

**UNIVERSITE MARIEN NGOUABI**  
**FACULTE DES SCIENCES**

Année 2006

N° d'ordre

**THESE**

Pour obtenir le Diplôme de Doctorat d'Etat ès Sciences

**Domaine**

Sciences Exactes, Naturelles et de l'Ingénieur

**Spécialité :**

Chimie et Technologie Alimentaires

Présentée et soutenue publiquement  
Par

**MAMPOUYA David**

Le 10 Novembre 2006.

**Titre**

CONTRIBUTION A L'OPTIMISATION DE L'EXTRACTION ET A LA  
DECOLORATION DE L'HUILE DE LA PULPE DE SAFOU  
(*DACRYODES EDULIS*)

**Directeur de Thèse**

Thomas SILOU, Professeur

**JURY**

Président :	KAPSEU César	Professeur, Université de Ngaoundéré, Cameroun
Rapporteurs :	EKOUYA Alphonse	Professeur, Université Marien Ngouabi, Congo
	CHALCHAT Jean Claude	Maître de Conférence, Université de Clermont-Ferrand, France
Membres :	DANZART Marc	Professeur, ENSIA, Massy, France
	KABELE NGIEFU Christophe	Professeur, Université de Kinshasa, RD Congo
	SILOU Thomas	Professeur, Université Marien Ngouabi, Congo

Je remercie le Seigneur pour l'aboutissement heureux de ce travail.  
J'ai pu apprécier tout au long de ce travail une vertu : la patience.

Je dédie ce travail :

- A la mémoire de mon père *Jean* NTSATOU et de ma mère *Marie* MATOKANGOULA, pour tous les efforts consentis.

Hommages éternels.

- A mon épouse *Eugénie*,
- A mes enfants *Francielle Ranciat, Grâce Mathaud, David Fortuné*,  
pour tant d'amour et d'affection.

- A mes frères et sœurs *Gilbert, Désiré, Suzanne, Germaine, Albertine*,
- A mes neveux et nièces,  
en témoignage de mon affection et de sacrifices consentis.

## REMERCIEMENTS

Avant d'exposer les résultats de nos travaux effectués au sein de l'Equipe Pluridisciplinaire de Recherche en Alimentation et Nutrition (EPRAN), installée à la Faculté des Sciences de l'Université Marien NGOUABI d'une part, à l'Institut de Recherche pour le Développement (IRD) à Pointe-Noire d'autre part, nous tenons à exprimer toute notre reconnaissance au **Professeur Thomas SILOU**, son coordonnateur et directeur de cette thèse pour avoir permis à l'équipe de tenir le cap malgré tous les problèmes socio-politiques que le pays a connus.

Sa rigueur et ses connaissances scientifiques se sont avérées précieuses pour mener à bien ce travail. Pour toute l'aide qu'il nous a apportée, nous tenons à lui exprimer notre profonde gratitude.

Nous tenons également à exprimer nos vifs remerciements au **Professeur César KAPSEU** de l'Université de Ngaoundéré au Cameroun, pour avoir accepté de faire le déplacement de Brazzaville pour présider le jury de cette thèse. Cet honneur nous va droit au cœur.

Soyez assuré de notre franche collaboration dans le réseau safou (ASANET).

Nous exprimons nos sincères remerciements au **Professeur Alphonse EKOUYA**, de l'Université Marien NGOUABI au Congo Brazzaville pour avoir accepté d'être rapporteur de ce jury. Vos remarques ne feront qu'enrichir ce travail.

Votre vœu, **Jean Claude CHALCHAT**, *Maître de conférence* à l'Université Blaise Pascal de Clermont-Ferrand en France, a été exaucé. Vous teniez à assister à ma soutenance, vous voilà membre du jury. Les résultats des analyses des AG émanent en grande partie de votre laboratoire. Comment ne pas saisir cette opportunité pour vous exprimer toute notre gratitude.

Nos sincères remerciements au **Professeur Marc DANZART** de l'Ecole Nationale Supérieure des Industries Agronomiques à Massy en France pour l'honneur qu'il nous fait en faisant le déplacement de Brazzaville pour participer à ce jury.

Nos vifs remerciements au **Professeur émérite Christophe KABELE NGIEFU** de l'Université de Kinshasa en RDC pour avoir accepté d'être membre de ce jury. Soyez assuré de notre franche et fructueuse collaboration.

Nous remercions les autorités de l'Université Marien NGOUABI à quelque poste que ce soit pour avoir permis la réalisation de ce travail.

Nous remercions **Stéphane DESOBRY** et **Michel LINDER**, respectivement, *Professeur et Maître de conférence* à l'Ecole Nationale Supérieure d'Agronomie et des Industries Alimentaires (ENSAIA) de Nancy en France pour nous avoir accepté pour un stage dans son laboratoire pour le premier et pour l'exploitation des résultats d'optimisation d'extraction découlant de la méthode des plans d'expériences pour le second.

Nous remercions très sincèrement les collègues et amis de EPRAN pour l'aide et l'ambiance chaleureuse de tous les instants pour la bonne marche de l'équipe.

A **Madame Rosalie KAMA NIAMAYOUA**, nous exprimons toute notre reconnaissance et notre gratitude pour l'aide multiforme dans la finalisation de nos deux travaux de thèse.

Que tous ceux de la Faculté des Sciences et d'ailleurs qui ont participé de loin ou de près à la réalisation de ce travail (ils se reconnaîtront très facilement) trouvent ici l'expression de notre très sincère reconnaissance.

## **TABLE DES MATIERES**

	Pages
INTRODUCTION GENERALE	7
<b>CHAPITRE I: BIOCHIMIE ET TECHNOLOGIE DES CORPS GRAS VEGETAUX : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE.</b>	<b>13</b>
I. Introduction	13
II. Constituants des corps gras végétaux	13
1. Fraction glycéridique	13
1.1. Acylglycérols	13
1.2. Acides gras	16
1.2.1. Aspects chimiques	16
1.2.2. Aspects biologiques	21
1.3. Composition de la fraction glycéridique de l'huile de la pulpe de safou	23
2. Fraction insaponifiable	24
2.1. Constituants de l'insaponifiable des corps gras végétaux	24
2.2. Composition de l'insaponifiable de l'huile de la pulpe de safou	28
III. Technologie des corps gras	31
1. Extraction	31
2. Raffinage	31
<b>CHAPITRE II : MODELISATION DE L'EXTRACTION DE L'HUILE DE LA PULPE DE SAFOU</b>	<b>33</b>
I. Introduction	33
II. Matériel et méthodes	36
1. Matériel végétal	36
2. Détermination réfractométrique de la teneur en huile ; tracés des abaques	37
3. Extraction de l'huile de la pulpe de safou au soxhlet	37
4. Extraction par la méthode soxhlet modifié	37
5. Extraction par la méthode Folch modifiée	38
6. Modélisation de l'extraction par la méthode des plans d'expériences	38
7. Analyse des acides gras par chromatographie en phase gazeuse des huiles locales	42
8. Détermination de la composition quantitative en TAG des huiles brutes	43

9. Analyse qualitative des triacylglycérols (TAG) des huiles importées	43
10. Traitements statistiques	44
III. Résultats expérimentaux	44
1. Dosage réfractométrique des lipides dans la pulpe de safou	44
2. Etude préliminaire sur l'extraction de l'huile de la pulpe de safou au soxhlet	58
2.1. Influence de la durée d'extraction sur le rendement	58
2.2. Influence de la nature du solvant d'extraction sur le rendement	59
2.3. Influence du solvant d'extraction sur les caractéristiques chimiques	60
2.4. Composition en AG et TAG des huiles obtenues	60
3. Essai de modélisation de l'extraction de l'huile de la pulpe de safou par la méthode des plans d'expériences	62
IV. Discussion et conclusion	67
 CHAPITRE III : CONTRIBUTION A LA DECOLORATION DE L'HUILE DE LA PULPE DE SAFOU.	   69
I. Introduction	69
II. Matériel et méthodes	70
1. Matériel végétal	70
2. Méthodes d'études	70
III. Résultats et discussion	70
1. Evaluation de l'incidence des traitements thermiques sur la composition de l'huile de la pulpe de safou	70
2. Décoloration thermique	73
2.1. Influence de la température de chauffage	74
2.2. Décoloration de l'huile en présence des terres décolorantes	75
2.2.1. Evaluation visuelle de la décoloration	75
2.2.2. Impact de la décoloration thermique par des argiles sur la composition en AG de l'huile	77
2.3. Essai de modélisation du procédé de décoloration par la méthode des plans d'expériences	78
IV CONCLUSION	83
CONCLUSION GENERALE	85
PERSPECTIVES	86
BIBLIOGRAPHIE	86
ANNEXES	92

## INTRODUCTION GENERALE

Il semble maintenant être largement admis que la crise que traverse l'Afrique depuis le milieu des années soixante dix est le résultat des déficiences structurelles de son économie.

Un des facteurs importants de la cause de cette situation, est la spécialisation de la plupart des pays africains dans l'exploitation d'un seul produit d'origine végétale ou minérale (café, cacao, cuivre, or, etc...)

La chute continue des prix de ces matières premières hypothèque gravement le développement du continent.

La valorisation sur place des ressources végétales et minérales par des procédés simples parfaitement maîtrisés au niveau local, pourrait soulager de l'asphyxie certaine les pays africains.

La filière « corps gras » est extrêmement porteuse de ce point de vue. Elle est digne d'un réservoir quasi infini de matière première végétale (la forêt tropicale humide) ; elle conduit à des produits à haute valeur ajoutée, en mettant en œuvre des procédés d'extraction frustes (pressage ou extraction au solvant).

Certaines spéculations comme le safoutier (*Dacryodes edulis*), le karité (*Butyro spermum paradoxum*), l'*irvingia gabonensis*, se prêtent bien à ce type de valorisation.

Au Congo, nous avons entrepris une étude systématique sur des huiles de consommation locale (*raphia*, *irvingia*,...) et initié la production de nouvelles huiles d'intérêt nutritionnel certain (*safou*, *courges*, etc...).

De toutes ces spéculations, le safoutier (*Dacryodès edulis*) présente le plus d'atouts de développement car il pousse dans tous les pays du golfe de Guinée et depuis une quinzaine d'années, les travaux de recherche sur le safoutier se sont notablement développés en Afrique Centrale pour servir d'appui à une intense activité des paysans qui, au Congo, au Cameroun et au Nigeria, ont placé cet arbre parmi les arbres fruitiers les plus intéressants de la sous région (Silou T. 1996 ; Kapseu C, Kayem G.J. 1998).

Le safou, fruit du safoutier est très largement consommé en Afrique Centrale où il fait l'objet d'un commerce intense qui tend à s'internationaliser. Il est de consommation courante aussi bien à la maison qu'au restaurant. Seule la pulpe est comestible et elle est consommée telle quelle après ramollissement à la chaleur ou après cuisson à l'eau chaude. Elle peut constituer avec des féculents un aliment central pouvant remplacer le plat de résistance du régime

alimentaire dans plusieurs familles congolaises. Transformée en beurre, elle est utilisée pour tartiner le pain. La pâte de safou, obtenue après pétrissage de la pulpe de safou cuit à la poêle, peut être utilisée comme ingrédients dans la fabrication des biscuits pour améliorer les qualités sensorielles et nutritionnelles de ceux-ci (Mbofung et al, 2000).

Cette pulpe présente des qualités nutritionnelles intéressantes puisqu'elle contient en moyenne et par rapport à la matière sèche, 50% des lipides, 10% des protéines, 27% des fibres et 10% des glucides digestibles et apporte en plus, des minéraux et des vitamines.

Cette pulpe s'est ensuite révélée être après analyse chimique une source importante d'une huile de type palmito-oléo-linoléique pouvant substituer et/ou compléter les huiles conventionnelles de type huile de palme (Silou et al, 1994 ; Kengue J, 2000). Cette huile qui peut atteindre des teneurs de l'ordre de 70% par rapport à la matière sèche, présente un intérêt alimentaire certain (Silou T. 1996 ; Kinkéla T. 2003).

Elle est riche en cinq triacylglycérols : acide palmito-palmito-oléique (PPO), palmito-palmito-linoléique (PPL), palmito-oléo-oléique (POO), palmito-oléo-linoléique (POL) et palmito-linoléique (PLL) (Bézar et al. 1991 ; Kinkéla et Bézar. 1993 ; Silou et al. 1991). Ses teneurs en acide oléique (C18 :1) et en acide linoléique (C18 :2) sont importantes, en moyenne 31 et 21 %. Il s'en suit pour le safou sur le plan nutritionnel un gain important quand on sait que d'une part le C18 :1 permet à l'organisme de couvrir ses besoins énergétiques et lutter contre les maladies cardiovasculaires et d'autre part le C18 :2, acide gras essentiel permet la couverture des besoins plastiques de l'organisme.

Par ailleurs, les travaux de Kinkéla et Bezard (1993) d'une part, de Silou et Kama Niamayoua (1999) d'autre part, sur la structure des triacylglycérols de l'huile de la pulpe de safou indiquant la prédominance des C18 :1 et C18 :2 en position 2 du glycérol renforce cet intérêt car c'est sous la forme de sn-2 acylglycérol que les acides gras sont assimilés par l'organisme. En outre, malgré sa grande concentration, l'acide palmitique (C16 :0) est très rarement en position 2 du glycérol, ce qui est un avantage supplémentaire parce que les acides gras saturés sont signalés dans la littérature comme dotés de propriétés hypercholestérolémisantes.

La quantité (1 à 2%) et la qualité (tocophérols, stérols, alcools triterpéniques) de son insaponifiable lui garantissent des utilisations en cosmétique.

Beaucoup d'auteurs, Busson et al, (1963), Tchendji et al, (1980), Silou et al, (1994), sont unanimes sur la rentabilité d'une exploitation en perspective de l'huile de safou, avec une production estimée à 15 ou 19 tonnes à l'hectare soit une production globalement équivalente à celle de l'huile de palme par ha. Par ailleurs, aujourd'hui, des industries alimentaires et

cosmétiques des pays du Nord, manifestent une demande de safou en tant qu'huile utilisable en industries cosmétique et alimentaire (Silou et al, 1997).

Cependant, la pulpe de safou se ramollit très vite. Selon Silou et al, 1997, la durée de conservation du safou à l'état frais ne dépasse pas cinq jours ; ce qui conduit à des pertes post-récoltes considérables d'environ 50 %. Elles le sont davantage lorsque le safou doit être transporté, emballé souvent dans un sac, des zones de production vers les centres de commercialisation généralement éloignés. Le ramollissement rapide du safou est donc un manque à gagner pour le paysan et les autres acteurs de la filière.

Un des moyens de conservation qui peut contribuer efficacement à limiter les pertes post-récoltes est le séchage de la pulpe dont le produit obtenu permet d'extraire l'huile avec de meilleurs rendements qu'avec la pulpe fraîche. La production d'huile à partir des pulpes de safou peut donc être envisagée comme solution pour réduire ces pertes, d'autant plus que les fruits ramollis conservent leurs qualités nutritionnelles (Massamba D. 2005). Ils peuvent ainsi être utilisés en huilerie sans dommage pour l'huile qui en sera extraite.

Corrélativement, la culture du safoutier se développe et s'améliore avec la pratique du marcottage qui du reste est maîtrisée par les paysans au Congo, au Cameroun et au Nigeria.

Faisant écho à toute cette activité, le laboratoire a mis en place un programme de mise au point d'un procédé simple et fiable de production d'huile de safou au niveau d'une unité pilote d'extraction d'huile par pression et de raffinage, pour avoir une filière complète, de la production à la transformation ; ce qui contribuerait à la réduction de carence en lipides, des rations alimentaires constatées dans la sous région, et la lutte contre la pauvreté en tant que source de devises.

Par ailleurs, les lipides constituent un des 3 nutriments de base de l'alimentation humaine. En effet, l'homme tire son énergie essentiellement de trois principes nutritifs que sont : les protides, les glucides et les lipides. Ce sont les lipides qui offrent la plus forte valeur énergétique, 9 kcal (37,7 kJ) contre 4 kcal (16,7 kJ) par g pour les protides et les glucides (FAO, 1981).

D'après les standards nutritionnels de la F.A.O, dans la ration énergétique, les protides doivent apporter 300 à 400 kcal, les glucides 1200 à 1600 kcal et les lipides autour de 900 kcal pour une ration de 2500 kcal capable de satisfaire les besoins énergétiques quotidiens de l'homme (Kniajinskaia L. 1983).

Cependant, l'évaluation de la consommation des produits glucidiques de base (manioc, banane plantain, igname, riz, blé, etc...) au Congo, entreprise par Tchibambelela 1982, a montré qu'à

peine 50% des besoins énergétiques recommandés pour l'homme étaient couverts par ces aliments de base. Cela signifie que, si les matières grasses n'arrivent pas à fournir les 30% de l'énergie nécessaire, l'apport total de la ration calorique risque d'être insuffisant.

Ce risque est réel, à en croire le bilan alimentaire (F.A.O, 1984) qui indique qu'au Congo, la consommation des corps gras alimentaires représente moins de 20% de disponibilités alimentaires totales sur la base totale de l'énergie dans la période de 1979-1981. Les enquêtes alimentaires réalisées au Congo par Sousbie (1982), Cresta M. et Massamba J. (1985), montrent que les apports énergétiques moyens de la population dans les centres urbains sont de 2300 à 2500 kcal/jour/individu avec un apport lipidique de 20% environ. Dans les centres secondaires des régions du Nord (villes de 2000 à 5000 habitants), l'apport énergétique est de 2200 kcal/jour/individu avec un apport lipidique de 16%. Par contre, dans les centres secondaires des régions du Sud (villes de 2000 à 30000 habitants), l'apport énergétique est de 1900 kcal/jour/individu avec un apport lipidique de 11% au lieu de 20% recommandés. Dans l'ensemble, ces enquêtes démontrent bien que le régime alimentaire des Congolais est déficient en énergie apportée par les lipides. Par conséquent, il doit y avoir aussi une carence des acides gras indispensables de la série linoléique n-6 et de la série linoléique n-3 (Rocquelin et al 1998).

Le Congo, pays aux potentialités oléagineuses très importantes et très diversifiées a, jusque dans les années quatre vingt, tiré l'essentiel de ces huiles végétales que de deux sources :

- le palmier à huile qui fournissait, grâce à une production industrielle (RNPC, Sangha palm) et artisanale (paysans) de l'huile de palme destinée aussi bien à l'industrie (savonnerie) qu'à l'alimentation humaine ;
- l'arachide qui, traitée industriellement par HUILKA, fournissait de l'huile raffinée destinée exclusivement à l'alimentation humaine.

Avec la fermeture de la RNPC et de HUILKA, la production de l'huile de palme et de l'huile d'arachide qui rencontrait déjà des problèmes au niveau aussi bien technique que socio-économique, n'arrive pas à satisfaire de plus en plus le marché national qui se voit caractériser par une forte demande en huile végétale alimentaire. Pour couvrir les besoins en huile alimentaire des Congolais, le Congo est obligé de recourir à l'importation des huiles (Kinkéla 2003). Cette situation occasionne des sorties très importantes de devises en même temps qu'elle pénalise la valorisation des oléagineux locaux; ce qui, en fin de compte, accroît la dépendance alimentaire du Congo vis à vis de l'étranger.

D'autre part, ces huiles importées et très variées, posent d'énormes problèmes, notamment des problèmes d'identification et d'utilisation. Leur origine végétale, leur composition en acides

gras et leur mode d'utilisation ne sont pas souvent indiqués. Or, il est important de connaître les origines surtout végétales de ces huiles et leur composition en acides gras afin de mieux les adapter à la bonne utilisation culinaire.

Face à cette situation socio-économique et à ses incidences certaines sur l'état nutritionnel des populations, la diversification de la production des huiles végétales nous paraissait opportune par l'exploitation des potentialités encore inexplorées, notamment par la mise en valeur de quelques oléagineux locaux tels que les graines de courges, les noix de palmier raphia, les fruits du safoutier, etc ...

L'huile de safou est une source importante de C18 :1 et C18 :2. Ces deux acides constituent la presque totalité des sn-2 triacylglycérols. Le safou mérite ainsi une grande attention pour être valorisé comme oléagineux en tant que source de lipides invisibles par la consommation du fruit que de lipides visibles par le développement d'une activité de production d'huile végétale à partir de sa pulpe.

La production d'huiles alimentaires peut se faire par divers procédés technologiques. On cite la méthode d'extraction aux solvants organiques et la méthode d'extraction par pressage qui ne permet pas d'épuiser l'huile de la matière première.

Si l'extraction à la presse est la méthode la mieux indiquée pour des huiles destinées à l'alimentation, l'utilisation des solvants organiques permet d'évaluer le potentiel huile contenue dans le fruit afin de disposer des valeurs de référence.

Ainsi, dans le cadre de la valorisation des oléagineux locaux et se basant sur les travaux déjà entrepris par d'autres chercheurs au sein de l'Equipe Pluridisciplinaire de Recherche en Alimentation et Nutrition (EPRAN), sur les procédés de caractérisation, de conservation et d'extraction des huiles, nous avons choisi de porter notre contribution à l'optimisation de l'extraction au soxhlet par la méthode des plans d'expériences en vue de regrouper des données à utiliser, dans une étape ultérieure, pour l'extraction de l'huile de safou à la presse.

L'huile obtenue par extraction n'est pas utilisable en l'état car elle contient des composés impropres à la consommation humaine (goût et odeur) ou gênants pour ses transformations ultérieures pour des usages non alimentaires.

Le raffinage consiste à éliminer tout ou une partie de ces composés. L'huile de safou obtenue après extraction est de couleur vert foncé. Silou et al, (1991) avait entrepris un essai de décoloration thermique de l'huile de la pulpe de safou. Dans la perspective d'une production rentable de cette huile, nous avons entrepris dans la deuxième partie de ce document d'examiner l'étape de décoloration du raffinage avec les terres décolorantes.

Ainsi donc, après avoir fait le point de la bibliographie sur les lipides végétaux en général et celui sur la pulpe de safou en particulier, nous allons successivement aborder les problèmes de l'extraction et du raffinage partiel de l'huile de la pulpe de safou.

Notre travail se structure donc selon les 3 chapitres suivants :

Chapitre I : Biochimie et technologie des corps gras végétaux. Revue bibliographique.

Chapitre II : Modélisation de l'extraction de l'huile de la pulpe de safou.

Chapitre III : Contribution à la décoloration de l'huile de la pulpe de safou : Raffinage partiel.

# CHAPITRE I

## BIOCHIMIE ET TECHNOLOGIE DES CORPS GRAS VEGETAUX : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE.

### I. INTRODUCTION

Si l'on s'en réfère à la définition donnée par le comité français d'accréditation (COFRAC) du terme **corps gras**, il s'agit *d'une substance naturelle ou élaborée, d'origine animale ou végétale, contenant principalement des triacylglycérols.*

Les corps gras sont des mélanges complexes constitués en masse de :

- 97 à 99 % des triacylglycérols ;
- 1 à 2 % d'acides gras libres, de phospholipides, des mono et des diacylglycérols;
- 0,5 à 1 % des composés mineurs : colorants, hydrocarbures, stérols, vitamines, alcools.

Souvent définis par leur solubilité dans les solvants organiques, les corps gras constituent le groupe des lipides.

Les lipides sont une classe des molécules biologiques hydrophobes comprenant les acides gras et leurs esters. On distingue des lipides simples ou ternaires et des lipides complexes.

Les lipides simples sont des dérivés des acides gras ne contenant dans leur molécule que du carbone, de l'hydrogène et de l'oxygène.

Les lipides complexes sont constitués des mêmes éléments que les lipides simples, mais contiennent en plus dans leur molécule de l'azote, ou du phosphore, ou du soufre ou des oses (avec un seul ou plusieurs de ces éléments à la fois).

Les seules structures constamment présentes dans les lipides sont donc les Acides Gras.

### II. CONSTITUANTS DES CORPS GRAS VEGETAUX

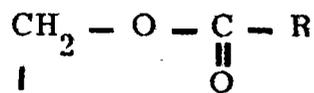
#### 1. Fraction glycéridique

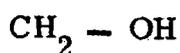
##### 1.1. Acyl glycérols

Les acylglycérols sont des esters du glycérol et d'acides gras saturés ou insaturés dont la longueur de chaîne peut varier de 4 à 26 atomes de carbone, pour ceux que l'on rencontre le plus couramment.

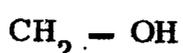
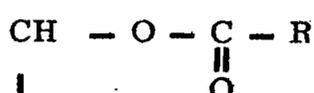
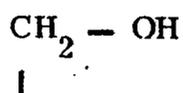
Suivant que le glycérol estérifie 1, 2 ou 3 acides gras, on est en présence de mono, de di ou de triacylglycérols.

Les monoesters sont les monoacylglycérols (MAG). On distingue deux isomères de constitution possibles pour un même monoester : l' $\alpha$  et le  $\beta$ .



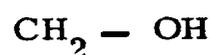
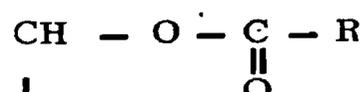
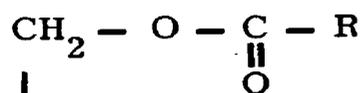
$$|$$


forme  $\alpha$

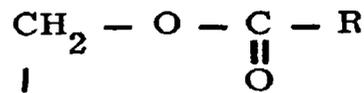


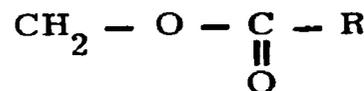
forme  $\beta$

Les diesters sont les diacylglycérols (DAG). Là aussi, il existe deux isomères de constitution possibles pour un même diacylglycérol, la forme  $\alpha$  (ou 1-2 diacylglycérol) et la forme  $\beta$  (ou 1-3 diacylglycérol).



forme  $\alpha$

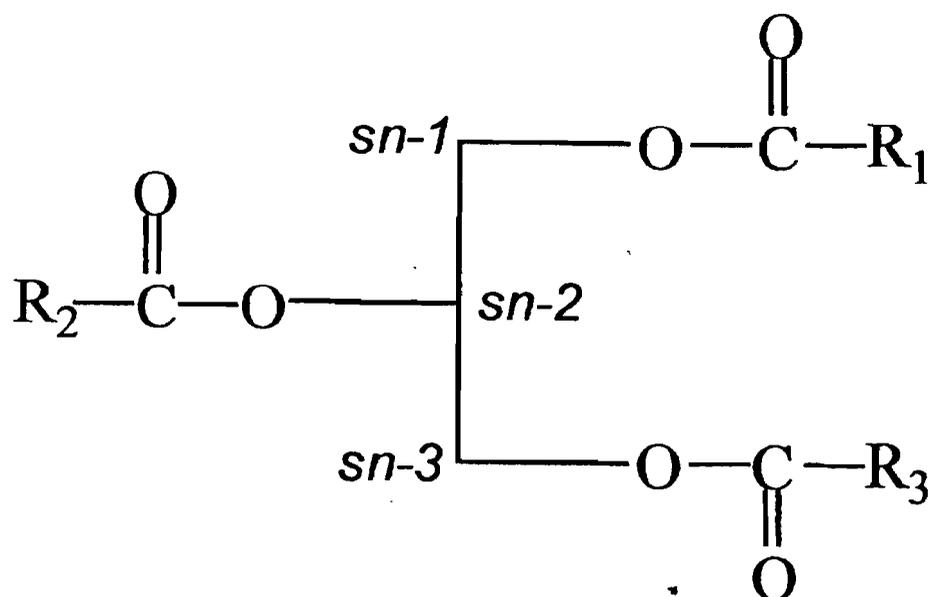


$$|$$


forme  $\beta$

Les triacylglycérols (TAG) sont les plus abondants dans le règne végétal, les autres formes sont des intermédiaires du métabolisme des lipides dans les plantes (Hitchcock C, 1975).

Les triacylglycérols répondent à la formule :



$R_1, R_2, R_3 =$  chaînes d'acides gras

Si  $R_1, R_2, R_3$  sont identiques, les triacylgcérols sont dits homogènes. Si par contre, les trois acides sont différents, ou bien, deux sont identiques et un différent, les triacylgcérols sont dits mixtes.

L'hydrolyse partielle des triacylgcérols aboutit à la formation des diacylgcérols et des monoacylgcérols.

La position des AG sur les trois fonctions alcool de la molécule du glycérol est symbolisée par le sigle "sn", on parlera alors de la position sn-2 (position interne ou centrale) et des positions sn-1, sn-3 (positions externes).

La connaissance de la distribution régiospécifique des acides gras sur la chaîne du glycérol est nécessaire pour aborder les problèmes nutritionnels.

Elle implique des méthodes comme l'hydrolyse enzymatique, la dégradation chimique (Kinkéla T. et Bezard J., 1993), la RMN du  $^{13}\text{C}$  (Pierre Blaise et al, 1997), etc.

La répartition des AG sur les trois fonctions alcool de la molécule du glycérol entre la position sn-2 et les positions sn-1, sn-3, ne répond pas à une loi statistique. Elle détermine la structure des TAG et influence le devenir des AG à l'étape digestive, enterocytaire et post-enterocytaire. Différents travaux (Combe N., 2002 ; Martin R.L. et al. 2001) ont montré l'importance particulière de la nature des acides gras en position sn-2 au cours de leur absorption et de leur assimilation, et à terme leur impact sur la santé du consommateur.

## 1.2. Acides gras

### 1.2.1 Aspects chimiques

Les acides gras sont des acides carboxyliques présentant la plupart du temps une longue chaîne hydrophobe pouvant être saturée ou insaturée. Les acides gras naturels présentant un intérêt alimentaire sont des acides gras non ramifiés possédant un nombre pair d'atomes de carbone. Rares sont ceux à nombre impair.

#### 1.2.1.1. Acides gras saturés

Les acides gras saturés sont majoritairement d'origine animale et sont solides à température ambiante (tableau I).

Nous indiquons dans le tableau I ci-après, les acides gras les plus couramment rencontrés dans le règne végétal.

Tableau I : Les acides gras les plus couramment rencontrés dans le règne végétal.

Formule brute	Nom systématique	Nom commun	Symbole	Point de fusion
$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_2-\text{COOH}$	n-butanoïque	butyrique	C4	-7°9 C
$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_4-\text{COOH}$	n-hexanoïque	caproïque	C6	-3°9 C
$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_6-\text{COOH}$	n-octanoïque	caprylique	C8	+16°3 C
$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_8-\text{COOH}$	n-décanoïque	caprique	C10	+31°3 C
$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{10}-\text{COOH}$	n-dodécanoïque	laurique	C12	+44°1 C
$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{12}-\text{COOH}$	n-tétradécanoïque	myristique	C14	+54° C
$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{14}-\text{COOH}$	n-hexadécanoïque	palmitique	C16	+63° C
$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{16}-\text{COOH}$	n-octadécanoïque	stéarique	C18	+69°5 C
$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{18}-\text{COOH}$	n-eicosanoïque	arachidique	C20	+75°3 C
$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{20}-\text{COOH}$	n-docosanoïque	béhénique	C22	+80° C
$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{22}-\text{COOH}$	n-tétracosanoïque	lignocérique	C24	+84° C
$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{24}-\text{COOH}$	n-hexacosanoïque	cérotique	C26	+87° C

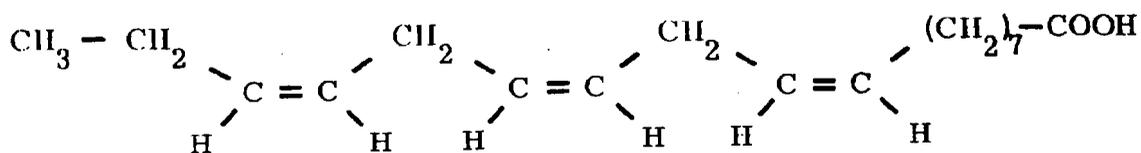
#### 1.2.1.2. Acides gras insaturés

Il existe deux classes d'acides gras insaturés : les monoinsaturés et les polyinsaturés.

Les acides gras monoinsaturés comportent une double liaison carbone-carbone.



l'acide alpha linoléique dont les positions des doubles liaisons sont 9-12-15 toutes en position cis.



Ces deux acides gras ne peuvent pas être fabriqués par l'organisme. Ils doivent être apportés chaque jour par l'alimentation. Ils sont donc appelés acides gras essentiels. A partir d'eux, l'organisme fabrique d'autres acides gras insaturés et différentes substances dont l'organisme a besoin (figure 1). Les acides gras polyinsaturés étaient autrefois appelés vitamine F.

Les acides gras polyinsaturés sont majoritairement d'origine végétale et sont liquides à température ambiante.

### 1.2.1.3. Nomenclature des acides gras

Il existe 2 principales nomenclatures : l'une attribuée aux physiologistes et l'autre, aux chimistes.

Celle des physiologistes permet de définir la famille des acides gras (oméga 3, 6, 9 ...).

Elle tient compte de la première double liaison rencontrée, en commençant le décompte à partir du groupement méthyle terminal.

L'acide linoléique est par exemple symbolisé par C18 :3, ω-3 ; ce qui signifie :

C18 : 18 atomes de carbone

3 : 3 doubles liaisons

ω-3 : la première double liaison se trouve sur le 3<sup>ème</sup> atome de carbone en partant du méthyle terminal.

Cela définit la famille des Oméga-3.

Comme il y a toujours trois carbones entre 2 doubles liaisons, les deux autres doubles liaisons seront sur le 3+3=6<sup>ème</sup> atome de carbone et sur le 6+3=9<sup>ème</sup> atome de carbone.

L'exemple suivant de l'acide linoléique C18 :2, ω-6 signifie qu'on a :

C18 : 18 atomes de carbone

2 : 2 doubles liaisons

ω-6 : la première double liaison se trouve sur le 6<sup>ème</sup> atome de carbone et la deuxième sur le 6+3=9<sup>ème</sup> atome de carbone en partant du méthyle terminal.

On définit ici la famille des Oméga-6.

A l'inverse des physiologistes, les chimistes mettent l'accent sur la première double liaison rencontrée en partant du groupement carboxyle. Cette nomenclature permet de déterminer facilement la fonction de l'acide gras, mais par contre, elle met difficilement en évidence la famille de l'acide gras. Par exemple, la dénomination de l'acide linoléique sera : C18:3 ; 9, 12, 15. Cela signifie :

C18 : 18 atomes de carbone

3 : 3 doubles liaisons en positions 9, 12, 15 à partir du groupement carboxyle.

Pour servir tout aussi bien les physiologistes que les chimistes, un consensus a été trouvé dans la notation. Elle permet de mettre en évidence rapidement la famille à laquelle appartient l'acide gras. La notation est la suivante :  $C_n:x, n-y$

n : nombre d'atomes de carbone

x : nombre de doubles liaisons

n-y : définit la place de la double liaison la plus éloignée du groupement carboxylique.

y : place de la double liaison décomptée à partir du groupement méthyle terminal donnant ainsi l'appartenance à une famille.

Les autres doubles liaisons se déduisent facilement puisqu'il y a toujours trois carbones entre deux doubles liaisons. La dénomination de l'acide linoléique devient C18:3, n-3 c'est à dire qu'il y a 18 atomes de carbone et 3 doubles liaisons.

n-3 signifie que la dernière double liaison est au  $18-3=15^{\text{ème}}$  atome de carbone en partant du groupement carboxyle.

y égal à 3 donne la famille de l'acide gras : Oméga-3.

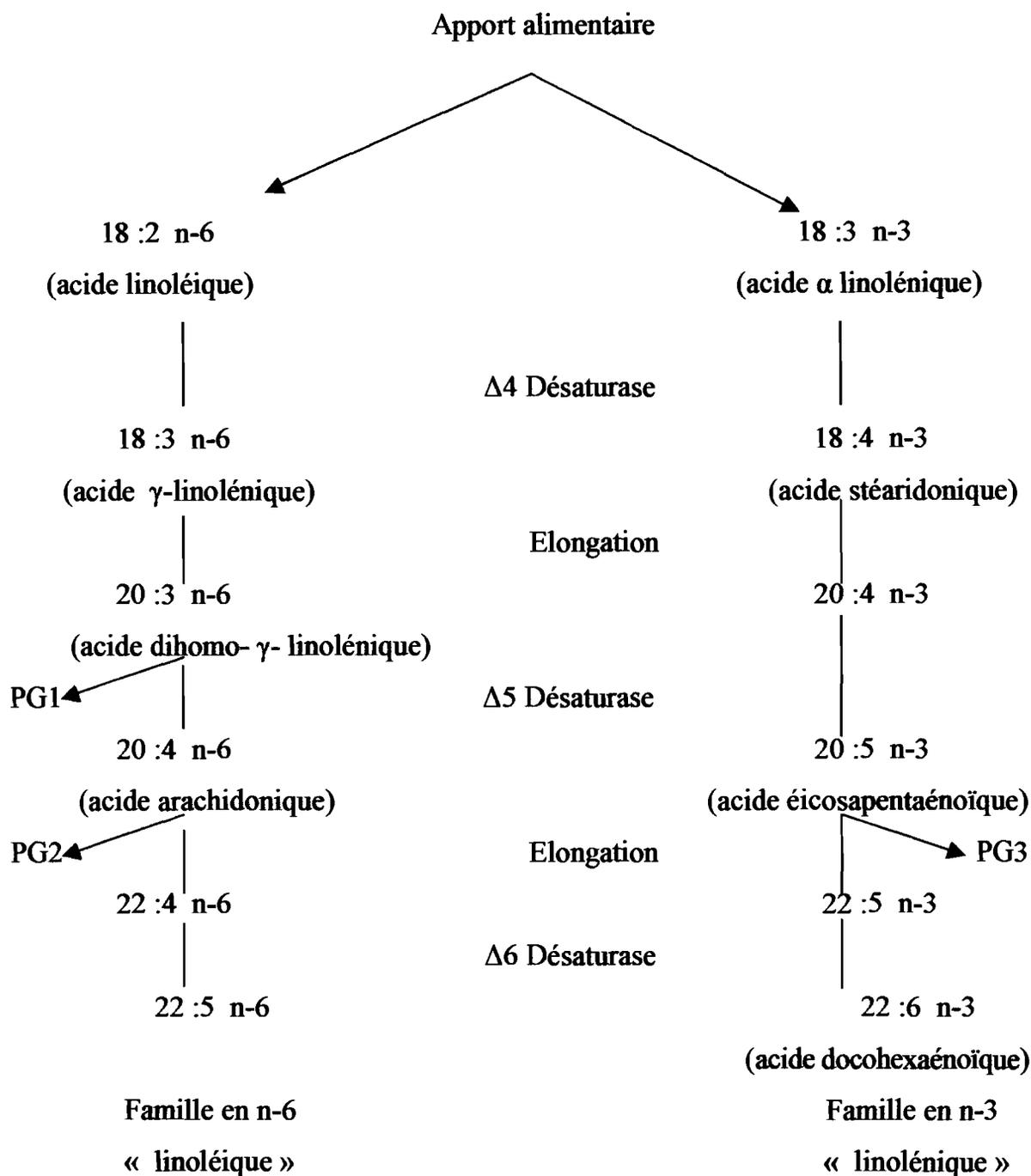


Figure 1: Biosynthèse des AGPI chez l'homme : deux familles des AGE.

*PG1 : Prostaglandines de série 1.      PG2 : Prostaglandines de série 2.*

*PG3 : Prostaglandines de série 3.*

### 1.2.2. Aspects biologiques

Au cours de la digestion, les corps gras alimentaires sont fractionnés. Les acides gras qui les constituent se libèrent et rejoignent le sang qui est un milieu aqueux. Comme les corps gras ne sont pas solubles dans l'eau, ils doivent s'accrocher aux lipoprotéines, lesquelles sont solubles. Celles-ci transportent :

- les phospholipides,
- les différents acides gras,
- le cholestérol : celui qui vient de l'alimentation et celui fabriqué par l'organisme.

Les lipoprotéines suivent des circuits différents :

- les VLDL (very low density lipoprotein) sont chargées d'acides gras qu'elles distribuent partout dans toutes les cellules. Au fur et à mesure où elles se déchargent de ces acides gras, elles se chargent de cholestérol. Elles deviennent alors des LDL (low density lipoprotein) dont le rôle est de fournir le cholestérol nécessaire aux cellules qui en ont besoin.
- les HDL (high density lipoprotein) transportent le cholestérol en excès et l'évacuent dans le foie où il est transformé en sels biliaires, ensuite éliminés dans la bile.

Les LDL ont été baptisés *mauvais cholestérol* car lorsqu'elles sont en excès dans l'organisme, le risque de maladie cardio-vasculaire augmente.

Les HDL ont été baptisés *bon cholestérol* car elles éliminent le cholestérol en excès et diminuent ce risque.

#### 1.2.2.1. Absorption et distribution des acides gras alimentaires

Les propriétés physiques, chimiques et physiologiques des lipides leur confèrent une grande importance en nutrition humaine. Le fait que les lipides soient solubles dans les solvants organiques et insolubles dans l'eau, conditionne leur digestion, absorption, leur transport dans le sang et leur métabolisme au niveau cellulaire.

Les triacylglycérols ingérés sont hydrolysés dans l'estomac par la lipase gastrique en diacylglycérols et en acides gras libres (Thomson ABR. et al, 1989). Dans l'intestin, la lipase pancréatique assure le clivage des liaisons sn-1 et sn-3, en produisant des monoacylglycérols et des acides gras libres.

Dans les enterocytes, pendant que les acides gras à chaînes courtes et moyennes relativement hydrosolubles sont déversés dans le sang par simple diffusion, les acides gras et les monoacylglycérols à longue chaîne reconstituent les triacylglycérols.

La longueur de la chaîne carbonée des acides gras et le nombre de doubles liaisons influencent l'absorption des corps gras. Ainsi, les acides gras à courtes et moyennes chaînes sont mieux absorbés que ceux à longue chaîne. La plus grande partie des acides gras saturés à longue chaîne est absorbée dans la voie lymphatique, tandis qu'une faible proportion l'est dans la voie sanguine par la veine porte (Decker EA. 1996). On sait que l'acide palmitique (C16 :0) n'est pas aussi bien absorbé que les autres acides gras libres, à cause de son point de fusion qui est substantiellement voisin de la température corporelle et d'une forte tendance à former des savons de calcium insolubles avec des cations divalents, au pH alcalin du suc intestinal.

#### *1.2.2.2. Rôle des acides gras dans la santé*

Tous les acides gras sont une bonne source d'énergie, car ils possèdent des liaisons riches en énergie. Quand celles-ci sont rompues par action enzymatique, cela libère de l'énergie qui est alors disponible pour les cellules.

- Les acides gras saturés assurent une grande partie de la dépense énergétique. Malheureusement, certains ont le pouvoir d'augmenter le taux du cholestérol sanguin et surtout celui du LDL (le mauvais).
- L'acide oléique est le plus fréquent des acides gras mono-insaturés. Il se trouve dans tous les corps gras.

Il diminue le cholestérol total et les LDL ;

Il augmente en même temps le taux de HDL (le bon cholestérol).

Il se trouve en grande quantité dans l'huile d'olive.

Les acides gras poly-insaturés essentiels interviennent dans :

- tous les processus de reproduction et de croissance, la formation des cellules,
- l'intégrité de la peau,
- les fonctions rénales,
- les réactions inflammatoires, allergiques, vasculaires, immunitaires,
- l'agrégation plaquettaire, premier stade de la coagulation du sang.

Ils jouent donc un rôle protecteur puisque c'est un caillot qui bouche une artère coronaire et crée un infarctus.

### 1.3. Composition de la fraction glycéridique de l'huile de la pulpe de safou

Les huiles extraites de la pulpe de safou ont été très largement analysées ces deux dernières décennies (Silou, 1996 ; Silou et al, 2000, 2002, 2006a, b, c, d ; Mbofung et al, 2002 ; Kapseu et Tchiegang, 1996). Elles présentent une composition qualitative extrêmement stable.

Trois acides gras (P, O, L) impliqués dans 5 TAG majeurs (PPO, POO, PPL, POL, PLL) constituent la quasi-totalité de la fraction glycéridique des lipides de la pulpe de safou (>98%).

La composition quantitative varie aussi bien au niveau des AG que des TAG, mais cette variation est relativement faible, ce qui conduit, de manière globale, à des profils constants des AG et des TAG pour ces lipides à savoir :

- $P > O > L$ , pour les AG ;
- $PPO > POO > PPL > POL > PLL$ , pour les TAG.

L'homogénéité morphologique et chimique des safous d'une cinquantaine d'arbres du District de Boko, établie par Kama Niamayoua (2006), est rendue par les figures 2 et 3.

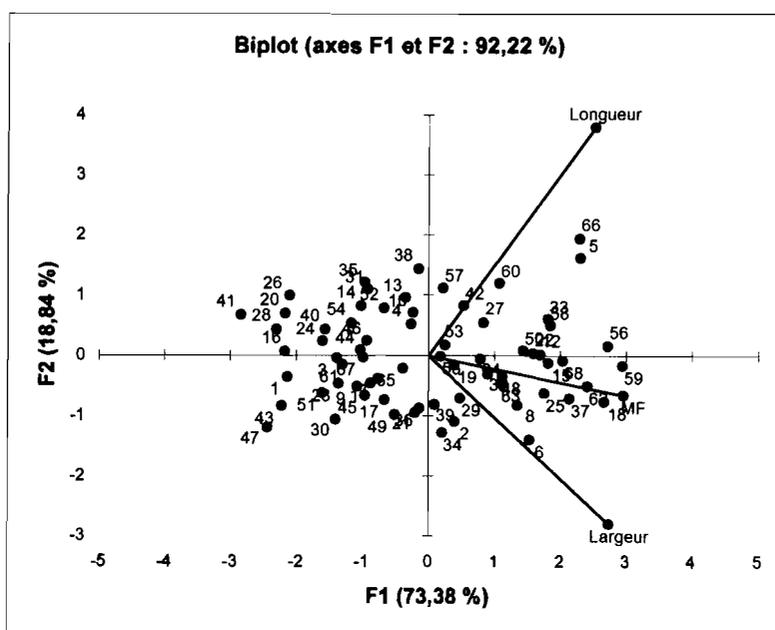


Figure 2 : Structuration des variables (longueur, largeur et masse du fruit ( $M_F$ )) et répartition des safous de 68 arbres du district de Boko, sur le plan principal F1, F2 en analyse en composantes principales.

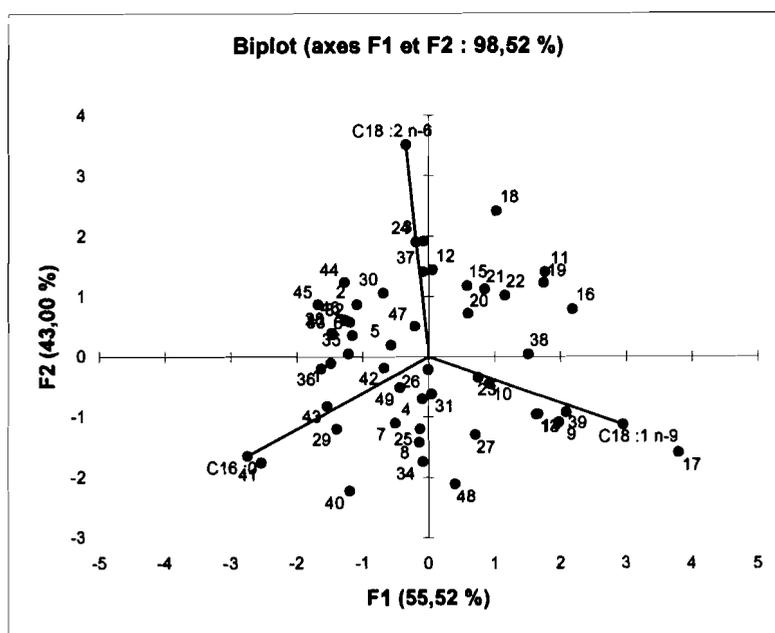


Figure 3 : Répartition des huiles de 49 arbres du district de Boko (Congo Brazzaville) sur le plan principal F1,F2 en analyse en composantes principales en fonction des 3 AG majeurs.

## 2. Fraction insaponifiable

### 2.1. Constituants de l'insaponifiable des corps gras végétaux

On désigne sous ce vocable l'ensemble des constituants d'une matière grasse qui ne réagissent pas avec la potasse ou la soude pour donner des savons et qui, après saponification, restent solubles dans les solvants classiques des corps gras : hexane et oxyde éthylique (Wolff J.P. 1968). Les principaux groupes de constituants que l'on rencontre habituellement dans les insaponifiables végétaux sont les suivants :

- alcools : aliphatiques et terpéniques ;
- pigments : caroténoïdes et chlorophylliens ;
- hydrocarbures : saturés et insaturés ;
- tocophérols ;
- stérols.

#### 2.1.1. Les alcools aliphatiques et terpéniques

Les alcools aliphatiques que l'on rencontre le plus fréquemment dans les corps gras végétaux sont des alcools linéaires saturés monohydroxylés de 8 à 30 atomes de carbone.

Les alcools triterpéniques peuvent être mono, di ou triterpéniques.

### 2.1.2. Les pigments caroténoïdes et chlorophylliens

Suivant la nature de l'huile, on peut avoir soit des pigments caroténoïdes soit des pigments chlorophylliens soit les deux.

### 2.1.3. Les hydrocarbures

La plupart des huiles végétales utilisées en alimentation contiennent des hydrocarbures en proportions variant de 10 à 700 mg pour 100g d'huile.

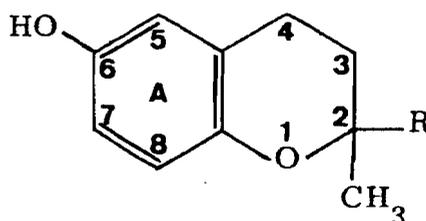
A l'inverse des acides gras, les composants à nombre impair de carbone sont généralement plus abondants que les composés à nombre pair de carbone; ces derniers étant toutefois toujours présents en très faible quantité.

Les hydrocarbures à chaîne ramifiée sont très peu fréquents.

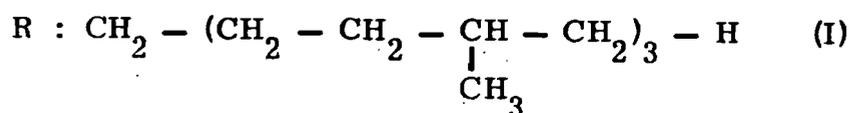
### 2.1.4. Les tocophérols

Les tocophérols dérivent du tocol par substitution de groupes méthyles sur le noyau aromatique.

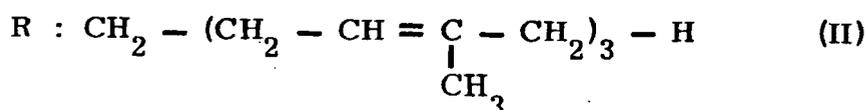
Tocol : 6-hydroxyl-2-méthyl-2-(triméthyl-tridécyl) chromone.



Bien que l'on désigne l'ensemble de ces produits sous le terme générique de tocophérols, les différences de formule portent sur la nature de la chaîne latérale :



(Tocophérols)



(Tocotriénols)

De plus, dans chaque famille il y a des groupes méthyles sur le noyau A en nombres différents selon les produits (tableau III).

Tableau III : Nomenclature des différents composés dérivés du tocol

Substituants du noyau A	Chaîne latérale I	Chaîne latérale II
5, 7, 8 triméthyl	$\alpha$ - tocophérol	$\alpha$ - tocotriénol
5, 8 diméthyl	$\beta$ - tocophérol	$\beta$ - tocotriénol
7, 8 diméthyl	$\gamma$ - tocophérol	$\gamma$ - tocotriénol
8 méthyl	$\delta$ - tocophérol	$\delta$ - tocotriénol

Ces produits ont été signalés pour la première fois dans les corps gras par Evans (1922 et 1936).

On les rencontre principalement dans le règne végétal, les corps gras animaux n'en contiennent que des traces (Cillard J. et al. 1975) (Pennock J.K. 1964).

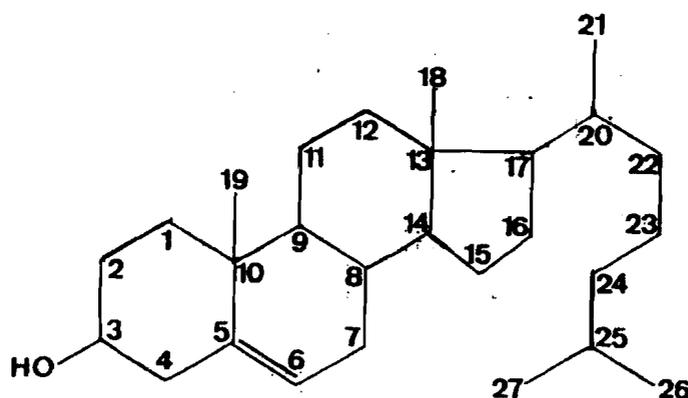
Parmi les huiles végétales connues, qui renferment des quantités notables de tocophérols, on peut citer l'huile de maïs (90 à 520 mg/ 100g) et l'huile de soja (90 à 220 mg/ 100g) (Gutfinger T., Letan A. 1975).

Les tocophérols jouent un rôle très important dans les corps gras par leurs propriétés antioxydantes. Les corps gras insaturés s'oxydent très facilement par fixation de l'oxygène de l'air sur les doubles liaisons. Des composés tels que les tocophérols sont capables, par leur pouvoir réducteur, de fixer l'oxygène plus facilement que les acylglycérols et jouent donc vis-à-vis de ces derniers un rôle protecteur très efficace. Cela explique que les huiles alimentaires qui contiennent des tocophérols se conservent mieux que les corps gras animaux bien que ces derniers soient beaucoup moins insaturés que les huiles végétales.

Des quatre, c'est l' $\alpha$ -tocophérol ou vitamine E qui est doté de l'effet antioxydant le plus puissant.

#### 2.1.5. Les stérols

Le cholestérol peut être représenté par la formule ci-après :



Les stérols que l'on rencontre dans les corps gras dérivent du cholestérol par des substitutions variées sur le carbone 24 et une insaturation plus ou moins importante (tableau IV).

Tableau IV : Stérols les plus couramment rencontrés dans la nature

Nom	Formule brute	Substituant en 24	Nombre de doubles liaisons	Position des doubles liaisons
Cholestérol	$C_{27}H_{46}O$	-	1	5
Ergostérol	$C_{28}H_{44}O$	$CH_3$	3	5-7-22
Brassicastérol	$C_{28}H_{46}O$	$CH_3$	2	5-22
Campestérol	$C_{28}H_{48}O$	$CH_3$	1	5
Stigmastérol	$C_{29}H_{48}O$	$C_2H_5$	2	5-22
$\beta$ - sitostérol	$C_{29}H_{50}O$	$C_2H_5$	1	5
Stigmastanol	$C_{29}H_{52}O$	$C_2H_5$	0	-

Les stérols sont certainement les composés les plus intéressants en quantités dans l'insaponifiable d'une matière grasse :

- 25 à 30 % dans l'huile d'arachide
- 30 % environ dans l'huile de colza
- 42 % dans l'huile de riz
- 40 à 50 % dans l'huile de maïs (Popov A. 1975).

## 2.2. Composition de l'insaponifiable de l'huile de la pulpe de safou

La figure 4 représente, après développement, la plaque CCM/SiO<sub>2</sub> de l'insaponifiable de l'huile de la pulpe de safou dissous dans un minimum de chloroforme (Loemba Ndembi et Silou 2006).

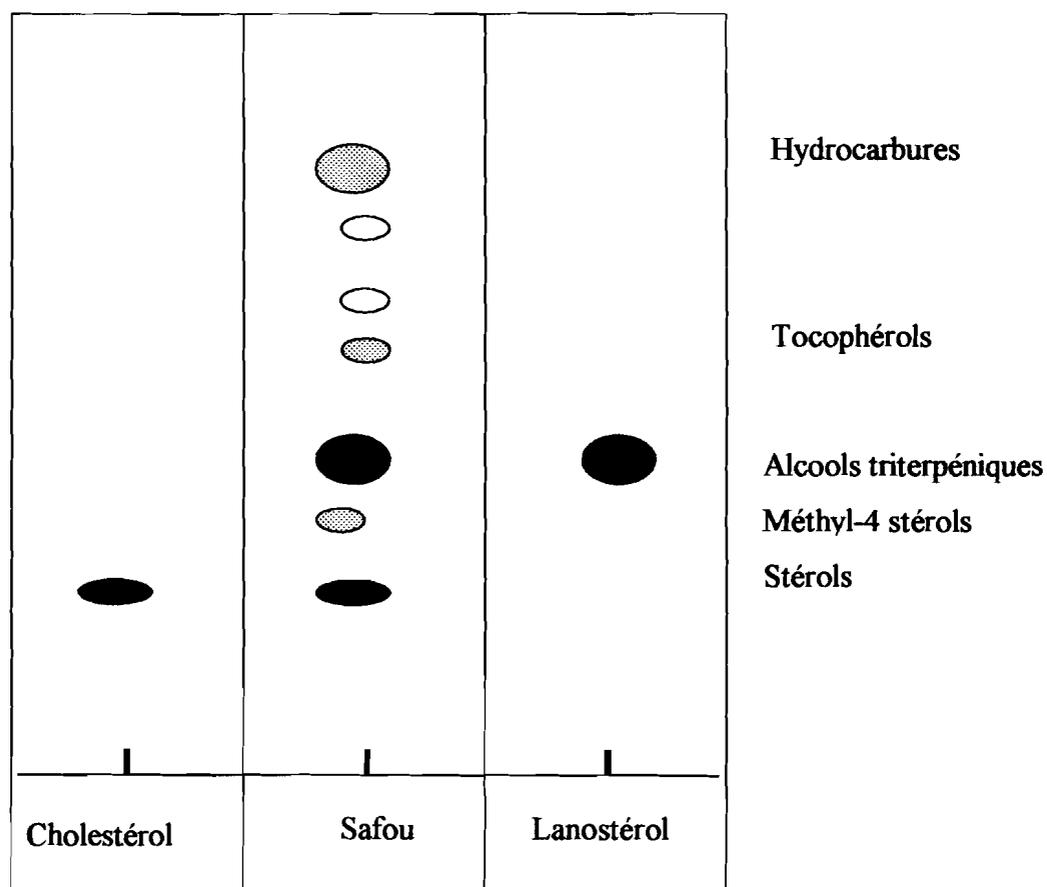


Figure 4 : Chromatogramme sur couche mince de silice de l'insaponifiable de l'huile de la pulpe de safou.

### 2.2.1. Tocophérols

Les tocophérols totaux de l'huile de la pulpe de safou (99 mg/kg d'huile) se répartissent en  $\alpha$  (45,1%),  $\beta$  (13,8%),  $\gamma$  (3,2%) et  $\delta$  (37,9%). Les propriétés vitaminiques et antioxydantes sont assurées principalement par la variété  $\alpha$ .

### 2.2.2. Stérols

Quatre  $\Delta$  methylstérols majeurs ont été identifiés dans l'insaponifiable de l'huile de la pulpe de safou : sitostérol, stigmasterol, isofucostérol et fucostérol et la mise en évidence à des très faibles quantités de 5 autres  $\Delta$  methylstérols qui n'ont pas pu être identifiés.

### 2.2.3. Alcools triterpéniques

Le fractionnement par chromatographie sur couche mince imprégnée de nitrate d'argent, la purification par chromatographie liquide haute performance puis la détermination des structures par résonance magnétique nucléaire de la fraction d'alcools triterpéniques de l'insaponifiable de l'huile de la pulpe de safou nous a permis d'identifier quatre alcools triterpéniques de cette huile ; il s'agit du tirucallol, de l' $\alpha$ -amyrine, du cycloarténol et du glutinol.

Le glutinol est un alcool triterpénique rarement rencontré dans le règne végétal ; sa présence dans l'huile de la pulpe de safou peut être un indice analytique très caractéristique de cette huile (Loemba Ndembi et Silou, 2006).

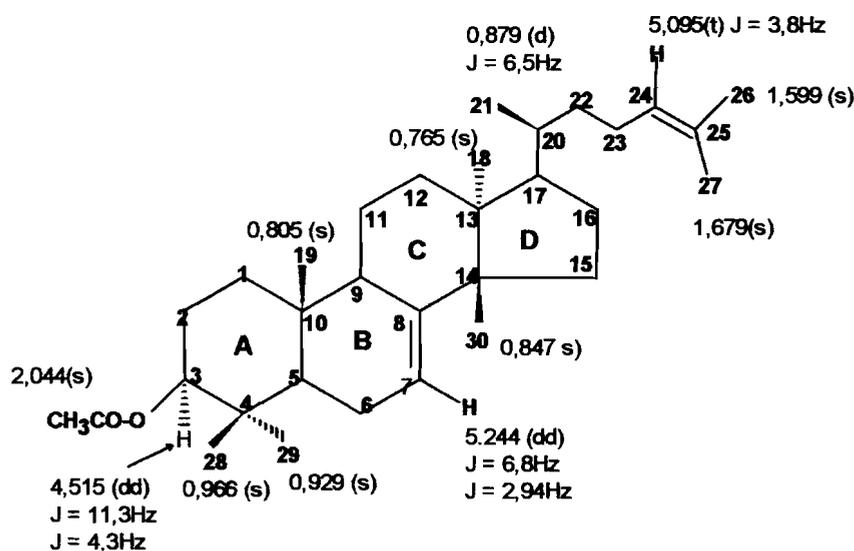


Figure 5: Turicallol

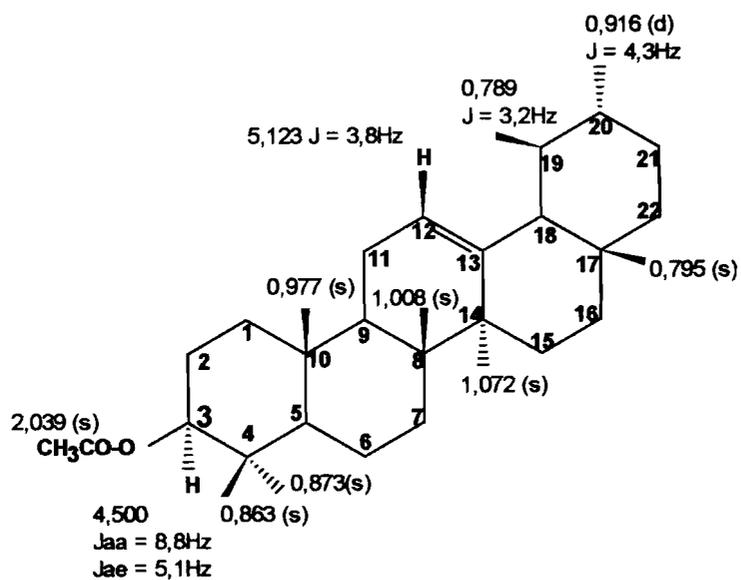


Figure 6 : alpha amyryne

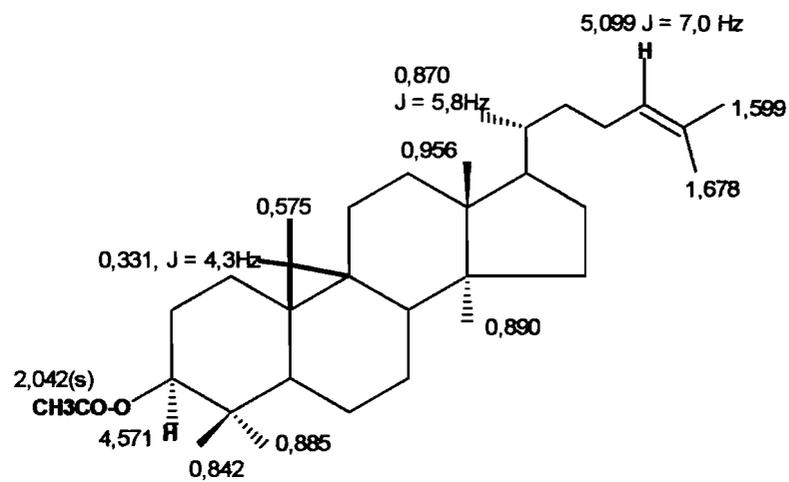


Figure 7 : Cycloarténol

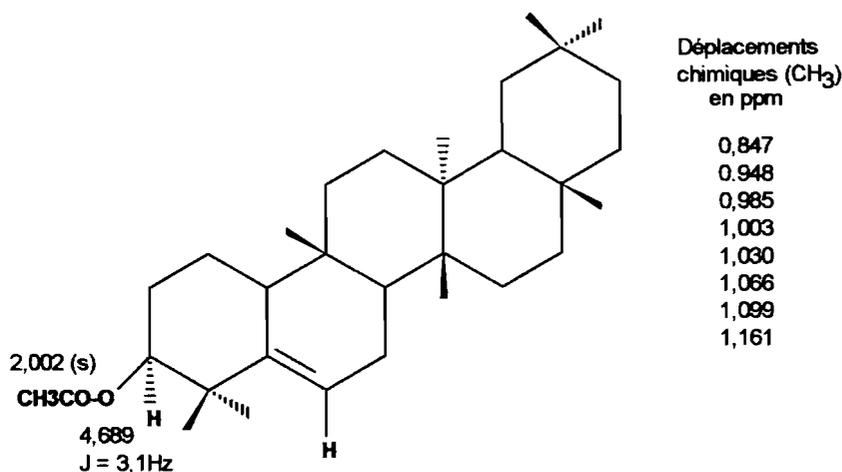


Figure 8 : Glutinol

### III. Technologie des corps gras

#### 1. Extraction

L'industrie des corps gras est concernée par l'obtention des huiles et des graisses à partir des matières premières (substances végétales ou animales). Les huiles végétales sont obtenues principalement : par pression ou à l'aide de solvants ; la combinaison de ces deux méthodes permet d'épuiser quasi totalement la matière première.

#### 2. Raffinage

Les huiles obtenues par pression ou par extraction aux solvants sont rarement utilisables en l'état (exception faite pour les huiles de pression à froid : huile d'olive et huile de noix) car elles présentent généralement une certaine acidité libre (provoquée par une légère hydrolyse des triacylglycérols au cours du stockage des matières premières et de l'extraction des corps gras) ; une couleur peu agréable à l'œil, donc peu commerciale ; et elles contiennent des produits secondaires solubles ou pseudo solubles et qui sont extraits en même temps que les huiles (lécithines ; stérols, tocophérols, sucres, etc.). De plus, au cours de l'obtention et du

stockage, les huiles peuvent s'oxyder et d'autant plus vite que les acides gras qui les constituent sont insaturés. Enfin elles peuvent contenir certains métaux lourds (Fe, Cu, etc...) et des traces de pesticides provenant du traitement des matières premières.

Le raffinage a pour but d'éliminer tout ou une partie des ces composés plus ou moins indésirables afin de proposer au consommateur une huile de bonne qualité. C'est une suite d'opérations qui comprend les étapes suivantes :

- Délécithination (ou déémucilagination) : élimination des phosphatides ; des sucres et métaux (partielle).
- Neutralisation : élimination des acides gras libres, des composés oxydés (partielle) et des colorants (partielle).
- Blanchiment (ou décoloration) : élimination des colorants, des composés oxydés, des métaux et des polycycliques.
- Désodorisation : élimination des matières odorantes, des pesticides, des acides gras libres résiduels, des matières colorantes et des glycérides partiels (monoglycérides).

Le raffinage peut être complet ou partiel.

## CHAPITRE II

### MODELISATION DE L'EXTRACTION DE L'HUILE DE LA PULPE DE SAFOU

#### I. INTRODUCTION

La teneur en huile dans un végétal varie avec la méthode d'extraction utilisée pour l'obtention d'huile (figure 9).

La méthode normalisée est basée sur l'extraction à l'hexane dans un soxhlet (AFNOR, 1981).

Toutefois pour des études systématiques impliquant un nombre élevé d'échantillons, cette méthode est coûteuse et peu pratique. C'est ainsi que se sont développées des méthodes rapides et simples d'évaluation de la teneur en huile des échantillons végétaux ; c'est le cas du dosage réfractométrique des huiles dont les résultats sont ensuite comparés aux valeurs des teneurs en huile obtenues à l'aide des méthodes directes d'extraction.

Le dosage réfractométrique de l'huile précède l'étude de l'extraction au soxhlet. En effet, toute optimisation de l'extraction suppose qu'on ait au préalable choisi la matière première qui présente le maximum d'huile. Ceci suppose un screening rapide de la teneur en huile sur le nombre d'échantillons élevé.

Nous avons donc voulu adapter au safou l'évaluation réfractométrique de la teneur en huile mise au point sur l'avocat (Lewis *et al.*, 1978, Lozano *et al.*, 1982).

Cette partie du travail concerne d'une part l'établissement des droites d'étalonnage en réfractométrie représentant la variation de la teneur de solutions naphtaléniques d'huile en fonction de leurs indices de réfraction et, d'autre part, l'évaluation de l'écart entre la valeur estimée, ainsi obtenue, et la valeur réelle, pour permettre les corrections nécessaires.

Les abaques sont établis pour 5 huiles brutes locales et 6 huiles importées.

La fiabilité de la méthode est testée avec des pulpes séchées de safou.

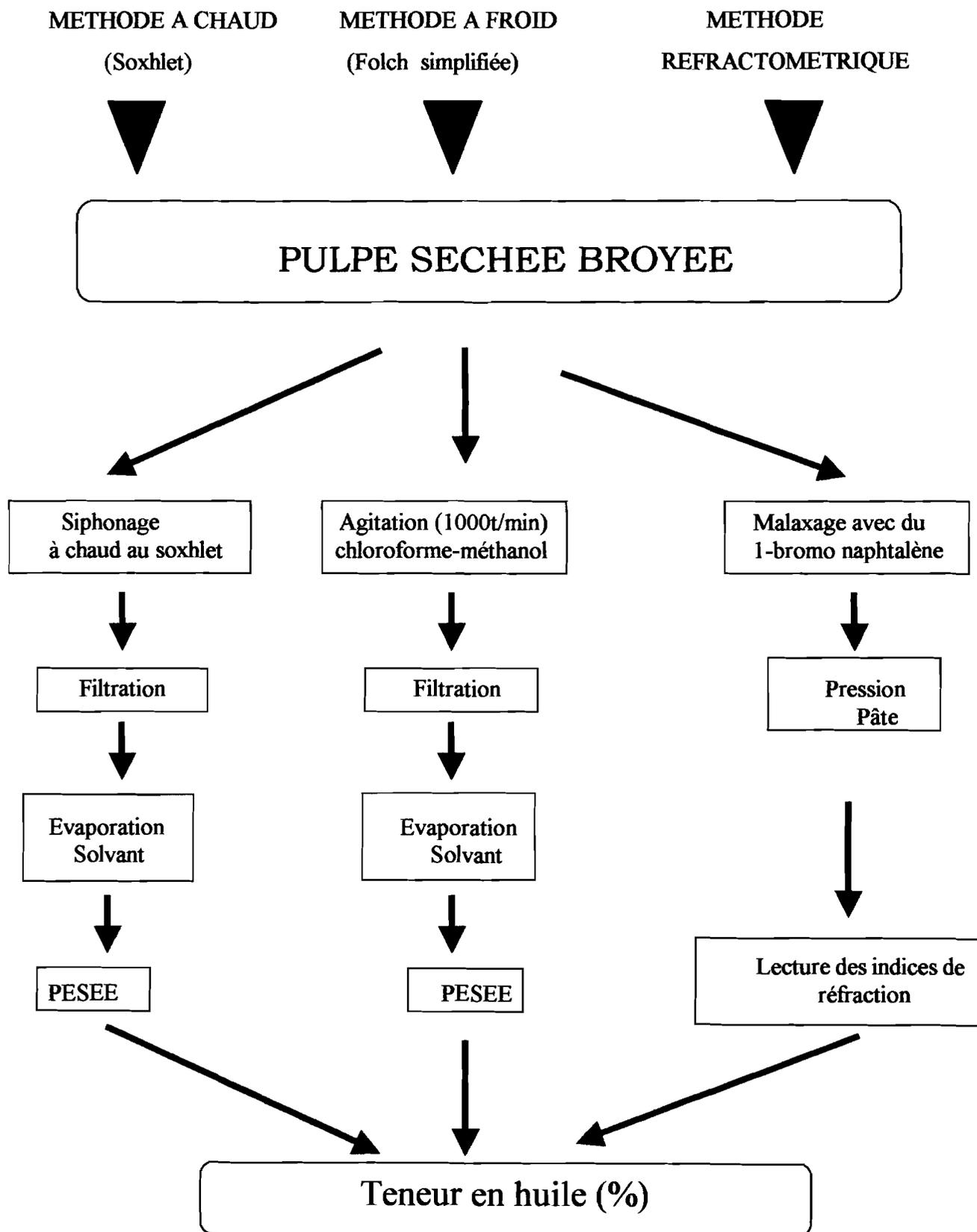


Figure 9 : Schéma des différentes méthodes de détermination de la teneur en huile

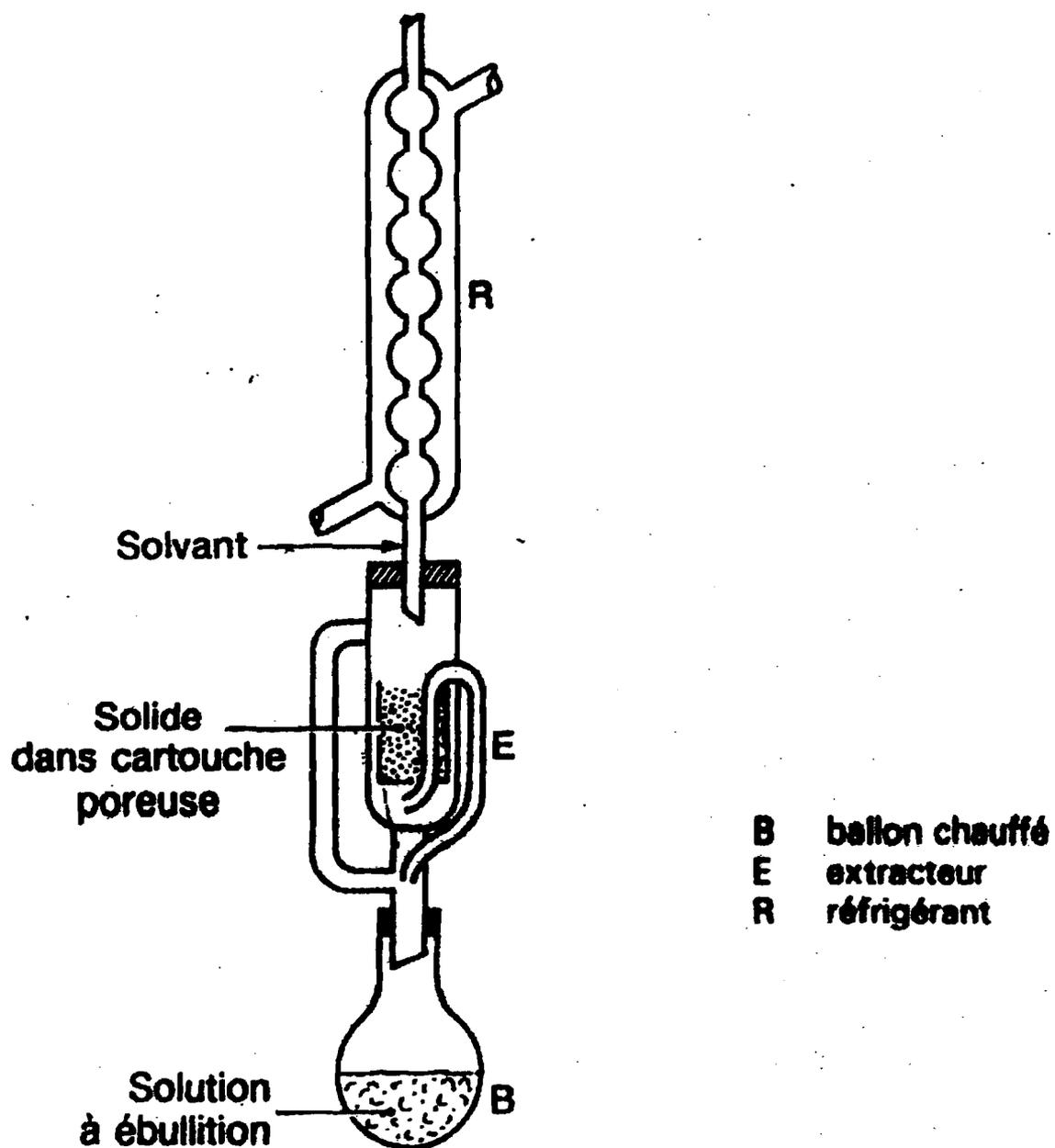


Figure 10 : Appareil de soxhlet pour l'extraction au solvant

Après avoir réalisé le repérage de fruits de bonne teneur en huile, nous avons choisi de conduire l'optimisation sur des échantillons présentant une teneur convenable en huile (30-60%).

Nous avons alors identifié les principaux facteurs pouvant influencer le rendement d'extraction.

Les facteurs identifiés sont :

- le temps d'extraction,
- la température,
- le facteur de division de la matière végétale,
- le taux d'humidité de la matière végétale,
- le rapport masse de l'échantillon sur le volume du solvant,
- la nature du solvant,
- le taux de récupération

Trois facteurs ont été retenus pour cette étude : le temps d'extraction, le rapport masse de l'échantillon sur le volume du solvant et la nature du solvant, tout en utilisant naturellement l'échantillon végétal à l'état de poudre qui nous semble le plus approprié pour obtenir un bon rendement.

La température d'ébullition de chaque solvant est utilisée comme facteur de température.

Ce deuxième volet de travail concerne notre contribution dans l'optimisation de l'extraction de l'huile de la pulpe de safou de façon à disposer des valeurs de référence pour calculer le rendement du procédé d'extraction à la presse qui lui aussi est en cours d'optimisation au laboratoire.

L'étude de l'influence de ces facteurs sur le processus d'extraction est suivie de l'évaluation de la qualité de l'huile obtenue.

## **II. MATERIEL ET METHODES**

### **1. Matériel végétal**

L'huile de la pulpe de safou (*Dacryodes edulis*) étudiée a été extraite de safou « tout venant » du verger de la Société Nationale de Reboisement (SNR) à Pointe-Noire, Congo Brazzaville.

Les huiles de mbyaka (*Raphia laurentii*) et kolo (*Raphia sese*) ont été achetées au marché de Ouenzé à Brazzaville.

La graisse de péké (*Irvingia gabonensis*) a été extraite des graines achetées au marché de Ouenzé à Brazzaville (Silou *et al*, 2004).

La graisse de karité (*Butyrospermum parkii*) a été aimablement fournie par l'association DONAVAL de Bangui, Centrafrique.

Les huiles importées ont été achetées dans un " grand magasin " à Pointe – Noire ; il s'agit des huiles d'olive extra vierge (Lesieur, Neuilly, France), de soja (Lesieur Neuilly, France), d'arachide (Bouton d'or, Chaulnes, France), de Tournesol (Lesieur Neuilly, France), de maïs (Lesieur, Neuilly, France) et de pépins de raisin (Bouton d'or, Chaulnes, France).

## **2. Détermination réfractométrique de la teneur en huile ; tracés des abaques.**

Les indices de réfraction (n) sont mesurés à l'aide d'un réfractomètre d'Abbe thermostaté au dixième de degré près et permettant une lecture d'indice à  $10^{-4}$  unités. Des solutions de concentration croissante en huile dans du 1-bromo naphthalène (0 – 100%) ont servi à la construction des abaques du type % huile = f(n).

Une quantité de 2,0 g de pulpe séchée et broyée (teneur en eau inférieure ou égale à 15%) est malaxée dans 4,0 g de 1-bromo naphthalène ( $n=1,6535$  à  $25^{\circ}\text{C}$ ). La solution obtenue conduit à un indice de réfraction moyen sur trois déterminations. Avec la courbe d'étalonnage en fonction des indices de réfraction de l'huile, on déduit la teneur en huile dans la solution.

## **3. Extraction de l'huile de la pulpe de safou au soxhlet**

L'huile est extraite de 40 g (au dg près) de pulpe séchée et broyée de safou, pendant 6 h dans un soxhlet, avec 350 mL avec les solvants organiques suivants :

- 1,1,1- trichloroéthane (densité 1,29-1,35 ; température d'ébullition :  $74-76^{\circ}\text{C}$ )
- chloroforme (densité 1,47-1,49 ; température d'ébullition :  $61^{\circ}\text{C}$ )
- hexane (densité 0,66 ; température d'ébullition :  $78^{\circ}\text{C}$ )
- éther de pétrole (densité 0,63-0,64 ; température d'ébullition :  $35-60^{\circ}\text{C}$ )
- méthanol (densité 0,79 ; température d'ébullition :  $65^{\circ}\text{C}$ )
- chloroforme-méthanol (2 :1 v/v, solvant de Folch).

Le solvant de l'extrait est ensuite évaporé sous vide.

## **4. Extraction par la méthode soxhlet modifiée**

Des enveloppes en papier Joseph contenant 10 g de pulpe de safou sont pesées (au dg près) et placées dans un soxhlet ; l'huile contenue dans la pulpe est extraite selon la procédure classique avec 350 mL d'hexane pendant 6 heures. Après extraction, les enveloppes contenant la pulpe déshuilée sont séchées à l'étuve à  $103^{\circ}\text{C}$  pendant 12 heures; la quantité d'huile est déterminée par différence.

## 5. Extraction par la méthode Folch modifiée

Une quantité de 30 g de pulpe séchée de safou, préalablement broyée, sont mélangés à 100 mL d'un solvant chloroforme-méthanol (2 :1, v/v). Le mélange est homogénéisé à l'aide d'un agitateur magnétique à 1000 tours/minute pendant 24 h. Ce mélange est ensuite filtré et le tourteau résiduel rincé avec 50 mL du solvant de Folch. Après évaporation du solvant et séchage de l'huile à l'étuve à 80°C pendant 24 heures, on détermine la teneur en huile (Daspugta *et al*, 1992).

## 6. Modélisation de l'extraction par la méthode des plans d'expériences

### 6.1. Plan factoriel $2^3$

Cette méthode, mise au point au début du siècle dernier, dans les années 1920, par Ronald A. Fisher, dans le cadre des études agronomiques, a pris un essor considérable avec le développement de l'informatique.

La méthode par essai, unique méthode d'optimisation utilisée à cette époque, consiste en la mesure d'une grandeur  $Y$  (appelée réponse) pour plusieurs valeurs de la variable  $X_i$  (appelée facteur) tout en laissant fixes les  $n-1$  autres valeurs de variables et on répète l'opération pour chacune des variables ; ce qui conduit à un nombre élevé d'expériences à effectuer. L'utilisation d'un plan d'expériences à travers une stratégie dans le choix des méthodes d'expérimentation appropriées permet ainsi de réduire le nombre d'expériences à effectuer sans préjudice pour la qualité des résultats recherchés.

La méthode des plans d'expériences utilise une expérimentation factorielle, c'est à dire une variation simultanée de tous les facteurs. L'influence de chaque facteur est alors mesurée par le calcul de ses effets principaux et d'interaction.

Les variables répertoriées qui influent sur le rendement de l'extraction de l'huile sont : la durée, la température, l'état de division de la matière végétale, la teneur résiduelle en eau de la pulpe, la masse de l'échantillon, le solvant, le volume de solvant .

Un modèle avec 7 variables, même dans le cas d'un modèle du premier degré, nécessiterait  $2^7$  expériences soit 128 expériences (Goupy, 2001).

A des fins d'allègement de l'expérimentation, 4 variables : le solvant (hexane), le volume de solvant ( 250 mL), la masse de l'échantillon (50 g), la température (celle d'ébullition de l'hexane) sont maintenus constants, ce qui ramène l'expérience aux 3 variables suivantes :

- $X_1$ = état de division de la pulpe de safou
- $X_2$ = teneur résiduelle en eau de la pulpe de safou
- $X_3$ = durée de l'extraction.

Le rendement  $Y$  de l'extraction d'huile de la pulpe de safou dépend des variables  $X_1, X_2, X_3$ ; ce qui se traduit mathématiquement par :

$$Y = f(X_1, X_2, X_3)$$

avec :

$Y$  : rendement ou réponse ;

$f$  : la fonction de réponse ;

$X_1, X_2, X_3$ , variables ou facteurs.

L'expérimentation consiste donc à mettre en évidence les effets de certains facteurs sur la réponse.

En fin de compte on doit répondre à la double interrogation suivante : un facteur a-t-il un effet spécifique donné sur la réponse et quelle relation existe-t-il entre ce facteur et la réponse.

Le plan factoriel à deux niveaux tel que développé par Davies (1954) semble suffisamment adapté à la résolution de ce type de problème et il a l'avantage de ne faire appel qu'à des connaissances mathématiques très élémentaires (Ortigosa, 1993).

La formule générale du nombre ( $N$ ) d'expériences pour un plan factoriel complet est :

$$N = 2^k, \text{ avec } k, \text{ le nombre de variables du plan factoriel.}$$

$$\text{Si } k = 3, \quad N = 2^k = 2^3 = 8 \text{ expériences}$$

Pour construire la matrice d'expériences (tableau V), on définit :

- des variables réduites  $x_i$  tel que :

$$x_i = (X_i - X_{i0}) / \Delta X$$

avec  $(X_{i0})$  = la valeur de base, valeur au centre du domaine expérimental (niveau 0),

$\Delta X$  : le pas de variation = l'unité de variation des variables

- et les 2 niveaux de variables : le niveau haut (+1) et le niveau bas (-1)

Tableau V : Matrice d'expériences

$x_1$	$x_2$	$x_3$
-1	-1	-1
+1	-1	-1
-1	+1	-1
+1	+1	-1
-1	-1	+1
+1	-1	+1
-1	+1	+1
+1	+1	+1

Le domaine d'étude est ainsi remplacé par le domaine  $(-1, +1)$  et les 8 réponses décrites par la matrice sont réalisées après randomisation.

Pour un modèle du premier degré avec interactions, les points représentatifs d'un plan d'expériences à trois variables sont situés dans un espace à 3 dimensions (un cube).

Tableau VI : Matrice des effets

Numéro de l'essai	Moyenne	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>	X <sub>1</sub> X <sub>2</sub>	X <sub>1</sub> X <sub>3</sub>	X <sub>2</sub> X <sub>3</sub>	X <sub>1</sub> X <sub>2</sub> X <sub>3</sub>
1	+	-	-	-	+	+	+	-
2	+	+	-	-	-	-	+	+
3	+	-	+	-	-	+	-	+
4	+	+	+	-	+	-	-	-
5	+	-	-	+	+	-	-	+
6	+	+	-	+	-	+	-	-
7	+	-	+	+	-	-	+	-
8	+	+	+	+	+	+	+	+

La fonction de réponse correspondante est un polynôme du premier degré par rapport à chacun des facteurs pris indépendamment. Elle se note :

$$y = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_{12}X_1X_2 + b_{13}X_1X_3 + b_{23}X_2X_3 + b_{123}X_1X_2X_3$$

Le modèle mathématique associé au plan factoriel étant établi avec les variables centrées et réduites, les coefficients du polynôme ont alors, une signification très simple : moyenne,  $b_0$  ; effets principaux,  $b_i$  ; interactions  $b_{ij}$ , et  $b_{ijk}$  (Goupy, 2001).

L'estimation des coefficients est faite selon les calculs ci-après et donnée par la matrice des effets (tableau VI).

$$b_0 = 1/8 [y_1 + y_2 + y_3 + y_4 + y_5 + y_6 + y_7 + y_8]$$

$$b_1 = 1/8 [-y_1 + y_2 - y_3 + y_4 - y_5 + y_6 - y_7 + y_8]$$

$$b_2 = 1/8 [-y_1 - y_2 + y_3 + y_4 - y_5 - y_6 + y_7 + y_8]$$

$$b_3 = 1/8 [-y_1 - y_2 - y_3 - y_4 + y_5 + y_6 + y_7 + y_8]$$

$$b_{12} = 1/8 [y_1 - y_2 - y_3 + y_4 + y_5 - y_6 - y_7 + y_8]$$

$$b_{13} = 1/8 [y_1 - y_2 + y_3 - y_4 - y_5 + y_6 - y_7 + y_8]$$

$$b_{23} = 1/8 [y_1 + y_2 - y_3 - y_4 - y_5 - y_6 + y_7 + y_8]$$

$$b_{123} = 1/8 [-y_1 + y_2 + y_3 - y_4 + y_5 - y_6 - y_7 + y_8]$$

## 6.2. Plan composite centré

Le modèle utilisé est celui du second degré avec deux variables :

- $X_1$  = rapport masse de matière végétale / volume de solvant
- $X_2$  = temps de réaction ou durée d'extraction.

La fonction réponse  $Y$  = pourcentage d'huile extraite.

L'expression mathématique de la fonction réponse est de la forme :

$$a_0 + a_1X_1 + a_2X_2 + a_{12}X_1X_2 + a_{11}X_1^2 + a_{22}X_2^2$$

Le nombre d'expériences est donné par l'expression :

$$N = N_F + N_A + N_0 = 2^2 + 2 \times 2 + 3 = 11$$

$N_F$  = nombre d'expériences par rapport au nombre de variables,

$N_A$  = nombre d'expériences par rapport au pas de variation,

$N_0$  = nombre d'expériences au centre de la matrice.

Le tableau VII : Points de base et leurs pas de variation des variables.

Variables	$X_1$	$X_2$
Point de base	45g / 250 ml	80 min
Pas de variation	25g / 250 ml	30 min

Les niveaux des variables sont résumés dans le tableau VIII :

Tableau VIII : Niveaux des variables

Niveau des variables	Variable $X_1$	Variable $X_2$
Niveau au centre (0)	45g / 250 ml	80 min
Niveau bas (-1)	20g / 250 ml	50 min
Niveau haut (+1)	70g / 250 ml	110 min
Niveau bas extrême ( $-\alpha$ )	9,65g / 250 ml	37,58 min
Niveau haut extrême ( $+\alpha$ )	80,35g / 250 ml	122,42 min

La matrice d'expériences qui détermine le plan d'expériences est présentée dans le tableau IX;

Tableau IX : Matrice d'expériences

Expérience	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>
1	-1	-1
2	+1	-1
3	-1	+1
4	+1	+1
5	- $\alpha$	0
6	+ $\alpha$	0
7	0	- $\alpha$
8	0	+ $\alpha$
9	0	0
10	0	0
11	0	0

Le plan d'expériences qui est la traduction des variables réduites en variables réelles est présenté par le tableau X

Tableau X : Plan d'expériences

Expérience	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	Y
1	20g/ 250 ml	50 min	
2	70g/ 250 ml	50 min	
3	20g/ 250 ml	110 min	
4	70g/ 250 ml	110 min	
5	9,65g/ 250 ml	80 min	
6	80,35g/ 250 ml	80 min	
7	45g/ 250 ml	37 min 58"	
8	45g/ 250 ml	122 min 42"	
9	45g/ 250 ml	80 min	
10	45g/ 250 ml	80 min	
11	45g/ 250 ml	80 min	

## 7. Analyse des acides gras par chromatographie en phase gazeuse des huiles locales

Les esters méthyliques obtenus par transestérification basique, sont analysés par chromatographie en phase gazeuse (CPG) sur un appareil Perichrom (SAULX-les-CHARTREUX, France), Type PERI 2000, équipé d'une colonne capillaire de verre de 30 m de long et 0,4 cm de diamètre intérieur, imprégnée de carbowax 20M (Applied Science labs, State

Collège, PA, USA). L'analyse est faite à une température constante de 195°C avec un débit d'azote de 3 ml/min sous une pression de 0,5 bar. L'appareil est muni d'un injecteur à 220°C et d'un détecteur à ionisation de flamme à 215°C (Kinkéla, 2003).

#### **8. Détermination de la composition quantitative en triacylgcérols (TAG) des huiles brutes locales.**

Les TAG purifiés (0,4 g d'échantillon dans 10 ml de dichloroéthane) sont analysés par chromatographie liquide à haute performance (CLHP) en phase inverse à l'aide d'une colonne en acier inoxydable de 250 mm de longueur, de 4,6 mm de diamètre intérieur remplie de silice (4µm de diamètre) greffée de radicaux octadecyl (Hibar Lichrospher 100 CH-18) de chez Merck. La colonne est montée sur l'appareil Waters 717 Plus Autosampler, qui est muni d'un réfractomètre différentiel Waters 996 Photodiode Array Detector (Waters, Milford, MA, USA). Les conditions d'analyses sont les suivantes : analyse isocratique, à température ambiante (21°C), à l'aide d'une phase mobile acétone – acétonitrile (47:33, en volumes) avec un débit de 1 ml / min (Kinkéla, 2003).

L'acquisition des données (aire des pics, pourcentage pondéral des TAG), s'est faite à l'aide du logiciel Azur v2, 0 (Datalys, Saint-Martin d'Hères, France).

#### **9. Analyse qualitative des triacylgcérols des huiles importées.**

Les triacylgcérols de 5 des 6 huiles importées étudiées ont été analysés par chromatographie liquide à haute performance (CLHP) en phase inverse.

La chaîne comprend : une pompe HP 1050 (Hewlett Packard, Palo- Alto, CA, Etats-Unis), une vanne d'injection Rhéodyne modèle 7125 avec une boucle de 20µl (Rhéodyne, Cotati, CA, Etats-Unis), un détecteur évaporatif à diffusion de lumière Sedere Sedex 75 (Sedere, Alfortville, France). La température de la colonne est contrôlée à l'aide d'un four Crococal (Cluzeau, Sainte-Foy-la-Grande, France) à circulation d'eau régulée par un thermostat -cryostat Julabo UC FIO (Touzart et Matignon, Les Ulis, France). L'acquisition des données s'est faite à l'aide du logiciel Azur v2, 0 (Datalys, Saint-Martin d'Hères, France).

Toutes les analyses ont été menées à 20°C avec la colonne suivante : Kromasil Cig (5 mg) 250 x 4.6 mm (Thermo Quest, Les Ulis, France). La phase mobile est un mélange binaire optimisé MeCN/CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> (63/37 v/v) avec un débit de 1ml/min (Héron, 1994). Les paramètres du détecteur ont été optimisés et sont les suivants: T = 37°C, P : 3,5 bars, Gain 7 -11, constante de temps = 1.

L'acétonitrile (Acros, New Jersey, USA) et le dichlorométhane (Carlo Erba, Rodano, Italie) sont de qualité grade HPLC.

## **10. Traitements statistiques.**

La statistique descriptive et les représentations graphiques ont été réalisées sur Excel 8.0 de Microsoft.

La modélisation de l'extraction et de la décoloration a été réalisée sur NEMRODW (lprai@nemrodw.com).

## **III. RESULTATS EXPERIMENTAUX**

### **1. Dosage refractométrique des lipides dans la pulpe de safou**

#### ***1.1. Caractérisation des huiles et graisses étudiées.***

Nous avons caractérisé l'état physique des huiles et graisses étudiées et déterminé leur composition en AG et/ou en TAG.

Ces huiles et graisses ont été choisies suffisamment différentes pour tester la généralité de la loi de variation de la teneur des solutions naphthaléniques des huiles en fonction de leur indice de réfraction.

##### ***1.1.1. Huiles et graisses brutes locales***

Le tableau XI regroupe les données relatives aux huiles et graisses brutes locales.

Trois des cinq matières grasses étudiées sont à l'état semi solide. Pour ces échantillons, on observe un dépôt solide plus ou moins important dans une phase liquide qui est majoritaire à une température comprise entre 20 et 30° C.

Ce sont les huiles de safou, de mbayaka et de kolo. Leur teneur en acides palmitique (C16:0), oléique (C18:1 n-9) et linoléique (C18:2 n-6) représentant plus de 90% des acides gras totaux pourrait expliquer ce comportement qui rappelle celui de l'huile de palme.

Les matières grasses extraites du karité et d'irvingia sont solides.

La graisse d'irvingia est riche en acides gras saturés (C12:0 et C14:0) tandis que celui de karité, constitué essentiellement des acides gras en C18 contient à parts presque égales un acide gras saturé (C18:0) et un acide gras mono insaturé (C18:1 n-9).

L'huile de mbayaka est très colorée en rouge. La couleur de l'huile de safou va du vert olive au vert foncé. Ceci découle probablement de la présence des colorants caroténoïdes pour la première et chlorophylliens pour la seconde.

L'huile de kolo est jaune pâle.

Les beurres de karité et d'irvingia sont de couleur blanc jaunâtre.

Tableau XI : Caractéristiques physiques et chimiques des huiles et graisses brutes locales.

Huiles	Safou	Mbayaka	Kolo	Karité	<i>Irvingia</i>
Etat physique (20-30°C)	semi-liquide	semi-liquide	semi-liquide	solide	solide
Couleur	vert olive	rouge vif	jaune-pâle	blanc-jaunâtre	blanc-jaunâtre
% huile (M.S.)	43,2	32,0	30,0	n.d.	68,3
<b>AG</b>					
C10 : 0	-	-	-	-	2,07
C12 : 0	-	-	-	-	43,39
C14 : 0	-	-	-	-	45,36
C16 : 0	49,00	47,20	37,90	2,75	4,20
C18 : 0	2,70	2,30	9,00	41,24	2,60
C18 : 1	37,00	38,80	14,30	53,31	0,90
C18 : 2	10,00	16,70	37,30	2,41	-
C18 : 3	0,40	0,70	0,70	-	-
C20 : 0	0,10	0,20	0,20	0,30	-
<b>TAG</b>					
PLL	6,60	15,40	19,00	-	-
POL	13,50	28,60	21,00	-	-
PPL	18,60	33,70	45,40	n.d.	n.d.
SOL		6,20	tr	-	-
POO	24,30	5,80	tr	-	-
PSL		10,10	7,60	-	-
PPO	36,30	-	7,0	-	-

nd : non déterminé

### 1.1.2. Huiles importées

De composition généralement connue (tableau XII), les huiles importées n'ont été soumises qu'à l'analyse qualitative des TAG.

Tableau XII : Composition moyenne en acides gras des huiles importées (Mordret et Helme, 1975).

Acides gras	HUILES					
	Olive	Soja	Arachide	Tournesol	Maïs	Pépins de raisin
C16 : 0	17,3	10,7	9,8	6,6	7,1	7,1
C16 : 1	2,1	-	-	tr	-	0,4
C18 : 0	2,0	4,0	3,8	4,5	2,2	5,1
C18 : 1 n-9	62,1	24,3	60,1	26,4	28,9	15,8
C18 : 2 n-6	15,0	53,5	20,1	60,8	55,0	70,6
C18 : 3 n-3	1,0	7,4	-	-	1,5	-
C20 : 0	tr	-	1,5	tr	1,0	-
C20 : 1	tr	-	1,4	tr	-	-
C22 : 0	-	-	2,8	tr	-	-
C24 : 0	-	-	1,3	-	-	-

La figure 11 représente les chromatogrammes enregistrés sur un appareil de CLHP muni d'un détecteur évaporatif à diffusion de lumière (DEDL). Cette technique, qui étudie l'huile à l'état naturel, c'est-à-dire sans modification chimique préalable, conduit à des structures des TAG très proches de cet état naturel. De plus elle conduit à une très bonne résolution des pics sur le chromatogramme. Les acides palmitique, stéarique, oléique, linoléique et linoléique sont notés respectivement : P, S, O, L et Ln.

L'huile la plus simple est celle d'olive avec 2 TAG majeurs : OOL et POL.

Les 4 autres huiles étudiées présentent 5 à 6 TAG majeurs :

- Huile de soja : OLnLn, LLL, OLL, PLL, OOL, POL.
- Huile d'arachide: OLL, OOL, POL, OOO, POO.
- Huile de maïs: LLL, OLL, PLL, OOL, POL.
- Huile de pépins de raisin : LLL, OLL, PLL, OOL, SLL, POL.

Ces huiles sont totalement liquides, limpides et très peu colorées ; leur couleur varie du vert-olive au jaune pâle. L'ensemble des huiles étudiées peuvent être considérées comme suffisamment représentatives de l'état physique et de la composition des huiles et graisses alimentaires couramment rencontrées.

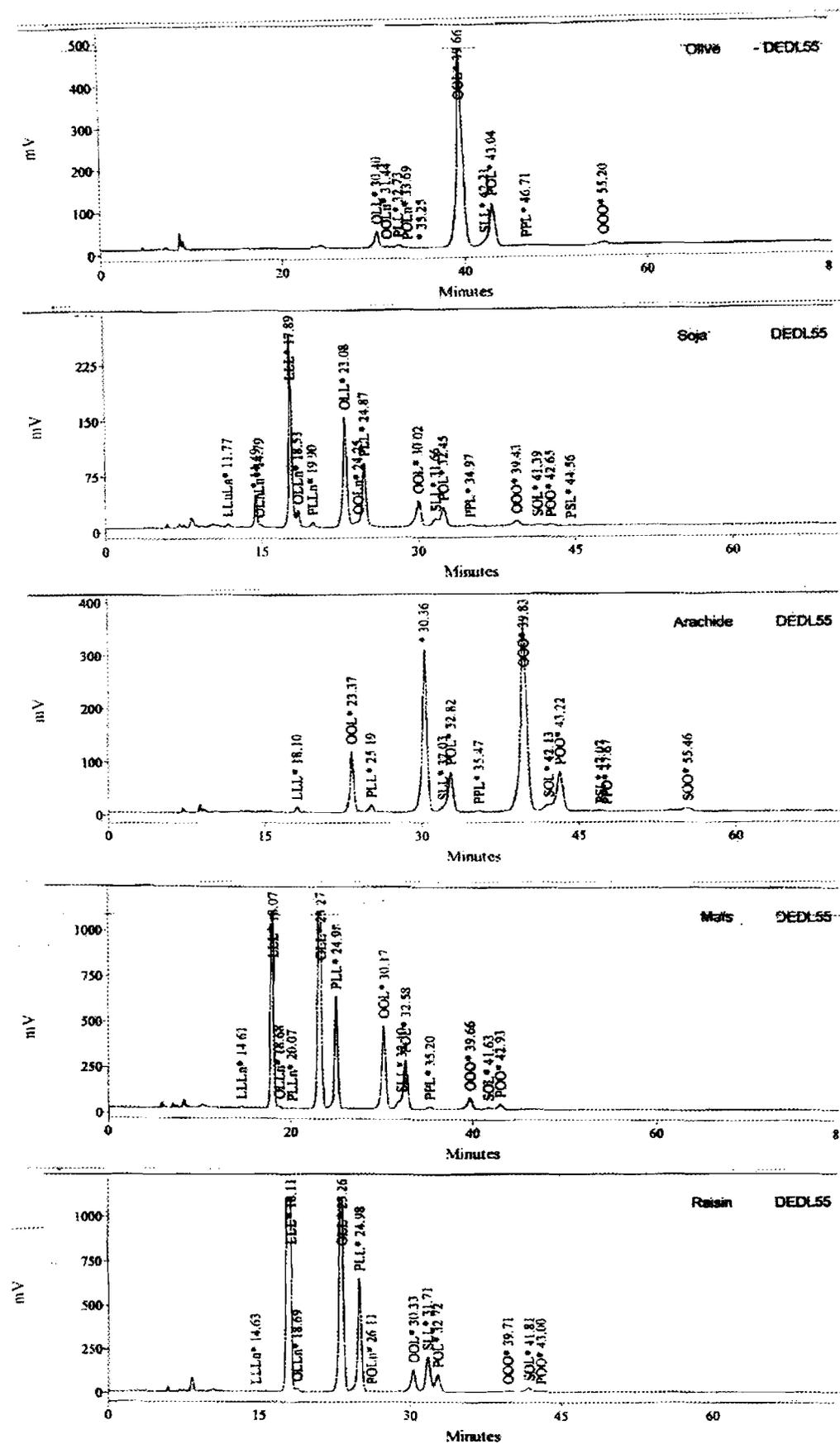


Figure 11 : Chromatogrammes des TAG par CLHP des huiles importées.

## 1.2. Variation de l'indice de réfraction

On sait que l'indice de réfraction  $n$  d'une solution varie linéairement avec sa concentration  $C$  suivant la loi :

$$n = n_0 + KC$$

$n_0$  est l'indice de réfraction du solvant et  $K$  la constante de proportionnalité dépendant de la température.

Cette loi étant suivie par les huiles en solution dans les solvants organiques, il est possible de déterminer, à partir d'une courbe d'étalonnage, la teneur en huile d'une solution inconnue résultant de l'extraction d'huile dans un fruit ou une graine avec un solvant organique approprié.

Dans la pratique, pour des raisons de commodité (Lewis et al, 1978 ; Lozano et al, 1982), on utilise la relation suivante :

$$C = an + b$$

$a$  et  $b$  sont les constantes empiriques et  $C$ , la teneur exprimée en % (m/m).

Mais cette formulation, trop simplificatrice du phénomène est loin d'être admise par tous, pour l'avocat tout au moins.

En effet, si Porter (1947) observe expérimentalement une variation linéaire des indices des solutions naphthaléniques d'huile de la pulpe d'avocat, Lewis et al (1978) par contre mettent en évidence une variation curviligne.

Lozano et al (1982) approfondissant ces derniers travaux, constatent qu'une corrélation polynomiale du 3<sup>e</sup> degré permet un meilleur ajustement de la courbe d'étalonnage avec un coefficient de 0,99995 contre 0,9997 pour la régression linéaire. Toutefois, ce gain de précision sur la courbe d'étalonnage n'a pas de répercussion significative sur les valeurs de la teneur en huile déduites de ces courbes. Pour l'étude des 5 huiles et graisses brutes locales, nous nous sommes donc limités à la corrélation linéaire.

### 1.2.1. Huiles et graisses brutes locales

Le tableau XIII rapporte les valeurs des indices de réfraction en fonction de la teneur en huile des solutions de 1-bromo naphthalène pour deux intervalles :

[0 – 20%] et [20 – 100%].

Une observation faite antérieurement pour l'huile de la pulpe de safou Silou (1991) nous avait conduit à distinguer deux intervalles de teneur pour la variation de l'indice de réfraction : [0-20%] et [20-100%] ; le point à 20% s'écarte de la droite de corrélation englobant tous les autres points de teneurs supérieures. Nous avons repris ce travail pour repréciser ce point.

Tableau XIII: Variation de l'indice réfractométrique à 25,0°C de solutions naphthaléniques en fonction de la teneur en huile (pour les huiles brutes)

Teneur en huile	Indice de réfraction						
	safou	Mbayaka	Kolo	karité	Irvingia	Moyenne	Ecart type
0	1,6550	1,6540	1,6540	1,6540	1,6540	1,6505	0,002
3,9	1,6410	1,6440	1,6445	1,6440	-	-	-
5,5	1,6395	1,6390	1,6405	1,6400	-	-	-
6,3	1,6370	1,6380	1,6380	1,6370	-	-	-
6,8	1,6350	1,6355	1,6365	1,6365	-	-	-
12,2	1,6200	1,6205	1,6210	1,6210	-	-	-
20	1,6005	1,6010	1,6020	1,6015	1,5970	1,6004	0,002
40	1,5590	1,5585	1,5590	1,5585	1,5525	1,5574	0,003
60	1,5255	1,5230	1,5250	1,5215	1,5110	1,5220	0,004
77	1,4990	1,5020	1,5056	1,4920	-	1,5000	0,003
100	1,4650	1,4690	1,4695	1,4715	1,4715	1,4690	0,003

Le traitement des résultats du tableau ci-dessus pour l'huile de safou conduit aux équations suivantes :

- Intervalle [0 – 100%]

$$\% \text{ huile} = 869,0 - 528,5n \quad ; \quad r^2 = 0,985 \quad (\text{figure 12})$$

- Intervalle [20 – 100%]

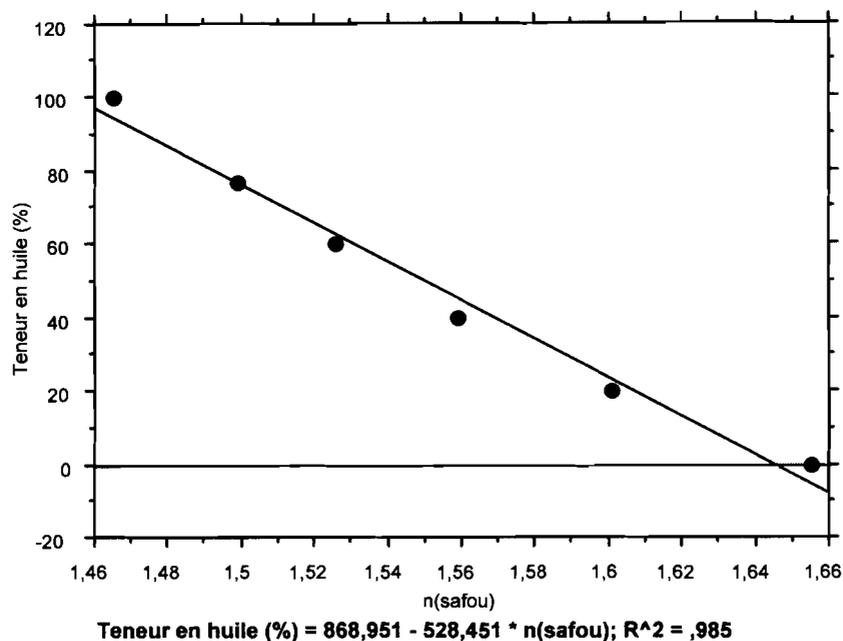
$$\% \text{ huile} = 965,8 - 592,5n \quad ; \quad r^2 = 0,995 \quad (\text{figure 13})$$

- Intervalle [0 – 20%]

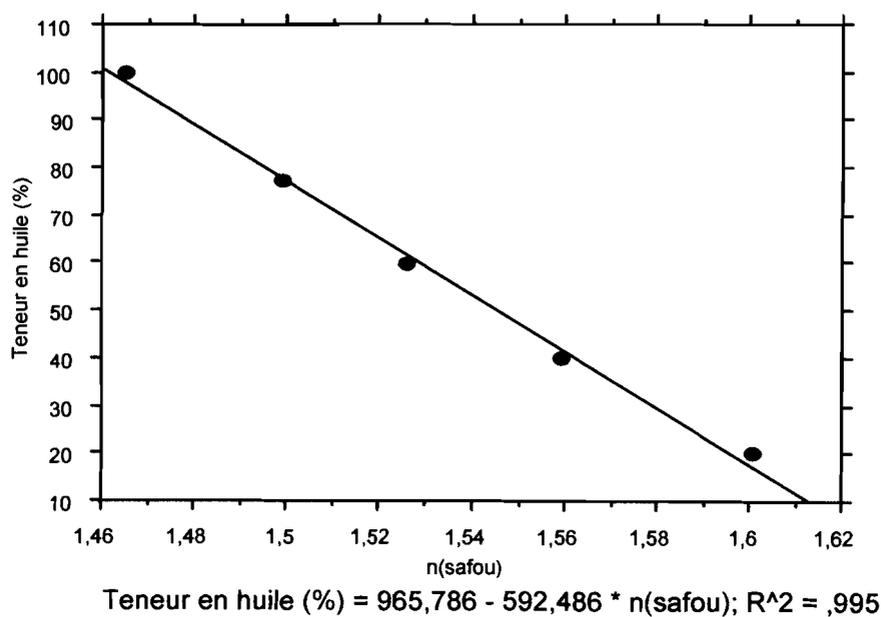
$$\% \text{ huile} = 615,8 - 372,4n \quad ; \quad r^2 = 0,995 \quad (\text{figure 14})$$

- Intervalle [0 – 100%] avec détails entre 0 et 20%

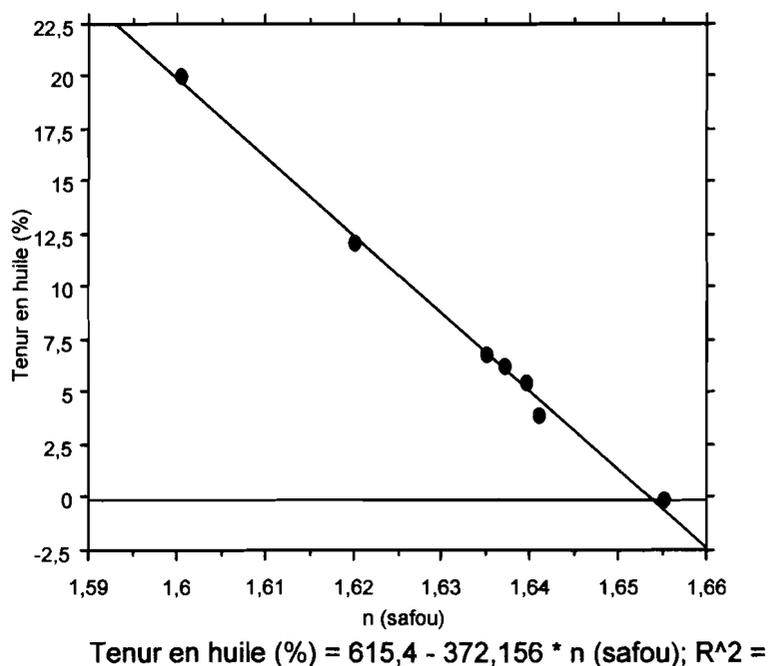
$$\% \text{ huile} = 861,0 - 522,8n \quad ; \quad r^2 = 0,988 \quad (\text{figure 15})$$



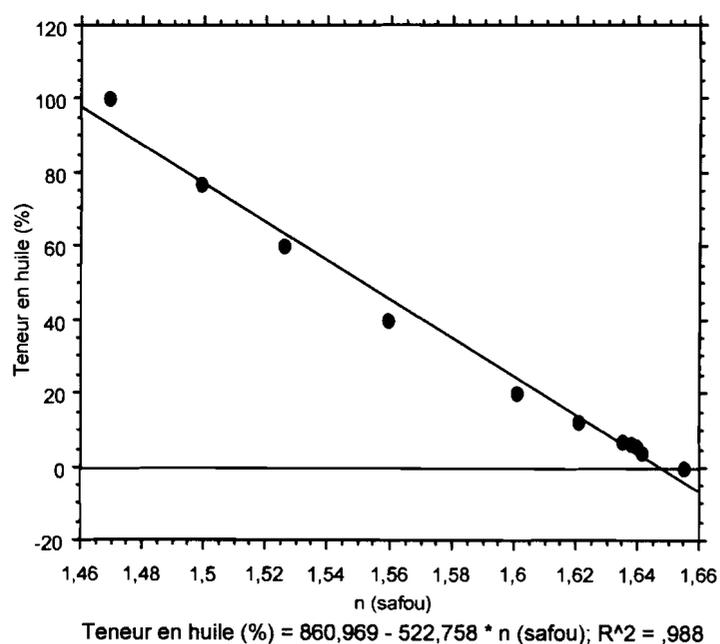
**Figure 12 :** Variation de l'indice de réfraction à 25,0°C des solutions naphthaléniques en fonction de la teneur en huile de la pulpe des safou sur l'intervalle [0 – 100%]



**Figure 13 :** Variation de l'indice de réfraction à 25,0°C des solutions naphthaléniques en fonction de la teneur en huile de la pulpe de safou sur l'intervalle [20 – 100%]



**Figure 14 :** Variation de l'indice de réfraction à 25,0°C des solutions naphthaléniques en fonction de la teneur en huile de la pulpe de safou sur l'intervalle [0 – 20%]



**Figure 15 :** Variation de l'indice de réfraction à 25,0°C des solutions naphthaléniques en fonction de la teneur en huile de la pulpe de safou sur l'intervalle [0 – 100%], avec détails à [0 – 20%].

Ce traitement peut être étendu aux autres lipides étudiés (tableau XIV, figure 16).

Le tableau XIV donne les valeurs des constantes a et b des droites de régression pour les 5 lipides étudiés.

Lorsque l'on considère les valeurs de  $r^2$  de 4 autres lipides étudiés (tableau XIV, figure 16), nous pouvons considérer que l'indice de réfraction varie linéairement avec la teneur en huile des solutions naphthaléniques et inversement.

Il convient tout de même de noter que la droite représentative de *Irvingia* s'écarte des autres droites. Ceci peut s'expliquer par la faible solubilité aux concentrations élevées de cette graisse dans le 1-bromo naphthalène à 25,0°C (figure 16).

Tableau XIV : Valeurs des constantes a et b des droites de régression % huile = an + b  
Pour les 5 huiles brutes locales.

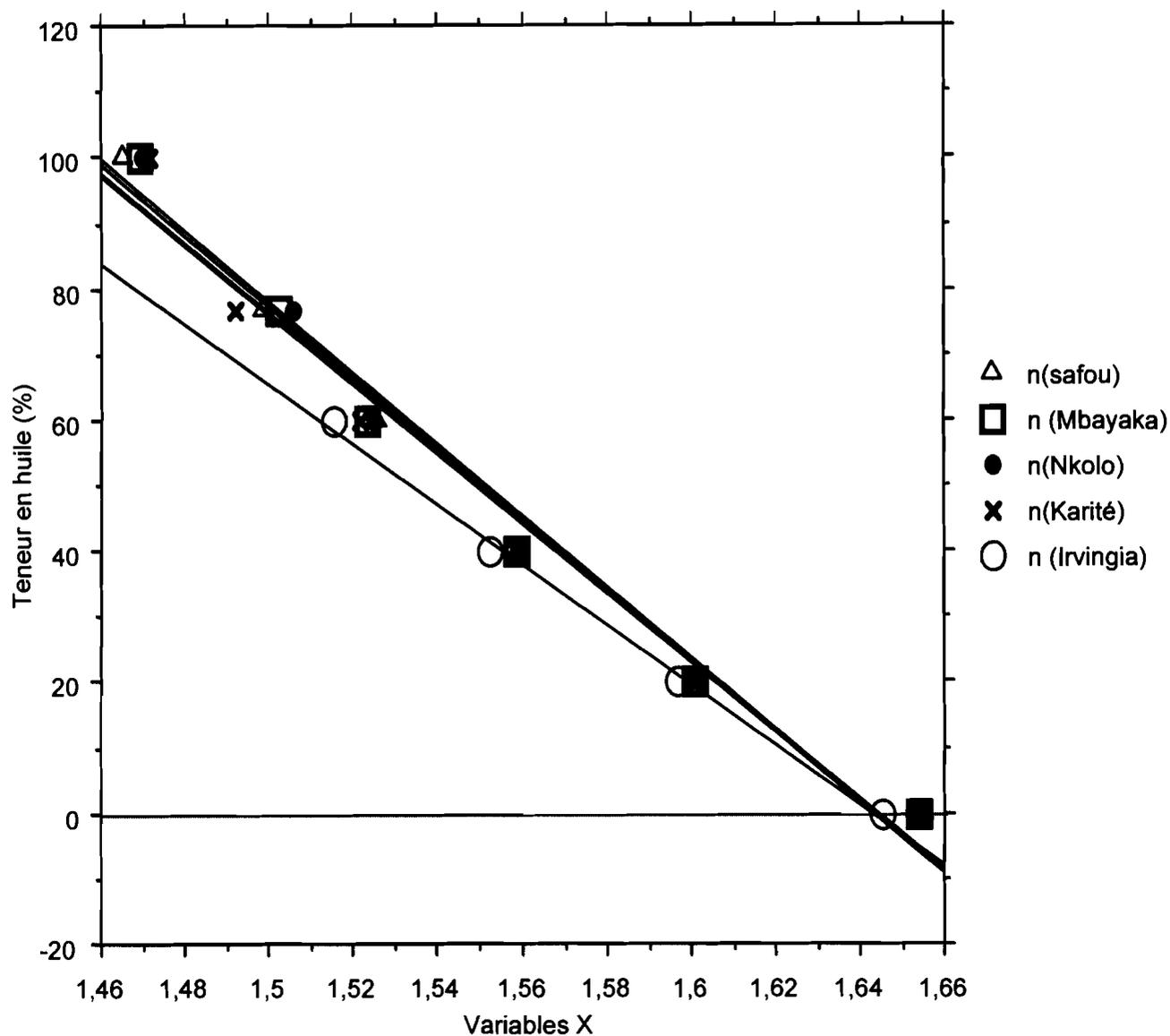
Huiles	a		b		$r^2$	
	[0-100%]	[0-20%]	[0-100%]	[0-20%]	[0-100%]	[0-20%]
Safou	-528,5	-372,2	869,0	615,4	0,985	0,995
Mbayaka	-538,6	-375,4	885,0	620,8	0,980	0,999
Kolo	-544,0	-379,7	894,1	628,2	0,981	0,999
Karité	-528,0	-379,1	867,7	627,1	0,975	0,999
Irvingia	-458,9		753,9		0,997	

En fin de compte et de manière globale, on constate une grande ressemblance des équations obtenues dans un même intervalle pour les différentes huiles.

On peut donc construire une droite moyenne des huiles en prenant pour chaque concentration la moyenne des indices des huiles considérées (tableau XIII).

Pour l'intervalle [0 - 100%] sans détail entre 0 et 20%, nous obtenons la relation suivante :

$$\% \text{ huile} = 874,0 - 530,6n \quad ; \quad r^2 = 0,983$$



$$\text{Teneur en huile (\%)} = 868,951 - 528,451 * n(\text{safou}); R^2 = ,985$$

$$\text{Teneur en huile (\%)} = 884,98 - 538,585 * n(\text{Mbayaka}); R^2 = ,98$$

$$\text{Teneur en huile (\%)} = 894,09 - 544,013 * n(\text{Nkolo}); R^2 = ,981$$

$$\text{Teneur en huile (\%)} = 867,713 - 527,936 * n(\text{Karité}); R^2 = ,975$$

$$\text{Teneur en huile (\%)} = 753,904 - 458,929 * n(\text{Irvingia}); R^2 = ,997$$

**Figure 16:** Variation % huile =f (indice de réfraction) à 25,0°C des solutions naphthaléniques des huiles végétales brutes sur l'intervalle [0 – 100%].

### 1.2.2. Huiles importées

Nous avons dans ce lot 5 huiles raffinées et 1 huile extra vierge (olive). Même si cette dernière huile n'est pas raffinée, les traitements de finition qu'elle a subis en vue de sa conservation la rapprochent plus des huiles raffinées importées que des huiles brutes locales. Par la suite nous l'inclurons dans le lot des huiles raffinées. Le tableau XV donne les valeurs des indices de réfraction en fonction de la teneur des solutions naphthaléniques de ces huiles (% , m/m).

Tableau XV : Variation de l'indice réfractométrique des solutions naphthaléniques en fonction de leur teneur en huile (cas des huiles importées).

Teneur en huile (%)	Indice de réfraction							Ec. type
	Olive	Soja	Arachide	Tournesol	Maïs	Pépin de Raisin	Moyenne	
0	1,6500	1,6500	1,6480	1,6495	1,6520	1,6520	1,6502	0,002
20	1,6000	1,6030	1,6025	1,6060	1,6030	1,6020	1,6028	0,002
40	1,5600	1,5630	1,5585	1,5630	1,5610	1,5625	1,5614	0,001
60	1,5260	1,5315	1,5250	1,5300	1,5310	1,5300	1,5289	0,001
77	1,4990	1,5060	1,5010	1,5050	1,5040	1,5010	1,5027	0,003
100	1,4685	1,4745	1,4700	1,4740	1,4730	1,4740	1,4723	0,003

L'étude de l'intervalle [0 – 100%] conduit aux droites de régression dont les constantes a et b sont consignées dans le tableau XVI.

Tableau XVI : Valeurs des constantes a et b des droites de régression (% huile = b+an) pour les huiles raffinées.

Huiles	a	b	r <sup>2</sup>
Olive	-548,5	899,6	0,987
Soja	-569,2	934,4	0,988
Arachide	-555,1	910,3	0,986
Tournesol	-563,3	925,1	0,989
Maïs	-557,7	916,1	0,986
Pépin de Raisin	-555,8	913,0	0,985

Il ressort de ces résultats, que la teneur en huile des solutions naphthaléniques est linéairement corrélée à leur indice de réfraction et la composition de l'huile ne modifie que faiblement l'équation de corrélation.

Pour les mêmes raisons que pour les huiles brutes, il est possible de tracer une " droite moyenne ".

Son équation est :

$$\% \text{ huile} = 918,3 - 559,5n ; r^2 = 0,987$$

Cette droite peut être considérée comme caractéristique des huiles raffinées.

En fin de compte, on peut construire une relation à partir des valeurs moyennes relatives aux 11 huiles étudiées.

$$\% \text{ huile} = 907,2 - 552,7n ; r^2 = 0,984$$

Cette équation qui en principe devrait s'appliquer à n'importe quelle huile, peut être considérée comme la relation traduisant la variation de la teneur des solutions naphthaléniques de n'importe quelle huile en fonction de leur indice de réfraction à 25,0°C.

### 1.3. Application au dosage de l'huile dans la pulpe séchée de safou

Pour évaluer la teneur en huile d'un échantillon de la pulpe séchée de safou de teneur inconnue, nous allons considérer tour à tour.

- la droite de régression de l'huile de la pulpe de safou  
% huile =  $869,0 - 528,5 n$
- la droite moyenne de régression des huiles brutes  
% huile =  $874,0 - 530,6 n$
- la droite moyenne de régression des huiles raffinées  
% huile =  $918,3 - 559,5 n$
- la droite moyenne de régression des 11 huiles végétales étudiées.  
% huile =  $907,2 - 552,7 n$

Une quantité de 2,019 g de pulpe séchée (teneur en eau inférieure ou égale à 15%) malaxée dans 4,007 g de 1-bromo naphthalène ( $n = 1,6535$  à  $25,0^{\circ}\text{C}$ ) conduit à une solution ayant un indice de réfraction de  $1,6020$  à  $25,0^{\circ}\text{C}$ .

La droite de régression de l'huile de la pulpe de safou conduit à 22,34% de teneur en huile dans la solution.

En considérant, de manière approximative, que la masse totale de la solution est peu différente de celle du solvant, on peut calculer la masse d'huile contenue dans la solution :

$$(4,007 \times 22,34)/100 = 0,895 \text{ g}$$

On déduit la teneur en huile des 2,019 g d'échantillons de pulpe :

$$(0,895 \times 100)/2,019 = 44,33\%$$

Ce calcul est appliqué aux 3 essais de mesure d'indice ; on trouve une moyenne de 42,5 % de teneur en huile (tableau XVII).

Le même raisonnement étendu aux droites de régression des huiles brutes et raffinées, et à la droite de régression " globale " conduit à une teneur en huile qui varie de 41 à 46 % (tableau XVII). La droite globale conduit à une valeur moyenne de la teneur en huile qui diffère de moins de 5% de celle donnée par la droite " safou ". On peut donc considérer comme validée l'utilisation de la droite globale pour l'huile de safou.

Par ailleurs, ces valeurs sont comparées à celles obtenues sur les mêmes échantillons, à l'aide des méthodes directes (tableau XVIII).

La valeur estimée de l'huile est du même ordre de grandeur que celle obtenue par la méthode de Folch modifiée et la méthode au soxhlet utilisant l'hexane comme solvant d'extraction.

Elle est près de 25% inférieure à celle obtenue par la méthode au soxhlet utilisant les solvants chlorés (chloroforme ou le solvant de Folch).

Tableau XVII : Détermination de la teneur en huile de la pulpe séchée de safou par la méthode réfractométrique (calculs réalisés à l'aide de 4 abaques différents).

Essai	m (g) pulpe	m (g) solvant	n (25,0°C)	% huile (abaques)			
				Safou	Huiles brutes	Huiles raffinées	Droite globale
1	2,019	4,007	1,6020	44,3	47,6	43,6	43,2
2	2,002	4,006	1,6050	41,6	44,8	40,6	40,3
3	2,001	4,002	1,6048	41,7	45,0	40,8	40,5
Moyenne	-	-	-	<b>42,5</b>	<b>45,8</b>	<b>41,7</b>	<b>41,3</b>
Ecart-type	-	-	-	1,5	1,6	1,7	1,6
Coef. de V.	-	-	-	3,6	3,4	4,0	3,9

Tableau XVIII: Teneur en huile de la pulpe séchée de safou (SNR, Pointe Noire) déterminée par différentes méthodes.

Méthode	Folch modifiée	Soxhlet directe (Folch)	Soxhlet indirecte (Folch)	Soxhlet directe (Hexane)	Soxhlet directe (CHCl <sub>3</sub> )
% huile	46,9	61,6	60,3	43,0	59,4

( ) Solvant d'extraction.

### 1.3. Essai de généralisation

Dans le dosage de l'huile dans la pulpe de safou, on a fait varier le temps de contact avec le solvant pour être sûr d'avoir récupéré le plus d'huile possible. Le tableau XIX illustre les résultats obtenus.

Tableau XIX : Evolution de la teneur en huile récupérée par le solvant en fonction du temps de contact, pour la pulpe de safou.

Temps de contact avec le bromonaphtalène (h)	Abaque 1	Abaque 2	Abaque 3	Abaque 4
0	0	0	0	0
5	36,8	40,0	35,6	35,3
24	58,4	61,7	58,5	57,9
48	54,8	58,1	54,6	54,0
72	62,6	65,9	62,9	62,3

On constate que le solvant continue à récupérer de l'huile de la pulpe jusqu'à 72 h, mais on peut estimer que les résultats obtenus, après 24 heures de contact pour le safou, représentent une évaluation acceptable de la teneur en huile contenue dans la pulpe.

La figure 17 présente de manière comparative les résultats obtenus pour 4 oléagineux locaux.

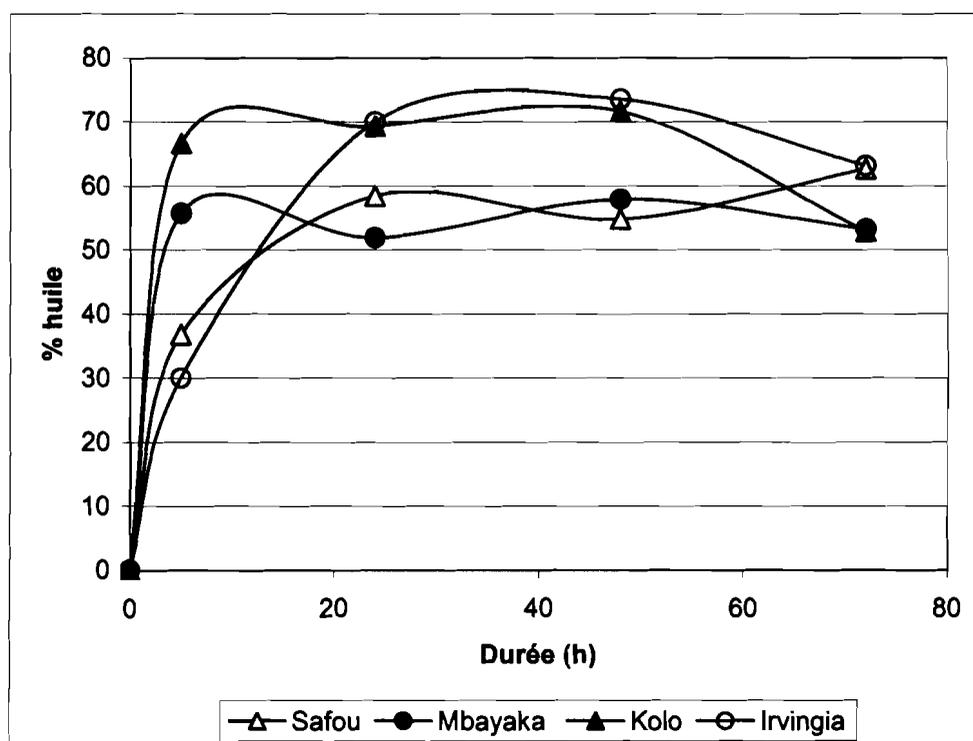


Figure 17 : Evolution de la teneur en huile récupérée par le solvant en fonction du temps de contact, pour 4 oléagineux locaux.

Les pulpes des raphias conduisent à un dosage quantitatif au bout de 5 heures de contact alors qu'il faut attendre 20 h pour le safou et l'irvingia.

### 1.5. Conclusion

On peut considérer que les huiles étudiées suivent à 25,0°C une loi de variation générale de la forme :

$$\% \text{ huile} = 907,165 - 552,679 n \quad ; \quad r^2 = 0,984$$

reliant la teneur des solutions naphthaléniques des ces huiles à leur indice de réfraction  $n$ .

Cette loi permet une évaluation de la teneur en huile de l'échantillon qui donne des résultats du même ordre de grandeur que l'extraction selon la méthode de Folch ou au soxhlet avec l'hexane. Cette valeur est de l'ordre de 25% plus faible que celle résultant d'une extraction au soxhlet avec des solvants chlorés.

Nous venons de mettre au point une méthode rapide et fiable utilisable par exemple pour le repérage en masse des fruits destinés à l'huilerie.

Cette méthode qui a permis une évaluation de la teneur en huile de la pulpe de *Dacryodès edulis* a été étendue avec satisfaction aux noix de *Raphia sese* et *Raphia laurentii* ainsi qu'aux graines de *Irvingia gabonensis* à des fins de généralisation.

On estime à 24 heures le temps de contact pour une évaluation acceptable de la teneur en huile contenue dans la pulpe des échantillons étudiés.

## 2. Etude préliminaire sur l'extraction de l'huile de la pulpe de safou au soxhlet

### 2.1. Influence de la durée d'extraction sur le rendement

L'évolution du rendement en fonction de la durée de chauffage a été suivie jusqu'à 2 h30; les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau XX.

Tableau XX : Rendement de l'extraction de l'huile de la pulpe de safou en fonction de la durée de l'extraction.

Temps (min)	R (%)	[1/t] 10 <sup>3</sup>
43	11,36	23,3
114	27,6	8,8
147	54,4	6,8
221	55,4	4,5
343	56,96	2,9
427	57,72	2,3

La figure 18, qui donne la courbe de l'évolution du rendement en fonction de la durée d'extraction, présente l'allure classique d'un phénomène d'épuisement d'un composé par extraction à partir d'une matrice végétale.

La courbe  $R = f(1/t)$  est une droite d'équation :  $R (\%) = 62,8 - 2,3(1/t)$ , qui permet par extrapolation de calculer la quantité maximale d'huile contenue dans l'échantillon : 62,8 % (figure 19).

Cette courbe est également importante en technologie, parce qu'elle permet de définir le taux d'extraction qui est le rapport entre le rendement réel et le rendement théorique maximal, obtenu par extrapolation de la courbe  $R = f(1/t)$ .



Figure 18 : Evolution de rendement (%) de l'extraction en fonction de la durée de l'extraction (min).

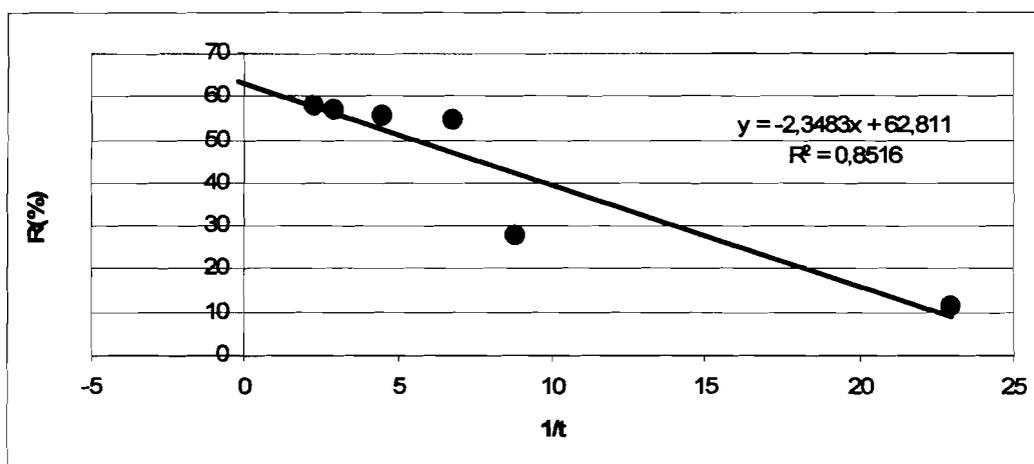


Figure 19 : Evolution du rendement en fonction de l'inverse de la durée d'extraction.

Par ailleurs ce résultat indique qu'à partir de 2h 30 d'extraction, près de 90% de l'huile contenue dans la pulpe sont déjà extraits ; la prolongation de la durée d'extraction au-delà de ce temps ne se justifie donc pas

## 2. 2. Influence de la nature du solvant d'extraction sur le rendement

Tableau XXI: Rendement de l'extraction de l'huile de la pulpe de safou séchée avec différents solvants

solvant	chloroforme	hexane	1,1,1-trichloro éthane	Ether de pétrole
Rendement (%)	50,04	51,60	54,12	56,48

Le trichloroéthane et l'éther de pétrole conduisent à des rendements d'extraction les plus élevés, donc aux résultats les plus proches du rendement théorique ; l'hexane et le chloroforme conduisent à des rendements presque identiques et qui sont de l'ordre de 50%.

### 2.3. Influence du solvant d'extraction sur les caractéristiques physico-chimiques

Nous avons évalué l'incidence de la nature du solvant d'extraction sur la qualité de l'huile.

Tableau XXII : Caractéristiques physico-chimiques des huiles extraites avec différents solvants.

Solvant d'extraction	Masse Volumique g.cm <sup>-3</sup> (25,0°C)	Viscosité CSt (40,0°C)	Indice d'acide
1,1,1 -trichloro éthane	0,923	72,09	17,10
Chloroforme	0,924	70,97	10,39
Ether de pétrole	0,924	61,03	14,20
Hexane	0,914	34,87	10,28

Du tableau XXII, regroupant les caractéristiques physico-chimiques des huiles étudiées, il ressort que :

- la masse volumique ne varie pratiquement pas en fonction du solvant d'extraction.
- l'hexane conduit à une huile 2 fois moins visqueuse que les autres solvants, il entraîne probablement moins de cires et autres composés lourds que ces solvants ;
- le chloroforme et l'hexane conduisent aux huiles moins acides; il convient tout de même de signaler la valeur relativement élevée de cet indice, probablement à cause d'une mauvaise conservation des pulpes ayant servies à l'extraction de l'huile .

### 2.4. Composition en AG et TAG des huiles obtenues

Ces huiles contiennent 3 acides gras majeurs représentant plus de 90 % des acides gras totaux. Ce sont les acides palmitique (P ou C16:0), oléique (O ou C18:1 n-9) et linoléique (L ou C18:2 n-6) ; vient ensuite l'acide stéarique (S ou C18:0) à environ 2-3 % (figure 20). Les acides linoléique (Ln ou C18:3 n-3), acide arachidique (ou C20:0) et acide eicosaénoïque (ou C20:1 n-9) sont présents à des teneurs inférieures à 1 %.

Tableau XXIII : Composition en acides gras (AG) majeurs et en triacylglycérols (TAG) majeurs des huiles de la pulpe de safou extraite dans différents solvants.

	Trichloro- éthane	Ether de pétrole	Chloroforme	Hexane
<b>Acides gras</b>				
C16 : 0	50,11	48,91	49,90	50,25
C18 : 0	4,31	4,27	4,21	2,61
C18 : 1 n-9	30,24	30,15	29,95	32,13
C18 : 2 n-6	13,14	14,59	13,58	13,74
<b>Triacylglycérols</b>				
PLL	3,29	4,24	4,08	4,50
POL	9,01	10,59	10,43	10,00
PPL	19,37	21,22	20,36	15,00
POO	20,60	19,92	20,86	14,80
PPO	47,73	44,28	44,28	58,30

On retrouve ici, pour les majeurs, le profil caractéristique de l'huile de la pulpe de safou tel qu'il émerge de la littérature (Silou, 1999, Mbofung *et al*, 2003) à savoir :

$$\% P > \% O > \% L.$$

On note la présence de 5 TAG majeurs dans les huiles extraites des pulpes avec une teneur cumulée de plus de 95 % des TAG totaux et un profil :

$$PPO > POO > PPL > POL > PLL.$$

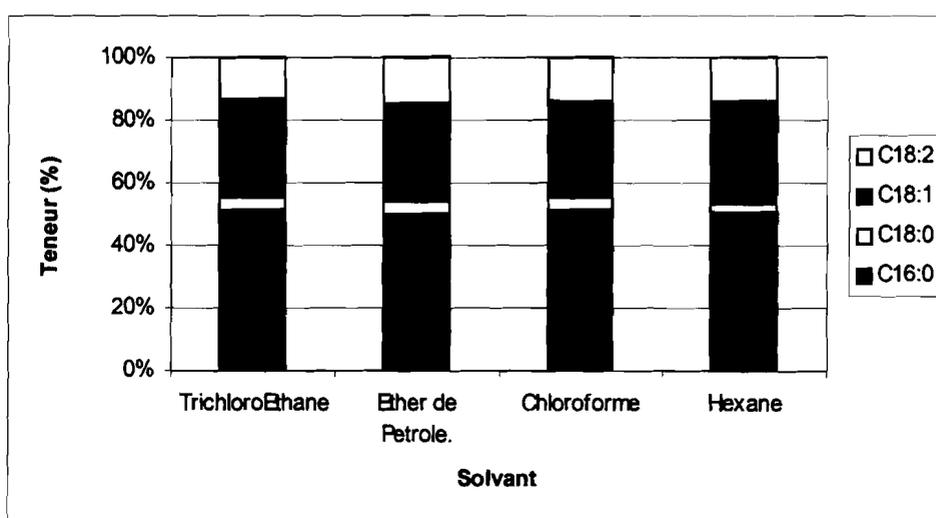


Figure 20 : Histogrammes représentant la teneur en AG des huiles extraites dans différents solvants

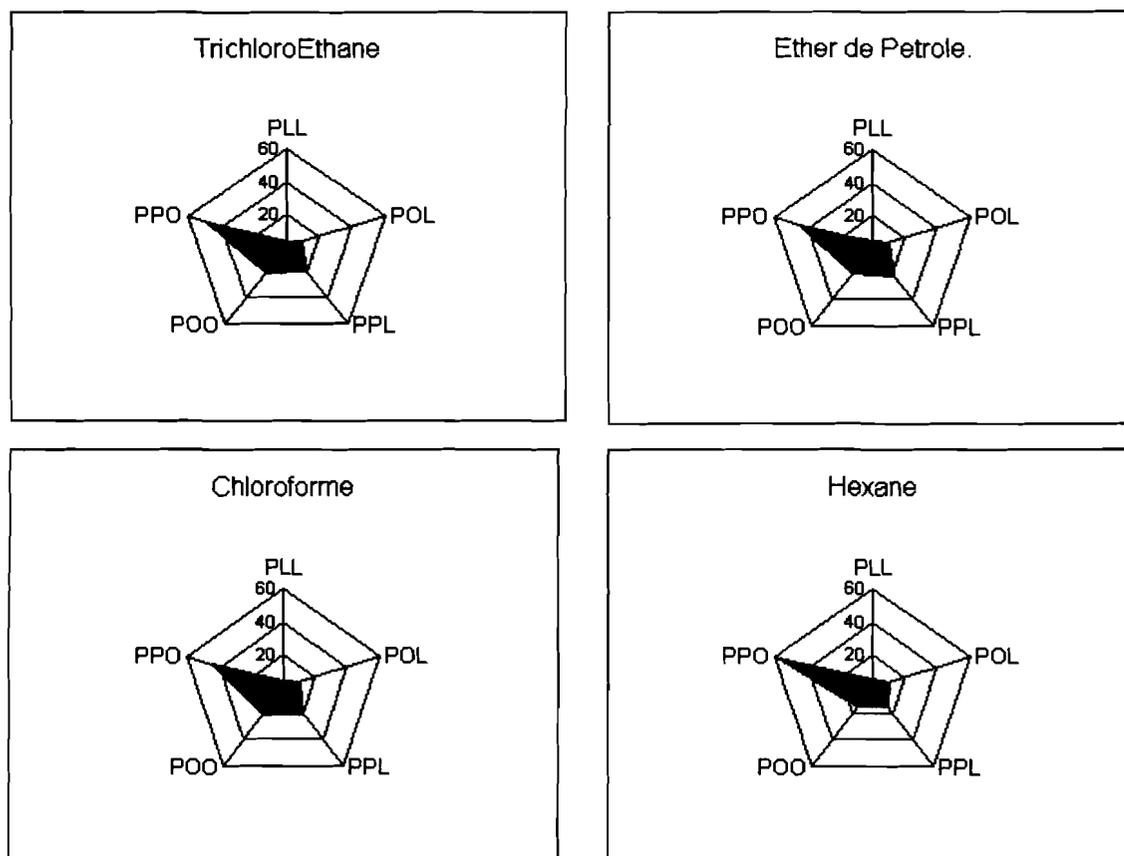


Figure 21 : Radar plots représentant la teneur en TAG des huiles extraites dans différents solvants.

## 2.5. Conclusion.

La durée d'extraction généralement limitée à 3 heures au laboratoire a été justifiée. La qualité physico-chimique obtenue, qui ne varie pas de manière significative avec la nature du solvant (figures 20 et 21) est conforme aux normes régissant les huiles alimentaires et concordent avec les résultats disponibles dans la littérature.

## 3. Essai de modélisation de l'extraction de l'huile de la pulpe de safou par la méthode des plans d'expériences

### 3.1. Plan factoriel $2^3$

Le modèle mathématique représentant le rendement de l'extraction de l'huile de la pulpe de safou associé au plan factoriel  $2^3$  est le suivant :

Les effets et interactions ont été déterminés comme indiqué dans le tableau XXIV.

Tableau XXIV : Matrice des effets avec valeurs des effets et interactions

Numéro de l'essai	Moyenne	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>	X <sub>1</sub> X <sub>2</sub>	X <sub>1</sub> X <sub>3</sub>	X <sub>2</sub> X <sub>3</sub>	X <sub>1</sub> X <sub>2</sub> X <sub>3</sub>	Réponse
1	+	-	-	-	+	+	+	-	09,60
2	+	+	-	-	-	-	+	+	36,60
3	+	-	+	-	-	+	-	+	13,60
4	+	+	+	-	+	-	-	-	45,80
5	+	-	-	+	+	-	-	+	13,40
6	+	+	-	+	-	+	-	-	37,00
7	+	-	+	+	-	-	+	-	25,20
8	+	+	+	+	+	+	+	+	50,40
Diviseur	8	8	8	8	8	8	8	8	
Effets*	28,95	13,50	04,80	02,55	00,85	-01,30	01,50	-00,45	
Effets**	29,08	13,38	04,68	02,68	00,98	-01,43	01,38	-00,33	

\* Calcul manuel ; \*\* calcul automatique

Le calcul manuel des effets a été confirmé par un traitement automatique des données (logiciel NEMRODW).

Si on n'a pas besoin de dispositif de calcul évolué pour mettre en œuvre ce type de modélisation des phénomènes, le traitement informatique présente l'avantage de fournir en plus des données chiffrées, une série des représentations qui améliore très significativement la lisibilité des résultats (figure 22)

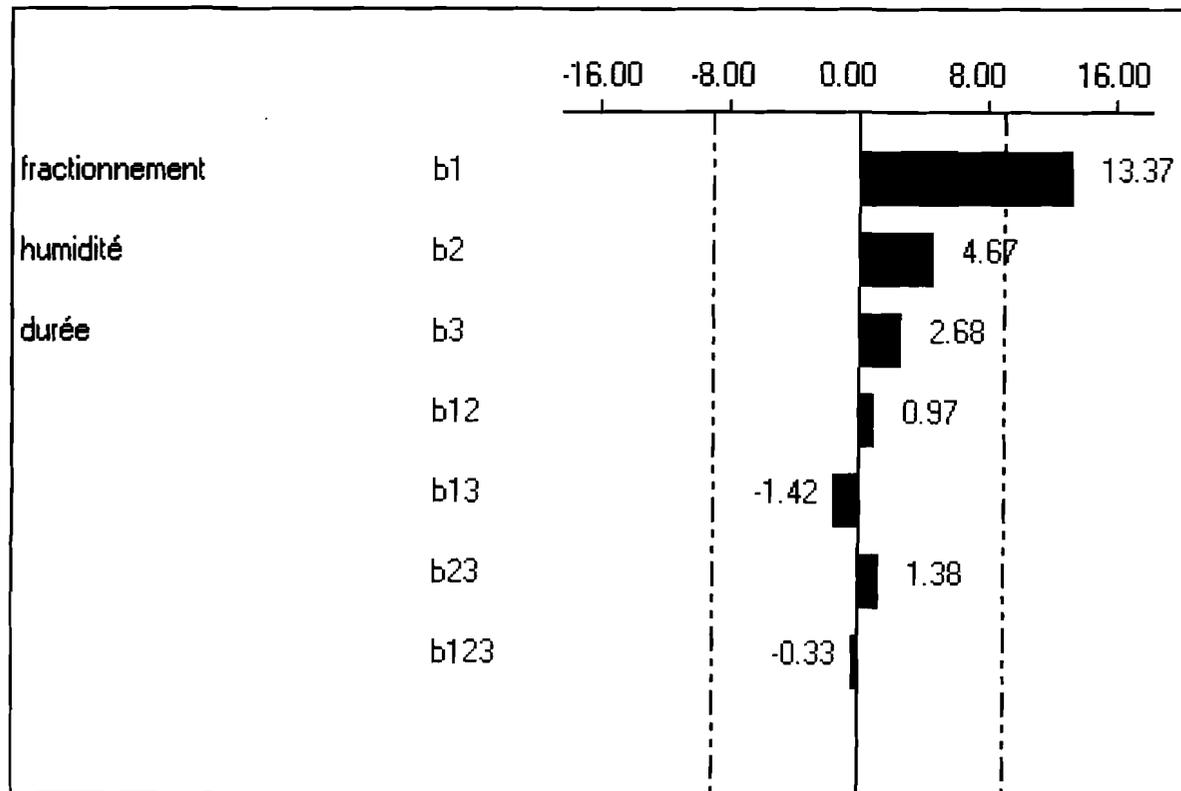


Figure 22 : Illustration graphique des effets et interactions des variables au cours de l'extraction au soxhlet de l'huile de la pulpe de safou .

Le fractionnement de la pulpe de safou est de loin le facteur qui influence le plus l'extraction (figure 23).

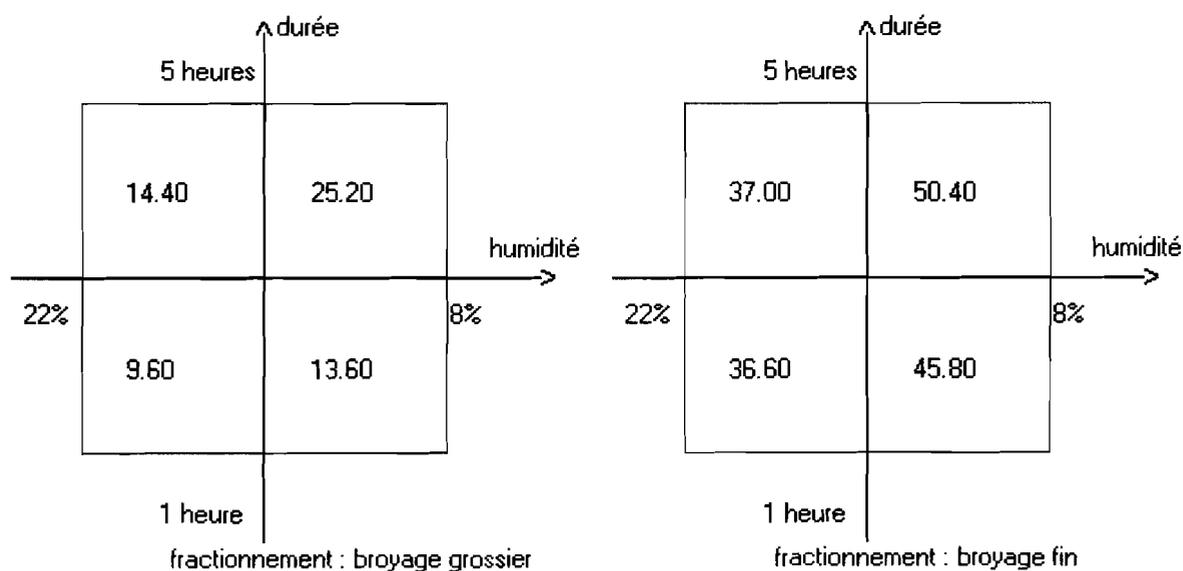


Figure 23 : Influence du fractionnement sur le rendement de l'extraction en fonction de la durée de l'extraction et de l'humidité résiduelle de la pulpe.

Il est suivi, avec un facteur de division de l'ordre de 3, par l'humidité de la pulpe au moment de l'extraction (figure 24)

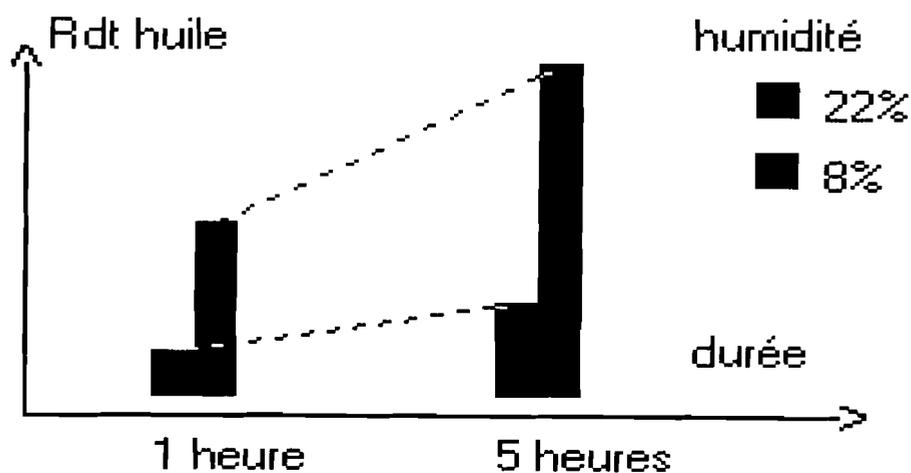


Figure 24 : Influence de l'humidité de la pulpe pour deux valeurs de la durée de l'extraction

La durée de l'extraction arrive en troisième position (figure 25)

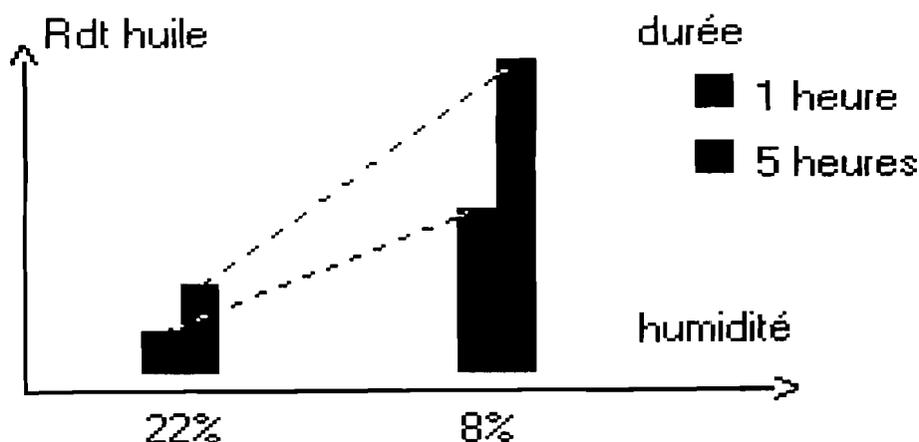


Figure 25 : Influence de la durée de l'extraction pour deux valeurs de l'humidité de la pulpe.

Les valeurs des interactions entre variables sont négligeables, elles varient de -1,38 à +1,42.

### 3.2. Plan composite centré

En fixant les variables les plus influents (broyage fin et 8% d'humidité de la pulpe), nous avons repris l'optimisation à l'aide d'un plan composite centré, avec la durée d'extraction ( $X_1$ ) et le rapport ( $X_2$ ) masse de pulpe/volume de solvant, comme variables.

Le traitement automatique des données du tableau XXV, à l'aide du logiciel NemrodW, conduit aux résultats schématisés sur les figures 26 et 27.

Tableau XXV : Plan d'expériences et réponse  $Y$  pour l'extraction de l'huile de la pulpe de safou

Expérience	$X_1$	$X_2$	$Y$ (%)	Solvant récupéré (ml)
1	20g/ 250 ml	50 min	51,00	199
2	70g/ 250 ml	50 min	49,86	148
3	20g/ 250 ml	110 min	51,50	193
4	70g/ 250 ml	110 min	51,14	117
5	9,65g/ 250 ml	80 min	51,81	210
6	80,35g/ 250 ml	80 min	43,81	123
7	45g/ 250 ml	37 min 58"	43,78	165
8	45g/ 250 ml	122 min 42"	51,56	161
9	45g/ 250 ml	80 min	51,56	162
10	45g/ 250 ml	80 min	51,33	166
11	45g/ 250 ml	80 min	51,11	167

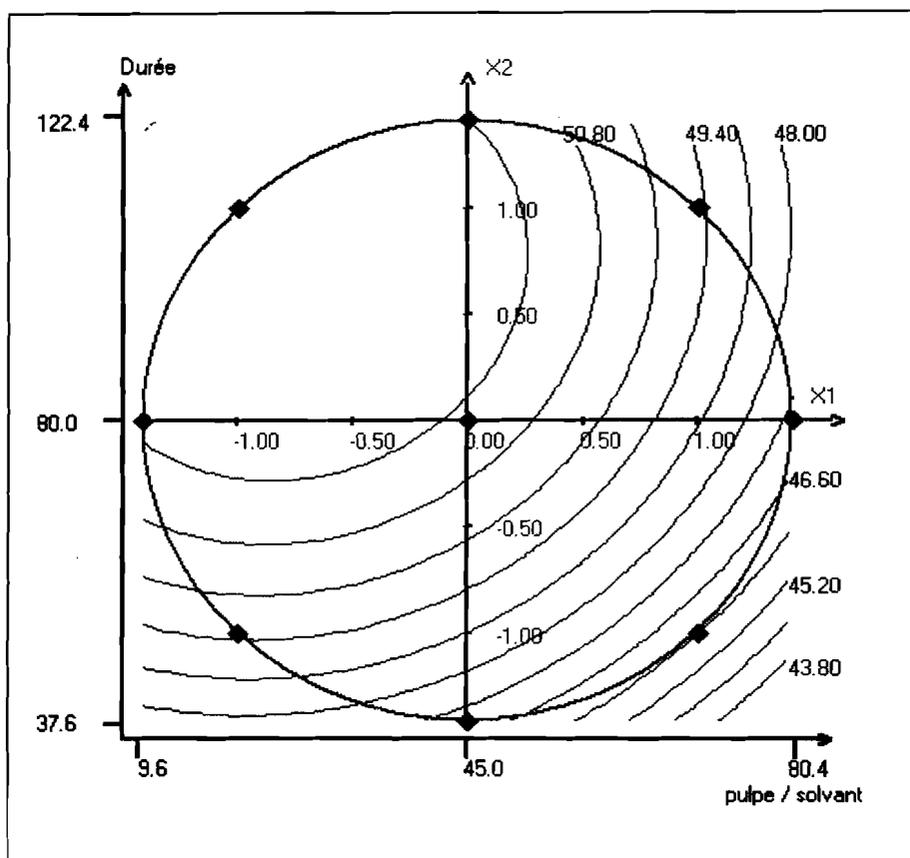


Figure 27 : Surface de réponses dans l'extraction de l'huile de la pulpe de safou

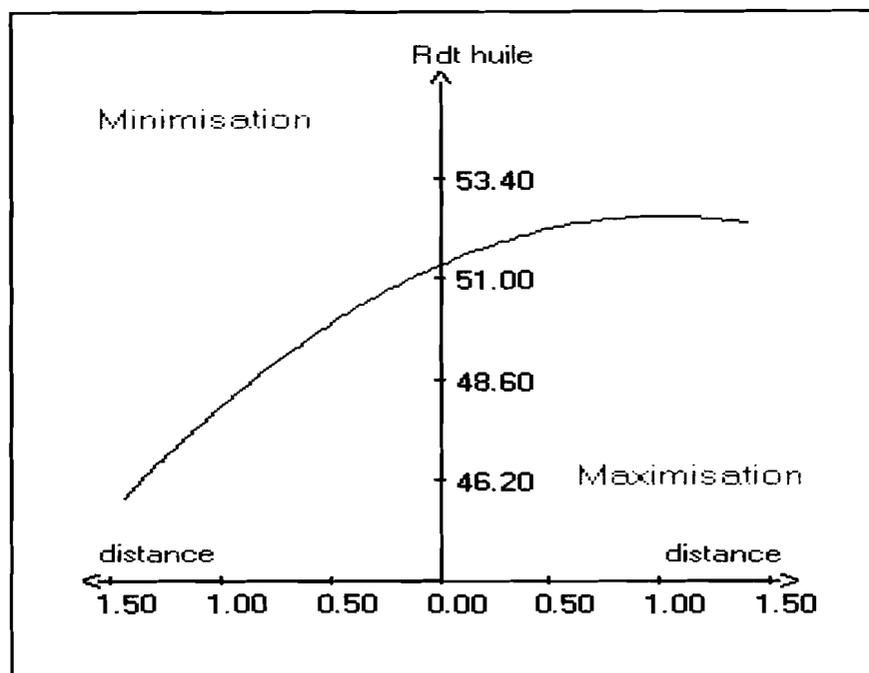


Figure 28 : Optimum de l'extraction de l'huile de la pulpe de safou

La lecture de ces 2 figures indique que le maximum du rendement qui est autour de 52% pour cet échantillon a pour coordonnées :

En abscisse :  $R = (\text{masse pulpe/masse solvant}) = 45 \text{ g} / 250 \text{ mL}$ .

En ordonnée : durée d'extraction : 122,42 min.

### 3.3. Conclusion

Il ressort de ces 2 traitements que les conditions optimales d'extraction de l'huile, au soxhlet à l'aide de l'hexane, dans cet échantillon ( $R_{\text{max}} = 52 \%$ ) sont les suivantes :

- Fractionnement : broyage fin
- Humidité résiduelle dans la pulpe : 8 %
- Rapport (masse pulpe/masse solvant) = 45 g/ 250 mL.
- Durée d'extraction : 122,42 min.

## IV. DISCUSSION ET CONCLUSION

La mise en évidence d'une loi de variation générale des indices de réfraction des huiles étudiées en fonction de la concentration dans une solution de 1-bromo naphthalène pour les huiles et graisses brutes locales et les huiles raffinées importées :

$$\% \text{ huile} = 907,2 - 552,2 n$$

a permis une évaluation de la teneur en huile de la pulpe de safou (*Dacryodes edulis*) qui donne des résultats du même ordre de grandeur que l'extraction selon la méthode au soxhlet avec l'hexane.

Un tel résultat peut-être considéré comme une avancée importante dans le repérage des fruits d'huilerie par exemple.

Nous avons étendu cette loi de variation générale aux noix de raphia et aux graines d'irvingia de façon satisfaisante.

Nous avons estimé qu'en 24 heures, le temps de contact pour soutirer le maximum d'huile était suffisant pour avoir une évaluation acceptable de la teneur en huile contenue dans la pulpe des oléagineux étudiés.

L'essai d'optimisation de l'extraction au soxhlet de l'huile de la pulpe de safou a donné des rendements intéressants : 54,12 % pour le 1, 1,1 trichloroéthane; 50,04 % pour le chloroforme; 56,48 % pour l'éther de pétrole et 51,60 % pour l'hexane. Ces valeurs sont proches les unes des autres. Les huiles obtenues avec le trichloroéthane, le chloroforme et l'éther de pétrole présentent une très grande ressemblance avec celle extraite à l'hexane, tant du point de vue des caractéristiques physicochimiques que de la composition en acides gras et en triacylglycérols.

L'optimum d'extraction au soxhlet est obtenu avec 350 mL de solvant pendant 3 heures et le matériel végétal sous forme de poudre.

Une étude utilisant la méthode des plans d'expériences a conduit à des résultats plus fins. Le facteur fractionnement de la matière végétale est le plus important comparé à ceux de la teneur résiduelle en eau du matériel végétal et de la durée de l'extraction.

Les interactions entre facteurs sont négligeables.

## CHAPITRE III

### RAFFINAGE PARTIEL DE L'HUILE DE LA PULPE DE SAFOU PAR LA DECOLORATION THERMIQUE

#### I. INTRODUCTION

L'huile extraite de la pulpe de safou est constituée d'une fraction glycéridique saponifiable à plus de 98 % et d'une fraction insaponifiable (1- 2%).

La fraction glycéridique est essentiellement formée de triacylglycérols (TAG > 90 %) ; les di- et mono acylglycérols (DAG, MAG) étant en quantités négligeables par rapport aux TAG.

L'indice d'acide, généralement compris entre 2 et 10 unités, rend compte de la présence des acides gras libres.

La fraction insaponifiable constituée des tocophérols, des stérols, des alcools triterpéniques dépasse rarement les 2 %. Elle contient, entre autres, les facteurs protecteurs de l'huile, les antioxydants, notamment.

Le raffinage éventuel de l'huile de la pulpe de safou est censé débarrasser l'huile brute des constituants indésirables sans hypothéquer la qualité nutritionnelle et le pouvoir conservateur de cette dernière.

La démulcination débarrasse l'huile des cires, des sucres et de certains métaux tandis que la neutralisation élimine les acides gras libres et les composés oxydés ; la décoloration élimine les pigments et la désodorisation consiste à débarrasser les huiles des matières odorantes.

L'huile de la pulpe de safou, qui a un léger parfum fruité comme l'huile vierge d'olive, des indices d'acide et de peroxyde faibles lorsqu'elle est produite dans de bonnes conditions, ne nécessite pas de raffinage sévère pour améliorer son acceptabilité et garantir sa stabilité.

Le raffinage partiel de l'huile de la pulpe de safou peut donc se réduire à sa décoloration pour atténuer sa couleur lorsqu'elle est trop foncée de façon qu'elle tende vers le vert olive ou le jaune pâle selon qu'on part du vert foncé ou du brun pour l'huile brute.

Dans ce chapitre nous évaluons l'efficacité de la décoloration thermique en présence ou non des terres décolorantes, dans des conditions douces, ainsi que l'incidence de ce traitement sur la composition chimique de l'huile et donc sur son intérêt nutritionnel.

## **II. MATERIEL ET METHODES**

### **1. Matériel végétal**

L'huile de la pulpe de safou (*Dacryodes edulis*) étudiée a été extraite au soxhlet avec de l'hexane à partir des pulpes de safou « tout venant » du verger de la Société Nationale de Reboisement (SNR) à Pointe-Noire, Congo Brazzaville.

### **2. Méthodes d'études**

#### ***2.1. Evaluation de la stabilité au chauffage.***

L'huile a été homogénéisée par chauffage à 60°C pendant 15 minutes ; elle a ensuite été répartie dans des petits flacons en verre brun de 7 cm de haut sur 4 cm de diamètre de façon à avoir une couche mince d'huile d'environ 1 cm d'épaisseur.

Ces échantillons ainsi constitués sont placés dans une étuve qui est réglée à la température d'étude. A des intervalles de temps définis un flacon est retiré pour analyse.

#### ***2.2. Décoloration thermique***

Dans un ballon de 100 ml muni d'un barreau aimanté et d'un thermomètre, on chauffe à l'aide d'un bain d'huile à 90°C, 15 g d'huile de safou en présence des argiles décolorantes pendant 60 minutes et 180 minutes. L'huile est ensuite séparée des terres décolorantes par centrifugation.

#### ***2.3. Evaluation spectrométrique de la couleur de l'huile.***

Les spectres d'absorption dans le visible ont été pris pour des solutions d'huile de safou à différentes concentrations dans le chloroforme entre 400 et 800 nm sur un spectrophotomètre de marque SECOMAM et de type S.750.

#### ***2.4. Détermination de la composition en acides gras.***

La composition en acides gras a été déterminée par chromatographie en phase gazeuse comme indiqué au chapitre précédent.

## **III. RESULTATS ET DISCUSSION**

### **1. Evaluation de l'incidence des traitements thermiques sur la composition de l'huile de la pulpe de safou.**

Afin de fixer de manière judicieuse les températures de décoloration de l'huile, nous avons évalué, au cours d'une manipulation préliminaire, le comportement de l'huile chauffée à des

températures situées en dessous et au dessus de la température courante de friture, qui est de 180°C.

Nous avons évalué l'évolution de la composition en AG des huiles chauffées dans différentes conditions.

Les résultats obtenus sont regroupés dans les tableaux XXVI, XXVII et XXVIII.

**Tableau XXVI : Composition en acides gras de l'huile brute et de l'huile chauffée à 100°C pendant 24h.**

Durée de chauffage (h)	0	24
Acides gras		
C16 :0	47,57	56,43
C18 :0	3,64	3,21
C18 :1	27,02	30,13
C18 :2	23,76	10,24

**Tableau XXVII : Composition en acides gras de l'huile brute et de l'huile chauffée à 150°C pendant 3, 4 et 6h.**

Durée de chauffage (h)	0	3	4	6
Acides gras				
C16 :0	47,57	62,34	54,18	61,55
C18 :0	3,64	3,50	3,01	3,52
C18 :1	27,02	27,67	29,24	27,47
C18 :2	23,76	5,60	13,57	6,74

**Tableau XXVIII : Composition en acides gras de l'huile brute et de l'huile chauffée à 190°C pendant ½, 1 et 2h.**

Durée de chauffage (h)	0	0,5	1	2
Acides gras				
C16 :0	47,57	48,00	48,24	54,66
C18 :0	3,64	2,71	2,87	3,06
C18 :1	27,02	30,32	30,56	29,16
C18 :2	23,76	18,90	16,63	13,13

Le chauffage à 100°C divise par 2 la teneur en C18 :2 ; cette diminution entraîne une augmentation apparente des teneurs en C16 :0 et en C18 :1 qui en fait n'ont pas varié.

L'augmentation de la température de décoloration à 150°C accélère le processus de destruction de C18 :2 ; en effet à 4h de chauffage à 150°C, on a la même quantité de C18 :2 détruite qu'en 24h à 100°C ; alors qu'à 6h les deux tiers de C18 :2 ont été détruits.

A 190°C, la teneur en C18 :2 baisse de moitié dès la deuxième heure de chauffage.

Les histogrammes de la figure 29 visualisent mieux les différences et les ressemblances entre les huiles étudiées.

L'histogramme de l'huile non chauffée (0h) se distingue de 3 autres correspondant aux huiles chauffées (24h à 100°C, 4h à 150°C et 2h à 190°C) et qui sont quasi-identiques.

L'altération de C18 :2 semble se dérouler environ 10 fois moins vite à 100°C (24H) qu'à 190°C (2h), c'est à dire lorsque la température de chauffage double.

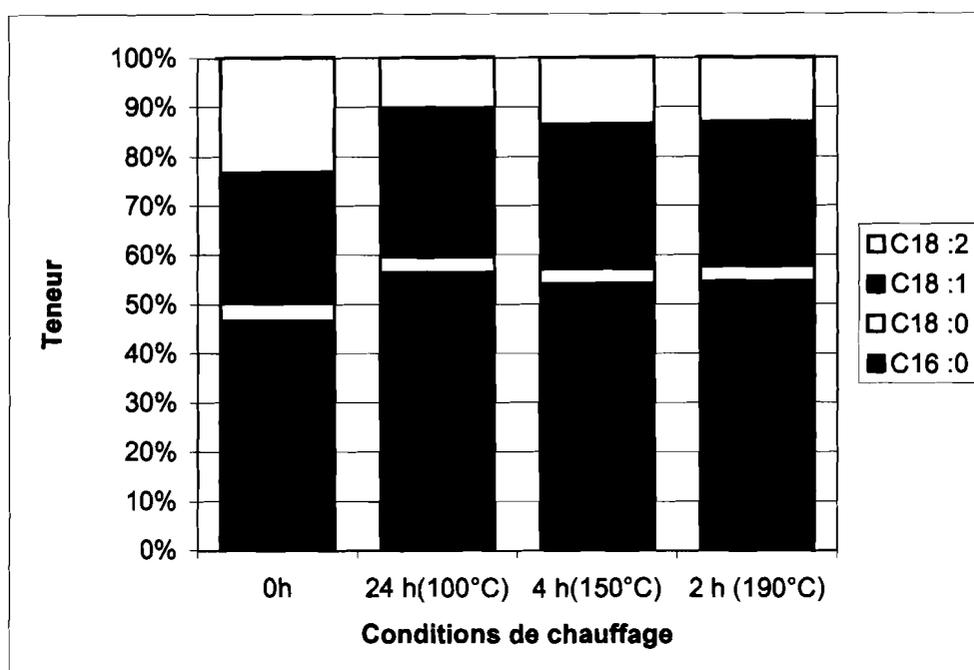


Figure 29 : Histogrammes des huiles non chauffée et chauffées.

Il ressort de ce qui précède que C18 :2 est sensible à la chaleur et sa destruction constitue la cause principale de l'altération de l'huile de la pulpe de safou lors de son chauffage aux températures comprises entre 100 et 150°C , couramment utilisées de manière traditionnelle dans la décoloration de l'huile, celle de l'huile de palme en particulier.

Ce procédé devra donc être utilisé avec douceur pour décolorer l'huile de safou ; notamment il faudra, soit mettre en oeuvre des durées de chauffage n'excédant pas les 3h, soit abaisser la

température de chauffage en utilisant des argiles comme terres de décoloration, une fois l'activité de ces dernières établie.

## 2. Décoloration thermique

Les pigments chlorophylliens majoritaires dans les huiles de coloration verte et les caroténoïdes majoritaires dans les huiles de coloration rouge absorbent dans le visible entre 400 et 700 nm.

La mesure de l'absorption dans cette zone renseigne sur l'intensité de la couleur de l'huile ou de la graisse étudiée. Cette intensité est, en principe proportionnelle à la quantité de pigments présents dans l'huile, lorsque la loi de Beer Lambert est suivie.

Etudiant les huiles extraites de graines de citrus et de cucurbitacées, Helmy (1990) a identifié des maxima d'absorption à 400, 425, 455, 480 nm pour les caroténoïdes, à 610, 670 pour les chlorophylles et à 525, 570, 595 pour un pigment inconnu.

La figure 30 représente le spectre visible de l'huile de la pulpe de safou.

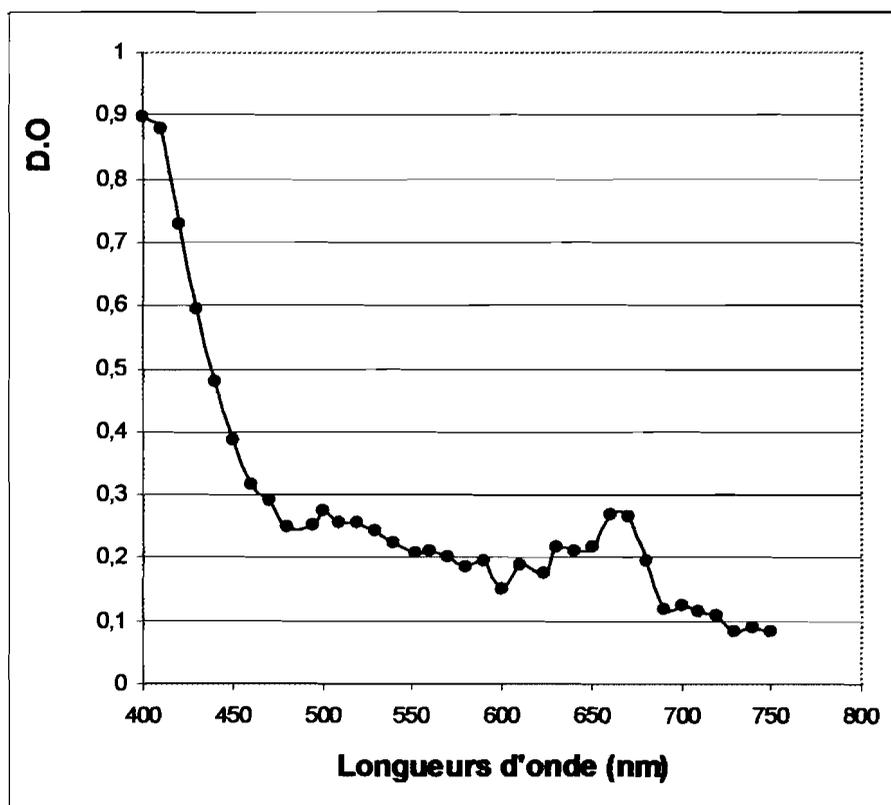


Figure 30 : Spectre d'absorption dans le visible de l'huile de la pulpe de safou (1g d'huile dans 10 mL de chloroforme)

Ce spectre présente bien un léger maximum aux alentours de 500 nm correspondant à l'absorption des caroténoïdes et un double maximum entre 630 et 670 nm correspondant à l'absorption de pigments chlorophylliens.

On note toutefois le versant droit d'un maximum d'absorption vers les longueurs d'onde voisines de 400 nm ; ceci a conduit certains auteurs à évaluer la décoloration des huiles végétales à 425 nm (Unilever, 1980) en définissant un taux de blanchiment :

$$\% \text{ blanchiment} = [\text{D.O. (huile non décolorée)} - \text{D.O. (huile décolorée)}] / \text{D.O. (huile non décolorée)}$$

avec D.O., la densité optique

Toutefois la détermination de la couleur par trichromie permet de mieux définir le statut d'un corps gras que par simple mesure de densités optiques même à plusieurs longueurs d'onde (Graille *et al*, 1979).

On définit, pour ce faire, la densité intégrale  $\Delta$ , comme mesure de la couleur :

$$\Delta = 100 \log (100/Y)$$

$$Y = 0,17 T_{495} + 0,63 T_{552} + 0,20 T_{624}$$

avec T, la transmission et Y la luminance.

### **2.1. Influence de la température de décoloration en absence des terres décolorantes.**

Le tableau XXIX présente le taux de blanchiment et la densité intégrale de l'huile de la pulpe de safou décolorée en absence des terres décolorantes à 100 et 150°C pendant 3h.

**Tableau XXIX : Evaluation de la coloration de l'huile brute et de l'huile décolorée à 100°C et 150°C pendant 3h.**

	Huile brute	Huile décolorée à 100°C	Huile décolorée à 150°C
Taux de blanchiment (%)	0	34	56
Densité intégrale	20,37	10,22	9,56

Les 2 traitements conduisent globalement aux mêmes conclusions, même si l'utilisation de la densité intégrale permet de mieux cerner la réalité, parce que justement, elle intègre les données de l'ensemble des pigments potentiellement présents dans une huile végétale.

Moins un échantillon contient de pigment, moins élevée est sa densité intégrale et plus grand est son taux de blanchiment.

L'huile de départ a 20,7 de densité intégrale pour 0 % de taux de blanchiment, l'huile chauffée voit sa densité intégrale baisser et son taux de blanchiment augmenter.

L'huile décolorée à 150°C pendant 3h a sa densité intégrale plus basse que celle de l'huile décolorée à 100°C pendant 3h.

Le taux de blanchiment qui est de 0% pour l'huile non décolorée atteint 56% pour l'huile décolorée pendant 3h à 150°C en passant par 34% pour l'huile décolorée pendant 3h à 100°C. La décoloration est meilleure lorsque la température augmente jusqu'à une valeur compatible avec la stabilité des acides gras poly insaturés.

## **2.2. Décoloration de l'huile en présence des terres décolorantes.**

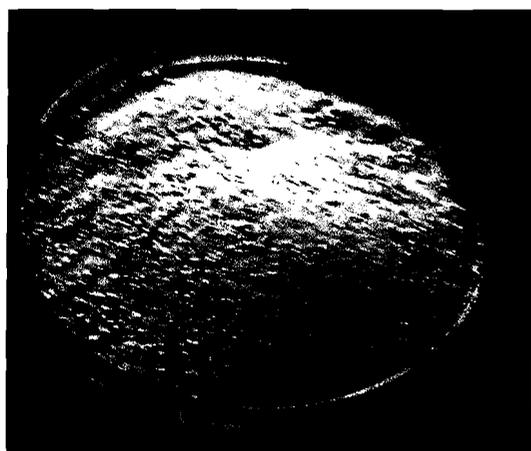
### **2.2.1. Evaluation visuelle de la décoloration**

Des argiles (terres décolorantes) de 3 localités du Congo à savoir : Kouilou (Gekar 12), Niari (Loubetsi) et Cuvette (Mossaka) représentées sur la figure 31 ont été utilisées dans la décoloration de l'huile de la pulpe de safou à 90 °C pendant 1h ou 3h. Les résultats obtenus pour une durée de 3h sont reportés sur la figure 32.

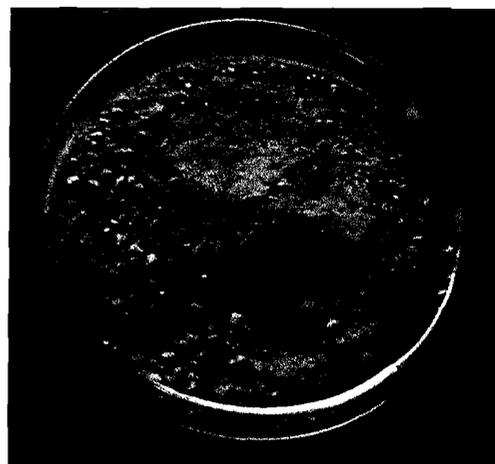
On constate visuellement que les huiles chauffées en présence des argiles (2, 3 et 4) sont moins colorées que l'huile de départ (1).



Niari (Loubetsi)



Cuvette (Mossaka)



Kouilou (Gekar 12)

Figure 31 : Argiles du Niari, de la Cuvette et du Kouilou utilisées dans la décoloration des huiles de la pulpe de safou



Figure 32 : Huiles brute (1) et décolorées après 3 h de chauffage avec les argiles du Kouilou (2), de la Cuvette (3) et du Niari (4) préalablement activées (b) ou non (a)

Le tableau XXX illustre la variation du taux de blanchiment et de la densité intégrale en fonction des conditions expérimentales.

Tableau XXX : Taux de décoloration (425nm) et densité intégrale des huiles décolorées à 90°C pendant 3 h en présence de 20% de terres décolorantes.

Etat des argiles	Kouilou			Cuvette			Niari			Huile décolorée sans terres décolorantes à 100°C
	Non activée	Activée	Variation	Non activée	Activée	Variation	Non activée	Activée	Variation	
Taux (%) blanchiment	65,6	35,3	-50%	64,7	52,2	-15%	59,4	67,4	+15%	34,0
Densité intégrale	2,5	12,0		5,2	8,18		7,0	3,9		10,2

Seule l'argile du Niari voit ses performances augmenter après activation par chauffage à 100°C pendant 24 h. Pour les argiles du Kouilou et de la Cuvette, le chauffage semble désactiver les sites de fixation des pigments et conduit à des performances moins bonnes par rapport aux argiles non activées. Le résultat est le même quel que soit l'indicateur utilisé, le taux de décoloration ou la densité intégrale.

Toutefois si l'on considère l'argile du Kouilou, la performance est divisée par 2 si l'on considère le taux de blanchiment (caroténoïdes) et par 4 si l'on considère l'ensemble de colorants possibles d'une huile végétale rendu par la densité intégrale.

Globalement, la densité intégrale permet une discrimination plus fine des 3 argiles non activées étudiées ; leur efficacité décroît dans le sens :

Kouilou > Cuvette > Niari.

Si on les active à 100°C pendant 24h, leur profil d'efficacité s'inverse :

Kouilou < Cuvette < Niari.

Le chauffage à 100°C désactive, probablement, les sites de fixation des pigments sur les argiles du Kouilou et de la Cuvette alors qu'il les active pour l'argile du Niari.

L'évaluation de l'impact de la quantité des terres décolorantes a été réalisée sur 2 argiles, Kouilou et Cuvette, en considérant uniquement le taux de décoloration. Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau XXXI.

Tableau XXXI : Taux de décoloration (425nm) des huiles chauffées à 90°C pendant 3 h en présence de 20 % ou de 7 % des terres décolorantes.

Quantité des terres décolorantes (% m/m)	Kouilou	Cuvette
20	65,6	64,7
7	48,6	62,9

En divisant la quantité des argiles par 3, l'efficacité de l'argile de la Cuvette ne baisse que de 5% et celle du Kouilou de 15 %.

La baisse significative de la quantité d'argile ne diminue au plus que de 15% l'efficacité de la décoloration ; on peut donc travailler avec des quantités de l'ordre de 7 % d'argile sans préjudice majeur pour la décoloration de l'huile.

### 2.2.2. Impact de la décoloration thermique par des argiles sur la composition en acides gras de l'huile.

Nous avons évalué l'évolution de la composition en acides gras de l'huile décolorée à 90°C pendant 3 h en présence de 20 % d'argile.

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau XXXII.

Tableau XXXII : Evolution de la composition en AG des huiles décolorées en présence des argiles du Kouilou, de la Cuvette et du Niari.

	Huile brute	Kouilou		Cuvette		Niari	
		Non activée	activée	Non activée	activée	Non activée	activée
C16 :0	43,12	42,78	42,37	46,97	49,42	44,47	40,98
C18 :0	2,71	2,47	2,52	2,82	2,57	2,47	2,60
C18 :1	29,87	27,73	27,98	30,84	28,58	27,88	28,43
C18 :2	22,10	24,67	24,42	17,02	17,29	22,72	25,09
C18 :3	0,58	0,81	0,79	0,31	0,37	0,68	0,86

La décoloration de l'huile à 90°C, pendant 3 h et en présence des argiles du Kouilou et du Niari, ne modifie pas la teneur en C18 :2 ; l'argile de la Cuvette conduit à une diminution de l'ordre de 20 %.

Globalement, ces conditions opératoires préservent la qualité nutritionnelle de l'huile.

### **2.3. Essai de modélisation du procédé de décoloration par la méthode des plans d'expériences.**

Pour évaluer l'effet des différents facteurs et leurs interactions mutuelles, afin de cerner de manière plus globale l'évolution du procédé, nous avons construit un plan factoriel complet à 2 niveaux avec 3 facteurs ( $2^3$ ), pour les 2 couples d'argile Kouilou/Cuvette et Kouilou/Niari, en considérant successivement comme niveau bas, les argiles de la Cuvette et du Niari. L'argile du Kouilou non activée qui a les meilleures performances dans la décoloration a été retenue comme niveau haut.

#### **2.3.1. Argiles : Kouilou/Cuvette.**

Les facteurs :

$X_1$  = Nature de l'argile (niveau bas : Argile de la Cuvette ; niveau haut : Argile du Kouilou),

$X_2$  = Etat de l'argile (niveau bas : non activée ; niveau haut : activée),

$X_3$  = Durée de la manipulation (niveau bas : 1h ; niveau haut : 3h),

et la réponse

$Y_1$  = Densité intégrale,

conduisent à la construction de la matrice d'expériences représentée dans le tableau XXXIII, en passant par les variables réduites et centrées  $x_1$ ,  $x_2$  et  $x_3$  comme indiqué au chapitre précédent.

**Tableau XXXIII : Matrice d'expériences**

$x_1$	$x_2$	$x_3$
-1	-1	-1
+1	-1	-1
-1	+1	-1
+1	+1	-1
-1	-1	+1
+1	-1	+1
-1	+1	+1
+1	+1	+1

La réponse  $y$  peut se mettre sous forme d'un polynôme du premier degré par rapport à chacun des facteurs pris indépendamment ; elle se note :

$$y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + a_{12}x_1x_2 + a_{13}x_1x_3 + a_{23}x_2x_3 + a_{123}x_1x_2x_3$$

Dans ces conditions, les coefficients du polynôme prennent une signification simple : moyenne,  $a_0$  ; effets principaux,  $a_i$  ; interactions  $a_{ij}$  et  $a_{ijk}$  (tableau XXXIV)

Tableau XXXIV : Matrice des effets pour la décoloration des huiles avec les argiles du Kouilou et de la Cuvette.

Numéro de l'essai	$x_0$	$x_1$	$x_2$	$x_3$	$x_1x_2$	$x_1x_3$	$x_2x_3$	$x_1x_2x_3$	y
1	+	-	-	-	+	+	+	-	7,71
2	+	+	-	-	-	-	+	+	1,76
3	+	-	+	-	-	+	-	+	4,06
4	+	+	+	-	+	-	-	-	3,95
5	+	-	-	+	+	-	-	+	5,21
6	+	+	-	+	-	+	-	-	2,35
7	+	-	+	+	-	-	+	-	8,17
8	+	+	+	+	+	+	+	+	12,04
Diviseur	8	8	8	8	8	8	8	8	
Effets*	5,66	-0,63	1,40	1,29	1,57	0,88	1,76	0,11	

\*calculés par le logiciel NemrodW

Partant d'une densité intégrale de 19,4 (huile brute non décolorée) on aboutit en moyenne à 5,7 ce qui correspond à une division par 3 de l'intensité de la couleur.

L'effet du facteur nature de l'argile est le plus faible en valeur absolue et il est négatif.

Les effets de l'état de l'argile et la durée de chauffage qui sont du même ordre de grandeur conduisent à l'interaction la plus élevée.

L'interaction entre les 3 facteurs est négligeable.

### 2.3.2. Argiles : Kouilou/Niari.

Les facteurs et les réponses suivants conduisent à la construction de la matrice des effets représentée dans le tableau XXXV,

$X_1$  = Nature de l'argile (Niari et Kouilou)

$X_2$  = Etat de l'argile (non activée et activée)

$X_3$  = Durée de la manipulation (1h et 3h)

$Y$  = Densité intégrale.

**Tableau XXXV: Matrice des effets pour la décoloration des huiles  
avec les argiles du Kouilou et du Niari.**

Numéro de l'essai	X <sub>0</sub>	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>	X <sub>1</sub> X <sub>2</sub>	X <sub>1</sub> X <sub>3</sub>	X <sub>2</sub> X <sub>3</sub>	X <sub>1</sub> X <sub>2</sub> X <sub>3</sub>	y
1	+	-	-	-	+	+	+	-	2,74
2	+	+	-	-	-	-	+	+	1,76
3	+	-	+	-	-	+	-	+	8,57
4	+	+	+	-	+	-	-	-	3,95
5	+	-	-	+	+	-	-	+	6,97
6	+	+	-	+	-	+	-	-	2,35
7	+	-	+	+	-	-	+	-	3,92
8	+	+	+	+	+	+	+	+	12,04
Diviseur	8	8	8	8	8	8	8	8	
Effets*	5,29	-0,26	1,83	1,03	1,14	1,14	-0,17	2,05	

\*calculés par le logiciel NemrodW

Ce tableau conduit aux représentations graphiques données par les figures 33, 34, 35 et 36.

La représentation des interactions (figure 33) montre que c'est l'interaction de 2<sup>ème</sup> ordre, impliquant les 3 facteurs qui produit l'effet le plus important avec une valeur de 2,05, suivi par le facteur x<sub>2</sub> avec une valeur de 1,83.

Le facteur x<sub>3</sub> et les interactions x<sub>1</sub>x<sub>2</sub> et x<sub>1</sub>x<sub>3</sub> ont des effets 2 fois moins importants variant en valeur absolue de 1,03 à 1,14.

Pour ce couple d'argiles, l'activation semble être le facteur le plus important ; les 2 argiles perdent totalement ou partiellement leur efficacité lorsqu'ils sont chauffés à 100°C pendant 24h avant leur utilisation, et ce, de manière plus importante pour l'argile du Kouilou qui voit son activité totalement inhibée (figure 34).

Vient ensuite la durée de la décoloration, qui n'a aucun effet sur le processus pour l'argile du Niari, alors qu'elle a le même effet que l'activation sur l'argile du Kouilou (figure 35).



Figure 33 : Représentation graphique des effets dans la décoloration des huiles avec les argiles du Kouilou et du Niari

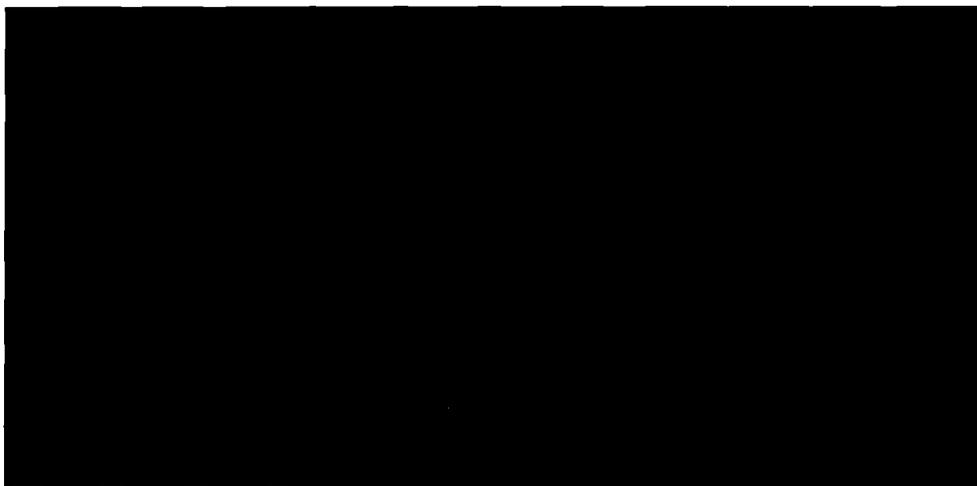


Figure 34 : Représentation des interactions, nature et état de l'argile, dans la décoloration des huiles avec les argiles du Kouilou et du Niari



Figure 35 : Représentation des interactions, nature de l'argile et durée de la décoloration, dans la décoloration des huiles avec les argiles du Kouilou et du Niari



Figure 36 : Représentation des interactions, état de l'argile et durée de la décoloration, dans la décoloration des huiles avec les argiles du Kouilou et du Niari

#### IV. CONCLUSION

La décoloration de l'huile brute de la pulpe de safou qui peut s'avérer nécessaire pour des huiles trop foncées, peut être conduite dans des conditions relativement douces sans préjudice pour la qualité nutritionnelle et la stabilité de l'huile.

En effet une décoloration à 100°C pour une durée de l'ordre de 1 h ou à 90°C jusqu'à 3 h en présence des terres décolorantes, ne modifie pas de façon significative la composition en acides gras en général et la teneur en acide linoléique (C18 :2), acide gras essentiel en particulier, garantissant ainsi la qualité nutritionnelle de l'huile.

Toutefois le comportement des argiles, qui est lié à leur composition chimique est très variable, aussi bien par rapport à leur activation éventuelle qu'au temps de contact à chaud avec l'huile au cours de la décoloration.

L'argile du Kouilou est inhibée par un chauffage avant utilisation et par l'augmentation du temps de décoloration, tandis que celle du Niari est activée par chauffage et est indifférente à la durée de la décoloration.

Des études préalables sur les argiles à utiliser dans la décoloration sont nécessaires pour une meilleure maîtrise du procédé.

Par ailleurs il est difficile de définir d'une manière objective la couleur idéale pour une huile, cette dernière dépendant du contexte de consommation et de l'histoire de l'huile consommée. La bonne couleur d'une huile d'olive est inacceptable pour l'huile d'arachide, et une huile végétale totalement incolore paraît douteuse pour le consommateur.

Nos sens restent donc les meilleurs instruments pour l'évaluation de la couleur d'une huile.

Laquelle des 3 huiles de la figure 37 serait la «bonne» huile de safou ? La question mérite d'être posée.

Finalement, tout travail de décoloration partielle de l'huile de la pulpe de safou doit comprendre un volet analyse sensorielle pour identifier les préférences des consommateurs.

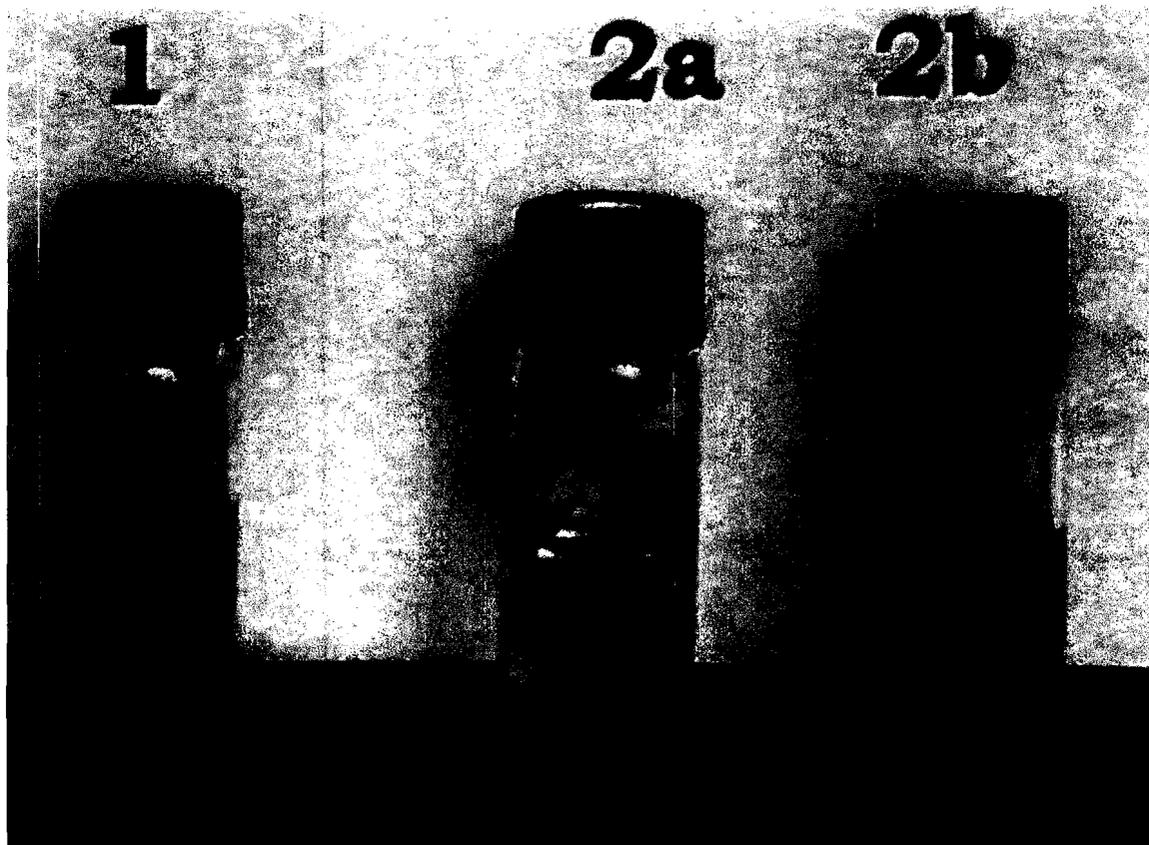


Figure 37 : Différents niveaux de décoloration de l'huile de la pulpe de safou

(1) : Huile non décolorée ( $\Delta = 20,4$ )

(2a) : huile décolorée à 3h avec l'argile du Kouilou, non activée ( $\Delta = 2,4$ )

(2b) : huile décolorée à 3h avec l'argile du Kouilou, activée ( $\Delta = 12,0$ )

## CONCLUSION GENERALE

Au cours de ce travail nous avons étudié le dosage réfractométrique, l'extraction et le raffinage partiel de l'huile de la pulpe de safou.

La mise en évidence d'une loi de variation générale des indices de réfraction des huiles étudiées en fonction de la concentration dans une solution de 1-bromo naphthalène pour les huiles et graisses brutes locales et les huiles raffinées importées :

$$\% \text{ huile} = 907,2 - 552,2 n$$

a permis une évaluation de la teneur en huile de la pulpe de safou (*Dacryodes edulis*) qui donne des résultats du même ordre de grandeur que l'extraction selon la méthode au soxhlet avec l'hexane.

Nous avons étendu cette loi de variation générale aux noix de raphia et aux graines d'irvingia de façon satisfaisante.

L'extraction au soxhlet de l'huile de la pulpe de safou met en évidence un comportement presque identique du trichloroéthane, du chloroforme, de l'éther de pétrole et de l'hexane, par rapport au rendement de l'extraction (de l'ordre de 50%). Les huiles obtenues avec le trichloroéthane, le chloroforme et l'éther de pétrole présentent une très grande ressemblance avec celle extraite à l'hexane, tant du point de vue des caractéristiques physicochimiques que de la composition en acides gras et en triacylglycérols.

L'optimum d'extraction au soxhlet est obtenu avec 350 mL de solvant pendant 3 heures et le matériel végétal sous forme de poudre.

Une étude utilisant la méthode des plans d'expériences a conduit à des résultats plus fins. Le facteur fractionnement de la matière végétale est le plus important comparé à ceux de la teneur résiduelle en eau du matériel végétal et de la durée de l'extraction. Les interactions entre facteurs sont négligeables.

La décoloration de l'huile brute de la pulpe de safou qui peut s'avérer nécessaire pour des huiles trop foncées, peut être conduite dans des conditions relativement douces sans préjudice pour la qualité nutritionnelle et la stabilité de l'huile.

En effet une décoloration à 100°C pour une durée de l'ordre de 1 h ou à 90°C jusqu'à 3 h en présence des terres décolorantes, ne modifie pas de façon significative la composition en acides gras en général et la teneur en acide linoléique (C18 :2) acide gras essentiel, en particulier, garantissant ainsi la qualité nutritionnelle de l'huile.

## PERSPECTIVES

- ↓ Connaître la composition chimique des argiles étudiées ;
- ↓ Approfondir l'étude avec la fraction insaponifiable ;
- ↓ Appuyer lorsque cela est possible la création des unités de production d'huile de la pulpe de safou.

## BIBLIOGRAPHIE

1. AFNOR, 1978. Méthodes d'analyse des matières grasses et dérivés. 6<sup>e</sup> édition. Paris.
2. AFNOR, 1981. Recueil des normes Françaises, corps Gras, graines oléagineuses, produits dérivés, AFNOR. Paris (France) 2<sup>e</sup> édition.
3. Ali A, Koumpo I, Kamdem Kenmegne A., Silou Th., 1997. Séchage de la pulpe de safou pour sa valorisation, Fruits, 52,167 -176.
4. ANONYME, 1990. Guide du négociant, huiles végétales et graines oléagineuses. Systèmes et techniques de commercialisation. Genève. 445p.
5. Bézard J, Silou T, Kiakouama S, Sempore G., 1993. Variation de la fraction glycéridique de l'huile de la pulpe de safou avec l'état de maturité du fruit, Rev Fr. Corps Gras, (7 /8) : 233 - 241.
6. Bourdeaut J., 1971, Le safoutier (*Pachylobus edulis*), Fruits, 26, 10, 663 – 666.
7. Blaise P., Wolff R.L. and Farines M. 1997. Etude régiospécifique de triacylglycérols d'huiles végétales par clivage chimique et RMN 13C haute resolution. OCL, (4) p.135-141.
8. Bourdeaut J., 1971, Le safoutier (*Pachylobus edulis*), Fruits, 26, 10, 663 – 666.
9. Castella A., Rossignol., Bosque F., 1994. Nouvelle approche des anti-oxydants. Institut des corps gras (ITERG). Vol. 1 n°2.
10. Cillard J., Moign D., Cormier M., Girre R.L. 1975. Etude qualitative des tocophérols dans quelques graines de légumineuses; Pl. Méd. Phyt ;, 9(3),p.224-229.
11. Combe N. 2002. Biodisponibilité des acides gras et apports nutritionnels conseillés. OCL, (9), p. 135-138.
12. Cresta M., Massamba J., Ngatse J.M. and Mpissukidi B.L.-I. 1985. L'économie paysanne et l'alimentation dans les villages d'Oka-bambo et d'Inkala-matiba. Rev. Anthr. XXIII, (23) p. 33660.

13. Daspuget A., Bennerjee P. & Malik S. 1992. Use of microwave for rapid transesterification of lipids and accelerated synthesis of fatty acyl pyrrolidines for analysis by gas chromatography-mass spectrometry: study of fatty acid profiles of olive oil, evening primrose oil, fish oils and phospholipids from mango pulp chemistry and physics of lipids, 62, 281-191.
14. Davies O.L. 1954. Design and analysis of industrial experiments, London; Oliver & Boyd, 253p.
15. Debarganes C, 1998. Formation and analysis of high molecular-weight compounds in frying fats and oils, OCL, 5, (1), 41 – 47.
16. Decker E.A. 1996. The role of stereospecific saturated fatty acid positions on lipid nutrition. Nutr Rev, 1996 (54)p.108-110.
17. Evans H.M. et al; 1922. Découverte des tocophérols, J. Métabolic Res., 1, p.319-335 et J. Biol. Chem., 1936, 113, p.319.
18. Goupy J. 2001. Introduction aux plans d'expériences (2ème ed.). Paris Dunod, 293p.
19. Gutfinger T., Letan A., 1975. Tocophérols in several vegetable oils, Riv. Ital, Sost. Grasse, 52, p. 191-194.
20. Helmy E. H., 1990. Studies on the pigments of some citrus, prune and cucurbit seed oils when processed with or without cottonseed oil, J AOCS, 67(6): 376 – 380
21. Hernalsttens L.G, 1998. Essai de caractérisation des safou (*Dacryodes edulis*, H.J.LAM) d'une zone écologique. Cas du district de BOKO. Mémoire de fin d'études. Institut de développement rural. Brazzaville, 41p.
22. Hitchcock C. 1975. Structure and distribution of plant acyl lipids In : Recent advances in the chemistry and biochemistry of plant lipids. Academic Press London, chap.I, p.2-18.
23. Kapseu C, Tchiegang., 1996. Composition de l'huile des fruits de deux cultivars de safou au Cameroun, Fruits, 51 (3), 185 – 191.
24. Kapseu C, Kayem G.J, 1998. Actes du 2è séminaire international sur la valorisation du safoutier et autres oléagineux non conventionnels. 3-5/12/97 Ngaoundéré, Cameroun.
25. Kapseu C, Mpongmetsem P.M, Silou Th, Roques M., 1999. Physicochimie du fruit du safoutier (*Dacryodes edulis*) camerounais, Tropicultura (16 -17), 37-42.
26. Kapseu C, Avouampo E. and Djeumako B., 2002. Oil extraction from *Dacryodes edulis* (G. Don) H.J. Lam fruit. *Forests, Trees and Livelihoods*. 11: 97-104.
27. Kengue J., 1995. Le safoutier (*Dacryodes edulis* (G Don) H.J.Lam). Le flamboyant n°33, 4-7.
28. Kengue J., 2002. Safou (*Dacryodes edulis*). Monographie. Centre International des cultures sous utilisées, Southampton, 150p.

29. Kinkéla T, Bézard J., 1993. Etude de la structure des triacylglycérols de l'huile de la pulpe de safou (*Dacryodes edulis*), Rev. Fr. Corps Gras, 40 (11/12), 273 - 382.
30. Kinkela T, Silou T., 2003. Composition en acides gras et en triacylglycérols de l'huile de la graine de safou, Journal de la Soc. Ouest Afr. Chimie, 17, 20 –31.
31. Kinkéla T., 2003. Etude de la fraction triglycéridique de l'huile de safou (*Dacryodes edulis*) et évaluation in vitro de son intérêt nutritionnel pour les populations d'Afrique centrale. Thèse de Doctorat d'Etat., Université Marien Ngouabi, 130p.
32. Kinkéla T, Kama Niamayoua R, Mampouya D, Silou., 2006. Variation in morphological characteristics, lipid content and chemical composition of safou (*Dacarodes edulis*) according to fruit distribution. A case study. African Journal of Biotechnology, 5 (12), 1233 – 1238.
33. Laroussilhe (de) F, Schowb R, wolf J.P., 1964. Le safou, source de matière grasse. Premier congrès international des industries agricoles des zones tropicales et subtropicales, Abidjan 14 -19 décembre.
34. Lewis, L.E., Moris, R & O'Brien, K. 1978. The oil content of avocado mesocarp. J. Sc. Fd. Agric., 29, 943 – 949.
35. Loemba Ndembi J, Silou T., 2006. Etude des alcools triterpéniques de la fraction insaponifiable de l'huile de la pulpe de safou (*Dacryodes edulis*), J, Soc. Ouest Afr. Chimie, 21, xx-xx
36. Lozano, Y., Duverneuil, G. & Yamasaki K. 1982. Mesure de la teneur en huile de la pulpe d'avocat par réfractométrie : avantage, limites et précision de la méthode. Fruits, 37 (9), 545 – 554
37. Mampouya M.C, 1991. Marcottage du safoutier. Actes du séminaire sous régional sur la valorisation du safoutier. 26-28 novembre à Brazzaville.
38. Mars A, Abderrazak R, Marrakchi M., 1994. Etude de la variation intra-arbre de la qualité des fruits d'agrumes récoltés sur un même arbre. I. Effets de la date de récolte, de l'orientation des fruits et de leur position sur la frondaison, Fruits, 49 (4), 269-278.
39. Martin R.A, 2001. Apports nutritionnels conseillés pour la population française, 3è édition, Tec.doc. Lavoisier, Paris.
40. Mavah. 1993. Contribution à l'étude des problèmes post-récoltes dans la filière safou : origine et essai d'évaluation des pertes. Mémoire d'ingénieur IDR. Université Marien NGOUABI.
41. Mbofung C.M.F, Njiniang N.Y, Himeda M.B, 2000. Utilisation de la pâte de safou (*Dacryodes edulis*) comme ingrédient dans la fabrication des biscuits : caractéristiques sensorielles, physico-chimiques et fonctionnelles, 3è séminaire international sur la valorisation du safoutier et autres oléagineux non conventionnels, pp 346-357.

42. Mbofung C.M.F, Silou T, and Mouragadja I., 2002. Chemical characterisation of Safou (*Dacryodes edulis*) and evaluation of its potential as an ingredient in nutritious biscuits. *Forests, Trees and Livelihoods*. 12: 105-118.
43. Mordret, F.& Helme J.P.1975. *Ann. Nutr. Alim.*, 29, 1 – 47.
44. Mpungi Buyungu, 2002. Contribution du safoutier (*Dacryodes edulis*) à la diversification de l'agriculture en Afrique de l'Ouest In: Actes du 3è séminaire international sur la valorisation du safoutier et autres oléagineux non conventionnels, 3-5 octobre à Yaoundé. Kapseu C, Kayem G.J et Kengue J. (Eds) 40-49.
45. Nwufo M.F, Emberi L.C.& Mwimu N.Y., 1989. Post harvest rot diseases of the african pear (*Dacryodes edulis*) ; in south Eastern Nigeria .*Trop.Sci.*(29) 4:247.
46. Okafor J.C.,1983. Varietal delimitation in *Dacryodes edulis* (G Don) HJ LAM (Burseraceae). *Int Tree Crop J* 2, 255-265.
47. Okorie P.N, & Bonken N.O., 1992. Implication of cell degrading enzymes in the heart induced softening of african pear (*Dacryodes edulis*) .*J.Sci.Food in african*,59,59.
48. Omoti U.& Okiy A.D. , 1987, Characteristics and composition of pulp oil and cake of african pear *Dacryodes edulis* (G. Don) H.J.LAM., *J. Sci. Food Agric*. 38, 67-72.
49. Ortigosa C. 1993. Planification expérimentale en chimie. *Bulletin du CIFEC*, 7, 46-57.
50. Pennock J.F., et al 1964. A reassessment of tocopherol chemistry, *Biochem, Biophys. Res. Commun.*, 1964, 17 (5), p. 542-548.
51. Philippe J., 1957. Essai de reproduction végétative du safou. *Bull. Inf. INEAC VI* (5): 319-327.
52. Popov A. 1975. Teneur en stérols libres et liés des huiles de tournesol, soja et maïs, *Nahrung*, 1975, 19 (7), p. 547-549.
53. Porter R. S., 1947. *Calif. Dept. Agric. Bull.*, 38 (3), 20, 26.
54. Rapport FAO / OMS, 1997. Rôle des graisses et des huiles alimentaires en nutrition humaine. Rome. 111p.
55. Silou T, 1991a. Détermination de la teneur en huile de la pulpe de safou (*Dacryodes edulis*) par réfractométrie. *Fruits* 46 (1) ,93-100.
56. Silou T, 1991b. Conservation et transformation de la pulpe.In :Actes du séminaire sous régional sur la valorisation du safoutier, 25-28 novembre 1991.Brazzaville, Congo, 41-63.
57. Silou T, Moussata C.O., 1991, Essai de décoloration thermique de l'huile de la pulpe de safou. *Rev. Fse.Corps gras* 38, 9 – 10, 315 – 320.
58. Silou T, Goma – Maniongui J, Bounou P, Ouamba J.M., 1991, Etude du séchage de la pulpe du safou ; résultats préliminaires *Tropicultura* 9, 2, 61 – 68.

59. Silou T, Kiakouama S, Bézard J, Semporé G., 1993. Note sur la composition en acides gras et en triglycérides de l'huile de safou en relation avec la solidification partielle de cette huile. *Fruits* 46, 3, 271 – 276.
60. Silou T, Bitoungui J.P, Mavah G., 1995. Mesure du ramollissement naturel de la pulpe de safou par pénétrométrie. *Fruit*, 50, 375-378.
61. Silou T., 1996. Le safoutier (*Dacryodes edulis*), un arbre mal connu. *Fruits*, 51, 47 – 60.
62. Silou T, Avouompo E, 1997. Perspectives de production de l'huile de safou, Bulletin Africain Bioressources, Energie, Développement, Environnement, 8,7-13.
63. Silou T, Kama Niamayoua R., 1999. Contribution à la caractérisation des safous d'Afrique Centrale (*Dacryodes edulis*). *OCL*, 6, 439-443.
64. Silou Th, Mampouya D, Loka Lonyange W.D, Saadou M., 1999. Composition globale et caractéristiques des huiles extraites de 5 espèces de cucurbitacées du Niger, Rivista Italiana delle della sostenze Grasse, volume I, XXXVI, marzo, 141 –144.
65. Silou Th, Kama-Niamayoua R., 1999. Contribution à la caractérisation des safous (*Dacryodes edulis*) d'Afrique centrale V. Note sur l'étude régiospécifique des triacylglycérols de l'huile de la pulpe de safou par spectrométrie RMN 13C. Résultats préliminaires. *OCL* vol. 6, n° 5, 349 –353.
66. Silou T, Rocquelin G, Gallon G, Molangu T., 2000. Contribution à la caractérisation des safous (*Dacryodes edulis*) d'Afrique Centrale. Note II- Composition chimique et caractéristiques nutritionnelles des safous du district de Boko (Congo-Brazzaville). Variation inter-arbre. *La Rivista Italiana delle Sostanze Grasse*, 77, 85-89.
67. Silou T, Kama-Niamayoua R, Mampouya D, Kinkela T, Hernalestein L., 2000b, Contribution à la caractérisation des safous (*Dacryodes edulis*) d'Afrique centrale : importance de la culture et caractéristiques morphologiques des fruits de safoutiers dans le district de Boko au Congo-Brazzaville. Bulletin africain RABEDE , 12, 21-29.
68. Silou T, Malanda M, Loubaki L, 2004. Optimisation de l'extraction de l'huile essentielle de *Cymbopogon citratus* grâce à un plan factoriel complet 2<sup>3</sup>
69. Silou T, Bopoundza C, Massamba D., 2006a, Caractérisation morphologique et physico chimique des fruits issus du verger safoutier (*Dacryodes edulis*) de Brazzaville, Séminaire International sur le safoutier et autres oléagineux non conventionnels, Franceville, 20 – 24 Novembre.
70. Silou T, Biyoko S.R, Massamba D, Mampouya D, Kinkéla T., 2006d, Caractérisation morphologique et physicochimique des safous (*Dacryodes edulis*) récoltés sur 150 arbres de la région du du Kouilou au Congo-Brazzaville, Séminaire International sur le safoutier et autres oléagineux non conventionnels, Franceville, 20 – 24 Novembre.
71. Silou T, Massamba D, Goma Maniongui J, Maloumbi M.G, Biyoko S.R., 2006. Post harvest losses by natural opening of safou plp (*Dacryodes edulis*) in congo-Brazzaville, *Journal of Food Engineering*, xx, xxx –xxx. (On line)

72. Soulier B., Contribution à l'étude des huiles de la pulpe et de la graine de safou, 1987, Mémoire de DEA Université de Perpignan, 48p.
73. Tchendji C, Severin M, Wathelet J.P, Deroanne C., 1987, Composition de la graisse de *Dacryodes edulis*, Rev. Fr corps gras , 28, 123 -125.
74. Thomson A.B, Keelan M, Grag M.L and Clandinin M.T, 1989. Intestinal aspects of lipid absorption:in review.Can J Physiol Pharmacol, (67)p.179—91.
75. Unilever Limited, 1980, Process forbleaching naturally occurring oils and fats, European patent application n° 0 028 488.

## ANNEXES

### Articles scientifiques

## 1. Articles scientifiques

Silou Th., Kama-Niamayoua R., Mampouya D., Kinkela Th., Hernalesteen L., 1999. Contribution à la caractérisation des safous (*Dacyodes edulis*) d'Afrique centrale I. Importance de la culture et caractéristiques morphologiques des fruits dans le district de Boko, Congo-Brazzaville, Bulletin Africain Bioressources, Energie, Développement, Environnement, 12 : 21-29.

T. Silou, D. Mampouya, W.D. Loka Lonyange et M. Saadou, 1999. Composition globale et caractéristiques des huiles extraites de 5 espèces de Cucurbitacées du Niger. La Rivista Italiana Delle Sostanze Grasse-Vol. LXXVI, 141-144.

T. Silou, T. Kinkela, D. Mampouya, 2006, Morphological characteristics and lipid composition of safou (*Dacryodes edulis*) according to fruit localization on the tree. La Rivista Italiana Delle Sostanze Grasse-Vol. LXXXII, 75-80.

Kinkéla T., Kama-Niamayoua R., David Mampouya D., Silou T., 2006, Variations in morphological characteristics, lipid content and chemical composition of safou (*Dacryodes edulis* (G. Don) H.J.LAM.) according to fruit distribution. A case study, African journal of Biotechnology, 5 (12) : 1233 – 1238.

# CONTRIBUTION A LA CARACTERISATION DES SAFOU (*Dacryodes edulis*) D'AFRIQUE CENTRALE :

## IMPORTANCE DE LA CULTURE ET CARACTERISTIQUES MORPHOLOGIQUES DES FRUITS DES SAFOUTIERS DANS LE DISTRICT DE BOKO AU CONGO-BRAZZAVILLE

SILOU, Th., KAMA-NIAMAYOUA, R., MAMPOUYA, D., KINKELA, Th., HERNALESTEEN, L.

Equipe Pluridisciplinaire de Recherche en Alimentation et en Nutrition (EPRAN Congo).

BP 389 Brazzaville - CONGO

E-mail : aire10@calva.com

### RESUME

Une enquête réalisée entre 1993 et 1997 dans le district de Boko (Congo-Brazzaville) en vue d'évaluer l'importance de la culture du safoutier et de caractériser les fruits a conduit à estimer à 180 000 le nombre de safoutiers, produisant de 1063 tonnes de fruits frais (en mauvaise saison) à 4220 tonnes de fruits frais (en bonne saison). Elle a permis également d'établir que le safoutier vient en première position des arbres fruitiers cultivés dans le district suivi dans l'ordre par le mangue, les agrumes et l'avocatier.

Par ailleurs, les observations de terrain dans le district de Boko (Congo-Brazzaville) concernant 980 fruits de 68 arbres de 7 espèces de la littérature (ordre de classement des fruits selon leur calibre (morphologie) et leur catégorie (composition) qui est proposée dans cet article. Trois calibres (I, II, III) et trois catégories (I, II, III) ont été définies. Les fruits étudiés appartiennent à la catégorie II avec un calibre II, ce sont des fruits de calibre moyen et ayant une bonne teneur en huile. Leur variabilité intra et inter arbre a été également examinée. On constate une grande homogénéité des fruits aussi bien sur un même arbre que d'un arbre à un autre dans une même zone écologique. Cette étude, réalisée sur un échantillon de taille moyenne, devrait être étendue à un échantillon plus large à des fins de généralisation.

En permettant une meilleure caractérisation des safou, ce travail contribue à la définition des variétés chez les safoutiers.

**MOTS CLES :** Safoutier, *Dacryodes edulis*, morphologie, analyse chimique, lipides, acides gras, Congo-Brazzaville.

### SUMMARY

A survey carried out between 1993 and 1997 in the district of Boko (Congo-Brazzaville) to evaluate the importance of the culture of the safou trees and to characterize fruits led to estimate to 180 000 safou trees producing 1063 tons of fresh fruits (in bad season) to 4220 tons of fresh fruits (in good season). It also established that safou tree comes in first rank of the fruit trees cultivated in the district followed successively by mango, citrus and avocado trees.

The data of the literature and the ground observations (District of Boko, Congo-Brazzaville) concerning 980 fruits (from 68 trees) determine the classification of the safou according to their size (morphology) and their category (composition) which is proposed in this paper. Three sizes (I, II, III) and three categories (I, II, III) were defined. The studied fruits belong to category II with a size II: they are fruits of medium size having a good oil content. Their intra and inter tree variability was also examined: we noticed a great homogeneity of the fruits on the same tree as well as between trees in the same ecological zone. This study carried out on a sample of average size should be extended to a broader sample in view of its generalization.

By allowing a better characterization of the safou, this work contributes to the definition of the varieties of the safou trees.

**KEY WORDS :** Safou tree, *Dacryodes edulis*, morphology, chemical analysis, lipids, fatty acids, Congo-Brazzaville.

## I - INTRODUCTION

Le safoutier (*Dacryodes edulis* H.J. LAM), originaire du golfe de Guinée, joue un rôle important dans l'économie et la vie des populations des pays d'Afrique Centrale. Pourtant, il n'existe aucune étude visant à quantifier cette importance (superficiés cultivées, productions). Nous décrivons dans ce travail, une méthodologie d'évaluation du verger et de la production des safoutiers dans le District de Boko au Congo-Brazzaville. Cette méthodologie pourrait éventuellement être généralisée pour être utilisée dans la sous-région.

Le safoutier, *Dacryodes edulis* H.J. LAM, appartient à la famille des BURSERACEES. C'est un arbre à tronc droit, les feuilles sont composées imparipennées aux folioles oblongues, lancéolées, acuminées : les fleurs sont trimères avec trois sépales formant le calice et trois pétales formant la corolle ; le fruit est une drupe oblongue, violette à maturité, de dimensions variables suivant les arbres (figure 1).

Le safoutier se reproduit essentiellement par semis, ce qui conduit à une grande diversité de forme et peut-être de composition d'un arbre à un autre et pourquoi pas d'un fruit à un autre sur un même arbre. Depuis plus de cinq ans nous

Figure 1 : Le safoutier

Safoutier adulte  
10 ans (production 100 kg/an)

Grappe de fruits immatures

avons entrepris dans le district de Boko, au Congo-Brazzaville, un travail pour quantifier ce phénomène en vue d'une meilleure caractérisation de cette ressource.

L'étude s'est faite de proche en proche. L'étude de la distribution des fruits en fonction de l'orientation géographique sur un même arbre a été suivie de l'examen des caractéristiques des fruits de différents arbres d'un même village pour s'étendre en fin de compte aux fruits des arbres d'une zone écologique plus large (ici le district de Boko 2 900 km<sup>2</sup>). L'étude de ces variations intra et inter arbre qui vise à éclairer la notion de calibre et de catégorie des fruits soit sur un arbre, soit dans une zone écologique, constitue, en perspective, une contribution à la délimitation variétale chez le safoutier.

## II - MATERIEL ET METHODES

## 1 - Milieu d'étude

La présente étude concerne l'ancien district de Boko. C'est un hexagone irrégulier de 2 900 km<sup>2</sup> situé à l'extrême sud de la région du Pool, limité : au Nord, par les districts de Mindouli et Kinkala, au Sud Est par le fleuve Congo et au Sud Ouest par le Congo-Kinshasa. Depuis le 18 Septembre 1995, il a été scindé en 3 nouveaux districts : BOKO, LOUINGUI, LOUMO, constituant sur le plan géographique une même zone écologique (figure 2).

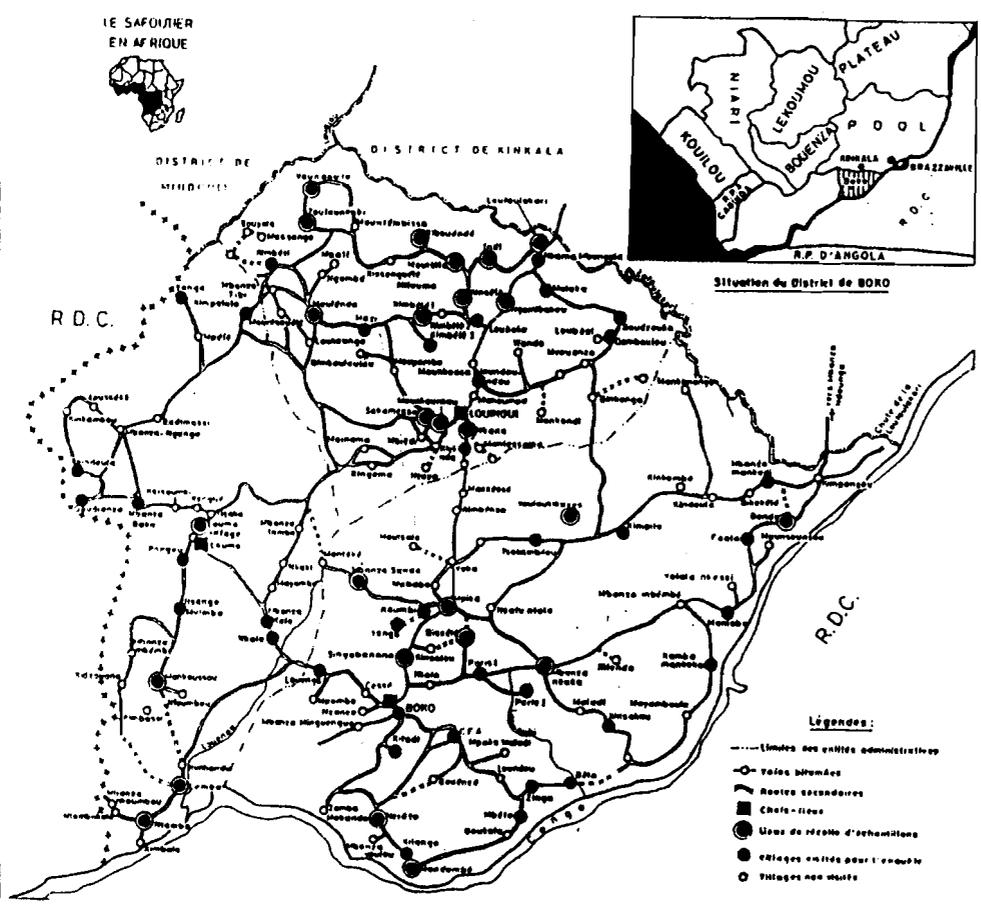
## 2 - Enquête sur la culture et la production du safoutier

Nous avons utilisé l'échantillonnage à plusieurs degrés (ici, deux) tel que décrit par METTRICK (1) à cause de la facilité de la construction de la base de sondage et de la réduction des coûts induits.

sous entité ; un échantillon de 63 villages a pu ainsi être constitué.

Le deuxième degré est le nombre de ménages. La population cible dans cette enquête est l'ensemble des planteurs de safoutiers du district. La propriété de la terre étant familiale, nous avons retenu le ménage (tel que défini dans les documents du recensement général de la population de 1984) comme unité statistique pour l'enquête. Par ailleurs, le nombre de ménages variant dans une fourchette plus faible que celui de la population, le biais éventuellement introduit par l'utilisation des chiffres non actualisés est de moindre importance. Les corrections via le taux annuel d'augmentation de la population ne nous ont pas paru nécessaires, car nous visons ici une évaluation grossière de la taille du verger et de la production de safou, en vue d'affiner la méthode que nous envisageons utiliser pour l'évaluation de la production nationale de safou. En fin de compte, dans chaque village, retenu pour l'enquête, un échantillon d'au moins 6% de ménages a été constitué de manière raisonnée. En parcourant les artères des villages, nous avons sélectionné, à partir de la taille de leur verger, les ménages à interroger de façon à rendre compte de la diversité des exploitations. Un échantillon de 188 ménages a pu ainsi être constitué (tableau 1). Le

Figure 2 : District de Boko



Le premier degré est représenté par l'ensemble des villages du district. Pour avoir une couverture homogène du district, nous avons considéré les 3 sous entités : Boko-centre, Louingui et Loumo. Nous avons tiré au sort 30% de villages dans chaque

questionnaire de l'enquête comprenait d'une part le contexte de la filière safou (situation générale, écologie, agronomie) et d'autre part la filière proprement dite (culture, production, utilisation).

Tableau 1 : Constitution de l'échantillon de ménages interrogés

\*pourcentage par rapport au nombre de ménages dans les villages visités

\*\* nombre total de ménages excluant les chefs-lieux des différentes entités

	Nombre total de villages	Nombre total de ménages	Nombre de villages visités (nombre de ménages dans les villages visités)	Echantillon de ménages interrogés (%)
Boko-centre	90	3593 3003**	27 (1260)	80 (6,3%)*
Louingui	75	2066 1920**	23 (855)	55 (6,4%)
Loumo	39	1351 1263**	13 (572)	51 (8,9%)

### 3 - Matériel végétal

#### 3.1 - Etude des variations intra-arbre

Six arbres choisis au hasard dans le district et localisés à Moulenda (1 arbre), Kiazi (1 arbre), Kimbila (2 arbres) et Boko (2 arbres) ont été étudiés en tenant compte de l'orientation géographique des fruits (Nord, Sud, Est, Ouest). Dix fruits ont été prélevés pour chaque orientation à différentes hauteurs du sol pour tenir compte d'une influence éventuelle de ce facteur (2). Ainsi, 40 fruits par arbre ont été soumis à une étude morphologique et physico-chimique.

#### 3.2 - Etude des variations inter-arbre dans un même village

Deux villages du District de Boko ont été étudiés : il s'agit de LOUFOULAKARI (15 arbres) et de NGAMIBAKOU (9 arbres). Dans chacun de ces arbres, 10 fruits ont été récoltés au hasard, sur la base de la calibration des fruits sur un même arbre établie auparavant. L'étude a donc porté sur 150 fruits de LOUFOULAKARI et 90 fruits de NGAMIBAKOU.

#### 3.3 - Etude des variations inter-arbre pour l'ensemble du District

Les villages concernés par la récolte des échantillons ont été retenus de façon à réaliser une couverture géographique complète et homogène du district (figure 2). Dans chaque village, des arbres ont été retenus au hasard et le nombre d'arbres étudiés varie selon l'importance des plantations de safoutiers avec un maximum de 5 arbres par village. L'ensemble de l'étude a donc concerné 68 arbres, soit 980 fruits, avec un nombre de fruits prélevés par arbre variant de 10 à 40 fruits selon la nature de l'étude réalisée.

### 4 - Méthodes d'étude

#### 4.1 - Grandeurs morphologiques

Dans les pays où il est cultivé, le safoutier se reproduit essentiellement par semis. Il en découle une grande diversité se traduisant par des fruits aux caractéristiques morphologiques très variées. Nous avons déterminé pour chaque fruit les caractéristiques telles que définies antérieurement (3) : la longueur du fruit (Long), la largeur du fruit (Larg), l'épaisseur

de la pulpe (Ep.), la masse totale du fruit (Mt.), la masse de la pulpe (Mp.) et la masse volumique du fruit.

#### 4.2 - Caractéristiques physiques du fruit

##### (i) Masse totale du fruit et masse de la pulpe

A l'aide d'une balance, le fruit entier est pesé au dg près, on obtient la masse totale (Mt). Après le retrait de la graine, la pulpe fraîche est pesée ce qui permet d'obtenir la masse de la pulpe, Mp.

##### (ii) Masse volumique du fruit

Avec de l'eau distillée, on remplit au \_ une éprouvette graduée de un litre et on note le volume  $v_0$ , puis on immerge un fruit entier et on note  $v_1$ . Si le fruit a une masse  $m$ , sa masse volumique est donnée par :

$$\text{Masse volumique} = m/(v_1 - v_0)$$

#### 4.3 - Teneur en eau et teneur en huile du fruit

Le fruit est ouvert longitudinalement à l'aide d'un couteau de table, on retire la graine. Soit  $m_1$  la masse de la pulpe et  $m_2$  la masse de la pulpe séchée à l'étuve à 150°C jusqu'à masse constante, la teneur en eau est donnée par :

$$\% \text{ eau} = (m_1 - m_2) / 100$$

La détermination de la teneur en huile a été faite soit par la méthode au soxhlet, soit par la méthode réfractométrique et on passe de l'une à l'autre par l'expression :

$\% \text{ huile (soxhlet)} = 1,514 (\% \text{ huile réf.}) - 3,13$ , avec un coefficient de corrélation de 0,7 (4).

#### 4.4 - Traitement statistique des données

Les traitements statistiques ont été effectués sur Excel 7.0, sous Windows 98.

## III - RESULTATS EXPERIMENTAUX ET COMMENTAIRES

### 1 - Evaluation du verger et de la production

L'enquête a conduit aux résultats reportés dans le tableau 2.

**Tableau 2 : Evaluation du nombre et de la production des safoutiers dans le district de Boko**

\* 1/3 prise en compte de la meilleure production des pieds femelles

	BOKO centre	LOUINGUI	LOUMO	TOTAL
Nombre de ménages ( $n_1$ )	3003	1920	1263	6186
Nombre d'arbres par ménage ( $n_2$ )	35	20	29	-
Production moyenne par arbre (mauvaise saison) $p_1$ (kg)	15	22	21	-
Production moyenne par arbre (bonne saison) $p_2$ (kg)	56	92	90	-
Nombre total, d'arbres $N = n_1 \times n_2$	105105	38400	36627	180132
Production totale (mauvaise saison) $P_1 = p_1 \times N \times 1/3$ (tonnes)*	525,5	281,6	256,4	1063,5
Production totale (bonne saison) $P_2 = p_2 \times N \times 1/3$ (tonnes)	1962,0	1177,6	1086,6	4226,2

Il ressort de cette enquête qu'en moyenne un ménage possède :

- 35 arbres dans BOKO Centre ;
- 20 arbres dans LOUINGUI ;
- 29 arbres dans LOUMO.

La culture du safoutier est plus développée dans BOKO Centre qu'à LOUMO et à LOUINGUI. Ceci n'est pas étonnant quand on sait que BOKO a été le siège d'un projet de développement d'arboriculture fruitière depuis 1984. L'intérêt et la technique de cette culture se sont ensuite diffusés, dans l'ordre, à LOUMO et LOUINGUI. L'indicateur arbre/ménage rend bien compte de cette situation.

Le safoutier est en production maximale une année sur deux :  $p_1$  et  $p_2$  traduisent ce fait en représentant respectivement la production en année défavorable et en année favorable.

L'enquête indique que la production  $p_1$  (année défavorable), qui peut être nulle, est en moyenne de 15 kg/arbre à BOKO Centre, 22 kg/arbre à LOUINGUI pour atteindre 21 kg/arbre à LOUMO. La cause de ce rendement pourrait être recherchée dans l'état des vergers, notamment leur âge.

Le verger de BOKO Centre est le plus vieux du District ; on assiste à une baisse de production moyenne par arbre. La production  $p_2$  va dans le même sens : elle est de 56 kg/arbre à BOKO, de 92 kg/arbre à LOUINGUI et de 90 kg/arbre à LOUMO. Si ces indicateurs par arbre sont aisément vérifiables sur le terrain et mieux, s'inscrivent dans les fourchettes rencontrées dans la littérature notamment pour la production (3), l'extrapolation au niveau de l'ensemble du district doit se faire avec beaucoup de prudence. C'est ainsi que :

- d'une part, nous avons écarté les 3 chefs-lieux de nouveaux districts qui, à cause de la présence des fonctionnaires et des commerçants en surnombre, risquent de biaiser fortement les résultats ;
- d'autre part, nous allons introduire un facteur correctif tenant compte des arbres productifs. En effet, il est maintenant admis l'existence de 3 types de pieds chez le safoutier : les mâles, les femelles et les hermaphrodites (5). Les pieds femelles étant les plus productifs, seul le tiers du verger serait significativement productif, dans l'hypothèse d'une répartition aléatoire de la nature des pieds.

La lecture du tableau 2 indique 105 105 arbres pour BOKO-centre, 38 400 arbres pour LOUINGUI et 36 627 pour LOUMO. En considérant le tiers de ces arbres, les productions varient de la manière suivante :

- 525,5 à 1962,0 t pour BOKO Centre, avec une moyenne de 1 243 t ;
- 281,6 à 1177,6 t pour LOUINGUI, avec une moyenne de 730 t ;
- 256,4 à 1086,6 t pour LOUMO, avec une moyenne de 672 t.

Soit un total de 1063,5 à 4226,2 t pour l'ensemble du District, avec une moyenne de 2645 t.

## 2 - Caractérisation des fruits

Dans l'itinéraire menant à une caractérisation aussi exhaustive que possible du safou dans son aire naturelle de végétation, l'étude doit commencer, pensons-nous, par le maillon le plus simple qui est l'arbre. Les fruits d'un même arbre tendent-ils vers un même calibre ? une même composition ?

Pour tenter de répondre à cette question, nous avons retenu l'évaluation de l'effet de l'orientation géographique sur la morphologie et la composition des fruits (teneurs en eau et huile), déjà réalisée dans la littérature pour les agrumes (6) et qui pourrait constituer un début de réponse à ces questions.

### 2.1 - Etude de la variation intra-arbre des fruits

Les résultats obtenus pour les 6 arbres étudiés sont regroupés dans le tableau 3. Si, en moyenne, les indicateurs du calibre du fruit (Long., Larg., Ep.) varient très peu avec l'orientation quel que soit l'arbre étudié, la masse du fruit entier ( $M_f$ ) est supérieure à la moyenne de l'arbre à l'Ouest alors qu'elle est systématiquement inférieure au Sud, sauf pour KIMBILA 2 où la tendance s'inverse. La variation est plus aléatoire pour l'Est et le Nord.

Les résultats sont encore plus nets si l'on considère la masse de la pulpe ( $M_p$ ). De façon grossière, on peut déjà constater que les fruits les mieux nantis en pulpe ont tendance à se trouver à l'Ouest, sur l'axe Est-Ouest, et les fruits les moins nantis au Sud, sur l'axe Nord-Sud, laissant déjà apparaître l'idée d'un axe Est-Ouest favorisé par rapport au Nord-Sud. On pourrait multiplier les observations et les remarques en examinant les grandeurs les unes après les autres. Mais ne perdons pas de vue que la question essentielle à laquelle doit répondre cette étude est celle de savoir si les fruits, sur un même arbre, sont discriminés par leur orientation géographique. L'analyse statistique élémentaire (écarts-types, coefficient de variation) indique, pour l'ensemble des caractéristiques morphologiques et chimiques étudiées, des variations de très faibles amplitudes.

Ces résultats sont en faveur d'une calibration naturelle des fruits sur un même arbre aussi bien sur le plan morphologique que chimique, tout au moins à travers les teneurs en eau et en huile. Ceci étant acquis, qu'en est-il pour des fruits d'arbres différents ? La réponse à cette question peut être recherchée en considérant d'abord les arbres localisés dans un même village et ensuite ceux d'une zone écologique plus large.

Tableau 3 : Variation des grandeurs morphologiques, de la teneur en eau et de la teneur en huile des fruits sur un même arbre

\* valeurs non déterminées

		LONGUEUR (cm)	LARGEUR (cm)	EPAISSEUR (cm)	MASSE TOTALE (g)	MASSE PULPE (g)	MASSE VOLUMIQUE (g/cm <sup>3</sup> )	TENEUR EN EAU (%)	TENEUR EN HUILE (%)
MOULENDA	Nord	7.6	4.2	0.8	62.5	42.0	0.700	49.5	
	Sud	7.5	4.1	0.7	62.2	46.3	0.800	57.6	
	Est	7.6	4.3	0.8	69.2	48.1	0.800	56.1	*
	Ouest	7.8	4.1	0.8	68.0	48.0	0.700	47.4	
	Moyenne arbre	7.6	4.2	0.8	65.4	46.1	0.750	52.6	
KIAZI	Nord	6.4	3.2	0.6	47.5	34.4	0.900	60.0	
	Sud	6.3	3.6	0.6	44.5	32.5	1.030	67.6	*
	Est	6.5	3.8	0.6	49.8	34.9	0.900	55.6	
	Ouest	6.5	3.8	0.7	54.8	39.7	1.010	56.9	
	Moyenne arbre	6.5	3.6	0.6	49.1	35.4	0.960	59.9	
KIMBILA 1	Nord	6.1	2.9	0.4	34.5	19.5	0.970	70.7	34.9
	Sud	6.0	3.0	0.4	37.0	20.5	1.010	73.7	42.0
	Est	6.2	3.1	0.5	38.0	23.0	0.950	58.2	41.1
	Ouest	6.4	3.1	0.5	42.0	26.0	0.970	66.1	45.2
	Moyenne arbre	6.1	3.0	0.4	37.0	22.2	0.970	67.1	40.8
KIMBILA 2	Nord	5.1	3.5	0.5	37.5	20.5	0.940	52.7	29.6
	Sud	5.1	3.4	0.4	35.5	19.0	0.950	57.2	31.7
	Est	5.1	3.4	0.5	33.5	18.0	0.910	54.8	33.1
	Ouest	5.1	3.4	0.4	34.0	18.0	1.030	52.7	37.4
	Moyenne arbre	5.1	3.4	0.4	35.1	18.8	0.950	54.3	33.0
BOKO 1	Nord	6.2	3.0	0.4	27.8	19.9	0.910	75.2	60.6
	Sud	6.3	3.1	0.4	30.9	21.7	0.890	74.3	58.5
	Est	6.0	3.0	0.4	27.4	19.1	0.890	77.5	65.2
	Ouest	6.1	3.0	0.4	30.1	19.5	0.930	70.5	61.8
	Moyenne arbre	6.1	3.0	0.4	29.0	20.0	0.900	74.3	61.6
BOKO 2	Nord	6.6	3.6	0.6	49.0	36.0	0.900	53.8	32.8
	Sud	6.4	3.6	0.6	46.5	34.0	0.920	55.4	37.4
	Est	6.4	3.6	0.6	48.0	33.5	0.920	52.1	38.8
	Ouest	6.4	3.8	0.6	48.5	35.0	0.900	56.1	38.7
	Moyenne arbre	6.4	3.6	0.6	48.0	34.6	0.910	54.3	36.8

## 2.2 - Variation inter-arbre au sein d'un même village

Dans ce cas de figure, on peut considérer que les individus (arbres) sont liés entre eux, ne serait-ce que par le fait d'être

pollinisés par la même population d'insectes. Les tableaux 4 et 5 représentent les caractéristiques morphologiques et les teneurs en eau et en huile des arbres de LOUFOULAKARI et de NGAMIBAKOU.

**Tableau 4 : Calculs statistiques sur les caractéristiques morphologiques et la composition des fruits de 15 arbres de LOUFOULAKARI (150 fruits)**

	Longueur	Largeur	Epaisseur	Mt.	Mp.	Masse volumique	% eau	% huile
Moyenne	5.9	3.6	0.5	44.4	34.8	0.908	63.8	47.1
Minimum	4.4	3.1	0.4	26.7	17.5	0.800	51.5	34.1
Maximum	7.7	4.1	0.7	77.5	67.0	1.040	74.9	58.5
Ecart-type (SD)	0.9	0.3	0.1	12.5	10.3	0.074	6.7	6.8
Coefficient de variation	15.2	9.0	14.8	28.1	32.5	8.1	10.5	14.3

**Tableau 5 : Caractéristiques morphologiques et composition des fruits de 9 arbres de NGAMIBAKOU (90 fruits)**

	Longueur	Largeur	Epaisseur	Mt.	Mp.	Masse volumique	% eau	% huile
Moyenne	6.7	3.6	0.6	49.8	35.2	0.879	57.4	50.5
Minimum	5.1	3.3	0.4	33.5	23.0	0.800	45.6	31.8
Maximum	8.2	4.1	0.8	75.5	58.0	1.010	67.3	64.2
Ecart-type (SD)	1.1	0.3	0.1	12.4	10.7	0.07	6.8	11.6
Coefficient de variation	15.6	6.9	20.3	25.0	30.3	7.9	11.8	23.0

S'agissant du village de LOUFOULAKARI, on retrouve là encore des écarts-types faibles et des coefficients de variation pour l'essentiel inférieurs à 15%, sauf pour les masses (Mt, Mp) où ils sont deux fois plus élevés.

Le calibre (longueur, largeur), les teneurs en eau et en huile semblent mieux caractériser les fruits dans un village, plus que leur masse qui varie dans une fourchette 2 fois plus grande.

Les résultats de NGAMIBAKOU confirment la faible variation des grandeurs telles que la longueur, la largeur et la teneur en eau. Ici, la masse totale et la teneur en huile ont des coefficients de variation plus élevés. Comme sur l'arbre, les fruits ont une

forte tendance à se ressembler pour les arbres d'un même village ; les fourchettes de variations sont un peu plus larges que précédemment.

## 2.3 - Variation inter-arbre au sein d'une zone écologique

Etendons maintenant l'étude à une superficie plus vaste (District de Boko 2 900 km<sup>2</sup>) pour essayer de cerner les données du problème sur une zone écologique plus large. Soixante huit (68) arbres ont fait l'objet d'une étude statistique descriptive (tableau 6).

**Tableau 6 : Calculs statistiques sur les données morphologiques et les teneurs en eau et en huile des 68 sautiers du District de Boko**

\* calculs effectués sur les fruits de 65 arbres

	Longueur (cm)	Largeur (cm)	Epaisseur (cm)	Mt. (g)	% eau *	% huile *
Moyenne	6.3	3.6	0.6	42.6	64.3	40.7
Minimum	4.1	2.7	0.4	19.0	47.0	25.8
Maximum	8.7	4.8	0.9	74.5	77.1	74.9
Ecart-type (SD)	0.9	0.4	0.1	13.0	6.9	10.5
Coefficient de variation	14.4	11.3	22.3	30	10.7	25.9

Comme précédemment, les résultats obtenus sont en faveur d'une grande homogénéité des fruits dans la zone étudiée si l'on considère toujours les écarts-types et les coefficients de variation.

## IV - DISCUSSION ET CONCLUSION

### 1 - Production

La taille de l'échantillon, la notion des arbres productifs et l'absence des statistiques officielles rendent délicate l'évaluation de la taille du verger des safoutiers du district. Les chiffres obtenus sont néanmoins tout à fait acceptables quand on sait par exemple que pour la production moyenne par arbre, qui varie entre 15 et 92 kg, nous avons obtenu par mesure directe (3) sur des arbres jeunes, des valeurs de 100 kg par arbre alors qu'OMOTI et OKIY (7) ont obtenu au Nigeria des valeurs de l'ordre de 220 kg par arbre.

Si erreur il peut y avoir, elle conduira à sous-estimer et non à sur-estimer la production.

Cette méthode va être affinée sur un échantillon plus représentatif. En tant que première tentative de quantification de la production de safou dans la sous région, elle est appelée à se développer quand on voit le dynamisme de ce secteur en Afrique Centrale.

### 2 - Caractérisation des fruits

L'objectif poursuivi dans ce travail est la caractérisation des safous du district de Boko. Nous venons d'établir l'existence d'une homogénéité de calibre (morphologie) et de catégorie (composition) des fruits dans le district.

Il convient maintenant de situer les safou étudiés dans la gamme des safou existants telle qu'on peut la saisir par la littérature et aussi par des missions de terrain organisées à travers le Congo-Brazzaville.

#### 2.1 - Calibre

Certains auteurs (7) utilisent, pour la morphologie du safou, la longueur et la circonférence ou le diamètre. Pour des raisons pratiques, nous avons considéré un parallélépipède englobant le fruit. La section du fruit étant quasiment cylindrique, la section d'un parallélépipède est un carré dont le côté est égal à la «largeur» du fruit. La hauteur du parallélépipède correspond à la «longueur» du fruit. Nous avons donc choisi la longueur et la largeur ainsi définies pour décrire la morphologie du safou.

Une telle description nous paraît pertinente dans l'éventualité d'une mise en place de machines pour l'ouverture mécanisée des fruits, dans le cadre de la mise au point d'un procédé

artisanal ou industriel de production d'huile à partir de la pulpe de safou.

Une grandeur a été considérée dans la description de la morphologie du safou, l'épaisseur de la pulpe. Elle peut s'avérer intéressante dans l'étape de séchage au cas où le procédé nécessiterait le retrait de l'endocarpe.

Des grandeurs physiques qui découlent de la morphologie peuvent également être prises en compte dans ce travail. C'est le cas de la masse et du volume sous forme de masse totale du fruit ( $M_T$ ), masse de la pulpe ( $M_p$ ), masse volumique.

Toutes ces données combinées conduisent à une définition plus fine du calibre.

#### 2.2 - Catégorie

Nous regroupons sous ce vocable tout ce qui a trait à la composition du fruit, et en particulier à la teneur en huile, parce que nous avons inscrit ce travail dans le cadre de la valorisation du safou en tant qu'oléagineux.

Le premier groupe de grandeurs à considérer sont celles relatives à la composition globale du fruit. Ce sont les teneurs en eaux, lipides, protéines, cendres et éventuellement en sucres.

Le second groupe de grandeurs concerne la qualité des huiles extraites du fruit (pulpe, graine). Ce sont :

- les caractéristiques physico-chimiques : masse volumique, viscosité, indice de réfraction, couleur (U.V) ;
- les indices chimiques : indices d'acide, de saponification, d'iode et de peroxyde.

Un dernier groupe, lié à des études plus fines, renvoie à la composition de l'huile : teneur en insaponifiables, composition en acides gras, structure des triacylglycérols.

Il est évident que seul un petit nombre de tous ces critères possibles seront utilisés dans les classifications de types commerciales ou technologiques. Nous avons retenu, dans cette étude, la teneur en eau et la teneur en huile.

#### 2.3 - Calibre et catégorie des safous du District de Boko

La littérature et les observations de terrain permettent de retenir, pour les différentes grandeurs, les bornes de variations suivantes :

- 4 < Longueur (cm) < 10
- 2 < Largeur (cm) < 6
- 0,5 < Epaisseur (cm) < 1,0

Nous proposons de faire 3 classes de fruits pour rendre compte des appellations adoptées par les acteurs de la filière : petits, moyens et gros safou que nous baptisons calibres I, II et III (tableau 7). Par rapport à cette classification, les safous

du District appartiennent à la catégorie II avec, comme caractéristiques :

- 91,2% d'arbres ont leurs fruits qui ont une longueur comprise entre 4 et 8 cm ;
- 100% ont une largeur comprise entre 3 et 6 cm ;

- 91,2% une épaisseur comprise entre 0,4 et 0,6 cm ;
- 73,1% une masse comprise entre 30 et 70 g.

La différence à ces valeurs est constituée des petits fruits (catégorie I).

Tableau 7 : Classification des safou selon leur calibre et catégorie

DESIGNATION	CALIBRE				CATEGORIE	
	Longueur (cm)	Largeur (cm)	Epaisseur (cm)	Masse Tot. (g)	% huile	% eau
I	< 4.0	< 3.0	< 0.4	< 30	< 30	< 40
II	4-8	3-6	0.4-0.8	30-70	30-60	40-80
III	> 8	> 6	> 0.8	> 70	> 60	> 80

En ce qui concerne la composition, la littérature et l'expérience acquise sur le sujet indiquent les bornes de variation suivantes :

- 30 < teneur en eau (%) < 95
- 10 < teneur en huile (%) < 75

Ici aussi, 3 classes peuvent être proposées (tableau 7). Les fruits des arbres étudiés dans le District de Boko appartiennent à la catégorie II avec :

- 100% d'arbres ayant des fruits dont la teneur en eau est comprise entre 40 et 90% ;
- 82,1% d'arbres ayant des fruits dont la teneur en huile est comprise entre 30 et 60%.

En conclusion, nous pouvons retenir que les fruits des arbres du district de Boko sont d'un calibre II et appartiennent à la

catégorie II. Ce sont des fruits de calibre moyen et ayant une bonne teneur en huile ; ils nous paraissent bien adaptés à l'oléotechnie.

## REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé dans le cadre de la prime de Recherche accordée à l'un d'entre nous (Th.S.) par le Fonds Francophone de la Recherche (FFR) de l'Association des Universités Entièrement ou Partiellement de Langue Française (AUPELF) et grâce à un soutien financier du Réseau Africain Bioressources et Energie pour le Développement et l'Environnement (Coopération Française). Nous présentons nos sincères remerciements à l'AUPELF et au RABEDE pour leur appui scientifique et financier.

## BIBLIOGRAPHIE

- (1) METTRICK, H. (1994) Recherche agricole orientée vers le développement. ICRA/CIA, Wageningen, Pays-Bas, 350 p.
- (2) HERNANDESTEEN, L. (1998) Caractérisation des safous du district de Boko au Congo-Brazzaville. Variation intra et inter arbre des grandeurs morphologiques et des caractéristiques physico-chimiques. Mémoire de fin d'études d'ingénieur IDR, Université Marien Ngouabi, Brazzaville, 11 p.
- (3) SILOU, Th. (1996). Le safoutier (*Dacryodes edulis*) un arbre mal connu. *Fruits*, 51 (1), 47-60.
- (4) SILOU, Th. (1991) Détermination de la teneur en huile de la pulpe de safou, *Dacryodes edulis* par réfractométrie. *Fruits*, 46 (1), 93-100.
- (5) KENGUE, T. (1996) Le safoutier (*Dacryodes edulis*) (G. Don) H.J. LAM) Le Flamboyant, 33, 4-7.
- (6) MARS, M., ABDERRAZAK, R., MARRAKCHI, M., (1994). Etude de la variation intra-arbre de la qualité des fruits d'agrumes récoltés sur un même arbre. Effets de la date de récolte, de l'orientation des fruits et de leur position dans la frondaison. *Fruits*, 45 (4), 269-278.
- (7) OMOTI, U., OKIY, P. A., (1987). Characterisation and composition of the pulpe oil and cake the African pear *Dacryodes edulis*. *J. Sci. Food Agric.*, 38, 67-72.

## Composition globale et caractéristiques des huiles extraites de 5 espèces de Cucurbitacées du Niger

TH. SILOU, D. MAMPOUYA,  
W. D. LOKA LONYANGE

EQUIPE PLURIDISCIPLINAIRE DE RECHERCHE  
EN ALIMENTATION ET NUTRITION  
EPFRAN CONGO, EQUIPE MIXTE DGRST-UMNG,  
BRAZZAVILLE-CONGO

M. SAADOU

DEPARTEMENT DE BIOLOGIE, FACULTE DES SCIENCES  
NIAMEY, NIGER

### COMPOSIZIONE GLOBALE E CARATTERISTICHE DEGLI OLI DEI SEMI DI 5 SPECIE DI CUCURBITACEAE DELLA NIGERIA

I semi di 5 specie di Cucurbitaceae della Nigeria sono state sottoposte a studi fisico-chimici allo scopo di valutare il loro valore nutrizionale. I semi studiati presentano dal 13 al 26% di proteina, dal 9 al 31% di lipidi, dal 2 al 5% di ceneri (P, Na, K, Ca, Mg, Fe, Cu, Zn, Mn). I principali acidi grassi dei lipidi totali sono: palmitico (12-18%), stearico (8-12%), oleico (13-40%), linoleico (31-61%). Il valore nutrizionale dei campioni esaminati è stato valutato considerando 4 fattori: R1 (% lipidi)/(% proteine), R2 (% acidi grassi saturi)/(% acidi grassi insaturi), contenuto di acido linoleico e presenza o meno di acido  $\alpha$ -eleostearico. Quest'ultimo non è stato rilevato nei campioni studiati. Quindi, prendendo in considerazione i fattori R1 e R2 si può fare la seguente classificazione, secondo una scala di interesse decrescente per le 5 specie esaminate: *Cucumis melo* > *Cucurbita pepo* > *Cucumis metuliflorus* > *Citrullus lanatus* > *Lagenaria siceraria*.

### GLOBAL COMPOSITION AND OILS SEED CHARACTERISTICS OF 5 CUCURBITACEAE SPECIES GROWING IN NIGER

The seeds of 5 cucurbitaceae species growing in Niger, were subjected to a physicochemical study in order to evaluate their nutritional interest. They are 13-26% protein content, 9-31% lipids content, and 2 - 5% ash content (P, Na, K, Ca, Mg, Fe, Cu, Zn, Mn). The major fatty acids of total lipids are: palmitic acid (12-18%), stearic acid (8-12%), oleic acid (13-40%), linoleic acid (31-61%). Nutritional interest was evaluated by considering 4 criteria: R1 (% lipids)/(% proteins), R2 = (%saturated FA)/(%unsaturated FA), linoleic acid content and occurrence or not of alpha eleostearic acid. This last one has not been highlighted on studied samples. So, taking into account of R1 and R2 suggests following classification, according to a decreasing scale of interest, for studied species: *Cucumis melo* > *Cucurbita pepo* > *Cucumis metuliflorus* > *Citrullus lanatus* > *Lagenaria siceraria*.

## INTRODUCTION

La situation alimentaire et nutritionnelle dans bon nombre de pays d'Afrique subsaharienne se caractérise par la prévalence d'une malnutrition protéino-énergétique qui frappe principalement les enfants de 0 à 5 ans et par la dépendance alimentaire de ces pays vis-à-vis de l'Etranger qui occasionne d'importantes sorties de devises.

L'introduction massive du soja dans les années 80 censée à corriger cette situation a abouti à des résultats plutôt décevants. De même l'urbanisation galopante et la crise économique que traverse le continent sont autant de facteurs aggravants.

L'une des voies de sortie de cette impasse est la promotion des spéculations oléo-protéagineuses locales. Les cucurbitacées répondent bien à cette double exigence [1, 2]

De consommation courante dans une grande partie de l'Afrique subsaharienne (Cameroun, République du Congo, République Démocratique du Congo, Nigéria, ...) elles sont parfaitement ancrées dans les pratiques culturelles et culinaires des populations [2, 3, 4, 5, 6, 7].

Leurs graines moulues sont utilisées comme épaississants des sauces ou sont cuites à l'étouffé sous forme de boulettes. Par rapport à la matière sèche, ces grai-

nes ont de teneurs élevées en lipides (30-50%) et en protéines (25-35%).

Les huiles qu'on peut en extraire sont de bonne qualité nutritionnelle avec un pourcentage de 15 à 70% d'Acides Gras Essentielles (AGE) et un coefficient de digestibilité de 98,2%. [1].

Dans le cadre du programme de recherche intitulé " Etude des Voies d'Amélioration des situations alimentaires et nutritionnelles des populations congolaises " (EVA), nous avons entrepris une étude systématique d'évaluation de l'intérêt nutritionnel de ces graines en Afrique du Centre et de l'Ouest, de façon à retenir, pour une large diffusion, les espèces les plus intéressantes par rapport au but poursuivi. Nous présentons ici les résultats obtenus sur *Citrullus lanatus*, *Cucurbita pepo*, *Lagenaria siceraria*, *Cucumis melo*, *Cucumis metuliflorus* du Niger.

## MATERIELS ET METHODES

### Matériel végétal

Nous avons étudié les graines de *Citrullus lanatus*, *Cucurbita pepo*, *Lagenaria siceraria*, *Cucumis melo*, *Cucumis metuliflorus* du Niger, récoltées et identifiées sous la

responsabilité du Pr. M. SAADOU de la Faculté des Sciences de Niamey où des spécimens sont déposés.

### Analyse totale de la graine

La teneur en protéines est déterminée par la méthode de Kjeldal [8], la teneur en lipides est déterminé par la méthode au soxhlet modifiée, la teneur en cendres par incinération dans un four à moufle à 530°C et les éléments minéraux par absorption atomique après solubilisation des cendres de flamme par l'acide chlorhydrique [9], le phosphore par colorimétrie [10].

### Extraction de l'huile

Les graines de courges préalablement séchées puis broyées ont été portées à l'étuve à 70°C pendant 24 heures pour inactiver les enzymes susceptibles de décomposer les triglycérides. Les lipides ont été extraits à l'éther de pétrole avec un extracteur soxhlet.

### Détermination de la composition en acides gras (AG)

Après transestérification au bain marie à 90°C pendant 10 min avec du trifluorure de bore dans du méthanol, les esters méthyliques d'acides gras (EMAG) obtenus ont été analysés par chromatographie en phase gazeuse sur une colonne BPX 70 de 25 m de long et 0,22 mm de diamètre intérieur. La température de l'injecteur et du détecteur ont été maintenues à 230°C tandis que celle du four a été en programmée de 190 à 220°C à raison de 5°C/min.

### Recherche de l'acide éléostéarique

Elle a été faite par spectrométrie d'absorption dans l'UV.

Une quantité de 10 mg d'huile pesée avec précision a été dissoute dans du cyclohexane anhydre (10 ml de solution). Le spectre UV a été pris entre 300-200 nm, l'acide alpha-éléostéarique absorbant vers 270 nm.

Le coefficient d'absorption spécifique à une concentration de 1%,  $\varepsilon$  (1%) est calculé par la formule :

$\varepsilon$  (1%) =  $A / (O \cdot C)$  avec A = absorbance, O = trajet optique, C la concentration en g dans 100 ml de solution [11].

## RESULTATS EXPERIMENTAUX ET DISCUSSION

### Composition globale et minérale de la graine

Les résultats obtenus pour *Citrullus lanatus*, *Cucurbita*

*pepo*, *Lagenaria siceraria*, *Cucumis melo*, *Cucumis metuliflorus*, sont regroupés dans le tableau I.

Pour ces espèces la teneur en lipides varie de 9 à 34% alors que celle des protéines varie de 13 à 34%. Dans l'ensemble ces valeurs sont relativement basses comparées à celle déjà rencontrées dans la littérature pour les mêmes espèces croissant dans d'autres pays d'Afrique Subsaharienne (tableau III) et qui varient de 33 à 58% pour les lipides et de 24 à 33% pour les protéines.

Ces dernières valeurs, notamment celles qui concernent les protéines représentent un intérêt certain au regard des teneurs en protéines des tourteaux des oléagineux courants [6]: arachide (48%), tournesol (34%) soja (40%).

La teneur en huile est généralement supérieure à celle des protéines; la graine oléo-protéagineuse "idéale" serait celle qui contient autant d'huile que de protéine; ce qui correspondrait à  $R_1 = (\text{teneur en lipides}) / (\text{teneur en protéines}) = 1$ .

Pour les graines du Niger (tableau I) et par rapport à ce critère *Cucurbita pepo* et *Cucumis melo* semblent être les graines les plus intéressantes avec le rapport  $R_1 = 1,01$  alors que celles de *Lagenaria siceraria* les moins intéressantes ( $R_1 = 0,57$ ); entre ces deux extrêmes se placent par ordre décroissant d'intérêt *Cucumis metuliflorus* ( $R_1 = 1,2$ ) et *Citrullus lanatus* ( $R_1 = 1,3$ ).

Les résultats rencontrés dans la littérature (tableau III) sont plus nettement en faveur des lipides, conférant ainsi aux graines étudiées un caractère plus oléagineux que protéagineux.

C'est le cas de *Citrullus lanatus* ( $R_1 = 1,4$ ) et *Lagenaria siceraria* ( $R_1 = 1,5$ ) *Cucurbita pepo* ( $R_1 = 1,3$ ) du Congo [1]; toutefois *Lagenaria siceraria* ( $R_1 = 1,2$ ) du Nigeria [5] semble être plus équilibré.

En tout état de cause, comparé au soja qui a  $R_1 = 0,5$  dans le meilleur des cas, on constate que les *Cucurbitacées* les plus "déséquilibrées" se situent dans le même rapport lipides/protéines que le meilleur soja.

Si nous considérons maintenant la composition minérale, nous constatons qu'elle varie de 2 à 5% pour les graines du Niger; ce niveau est globalement plus bas que ceux rencontrés dans la littérature qui varie de 4 à 6% [5]. Les teneurs en éléments minéraux sont globalement du même ordre que ceux rencontrés dans la littérature notamment pour *Lagenaria siceraria* du Nigeria [5] sauf le sodium pour lequel la teneur passe de 4,1 mg/100g pour le Niger à 690 mg/100g pour le Nigeria.

Tableau I - Composition globale et minérale des graines de *Citrullus lanatus*, *Cucurbita pepo*, *Lagenaria siceraria*, *Cucumis melo*, *Cucumis metuliflorus* du Niger

	<i>Citrullus lanatus</i>	<i>Cucurbita pepo</i>	<i>Lagenaria siceraria</i>	<i>Cucumis melo</i>	<i>Cucumis metuliflorus</i>
Protéines (%)					
N x 6,25	13,59	33,46	16,96	25,73	25,75
Lipides (%)	18,27	33,73	9,75	26,11	30,48
$R_1$	1,34	1,01	0,57	1,01	1,18
Cendres (%)	1,89	4,58	3,59	4,06	3,80
P (mg/100g)	406,9	1015,4	602,3	635,9	687,3
Na (mg/100g)	1,5	2,1	1,0	4,1	30,1
K (mg/100g)	340,3	1034,7	945,1	1285,4	1076,9
Ca (mg/100g)	121,6	60,3	19,3	8,5	77,4
Mg (mg/100g)	216,2	462,3	290,1	318,8	325,3
Fe (mg/100g)	3,57	0,23	8,32	6,13	8,17
Cu (mg/100g)	0,72	1,42	2,41	5,14	2,81
Zn (mg/100g)	2,70	9,04	6,00	5,37	4,9
Mn (mg/100g)	1,80	4,69	3,18	1,61	1,73

$R_1 = (\text{Teneur en lipides}) / (\text{Teneur en protéines})$

**Tableau II - Composition en acides gras et coefficient d'absorption spécifique,  $\epsilon$  (1%), des huiles extraites des graines de *Citrullus lanatus*, *Cucurbita pepo*, *Lagenaria siceraria*, *Cucumis melo*, *Cucumis metuliflorus* du Niger**

	<i>Citrullus lanatus</i>	<i>Cucurbita pepo</i>	<i>Lagenaria siceraria</i>	<i>Cucumis melo</i>	<i>Cucumis metuliflorus</i>
C16 : 0	12,3	17,8	13,2	11,3	13,1
C18 : 0	11,3	9,4	5,2	8,0	11,3
C18 : 1	14,4	40,4	13,6	12,5	16,2
C18 : 2	60,6	31,4	73,2	67,7	56,7
C18 : 3	0,50	—	—	0,6	—
R <sub>2</sub>	0,31	0,37	0,20	0,27	0,33
$\epsilon$ (1%)	0,514	0,426	0,206	1,107	0,759

R<sub>2</sub> = (Teneur en AG saturés)/Teneur en AG insaturés).

**Tableau III - Composition globale des graines et composition en acides gras des lipides extraits de *Citrullus lanatus*, *Cucurbita pepo* et de *Lagenaria siceraria* du Congo (Brazzaville) et du Nigeria [1, 3, 4, 5, 6]**

ESPECES	ORIGINE (Réf.)	Protéines	Lipides	R1	Cendres	C16 : 0	C18 : 0	C18 : 1	C18 : 2	C18 : 3	R2
<i>Citrullus lanatus</i>	Congo 1 [1]	26,7	37,7	1,41	3,8	10,3	9,3	10,7	66,0	—	0,26
	Congo 2 [*]	—	—	—	—	12,1	10,2	17,9	59,0	0,5	0,29
	Congo 3 [6]	—	48,1	—	—	1,03	1,08	16,6	61,9	0,1	0,27
	Nigeria [5]	—	46,5	—	—	11,0	6,6	24,8	57,6	—	0,21
<i>Cucurbita pepo</i>	Congo 1 [3]	33,0	42,3	1,3	4,0	13,7	10,2	9,1	67,0	—	0,37
	Congo 2 [6]	—	42,2	—	—	14,2	10,0	11,6	63,7	—	0,32
<i>Lagenaria siceraria</i>	Congo 1 [1]	24,7	37,4	1,51	3,4	11,0	6,0	10,2	72,5	—	0,21
	Congo 2 [6]	—	57,4	—	—	13,1	6,8	12,6	66,2	—	0,25
	Congo 3 [*]	—	—	—	—	15,5	7,2	13,9	63,4	—	0,29
	Nigeria 1 [4]	—	33,4	—	—	13,1	5,2	13,6	66,6	—	0,23
	Nigeria 2 [4]	—	34,2	—	—	12,8	4,9	7,1	73,2	—	0,22
	Nigeria 3 [5]	32,1	38,0	1,18	5,3	16,6	4,6	—	72,2	6,6	0,29

• Travail en cours

R<sub>1</sub> = (teneur en lipides)/(teneur en protéines)

R<sub>2</sub> = teneur en AG saturés / (teneur en AG insaturés)

**Tableau IV - Essai de classement par intérêt décroissant, des huiles de 5 espèces de cucurbitacées du Niger**

	Valeur " idéale " retenue	<i>Citrullus lanatus</i>	<i>Cucurbita pepo</i>	<i>Lagenaria siceraria</i>	<i>Cucumis melo</i>	<i>Cucumis metuliflorus</i>
R <sub>1</sub>	1	1,34	1,01	0,57	1,01	1,18
R <sub>2</sub>	< 0,30	0,31	0,37	0,20	0,27	0,30
Acide linoléique	< 2%	0,5	—	—	0,6	—
Acide $\alpha$ -oléostéarique	néant	néant	néant	néant	néant	néant
Classement		4	2	5	1	3

La teneur en sodium est généralement faible pour 4 des 5 espèces du Niger étudiées; ce qui place le sodium dans la fourchette de variation des oligo-éléments comme le Fer, le Cuivre, le Zinc, le Manganèse alors qu'il est généralement classé macro-élément tels que le Phosphore, le Potassium, le Calcium et le Magnésium, dans ce type de spéculation. Cette question mériterait d'être approfondie.

**Composition en acide gras (AG) des huiles extraites des graines**

On trouve généralement 4 acides gras majoritaires des huiles extraites, des graines des cucurbitacées : acides palmitique (P ou C16:0), stéarique (S ou C18:0) oléique (O ou C18:1 n-9) et linoléique (L ou C 18:0 n-6).

L'acide gras prédominant, l'acide linoléique est un acide gras essentiel. Pour les huiles extraites des graines du Niger (tableau II) la teneur de cet acide varie de 30 à 74%; cette gamme de variation est plus large que celle observée dans la littérature pour les huiles des mêmes

espèces croissant au Congo [1] et au Nigeria [3, 4, 5] et qui varie de 59 à 74% (tableau III).

Ces teneurs élevées d'acide linoléique devraient vraisemblablement conduire à une fréquence élevée de présence de ce même acide en position 2 des triacylglycérols. C'est en effet ce que constatent Kinkela et Bezard [11] sur un échantillon de *Citrullus lanatus* du Congo. Pour cette huile les triacylglycérols majoritaires sont LLL (21,0%), PLL (18,8%), OLO (12,8%), PLO SLO (12,7%). L'analyse des triglycérides en cours devrait permettre d'élargir cette conclusion aux autres espèces étudiées.

Toutefois ces résultats ont des conséquences importantes sur le plan nutritionnel puisque c'est sous la forme 2 mono-acylglycérol que les AG sont préférentiellement absorbés par les cellules de la muqueuse intestinale.

Le fait que dans les huiles des graines étudiées l'acide linoléique soit prépondérant et qu'il occupe préférentiellement la position 2 sur le glycérol confère à ces huiles le statut de très bonne source d'AGE.

Le deuxième acide, quantitativement plus important, est l'acide oléique (18:1, n-9); viennent enfin les acides gras

saturés palmitique (C16:0) et stéarique (C18:0) qui représentent tous les deux au maximum 25% des AG totaux.

Toujours d'après les travaux de Kinkela et Bezard [12] sur *Citrullus Lanatus* ces 2 acides occupent préférentiellement les position 1 et 3 des triacylglycérols.

Cette situation renforce l'intérêt nutritionnel des huiles des cucurbitacées quand on sait que les acides gras saturés à longue chaîne, notamment lorsqu'ils sont situés en position 2 des triacylglycérols possèdent des propriétés hypercholestérolémisantes et athérogènes [10].

L'acide linoléique participe à la définition de la qualité des huiles. Sur les échantillons du Niger étudiés sa teneur ne dépasse pas 0,5% ce qui permet d'envisager l'utilisation de ces huiles pour la future des aliments. La littérature indique une teneur maximale de 2% pour les huiles de friture.

Ainsi du point de vue de la composition en acides gras notre attention devra se focaliser sur les huiles à très haute teneur en acides linoléiques c'est-à-dire celles présentant le rapport  $R_2$  le plus petit possible.

Les données déjà disponibles dans la littérature (tableau III) indiquent que dans 10 des 12 échantillons étudiés ce rapport est compris entre 0,21 et 0,29 et pour le reste ce rapport vaut respectivement 0,31 et 0,32.

On pourrait très raisonnablement situer le maximum de la valeur de ce rapport à 0,3; et plus il est petit plus l'huile considérée est intéressante en tant que source de AGE.

Par rapport à ce critère les huiles des graines du Niger étudiées se classent de la manière suivante, selon une échelle décroissante de leur intérêt :

*Cucumis melo* > *Cucurbita pepo* > *Cucumis metuliflorus* > *Citrullus lanatus* > *Lagenaria siceraria*.

#### Recherche de l'acide éléostéarique

L'acide octadécatriénoïque cis  $\Delta^9, 11, 13$  communément appelé acide  $\alpha$ -éléostéarique est un acide gras à 18 atomes de carbone comportant 3 double-liaisons conjuguées. Du fait de la conjugaison de ses 3 doubles liaisons, cet acide absorbe vers 270 nm en spectrométrie dans l'U.V. Cet acide particulier, et rencontré essentiellement dans les huiles des graines de cucurbitacées peut servir d'indicateur taxonomique; mais sa présence en quantité notable peut hypothéquer la qualité nutritionnelle de l'huile à cause de sa fragilité.

L'examen des spectres UV indique par exemple pour *Cucurbita pepo*, un coefficient spécifique d'absorption à 1% est  $\epsilon (1\%) = 4,26$ .

Nous appuyant sur le raisonnement de Girgis et al. [3] et sachant que ce coefficient pour l'acide  $\alpha$ -éléostéarique pur dans du cyclohexane vaut 1766, nous pouvons calculer la concentration de cet acide dans l'huile étudiée.

$(4,26 \times 100)/1766 = 0,26\%$ ; quantité tout à fait négligeable dans le cadre de la présente étude.

En étendant l'application de cette méthode aux autres espèces étudiées, nous obtenons 0,29% pour *Citrullus lanatus*, 0,11% pour *Lagenaria siceraria*, 0,62% pour *Cucumis melo* et de 0,42% pour *Cucumis metuliflorus*.

Dans aucun des cas la concentration de cet acide ne dépasse 7%, mieux les chromatogrammes des différentes huiles ne présentent aucun pic pouvant correspondre à celui de cet acide. On peut donc conclure à non mise en évidence de l'acide  $\alpha$ -éléostéarique dans les échantillons d'huiles étudiés.

#### CONCLUSION

L'intérêt nutritionnel des huiles extraites des cucurbitacées du Niger a été évalué en considérant les rapports:

$R_1 = (\% \text{lipides})/(\% \text{protines})$ ,  $R_2 = (\% \text{AG saturés})/(\% \text{AG insaturés})$ , l'acide gras en position 2 des triglycérides, la teneur en acide linoléique et la présence ou non de l'acide  $\alpha$ -éléostéarique.

Il ressort de cette étude que les huiles analysées ne contiennent pas (ou contiennent en quantité non détectable par les méthodes courantes d'analyse) d'acide  $\alpha$ -éléostéarique et leur teneur en acide linoléique est au maximum égale à 0,6%.

La prise en compte des données disponibles dans la littérature sur les cucurbitacées d'Afrique subsaharienne permet de suggérer les valeurs limites des différents ratios définis. La valeur "idéale" pour  $R_1$  est 1, alors qu'il est souhaitable d'avoir pour  $R_2$  une valeur inférieure à 0,30 et la teneur en acide linoléique inférieure à 2% permet d'envisager l'utilisation de l'huile pour la friture.

En nous appuyant sur ces critères nous pouvons proposer la classification suivant, selon une échelle croissante d'intérêt, des huiles étudiées : *Cucumis melo* > *Cucurbita pepo* > *Cucumis metuliflorus* > *Citrullus lanatus* > *Lagenaria siceraria* (tableau IV).

#### Remerciements

Nous présentons nos remerciements à Mlle M. Farines, Professeur (L'Université de Perpignan - France) et à G. Rocquelin, Directeur de Recherche et G. Gallon Ingénieur (Laboratoire de Nutrition Tropicale Orstom, Montpellier-France) pour l'aide qu'ils nous ont apportée dans la réalisation des analyses ainsi qu'au Réseau Africain Bioressources et Energie pour le Développement et l'Environnement RABEDE (Coopération Française) pour le soutien financier qui a rendu possible la réalisation de ce travail.

#### BIBLIOGRAPHIE

- 1) Th. SILOU, O. KISSOTOKENE-NTINOU, M. MVOULA TSIERI, J.M. OUAMBA., KIAKOUAMA S., "Contribution à l'étude des corps gras de quatre espèces de cucurbitacées cultivées au Congo" J. Soc. Chim. Tunisie II, 11, 13-21 (1990).
- 2) E.N. ONYEIKE, T. OLUNGWE, A. UWAKWE, "Effect of heat treatment and defatting on proximate composition of some Nigerian local soup thickeners", Food Chemistry, 53, 173-175 (1995).
- 3) P. GIRGIS, T.D. TURNER, "Lesser known Nigerian edible oils and fats. III Fatty acid compositions as determined by gas-liquid chromatography" J. Sci. Fd Agric. 23, 259 - 262 (1972).
- 4) G.I.O. BADIFU, "Chemical and physical analyses of oils from four species of cucurbitaceae". J. Amer. Oil Chem. Soc. 68 (6) 428 - 432 (1991).
- 5) R. ODERINDE, O. TAIRO, F. AWOFAL, D. AYEDIRAN, "A study of the chemical composition of some members of cucurbitaceae family". Riv. Ital. Sostanze Grasse 67, 259 - 261 (1990).
- 6) U. OMOTI, A.D. OKIY, "Characteristics and composition of the pulp oil and cake of the African pear, *Dacryodes edulis* (G. DON) H.J. LAM". Food Agric. 38, 67-72 (1987)
- 7) Th. KINKELA, J. BEZARD, "Les lipides de quelques produits alimentaires congolais". Sciences des Aliments, 13, 567 - 575 (1993)
- 8) AFNOR 1970, référence pour les produits agricoles et alimentaires, NF V03-050.
- 9) AOAC, 1990, 15<sup>e</sup> édition, Références N° 945.16, N°975.03,
- 10) C.B. STUFFIN, "The determination of phosphate and calcium in feeding stuffs". The Analyst, 92, 107 - 111 (1967).
- 11) AFNOR, 1978, Recueil des normes françaises, corps gras, graines oléagineuses, produits dérivés, NF T 60-223, AFNOR, Paris.
- 12) Th. KINKELA, J. BEZARD, "Etude de la composition triglycéridique des lipides des graines de courges (*Citrullus lanatus*)", 1997, O.C.L. sous presse.

# *Morphological characteristics and lipid composition of safou (*Dacryodes edulis*) according to fruit localization on the tree*

T. SILOU\*, T. KINKELA, D. MAMPOUYA

EQUIPE PLURIDISCIPLINAIRE DE RECHERCHE EN ALIMENTATION ET NUTRITION - CENTRE IRD - POINTE - NOIRE - CONGO

A quantitative and qualitative study of oils extracted from safou pulp and safou seed, according to the geographical fruit orientation on the tree is carried out. It comes out that oil content, fatty acid (FA) and triacylglycerols (TAG) composition for the same part of the fruit (pulp or seed) do not vary with the localization of fruits in the tree. The same FA and TAG for pulp and seed were found, but their contents differ appreciably. Seed oil appears more complex with 4 major FA (C16:0, C18:0, C18:1, C18:2) and 6 TAG (PPO, PSL, SOL, PPL, POL, PLL) compared to that of the pulp with 3 major FA (C16:0, C18:1, C18:2) and 4 TAG (PPO, POO, PPL, POL). The weak variations observed for the 4 fruit tree positions suggests a great homogeneity of morphological and chemical characteristics of fruits of the same tree.

**Keywords:** safou, *Dacryodes edulis*, lipid, yield, composition, fruit orientation

## **CARATTERISTICHE MORFOLOGICHE E COMPOSIZIONE LIPIDICA DEL SAFOU (*DACRYODES EDULIS*) SECONDO LA POSIZIONE DEI FRUTTI SULL'ALBERO**

È stato condotto uno studio quantitativo e qualitativo degli oli estratti dalla polpa e dai semi di safou secondo la posizione dei frutti sull'albero. Si è trovato che il contenuto di olio, la composizione in acidi grassi e trigliceridi per la stessa parte del frutto (polpa o seme) non variano con il variare della posizione dei frutti sull'albero. Si sono trovati gli stessi acidi grassi e trigliceridi nella polpa e nel seme ma il loro contenuto varia notevolmente. L'olio dei semi è più complesso con 4 principali acidi grassi (C16:0, C18:0, C18:1, C18:2) e 6 trigliceridi (PPO, PSL, SOL, PPL, POL, PLL) rispetto all'olio estratto dalla polpa con 3 acidi grassi principali (C16:0, C18:1, C18:2) e 4 trigliceridi (PPO, POO, PPL, POL). Le deboli variazioni osservate per 4 posizioni dei frutti sull'albero (nord, sud, est, ovest) fanno pensare ad una grande omogeneità delle caratteristiche morfologiche e chimiche dei frutti appartenenti allo stesso albero.

**Parole chiave:** safou, *Dacryodes edulis*, lipidi, resa, composizione, posizione dei frutti

## 1 INTRODUCTION

The native area of *Dacryodes edulis* extends from the Sierra Leone to Uganda towards the East and to Angola towards the South. It is a 8-12 m height beautiful tree, belonging to the *Burseraceae* family, which sometimes can reach 20-25 m, when it grows in dense forest.

The safou, local name of *Dacryodes edulis* fruit, is a 4-8 cm long by 3-6 cm wide drupe. Only the pulp, 0.3 to 1.2 cm thickness, is edible and it is consumed after softening with heat. This pulp presents very good nutritional qualities: 50-70 % of lipid content, 15-30 % of protein content and 2-5 % of ash content on dry weight. Pulp oil is also interesting on the nutritional level for the presence of linoleic acid (C18:2, n-6) from 18 to 27 % and oleic acid (C18:1 n-9) from 15 to 30 % [1 - 7].

To our knowledge, no correlation is established between the morphology, the composition of the fruits and their localization on the tree. It is known that, according to some works on citrus [8 - 12], the fruit quality varies significantly with the geographical orientation and the position on the canopy.

The safou tree is classified according to Kengue [13] in the Rauh architectural model. It is characterized by orthotropic type branches; the flowers lead to fruits gathered in bunches.

Aim of this study was to establish the impact of fruit position on safou tree on the yield and composition of pulp or seed oil. For this reason morphological and /or lipid composition variations of pulp and seeds according to geographical coordinates (North, South, East and West) were examined.

The study of these variations is important to understand fruits behaviour in a tree according to solar motion and finally for setting up orchards, with major objective: the fruit production leading to an edible and good nutritional quality oil.

## 2 EXPERIMENTAL

### 2.1 Vegetable material

Two trees were studied, localized near Pointe Noire City (Region of Kouilou, the Congo-Brazzaville). For sample gathering, the methodology previously used by Mars et al. [8] on citrus trees to safou trees was adopted. The area around the trees was divided in 4 geographical orientations and the height of the tree in 3 levels (Figure 1). Ten fruits per orientation (3 fruits for level I, 3 fruits for level II, 4 fruits for level III), which lead to a 40 fruit sample for the 4 orientations, were used for morphological determinations, for the fatty acid (FA) and the triacylglycerol (TAG) analysis.

### 2.2 Methods

#### 2.2.1 Morphological and physical characteristics

**Morphological characteristics** - The studied morphological characteristics are the length and the width of the fruit, and the thickness of pulp, as previously defined, [1].

\*) Corresponding author: e-mail: eprancongo@yahoo.fr

**Mass of the entire fruit and the mass of pulp** - The entire fruit was weighed, and the total mass ( $M_t$ ) was obtained. After withdrawal of the seed, the pulp was weighed,  $M_p$ , pulp mass, was obtained. Here pulp means exo-meso-and endocarp.

**Specific gravity of the fruit** - A graduated test-tube of one litre was filled to the three quarters with distilled water; note the volume  $V_0$ . Immerse the entire fruit, note  $V_1$ . Specific gravity is given by:

$$M_t / (V_1 - V_0)$$

### 2.2.2 Chemical composition of the fruit

**Moisture** - The fruits were opened lengthwise using a knife and the seeds withdrawn. Be  $M_1$  the mass of fresh pulp and  $M_2$  the mass of the dried pulp (drying with an oven at 105 °C until the constant mass); the moisture is given by:

$$[(M_1 - M_2) / M_1] 100$$

**Oil content** - Pulp dried, crushed and weighted (mass  $M_1$ ) was introduced into a Soxhlet extractor. After a 5 h extraction with petroleum ether, the extract was dried with sodium sulphate. The solvent was vacuum evaporated in a rotary evaporator and the solvent traces were eliminated by drying the oil in an oven at 103 °C during 6 h. Be  $M_2$  the mass of extracted oil, the oil content is given by:

$$(M_2 / M_1) 100$$

**Fatty acids analysis by gas chromatography (GC)** - The fatty acid methyl esters (FAME) were prepared according to

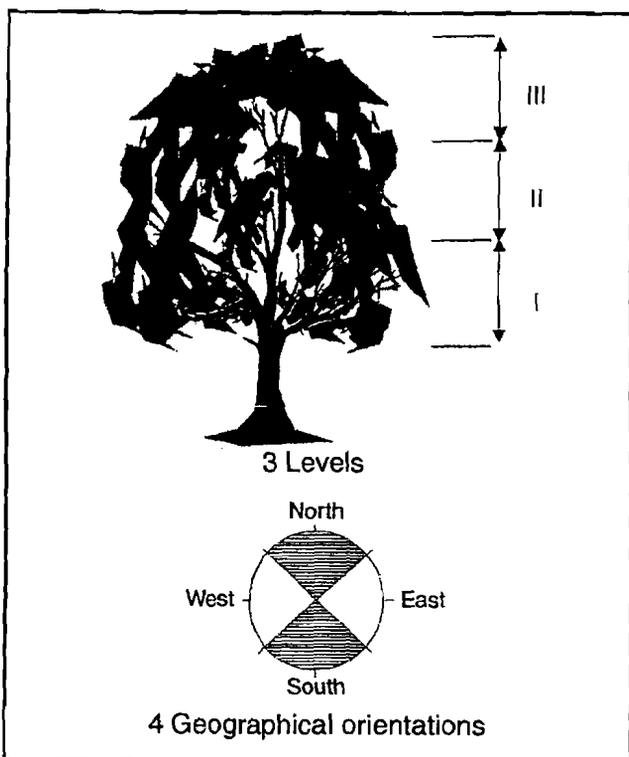


Figure 1 - Levels and geographical orientations delimitations for a tree

the following procedure [14]. Oil sample (about 100 mg), was dissolved in 5 ml of hexane in a test tube. 0,2 ml of the esterification reagent (11,2 g NaOH in 100 ml methanol) were added, the closed tube was mixed vigorously using a standard vortex mixer during 1 min and let rest for 5 min before adding 0,5 g of solid  $\text{NaHSO}_4$ . After homogenization and centrifugation during 3 min at ambient temperature, higher liquid phase was taken for the analysis.

FAME were analyzed by gas chromatography on a Perichrom apparatus, type PERI 2000 (ZAC du Moulin, Saulx-les-Chartreux, France), equipped with a wide bore column (30 m x 0.4 mm i.d.) coated with Carbowax 20M (Applied Science labs, State Collège, PA, USA). The analysis was performed at a constant temperature, 195 °C, with nitrogen as carrier gas (rate flow: 3 ml/min, pressure: 0.5 bar). Temperatures of injector and of flame ionization detector (FID) were respectively: 220 and 215 °C. Data processing was carried out thanks Azur v2,0 software (Datallys, Saint Martin d'Hères, France).

**Triacylglycerols (TAG) analysis** - Triacylglycerols were isolated from the total lipids by column chromatography (45 g silicic acid, 100 mesh and pentane-diethyl ether, 80:20, V/V as solvent) and their purity tested by thin layer chromatography (Kiesegel 60G, thickness 250  $\mu\text{m}$ ) with hexane-diethylether-methanol-acetic acid (90:20:3:2, V/V/V/V) as solvent system.

The purified TAG were analyzed by reverse - phase high performance liquid chromatography (RP-HPLC) with a Waters 510 chromatograph (Waters, Milford, MA, USA) provided of a stainless steel column (250 mm x 4,6 mm; 4  $\mu\text{m}$ ; Hibar Lichrospher 100 CH-18, Merck), an automatic injector system (Waters 717) and a refractometric detector (Waters 996 Photodiode Array Detector).

Analyses were carried out at ambient temperature (19-21 °C), using acetone-acetonitrile (70:30, V/V) as solvent system with 1 ml/min of rate flow. Data processing was carried out thanks Azur v2,0 software (Datallys, Saint Martin d'Hères, France).

### 2. 2. 3 Statistical data processing

Data, histograms, and radar plots were carried out thanks Excel Microsoft software, and significance tests thanks SAS v8,0 software.

## 3 RESULTS AND DISCUSSION

### 3. 1 Morphological and physico chemical characteristics

Table I gives the mean values of mass, length and width of the fruit and the thickness of the pulp according geographical orientations (N, S, E, W). Each value is affected by the superscript letter a or b resulting to significant difference test. Values affected by different letters correspond to a significant difference, those, with the same letters, to no significant difference at 5 % probability level.

For each tree, values in the same column, bear the same letter, so, their differences are no significant.

Table II shows significantly different values for the two trees.

We conclude to a "tree effect" and to a no "orientation effect" for the 2 studied trees.

Table I - Variation of morphological and physical characteristics of safou according to the geographical fruit localization on the tree (trees 1 and 2)

Trees	Orientations	*M <sub>f</sub> (g)	*M <sub>p</sub> (1) (g)	*M <sub>p</sub> (2) (g)	*Specific gravity (g/cm <sup>3</sup> )	*Length (cm)	*Width (cm)	*Thickness (cm)
1	N	35.46 <sup>a**</sup>	23.12 <sup>a</sup>	7.97 <sup>a</sup>	0.99 <sup>a</sup>	6.4 <sup>a</sup>	3.3 <sup>a</sup>	0.53 <sup>a</sup>
1	S	40.27 <sup>a</sup>	27.90 <sup>a</sup>	10.87 <sup>a</sup>	1.03 <sup>a</sup>	6.4 <sup>a</sup>	3.5 <sup>a</sup>	0.56 <sup>a</sup>
1	E	38.78 <sup>a</sup>	24.75 <sup>a</sup>	9.80 <sup>a</sup>	1.00 <sup>a</sup>	6.7 <sup>a</sup>	3.4 <sup>a</sup>	0.54 <sup>a</sup>
1	W	36.56 <sup>a</sup>	22.78 <sup>a</sup>	9.10 <sup>a</sup>	0.97 <sup>a</sup>	6.4 <sup>a</sup>	3.3 <sup>a</sup>	0.57 <sup>a</sup>
2	N	33.74 <sup>b</sup>	23.03 <sup>b</sup>	11.26 <sup>b</sup>	1.04 <sup>b</sup>	5.5 <sup>b</sup>	3.4 <sup>b</sup>	0.65 <sup>b</sup>
2	S	30.56 <sup>b</sup>	20.71 <sup>b</sup>	9.76 <sup>b</sup>	0.96 <sup>b</sup>	5.3 <sup>b</sup>	3.3 <sup>b</sup>	0.64 <sup>b</sup>
2	E	35.05 <sup>b</sup>	24.85 <sup>b</sup>	10.40 <sup>b</sup>	1.00 <sup>b</sup>	5.5 <sup>b</sup>	3.4 <sup>b</sup>	0.691 <sup>b</sup>
2	W	30.53 <sup>b</sup>	20.76 <sup>b</sup>	7.67 <sup>b</sup>	1.00 <sup>b</sup>	5.3 <sup>b</sup>	3.3 <sup>b</sup>	0.62 <sup>b</sup>

M<sub>f</sub>: fruit Mass, M<sub>p</sub> (1): Fresh pulp mass, M<sub>p</sub> (2): Dried pulp mass

\* Mean of 10 measurements (10 fruits)

\*\* On the same column values affected by a same letter a or b are non significantly different, those affected by different letters are significantly different at 5% probability level

Tableau II - Tree-to-tree variations of fruit morphological and physical characteristics (trees 1 and 2)

Trees	*M <sub>f</sub> (g)	*M <sub>p</sub> (1) (g)	*M <sub>p</sub> (2) (g)	*Specific gravity (g/cm <sup>3</sup> )	*Length (cm)	*Width (cm)	*Thickness (cm)
1	37.77 <sup>a</sup>	24.31 <sup>a</sup>	9.49 <sup>a</sup>	0.998 <sup>a</sup>	6.6 <sup>a</sup>	3.4 <sup>a</sup>	0.56 <sup>a</sup>
2	32.47 <sup>b</sup>	22.34 <sup>b</sup>	9.77 <sup>a</sup>	0.993 <sup>a</sup>	5.4 <sup>b</sup>	3.4 <sup>a</sup>	0.66 <sup>b</sup>

M<sub>f</sub>: fruit Mass, M<sub>p</sub> (1): Fresh pulp mass, M<sub>p</sub> (2): Dried pulp mass

\* Mean of 40 measurements (all orientations for a tree:40 fruits)

\*\* On the same column values affected by a same letter a or b are non significantly different, those affected by different letters are significantly different at 5% probability level

### 3. 2 Chemical composition of pulp and seed oils (Figure 2)

Table III shows moisture, oil content, FA and TAG composition of the pulp and seed of safou. Table IV shows the statistical data (mean, standard deviation, test of significance). For the same tree, the very low values of standard deviations shows a weak dispersion of the considered fruit characteristics. It appears a strong resemblance of the studied fruits.

The morphological fruit homogeneity already established higher, can thus be extended to the chemical level. The composition of fruits does not vary significantly according to the fruit position on the tree, considering the orientations as repetitions on the same tree, using the Benferroni significance test, a "tree effect" for certain studied characteristics.

Indeed 2 of the 6 FA have contents significantly different; they show a "tree effect" as well for pulp than for seed (C18:1 n-9 and C18: 2n-6 carry different letters, a or b, in the same line, Table IV).

TAG contents present a "tree effect" for pulp (different letters, a or b) and not "tree effect" for the seed (same letters a or b).

From this study it comes out that:

- I the homogeneity of the fruits on the same tree underlined before is reinforced here by a composition homogeneity (moisture, oil, FA, TAG).
- II the "tree effect" which is partial for FA (pulp and seed) is total for TAG from pulp oil;
- III the TAG do not present a "tree effect" for seed oil.

Thus the detailed study of FA and TAG, as chemical indicator of biodiversity is thus justified. Pulp oils contain 3 main fatty acids whose total content makes more than 90 %. They are palmitic (C16:0), oleic (C18:1 n-9) and linoleic (C18:2 n-6) acids. Minor acids are stearic (C18:0, approximately 2-3 %), linolenic (C18:3 n-3), arachidic (C20:0), eicosaenoic (C20:1 n-9) acids with contents lower than 1 %.

For the major FA we can find here the characteristic profile of safou pulp oil such as it emerges from the literature with % C16:0 > % C18:1 n-9 % C18:2 n-6 [1].

We can observe that tree 2 contains nearly 2 times more C18:2 n-6 than tree 1; this rise of C18:2 n-6 content, which is simultaneous with the fall of C18:1 n-9 content, appears logical because it is established, for higher plants, that C18:2 n-6 can be synthesized starting from C18:1 n-9. But the problems is, why there is a different behaviour for the 2 trees?

Seed oils contain the same FA that those of the pulp, but with a different profile. The number of major FA passes from 3 to 4 with an individual content always lower than 30% and a cumulated content higher than 90 % (Figure 3). We can note the presence of 3 minors FA whose individual content varies between 0.2 and 3.5% (Table III).

Pulp oils contain 4 major TAG with a total content superior than 95 %, and show the following profile: PPO > POO > PPL > POL, with PLL as a minor TAG, for tree 1; PLL con-

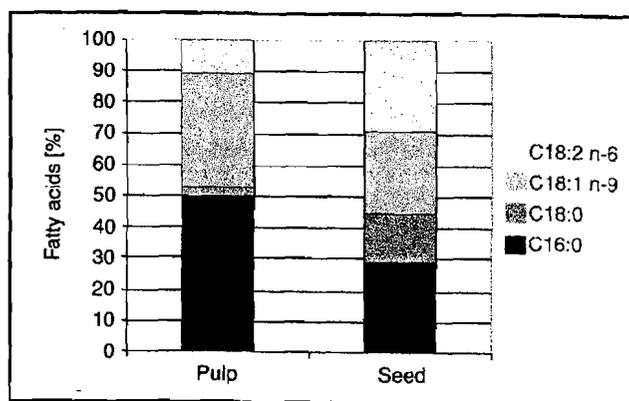


Figure 2 - Histograms for pulp and seed oil composition

Table III - Fatty acid and triacylglycerol composition variations according geographical orientation on the tree (trees 1 and 2)

Orientation	Tree 1				Tree 2			
	North	Sud	East	West	North	Sud	East	West
Moisture (%)	65.5	61.0	60.4	60.0	51.1	52.9	58.1	63.0
Pulp oil content(%)	55.2	49.2	49.2	58.5	70.0	69.7	64.4	52.0
Seed oil content (%)	11.6	10.6	13.8	8.5	8.6	9.3	8.1	12.1
<b>Pulp oil fatty acids (%)</b>								
C16:0	49.33	49.23	43.02	46.10	44.02	45.29	44.74	45.09
C18:0	2.48	2.84	2.84	2.40	2.81	2.35	2.24	1.93
C18:1 n-9	36.26	36.28	33.43	34.28	29.98	26.94	28.83	26.93
C18:2 n-6	10.94	10.39	18.88	16.23	22.10	23.96	22.89	24.35
C18:3 n-3	0.60	0.50	0.15	0.68	0.66	0.66	0.69	0.78
C20:0	0.19	0.24	0.84	0.32	0.20	0.11	0.11	0.10
C20:1 n-9		0.19	0.16					0.08
<b>Seed oil fatty acids (%)</b>								
C16:0	27.84	28.02	26.71	27.01	33.92	35.30	28.55	26.23
C18:0	14.29	12.21	13.04	13.79	8.17	7.85	12.75	14.94
C18:1 n-9	24.74	23.27	23.65	19.91	21.37	20.66	20.52	19.47
C18:2 n-6	27.74	30.41	29.71	30.05	33.33b	32.35	31.36	32.72
C18:3 n-3	0.99	1.14	1.06	0.64	1.55	1.44	0.71	0.60
C20:0	2.24	1.97	2.25	3.42	0.29	0.25	2.61	3.03
C20:1 n-9	1.46	1.55	1.61	2.33	0.17	0.17	1.70	1.81
<b>Pulp oil triacylglycerols (%)</b>								
PLL	1.34	1.07	1.16	1.70	8.68	11.45	9.76	10.80
POL	6.38	5.70	5.63	6.81	17.77	17.98	17.63	17.93
PPL	13.09	12.03	12.44	12.70	26.89	27.45	29.07	32.11
POO	24.74	23.38	23.86	25.72	16.83	1.8	14.90	12.49
PPO	54.45	57.82	56.92	53.07	29.84	29.30	28.64	26.67
<b>Seed oil triacylglycerols (%)</b>								
PLL	11.40	10.06	9.28	11.51	11.15	11.15	12.02	10.00
POL	24.95	31.63	29.13	32.34	28.65	30.07	23.99	25.74
PPL	21.32	17.65	18.66	16.89	18.68	19.06	22.36	21.02
SOL	17.59	17.93	17.43	16.78	14.77	10.23	13.43	13.08
PSL	12.66	1.29	13.09	12.46				
PPO	12.07	9.44	12.42	10.02	21.14*	22.54*	23.32*	26.14*
OLL	-	-	-	-	2.81	3.47	2.54	2.17
OOL	-	-	-	-	2.81	3.48	2.33	1.85

P: palmitic acid; L: linoleic acid; O: oleic acid; S: stearic acid. \* PSL + PPO

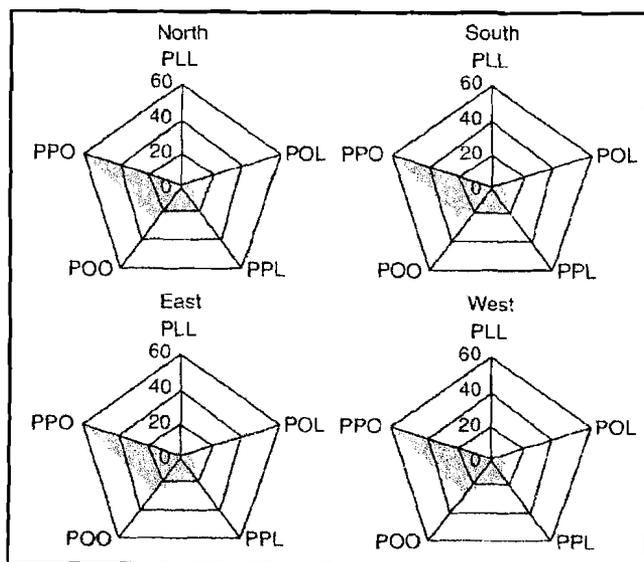


Figure 3 - "Radar plots" of pulp oil composition (TAG) according geographical orientations

tent does not exceed 2% for this tree. It becomes major TAG (around 10 %) for tree 2 and leads to the following profile: PPO > POO > PPL > POL > PLL.

The situation is more complex for seed oils with 6 major TAG (content > 9 %) and 2 minors TAG. The "radar-plot" representation established with 5 TAG for pulp and 6-7 TAG for seed, (Figures 3 and 4) illustrates the resemblance of the 4 orientations, and reinforces the idea of fruit homogeneity on the same tree, considered higher. Indeed, we can build a figure on which 5, 6 or 7 graduated axes, are uniformly set around a circle (360 °). Each component content on the corresponding axis defines the representative point of the component. All representative points connected by straight segments define a geometrical form which is characteristic of the considered oil.

#### 4 CONCLUSION

The detailed study of pulp and seed oil compositions from 2 trees showed that, if it exists a significant difference in safou oil composition, it will be found at TAG composition or at oleic and linoleic acid contents.

Tableau IV - Statistical data (mean, coefficient of variation, significance test, trees 1 and 3)

	Tree 1		Tree 2	
	Mean*	Coeff.** (%)	Mean*	Coeff.** (%)
Moisture (%)	***61.72 <sup>a</sup>	4.0	56.28 <sup>a</sup>	9.6
Pulp oil content(%)	64.03 <sup>a</sup>	8.7	53.03 <sup>a</sup>	13.1
Seed oil content (%)	11.13 <sup>a</sup>	19.8	9.33 <sup>a</sup>	18.9
<b>Pulp oil fatty acids (%)</b>				
C16:0	46.92 <sup>a</sup>	6.4	44.79 <sup>a</sup>	1.3
C18:0	2.64 <sup>a</sup>	7.6	2.33 <sup>a</sup>	17.0
C18:1 n-9	35.06 <sup>a</sup>	4.0	28.17 <sup>b</sup>	4.0
C18:2 n-6	23.32 <sup>a</sup>	29.1	14.11 <sup>b</sup>	4.3
C18:3 n-3	0.70 <sup>a</sup>		0.50 <sup>a</sup>	
C20:0	0.40 <sup>a</sup>		0.13 <sup>a</sup>	
<b>Seed oil fatty acids (%)</b>				
C16:0	27.40 <sup>a</sup>	2.2	31.00 <sup>a</sup>	13.9
C18:0	14.86 <sup>a</sup>	9.2	10.93 <sup>a</sup>	32.0
C18:1 n-9	21.39 <sup>a</sup>	809	20.51 <sup>b</sup>	3.4
C18:2 n-6	23.64 <sup>a</sup>	13.5	32.44 <sup>b</sup>	2.5
C18:3 n-3	0.96 <sup>a</sup>	20.8	1.08 <sup>a</sup>	46.3
C20:0	2.45 <sup>a</sup>	24.5	2.74	07.3
<b>Pulp oil triacylglycerols (%)</b>				
PLL	1.32 <sup>a</sup>	15.0	10.17 <sup>b</sup>	108
POL	6.13 <sup>a</sup>	8.2	17.83 <sup>b</sup>	00.5
PPL	12.57 <sup>a</sup>	3.2	28.88 <sup>b</sup>	6.9
POO	24.43 <sup>a</sup>	3.7	14.51 <sup>b</sup>	46.3
PPO	55.78 <sup>a</sup>	2.9	28.6 <sup>b</sup>	7.3
<b>Seed oil triacylglycerols (%)</b>				
PLL	10.56 <sup>a</sup>	10.4	11.8a	4.5
POL	29.26 <sup>a</sup>	13.0	27.11 <sup>a</sup>	10.3
PPL	18.62 <sup>a</sup>	10.2	20.28 <sup>a</sup>	8.4
SOL	17.43 <sup>a</sup>	2.9	12.88 <sup>a</sup>	24.3
PSL + PPO	24.11 <sup>a</sup>	7.1	23.29 <sup>a</sup>	9.0

\* Mean of 4 measurements (4 orientations) on the same tree

\*\* Coefficient of variation (%)

\*\*\* On the same line values affected by a same letter a or b are non significantly different, those affected by different letters are significantly different at 5% probability level

The quantitative study of morphological, physicochemical characteristics and the FA and of TAG compositions underlines a similar behaviour for the 4 geographical orientations on the same tree. However, from a tree to another, the diffe-

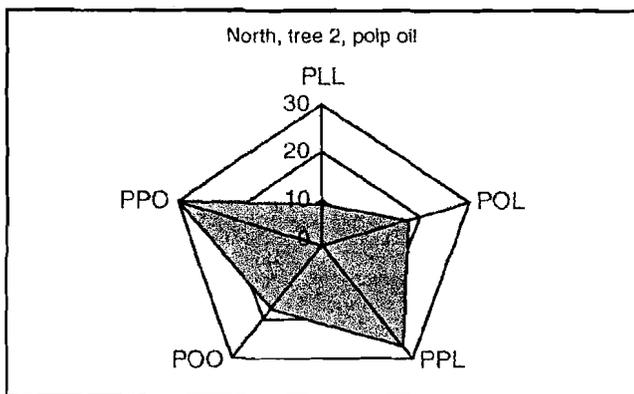


Figure 4 - Radar plots of tree 2 pulp oil TAG composition (tree 2, the 4 orientations have the same representative radar plots)

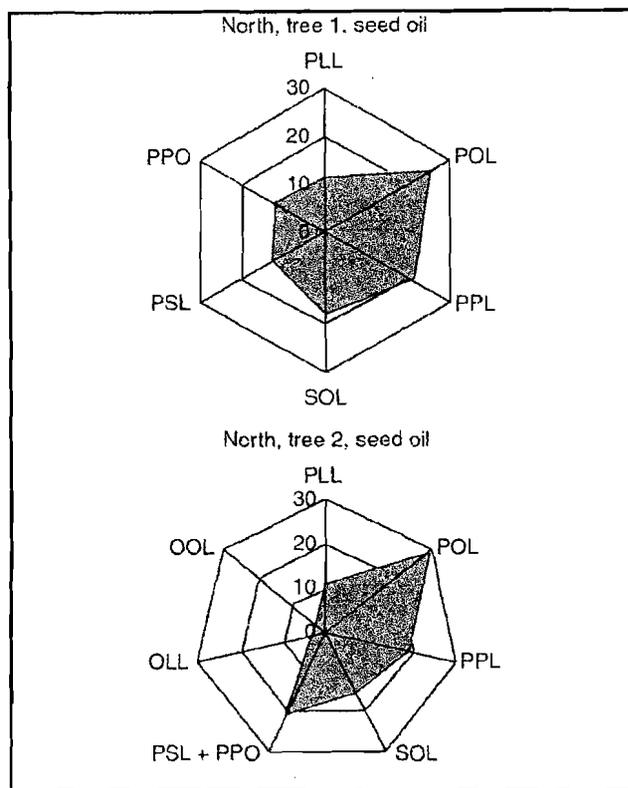


Figure 5 - Radar plots of seed oil TAG composition (trees 1 and 2, the 4 orientations have the same representative radar plots for each tree)

rence on FA or TAG contents can be important. So, we have no "orientation effect" on a safou tree, but possibly "tree effect" from a tree to another.

#### ACKNOWLEDGEMENTS

This work was carried out thanks a financial and scientific support of the Agence pour l'Investissement de la Recherche à l'Etranger (Aire Développement, convention n° B-3-OG-004-1) and the Agence Universitaire de la Francophonie (AUF, Contract AUF/JER n° 6017). Authors thanks particularly Dr. R. Safou-Matondo, (UR2PI, Pointe - Noire Congo) for his very active collaboration in the statistical data processing.

#### REFERENCES

- [1] T. SILOU, Le safoutier (*Dacryodes edulis*), un arbre mal connu. Fruits, 51, 47-60 (1996)
- [2] T. SILOU, G. ROCQUELIN, G. GALLON, T. MOLANGUI, Contribution à la caractérisation des safous (*Dacryodes edulis*) d'Afrique Centrale. Note II. Composition chimique et caractéristiques nutritionnelles des safous du district de Boko (Congo-Brazzaville). Variation inter-arbre. Riv. Ital. Sostanze Grasse, 77, 58-89 (2000)
- [3] T. SILOU, G. ROCQUELIN, I. MOUARAGADJA, G. GALLON, Contribution of the characterization of safou (*Dacryodes edulis*) of Central Africa III. Chemical composition and nutritional characteristics of safou of Cameroon, the Congo-Brazzaville, the Congo-Kinshasa and Gabon. Riv. Ital. Sostanze Grasse, 79, 177-182 (2002)

- [4] C. TCHENDJI, M. SEVERIN, J. P. WATHELET, C. DEROANNE, Composition de la graisse de *Dacryodes edulis*. Rev. Franç. Corps Gras, 28 (3) 123-125 (1987)
- [5] J. BEZARD, T. SILOU, S. KIAKOUAMA, G. SEMPORE, Variation de la fraction glycéridique de l'huile de la pulpe de safou avec l'état de maturité du fruit. Rev. Franç. Corps Gras, 38 (7 /8) 233-241 (1991)
- [6] C. KAPSEU, C. TCHIEGANG, Composition de l'huile des fruits de deux cultivars de safou au Cameroun. Fruits, 51 (3) 185-191 (1996)
- [7] C. M. F. MBOFUNG, T. SILOU, I. MOUARAGADJA, Chemical characterisation of safou (*Dacryodes edulis*) and evaluation of its potential as an ingredient in nutritious biscuits. Forest, Trees and Livelihoods, 12, 105-117 (2002)
- [8] A. MARS, R. ABDERRAZAK, M. MARRAKCHI, Etude de la variation intra-arbre de la qualité des fruits d'agrumes récoltés sur un même arbre. I. Effets de la date de récolte, de l'orientation des fruits et de leur position sur la frondaison. Fruits, 49 (4) 269-278 (1994)
- [9] L. BLONDEL, J. CASSIN, Influence des facteurs écologique sur la qualité des fruits de clémentinier de Corse. Fluctuation de l'extrait sec. Fruits 27 (6) 425-432 (1972)
- [10] J. P. GAILLARD, J. CASSIN, N. ARIAS, H. CICCOLI, Contribution à l'étude de l'échantillonnage des agrumes. I. Monographie de la récolte d'un clémentinier. Fruits, 31 (1) 31-59 (1976)
- [11] E. COHEN The chemical composition and sensory flavour quality of "Mineola" tangerines. I. Effects of fruit size and within tree position. J. Hort. Sci., 63 (1) 175-178 (1988)
- [12] E. FELLAHI, J. W. MOON Jr, Z. MOUSSAVI, Quality and element content of citrus fruit from exposed and internal canopy position. J. Plant Nutrition, 12 (8) 939-951 (1989)
- [13] J. KENGUE, Safou (*Dacryodes edulis*). Monographie. Centre International des cultures sous utilisées, Southampton, 150 p (2002)
- [14] FIL INTERNATIONAL standard, 182 (1999)

Received on September 21<sup>st</sup>, 2005,  
accepted on November 18<sup>th</sup>, 2005

Full Length Research Paper

# Variations in morphological characteristics, lipid content and chemical composition of safou (*Dacryodes edulis* (G. Don) H.J.LAM.) according to fruit distribution. A case study

Thérèse Kinkéla, Rosalie Kama-Niamayoua, David Mampouya and Thomas Silou\*

Equipe pluridisciplinaire de Recherche en Alimentation et Nutrition, Pôle d'Excellence, Régional en Alimentation et Nutrition, Faculté des sciences, B.P. 389, Brazzaville Congo.

Accepted 10 May, 2006

A ten year old safou tree studied here bears 2820 fruits gathered on 557 bunches with 1 to 31 fruits on bunch. The fruit distribution was examined according to the geographical orientation (North, South, East, West) and the distance to the ground (Levels I, II, III), from the bottom towards the top of the tree). A sample of ten fruits per orientation and per level (120 fruits) was submitted to a detailed study (morphology, moisture, oil contents, fatty acid and triacylglycerol composition) according to the preceding factors. It was observed that East-West axis charged out 60% of total fruit number and these fruits were more homogeneous than North-South axis, and level III, (top of the tree) carried more than half of the total fruit number. Oil content of pulp increased from level I to level III (18-50%) whereas it varied weakly according to orientation. The fatty acid and triacylglycerol compositions were influenced neither by the orientation, nor by the distance to the ground.

**Key words:** Please provide key words when replying PROOF LETTER

## INTRODUCTION

The safou tree, *Dacryodes edulis* (G. Don) H.J. LAM, belongs to the Burseraceae family. It is a beautiful tree which can reach 8-12 m height, sometimes 20-25 m, when it grows up in dense forest. The safou tree was classified according to Kengue (2002) in the Rauh architectural model. It is characterized by orthotropic type branches. The flowers lead to fruits gathered in bunches.

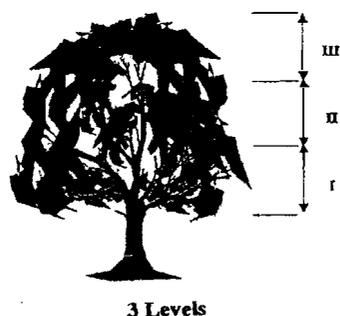
The safou, local name of *D. edulis* fruit, is a 4-8 cm long by 3-6 cm wide drupe; only its pulp (0.3 - 1.2 cm thickness) is edible and it is consumed after softening

with heat. This pulp presents very good nutritional qualities: 50-70% of lipid content, 15-30% of protein content and 2-5% of ash content on dry weight basis. Pulp oil contains linoleic acid (C18:2, n-6) from 18-27% and oleic acid (C18:1, n-9) from 15-30% (Silou, 1996).

To our knowledge, no correlation is established between the morphology, the nutritional composition of the fruits and their localization on tree. It is known that, according to some works on citrus (Fellahy et al., 1989), the fruit quality varies significantly with the geographical orientation and the position on the canopy. This work aims to provide more knowledge in fruit localization of the safou tree and morphological and chemical consequences of this localization.

Do fruits on the same tree have similar morphology and

\*Corresponding author. E-mail: [thsilou@yahoo.fr](mailto:thsilou@yahoo.fr).



**Figure 1.** Delimitation of levels and geographical orientations for a tree.

chemical composition or not? Does a natural calibration of these fruits exist? That is the main question of this study. To answer this, we consider the quantitative and qualitative aspects:

- The fruit production at different canopy levels above the ground (levels I, II, III) and geographical orientations: North (N), South (S), East (E), West (W)
- The fruit size and oil composition of these fruits in the different canopy levels and geographical orientations.

The output of this work could provide important information on the management of safou crop for industrial or domestic uses (Silou, 1996; Kanmegne et al., 1996).

## MATERIALS AND METHODS

### Vegetable material

The studied tree is localized in Loufoulakari (District of Louingui, Pool Region, the Congo-Brazzaville). This approximately 10 years old tree with a fruit production of 100 kg/year on average was divided into three levels from the ground to the top and four geographical orientations (Figure 1).

- Fruits of each level and each orientation were gathered and counted.
- 10 fruits per orientation and per level amounting to a 120 fruit sample for the 3 levels and the 4 geographical orientations

were randomly chosen. They were used to determine the morphological characteristics, the moisture and oil contents.

- 10 fruits per orientation (3 fruits for level I, 3 fruits for level II, 4 fruits for level III), giving a total of 40 fruit sample for the 4 orientations, were used for fatty acid (FA) and the triacylglycerol (TAG) analysis.

### Morphological and physical characteristics

**Number of bunches:** The flowers of the safou tree can be male, female or bisexual. They gather in panicle whose complexity varies with the sex and the age of the safou tree. These panicles lead to fruit bunches.

**Morphological characteristics:** The studied morphological characteristics are the length and the width of the fruit, the thickness of pulp, as previously defined (Silou, 1996).

**Mass of the entire fruit and the mass of pulp:** Using a balance, the entire fruit was weighed to obtain the total mass ( $M_t$ ). After withdrawal of the seed, the pulp was weighed to obtain pulp mass ( $M_p$ ). Here pulp means exo-, meso- and endocarp.

**Specific gravity of the fruit:** Specific gravity was measured as previously described (Silou, 1996).

### Chemical composition of the fruit

**Moisture content:** The fruit was opened lengthwise using a knife and the seed was removed. The moisture content is given as:  $[(M_1 - M_2) / M_1] \times 100$ .  $M_1$  is the mass of fresh pulp and  $M_2$  the mass of the dried pulp (drying in oven at 105°C until constant mass),

**Oil content:** The pulp was dried, crushed and weighed (mass  $M_1$ ) and then introduced into a Soxhlet extractor. After a 5 h extraction with petroleum ether, the extract was dried with sodium sulphate. The solvent was evaporated in a rotary vacuum evaporator and the solvent traces were eliminated by drying oil in an oven at 103°C for 6 h.  $M_2$  is the mass of extracted oil. The oil content is given as:  $(M_2/M_1) \times 100$ .

**Fatty acid (FA) analysis by gas chromatography (CG):** After the trans esterification of fatty acids by sodium methylate 0.5 N in methanol at ambient temperature during 2 min and under agitation, fatty acid methyl esters (FAME) were analyzed by gas chromatography (Becker-Packard, Rungis, France, model 417), provided with wide bore column (30 m length and 0.4 mm in inner diameter) coated with carbowax 20 M (Applied Science labs, State College, Pa, the USA). The analyses were made at a constant temperature 195°C with a nitrogen flow of 3 ml/min under a pressure of 0.5 bar. The injector and detector (FID) temperatures were respectively: 230 and 220°C (Kinkéla and Bézard, 1993).

**Triacylglycerol (TAG) analysis:** Triacylglycerols were isolated from the total lipids by column chromatography (45 g silicic acid, 100 mesh and pentane : diethyl ether, 80:20, v:v as solvent) and their purity tested by thin layer chromatography (Kiesegel 60G, thickness 250  $\mu$ m) with hexane : diethyl ether : methanol : acetic acid (90:20:3:2, v/v/v/v) as solvent system.

The purified TAG were analyzed by reverse-phase high performance liquid chromatography (RP-HPLC) with a Waters 510 chromatograph (Waters, Milford, MA, USA) provided by a stainless steel column (250 mm x 4.6 mm; 4  $\mu$ m; Hibar Lichrospher 100 CH-

**Table 1.** Distribution of the fruits by bunch, according to geographical orientation safou tree.

Number of fruits	Number of bunches				
	N	S	E	W	Total
1	31	24	22	30	107
2	20	20	30	26	96
3	12	10	22	17	61
4	9	16	19	16	60
5	5	7	11	12	35
6	7	7	4	10	28
7	6	4	11	12	33
8	5	3	7	5	20
9	7	3	5	5	20
10	5	2	4	4	15
11	11	6	2	3	16
12	2	1	2	4	9
13	4	1	3	4	12
14	2	-	2	3	7
15	-	-	4	2	6
16	-	-	1	5	6
17	-	1	3	-	4
18	-	-	1	3	4
19	1	-	1	-	2
20	-	1	-	3	4
21	2	-	-	1	3
22	1	-	-	1	2
23	-	-	-	2	2
24	-	-	1	-	1
25	-	-	-	-	-
26	-	-	-	-	-
27	1	-	-	1	2
28	-	1	-	-	1
29	-	-	-	-	-
30	-	-	-	-	-
31	1	-	-	-	1
<b>Total</b>	<b>126</b>	<b>103</b>	<b>158</b>	<b>170</b>	<b>557</b>

18, Merck), an automatic injector system (Waters 717) and a refractometric detector (Waters 996 Photodiode Array Detector). Analyses were carried out at ambient temperature (19-21 °C), using acetone-acetonitrile (70:30, v:v) as solvent system with 1 ml/min of rate flow. Data processing was carried out using Azur v2.0 software, Datalys, Saint Martin d' Hères, France (Kinkéla and Bézard, 1993).

## RESULTS AND DISCUSSION

### Number of bunches on the tree and fruit morphology

Table 1 shows the distribution of bunches on the tree, according to the increasing ratio of fruit per bunch. It appears that:

- The number of fruits in a bunch varies from 1-31 with 5 fruits per bunch in average for the tree.
- This ratio for North and level II was 1 unit higher than of this average value.
- And ratios for South, East, West orientations and levels I, III have the average value.

Table 2 shows the bunch and fruit distributions according to the level (levels I, II, III) and the geographical orientations (N, S, E, W). Generally, the average ratio "number of fruits per bunch" is independent of the level to the ground and geographic orientation. It is also interesting to note that:

- 70% of bunches have from 1-6 fruits/bunch on a range between 1 and 31 fruits.
- The East-West axis has 60% of fruits, while the top of the tree (level III) carries more than half of the total fruits of the tree.
- The ratio of the immature fruits was on average 7%, except the south orientation, where it was nearly 1.5 times larger (10%).

Table 3 presents the morphological characteristics, moisture and oil content according to the level to the ground and the fruit localization on the tree. In reference to previously classification (Silou et al., 2002), studied safous belong to size II. The low values of the standard deviations of the morphological characteristics show a good fruit homogeneity on studied tree.

### Chemical composition of the fruits

The oil content (Table 3) varies from 18 (level I) to 50% (level III); the fruits of the top of the tree were more oily than those which are closest to the ground. It follows that, for oil extraction with a good output, it would be necessary to gather much more safous fruits localized in levels III and II; the safous in level I could be used as current food for domestic consumption. The 4 orientations have similar oil content. Table 4 and Figure 2 show the fatty acids composition of safou pulp oil according to geographic orientation. The FA profile remains always the same; C16:0>C18:1 n-9>C18:2 n-6>C18:3 n-3.

The saturated, mono-unsaturated, poly-unsaturated fatty acid contents range between 50 and 54%, 24 and 30%, and 20 and 25%, respectively. Safou pulp oil contains a limited number of FA but whose percentage has interesting nutritional value. Palmitic acid is the main FA as in palm oil. Linoleic acid, present in noticeable accounts is nutritionally worth while. Consequently (% polysaturated FA) / (% saturated FA) with C18:2/C18:3 ratios respectively ranging between 0.4 and 0.5, 11 and 15, also deserve attention. These results agree with

**Table 2.** Distribution of the fruits of a tree by level to the ground and geographical orientation.

	Number of bunches (%)	Number of ripe fruits (%)	Number of immature fruits (%)	Mean fruits/bunch
<b>Levels</b>				
I	139 (24.9%)	689 (24.3%)	67 (8.8%)	5
II	151 (27.1%)	902 (3.0%)	81 (8.2%)	6
III	267 (47.3%)	1232 (43.7%)	71 (5.4%)	5
<b>Total (Levels)</b>	<b>557 (100%)</b>	<b>2820 (100%)</b>	<b>219 (100%)</b>	<b>5</b>
<b>Orientations</b>				
North	126 (22.6%)	697 (24.7%)	50 (6, 7%)	6
South	103 (18.5%)	438 (15.5%)	50 (10.2%)	5
East	158 (28.4%)	772 (27.4%)	57 (6.9%)	5
West	170 (30.5%)	913 (32.4%)	62 (6.4%)	5
<b>Total (Orientations)</b>	<b>557 (100%)</b>	<b>2820 (100%)</b>	<b>219 (100%)</b>	<b>5</b>

**Table 3.** Distribution of the fruit characteristics on the same tree.

	Level	Length *	Width *	Thickness*	Mt *	Mp *	Specific gravity	Molsture* Content	%Oil **
North	I	5,9 (0,3)	3,5 (0,1)	0,6 (0,06)	44 (4,4)	31 (3,9)	0,9 (0,07)	79,8 (1,3)	19,1
	II	5,9 (0,3)	3,6 (0,1)	0,6 (0,03)	45 (5,7)	30 (0,1)	1,0 (0,09)	78,2 (3,2)	36,3
	III	6 (0,1)	3,5 (0,05)	0,6 (0,05)	44,5 (2,6)	30 (0)	0,9 (0,06)	73,5 (3,1)	51,2
South	I	5,7 (0,1)	3,4 (0,1)	0,6 (0,04)	35,5 (4,9)	23 (4,4)	0,9 (0,08)	70,4 (6,8)	19,7
	II	5,7 (0,1)	3,5 (0,1)	0,6 (0)	38,5 (3,3)	28,5 (3,3)	0,9 (0,05)	79,8 (2,4)	33,4
	III	5,7 (0,2)	3,4 (0,1)	0,6 (0,05)	37 (5,3)	24 (3,9)	1,0 (0,06)	66,3 (5,5)	50,9
East	I	6,1 (0,1)	3,6 (0,1)	0,6 (0,04)	42,5 (4,8)	29 (2,6)	0,9 (0,05)	73,7 (6,7)	18,2
	II	5,9 (0,3)	3,9 (0,2)	0,6 (0,05)	44,5 (6,4)	32,5 (4,2)	1,0 (0,03)	75,9 (3,4)	46,3
	III	5,7 (0,2)	3,4 (0,1)	0,6 (0,07)	39,25 (4,09)	29 (2,6)	1,0 (0,07)	77,4 (3,6)	45,7
West	I	5,7 (0,2)	3,4 (0,1)	0,6 (0,04)	40 (3,5)	29 (2,6)	0,9 (0,04)	77,5 (1,8)	18,7
	II	5,9 (0,1)	3,4 (0,08)	0,6 (0,04)	45,5 (4,9)	32,2 (2,4)	1,02 (0,04)	75,1 (4,01)	38,8
	III	5,7 (0,3)	3,4 (0,1)	0,6 (0,04)	41 (5,1)	29 (3,1)	1,01 (0,05)	72,5 (3,1)	48,5

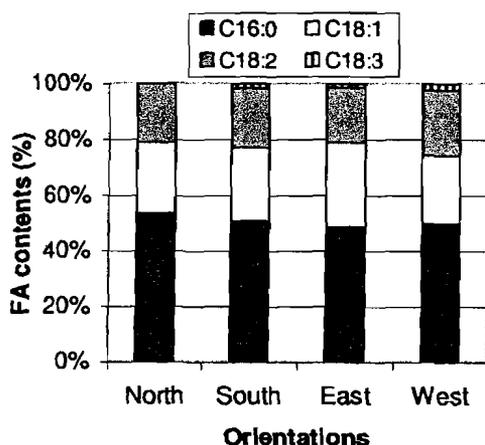
\* mean of 10 measurements (standard deviation); \*\* Mean of 3 measurements.  
Mt = Mass of fruit; Mp = Mass of pulp.

those previously published (Omoti et al., 1987; Tchendji

et al., 1987; Bézard et al., 1991; Kapseu et al., 1996;

**Table 4.** FA composition (% m/m) of safou pulp oils according to the geographical orientations on a same tree.

	North	South	East	West	Mean (standard deviation)
C14:0	0.1	0.2	0.1	0.1	0.1 (0.05)
C16:0	50.7	49.1	47.2	48.2	48.8 (1.48)
C16:1 n-7	0.2	0.3	0.2	0.3	0.3 (0.02)
C17 : 0	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1 (0.01)
C18 : 0	2.8	2.3	2.6	2.5	2.6 (0.2)
C18:1 n-9	23.9	25.5	29.3	23.7	25.5 (2.7)
C18:2 n-6	20.0	20.7	19.1	22.6	20.6 (1.5)
C18:3 n-3	1.8	1.5	1.3	2.1	1.7 (0.4)
C20:0	0.1	0.1	0.2	0.2	0.2 (0.02)
C20:1 n-9	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
Saturated FA	54.0	51.9	50.1	51.2	51.8
Mono-insaturated FA	24.2	25.8	29.6	24.1	25.9
Poly-insaturated FA	21.8	22.3	20.4	24.7	22.3
(% polyinsat.)/(%saturated)	0.4	0.4	0.4	0.5	0.4
(% C18:2) / (% C18:3)	11.1	13.8	14.7	10.8	12.6



**Figure 2.** Histograms of FA contents (%) of safou pulp oils according to the orientation.

Silou, 1996; Silou et al., 2002; Mbofung et al., 2002). These 3 main FAs lead to 5 major TAGs (Table 5) and following TAG profiles according to orientation are observed:

- North: PPO > PPL > POO > POL > PLL;
- West: PPO > PPL > POO > POL > PLL;
- South: PPO > POO > PPL > POL > PLL
- East: PPO > POO > PPL > POL > PLL

where P, O, L are palmitic, oleic, linoleic acids. POO content increases when one passes from West and North

orientations to South and East ones. POO became the second more important TAG for East and South orientations. Generally the 4 profiles were very similar. The "radar plot" graphic allows best visualization of this similarity. Figure 3 shows similar representative forms of studied oils. Each component content on the corresponding axis defines the representative point of the component. All representative points connected by straight segments define a geometrical figure which is characteristic of the considered oil. Safou pulp oil composition was the same for all fruits of this tree. Geographical orientations had no significant influence on fruit composition in the same tree.

## CONCLUSION

On a range from 1-31 fruits, the majority of bunches carry 1-6 fruits (70%). East-West axis bears 60% of total fruits on the tree. The top of the tree (level III), carrying 60% of fruits, gathers the most oily fruits (50% of oil content) irrespective of the geographical orientations. Morphological characteristics and chemical composition of studied fruits were homogeneous. One can conclude that there was a natural calibration of the fruits of the same tree. This conclusion is very important for the development of industrial safou crop.

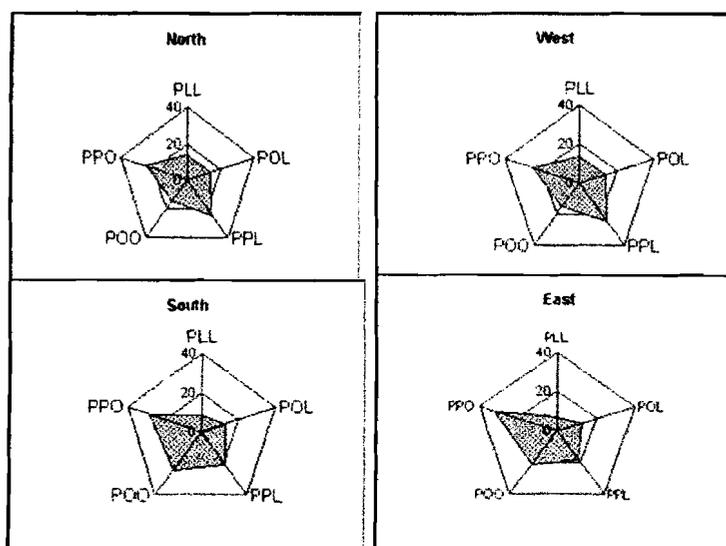
## ACKNOWLEDGEMENTS

This work was supported by the "Agence d'Investissement dans la recherche à l'Étranger", French

**Table 5.** TAG composition (% m/m) of safou pulp oils according the geographical orientations on a same tree.

	North	South	East	West	Mean (standard deviation)
OOO	1.9	1.0	0.6	2.9	1.6 (1.0)
PLL	11.0	8.5	7.4	13.8	10.2 (2.8)
POL	12.6	12.8	13.1	13.9	13.1 (0.6)
PPL	23.3	20.9	18.2	24.2	21.6 (2.7)
POO	15.7	24.3	21.0	14.7	18.9 (4.5)
PPO	28.4	28.1	32.2	25.0	28.4 (2.9)
PPP	3.7	1.7	4.1	3.1	3.2 (1.0)
PSO	3.4	2.7	3.3	2.4	3.0 (0.5)

P = palmitic acid (C16:0) ; O = oleic acid (C18:1) ;  
L = linoleic acid (C18:2) ; S = stearic acid (C18:0)



**Figure 3.** "Radar-plot" representations of TAG profiles of safou pulp oils according to the geographic orientations.

Co-operation, (Aire Development, Convention B-3-COG-004-1).

#### REFERENCES

- Bézard J, Silou T, Kiakouama S, Sempore G (1991). Variation de la fraction glycéridique de l'huile de la pulpe de safou avec l'état de maturité du fruit, *Rev Fr. Corps Gras.* (7/8): 233-241.
- Fellahi E, Moon Jr JW, Moussavi Z (1989). Quality and element content of citrus fruit from exposed and internal canopy position, *J. Plant Nutr.* 12 (8): 939-951.
- Kapseu C and Tchiegang C (1996). Composition de l'huile des fruits de deux cultivars de safou au Cameroun. *Fruits.* 51 (3):185-191.
- Kengue J., 2002. Safou (*Dacryodes edulis*). Monographie. Centre International des cultures sous utilisées, Southampton. p.150
- Kenmegne Kandem AT, Ali A, Tchiegang C and Kapseu C (1996). Problématique de la production d'huile de safou au Cameroun, *Fruits.* 52(5): 325 - 330.
- Kinkéla T, Bézard J (1993). Etude de la structure des triacylglycérols de l'huile de la pulpe de safou (*Dacryodes edulis*), *Rev. Fr. Corps Gras.* 40 (11/12): 273 - 382.
- Mbolung CMF., Silou T, Mouragadja I (2002). Chemical characterization of safou (*Dacryodes edulis*) and evaluation of its potential as an ingredient in nutritious biscuits, *Forest, Trees and Livelihood* 12: 105 - 117.
- Ornoti U, Okiy AD (1987). Characteristics and composition of pulp oil and cake of African pear *Dacryodes edulis* (G. Don) H.J.LAM., *J. Sci. Food Agric.* 38: 67-72.
- Silou T, (1996) Le safoutier (*Dacryodes edulis*), un arbre mal connu, *Fruits* 51: 47 - 60.
- Silou T, Rocquelin G, Mouragadja I, Gallon G, (2002). Chemical composition and nutritional characteristics of safou of Cameroon, the Congo-Brazzaville, the Congo-Kinshasa and Gabon. *Riv. Ital. Sostanze Grasse.* 79: 177 - 182.
- Tchendji C, Severin M, Wathelet J, Deroanne C (1987). Composition de la graisse de *Dacryodes edulis*, *Rev. Fr. Corps Gras.* 28 (3): 123 - 125.



### Résumé :

Le travail que nous avons réalisé, visait deux objectifs principaux. Il s'agit de la contribution à la modélisation de l'extraction au soxhlet par la méthode des plans d'expériences de l'huile de la pulpe de safou et le raffinage partiel de cette huile par la décoloration.

Pour atteindre ces objectifs, nous avons utilisé la méthode réfractométrique mise au point sur l'avocat et la méthode classique d'extraction de l'huile au soxhlet, d'une part ; la méthode de décoloration en présence ou non des terres décolorantes locales d'autre part.

La réfractométrie a permis d'évaluer efficacement la teneur en huile sur de petites quantités de matière végétale, avec un minimum de manipulations et en un temps relativement court. Cette méthode est particulièrement adaptée à l'étude des nouveaux oléagineux ou au traitement d'une grande quantité d'échantillons au cours des études de biodiversité, par exemple.

L'établissement des abaques de type % huile = f (indice de réfraction), a permis la mise en évidence d'une relation valable aussi bien pour les huiles brutes locales que pour les huiles raffinées importées.

Elle a permis d'évaluer de manière satisfaisante la teneur en huile de la pulpe de *Dacryodes edulis* et nous l'avons étendu aux noix de *Raphia sese* et *Raphia laurentii* ainsi qu'aux graines d'*Irvingia gabonensis*, à des fins de généralisation.

La teneur en huile de la pulpe de safou évaluée par réfractométrie est du même ordre de grandeur que celle déterminée par extraction directe au soxhlet avec de l'hexane.

L'optimum de l'extraction au soxhlet est obtenu avec 350 mL du solvant pendant 3h et le matériel végétal sous forme de poudre.

La modélisation de l'extraction à l'hexane a mis en évidence un poids important du facteur fractionnement du matériel végétal sur le rendement de l'extraction ; ce facteur se démarque très nettement de la teneur résiduelle en eau du matériel végétal et de la durée de l'extraction.

Les interactions entre facteurs sont négligeables.

Les huiles de la pulpe de safou (*Dacryodes edulis*), extraites au soxhlet avec l'éther de pétrole, le chloroforme et le trichloroéthane présentent une très grande ressemblance avec celle extraite à l'hexane, tant du point de vue de leurs caractéristiques physico chimiques que de leurs compositions en acides gras et en triacylglycérols.

La décoloration, pour les huiles de couleur trop foncée, a été obtenue de façon efficace à des températures inférieures à 100°C, en présence ou non des terres décolorantes.

L'augmentation de la température de décoloration ou du temps de chauffage détruit de façon significative l'acide linoléique (C18 :2 n-6), qui est un acide gras essentiel, hypothéquant ainsi la qualité nutritionnelle des huiles obtenues.

**MOTS CLES :** Extraction, décoloration, huile, safou, *Dacryodes edulis*.

**DEPARTEMENT DE CHIMIE**  
**FACULTE DES SCIENCES, UNIVERSITE Marien NGOUABI**  
**B.P. 69, Brazzaville, Congo.**  
**EQUIPE PLURIDISCIPLINAIRE DE RECHERCHE EN ALIMENTATION ET NUTRITION**  
**EPRAN-Congo/ Equipe mixte DGRST – UMNG**  
**B.P.1286, Pointe-Noire, Congo      B.P. 389, Brazzaville, Congo.**