Sommaire :

introduction : 1
I)-présentation de la société : 2
1) la société : 2
2) Les activités : 2
3) Les produits : 2
II)-Présentation des huiles élaborées par la société : 4
1-Huile de soja : 4
2-Huile de tournesol : 4
3-Huile de grignon : 5
III)-Processus de préparation et d'extraction des huiles végétales : 5
1)Préparation de la graine : 5
2) Extraction des huiles : 6
IV)-Processus de raffinage des huiles végétales : 6
1-Démucilagination ou dégommage : 6
2- Neutralisation : 7
3- Lavage : 7
4-Séchage 7
3- Décirage : 7
5- Décoloration 8
6- Filtration 8
7- Désodorisation 8
V)-Etude du procédé de la décoloration des huiles végétales : 8
1-Le principe du Phénomène d'adsorption : 8
2- Les agents adsorbants : 9
2-1- Les argiles : 9
2-2-les charbons actifs : 9
VI)-Matériels et méthodes : 11

1-Protocole de décoloration au laboratoire : 11
1-1-le Mode opératoire : 11
1-2-Matériels utilisés..... 12
2- les Analyses effectuées pour la partie des pigments colorés : 12
2-1- Dosage des caroténoïdes : 12
2-2- Dosage des chlorophylles : 13
3-Etude de l'oxydation des huiles décolorées 14
VII)-Résultats et interprétations : 15
1)Huile de soja : 15
2)Huile de tournesol : 19
3)Huile de grignon : 20
Conclusion générale.....22
Références et bibliographie.....23

Les abréviations :

- ✓ % Terre : le pourcentage de la terre décolorante.
- ✓ T° : température.
- ✓ %Charbon actif: le pourcentage de charbon actif.
- ✓ h.b : huile brute.
- ✓ h.séché: huile séché.
- ✓ Abs : Absorbance.

Les courbes :

Courbe 1:l'influence de la quantité de la terre sur l'absorbance 16
Courbe 2:l'influence de la température sur l'absorbance..... 17
Courbe 3: l'influence du temps de contact sur l'absorbance 18
Courbe 4:l'influence de la quantité de la terre sur l'absorbance 19
Courbe 5:l'influence u porcentage de la terre sur l'absorbance 21

Les tableaux :

Tableau 1:les résultas obtenus pour huile séché et huile brute..... 15
Tableau 2:les résultats obtenus sous l'effet du pourcentage de la terre. 15
Tableau 3:les résultats obtenus sous l'effet de la tempèrature 17
Tableau 4: les résultats obtenus sous l'effet du temps de contact 18
Tableau 5:les résultats obtenus sous l'effet de la terre décolorante 19
Tableau 6:les resultats obtenus sous l'effet de la terre décolorante 20

Les figures :

Figure 1:les différentes étapes de la préparation de la graine..... 5
Figure 2:les étapes de décoloration (chauffage +filtration). 11
Figure 3: la structure du β –carotène. 12
Figure 4: structure de la chlorophylle a. 13
Figure 5:changement de la couleur d'huile sous l'effet de la terre. 15
Figure 6:changement de la couleur sous l'effet de la terre..... 19
Figure 7:changement de la couleur sous l'effet de la terre décolorante..... 20

INTRODUCTION :

Les huiles et les graisses ont toujours constitué une part importante de l'alimentation humaine. Les huiles végétales offrent un large choix tant au niveau du goût, de l'utilisation, du prix, et de la qualité. La différence entre les diverses huiles restent dans la composition des huiles en acides gras et selon leur nature, elles sont plus ou moins riches en certains acides gras polyinsaturés qui sont dits "essentiels" car notre organisme ne peut pas les synthétiser. Elles constituent également la meilleure source de vitamine E connue pour ses propriétés antioxydants.

Cependant les industriels font preuve d'originalité en proposant des produits de plus en plus axés d'une part sur la praticité d'utilisation, et d'autre part, sur le côté naturel et authentique. Parmi ces produits, l'huile de soja, tournesol et de grignon qui provient d'une huile brute et qui nécessite le passage obligatoire par le traitement de raffinage.

Dans le cadre de ce projet de fin d'étude, nous avons été appelé à améliorer le raffinage de ces huiles par l'optimisation des paramètres de décoloration. Le raffinage est une opération destinée à débarrasser les huiles alimentaires des impuretés indésirables présentent : (les phospholipides, les phosphatines, les acide gras libres et les pigments colorés…), à leur conférer une couleur et un goût acceptable. L'opération de raffinage passe par plusieurs étapes, dont l'étape la plus importante est la décoloration. Elle consiste à éliminer les pigments colorés (carotène, chlorophylle) présents dans les huiles en ajoutant une terre décolorante.

L'objectif de ce stage c'est d'optimiser les différents paramètres qui rentrent dans la décoloration de ces huiles par variation de :

- La quantité de la terre ajoutée.
- La température.
- Le temps de séjour.

I)-présentation de la société :

1) la société :

La société des huileries du Souss Belhassan est fondée par Mr. Belhassan et construite par un groupe italien, s'étalant sur une superficie de 3,3 hectares dans la zone industrielle d'Anza à Agadir. Une branche se trouve à la région Meknès « LES HUILERIES DU SOUSS BEL HASSAN CENTRE » qui travaille sur la trituration des graines oléagineuses et du raffinage et le conditionnement des huiles; la capacité de traitement est de 600 tonnes /jour d'huiles d'olive et 800 tonnes/jour pour les graines de soja et de tournesol. L'unité situé à EL bassatine Ex-jradi Route ELMhaya-Ain Taoujdate.

2) Les activités :

- ✓ Trituration des olives.
- ✓ Préparation et l'extraction des graines oléagineuses et Grignon d'olive.
- ✓ Raffinage des huiles.
- ✓ Conditionnement de l'huile alimentaire.

3) Les produits :

Les différents produits de soja sont obtenus par séparation ou extraction des différentes composantes de soja. Une gamme étendue de différents processus de production est appliquée en vue d'obtenir plusieurs produits de soja utilisés dans l'alimentation humaine et animale, parmi ces produits on a :

- ✓ Tourteaux de soja et de tournesol
- ✓ Huile d'olive
- ✓ Huile de grignon d'olive
- ✓ Huile raffinée de soja et de tournesol (Vrac ou conditionnée).

Partie bibliographique

II)-Présentation des huiles élaborées par la société :

L'huile végétale est une matière grasse et épaisse, souvent liquide à une température ambiante et qu'est insoluble dans l'eau, les huiles se composent de lipides formées de triglycérides composés des molécules des acides gras estérifiées par le glycérol (une molécule d'alcool). Ce sont des composants majeurs de l'énergie du corps humain, car les matières grasses fournissent des calories en grand nombre. Les huiles les plus importantes de nos jours sont les huiles de soja, colza et olive.

Les matières grasses végétales sont essentiellement constituées d'acides gras représentés par les triglycérides. A ces acides gras s'ajoutent d'autres constituants non glycéridiques encore appelés constituants mineurs ou acides gras libres ainsi que des insaponifiables.

Les lipides à base d'acides gras sont également appelés « lipides saponifiables » (lipides qui sont traités par NaOH ou KOH et donnent du savon) ; la fraction saponifiable représentant un pourcentage massique de 98 à 99%.

En revanche, les lipides n'aboutissant pas à la formation du savon par traitement alcalin sont appelés « lipides insaponifiables ». Ce dernier groupe renferme : les stérols ,les pigments colorés :(les chlorophylles et les caroténoïdes), les tocophérols ; la fraction insaponifiable représentant un pourcentage massique de 1 à 2%.

1-Huile de soja :

L'huile de soja est l'huile alimentaire la plus consommée à travers le monde. Elle est onctueuse, légère et de couleur jaunâtre. C'est une plante originaire d'Asie ,elle provient de l'extraction de la fève de soja, Elle contient de l'acide oléique (23 %), de l'acide linoléique (51 %) et de l'acide alphalinolénique (7 %). C'est une source naturelle importante d'acides gras insaturés des familles des oméga-6 et des oméga-3.

Elle diffère des autres huiles végétales par le niveau d'insaturation et la quantité appréciable d'acide linolénique (C18 :3), ce dernier est très sensible à l'oxydation .

2-Huile de tournesol :

L'huile de tournesol est originaire du Mexique et du Pérou. On l'extrait des graines de la fleur de tournesol. Sa couleur varie entre le jaune pâle et le jaune orangé. Elle contient 12% d'acides gras insaturés et 65% d'acides gras polyinsaturés. Elle est riche en vitamine E, ses acides gras sont également de la série oméga 6.

Rapport-Gratuit.com

3-Huile de grignon :

Lorsqu'on extrait l'huile d'olive, résulte un sous-produit : le grignon, qui renferme la plus grande partie de la matière sèche de l'olive (peau, pulpe, petits morceaux de noyau) et une certaine proportion d'eau de végétation qui contient à son tour les composants hydrosolubles de l'olive. Le grignon est séché, broyé et traité au solvant pour obtenir une huile dite de grignon. La matière grasse des grignons est très riche en acides gras notamment C16 et C18 insaturés qui constituent 96% du total des acides gras.

III)-Processus de préparation et d'extraction des huiles végétales :

1) Préparation de la graine :

La préparation est destinée à faciliter l'extraction de l'huile pour diminuer le coût énergétique de l'opération et augmenter son rendement. D'après la figure 1 la préparation comprend les étapes suivantes :

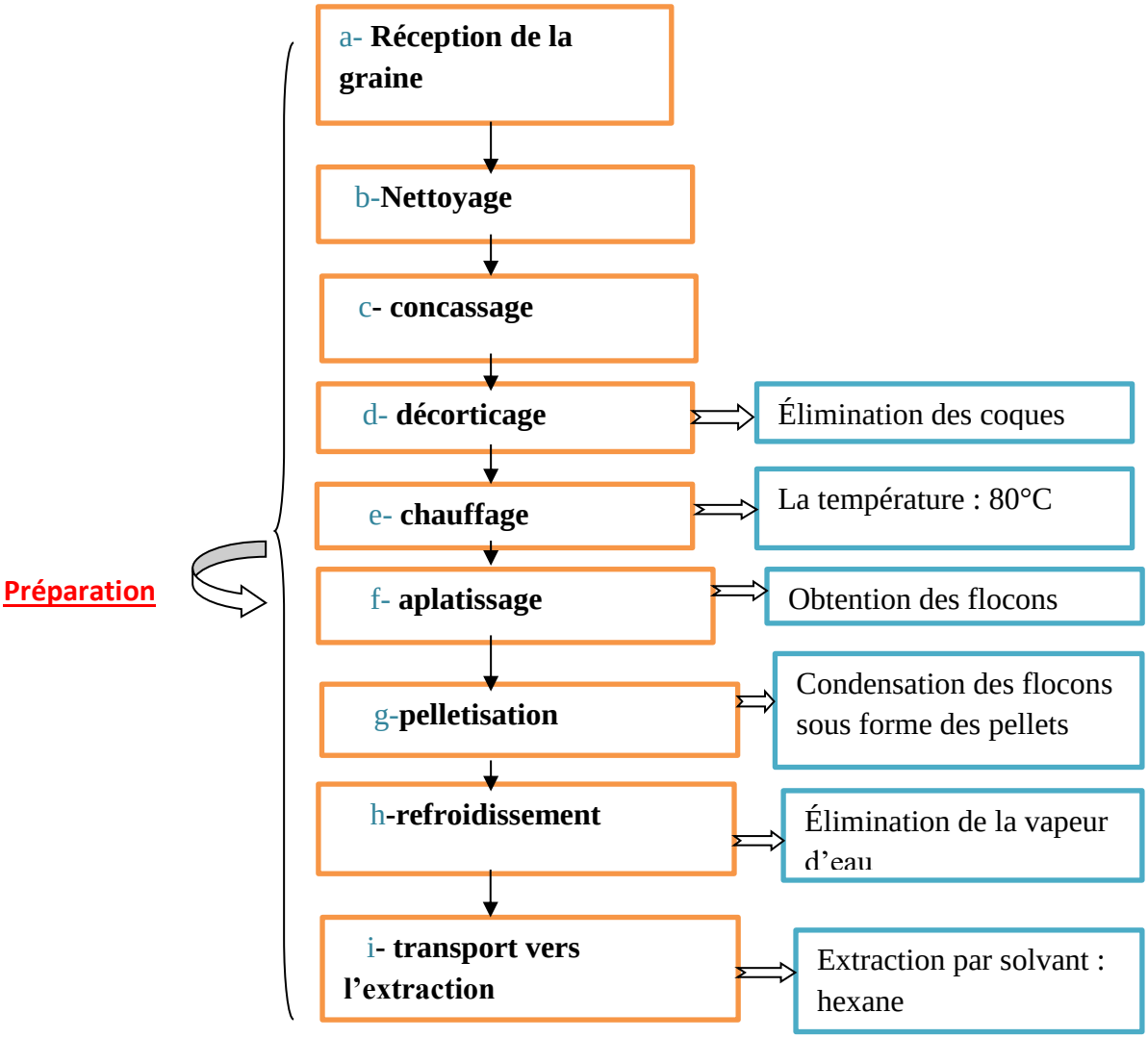


Figure 1:les différentes étapes de la préparation de la graine.

2) Extraction des huiles :

L'extraction par solvant des huiles et graisses est essentiellement réalisée industriellement en mettant en contact la matière oléagineuse à traiter avec un solvant approprié. On obtient ainsi une solution d'huile dans le solvant (miscelle), dont la concentration varie suivant la qualité du solvant et la richesse en huile de l'oléagineux traité. Le solvant le plus utilisé est l'hexane(C_6H_{16}) : molécule apolaire et qui présente deux avantages majeurs : il ne demande pas beaucoup d'énergie pour être distillé et il n'est pas miscible dans l'eau. Cette extraction repose sur le principe suivant : les composés apolaires comme les corps gras sont insolubles dans les composés polaires comme l'eau, mais solubles dans les solvants apolaires tels que l'hexane. Le point d'évaporation de l'hexane étant inférieur à celui des matières grasses à extraire, il est donc très facile de séparer ces deux composés en chauffant leur mélange. L'extraction au solvant est réalisée en continu dans un extracteur à contre-courant jusqu'à épuisement presque complet de l'huile résiduelle des tourteaux. Ceux-ci sont ensuite dissolves dans le toaster par chauffage et injection de vapeur, puis refroidis avant le stockage. L'huile est débarrassée du solvant par distillation. Dans toutes ces opérations, le solvant utilisé (hexane) est récupéré et recyclé dans l'installation.

IV)-Processus de raffinage des huiles végétales :

- le rôle du raffinage :

Les huiles brutes obtenues renferment un certain nombre d'impuretés indésirables, responsables du goût et d'odeur désagréables et de leur mauvaise conservation.

Le raffinage a pour but, d'éliminer les acides gras libres, les produits d'oxydations, les arômes désagréables, les pigments colorés, les produits toxiques (tels que les pesticides, les glycosides) mais également les phospholipides ainsi que les métaux (tels que le fer et le cuivre) présents à l'état des traces et généralement liés à des composés organiques [1].

Le raffinage chimique comprend une série de traitement ayant pour objectif de purifier l'huile des matières indésirables et d'aboutir à un produit neutre de goût, résistant à l'oxydation, adapté à l'emploi désiré et débarrassé de ces substances nocives. L'opération de raffinage passe par plusieurs étapes :

1-Démucilagination ou dégommage :

L'huile est dans une première étape débarrassée des mucilages (Les mucilages sont les phospholipides, les lipoprotéines et les autres impuretés colloïdales présentes dans l'huile brute) qu'elle contient au moyen d'acide phosphorique ou l'acide citrique, ou encore l'acide acétique, l'acide oxalique, mais de façon générale l'acide phosphorique est largement utilisé, car il se forme une liaison forte entre les groupements phosphates et les ions calcium, fer et magnésium [2].

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

L'acide entraine la coagulation et la précipitation des matières protéiques. La démucilagination est faite pour récupérer la lécithine (un émulsifiant pour margarine et autres produits alimentaires.

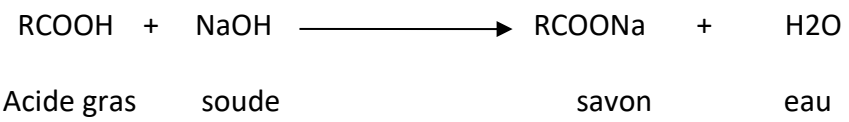
Le dégommage consiste à disperser dans l'huile brute, chauffée environ 90°C de 0.1 à 0.3% d'acide phosphorique commercial à 98%, le mélange reste en contact pendant 20 à 30 minutes.

2- Neutralisation :

L'huile brute contient toujours des acides gras libres qu'il faut éliminer. Ces derniers sont indésirables dans l'huile car ils sont des catalyseurs d'oxydation.

L'élimination des acides gras libres est l'opération la plus importante du raffinage. La neutralisation par une base élimine les acides gras sous forme de savons appelés «la pâte de neutralisation », qui comprennent : les savons de sodium et la soude, de l'eau, du sel, des phosphates de sodium, des mucilages, des colorants et des contaminants divers [3].

La neutralisation se fait par adjonction d'une lessive alcaline, généralement de la soude caustique NaOH. A l'aide d'une pompe doseuse, la soude est injectée dans l'huile démucilaginée et mélangée dans un malaxeur avec de la soude caustique de concentration varie de 16-20D°Baumé pour l'huile de soja et 24-28D° baumé pour l'huile de grignon et de tournesol. Ensuite le mélange est passé dans un séparateur centrifuge qui permet de séparer l'huile neutre de la pâte à savon. La réaction de saponification est la suivante :



3- Lavage :

Dans cette opération, on procède à deux lavages successifs qu'ont pour but l'élimination des savons et la soude en excès qui sont encore présents dans l'huile sortant de la centrifugeuse, ainsi que les dernières traces des métaux, des phospholipides et autres impuretés. L'eau de lavage doit être chauffée à 80-90°C.

4-Séchage

On vise d'après cette opération à avoir une huile exempte d'eau, cette opération est réalisée par un pulvérisateur qui envoie l'huile lavée et a une température de 90°C à grande vitesse dans un appareil de séchage sous vide de 0,6 à 0,8 bar. Ceci provoque l'évaporation de l'eau.

3- Décirage :

Certaines huiles (grignon et tournesol) nécessitent un traitement supplémentaire à cause d'un pourcentage élevé des esters d'acide gras (cires) qui se précipitent à basse température (6°C) .Le refroidissement se fait dans les maturateurs munis d'agitateurs.

L'huile sort à une température de 6°C. A l'aide de la force centrifugeuse du séparateur, on va éliminer ces cires.

5- Décoloration

C'est une phase qui consiste à éliminer les pigments colorés (chlorophylles et carotènes), responsable de la couleur foncée de l'huile brute. Cette décoloration est dite aussi blanchiment qui fait appel à des agents adsorbants : terres activées et charbon actif. La décoloration des huiles est obtenue par adsorption des pigments sur une terre décolorante (argile) maintenue en contact avec l'huile environ 20 minutes, sous vide, à 80°C.

6- Filtration

La séparation de l'huile et de la terre usée s'effectue par filtration .Cette dernière se fait à l'aide de deux filtres, les surfaces filtrantes des plaques sont constituées de toiles métalliques, ces deux filtres à plaques verticales travaillent en alternance .Quand l'un d'eux est saturé, il s'arrête et il fait passer l'huile vers le 2ème filtre qui était en attente.

7- Désodorisation

Dernière étape du raffinage, son but principal est l'élimination des substances volatiles et odorantes telle que : les aldéhydes, les cétones, les hydrocarbures et les peroxydes (des substances provenant de l'oxydation de l'huile), ainsi que certains pigments contenu dans les huiles et ceci pour leur conférer les qualités requises pour la consommation .Cette désodorisation s'effectue à travers une distillation par l'injection de la vapeur sèche dans l'huile sous vide poussée à haute température225°C-300°C ,il s'agit d'un entrainement à la vapeur.

V)-Etude du procédé de la décoloration des huiles végétales :

La décoloration succède à l'étape de neutralisation au cours du raffinage. C'est une opération qui vise à éliminer les pigments colorés que la neutralisation n'a que partiellement détruits. Elle fait intervenir un phénomène physique : l'adsorption sur des terres décolorantes, du charbon actif [4].

1-Le principe du Phénomène d'adsorption :

L'adsorption est un phénomène physique de fixation de molécules sur la surface d'un solide. Ce phénomène est utilisé pour « récupérer » des molécules de fluides (liquides ou gazeuses) dispersées dans un solvant. L'adsorption est utilisée généralement dans le cas des phases liquides dans le but de les décolorer. La substance qui se fixe est appelée adsorbat ou soluté. L'adsorption est dite physique lorsque les forces qui fixent l'adsorbat sont de même ordre que les forces de Van-der-Waals. Elle consiste essentiellement à la condensation des molécules d'adsorbat à la surface d'un solide adsorbant. Ce type d'adsorption est très rapide. Il est caractérisé en outre, par sa réversibilité relativement facile [5].

2- Les agents adsorbants :

2-1- Les argiles :

Les adsorbants les plus utilisés sont les terres naturelles, les terres activées et à un degré moindre les charbons actifs.

- Les terres naturelles : Avec un pouvoir adsorbant élevé, elles sont dites terres à foulon (l'argile), et elles ont été tout d'abord utilisées [6]. Les terres naturelles sont employées telles quelles car elles possèdent un pouvoir décolorant naturel. Ce sont des argiles plastiques simplement séchées et finement broyées pour accroître leur surface de contact.

-Les terres activées : ces terres sont obtenues à partir d'argile de faible pouvoir adsorbant à l'état naturel mais on l'active par l'acide. Cette transformation est réalisée par voie chimique par l'action d'acides forts (l'acide sulfurique ou l'acide chlorhydrique) [7].

2-2-les charbons actifs :

Ils sont doués de propriétés adsorbants particulières en raison de leur grande porosité [8]. Ils renferment 95 à 98% de carbone et ils sont caractérisés par leur surface spécifique très importante pouvant atteindre 600 à 1000 m2 pour 1g de charbon actif.

Partie experimentale

VI)-Matériels et méthodes :

1-Protocole de décoloration au laboratoire :

1-1-le Mode opératoire :

Le travail a été effectué sur trois huiles : soja, tournesol et grignon.

Le but est d'optimiser les paramètres de décoloration (le pourcentage de la terre décolorante, la température et le temps de contact) de ces trois huiles. Premièrement avec l'huile de soja par la fixation de ces trois paramètres, deuxièment déterminée le paramètre le plus influent et le plus efficace pour la décoloration .Celui-ci va être varié au niveau des autres huiles: tournesol et grignon.

- ✓ Les paramètres variés pour l'huile de soja sont :

Le pourcentage de la terre décolorante : La décoloration a lieu aux pourcentages : 0.2%, 0.4% ,0.6%, 0.8% avec un temps de contact fixé à 30min et une température de 80°C.

La température : Afin de déterminer la température optimale, une cinétique de décoloration de l'huile a été réalisée à différentes températures : 28°C ,70°C, 80°C, 90°C, 100°C avec une quantité de la terre maîtrisée à 0.4% et un temps de contact fixé à 30min.

Le temps de contact : Une cinétique de décoloration a été effectuée afin de déterminer le temps optimal nécessaire à la décoloration. Celle-ci a lieu aux temps : 10min, 15min, 20min, 30min, 40min, avec un pourcentage de la terre fixé à 0.4% et une température de chauffage à 80°C.

- ✓ Pour huile de tournesol la variation du pourcentage de la terre va de :
  0.2%, 0.4 %, 0.6 % à 0.8%.
- ✓ Pour huile de grignon le changement du pourcentage de la terre va de :
  0.4%, 0.6%, 0.8%, 1%, 1.2% à 1.4%.

- ➢ 100g d'huile séchée ont été mis dans un erlenmeyer, puis chauffés jusqu'à 80°C. Un pourcentage de la terre décolorante 0.2% est ajouté, et laissé en contact avec l'huile de soja sous agitation pendant 30 minutes. Ensuite procéder à la filtration pour récupérer l'huile décolorée.

La terre utilisée: Le Tonsil +le charbon actif qui présente 10% de la quantité de la terre décolorante.

Figure 2:les étapes de décoloration (chauffage +filtration).

Enfin, l'huile est analysée par un spectrophotomètre, pour mesurer :

- Les teneurs en carotènes pour l'huile de soja et tournesol à une longueur d'onde de : 405-500nm.

-Les teneurs en chlorophylles à une longueur d'onde de : 625-720nm pour l'huile de grignon.

- L'extinction pour les trois huiles à une longueur d'onde de : 255-340nm.

1-2-Matériels utilisés :

-Une balance de précision.

-Une plaque chauffante.

-Un erlenmeyer.

-Des Bouteilles en plastique.

-Un thermomètre de 110°C.

-Barreaux magnétiques.

-Entonnoir.

-Papiers filtres.

-Chronomètre.

2- les Analyses effectuées pour la partie des pigments colorés :

2-1- Dosage des caroténoïdes :

Les caroténoïdes sont des composants conjugués, de formule brute C40H56. Ils absorbent fortement dans le domaine du visible [9].

Elles se présentent sous plusieurs types (α, β et γ), le plus abondant est le β-carotène, précurseur biochimique de la vitamine A. Ce composant est bien connu comme étant un désactivant de l'oxygène et de ce fait, il est considéré parmi les inhibiteurs les plus efficaces de la photo-oxydation.

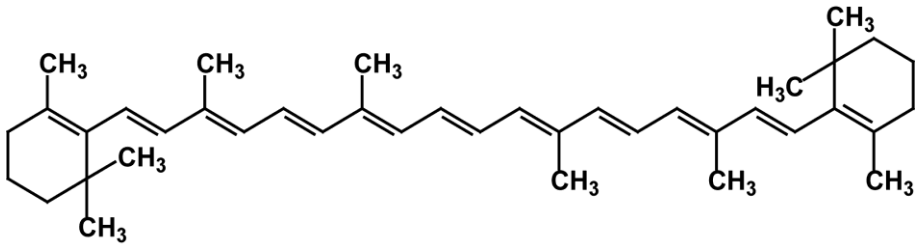


Figure 3: la structure du β –carotène.

2-1-a) Principe :

Le β-carotène, est généralement le composant le plus abondant et le plus commun dans les corps gras d'origine végétale. On se basant sur le fait que les pigments caroténoïdes présentent des structures voisines et donc qu'ils ont tous la propriété d'absorber la lumière entre 400 et 500 nm avec un max d'absorbance à 450nm et ceci de façon assez semblable.

2-1-b)-Mode opératoire et Appareillage :

Peser 0.2g d'huile dans une fiole de 20 ml et faire une dilution de 1% avec cyclohexane, à l'aide d'un spectrophotomètre on détermine l'absorbance entre 405 et 500 nm, la cuve témoin étant remplie de cyclohexane.

La concentration de carotène est exprimé en ppm (mg /kg) :

C (ppm)= (A*V) / (PS*0.261)

A----------Absorbance en 450nm.

V----------Volume (20mL).

PS----------masse d'échantillon en mg.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

2-2- Dosage des chlorophylles :

Les chlorophylles se trouvent sous les formes a et b. Elles sont constituées de quatre noyaux pyrroliques (pyrrolique : molécule hétérocyclique aromatique de formule C4H5N, c'est un cycle aromatique avec 4 atomes de carbone et un atome d'azote) formant un système cyclique plan chélatant un atome de Magnésium, responsable de la couleur verte des huiles. Ces pigments se dégradent facilement sous l'action de la lumière, en phéophytines a et b de couleur marron suite à la perte de l'atome de Magnésium. Les chlorophylles et phéophytines correspondantes peuvent être dosées directement dans le corps gras par spectrophotométrie [10].

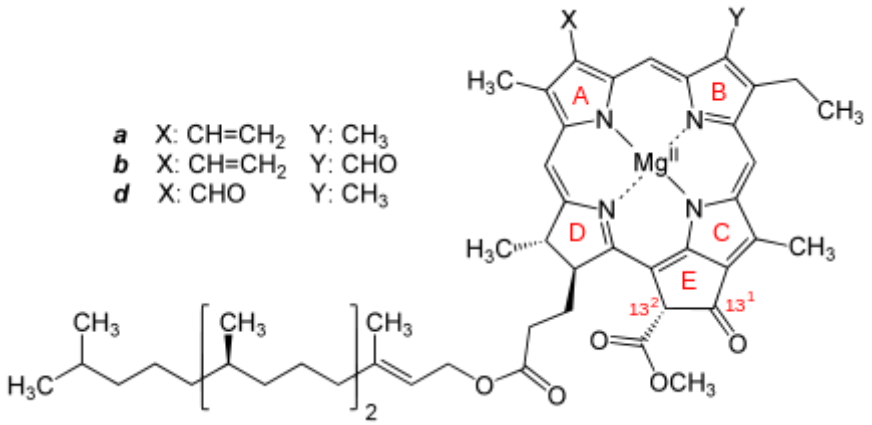


Figure 4: structure de la chlorophylle a.

2-2-a) Mode opératoire et Appareillage:

Peser 0.2g d'huile dans une fiole de 20ml et faire une dilution de 1% avec cyclohexane, à l'aide d'un spectrophotomètre, on effectue aux longueurs d'ondes 630, 670 et 710nm les mesures de l'absorbance de l'échantillon dans une cuve de 1cm d'épaisseur, par rapport à une cuve témoin remplie de cyclohexane. La teneur en chlorophylle dans l'huile exprimée en milligramme par kilogramme de matière grasse est donnée par la relation suivante :

La teneur en chlorophylles (ppm)= [A670-((A630+A710)/2)]/K*L

Avec :

− A630 : Absorbance à 630nm.

− A670 : Absorbance à 670nm.

− A710: Absorbance à 710nm.

− L : épaisseur de la cuve (1cm).

− K : coefficient d'extinction de la chlorophylle dans l'huile (K≈ 0.0964).

3-Etude de l'oxydation des huiles décolorées

Tous les corps gras contiennent des époxydes et des hydropéroxydes en quantités plus ou moins importantes. Lorsque l'oxydation se produit : des ''produits secondaires d'oxydation'' se forment en particulier des cétones et des aldéhydes. Les cétones et les aldéhydes absorbent la lumière vers 270nm. L'extinction d'un corps gras à 270nm peut donc être considérée comme une image de son état d'oxydation. Plus l'extinction à 270nm est forte, plus l'huile est riche en produits secondaires d'oxydation [11].

3-1- Principe :

L'huile à analyser est dissoute dans un solvant approprié (cyclohexane). Ensuite l'extinction de la solution est déterminée à une longueur d'onde par rapport au solvant pur. A partir de la lecture spectrophotomètre, on calcule l'extinction spécifique.

3-1- Mode opératoire et appareillage :

Peser environ 0.2g de l'échantillon d'huile dans une fiole jaugée de 20 ml et faire une dilution de 1% avec cyclohexane, à l'aide d'un spectrophotomètre l'extinction est déterminé par rapport à une cuve témoin remplie de cyclohexane dans les longueurs d'ondes suivants :

Lambda=232, 266,270, 274nm.

Delta-E= E270-[(E266-E274)/2]

Avec : Delta-E=variable de l'extinction au voisinage de 270nm.

Rapport-Gratuit.com

VII)-Résultats et interprétations :

1) Huile de soja :

l'étude de l'effet du pourcentage de la terre :

Sous l'effet de la terre on remarque d'après la figure 5 un changement de couleur ; du jaune foncé au jaune clair grâce à l'adsorption de ces pigments par la terre.

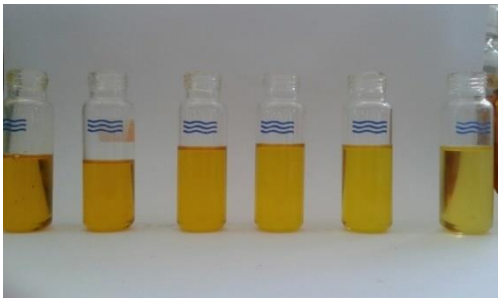


Figure 5:changement de la couleur d'huile sous l'effet de la terre.

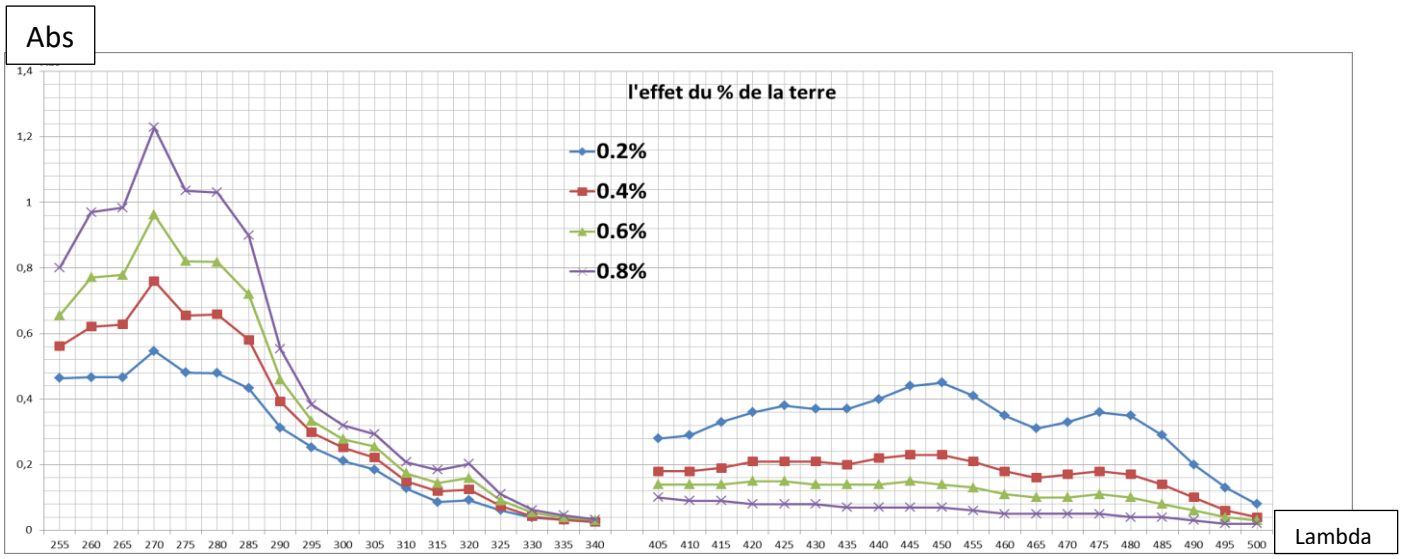
Au cours de l'étape de la neutralisation il y a un changement de la concentration de carotène et des produits secondaires, d'après le tableau 1 on obtient ces résultats :

Tableau 1:les résultas obtenus pour l'huile séchée et l'huile brute.

	Huile brute	Huile séchée
Absorbance à 450nm	0.82	0.68
Le carotène ppm	31.41	26.05
Absorbance à 270nm	0.313	0.336
Delta-E (état d'oxydation)	0.0105	0.0285

Tableau 2:les résultats obtenus sous l'effet du pourcentage de la terre.

Huile Séchée	%terre	%charbon actif	Temps	T°	Absorbance à450nm (*10)	Le carotène ppm	Absorbance à 270nm	Delta-E(état d'oxydation)
100g	0.2%	0.02%	30min	80°C	0.45	17.24	0.547	0.073
100g	0.4%	0.04%	30min	80°C	0.23	8.81	0.76	0.1185
100g	0.6%	0.06%	30min	80°C	0.14	5.36	0.963	0.163
100g	0.8%	0.08%	30min	80°C	0.07	2.68	1.229	0.219



Courbe 1:l'influence de la quantité de la terre sur l'absorbance

Interprétation et discussion :

D'après le tableau des résultats et la courbe, on constate qu'en fonction de l'augmentation du pourcentage de la terre nous avons une diminution importante de la concentration du carotène, en même temps une augmentation des produits secondaires.

-La concentration du carotène dans l'huile brute de soja était 31.41ppm, puis a abaissé à 26.05ppm dans l'huile séchée, c'est au cours de l'étape de la neutralisation. Mais lorsqu' on a décoloré cette huile avec un pourcentage de 0.2% de la terre, la concentration a abaissé jusqu' au 17.24ppm.cette concentration continue sa baisse jusqu'au 2.68ppm grâce à un pourcentage de 0.8%de la terre décolorante.

-Pour les produits secondaires, en fonction de delta-E, il y a un accroissement au niveau de ces produits, au début : dans l'huile brute Delta-E = 0.01 puis dans l'huile séchée Delta-E =0.02, mais l'ajout d'un pourcentage de la terre 0.2% donne Delta-E =0.073 jusqu'un pourcentage de la terre de 0.8% qui donne 0.219 de ces produits.

Conclusion : le pourcentage de la terre a un effet important sur l'abaissement des concentrations des carotènes afin d'avoir une couleur jaune clair acceptable vis-à-vis le consommateur. Puisque ces pigments ne sont pas nocifs pour la santé cependant, il est beaucoup plus compliqué de déterminer la quantité minimum nécessaire, donc on va se baser sur l'apparition des produits secondaires dans l'huile, la norme donne Delta-E ne dépassant pas la valeur 0,2.

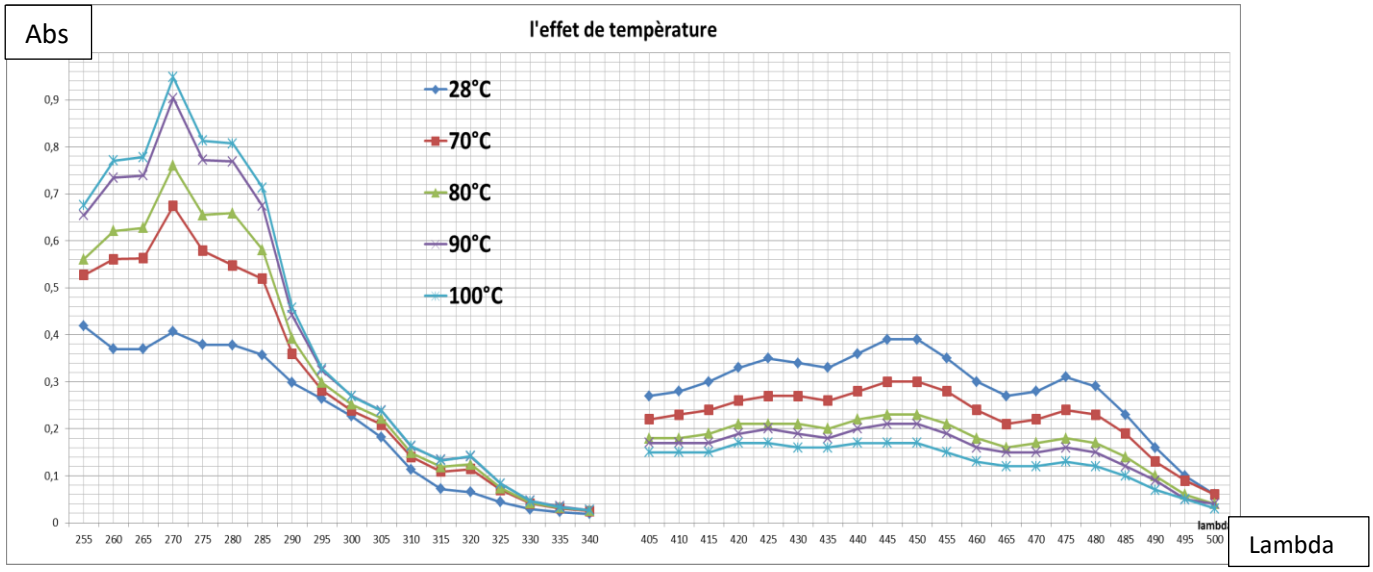
L'huile de soja est riche en acides gras polyinsaturés donc elles peuvent s'oxyder rapidement. Ce phénomène s'appelle le rancissement des huiles qui conduit à l'apparition des peroxydes toxiques donnés des aldéhydes et des cétones par hydrolyse qui est responsable du goût et d'odeur désagréables.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

L'étude de l'effet de la température :

Tableau 3:les résultats obtenus sous l'effet de la tempèrature :

Huile séchée	%Terre	%Charbon actif	Temps	T° (°C)	Absorbance à 450nm (*10)	Le carotène Ppm	Absorbance à 270nm	Delta-E(état d'oxydation)
100g	0.4%	0.04%	30min	28	0.39	14.94	0.407	0.0325
100g	0.4%	0.04%	30min	70	0.3	11.49	0.674	0.103
100g	0.4%	0.04%	30min	80	0.23	8.81	0.76	0.1185
100g	0.4%	0.04%	30min	90	0.21	8.04	0.904	0.1485
100g	0.4%	0.04%	30min	100	0.17	6.51	0.948	0.1525



Courbe 2:l'influence de la température sur l'absorbance.

Interprétation et discussion :

On observe pour ce paramètre de température, qu'en fonction de l'augmentation de celui-ci on a un abaissement de la concentration du carotène dans l'huile brute de soja = 31.41ppm, puis elle a abaissé à 26.05ppm dans l'huile séchée, ceci au cours de l'étape de la neutralisation. Mais lorsqu'on augmente la température de 28°C à 100°C la concentration du carotène baisse de 14.94ppm à 6.51ppm.

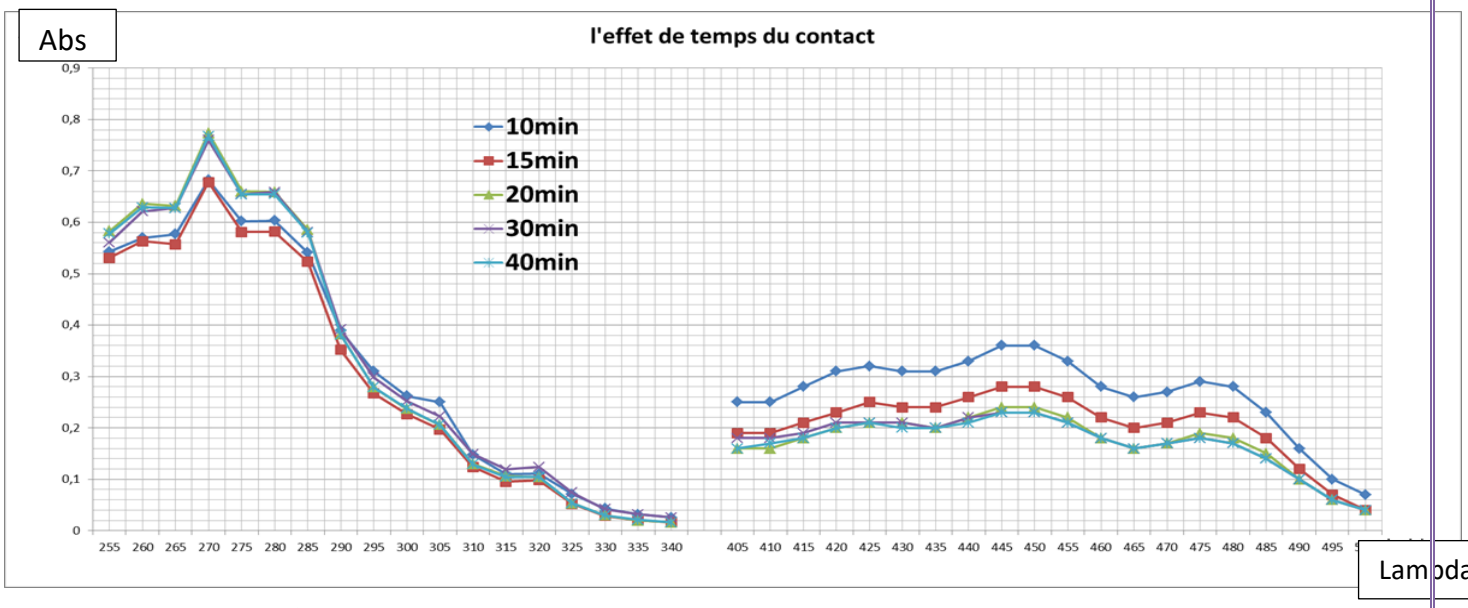
Pour les produits secondaires, on constate une augmentation moyenne de Delta-E en fonction de la température ; pour 28°C Delta-E=0.03, pour 80°C Delta-E=0.11 et pour 100°C on a Delta-E=0.15.

Conclusion : la décoloration des graisses et des huiles doit être effectuée à une température optimale qui dépend du type d'huile ; La plupart des huiles sont traitées à une température oscillante entre 80-100°C pour éviter la formation des produits secondaires et pour avoir une adsorption importante de ces produits.

- **L'étude de l'effet du temps de contact :**

Tableau 4: les résultats obtenus sous l'effet du temps de contact :

Huile séchée	%Terre	%Charbon actif	temps	T°	Abs à 450 nm	Le carotène Ppm	Abs à 270nm	Delta-E(état d'oxydation)
100g	0.4%	0.04%	10min	80°C	0.36	13.79	0.682	0.0925
100g	0.4%	0.04%	15min	80°C	0.28	10.72	0.678	0.109
100g	0.4%	0.04%	20min	80°C	0.24	9.19	0.774	0.118
100g	0.4	0.04%	30min	80°C	0.23	8.81	0.76	0.1185
100g	0.4%	0.04%	40min	80°C	0.23	8.81	0.768	0.127



Courbe 3: l'influence du temps de contact sur l'absorbance.

Interprétation et discussion :

Le temps de contact ne donne pas un changement intéressant au niveau de l'augmentation des produits secondaires et l'abaissement de la concentration du carotène.

-cette dernière atteint pour 10min :13.79ppm, pour 15min :10.79ppm, pour 20min :9.19ppm et pour 30- 40min :8.81ppm.

- pour Les produits secondaires Delta-E=0.1 à 10min, à 20-30min Delta-E=0.11 et 40min Delta-E=0.12.

Conclusion : le temps de contact n'a pas un effet important sur la décoloration, L'expérience pratique et les essais en laboratoire prouvent que la durée de la décoloration devrait être de 20 à 30 minutes pour la plupart des huiles.

- le paramètre le plus influent c'est le pourcentage de la terre décolorante, car celui-ci accélère les réactions d'oxydation et l'adsorption des pigments colorés en raison de sa haute surface spécifique et sa haute activité catalytique.

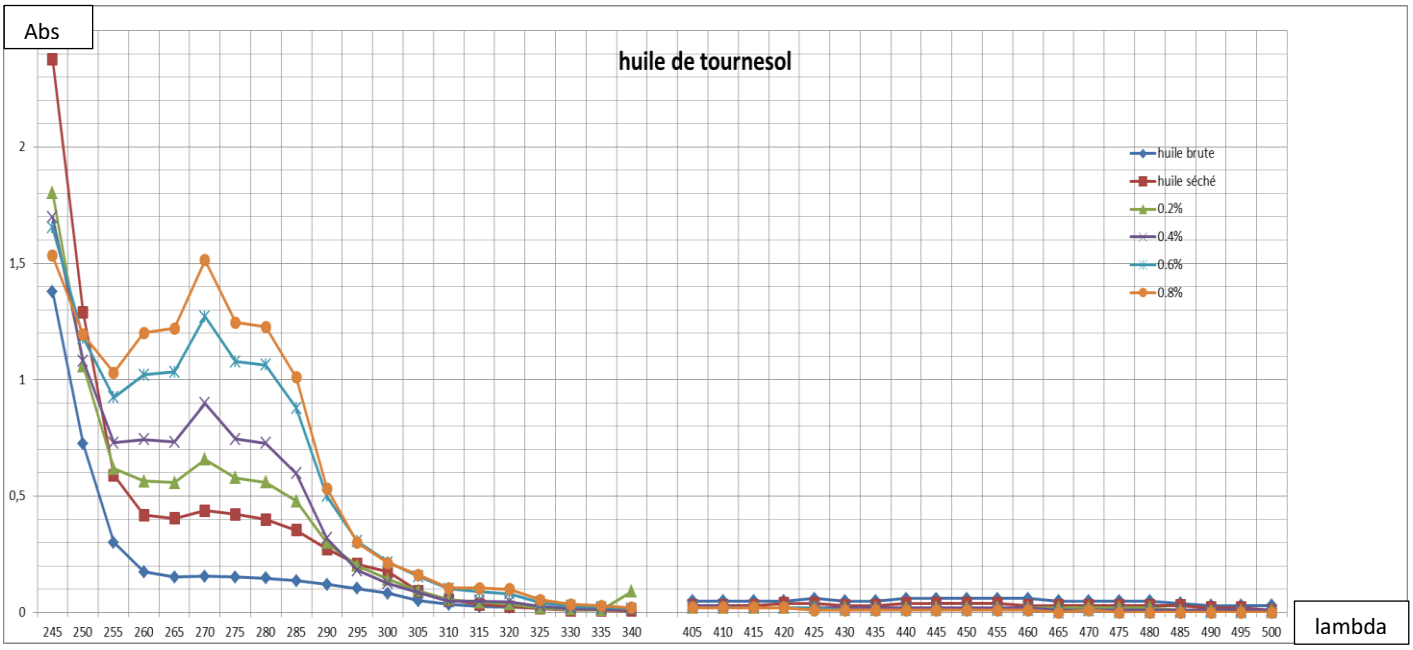
2)-Huile de tournesol :

D'après la figure 6 l'huile de tournesol ne contient pas une quantité élevée de carotène, et la couleur devient plus claire que la couleur d'huile de soja

Figure 6:changement de la couleur sous l'effet de la terre

Tableau 5:les résultats obtenus sous l'effet de la terre décolorante :

Huile séchée	%Terre	%Charbon actif	Temps	T°	Abs à 450 nm	Le carotène Ppm	Abs à 270nm	Delta-E(état d'oxydation)
100g	0.2%	0.02%	30min	80°C	0.02	0.766	0.658	0.089
100g	0.4%	0.04%	30min	80°C	0.02	0.766	0.898	0.159
100g	0.6%	0.06%	30min	80°C	0.01	0.383	1.271	0.215
100g	0.8%	0.08%	30min	80C°	0.01	0.383	1.513	0.279



Courbe 4:l'influence de la quantité de la terre sur l'absorbance.

Interprétation et discussion :

La concentration du carotène dans l'huile brute : 2.29ppm puis a baissé dans l'huile séchée à : 1.53ppm.

L'ajout de la terre provoque une diminution importante du carotène, un pourcentage de 0.2%-0.4% donne une concentration= 0.76ppm et un pourcentage de 0.6-0.8%% donne une concentration du carotène=0.38ppm.

Pour les produits secondaires on constate une augmentation moyenne de Delta-E= 0.003 dans l'huile brute, à 0.025 dans l'huile séchée.

L'augmentation du pourcentage de la terre donne un accroissement de ces produits : le %0.2 donne Delta-E=0.089, le %0.4 donne Delta-E=0.159,p le %0.6 donne Delta-E=0.215 et le %0.8 donne Delta-E=0.279.

- le carotène est bien connu comme étant un désactivant de l'oxygène et de ce fait, il est considéré parmi les inhibiteurs les plus efficaces de la photo-oxydation c'est pourquoi la diminution de la concentration du carotène est accompagnée par l'augmentation des produits secondaires.

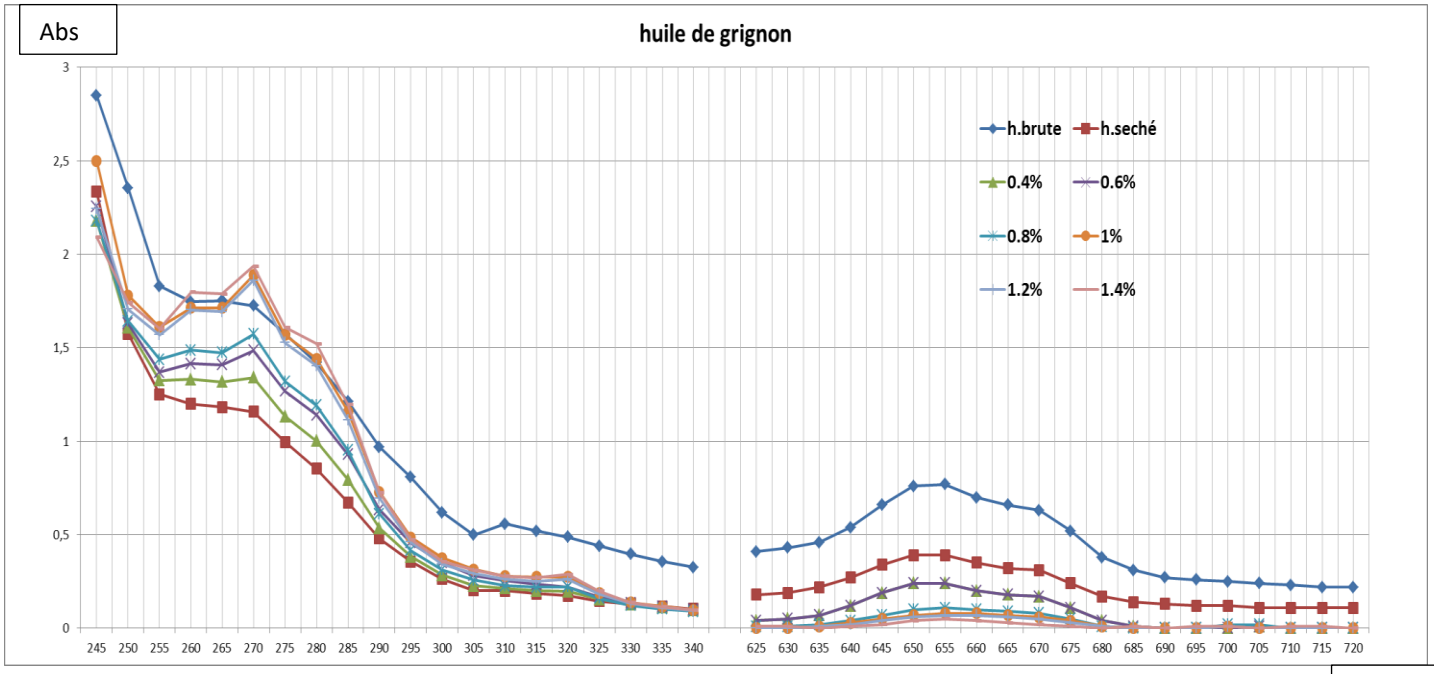
3) Huile de grignon :

D'après la figure 7 la couleur se transforme de vert foncé à un vert clair, grâce à la terre qui adsorbe les pigments de chlorophylles.

Figure 7:changement de la couleur sous l'effet de la terre décolorante.

Tableau 6:les resultats obtenus sous l'effet de la terre décolorante.

Huile Séchée	%Terre	%Charbon actif	temps	T°	Abs à 650nm	chlorophylle ppm	Abs à 270nm	Delta-E(état d'oxydation)
100g	0.4%	0.04%	30min	80°C	0.23	4.14	1.34	0.11
100g	0.6%	0.06%	30min	80°C	0.19	2.90	1.485	0.14
100g	0.8%	0.08%	30min	80°C	0.15	2.07	1.572	0.17
100g	1%	0.1%	30min	80°C	0.12	1.24	1.888	0.24
100g	1.2%	0.12%	30min	80°C	0.09	1.03	1.859	0.24
100g	1.4%	0.14%	30min	80°C	0.07	0.62	1.935	0.27



Courbe 5:l'influence du pourcentage de la terre sur l'absorbance.

Interprétation et discussion:

Pour l'huile de grignon la concentration des chlorophylles dans l'huile brute = 12.44ppm et dans l'huile séchée =6.43ppm. L'augmentation du % de la terre de 0.4% à 1.4% donne une concentration de chlorophylle de 4.14ppm à 0.62 ppm.

Pour les produits secondaires on constate une augmentation de Delta-E =0.06 dans l'huile brute et séchée. L'augmentation du pourcentage de la terre donne un accroissement de ces produits : le %0.4 donne Delta-E=0.11, le %0.6 donne Delta-E=0.14, le %0.8 donne Delta-E=0.17, le %1-1.2% donne Delta-E=0.24 et le %1.4% donne Delta-E=0.27.

Les chlorophylles : Ces pigments doivent être éliminés en raison de leur effet négatif sur la stabilité des huiles végétales notamment à l'oxydation ; Plusieurs travaux de recherche ont montré en effet que ces pigments sont dotés d'un pouvoir peroxydant lorsque l'huile est exposée à la lumière et d'une action antioxydant à l'obscurité. Il est donc nécessaire, lors de l'évaluation de la stabilité photo-oxydative de l'huile étudiée, de tenir compte des teneurs totales en chlorophylles et en phéophytines produits de leur décomposition.

La variation de la teneur des huiles en chlorophylles doit être contrôlée attentivement. En effet la photo-oxydation des pigments chlorophylliens entraîne une altération des huiles.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

CONCLUSION GENERALE :

L'analyse du processus de décoloration qui a été réalisée nous a permis de repérer l'ensemble des facteurs ayant une influence sur celui-ci, à savoir le taux de décolorant (pourcentage de la terre décolorante), la température et le temps de séjour.

En effet d'après cette étude on conclut que pour avoir une décoloration maximale et optimale :

Pour l'huile de soja :

-Le pourcentage de la terre décolorante : doit être dans le niveau affiché, donc on doit travailler avec un pourcentage égal à 0.4 % ; afin de pouvoir éliminer les pigments et les impuretés qui fournissent à l'huile sa coloration.

- Le temps de séjour : doit être dans un niveau moyen, c'est-à-dire on doit laisser l'huile en contact avec la terre décolorante pendant 20-30min, car il doit avoir un temps suffisant pour le transfert de la quantité maximale des colorants.

-la température : la décoloration doit être réalisée à une température de 80°C, car une augmentation excessive influence, d'une part, la structure des colorants, d'autre part, la vitesse d'oxydation des huiles .La température approximativement est doublée pour chaque augmentation de 10°C et les pigments les plus influencés par la chaleur sont des caroténoïdes qui peuvent se transformer en stéréo-isomères qui peuvent provoquer l'auto-oxydation et donner naissance à de nouveaux pigments colorés.

-**Pour l'huile de tournesol** : ça nécessite un pourcentage de 0.2% à 0.4% de la terre décolorante.

-**pour huile de grignon** : la quantité de la terre qu'elle faut l'utiliser est 0.8%.

Ces résultats sont établis à base de la norme des produits secondaires ;il ne faut pas dépasser Delta-E=0.2, puisque ces produits sont toxiques pour la santé et ont un effet négatif sur la qualité d'huile à consommer et limitent sa conservation.

REFERENCES ET BIBLIOGRAPHIE :

[1] : Mohtadji-Lamballais, 1989; Jamil *et al*.,1998. Jahouach wafa .2002, mémoire de la décoloration des huiles végétales sur des argiles.

[2]:http://www.memoireonline.com/01/09/1883/m_Suini-et-comparaison-des-parametres-physico-chimiques-de-lhuile-de-soja-raffineechimiquement-et-enz3.html.

[3] :http://www.memoireonline.com/01/09/1883/m_Suini-et-comparaison-des-parametres-physico-chimiques-de-lhuile-de-soja-raffineechimiquement-et-enz3.html.

[4] : A.GANNOUNI, A.BELLAGI, J.SOC. Chem.De Tunisie,10, 4, 1375(2001).

[5] :L.ROBERT, « Adsorption », Technique de l'ingénieur,J 2730,1-9(2989).

[6] :Mc.CARTER, Attapugus clay,U.S.patent,2,477,368(1994).

[7] : A.GANNOUNI, A.BELLAGI,M.BAGANE,Ann.Chim.Sci.Mat.Fr.,24,407(1999).

[8] : R.PERRIN,J.P.SCHARFF, « Chimie industrielle 2 »,Masson, Pais, 864(1993).

[9] :M.RAHMANI, A.SADIK,Rev.Fr.Corps Gras,36,355(1989).

[10] : J. DENISE, ''Le raffinage des corps'',Editions des BEFFROIS,(1983).

[11] : J.P.WOLF,''Manuel des corps gras '',A.KARLESKIND-éd,Lavoisier Paris (1992).