gras

L'huile de soja se distingue par sa forte teneur en acides gras insaturés. Les triglycérides présents dans cette huile contiennent au moins deux acides gras insaturés tandis que les glycérides di et tri saturés sont quasiment absents ou présents en quantités très faibles (**Platon, 1988**). La composition moyenne en acides gras de l'huile de soja est donnée dans le tableau II.

Tableau II : Composition de l'huile de soja en acides gras (**Platon, 1988**).

Type d'acide gras	Pourcentage (%)
Acide palmitique (C16:0)	11,5
Acide stéarique (C18:0)	04,0
Acide oléique (C18:1, cis)	25,0
Acide linoléique (C18:2, cis : cis)	51,5
Acide linolénique (C18:3)	07,5
Acide arachidique (C20:0)	00,5

III.2.2. Lipides Insaponifiables

La teneur en lipides insaponifiables de l'huile de soja est comprise entre 0,5 et 1,6 %. Les tableaux III et IV représentent les teneurs de quelques stérols et tocophérols de l'huile de soja, respectivement (**Firestone, 2006**).

Tableau III : Teneur en stérols de l'huile de soja (**Firestone, 2006**).

Stérols	Quantité (mg/kg)
Cholestérol	00,6 – 01,4
Brassicastérol	00,0 – 00,3
Campestérol	05,8 – 24,2
Stigmastérol	15,9 – 19,1
β -Sitostérol	51,7 – 57,6

Tableau IV : Teneur en tocophérol de l'huile de soja (Firestone, 2006).

Tocophérols	Quantité (mg/kg)
α -Tocophérol	150 - 932
β -Tocophérol	89 - 2400
γ -Tocophérol	00 - 40
δ -Tocophérol	09 - 352

III.2.3. Phospholipides

Les phospholipides sont les principaux lipides amphiphiles présents dans l'huile de soja brute. Ils sont les composants principaux des membranes cellulaires et jouent un rôle important dans les fonctions biologiques cellulaires. Les trois principales classes de PL dans l'huile de soja sont les phosphatidylcholines (PC), les phosphatidyléthanolamines (PE) et les phosphatidylinositols (PI), présentes dans des proportions relatives de 55,3 ; 26,3 et 18,4 %, respectivement (Wang, 2002).

III.3. Propriétés physico-chimiques

L'huile du soja possède certaines propriétés physico-chimiques qui sont représentées dans le tableau V.

Tableau V: Principales constantes physico-chimiques de l'huile de soja (Codex-Alimentarius, 1992).

Caractéristique	Normes (g /kg)
Densité relative (20 °C /eau à 20 °C)	0,919 - 0,925
Indice de réfraction à 20 °C	1,466 - 1,470
Indice d'iode (g d'iode/100 g huile)	120 - 143
Indice de saponification (mg d'iode/100 g huile)	189 - 195
Insaponifiable	Au maximum 15

II.3.4 Qualité nutritionnelle de l'huile de soja

Les huiles sont des nutriments importants pour les humains et les animaux, fournissant de l'énergie concentrée, des acides gras essentiels et des vitamines liposolubles. L'huile de soja, est une excellente source alimentaire d'acide linoléique. Un acide gras essentiel est celui que le corps ne peut pas fabriquer et qui doit être fourni par l'alimentation. L'huile de soja contient également des niveaux significatifs de tocophérols qui fournissent de la vitamine E et servent d'antioxydants qui aident à protéger l'huile contre la rancidité (**Hunter, 1981**).

IV. Raffinage des corps gras

Les huiles brutes issues de l'extraction mécanique ou de l'extraction par solvant contiennent plusieurs composants autres que les triglycérides (non-TAG) qui doivent être éliminés (**Türkay et Yesilçubuk, 2017**). La partie non-TAG (triacylglycérols) des huiles de soja comprend les phospholipides, les acides gras libres, les pigments de chlorophylle, les tocophérols et les stérols. Certains de ces composants mineurs ont un impact négatif sur la qualité de l'huile tandis que d'autres peuvent jouer un rôle positif dans la nutrition et la fonction. L'objectif du raffinage est donc d'éliminer les composants indésirables tout en maximisant la rétention des composants bénéfiques (**Wang, 2002**).

IV.1. Raffinage physique

Le raffinage physique, également connu sous le nom de raffinage à la vapeur, consiste à éliminer les acides gras libres (FFA). Ce procédé combine deux étapes : la désodorisation et la neutralisation. Il présente de nombreux avantages, tels qu'une amélioration de rendement en huile grâce à une perte minimale d'huile neutre. De plus, il permet de récupérer des acides gras distillés de qualité supérieure sans problème majeur de pollution et élimine la production de tourteau de savon (**Johnson, 2008**).

IV.2. Raffinage chimique

Le raffinage chimique des huiles comporte quatre étapes : démucilagination, neutralisation, décoloration et désodorisation. Ces étapes ont un impact significatif sur les niveaux de composants mineurs présents dans les huiles brutes et raffinées (**Régis et al., 2016**). Ce raffinage est particulièrement adapté au traitement des huiles contenant des acides gras poly-insaturés qui sont sensibles à l'oxydation et à la dégradation thermique (**Bauer et al., 2010**).

IV.3. Etapes de raffinage

IV.3.1. Démucilagination

La démucilagination est un processus utilisé dans le raffinage des huiles végétales pour éliminer les impuretés telles que les phosphatides et les cires. Il consiste à traiter les huiles brutes avec de l'eau, des solutions salines ou des acides dilués tels que l'acide phosphorique. Les phosphatides (3 phosphoglycérol) sont convertis en gommes insolubles dans l'huile, qui sont ensuite séparés sous forme de boues. Cependant, avec le raffinage chimique, le processus a la possibilité d'éliminer les phosphatides ou de les éliminer au cours de la neutralisation des acides gras libres avec de la soude caustique (**O'Brien, 2000**).

IV.3.2. Neutralisation

La neutralisation est décrite comme la désacidification ou le raffinage caustique. Elle est obtenue en traitant l'huile de soja avec une solution alcaline aqueuse (généralement de l'hydroxyde de sodium) pour neutraliser les acides gras libres dans un système batch ou continu. Le savon formé dans la réaction adsorbe également les pigments naturels, les gommes non hydratées et les substances mucilagineuses contenues dans l'huile. La décantation ou la centrifugation est utilisée pour éliminer le savon (**Hammond et al., 2005**).

IV.3.3. Lavage

Le lavage est une étape essentielle pour éliminer les substances alcalines telles que le savon et la soude en excès, les phospholipides et autres impuretés présentes dans l'huile après la séparation. Pour obtenir un lavage plus efficace, il est recommandé de le réaliser en deux étapes en utilisant de l'eau décalcifiée afin d'éviter l'accumulation de savon et de phosphate de calcium dans les récipients (**Denise, 1992**).

IV.3.4. Séchage

Avant de procéder à la décoloration, l'humidité contenue dans l'huile lavée est éliminée pour éviter un colmatage rapide des filtres. Le séchage de l'huile neutralisée se déroule de manière simple. Après le lavage et lorsque l'huile atteint une température de 90 °C, elle est dispersée en fines gouttelettes à l'intérieur d'une tour verticale maintenue sous pression (**Denise, 1992**).

IV.3.5. Décoloration

La décoloration a pour but d'éliminer les pigments colorés contenus dans l'huile (β -carotènes et chlorophylles) et des impuretés telles que les produits d'oxydation, les phospholipides, les traces de savons résiduels, les traces métalliques, etc. Pour réaliser la décoloration, un agent d'adsorption est ajouté à une concentration de 0,2 à 2 % dans le décolorateur. L'huile est chauffée à une température d'environ 90 °C / 110 °C, puis elle est soumise à une agitation vigoureuse sous vide pendant environ 30 minutes. Après cette étape, l'huile est refroidie et filtrée. Parmi les adsorbants utilisés, il y a les terres décolorantes activées (argiles de type montmorillonites) et la silice (Evrard *et al.*, 2007).

IV.3.6. Désodorisation

La désodorisation est généralement la dernière étape du processus de raffinage. Aucun additif n'est utilisé et elle consiste simplement en l'injection de vapeur d'eau dans de l'huile chauffée à une température élevée (180-240 °C) et dans un vide très poussé. Dans ces conditions, les composés volatils responsables des arômes de l'huile (aldéhydes, cétones, ...) ainsi les résidus éventuels de pesticides et de mycotoxines sont emportés par la vapeur d'eau. À la fin de cette étape, l'huile présente un goût neutre. Elle est ensuite conditionnée sous azote pour la protéger de l'oxydation (Evrard *et al.*, 2007).

Chapitre III
Procédé de la décoloration
des huiles végétales

I. Décoloration des huiles végétales

I.1. Définition et principe

La réduction de la couleur des huiles est effectuée par une étape de décoloration ou blanchiment. Avec l'importance croissante du raffinage physique, la décoloration est devenue une opération clé. La décoloration permet d'éliminer les PL résiduels, les savons, les métaux et les produits d'oxydation qui ont des effets néfastes sur les propriétés organoleptiques et la stabilité oxydative des huiles désodorisées. La décoloration fait intervenir à la fois l'adsorption physique et des réactions chimiques. Pour mener à bien une décoloration, il faut comprendre les propriétés des adsorbants utilisés et connaître la nature des impuretés à éliminer (**Bauer et al., 2010**).

I.2. Processus de la décoloration

Dans un décolorateur contenant de l'huile chauffée entre 90 à 110 °C, un agent d'adsorption de 0,2 à 2 % est introduit, tel que la terre décolorante active. Après un temps de contact de 30 min sous agitation et sous vide (entre 50 à 80 mmHg), l'huile est filtrée afin d'en extraire les pigments encore présents (**Régis et al., 2016**). La décoloration est réalisée soit en continue ou discontinue.

I.2.1. Décoloration discontinue

La décoloration discontinue est réalisée dans un ou plusieurs récipients parallèles équipés d'une tige d'agitation. La terre décolorante est ajoutée à l'huile à la température de décoloration requise et la suspension est agitée pendant 15 à 30 minutes. Dès que la décoloration est terminée, la suspension d'huile-terre décolorante est séparée par filtration. Il faut veiller à ce que le filtrat soit clair (**Zschau, 2001**).

I.2.2. Décoloration continue

Dans le processus de décoloration continue, la terre décolorante est ajoutée en continu à l'huile. L'huile et la terre décolorante sont séparées par des filtres après un certain temps (**Zschau, 2001**).

I.3. Importance et rôle de la décoloration

La décoloration en tant que partie intégrante de la raffinerie chimique «traditionnelle» a été initialement utilisée pour améliorer la couleur. Aujourd'hui, avec l'application plus large de la raffinerie physique et la réglementation de plus en plus stricte en matière de sécurité alimentaire, il devrait être considéré comme un outil pour éliminer ou convertir les composés indésirables et les contaminants. La décoloration peut également réduire les niveaux de contaminants tels que les métaux lourds, les pesticides et les mycotoxines qui peuvent être présents dans les huiles végétales (Kovari, 2004).

II. Phénomène d'adsorption

II.1. Définition et principe

L'adsorption est couramment utilisée pour éliminer la couleur des liquides. Elle correspond à un processus physique où les molécules se lient à la surface d'un solide. La substance qui se lie est appelée adsorbat ou soluté, pouvant être liquide ou gazeux. La surface sur laquelle se produit cette interaction est désignée sous le nom d'adsorbant. La capacité d'adsorption est influencée par la température du soluté et les caractéristiques physico-chimiques de l'adsorbant (Jahouach, 2009).

II.2. Adsorption des chlorophylles

La chlorophylle est une molécule contenant du magnésium qui se décompose en phéophytine lorsqu'elle est chauffée. Les molécules de phéophytine a/b existent sous forme de monomères tandis que la chlorophylle a/b forme des agrégats ou des oligomères en raison de la présence d'un atome de magnésium central (Sabah, 2007).

Les molécules de phéophytine a/b réagissent avec les protons à la surface des argiles pour former des dications protonés qui se fixent sur l'argile par attraction électrostatique. En revanche, les oligomères de chlorophylle a/b doivent d'abord être dispersés en monomères avant de pouvoir réagir avec les protons. Par conséquent, les molécules de phéophytine a/b sont susceptibles d'être adsorbées sous forme de dication tandis que les molécules de chlorophylle a/b se fixent sur la surface de la terre décolorante sous forme d'oligomères (Sabah, 2007).

II.3. Adsorption du β -carotène

Les caroténoïdes peuvent se lier à la terre décolorante de deux manières. La première option est la chimisorption du β -carotène par attraction électrostatique de l'ion carbonium vers un site d'aluminium tétraédrique chargé négativement dans la couche tétraédrique de l'argile activée. La deuxième option est la chimisorption du β -carotène par liaison de coordination entre l'ion carbonium et un site d'aluminium acide de Lewis dans la couche tétraédrique de l'argile activée (Kreps et al., 2014).

III. Agents décolorants

III.1. Argile

Les terres décolorantes sont utilisées comme adsorbants des pigments présents dans les systèmes biologiques et elles se sont révélées indispensables dans le processus de décoloration qui élimine la chlorophylle des huiles végétales. Les propriétés clés associées à l'argile qui ont été identifiées comme importantes dans l'adsorption de la chlorophylle comprennent la surface spécifique, le volume de pores, la distribution de la taille des pores, la taille des particules et l'acidité de surface (Moukaya et al., 1993).

Les terres décolorantes sont produites en activant l'argile de montmorillonite à l'aide d'acide sulfurique ou d'acide citrique car ces traitements acides augmentent considérablement l'activité physico-chimique à la surface de l'argile (Srasra et al., 1989).

III.1.1. Terres décolorantes naturelles

Les terres décolorantes naturelles sont connues sous le nom de Fuller 2 earth. Elles sont essentiellement des silicates d'aluminium hydratés variant naturellement dans leur capacité à adsorber des pigments. Les meilleures terres naturelles peuvent adsorber 15 % de leur propre poids en pigments et autres impuretés mais retiennent également environ 30 % d'huile neutre. Cependant, dans le cas de pigments ou d'impuretés sombres difficiles à éliminer, une quantité excessive de terre est nécessaire, ce qui rend les agents de décoloration activés plus avantageux sur le plan pratique (O'Brien, 2008).

III.1.2. Terres activées

Les terres activées n'ont aucun pouvoir décolorant à l'état naturel. Elles sont des argiles "plastiques" de type montmorillonite. L'activation consiste à convertir les silicates en silices colloïdales qui possèdent une forte capacité d'adsorption. Cette conversion est réalisée chimiquement en utilisant un acide fort à des températures comprises entre 80 et 130 °C.

L'acide fort agit en remplaçant les cations par des protons, ce qui augmente considérablement la surface d'adsorption. Pendant le stockage des argiles décolorantes, il y a une légère reprise d'humidité (Denise, 1992). Leur activité est nettement supérieure à celle des argiles naturelles. Les études ont montré que leur activité est très bonne vis-à-vis des β -carotènes (Sarier et Güler, 1988) et des chlorophylles (Mokaya et al., 1993).

III.2. Charbons actifs

Une grande variété de matériaux peut être utilisée pour former du charbon actif par carbonisation à haute température. Le carbone est utilisé avec parcimonie par la plupart des transformateurs en raison de problèmes de filtration, de coûts relativement élevés et de la rétention élevée d'huile. Le carbone peut retenir jusqu'à 150 % de son poids d'huile. Les carbones activés sont efficaces pour éliminer les savons et les pigments, en particulier la chlorophylle, ainsi que certains matériaux aromatiques qui ne sont pas volatilisés par la désodorisation (O'Brien, 2008).

III.3. Montmorillonite

III.3.1. Définition

Les montmorillonites sont des argiles fréquemment choisies pour l'activation acide. Elles possèdent une structure phyllosilicate à trois couches (Figure 3). Leur formule est :



Lorsque les montmorillonites sont activées par l'acide en raison d'un traitement à l'acide minéral chaud, les ions H^+ attaquent les couches d'aluminosilicates par l'intermédiaire de la région interlamellaire. Cette attaque modifie la structure, la composition chimique et les propriétés physiques de l'argile tout en augmentant la capacité d'adsorption de la chlorophylle. Il a été démontré que l'acidité de surface et le volume des pores sont particulièrement importants pour l'adsorption de la chlorophylle (Mokaya et al., 1993).

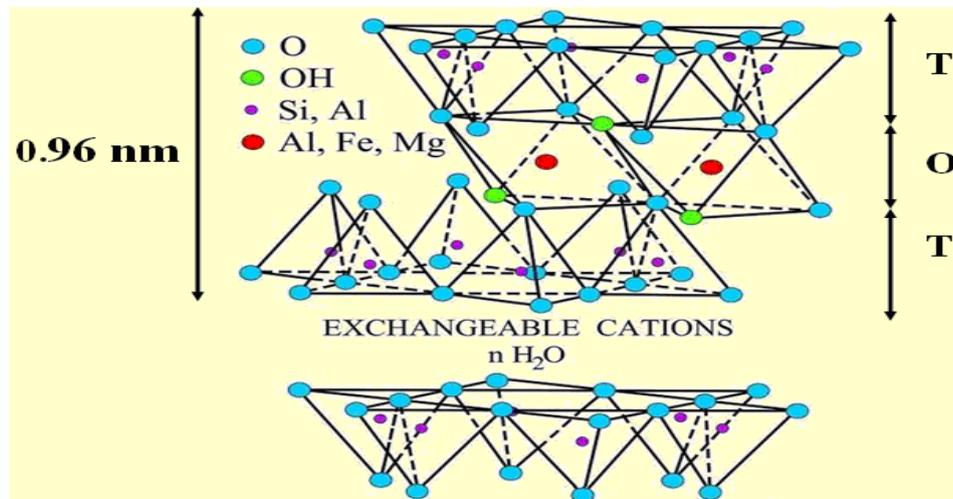


Figure 3 : Structure de la montmorillonite (Ashtiani, 2017).

III.3.2. Interactions de l'eau avec la montmorillonite

Les molécules d'eau peuvent facilement être adsorbées à la surface ou dans l'espace interfoliaire des minéraux argileux. Ce processus, appelé hydratation, joue un rôle important dans divers domaines d'application (Peng *et al.*, 2016). Des chercheurs ont constaté que les roches tendres ont tendance à se ramollir, à se dilater et à se désintégrer facilement après avoir adsorbé de l'eau, sur la base de tests des propriétés hydrologiques de la montmorillonite (Zhao *et al.*, 2023).

L'adsorption d'eau par la montmorillonite affaiblit sa résistance mécanique, entraînant la déformation des roches. La durée d'adsorption d'eau dépend de l'épaisseur des particules du sol. La Mg-Montmorillonite, l'un des minéraux argileux les plus abondants, présente une surface spéciale avec des liaisons pendantes (Si-O, Al-O) qui réagissent chimiquement avec l'eau pour former des groupes OH (Zhao *et al.*, 2023).

IV. Paramètres influençant la décoloration

IV.1. Pourcentage de la terre décolorante

La quantité de terre décolorante à employer dépend à la fois de l'objectif tracé et la nature de l'huile à traiter. Il est extrêmement important d'exercer un contrôle très strict de la qualité obtenue de façon non seulement à réduire les prix de revient mais aussi pour éviter les effets indésirables des agents décolorants qui pourraient altérer la qualité de l'huile. Ces effets secondaires peuvent inclure la transformation des acides gras en savon et le blocage des phospholipides. La consommation de la terre décolorante pour l'huile de soja varie entre 0,6 à 0,9 % (Denise, 1992).

IV.2. Température

La température doit être suffisamment élevée pour obtenir une faible viscosité de l'huile, ce qui garantit une diffusion suffisamment rapide et donc un temps de traitement court. Elle ne doit pas être trop longue pour éviter les réactions indésirables afin de maintenir une qualité supérieure et une longue durée de conservation de l'huile. La plupart des huiles sont donc traitées dans une plage de températures de 90 à 100 °C. La température pour les huiles difficiles à décolorer peut atteindre jusqu'à 120 °C (Zschu, 2001).

IV.3. Temps de contact

Un temps de contact de 15 à 25 min est suffisant pour une bonne décoloration. La prolongation de la durée de contact peut conduire à la formation de composés indésirables (Kaynak et al., 2004).

IV.4. Agitation

Pour assurer une réactivité dans un délai de 30 minutes, il est recommandé d'adopter une agitation efficace (Denise, 1992).

IV.5. Humidité

Les terres décolorantes contiennent généralement 10 à 18 % d'humidité. Si l'argile est complètement séchée avant l'utilisation, sa structure s'effondre entraînant une réduction du pouvoir de décoloration en raison de la diminution de la surface disponible. De plus, la capacité d'adsorption de l'argile activée par l'acide est réduite si l'argile est ajoutée à de l'huile chaude. Cela est dû au fait que l'humidité dans l'argile est éliminée trop rapidement, provoquant l'effondrement de la structure de l'argile (Wiedermann, 1981).

IV.6. Vide

L'opération de décoloration s'effectue sous vide pour réduire l'oxydation en réduisant l'exposition à l'air et en offrant une occasion de refroidir l'huile avant de la ramener à des conditions atmosphériques (Wiedermann, 1981).

Partie expérimentale

Partie I
Matériel et méthodes

I. Préparation des échantillons

Le travail expérimental est réalisé au niveau du complexe CO.G.B LABELLE (annexe) qui consiste à déterminer l'influence de l'humidité de la terre décolorante sur la réduction des chlorophylles et du β -carotène au cours du processus de raffinage, en particulier l'étape de la décoloration. Les échantillons de l'huile brute et séchée de soja sont prélevés directement sur la chaîne de production. Les échantillons de l'huile décolorée à différents pourcentages de l'humidité de la terre décolorante (8, 10, 12, 14, 17 et 19,5 %) sont préparés par une décoloration de l'huile séchée au niveau du laboratoire.

I.1 Préparation de la terre décolorante à différents pourcentages d'humidité

L'humidité de la terre décolorante utilisée au niveau de l'unité du raffinage est de 17 %, elle est calculée par un humidimètre (MXBAOHENG DSH-50-10). Pour obtenir les pourcentages d'humidité 8, 10, 12 et 14 %, 10 g de terre décolorante sont séchées sur une plaque chauffante par variation de temps 15, 12, 8 et 5 min, respectivement. Pour 19,5 % d'humidité, un processus d'enrichissement à l'air chaud est appliqué sur la terre décolorante. Sur une plaque chauffante réglée à 115 °C, un bécher de 500 ml est rempli avec 130 ml d'eau chauffée jusqu'à ébullition. Un autre bécher de 100 ml qui contient 10 g de terre décolorante est introduit dans le bécher de 500 ml pendant 5 min avec une légère agitation. Plusieurs essais sont effectués pour avoir une terre décolorante avec 19,5 % de teneur en eau.

I.2 Etape de décoloration de l'huile séchée

L'étape de la décoloration est réalisée tout en respectant les conditions appliquées à l'unité CO.G.B LABELLE : la quantité de la terre décolorante (0,8 g), la température (environ 95 °C) et le temps de contact (25 minutes). Une quantité de 100 g de l'huile séchée est déposée dans un erlenmayer de 500 ml équipé d'un système de vide chauffé à 40 °C. Une quantité de terre décolorante y est ajoutée, avec l'augmentation de la température et une agitation de 900 Tour/min. Ensuite, l'huile est filtrée par un papier filtre afin de séparer les matières en suspension (**Denise, 1992**).

La marque de la terre décolorante utilisée au niveau du complexe CO.G.B. LABELLE est TONSIL® OPTIMUM 230 FF. C'est est une argile hautement active avec des performances de filtration supérieures destinées à un débit plus élevé. Elle est fabriquée par activation acide de bentonite calcique. Ses spécificités sont données dans le tableau VI (Clariant, 2023).

Tableau VI : Spécificités de TONSIL® OPTIMUM 230 FF (Clariant, 2023).

Propriété	Valeur
Densité apparente	max 600
Humidité (%)	max 15
pH	max 3.0
Acidité (%)	max 60
Taille des particules (> 63 µm) (%)	max 35

II. Analyses physico-chimiques

II.1. Détermination de l'acidité

L'acidité est le pourcentage d'acides gras libres dans la matière grasse (huile). Elle est exprimée en pourcentage d'acide oléique. Son principe est de neutraliser les acides gras libres présents dans l'huile par une solution de soude (NaOH) et en présence d'un indicateur coloré (phénolphtaléine) (ISO, 660-1996).

Dans un bécher, 75 ml d'alcool neutralisé et 10 g de l'huile sont chauffés jusqu'à l'ébullition à l'aide d'une plaque chauffante, puis quelques gouttes de phénolphtaléine sont ajoutées. Par la suite, un titrage du mélange est réalisé par une solution de NaOH (1,46 g/l, 0,0365N) jusqu'à l'apparition d'une couleur rose persistante. La chute de la burette est notée. Le taux d'acidité est calculé par la formule suivante (ISO, 660-1996) :

$$\text{Acidité (\%)} = (\text{V.N.M}) / (10.m)$$

Avec :

M : Masse molaire d'acide oléique (M= 282 g/mol, utilisé comme référence).

N : Normalité de NaOH (0,0365N).

m : Poids de la prise d'essai.

V : Volume de NaOH titré.

Alcool neutralise : éthanol + quelques gouttes de phénolphtaléine (indicateur coloré), neutralisé avec NaOH jusqu'à apparition d'une couleur rose.

II.2. Détermination de l'indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est la quantité d'oxygène présente dans l'échantillon exprimé en milliéquivalents gramme d'oxygènes actifs par 1000 g du corps gras. Le principe de la méthode est de traiter une quantité d'huile, dans une solution d'acide acétique, chloroforme et iodure de potassium (KI). Le titrage de l'iode libéré se fait par une solution de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré (ISO, 3960-2007).

A une quantité de 2 g de l'huile, 10 ml de chloroforme, 1 ml de KI (concentration jusqu'à saturation) et 15 ml d'acide acétique y sont ajoutés. Le mélange après agitation est incubé pendant 5 minutes (pour éviter l'oxydation par l'oxygène). Un volume de 75 ml d'eau distillée (pour arrêter la réaction) et quelques gouttes d'empois d'amidon, comme indicateur coloré, sont additionnées au mélange qui est titré avec une solution de thiosulfate de sodium (15,8 g/l, 0,1N). Un essai à blanc (sans l'huile) est réalisé avec les mêmes conditions. L'indice de peroxyde est calculé par la formule suivante (ISO, 3960-2007) :

$$I_p \text{ (meq g O}_2\text{/ kg)} = [N \times (V_1 - V_0) \times 1000]/P$$

Avec :

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

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

V₁ : Volume de thiosulfate de sodium utilisé en ml.

N : Normalité de la solution de thiosulfate de sodium (0,1N).

P : Prise d'essai en gramme.

II.3. Détermination des traces de savon

L'alcalinité est exprimée conventionnellement en oléates de sodium en partie par million (ppm). Le savon d'acides gras est le résultat d'un traitement d'acides gras par un hydroxyde métallique (la potasse ou la soude). L'alcalinité du savon est libérée directement dans l'acétone en présence de bleu de bromophénol (indicateur coloré) et elle est ensuite titrée par l'acide chlorhydrique (AOCS, 1989).

Un volume de 22,5 ml d'acétone, quelques gouttes d'eau et de bleu de bromophénol y sont ajoutés à 20 g de l'huile. La couleur obtenue doit être jaune. Dans le cas où elle est bleue verdâtre, l'huile en contient des traces de savon, alors un titrage avec l'acide chlorhydrique (3,6 g/l, 0,1N) est réalisé jusqu'à la disparition de la couleur bleue verdâtre et l'apparition de la couleur jaune. Les traces de savon (TS) sont données par la formule suivante (AOCS, 1989) :

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

Avec :

TS: Traces de savon (ppm).

V: Volume (ml) de la solution d'acide chlorhydrique.

P: Prise d'essai (g).

N: Normalité de HCl.

304: Masse molaire de l'oléate de sodium.

II.4. Détermination de l'humidité

C'est la perte en masse qu'un échantillon de l'huile subira après chauffage à 103 °C exprimée en pourcentage de masse. Son principe consiste à chauffer une prise d'essai à 103 °C ± 2 °C jusqu'à l'élimination complète de l'eau et des matières volatiles et la détermination de la perte de masse (ISO, 662-1998).

Dans un premier temps, un bécher vide séché à l'étuve et refroidit dans un dessiccateur est pesé puis rempli avec 10 g d'huile et pesé pour la deuxième fois. Il est mis dans l'étuve à 103 °C pendant 1h, puis il est placé dans un dessiccateur pour conserver l'échantillon à l'abri de l'humidité et de l'air. La teneur en eau est déterminée par la formule suivante (ISO, 662-1998) :

$$\text{Humidit (\%)} = \frac{P_1 - (P_2 - P_0)}{P_1} \times 100$$

Avec :

P₁ : Poids de la prise d'essai.

P₂ : Poids final du bécher.

P₀ : Poids du bécher vide.

II.5. Détermination de la couleur

La couleur est un indicateur important de la composition du produit, de sa pureté et de son degré de détérioration. Elle permet de vérifier rapidement la dégradation ainsi que l'adéquation et la stabilité du produit pour une utilisation spécifique (Tan et al., 2004). Son principe consiste à une comparaison visuelle de la couleur de l'huile avec l'échelle de la couleur de la source transmise à travers les lames colorées standardisées qui sont constituées de trois couleurs : jaune, rouge et bleu (l'appareil utilisé est appelé le Lovibond) (ISO, 15305-1998).

La détermination doit être effectuée sous une lumière ambiante tamisée. Un récipient de 1 pouce est utilisé pour mesurer la couleur de l'huile brute et séchée et un récipient de 5 pouces est utilisé pour les huiles décolorées. Avant les mesures, les échantillons d'huile sont chauffés à 45 °C. Le récipient contenant l'échantillon est placé à l'intérieur du caisson d'éclairage. Les résultats sont exprimés en termes de nombre d'unités jaune et rouge nécessaires pour l'obtention de la couleur correspondante (Rossi et al., 2001).

II.6. Dosage des phosphatides

La solubilité des phosphatides dans l'acétone permet de les précipiter de manière simple et de les doser par gravimétrie. Cette méthode a pour objectif la détermination de la teneur en phosphatides dans les huiles végétales (AOCS, 2011).

Dans un bécher, 25 g d'huile et 200 ml d'acétone sont introduits, puis entreposés dans un réfrigérateur à 4 °C pendant 2 h. Le mélange après refroidissement est filtré sur double filtre taré (le papier filtre est préalablement séché et pesé p1). La paroi du filtre est lavée à l'acétone jusqu'à disparition totale du gras, puis le papier est séché à nouveau et repesé. Le taux des phosphatides exprimé en pourcentage est calculé en suivant la formule suivante (AOCS, 2011).

$$\text{Phosphatides (\%)} = (P_2 - P_1) / P$$

Avec :

P : Poids de la prise d'essai.

P₁ : Poids de double filtre taré avant la filtration de l'huile.

P₂ : Poids de double filtre taré après la filtration de l'huile.

II.7. Dosage des pigments (chlorophylles et β -carotène)

La spectrophotométrie permet de déterminer la concentration des chlorophylles et du β -carotène dans les huiles brutes, décolorées et désodorisées en mesurant l'absorption à des longueurs d'ondes définies (Gupta, 2017).

Les teneurs en chlorophylles et en β -carotène dans les huiles sont déterminées selon la méthode décrite par Wolf (1992). Dans une fiole jaugée de 25 ml, 7,5 g d'huile sont ajoutés puis ajustés au trait de jauge avec tétrachlorure de carbone suivi par une agitation. La détermination de l'absorbance pour les chlorophylles est réalisée aux longueurs d'ondes 630, 670 et 710 nm. Pour le β -carotène, l'absorbance est réalisée à la longueur d'onde de 455 nm. Le blanc utilisé est le tétrachlorure de carbone. Les mesures sont réalisées à l'aide d'un spectrophotomètre visible. La teneur en chlorophylles dans les huiles analysées est donnée par la relation suivante :

$$\text{Chlorophylles (ppm)} = \frac{A_{670} - [(A_{630} + A_{710})/2]}{K \times L}$$

Avec :

A_{630} : Absorbance à 630 nm.

A_{670} : Absorbance à 670 nm.

A_{710} : Absorbance à 710 nm.

L : Epaisseur de la cuve (1cm).

K : Coefficient d'extinction de la chlorophylle dans l'huile ($K \approx 0,1086$).

La teneur en β -carotène dans les huiles analysées est donnée par la relation suivante :

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

Avec :

A_{455} : Valeur de l'absorbance lue à une longueur d'onde de 455 nm.

E° : Coefficient extension spécifique du β -carotène (2590).

L : Epaisseur de la cuve (1cm).

Partie II

Résultats et discussion

Résultats et discussion

Les résultats obtenus sont comparés par rapport aux normes internationales.

I. Acidité

Les résultats obtenus pour la détermination du taux d'acidité des échantillons d'huiles de soja étudiés sont représentés par la figure 4.

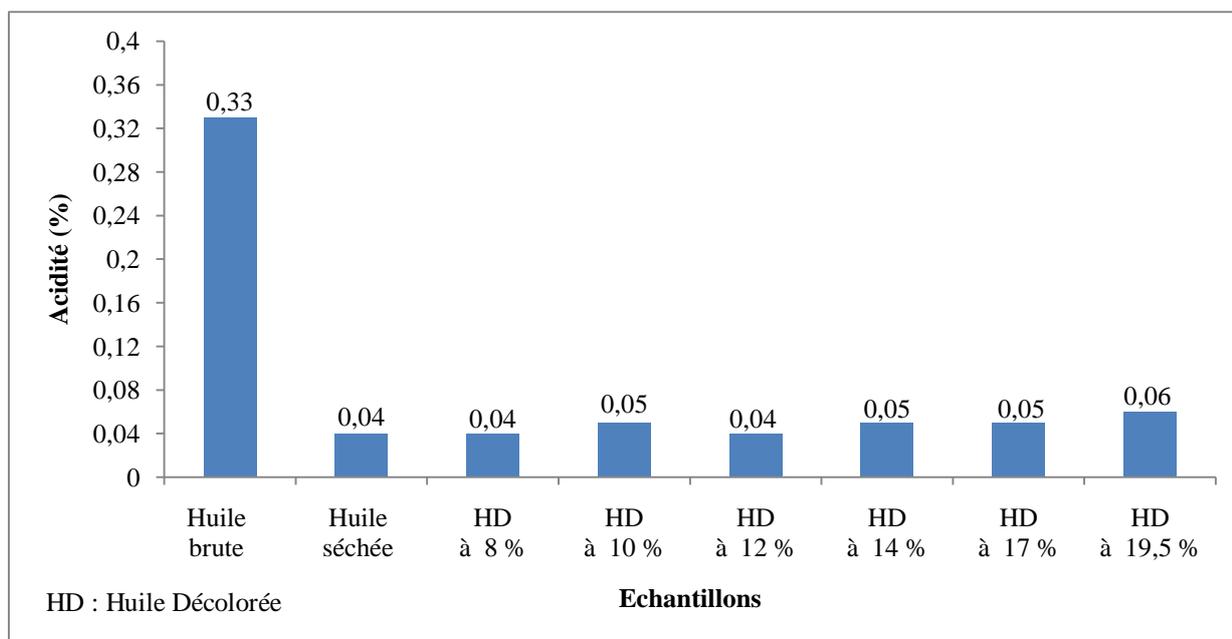


Figure 4 : Taux d'acidité (%) des échantillons d'huile de soja étudiés.

D'après les résultats illustrés dans la figure 4, l'acidité d'huile de soja brute est conforme à la norme ($\leq 1,5$ %). Ce résultat signifie que toutes les conditions d'obtention de l'huile, après un passage d'une trituration (prétraitement thermique, pressage et extraction finale à l'hexane), puis au stockage, ont été bien respectées.

Après l'étape de séchage de l'huile neutralisée et lavée, l'acidité a diminué d'une façon très importante de 0,33 à 0,04 %. Selon **Dijkstra (2015)**, ceci est expliqué par l'étape de neutralisation par la soude qui permet l'élimination de la majeure partie des acides gras libres. L'acidité résiduelle n'est que de 0,04 %, ce qui met en conformité l'huile séchée avec la norme ($\leq 0,10$ %).

L'acidité des huiles décolorées enregistre presque les mêmes taux d'acidité que celui de l'huile séchée. Les légères augmentations sont dues d'après **Denise (1992)** à la transformation des traces de savons en acides gras libres sous l'action de la terre décolorante active.

II. Indice de peroxyde

Les résultats obtenus pour l'indice de peroxyde sont représentés dans la figure 5.

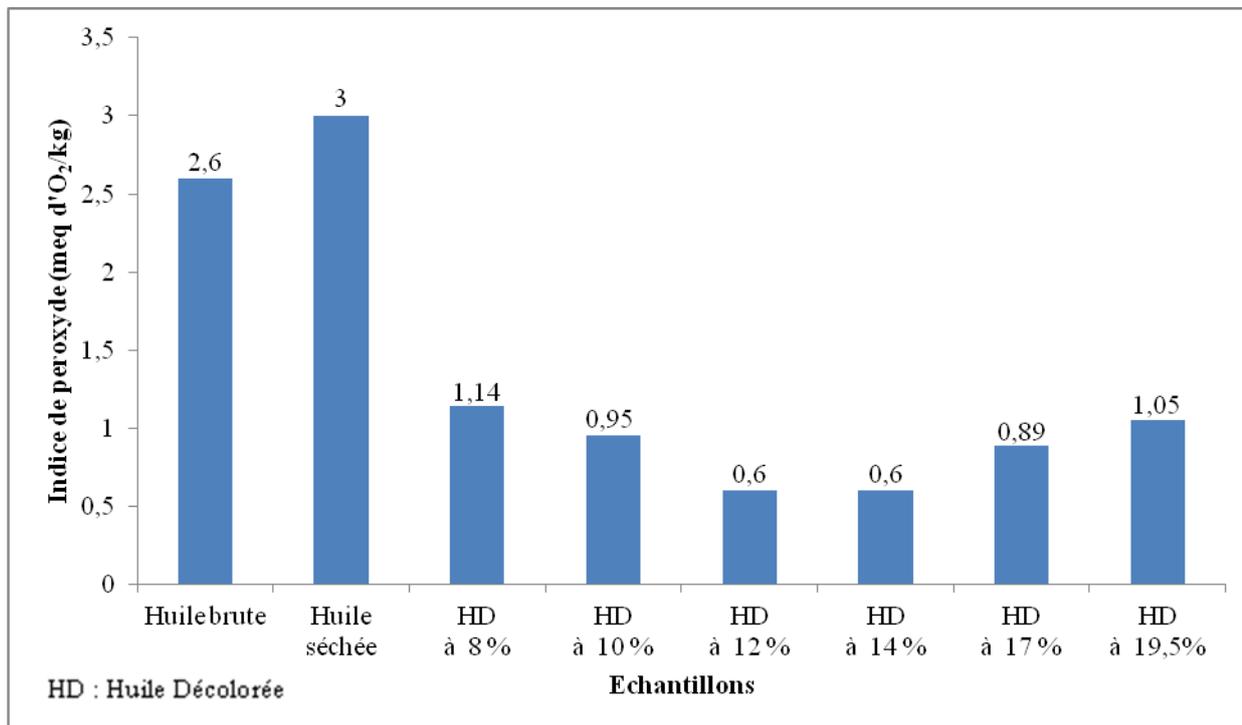


Figure 5 : Taux d'indice de peroxyde des échantillons d'huile de soja étudiés.

Les valeurs obtenues pour les huiles brute et séchée respectent la norme établie (≤ 12 meq d'O₂/kg). Cela signifie que l'huile brute est bien protégée contre l'oxydation. L'augmentation de l'indice de peroxyde de l'huile séchée par rapport à celui de l'huile brute pourrait être due aux variations des paramètres physiques (excès de température et manque de vide suffisant) et chimiques (l'humidité qui peut agir comme catalyseur pour l'oxydation de l'huile en favorisant la formation de radicaux libres et en accélérant la réaction d'oxydation).

L'indice de peroxyde des huiles décolorées doit être nul dans les meilleures conditions (température, temps de contact, pourcentages de la terre et le vide). Après l'étape de décoloration, une réduction du taux de l'indice de peroxyde des huiles décolorées est constatée. Selon **Zchau (2001)**, une réduction de cet indice est généralement observée pendant la décoloration car les hydroperoxydes réagissent en présence de la terre décolorante pour produire des produits d'oxydation secondaires.

Les huiles décolorées à 12 et 14 % enregistrent le plus faible indice de peroxyde (0,6 meq O₂/Kg). Par contre, l'huile décolorée à 8 % possède l'indice le plus élevé (1,14 meq O₂/Kg). Ceci est expliqué par la variation de l'humidité de la terre décolorante qui a un effet sur le taux de cet indice des huiles décolorées.

Selon **Tai et Lin (2007)**, certains peroxydes peuvent se former en raison de l'oxydation de l'huile avec l'oxygène présent dans le milieu. Les peroxydes ainsi produits diffusent à travers le film d'eau recouvrant l'argile et sont adsorbés sur les sites actifs. Une teneur en eau élevée augmente l'épaisseur du film d'eau, ce qui réduit la vitesse d'adsorption. Par conséquent, la vitesse globale de réduction de la valeur de peroxyde est réduite.

III. Traces de savon

Les résultats obtenus montrent que la teneur en traces de savon de l'huile séchée est de 30,4 ppm qui est conforme à la norme (<50 ppm). Selon **Zschau (2000)**, les huiles de qualité médiocre, qui ne respectent pas cette limite, entraîneront une mauvaise élimination de la couleur et une faible stabilité oxydative. De plus, selon **Zschau (2001)**, des quantités plus importantes de savons bloquent les centres actifs de la terre décolorante, réduisant ainsi l'adsorption des autres impuretés.

IV. Humidité

Le tableau ci-après résume le taux d'humidité des huiles de soja brute et séchée comparée aux normes établies par l'entreprise.

Tableaux VII : Résultats du taux d'humidité pour les huiles brute et séchée.

	Résultat	Norme
Huile brute	0,59 %	0,5 à 1,5 %
Huile Séchée	0,35 %	0,1 à 0,3 %

Le résultat obtenu pour l'humidité de l'huile brute est conforme à la norme (0,5 à 1,5 %) ce qui indique qu'elle est bien stockée. Pour l'huile séchée, une légère augmentation de l'humidité est enregistrée, qui est peut être due au manque de vide. D'après **Patterson (2009 b)**, une certaine quantité d'humidité de l'huile accélère le processus de décoloration et peut être bénéfique pour l'élimination des pigments de couleur et des précurseurs de saveur afin de fournir une huile plus légère et plus stable.

V. Phosphatides

Les résultats obtenus pour la détermination des taux de phosphatides des échantillons d'huiles de soja étudiés sont représentés par la figure 6.

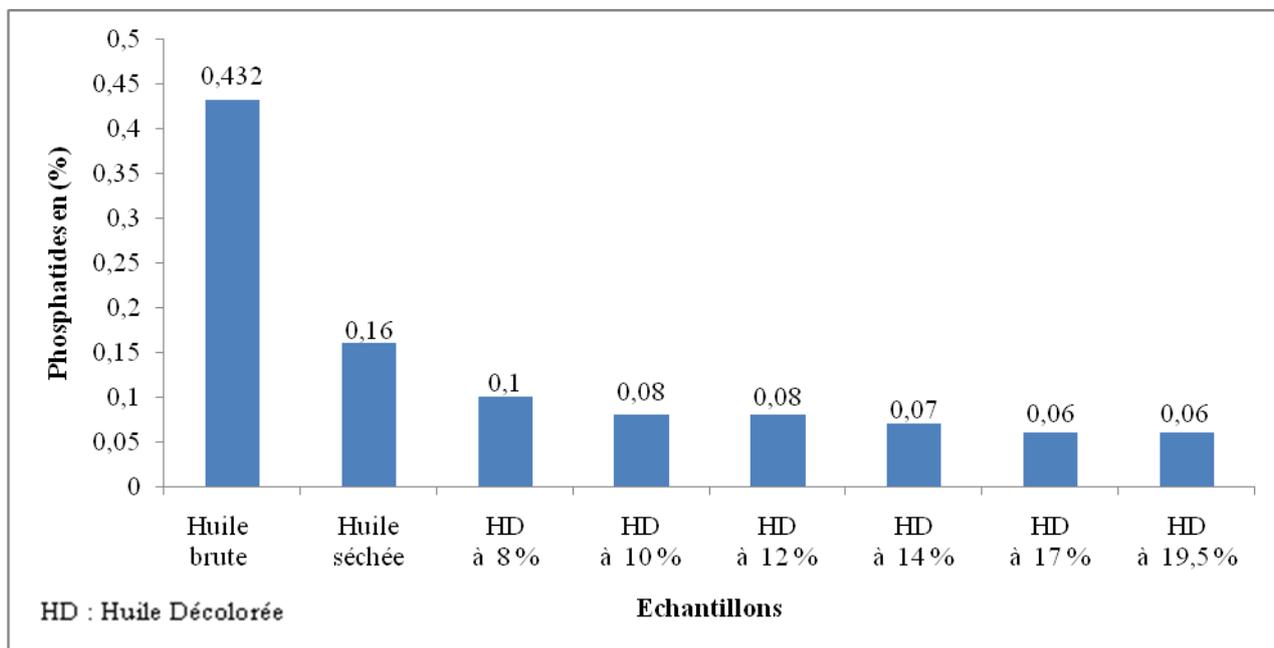


Figure 6 : Taux de phosphatides des échantillons d'huile de soja étudiés.

Le taux de phosphatides de l'huile brute est conforme à la norme ($\leq 0,5\%$), ce qui indique une qualité initiale satisfaisante et qui facilite le processus de raffinage. Selon **Patterson (2009 b)**, la réduction de phosphatides de l'huile séchée par rapport à celle de l'huile brute est expliquée par la démucilagination et la neutralisation qui permettent une réduction des phosphatides.

Le taux de phosphatides de l'huile décolorée diminue par rapport à celui de l'huile séchée après décoloration. D'après **Zschau (2001)**, la réduction des phosphatides est due à l'action de la terre décolorante sur les phosphatides par adsorption sélective. Les résultats obtenus pour les différentes huiles décolorées à différents pourcentages de l'humidité de la terre décolorante active montrent qu'une teneur élevée en humidité de la terre décolorante améliore l'élimination des phosphatides non hydratés pendant la décoloration.

La terre décolorante activée peut être considérée comme un acide solide avec une bonne capacité d'échange cationique. En présence d'humidité, les terres décolorantes activées agissent comme des acides phosphoriques ou citriques pour chélater les métaux traces. Dans les deux cas, que ce soit avec la terre décolorante ou les acides chélatants, les sels de calcium et de magnésium "non hydratés" de l'acide phosphatidique sont divisés et deviennent

solubles dans l'eau pour être éliminés soit avec la phase aqueuse, soit par absorption sur la terre décolorante (Zschau, 2000).

VI. Couleur

Les résultats obtenus pour la détermination de la couleur pour les différents échantillons analysés sont représentés dans la figure 7.

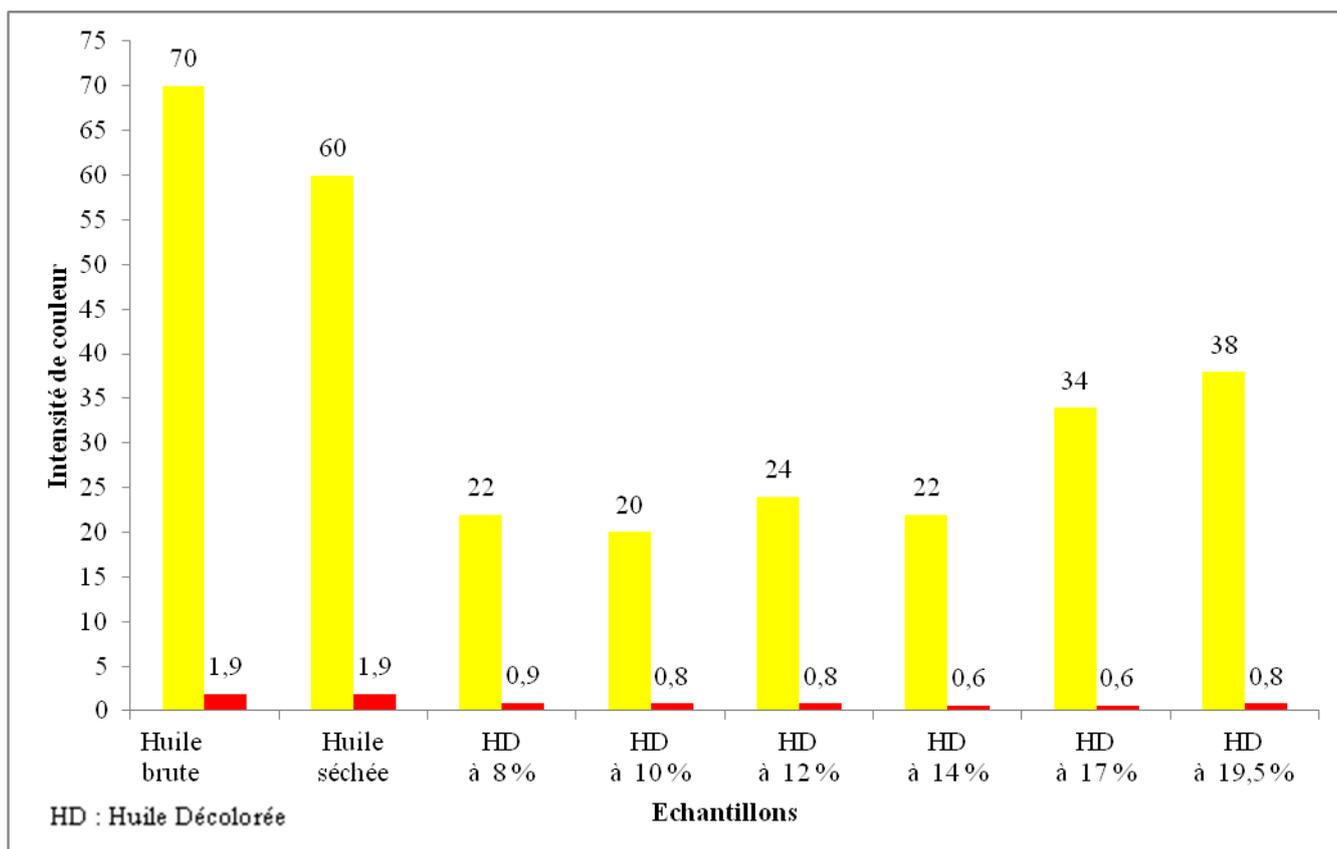


Figure 7 : Couleur pour les différents échantillons de l'huile de soja étudiés.

La diminution de la couleur jaune de l'huile brute (70) par rapport à celle de l'huile séchée (60) est due, selon **Hoffmann (1989)**, au processus de dégommage et de neutralisation. Le dégommage peut co-précipiter certains composants légèrement colorés et moins solubles et les acides minéraux utilisés peuvent décomposer certaines chlorophylles.

Après l'étape de décoloration, à la fois les couleurs jaune et rouge ont diminué par rapport à celle de l'huile séchée. Cette réduction de couleur est due, selon **Suliman et al. (2013)**, à l'utilisation de terres décolorantes activées par l'acide lors de l'étape de décoloration qui entraîne une diminution des couleurs indésirables.

Les huiles décolorées avec une terre décolorante de 8, 10, 12 et 14 % d'humidité enregistrent presque une stabilité des couleurs jaune et rouge. Par contre, les huiles décolorées à 17 et 19,5 % d'humidité montrent une légère augmentation de la couleur jaune. Cette augmentation de la couleur peut être attribuée à la désactivation de la terre décolorante par l'effet de l'humidité présente dans celle-ci. L'humidité peut altérer les propriétés de la terre décolorante, réduisant ainsi son efficacité dans l'adsorption des pigments indésirables de l'huile.

VII. Teneurs des pigments (chlorophylles et β -carotène)

VII.1. Chlorophylles

Les résultats de dosages des chlorophylles des échantillons sont présentés dans la figure 8.

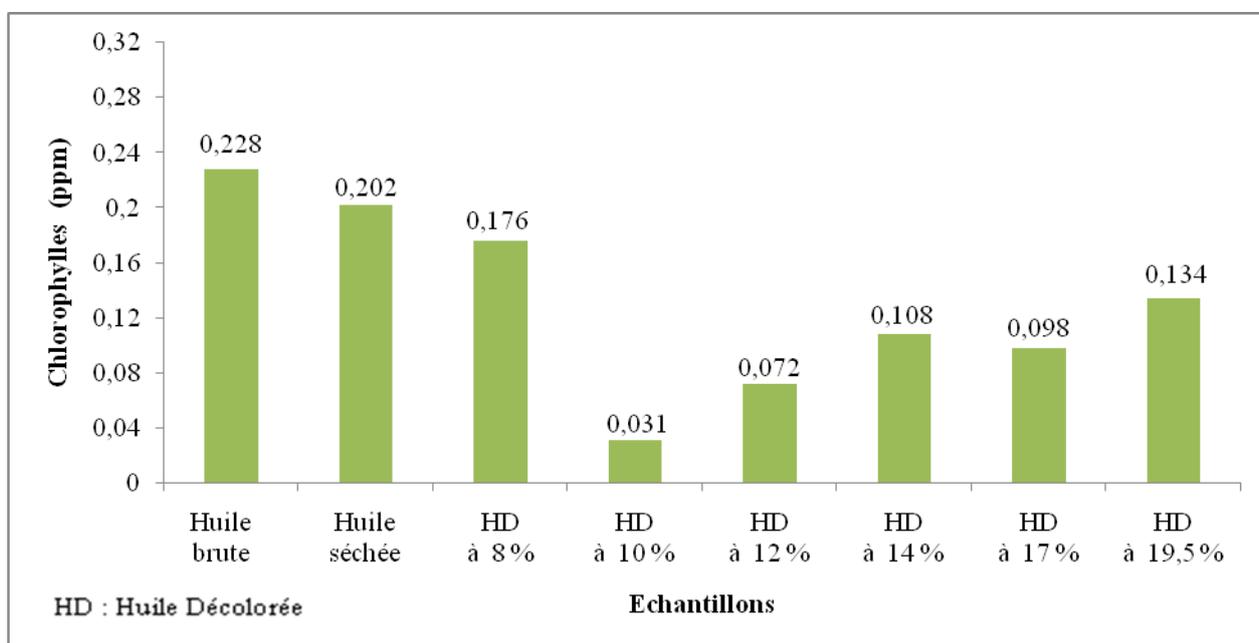


Figure 8 : Teneurs en chlorophylles des échantillons d'huile de soja étudiés.

Les pigments de chlorophylle en quantité importante donnent une couleur indésirable aux huiles végétales et peuvent favoriser l'oxydation en présence de lumière et inhibe l'hydrogénation (Endo et al., 1992).

Les résultats obtenus montrent une légère diminution de la teneur en chlorophylle pour l'huile séchée (0,202 ppm) par rapport à celle de l'huile brute (0,228 ppm), sachant que la norme pour l'huile brute et séchée est de 0,2 à 0,4 ppm.

Cette diminution est expliquée, selon **Endo et al. (1992)**, par la réduction des chlorophylles pendant l'étape de dégomme qui se produit par adsorption en phase aqueuse, ce qui entraîne leur destruction.

Après la décoloration, une réduction des teneurs en chlorophylles des huiles décolorées par rapport à celle de l'huile séchée est constatée (norme de l'huile décolorée 0,02 ppm), ceci est due, selon **Kreps et al. (2014)**, à l'adsorption des chlorophylles par la terre décolorante activée par l'acide. La chlorophylle est initialement convertie en phéophytine qui est ensuite adsorbée sur les sites acides de Lewis et de Bronsted de l'argile.

Les résultats des huiles décolorées à différents pourcentages d'humidité de la terre décolorante montrent qu'une terre décolorante séchée à 8 % et une terre humide à 19,5 % donne des mauvais résultats en termes d'élimination des chlorophylles. Selon **Rich (1967)**, la terre décolorante contient normalement de 10 à 18 % d'humidité libre. Les molécules de montmorillonite sont disposées en agrégats sous forme de couches parallèles. Les molécules d'eau se situent entre et autour des couches et servent donc de support pour maintenir les couches à distance les unes des autres. Si l'argile est séchée avant décoloration, les couches s'effondrent, c'est le cas de la terre décolorante séchée à 8 % d'humidité ce qui entraîne une diminution de la puissance de la décoloration en raison de la diminution de la surface active disponible. De plus, d'après **O'Brien (2004)**, les terres de décolorations complètement séchées avant utilisation sont inactives.

Lorsqu'une terre humide est ajoutée à un système, l'humidité présente dans la terre s'évapore rapidement, ce qui entraîne un changement dans la structure de la terre. Cette altération de la structure en treillis de la terre réduit la surface totale de contact de la terre avec les autres substances présentes dans le système. Par conséquent, la terre ne peut pas pleinement accomplir son rôle ou sa fonction attendue car sa capacité de dissolution et d'interaction avec d'autres composés est diminuée (**Wiedermann, 1981**).

La présence d'une certaine humidité semble être essentielle pour une bonne adsorption et une bonne action de décoloration (**O'Brien, 2004**). Une partie de l'eau de la terre décolorante sera liée plus fermement que l'humidité superficielle perdue à 105 °C et cette eau, en raison de sa forte liaison, est susceptible de jouer un rôle important dans le processus de chimisorption (**Patterson, 2009 c**). D'après les résultats, une humidité de 10 et 12 % donne des meilleurs résultats en termes de réduction des chlorophylles.

Il est donc important de prendre en compte la teneur en humidité de l'argile lors de son utilisation dans un processus ou une application spécifique car elle peut avoir un impact significatif sur les performances de l'argile et son efficacité dans le système.

VII.2. β -carotène

Les résultats du dosage du β -carotène des échantillons sont présentés dans la figure 9.

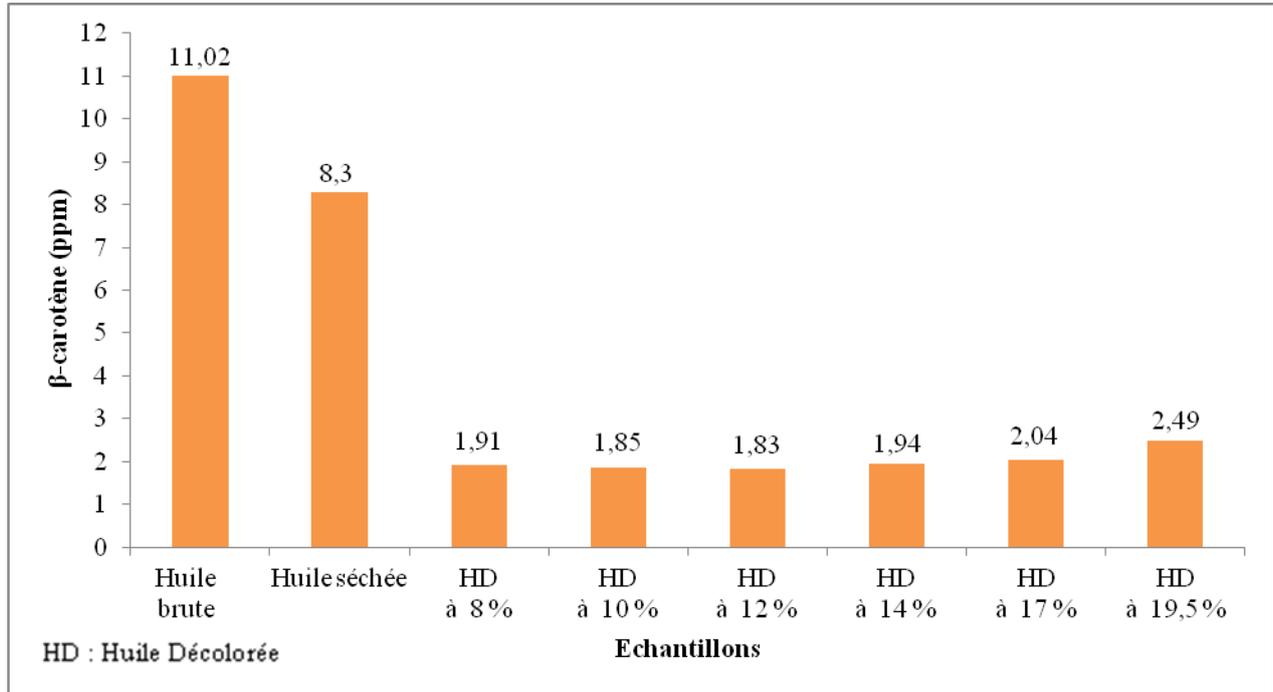


Figure 9 : Teneurs en β -carotène des échantillons d'huile de soja étudiés.

Le résultat obtenu pour l'huile brute est conforme à la norme (< 20 ppm). Après la neutralisation, une diminution du taux de β -carotène d'huile séchée par rapport à celle de l'huile brute (de 11,02 à 8,3 ppm) est constatée. D'après **Patterson (2009 c)**, pendant la neutralisation alcaline, une partie des carotènes puisse être piégée dans les savons et éliminée.

Après la décoloration, une forte diminution de la teneur en β -carotène est remarquée sur tous les échantillons et des résultats sont assez proches sauf pour 19,5 % d'humidité. Cette diminution est due selon **Sarie et Guler (1988)** à l'adsorption du β -carotène à la surface de l'argile active par certaines interactions chimiques. Ce caroténoïde reste en solution et il est affecté par l'argile et prend une nouvelle forme. Cette dernière semble être due à son oxydation et elle se convertit facilement en aldéhyde par oxydation.

La discussion donnée pour les résultats des chlorophylles est la même pour ceux du β -carotène. L'élimination des chlorophylles au cours du processus de décoloration entraîne avec elle la perte des β -carotène sous l'effet de la terre décolorante active. Selon les résultats obtenus, une terre décolorante avec une humidité de 10 et 12 % permet des meilleurs résultats en termes d'élimination du β -carotène.

Les données d'acidité de surface suggèrent que les sites fortement acides sur la surface de l'argile réagissent avec le β -carotène pendant l'adsorption. En conséquence, il semble que son adsorption sur l'argile activée soit principalement un processus chimique découlant de l'interaction du β -carotène avec les sites acides de Lewis et de Bronsted de l'argile. La grande majorité étant formée pendant la lixiviation acide du minéral. Il semble également que l'argile activée affecte le β -carotène restant dans la solution en tant que catalyseur d'oxydation (**Sarie et Guler, 1988**).

Le β -carotène est un pigment naturellement présent dans certains aliments. Il est connu pour sa capacité à donner une teinte rouge et jaune aux aliments (**Meléndez-Martínez et al., 2022**). Selon les figures 10 et 11, réalisées sur excel, il y a une bonne corrélation des teneurs en β -carotène et les couleurs jaune et rouge des huiles dont les coefficients de corrélation sont $r=0,957$ et $r=0,959$, respectivement.

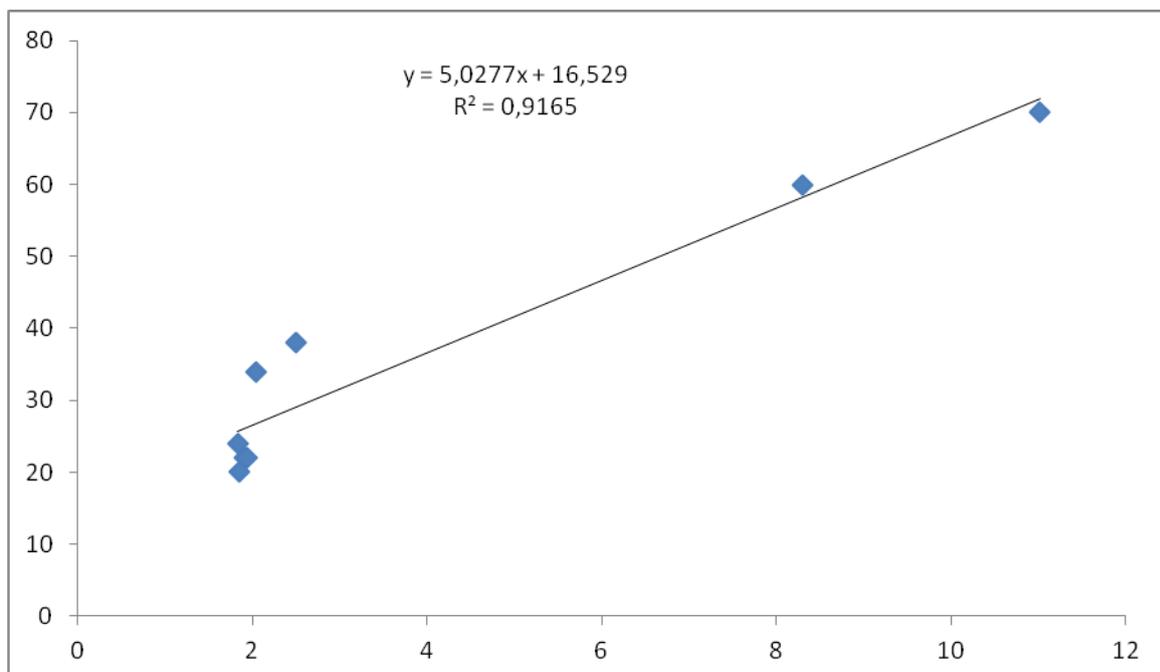


Figure 10 : Corrélation entre β -carotène et couleur jaune.

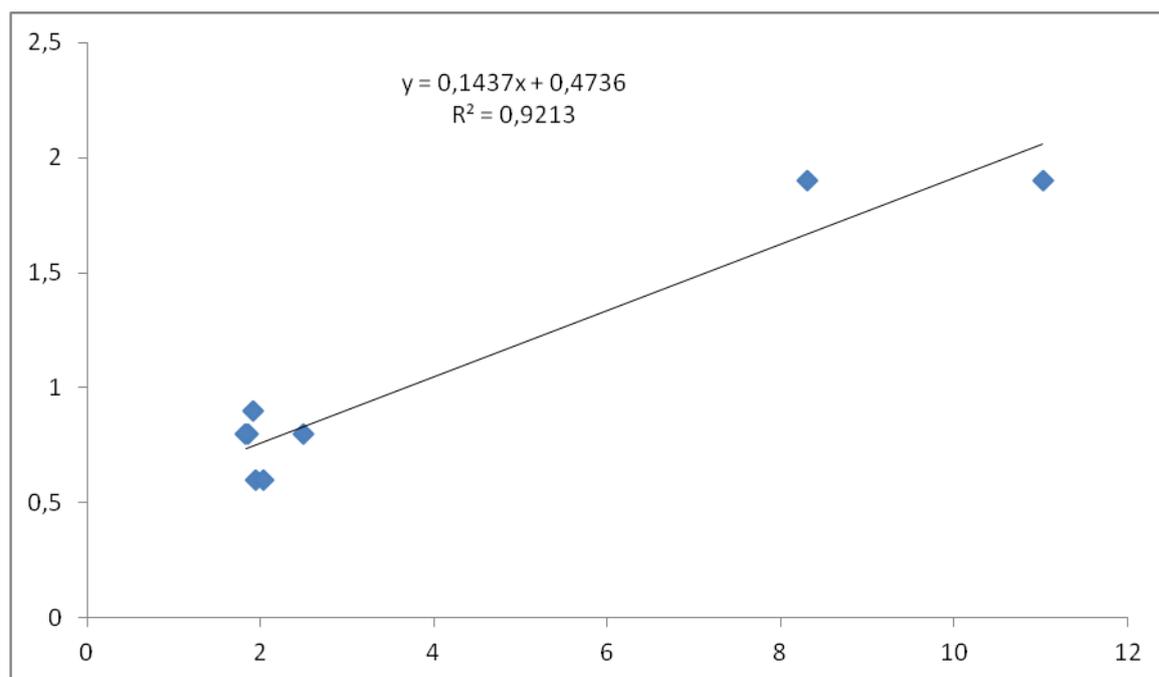


Figure 11 : Corrélation entre β -carotène et couleur rouge.

Conclusion

L'objectif de ce travail réalisé au niveau du complexe CO.G.B LABELLE consiste à déterminer l'influence de l'humidité de la terre décolorante sur le processus de décoloration de l'huile de soja, à savoir la réduction des pigments (Chlorophylles, β -carotène et d'autres composants) à la norme international.

Les analyses effectuées sur les échantillons de l'huile de soja brute et séchée (taux en chlorophylles et β -carotène ainsi que d'autres analyses comme l'acidité, l'indice de peroxyde, la couleur, l'humidité et les teneurs en traces de savon et phosphatides) sont conforme aux normes internationales.

Les résultats obtenus prouvent qu'une terre décolorante ayant une humidité de 10 à 12 % permet d'obtenir les meilleurs résultats en termes de réduction des pigments (Chlorophylles et β -carotène). Les huiles séchées et décolorées ont presque le même pourcentage d'acidité. En ce qui concerne l'indice de peroxyde, les meilleurs résultats sont aux alentours de 12 à 14 % d'humidité de la terre décolorante. En outre, les phosphatides sont plus réduits à une humidité plus élevée (19,5 %) de la terre décolorante.

En se basant sur les données de cette étude, il est intéressant de poursuivre des recherches approfondies à l'avenir afin de mieux comprendre l'impact de l'humidité sur les argiles actives dans les processus de décoloration et d'autres procédés industriels. Une meilleure compréhension de ces mécanismes va permettre d'améliorer encore davantage la qualité des produits. Pour cela, il est intéressant de compléter ce travail avec :

- La caractérisation des interactions entre l'humidité et les argiles actives : exploration des mécanismes de liaison entre l'humidité et les argiles utilisées dans les processus de décoloration et d'autres procédés industriels.
- L'étude des propriétés physico-chimiques des argiles et leur capacité à adsorber l'humidité.

Références Bibliographiques

Alais, C., Linden, G., et Miclo, L. (1997). Biochimie alimentaire. Edition : Masson, Paris, p. 119-120.

Ashtiani, M.H. (2017). Effet dû à l'activation acide de la bentonite sur l'adsorption de la chlorophylle et les carotènes. Afrique science, 13(1): 129–136.

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

AOCS, (2011). Official Methods and Recommended Practices of the AOCS. Réf : Ja 4-46.

Bauer, W.J., Badoud, R., et Lölliger, J. (2010). Science et technologie des aliments: principes de chimie des constituants et de technologie des procédés, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Lausanne, p. 175.

Belitz, H.D., Grosch, W., et Schieberle, P. (2009). Food Chemistry. 4^{ème} édition, Germany, p.14.

Bockisch, M. (1998). Fats and Oils Handbook. 1^{ère} édition, Germany, p. 1-29.

Codex-Alimentarius, (1992). Normes codex pour les graisses et les huiles d'origine végétales. 8^{ème} édition, p. 9-71.

Clariant, (2023). Fiche technique TONSIL® OPTIMUM 230FF. Terre décolorante hautement active. Refer to WI-QC-01-01.

Denise, J. (1992). Raffinage des corps gras. In: Manuel des corps gras. 2^{ème} édition : Tec et doc, Lavoisier, Paris, p.789-881.

Dijkstra, A.J. (2015). Oil Refining. Scientific Consultant. American Oil Chemists' Society France, (9): 227-258.

Endo, Y., Thorsteinson, C. T., et Daun, J. K. (1992). Characterization of chlorophyll pigments present in canola seed, meal and oil. Journal of the American Oil Chemists' Society, 69(6): 564-568.

Erasmus, U. (1986). The complete guide to fats and oils in health and nutrition. 1^{ère} édition, Canada, p. 50.

Erickson, D. R. (1995). Bleaching/adsorption treatment. In : Practical Handbook of Soybean processing and utilization AOCS Press, p. 203-217.

Evrard, J. (2003). Proteins and lipids: technologies for present and future use. Oilseeds and fats, Crops and Lipids journal, 10(1): 57-60.

Evrard, J., Pagès, X.P.X., Argenson, C., et Morin, O. (2007). Procédés d'obtention et compositions nutritionnelles des huiles de tournesol, olive et colza. Cahiers de nutrition et de diététique, 42: 13-23.

Firestone, D. (2006). Physical and Chemical Characteristics of Oils, Fats, and Waxes. 2^{ème} édition, p. 149.

François, R. (1974). Les industries des corps gras. Edition : Lavoisier, Paris, p. 32-138.

Frenot, M. et Vierling, E. (2001). Biochimie des aliments : Diététique du sujet bien portant. 2^{ème} édition : Doin, Bordeaux, p. 79-94.

Gerde, J.A., et White, P.J. (2008). Lipids .In: Soybeans Chemistry, Production, Processing, and Utilization, p. 193-229.

Gibon, V., De Greyt, W., et Kellens, M. (2007). Palm oil refining. European journal of lipid science and technology, 109(4): 315-335.

Gurr, M. I., Harwood, J. L., Frayn, K. N., Murphy, D. J., et Michell, R. H. (2016). Lipids : biochemistry, biotechnology and health. John Wiley et Sons, p. 187.

Gupta, M.K (2017). Practical Guide to Vegetable Oil Processing. 2^{ème} édition, United States, p. 23.

Hammond, E.G., Johnson, A.L., Su, C., Wang, T, et White, P.J. (2005). Soybean Oil. In: Introduction to Fats and Oils Technology, p. 577-653.

Hoffmann, G. (1989). The Chemistry and Technology of Edible Oils and Fats and their High Fat Products. p. 19-163.

Références bibliographiques

Hunter, J. E. (1981). Nutritional consequences of processing soybean oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 58(3): 283-287.

Hymowitz, T. (2008). History of the Soybean. In: *Soybeans Chemistry, Production, Processing, and Utilization*, p. 1-31.

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

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

ISO, 15305. (1998). Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination de la couleur. 1^{ème} édition.

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

Jahouach, W. (2009). Etude des propriétés physico-chimique des huiles d'olive et de grignon d'olive de colorées par des argiles tunisiennes activées aux ondes ultrasonores. Université de SFAX (Tunis), Thèse de doctorat en chimie, p. 1-77.

Jacques, B. (2010). Le soja. Boislève, p. 4-5.

Johnson, L. A. (2008). Recovery, refining, converting, and stabilizing edible fats and oils. *Food Lipids, Chemistry, Nutrition, and Biotechnology*, 8(3): 206–243.

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

Kreps, F., Vrbikov, L., et Schmidt, S. (2014). Influence of industrial physical refining on tocopherol, chlorophyll and beta-carotene content in sunflower and rapeseed oil. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 116(11): 1572–1582.

Kovari, K. (2004). Recent developments, new trends in seed crushing and oil refining. *Oilseeds and fats, Crops and Lipids journal*, 11(6): 381-387.

Lawson, H. (1995). *Food Oils and Fats* Springer. Science, Business and Media Dordrecht, p. 46.

Références bibliographiques

Ledoux, M. (2012). Principaux constituants des lipides structure, classification, et nomenclature chimiques, Anses, p. 1-24.

Meléndez-Martínez, A. J., Mandić, A. I., Bantis, F., Böhm, V., Borge, G. I. A., Brnčić, M., Bysted, A., Pilar Cano, M., Graca Dias, M., Elgersma, A., ... et O'Brien, N. (2022). A comprehensive review on carotenoids in foods and feeds: Status quo, applications, patents, and research needs. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 62(8): 1999-2049.

Mokaya, R., Jones, W., Davies, M. E., et Whittle, M. E. (1993). Chlorophyll adsorption by alumina-pillared acid-activated clays. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 70(3): 241-244.

Morin, O., et Pages, X.P.X. (2012). Huiles et corps gras végétaux : ressources fonctionnelles et intérêt nutritionnel. *Oilseeds and fats, Crops and Lipids journal*, 19(2): 63-75.

Morin, O. (2013). Approche fonctionnelle de l'emploi de l'huile de palme. Perspectives d'évolution réglementaire en matière d'étiquetage. *Oilseeds and fats, Crops and Lipids journal*, 20(3): 143-146.

Newkirk, R.Ph.D. (2010). SOJA Guide de l'industrie de l'alimentation animale. 1^{ère} édition, p. 3-53.

Noudet, M. (1992). Constituant mineurs (Phosphatide) In: .Manuel des corps gras. Edition : Tec et Doc Lavoisier. Paris, p. 88-111.

O'Brien, R.D. (2000). Fats and Oils Processing. In: *Introduction to Fats and Oils Technology* , 2^{ème} édition, p. 90-107.

O'Brien, R.D. (2004). Fats and oils Formulating and Processing for Applications. 2^{ème} édition, p. 9-10-56-90.

O'Brien, R.D. (2008). Soybean Oil Purification. In: *Soybeans Chemistry, Production, Processing, and Utilization*, 2^{ème} édition, p. 377-407.

Ollivier, V., Ollivier, D., et Artaud, J. (2015). Analyse des lipides-Extraction. Paramètres physico-chimiques, Constituants majeurs. *Techniques de l'ingénieur, L'expertise technique et scientifique de référence*, 3(2): 1-23.

Références bibliographiques

- 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. *Oilseeds and fats, Crops and Lipids journal*, 17(2): 86 -99.
- Patterson, H.B.W. (2009a).** Basic Components and Procedures. In: *Bleaching and Purifying Fats and Oils Theory and Practice Second. 2^{ème} édition*, p. 1-52.
- Patterson, H.B.W. (2009b).** Adsorption. In: *Bleaching and Purifying Fats and Oils Theory and Practice Second. 2^{ème} édition*, p. 53-67.
- Patterson, H.B.W. (2009c).** Bleaching of Important Fats and Oils. In : *Bleaching and Purifying Fats and Oils Theory and Practice Second. 2^{ème} édition*, p. 97-151.
- Parmentier, M., Guillemin, S., Barbar, R., Linder, M., Fanni, J. (2004).** De nouveaux procédés d'extraction des huiles pour des produits finis de haute qualité, *Oilseeds and fats, Crops and Lipids journal*, 11(6): 377-380.
- Peng, C., Min, F., Liu, L., et Chen, J. (2016).** A periodic DFT study of adsorption of water on sodium-montmorillonite (001) basal and (010) edge surface. *Applied Surface Science*, (387): 308-316.
- Pérez, B., Li J., et Guo, Z. (2017).** Chemistry and Properties of Lipids and Phospholipids. In : *Food Lipids: Chemistry, Nutrition, and Biotechnology, 4^{ème} édition*, p. 38-68.
- Platon, J.F. (1988).** Raffinage de l'huile de soja. American soybean association. p.1-30.
- Poisson, J.P et Narce, M. (2003).** Corps gras alimentaire : aspects biochimique et nutritionnel. In : *Lipide et corps gras alimentaire. Edition : Lavoisier .Paris*, p. 1-48.
- Pouzet, A.(1992 a).**Sources et monographies des principaux corps gras. In : *Manuel des corps gras. Edition : Tec et Doc Lavoisier. Paris*, p. 131-133.
- Régis, J., Joffre, F., et Fine, F. (2016).** Impact de la trituration et du raffinage sur la teneur en micronutriments des huiles végétales de colza, soja et tournesol, *Oilseeds and fats, Crops and Lipids journal*, 23(3): 1-5.
- Rich, A.D. (1967).** Major factors that influence bleaching performance. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 44(7): 298-323.

Références bibliographiques

Rossi, M., Gianazza, M., Alamprese, C., et Stanga, F. (2001). The effect of bleaching and physical refining on color and minor components of palm oil. *Journal of the American Oil Chemists Society*, 78(10): 1051-1055.

Sarier, N., et Güler, Ç. (1988). β -carotene adsorption on acid-activated montmorillonite, *Journal of the American Oil Chemists Society*, (65): 776-779.

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

Shah, S.N., Mahesar, S.A., Sherazi, S.T.H., Panhwar, M.A., Nizamani, S.M., et Kandhro, A.A. (2018). Influence of commercial refining on some quality attributes of sunflower oil. *Ukrainian Food Journal*, 7(2): 234–243.

Soulier, L., et Farines, M. (1992). Principaux constituants chimique des corps gras. (L'insaponifiable). In : *Manuel des corps gras*. Ed : Tec et Doc Lavoisier. Paris, p. 95-111.

Soulier, L., et Farines, M. (1992). Principaux constituants chimique des corps gras. (les chlorophylles et leurs dérivés). In : *Manuel des corps gras*. Ed : Tec et Doc Lavoisier. Paris, p. 111-115.

Srasra, E., Bergaya, F., Van Damme, H. et Ariguib, N.-K.(1989). Surface properties of an activated bentonite-decolorisation of rape-seed-oils. *Applied Clay Science*, (4): 1-41.

Stolton, S., et Dudley, N. (2014). Le boum du soja l'essor du soja, impacts et solutions. Fonds mondial pour la nature (anciennement Fonds mondial pour la vie sauvage), Gland, Suisse, p. 10.

Suliman, T.E.M.A., Jiang, J. et Liu, Y. (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.

Tan, Y.A., Kuntom, A., Lee, C.K., et Low, K.S. (2004). Comparative evaluation of palm oil color measurement using a prototype palm oil colorimeter. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 81(8): 733-736.

Références bibliographiques

Tai, Y. H., et Lin, C. I. (2007). Variation of peroxide value in water-degummed and alkali-refined soy oil during bleaching under vacuum. *Separation and purification technology*, 56(3): 257-264.

Türkay, S., et Yesilçubuk, N.S. (2017). Processing and Modification Technologies for Edible Oils and Fats. In : *Food Lipids: Chemistry, Nutrition, and Biotechnology*, 4^{ème} édition, p. 297-326.

Ucciani, E., et Debal, A. (1992). Propriété chimique des corps gras. In : *Manuel des corps gras*. Ed: Tec et Doc Lavoisier. Paris, p. 318-424.

Wan, P.J. (2000). Properties of Fats and Oils. In : *Introduction to Fats and Oils Technology*, Second Edition, p. 20-48.

Wang, T. (2002). Soybean oil. In: *Vegetable Oils in Food Technology Composition, Properties and Uses*. 2^{ème} édition, p. 18-52.

White, P.J., (2000). Flavor quality of fats and oils, In: *Introduction to Fats and Oils Technology* . AOCS Press, Champaign IL, p. 341–370.

Wiedermann, L.H. (1981). Degumming, refining and bleaching soybean oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 58(3): 159–166.

Wolff, J.P. (1992). Manuel d'analyse des corps gras, Azoulay, Paris, *Food and Nutrition Sciences*, 5^{ème} édition, p. 519.

Zhao, J., Xu, X., Gao, W., Huang, B. W., et He, M. C. (2023). First-principles calculations investigation on different coverage of H₂O adsorption on the Mg-montmorillonite (010) edge surface. *Applied Surface Science*, (626): 157-232.

Zschau, W. (2000). Bleaching. In: *Introduction to Fats and Oils Technology*. 2^{ème} édition, p. 158-178.

Zschau, W. (2001). Bleaching of edible fats and oils. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 103: 505-551.

Annexe

I. Présentation de l'unité

I.1 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 ڤڤڤ dont 56, 500 ڤڤڤ 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 a pour but de promouvoir le développement des industries alimentaires et de satisfaire les besoins locaux en huile, margarine, savon de toilette, etc.

I.2 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.

I.3. 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 huilère) ; 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 composés 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 LABELLE est illustré dans la figure 1.

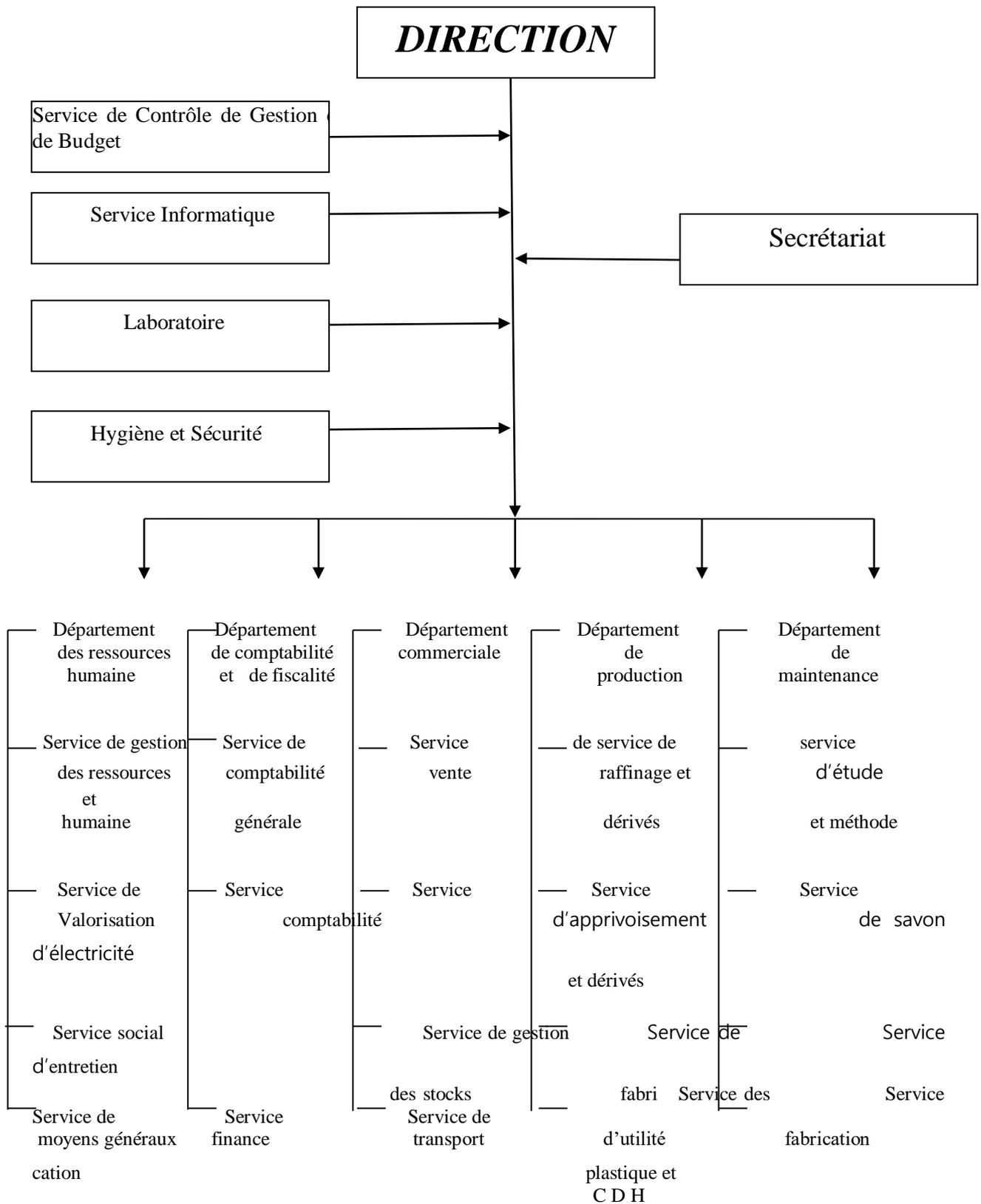


Figure 1 : Organigramme de l'unité de production CO.G.B LABELLE Bejaia.

Résumé

La décoloration de l'huile de soja vise à éliminer les impuretés telles que les chlorophylles et le β -carotène. L'efficacité de cette élimination dépend de l'humidité de l'agent décolorant utilisé. Ce travail consiste à déterminer le taux d'humidité idéale de la terre décolorante pour réduire ces pigments conformément aux normes internationales. Plusieurs tests sont effectués (acidité, indice de peroxyde, humidité, couleur et teneurs en traces de savon, chlorophylles et β -carotène) sur des huiles séchées et décolorées avec des pourcentages (8, 10, 12, 14, 17 et 19,5 %) d'humidités différentes pour la terre décolorante. Les résultats obtenus montrent qu'une humidité de la terre décolorante de 10 à 12 % et de 12 à 14 % permet d'obtenir les meilleurs résultats en termes de réduction des pigments et d'indice de peroxyde, respectivement. En outre, l'acidité des huiles décolorées et séchées demeure presque stable.

Mots clés: huile de soja, pigment, décoloration, terre décolorante, humidité.

Abstract

The decolorization of soybean oil aims to remove impurities such as chlorophyll and β -carotene. The effectiveness of this removal depends on the moisture content of the decolorizing agent used. This study aims to determine the ideal moisture content of the bleaching earth to reduce these pigments in accordance with international standards. Several tests were conducted, including acidity, peroxide value, soap traces, moisture, color, and pigment analysis (chlorophyll and β -carotene) on dried and decolorized oils with different moisture percentages (8, 10, 12, 14, 17, and 19.5%) for the decolorizing clay. The results obtained show that a moisture content of 10 to 12 % and 12 to 14 % in the bleaching earth allows for the best results in terms of pigment reduction and peroxide value, respectively. Furthermore, the acidity of the bleached and dried oils remains relatively stable.

Keywords: soybean oil, pigments, decolorization, bleaching earth, moisture content.

ملخص

تهدف عملية تبييض زيت فول الصويا إلى إزالة الشوائب مثل الكلوروفيل والبيتا-كاروتين. تعتمد كفاءة هذا الإزالة على رطوبة تربة التبييض المستخدمة. يهدف هذا العمل إلى تحديد نسبة الرطوبة المثالية لتربة التبييض للحد من هذه الصبغات وفقاً للمعايير الدولية. تم إجراء عدة اختبارات (الحموضة، مؤشر البيروكسيد، الرطوبة، اللون، ومحتوى الصابون والكلوروفيل والبيتا-كاروتين) على الزيوت المجففة و المبيضة باستخدام نسب مختلفة (8 و 10 و 12 و 14 و 17 و 19.5 %) من رطوبة مختلفة للتربة المبيضة. تشير النتائج المحصل عليها إلى أن رطوبة التربة المبيضة بنسبة 10 إلى 12 % ومن 12 إلى 14 % تسمح بالحصول على أفضل النتائج فيما يتعلق بتقليل الصبغات ومؤشر البيروكسيد على التوالي. علاوة على ذلك، تظل حموضة الزيوت المبيضة والمجففة مستقرة تقريباً.

كلمات مفتاحية: زيت الصويا، صبغة، تبييض، تربة تبييض، رطوبة.

