



Défi

Évaluation rapide et précise de la qualité de l'huile de palme et d'autres huiles comestibles, conformément aux normes industrielles telles que la norme ISO 17932:2011.

Solution

Le spectrophotomètre UV/Vis de la série SPECORD PLUS permet une évaluation rapide et fiable de la teneur en DOBI et en carotène dans une large gamme d'échantillons, y compris l'huile de palme.

Huile de palme - Évaluation de la qualité par spectrophotométrie UV/Vis le long de la chaîne de valeur en utilisant l'indice de détérioration de l'aptitude au blanchiment (DOBI) et la teneur en carotène selon la norme ISO 17932:2011

Introduction

L'huile de palme est l'un des produits de base les plus importants et une huile comestible clé avec un large éventail d'applications, allant de l'huile ou de la graisse de cuisson à base de plantes, jusqu'à l'ingrédient essentiel dans les aliments prêts à consommer, ainsi que le précurseur de biodiesel. En tant que matière première essentielle à l'industrie, l'huile de palme est un produit agricole à haut rendement extrait de la chair du fruit (mésocarpe) du palmier à huile (*Elaeis guineensis*).

Originaires d'Afrique, ils sont principalement cultivés dans les pays d'Extrême-Orient, notamment en Malaisie et en Indonésie. Après la récolte, les grappes de fruits frais sont transformées dans les moulins pour huile de palme brute (CPO). Le processus de broyage permet d'obtenir des amandes et du carburant comme sous-produits. L'huile de palme brute est ensuite expédiée et stockée en vrac avant d'être blanchie et raffinée. D'autres traitements en aval et l'incorporation dans la production d'aliments et de matériaux suivent.

Pour respecter les normes industrielles tout au long de la chaîne de valeur, des paramètres spécifiques à des points de contrôle de la qualité définis permettent aux parties prenantes de surveiller les indicateurs de qualité des matières premières, ainsi que de suivre les changements au cours des étapes de traitement

ultérieures. Dans une industrie à haut débit et à haut volume, il est nécessaire de disposer de méthodes d'analyse rapides et fiables qui permettent d'exploiter des paramètres de qualité fiables. Étant donné que les paramètres de qualité de l'huile de palme déterminent les conditions de traitement ultérieur ainsi que les gammes de qualité, l'évaluation de la CPO revêt une importance particulière. Dans ce contexte, la spectrophotométrie UV/Vis s'est avérée être un puissant outil d'analyse qualitative et quantitative.

Outil d'analyse quantitative puisqu'il permet la détermination de divers paramètres^[2], qui sont désormais intégrés dans les normes industrielles. Parmi eux, la "Détermination de l'indice de détérioration de l'aptitude au blanchiment (DOBI) et de la teneur en carotène (ISO 17932:2011)"^[1] est un indicateur de qualité primordial pour les huiles de palme blanchies et CPO. En outre, l'analyse systématique des spectres UV/Vis de l'huile de palme à différents stades de transformation jusqu'aux huiles raffinées permet d'étudier les barrières de qualité tout au long de la chaîne de valeur.

En plus des acides gras estérifiés dans les triglycérides, l'huile de palme brute est riche en carotènes (ou xanthophylles), qui donnent la couleur rouge-orange au CPO. Ces dérivés de polyisoprène servent de piègeurs de radicaux dans les plantes et sont très sensibles à l'oxydation ; ils sont donc de bons indicateurs de la détérioration de l'huile de palme. Ainsi, et en accord avec la norme ISO 17932:2011, le simple rapport entre l'absorption du carotène à 446 nm et la valeur correspondante à 269 nm, est un indicateur accepté pour l'accumulation de produits d'oxydation secondaire. ^[1] Dans la présente note d'application, le ScanDrop² et le SPECORD 50 PLUS, respectivement une petite empreinte et un appareil de haute précision et polyvalent ont été déployés. En outre, la simplicité de manipulation et de préparation des échantillons ainsi que la convivialité du logiciel pour l'acquisition et le traitement des spectres pertinents sont mises en avant. Enfin, Analytik Jena s'appuie sur des années d'expérience en spectroscopie moléculaire, qui s'avèrent utiles pour réaliser rapidement et sans complication des analyses chimiques plus simples et plus approfondies.

Matériaux et méthodes

Échantillons et réactifs

Conformément à la norme ISO 17932:2011 "Détermination de l'indice de blanchiment (DOBI) et de la teneur en carotène", les spectres d'absorption de trois échantillons distincts d'huile de palme ont été mesurés dans de l'isooctane (2,2,4-triméthylpentane, qualité GC) :

- Huile de palme brute (CPO)
- Huile de palme blanchie
- Huile de palme raffinée

Mesure

Avant l'analyse, toutes les cuvettes en quartz (QS) ont été rincées trois fois avec de l'isooctane pour éliminer toute contamination éventuelle. Les échantillons d'huile de palme étudiés ici se sont solidifiés en dessous de 40 °C, ainsi tous les échantillons ont été chauffés dans un bain-marie à 60 - 70 °C pendant 20 - 30 minutes jusqu'à atteindre une solution d'huile claire. Si ce n'est pas le cas, l'échantillon d'huile peut être filtré (papier filtre Whatman No. 1). Environ 0,1 g de l'échantillon a été pesé (précision de l'échelle 0,001 g) dans une fiole jaugée de 25 mL (ISO 1042, classe A), remplie d'isooctane et homogénéisée. Finalement, 2,5 ml de la solution d'huile de palme ont été versés dans les cuvettes pour chaque mesure. Avant chaque mesure, la cuvette a été rincée trois fois avec la solution d'échantillon, éliminant ainsi toute contamination potentielle.

Paramètres de l'instrumentation et du logiciel

L'absorption UV/Vis a été enregistrée soit dans un SPECORD 50 PLUS, soit dans un spectrophotomètre ScanDrop².

Les deux systèmes présentent divers avantages:

- Le spectrophotomètre à double faisceau SPECORD 50 PLUS est particulièrement adapté aux performances spectroscopiques les plus élevées et à la polyvalence pour un débit d'échantillons élevé.
- Le ScanDrop² équipé d'une lampe Xe-flash permet de travailler sur une petite surface de banc, sans temps de préchauffage et avec une acquisition du spectre complet (220 à 1000 nm) en moins de 2 secondes.

Aux fins de l'analyse de l'huile de palme, les paramètres standard du spectrophotomètre spécifiés dans les variantes logicielles du spectromètre ASpect UV (SPECORD 50 PLUS) et FlashSoftPro² (ScanDrop²) ont été suivis. Dans les deux cas, il a fallu acquérir l'absorbance de la matrice de référence, dans ce cas l'isooctane, et ensuite le spectre d'absorbance (ScanDrop²) ou

l'absorption à 269 nm et 446 nm (SPECORD 50 PLUS) de chaque échantillon. Dans ce dernier cas, l'absorbance à la longueur d'onde sélectionnée a été enregistrée dans le module de photométrie avec un temps d'intégration de 0,1 s. Les spectres enregistrés ont d'abord été analysés visuellement. Ensuite, le DOBI et le contenu en carotène ont été calculés selon la norme ISO 17932:2011. Dans ce cas, la valeur DOBI (I_{DOB} , voir la formule 1) a été dérivée du rapport de l'absorbance à 446 nm (A_{446}) et à 269 nm (A_{269}).

$$I_{DOB} = \frac{A_{446}}{A_{269}} \quad (1) \quad w_c = \frac{383 \Delta A}{l \rho} \quad (2)$$

La teneur en carotène (w_c , voir formule 2) a été calculée en multipliant l'absorbance du carotène pur ΔA (à 446 nm sans apport de solvant), le rapport entre le pourcentage du coefficient d'extinction en solution du β -carotène dans l'isooctane à 446 nm (valeur de 383) et la concentration ρ (en g/100 ml) de la solution d'huile de palme/isooctane (tableau 2) multipliée par la longueur du chemin optique l (1 cm). La concentration en carotène est alors donnée en mg/kg. Le logiciel ASpect UV comporte une fonction intégrée permettant de calculer facilement le DOBI (Figure 1).

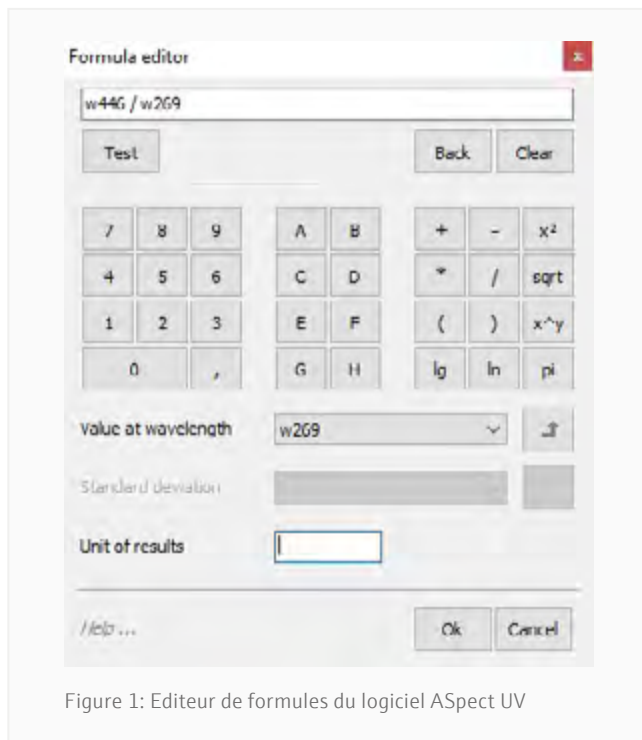


Figure 1: Editeur de formules du logiciel ASpect UV

Résultats et discussion

Dans un premier temps, les spectres enregistrés ont été analysés. Les spectres d'absorption du CPO (Figure 2), de l'huile de palme blanchie et raffinée (Figure 3) sont montrés dans la région de 250 à 600 nm et peuvent être largement attribués à l'absorption du carotène. Ici, l'absorption la plus élevée est enregistrée dans la région de 400 - 500 nm. Cette caractéristique dans les spectres de l'huile de palme contient uniquement des contributions de carotènes purs, tandis que les caractéristiques dans les régions entre 260 - 320 nm et 320 - 380 nm contiennent des contributions mineures d'autres composés tels que les tocophérols. Plus important encore, l'augmentation de la formation de produits de dégradation secondaires du carotène peut être facilement suivie dans la région UV la plus basse (260 - 320 nm), en particulier à 269 nm. C'est précisément cette caractéristique qui est utilisée dans la norme ISO 17932:2011 pour tirer parti de l'évaluation de la qualité en tant que valeur DOBI.

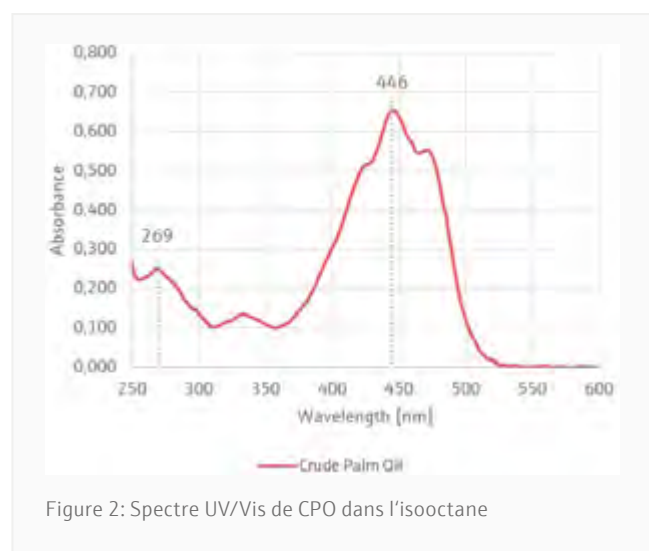


Figure 2: Spectre UV/Vis de CPO dans l'isooctane

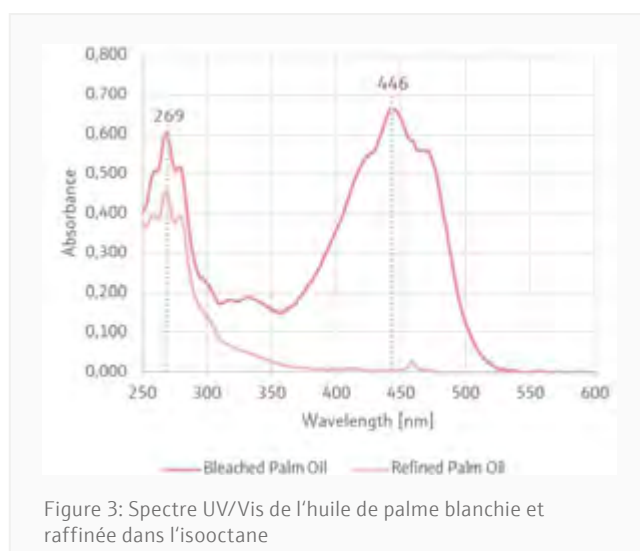


Figure 3: Spectre UV/Vis de l'huile de palme blanchie et raffinée dans l'isooctane

L'inspection visuelle des spectres de l'huile de palme blanchie et raffinée a révélé des différences importantes par rapport au spectre de l'huile de palme brute, qui sont pertinentes pour l'évaluation de la qualité dans la chaîne de valeur en aval. Lors du blanchiment, des changements de couleur et donc des modifications partielles du spectre ont été observés.

La dégradation des carotènes a conduit à une augmentation substantielle de la bande d'absorption avec un maximum à 269 nm. Pour les échantillons des étapes suivantes du processus de raffinage, le spectre d'absorption enregistré ne présente aucune caractéristique au-dessus d'environ 400 nm, ce qui indique clairement l'absence de carotènes purs (figure 3).

Cependant, la caractéristique la plus forte avec un maximum à 269 nm est clairement visible, indiquant que les produits de dégradation secondaires (carotènes) sont présents en quantités raisonnables.

Dans un deuxième temps et suivant les procédures décrites dans la norme ISO 17932:2011, les valeurs DOBI et les teneurs en carotène ont été calculées. En outre, les résultats expérimentaux ont été validés avec des normes de qualité d'huile bien établies corrélées avec les valeurs DOBI estimées. ^[1,3] Dans le travail actuel, une valeur DOBI pour le CPO de 2,45 a été estimée. Selon le tableau 1, cela correspond à une CPO de qualité moyenne. Lors du blanchiment, la valeur DOBI tombe à 1,051, ce qui est dû à une dégradation intentionnelle des carotènes et donc à un enrichissement correspondant de produits de dégradation secondaires présentant une absorption plus élevée à 269 nm. Lors du raffinage, l'absorbance à 446 nm est (presque) nulle, ce qui indique largement l'élimination des carotènes et donc un changement substantiel de la couleur par rapport au CPO et à l'huile de palme blanchie.

Tableau 1: Classification de la qualité de l'huile de palme selon les valeurs DOBI ^[3]

DOBI	Qualité de l'huile de palme
3.24	Excellent
2.93 – 3.24	Bon
2.31 – 2.92	Fair
1.68 – 2.30	Pauvre
< 1.68	Boues

Conformément à la norme ISO 17932:2011, la teneur en carotène a été estimée pour toutes les étapes de transformation. Ici, une concentration initiale de 553,0 mg/kg a été déterminée. Après le blanchiment, la concentration a chuté à 413,0 mg/kg et, finalement, le raffinage a conduit à une concentration de 21,0 mg/kg. Dans le cadre de cette étude, une comparaison des performances des appareils ScanDrop² et SPECORD 50 PLUS pour la détermination de la concentration en carotène a été effectuée.

Alors que la concentration en carotène de l'huile de palme blanchie et de l'huile de palme CPO (tableau 2) ne diffère que de 6 à 12 mg/kg ou 2,1 %, les performances plus élevées et donc la plus grande sensibilité du système à double faisceau du spectrophotomètre SPECORD 50 PLUS ont permis une plus grande précision dans la plage de détection inférieure et donc une détermination plus précise de la teneur en carotène de l'huile de palme raffinée. Ici, la teneur en carotène dans l'huile de palme raffinée a été trouvée à 21,02 mg/kg (SPECORD 50 PLUS) et 3,24 mg/kg (ScanDrop²) respectivement. Pour accélérer les étapes de mesure tout en maintenant la détermination de la DOBI conforme à la norme, il est possible d'effectuer des mesures d'absorbance uniquement aux longueurs d'onde données (269 et 446 nm). Ceci est démontré ici avec les résultats du SPECORD 50 PLUS (tableau 2).

Tableau 2: Valeurs d'absorption enregistrées, quantité d'huile pondérée, valeurs DOBI estimées ainsi que teneur en carotène. Les valeurs entre parenthèses correspondent aux valeurs d'absorption mesurées ou estimées avec le spectromètre ScanDrop².

Echantillon	A (269 nm)	A (446 nm)	DOBI	Conc. p en g/100 ml	Carotène en mg/kg
CPO	0,2605 (0,248)	0,6376 (0,651)	2,448 (2,625)	0,4416	553,0 (564,6)
Blanchi	0,6190 (0,605)	0,6505 (0,661)	1,051 (1,092)	0,6032	413,0 (419,7)
Raffiné	0,5074 (0,458)	0,0324 (0,005)	0,064 (0,011)	0,5904	21,02 (3,24)

Conclusion

Analytik Jena s'appuie sur une expertise de longue date dans le domaine de la spectrophotométrie UV/Vis, sur des systèmes spectrophotométriques durables et de haute qualité tels que le SPECORD 50 PLUS et sur des solutions pratiques pour la détermination des principaux paramètres de qualité des huiles comestibles d'origine végétale. Dans le cas de l'étude actuelle, la qualité de l'huile de palme a été évaluée tout au long de la chaîne de valeur. Conformément à la norme ISO 17932:2011, la valeur DOBI et la teneur en carotène ont été déterminées pour l'huile de palme brute (CPO), blanchie et non blanchie et l'huile de palme raffinée. L'évaluation de la qualité basée sur la spectrophotométrie permet une évaluation rapide et fiable sans grandes étapes de préparation des échantillons. En outre, le spectrophotomètre SPECORD 50 PLUS a été déployé avec succès pour l'analyse de la qualité de l'huile de palme aux étapes clés de la chaîne de valeur.

Contrairement aux systèmes à lampe flash Xe (par exemple ScanDrop²), qui sont clairement conçus pour une détection rapide, le SPECORD 50 PLUS et le logiciel ASpect UV correspondant sont bien conçus pour une évaluation précise des paramètres, des concentrations élevées en carotène dans le CPO, en passant par le traitement jusqu'à l'huile blanchie et les produits en aval comme l'huile de palme raffinée. Il est important de souligner les performances de l'appareil dans la plage de détection la plus basse, ce qui permet de déterminer avec précision les faibles teneurs en carotène. Dans l'ensemble, le SPECORD 50 PLUS est un outil fiable pour l'évaluation de la qualité tout au long de la chaîne de valeur de l'huile de palme, offrant une expertise pratique unique dans l'analyse des huiles comestibles tout au long de la chaîne de valeur.

References

- [1] DIN EN ISO 17932:2011-12
- [2] Jolayemi, O. S.; Ajatta, M. A. and Adegeye A. A.; Geographical discrimination of palm oils (*Elaeis guineensis*) using quality characteristics and UV-visible spectroscopy; Food Sci Nutr. 2018, 6, pages 773–78
- [3] Lin, S. W., DETERIORATION OF BLEACHABILITY INDEX, MPOB INFORMATION SERIES, 2004m MPOB TT No.253, page 186

Siège social