



N°1840/17

Année : 2016 – 2017

THESE

Présentée en vue de l'obtention du

DIPLOME D'ÉTAT DE DOCTEUR EN PHARMACIE

Par

NIAMIEN ALEXANDRE HERVE GUILLAUME

**ÉVALUATION DES PERFORMANCES D'UNE MÉTHODE
DE DOSAGE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE DU
PHOSPHORE DANS LES HUILES DE PALME RAFFINÉES**

Soutenue publiquement le 06 Juin 2017

COMPOSITION DU JURY :

Présidente	: Madame AKE Michèle , Professeur Titulaire
Directeur de thèse	: Monsieur GBASSI Komenan Gildas , Maître de Conférence Agrégé
Assesseurs	: Monsieur OUATTARA Mahama , Maître de conférences Agrégé Madame SANGARE-TIGORI Béatrice , Maître de conférences Agrégé

**ADMINISTRATION ET PERSONNEL ENSEIGNANT
DE L'UFR DES SCIENCES PHARMACEUTIQUES ET
BIOLOGIQUES**

I- HONORARIAT

Directeurs/Doyens Honoraires :	Professeur RAMBAUD André
	Professeur FOURASTE Isabelle
	Professeur BAMBA Moriféré
	Professeur YAPO Abbé †
	Professeur MALAN Kla Anglade
	Professeur KONE Moussa †
	Professeur ATINDEHOU Eugène

II- ADMINISTRATION

Directeur	Professeur KONE BAMBA Diéneba
Sous-Directeur Chargé de la Pédagogie	Professeur Ag INWOLEY Kokou André
Sous-Directeur Chargé de la Recherche	Professeur Ag OGA Agbaya Serge
Secrétaire Principal	Madame NADO-AKPRO Marie Josette
Documentaliste	Monsieur N'GNIMMIEN Koffi Lambert
Intendant	Monsieur GAHE Alphonse
Responsable de la Scolarité	Madame DJEDJE Yolande

III- PERSONNEL ENSEIGNANT PERMANENT

1- PROFESSEURS TITULAIRES

Mme AKE Michèle	Chimie Analytique, Bromatologie
M ATINDEHOU Eugène	Chimie Analytique, Bromatologie
Mme ATTOUNGBRE HAUHOUOT M.L.	Biochimie et Biologie Moléculaire
M DANO Djédjé Sébastien	Toxicologie.
Mme KONE BAMBA Diéneba	Pharmacognosie
MM KOUADIO Kouakou Luc	Hydrologie, Santé Publique
MALAN Kla Anglade	Chimie Anal., contrôle de qualité

ÉVALUATION DES PERFORMANCES D'UNE MÉTHODE DE DOSAGE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE DU
PHOSPHORE DANS LES HUILES DE PALME RAFFINÉES

MENAN Eby Ignace Hervé	Parasitologie - Mycologie
MONNET Dagui	Biochimie et Biologie Moléculaire
Mme SAWADOGO Duni	Hématologie
M YOLOU Séri Fernand	Chimie Générale

2- MAITRES DE CONFERENCES AGREGES

MM ABROGOUA Danho Pascal	Pharmacie Clinique
AHIBOH Hugues	Biochimie et Biologie moléculaire
Mme AKE EDJEME N'guessan Angèle	Biochimie et Biologie moléculaire
MM AMARI Antoine Serge G.	Législation
AMIN N'Cho Christophe	Chimie analytique
DEMBELE Bamory	Immunologie
GBASSI K. Gildas	Chimie Physique Générale
INWOLEY Kokou André	Immunologie
KOFFI Angely Armand	Pharmacie Galénique
Mme KOUAKOU-SIRANSY Gisèle	Pharmacologie
MM KOUASSI Dinard	Hématologie
LOUKOU Yao Guillaume	Bactériologie-Virologie
OGA Agbaya Stéphane	Santé publique et Economie de la santé
OUASSA Timothée	Bactériologie-Virologie
OUATTARA Mahama	Chimie organique, Chimie thérapeutique
YAPI Ange Désiré	Chimie organique, chimie thérapeutique
YAVO William	Parasitologie - Mycologie
ZINZENDORF Nanga Yessé	Bactériologie-Virologie
BONY François Nicaise	Chimie Analytique
DALLY Laba Ismael	Pharmacie Galénique
DJOHAN Vincent	Parasitologie –Mycologie

ÉVALUATION DES PERFORMANCES D'UNE MÉTHODE DE DOSAGE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE DU
PHOSPHORE DANS LES HUILES DE PALME RAFFINÉES

Mmes IRIE N'GUESSAN Amenan	Pharmacologie
SACKOU KOUAKOU Julie	Santé Publique
SANGARE TIGORI Béatrice	Toxicologie
POLNEAU VALLEE Sandrine	Mathématiques-Statistiques

3- MAITRE DE CONFERENCES ASSOCIE

M DIAFOUKA François	Biochimie et Biologie de la Reproduction
---------------------	--

4- MAITRES ASSISTANTS

MM ADJAMBRI Adia Eusebé	Hématologie
Mme AFFI-ABOLI Mihessé Roseline	Immunologie
AKA-ANY-GRA Armelle Adjoua S.	Pharmacie Galénique
M ANGORA Kpongbo Etienne	Parasitologie - Mycologie
Mme BARRO KIKI Pulchérie	Parasitologie - Mycologie
MM BONY François Nicaise	Chimie Analytique
CLAON Jean Stéphane	Santé Publique
Mme FOFIE N'Guessan Bra Yvette	Pharmacognosie
M KASSI Kondo Fulgence	Parasitologie-Mycologie
Mmes KONATE Abibatou	Parasitologie-Mycologie
KOUASSI AGBESSI Thérèse	Bactériologie-Virologie
M MANDA Pierre	Toxicologie
Mmes SANGARE Mahawa	Biologie Générale
VANGA ABO Henriette	Parasitologie-Mycologie
M YAYO Sagou Eric	Biochimie et Biologie moléculaire

5- ASSISTANTS

MM ADIKO Assi Aimé Césaire	Hématologie
----------------------------	-------------

ÉVALUATION DES PERFORMANCES D'UNE MÉTHODE DE DOSAGE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE DU
PHOSPHORE DANS LES HUILES DE PALME RAFFINÉES

	ADJOUNGOUA Attoli Léopold	Pharmacognosie
	AMICHIA Attoumou Magloire	Pharmacologie
Mmes	ALLOUKOU-BOKA Paule-Mireille	Législation
	APETE Sandrine	Bactériologie-Virologie
	AYE YAYO Mireille	Hématologie
	BEDIAKON née GOKPEYA Kemontingni M.	Santé publique
MM	BROU Amani Germain	Chimie Analytique
	BROU N'Guessan Aimé	Pharmacie clinique
	CABLAN Mian N'Ddey Asher	Bactériologie-Virologie
	COULIBALY Songuigama	Chimie Thérapeutique
Mme	DIAKITE Aïssata	Toxicologie
M	DJADJI Ayoman Thierry Lenoir	Pharmacologie
	DJATCHI Richmond Anderson	Bactériologie-Virologie
Mme	DONOU née N'DRAMAN Aha Emma	Hématologie
	DOTIA Tiepordan Agathe	Bactériologie-Virologie
M	EFFO Kouakou Etienne	Pharmacologie
Mme	HOUNSA Annita Emeline Epse Alla	Santé Publique
MM	KABRAN Tano Kouadio Mathieu	Immunologie
	KACOU Alain	Chimie Thérapeutique
	KAMENAN Boua Alexis Thierry	Pharmacologie
	KOFFI Kouamé	Santé publique
	KONAN Konan Jean Louis	Biochimie et Biologie moléculaire
Mme	KONE Fatoumata	Biochimie et Biologie moléculaire
MM	KOUAKOU Sylvain Landry	Pharmacologie
	KOUAME Denis Rodrigue	Immunologie
	KPAIBE Sawa Andre Philippe	Chimie Analytique

ÉVALUATION DES PERFORMANCES D'UNE MÉTHODE DE DOSAGE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE DU
PHOSPHORE DANS LES HUILES DE PALME RAFFINÉES

LATHRO Joseph Serge	Bactériologie-Virologie
N'GBE Jean Verdier	Toxicologie
N'GUESSAN Alain	Pharmacie Galénique
Mme N'GUESSAN née AMONKOU Anne C.	Législation
N'GUESSAN-BLAO Amoin Rebecca	Hématologie
M N'GUESSAN Déto Ursul Jean-Paul	Chimie Thérapeutique
Mmes N'GUESSAN Kakwokpo Clémence	Pharmacie Galénique
OUAYOGODE-AKOUBET Aminata	Pharmacognosie
SIBLI-KOFFI Akissi Joëlle	Biochimie et Biologie moléculaire
TANOI NEE BEDIA Akoua Valérie	Parasitologie-Mycologie
M TRE Eric Serge	Chimie Analytique
Mmes TUO Awa	Pharmacie Galénique
YAO ATTIA Akissi Régine	Santé publique
M YAPO Assi Vincent De Paul	Biologie Générale
Mme YAPO NEE YAO Carine Mireille	Biochimie

6- ATTACHES DE RECHERCHE

Mme ADIKO N'dri Marcelline	Pharmacognosie
M LIA Gnahoré José Arthur	Pharmacie Galénique

7- IN MEMORIUM

Feu KONE Moussa	Professeur Titulaire
Feu YAPO Abbé Etienne	Professeur Titulaire
Feu COMOIE Léopold	Maître de Conférences Agrégé
Feu GUEU Kaman	Maître Assistant
Feu ALLADOUM Nambelbaye	Assistant
Feu COULIBALY Sabali	Assistant

ÉVALUATION DES PERFORMANCES D'UNE MÉTHODE DE DOSAGE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE DU
PHOSPHORE DANS LES HUILES DE PALME RAFFINÉES

Feu TRAORE Moussa	Assistant
Feu YAPO Achou Pascal	Assistant

IV- ENSEIGNANTS VACATAIRES

1- PROFESSEURS

MM ASSAMOI Assamoi Paul	Biophysique
DIAINE Charles	Biophysique
OYETOLA Samuel	Chimie Minérale
ZOUZOU Michel	Cryptogamie

2- MAITRES DE CONFERENCES

MM KOUAKOU Tanoh Hilaire	Botanique et Cryptogamie
SAKO Aboubakar	Physique (Mécanique des fluides)
Mme TURQUIN née DIAN Louise	Biologie Végétale
M YAO N'Dri Athanase	Pathologie Médicale

3- MAITRE-ASSISTANT

M KONKON N'Dri Gilles	Botanique, Cryptogamie
-----------------------	------------------------

4- NON UNIVERSITAIRES

MM. AHOUSSE Daniel Ferdinand	Secourisme
DEMPAH Anoh Joseph	Zoologie
GOUEPO Evariste	Techniques officinales
Mme KEI-BOGUINARD Isabelle	Gestion
MM KOFFI ALEXIS	Anglais
KOUA Amian	Hygiène

ÉVALUATION DES PERFORMANCES D'UNE MÉTHODE DE DOSAGE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE DU
PHOSPHORE DANS LES HUILES DE PALME RAFFINÉES

KOUASSI Ambroise

Management

N'GOZAN Marc

Secourisme

KONAN Kouacou

Diététique

Mme PAYNE Marie

Santé Publique

**COMPOSITION DES DEPARTEMENTS DE L'UFR
DES SCIENCES PHARMACEUTIQUES ET
BIOLOGIQUES**

4- BACTERIOLOGIE-VIROLOGIE

Professeur LOUKOU Yao Guillaume	Maître de Conférences Agrégé
	Chef du département
Professeurs ZINZENDORF Nanga Yessé	Maître de Conférences Agrégé
OUASSA Timothée	Maître de Conférences Agrégé
Docteurs KOUASSI AGBESSI Thérèse	Maître- assistante
CABLAN Mian N'Dédey Asher	Assistant
DOTIA Tiepordan Agathe	Assistante
LATHRO Joseph Serge	Assistant
APETE yah sandrine épse TAHOU	Assistante
KRIZO Gouhonnon Anne-Aymone	Assistante
DJATCHI Richmond Anderson	Assistant

**5- BIOCHIMIE, BIOLOGIE MOLECULAIRE, BIOLOGIE DE LA
REPRODUCTION ET PATHOLOGIE MEDICALE**

Professeur MONNET Dagui	Professeur Titulaire
	Chef du Département
Professeurs HAUHOUOT épse ATTOUNGBRE M. L.	Professeur Titulaire
AHIBOH Hugues	Maître de Conférences Agrégé
AKE EDJEME N'Guessan Angèle	Maître de Conférences Agrégé
DIAFOUKA François	Maître de Conférences
Docteurs YAYO Sagou Eric	Maître-assistant
KONAN Konan Jean Louis	Assistant
KONE Fatoumata	Assistante
KOFFI Akissi Joelle épse SIBLI	Assistante
YAPO NEE YAO Carine Mireille	Assistante

6- BIOLOGIE GENERALE, HEMATOLOGIE ET IMMUNOLOGIE

Professeur SAWADOGO Duni	Professeur Titulaire
	Chef du Département
Professeurs INWOLEY Kokou André	Maître de Conférences Agrégé
KOUASSI Dinard	Maître de Conférences Agrégé
DEMBELE Bamory	Maître de Conférences Agrégé
Docteurs SANGARE Mahawa	Maitre-assistante
AFFI-ABOLI Mihessé Roseline	Maître-Assistante
ADJAMBRI Adia Eusèbe	Maitre-Assistant
AYE YAYO Mireille	Assistante
KABRAN Tano K. Mathieu	Assistant
KOUAME Dénis Rodrigue	Assistant
N'GUESSAN-BLAO R. S.	Assistante
YAPO Assi Vincent De Paul	Assistant
ADIKO Assi Aimé Cézaire	Assistant
DONOU NEE N'DRAMAN Aha E.	Assistante

**7- CHIMIE ANALYTIQUE, CHIMIE MINERALE ET GENERALE,
TECHNOLOGIE ALIMENTAIRE**

Professeur ATINDEHOU Eugène	Professeur Titulaire
	Chef du Département
Professeurs MALAN Kla Anglade	Professeur Titulaire
AKE Michèle Dominique	Professeur Titulaire
YOLOU Séri Fernand	Professeur Titulaire

ÉVALUATION DES PERFORMANCES D'UNE MÉTHODE DE DOSAGE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE DU
PHOSPHORE DANS LES HUILES DE PALME RAFFINÉES

Professeurs AMIN N'Cho Christophe	Maître de Conférences Agrégé
GBASSI K. Gildas	Maître de Conférences Agrégé
BONY Nicaise François	Maître de conférences agrégé
Docteur BROU Amani Germain	Assistant
KPAIBE Sawa Andre Philippe	Assistant
TRE Eric Serge	Assistant

I- CHIMIE ORGANIQUE ET CHIMIE THERAPEUTIQUE

Professeur YAPI Ange Désiré	Maître de Conférences Agrégé
	Chef du Département
Professeur OUATTARA Mahama	Maître de Conférences Agrégé
Docteurs KACOU Alain	Assistant
N'GUESSAN Deto Jean-Paul	Assistant
COULIBALY Songuigama	Assistant
SICA NEE DIAKITE Amelanh	Assistante

II- PARASITOLOGIE, MYCOLOGIE, BIOLOGIE ANIMALE ET ZOOLOGIE

Professeur MENAN Eby Ignace H.	Professeur Titulaire
	Chef du Département
Professeur YAVO William	Maître de Conférences Agrégé
DJOHAN Vincent	Maître de Conférences Agrégé
Docteurs BARRO KIKI Pulchérie	Maître-assistante
KASSI Kondo Fulgence	Maître-assistant
VANGA ABO Henriette	Maître-assistante
ANGORA Kpongbo Etienne	Maître-Assistant
KONATE Abibatou	Maître-Assistante
TANOI NEE BEDIA Akoua Valérie	Assistante

**III- PHARMACIE GALENIQUE, BIOPHARMACIE, COSMETOLOGIE,
GESTION ET LEGISLATION PHARMACEUTIQUE**

Professeur KOFFI Armand A.	Maître de Conférences Agrégé
	Chef du Département
Professeur AMARI Antoine Serge G.	Maître de Conférences Agrégé
DALLY Laba Ismaël	Maître de Conférences Agrégé
Docteur AKA-ANY Grah Armelle A.S.	Assistante
N'GUESSAN Alain	Assistant
BOKA Paule Mireille épse A.	Assistante
N'GUESSAN Kakwopko C.	Assistante
TUO Awa Nakognon	Assistante
N'GUESSAN NEE AMONKOU Anne C.	Assistante

**VIII- PHARMACOGNOSIE, BOTANIQUE, BIOLOGIE VEGETALE,
CRYPTOGAMIE**

Professeur KONE BAMBA Diénéba	Professeur Titulaire
	Chef du Département
Docteurs FOFIE N'Guessan Bra Yvette	Maître-Assistante
ADJOUNGOUA Attoli Léopold	Assistant
OUAYOGODE-AKOUBET Aminata	Assistante

**IX- PHARMACOLOGIE, PHARMACIE CLINIQUE ET THERAPEUTIQUE, ET
PHYSIOLOGIE HUMAINE**

Professeurs Kouakou Siransy N'doua G	Maître de Conférences Agrégé
	Chef du Département
ABROGOUA Danho Pascal	Maître de Conférences Agrégé
IRIE N'GUESSAN Amenan G.	Maître de Conférences Agrégé
Docteurs AMICHIA Attoumou M.	Assistant

ÉVALUATION DES PERFORMANCES D'UNE MÉTHODE DE DOSAGE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE DU
PHOSPHORE DANS LES HUILES DE PALME RAFFINÉES

DJADJI Ayoman Thierry Lenoir	Assistant
EFFO Kouakou Etienne	Assistant
KAMENAN Boua Alexis	Assistant
KOUAKOU Sylvain Landry	Assistant
BROU N'GUESSAN Aime	Assistant

X- PHYSIQUE, BIOPHYSIQUE, MATHEMATIQUES, STATISTIQUES ET INFORMATIQUE

Professeur ATINDEHOU Eugène	Professeur Titulaire
	Chef de Département
POLNEAU VALLEE Sandrine	Maître de Conférences Agrégé

XI- SANTE PUBLIQUE, HYDROLOGIE ET TOXICOLOGIE

Professeur KOUADIO Kouakou Luc Professeur Titulaire

Chef du département

DANO Djédjé Sébastien

Professeur Titulaire

OGA Agbaya Stéphane

Maître de Conférences Agrégé

SANGARE TIGORI B.

Maître de Conférences Agrégé

SACKOU KOUAKOU J.

Maître de Conférences Agrégé

Docteurs CLAON Jean Stéphane

Maître-assistant

MANDA Pierre

Maître-assistant

DIAKITE Aissata

Maître-assistant

HOUNSA-ALLA Annita Emeline

Assistante

YAO ATTIA Akissi Régine

Assistante

N'GBE Jean Verdier

Assistant

KOFFI Kouamé

Assistant

BEDIAKON NEE GOKPEYA Kemontingni M.

Assistante

KOUAME Jérôme

Assistant

DEDICACES

JE DEDIE CETTE THESE.....

LE SEIGNEUR NOTRE DIEU

“Si l'éternel ne bâtit, c'est en vain que travaillent les ouvriers.....”

Tu es l'artisan de cette œuvre, c'est pourquoi je Te dois tout !

Gloire à toi Seigneur !

Merci Seigneur.....

IN MEMORIUM

MON DÉFUNT PÈRE, FEU M. NIAMIEN DEHI FERNAND

Du séjour saint où tu te trouves, mes pensées seront toujours tournées vers toi car tu es celui
qui m'a fait découvrir l'importance du savoir.

Merci pour tous les sacrifices que tu as consentis ici-bas afin que je puisse progresser dans la
vie.

Il n'y aura jamais de mots aussi forts et puissants pour te signifier toute ma gratitude.

Que Le Seigneur Notre Dieu qui t'a dans son royaume continue de t'accorder sa demeure
pour l'éternité

A MA DEFUNTE MÈRE, FEUE AYEMOU OPPOUE CLEMENTINE

Maman chérie,

Tu as été celle qui n'a jamais manqué d'affection et d'amour pour moi. Ton dévouement
envers ma personne n'a jamais tari.

Merci d'avoir été celle qui m'a porté depuis ma conception

J'aimerais pouvoir te rendre tout l'amour et la dévotion que tu m'as offerts, mais les aléas de
la vie en ont décidé autrement.

Merci pour tout Maman !!!

MA MÈRE FEUE *TANTIE BERNADETTE*

Tu as toujours su me donner et m'accorder la joie de vivre.

Que le Seigneur Notre Dieu qui t'héberge actuellement, continue de te compter parmi ses
illustres hôtes !

MON ÉPOUSE NIAMIEN ANNICK W. ROSE STÉPHANIE NÉE M'LALÉ

Merci pour tout le soutien que tu n'as cessé de m'apporter durant mon cursus.

Tu es et demeures l'épouse complice, la mère dont rêve tout enfant.

Aucune dédicace n'est assez éloquente pour t'exprimer ma reconnaissance.

Je te dédie ce travail en guise de témoignage de mon profond amour.

Puisse l'éternel te combler de toute sa grâce.

MES ENFANTS MARIE-DANIÈLE, CHRIST-URIEL, CÉDRIC-EMMANUEL

Mes joujoux adorés, comblés de l'Eternel.

Je vous dédie ce travail,

vous avez toujours représenté pour moi une source intarissable d'inspiration.

Je vous souhaite la réussite dans la vie avec tout le bonheur qu'il faut pour vous combler.

MES FRÈRES ET SŒURS

A travers ces lignes, j'exprime tous mes sentiments d'estime et de tendresse à votre égard .

Puisse l'amour et la fraternité nous unir à jamais

Je vous souhaite la réussite dans votre vie avec tout le bonheur qu'il faut pour vous combler

Merci pour votre soutien pour la réalisation de ce travail

DR MOSSO NINA ROSELYNE

Aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour, l'estime, et le respect que j'ai toujours eu pour
vous.

Quand je vous ai rencontré, je ne pouvais imaginer qu'aujourd'hui vous serez pour moi plus
qu'une mère, et j'en suis plus que fier.

Votre profond attachement à l'intégrité et surtout votre rigueur m'ont permis de réussir mon
travail.

Que Dieu vous bénisse !

REMERCIEMENTS

Au Professeur **GBASSI Komenan Gildas**

Cher maitre, je voudrais vous exprimer mes sincères remerciements.

Vous m'avez accepté dans le cadre de ce travail et vous m'avez appris beaucoup de valeurs entre autres la rigueur et l'attention au moindre détail. Vous avez amplifié l'estime que j'avais pour votre personne.

Merci pour les directives et les conseils durant les travaux

Merci d'avoir dirigé ces travaux.

A Madame **GOLE Georgette** technicienne au service de bromatologie du LNSP

Je tiens à vous remercier particulièrement et vous témoigner toute ma reconnaissance.

Merci pour votre disponibilité, vos connaissances et votre sympathie tout au long des travaux.

Que la grâce de l'Eternel vous comble tout au long de votre vie.

A NOS MAÎTRES ET JUGES

A NOTRE MAÎTRE ET PRESIDENTE DE JURY

Madame Le Professeur AKE Michèle

- Docteur en pharmacie ;
- DESS en Nutrition, Diététique et Contrôle des Aliments Université Paris XI
- DEA option Sciences des Aliments de l'université de Montpellier I, option Sciences des Aliments ;
- Doctorat de l'Université de Montpellier I, option Sciences des Aliments ;
- Professeur Titulaire en Chimie Analytique et Bromatologie à l'UFR des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques d'Abidjan ;
- Pharmacien chef de la pharmacie et du laboratoire de nutrition de l'INSP d'Abidjan ;
- Présidente du comité scientifique de la SOPHACI (Société Pharmaceutique de Cote d'Ivoire)
- Membre de la Société Ouest Africaine de Chimie ;
- Membre de l'Association of Official Analytical Chemists (AOAC) ;
- Membre de la Société des Experts Chimistes de France.

Chère maître,

Nous sommes fiers de vous voir rehausser par votre présence notre jury de thèse. Nous vous remercions pour l'honneur que vous nous faites en acceptant de présider ce jury malgré vos nombreuses occupations.

Vos solides connaissances, votre ardeur ainsi que votre rigueur au travail sont pour nous objet de respect et d'admiration.

Recevez cher maitre l'expression de notre profond respect.

A NOTRE MAÎTRE ET DIRECTEUR DE THESE

Monsieur le Professeur GBASSI KOMENAN GILDAS

- Professeur agrégé de Chimie Physique Générale à l'UFR des Science Pharmaceutiques et Biologiques de l'université Félix Houphouët-Boigny d'Abidjan ;
- Professeur invité du Centre de Recherche en calcul Thermochimique de l'Ecole Polytechnique de Montréal au Canada (période 2014-2018) ;
- Chef de service Contrôle des Aliments, des Eaux, et Boissons du Laboratoire National de la Santé Publique (LNSP) ;
- Titulaire d'un Doctorat en Chimie de l'Université de Strasbourg (France) ;
- Titulaire d'un Master en Science du Médicament de l'Université de Strasbourg (France) ;
- Titulaire d'un DEA en Chimie Physique de l'université Félix Houphouët-Boigny ;
- Titulaire d'un DESS en Contrôle de qualité de l'Université Félix Houphouët-Boigny d'Abidjan ;
- Titulaire d'un Doctorat en Pharmacie de l'Université Félix Houphouët-Boigny d'Abidjan ;
- Membre de la Société Ouest Africaine de Chimie (SOACHIM) ;
- Membre de la Société Pharmaceutique de Côte d'Ivoire (SOPHACI) ;
- Membre du Réseau des Chercheurs en Génie des Procédés de l'Agence Universitaire de la Francophonie (AUF);
- Membre du Groupe de Recherche sur la Bioencapsulation (BRG).

Cher Maître,

Votre enseignement, mais également votre rigueur et votre ardeur au travail creusent un chemin qu'il est agréable à tout étudiant de l'UFR des Sciences Pharmaceutiques de suivre.

Veillez trouver ici l'expression de notre profonde gratitude, vous qui avez été, êtes et serez toujours notre maitre.

A NOTRE MAÎTRE ET JUGE

Monsieur le Professeur OUATTARA MAHAMA

- Docteur es Sciences Pharmaceutiques de l'Université de Montpellier I
- Professeur Agrégé de Pharmacie Chimique
- Pharmacien
- Sous Directeur de la Direction de la Pharmacie et du Médicament de Côte d'Ivoire, Chargé de la Promotion de l'Industrie Pharmaceutique
- Expert des référentiels de Bonnes Pratiques de Fabrication (BPF) et de Distribution (BPD) des médicaments (UEMOA, l'OMS)
- Inspecteur des Bonnes Pratiques de Fabrication et de Distribution des Médicaments (UEMOA, OMS)
- Lauréat du prix de Recherche Santé 2003 du Ministère de la Recherche Scientifique de la République de Côte d'Ivoire.
- Thématique de recherche lauréate du Prix Scientifique KOUAME Egnankou 2013 des UFR Sciences de la Santé ;
- Président de la SOPHACI (Société Pharmaceutique de Cote d'Ivoire)
- Membre de la Société Ouest Africaine de Chimie (SOACHIM)
- Membre du Réseau de Substances Bioactives Ouest Africain (ReSBOA)
- Membre de la Société de Chimie Thérapeutique de France (SCt France)

Cher Maître,

En acceptant spontanément de siéger au sein de ce jury, vous confirmer votre caractère d'humilité, de disponibilité et de simplicité.

Veillez trouver ici le témoignage de notre reconnaissance et de notre infini respect.

Je prie Dieu qu'il benisse vous et votre famille au-dela de vos espérances

A NOTRE MAÎTRE ET JUGE

Madame le Professeur SANGARE-TIGORI BEATRICE

- *Professeur en Toxicologie (UFR des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques de l'Université Félix Houphouët-Boigny)*
- *Docteur en pharmacie*
- *Titulaire d'un Doctorat (PhD) en Toxicologie*
- *Experte en Toxicologie et Produits Pharmaceutiques près les Tribunaux de Côte d'Ivoire*
- *Pharmacien analyste au Laboratoire National de Santé Publique (LNSP)*
- *Titulaire du Diplôme d'Etudes Approfondies (DEA) de Valorisation de la Pharmacopée Africaine (UFR des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques de l'Université Félix Houphouët-Boigny)*
- *Titulaire du DESS de Toxicologie (UFR des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques de l'Université Félix Houphouët-Boigny)*
- *Membre de la Société Savante Pharmaceutique de Côte d'Ivoire (SOPHACI).*
- *Membre de la Société Ivoirienne de Toxicologie (SITOX)*
- *1er Prix de Communication Orale au IVe Congrès International de Toxicologie de Rabat (2012)*

Cher Maître,

La spontanéité avec laquelle vous avez accepté de siéger dans le jury de cette thèse malgré vos nombreuses occupations nous a émus.

Veillez trouver ici l'expression de nos sincères remerciements pour votre contribution à la réussite de ce travail.

Que Dieu vous bénisse

Liste des sigles et abréviations

°c	: degré Celsius
CV	: coefficient de variation
DO	: densité optique
FAO	: Food and Agriculture Organization
g	: gramme
ISO	: International Organization for Standardization
LD	: limite de détection
LQ	: limite de quantification
m	: mètre
mg/kg	: milligramme par kilogramme
m³.mol⁻¹.cm⁻¹	: mètre cube par mole par centimètre
mg/L	: milligramme par litre
ml	: millilitre
min	: minute
mol/L	: mole par litre
mol m⁻³	: mole par mètre cube
M	: mole par litre
MgO	: oxyde de magnésium
nm	: nanomètre
NFT	: Norme Française
OMS	: Organisation Mondiale de la Santé
UV-visible	: ultraviolet-visible

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 : Détail de la composition de l'huile de palme.....	9
Tableau 2: étude de la fidélité sous conditions de répétabilité.....	28
Tableau 3: étude de la fidélité sous conditions de reproductibilité (jour 1)...	29
Tableau 4: étude de la fidélité sous conditions de reproductibilité (jour 2)...	29
Tableau 5: Estimation du taux de recouvrement de l'huile DINOR.....	30
Tableau 6: Estimation du taux de recouvrement de l'huile AYA.....	31
Tableau 7 : Estimation des limites de détection et de quantification.....	32
Tableau 8 : Évolution de la densité optique de différentes solutions en fonction du temps.....	33

LISTE DES FIGURES

Figure1 : Répartition de la production mondiale d'huile de palme.....	6
Figure2 : Répartition de la consommation mondiale de l'huile de palme.....	7
Figure 3 : Extraction traditionnelle de l'huile de palme.....	11
Figure 4 : Etapes du raffinage chimique des huiles.....	13
Figure 5 : Etapes du raffinage physique des huiles.....	15
Figure 6 : schéma de principe du spectrophotomètre UV-visible monofaisceau.....	16
Figure 7 : Courbe d'étalonnage de la méthode au vert de malachite.....	27

TABLE DES MATIÈRES

SIGLES ET ABRÉVIATIONS.....	XXVIII
LISTE DES TABLEAUX.....	XXIX
LISTE DES FIGURES.....	XXX
INTRODUCTION.....	1
PREMIÈRE PARTIE : RAPPEL BIBLIOGRAPHIQUE.....	5
CHAPITRE I : GÉNÉRALITÉS SUR LES HUILES DE PALME.....	6
I-1- Présentation.....	6
I-2- Composition.....	9
I-3- Intérêts nutritionnels.....	9
CHAPITRE II : PROCÉDÉS DE FABRICATION DES HUILES VÉGÉTALES.....	10
II-1- Procédé artisanal.....	10
II-2- Procédé industriel.....	12
CHAPITRE III : METHODES SPECTROPHOTOMÉTRIQUES DE DOSAGE DU PHOSPHORE DANS LES CORPS GRAS D'ORIGINE VÉGÉTALE.....	16
III-1- Rappel sur la spectrophotométrie UV-visible.....	16
III-1-1- Définition.....	16
III-1-2- Principe.....	16
III-1-3- Limites de la méthode.....	17
III-2-Méthodes de dosage spectrophotométrique du phosphore.....	18
III-2-1- Méthode au bleu de molybdène.....	18
III-2-2- Méthode au vanadomolybdate.....	18
III-2-3- Méthode au vert de malachite.....	19
DEUXIÈME PARTIE : ÉTUDE EXPÉRIMENTALE.....	20
CHAPITRE I : MATÉRIEL ET METHODES.....	21
I-1 Matériel.....	21
I-1-1- Echantillon	21
I-1-2- Matériel de laboratoire.....	21
I-1-3- Réactifs	21
I-2 Méthode d'analyse au vert de malachite.....	22
I-2-1- Principe	22
I-2-2- Mode opératoire.....	22
I-3 Critères de validation de la méthode.....	24
I-3-1- Objectifs de la validation.....	24

I-3-2- Paramètres de validation évalués.....	25
CHAPITRE II : RÉSULTATS ET DISCUSSION.....	27
II-1 Étude de la linéarité.....	27
II-2 Étude de la fidélité.....	28
II-2-1 Estimation de la fidélité sous condition de répétabilité.....	28
II-2-2 Estimation de la fidélité sous condition de reproductibilité.....	29
II-3 Étude de l'exactitude.....	30
II-4 Étude des limites de détection et de quantification.....	31
II-5 Étude de la stabilité.....	32
 CONCLUSION	 34
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	36

INTRODUCTION

Les huiles végétales jouent un rôle majeur dans l'alimentation humaine lorsqu'elles sont consommées directement sous forme d'huile raffinée ou vierge, ou indirectement via de nombreux produits de l'industrie agroalimentaire [1].

Les huiles végétales sont constituées à majorité de triglycérides et d'acides gras. La différence entre les diverses huiles réside dans la qualité des acides gras qui les composent. Chaque huile est donc caractérisée par sa composition en acides gras de l'espèce végétale dont elle est extraite [1].

Les huiles végétales renferment des phospholipides (ou phosphatides) présents sous forme hydratables (phosphatidylcholine, phosphatidyléthanolamine) facilement éliminables, et/ou sous forme non hydratables (phosphatidylinositol, sels d'acides phosphatidiques) [1].

Dans l'industrie agroalimentaire, les phospholipides sont considérés comme des impuretés qu'il faut éliminer afin d'obtenir une huile de qualité pour un bon usage et une bonne conservation. Une huile raffinée mal débarrassée de ses phospholipides s'acidifie, s'oxyde et prend rapidement un goût désagréable [2; 3 ; 4], elle rancit.

Lors du procédé de raffinage, les phospholipides sont éliminés par démucilagination car ils sont facteurs d'instabilité qui tendent à troubler l'huile et induire des colorations lors de son chauffage [5]. Différents procédés de raffinage des huiles sont réalisés en vue d'éliminer ces composés indésirables. Toutefois, pour garantir la qualité de ces huiles, des contrôles sont effectués. Ces contrôles ont pour but d'apporter des garanties en termes de qualité pour la santé humaine.

L'élimination du phosphore, constituant essentiel des phospholipides, est une opération très importante pour l'obtention d'une huile de qualité. Il importe par

conséquent de disposer de méthodes analytiques permettant de certifier la présence ou non de ce composé.

Des teneurs résiduelles nulles en phosphore ou parfois comprises entre 5 et 10 ppm sont rapportées dans la littérature en fonction du procédé de raffinage utilisé [4]. Les deux méthodes normalisées de dosage du phosphore par spectrophotométrie UV-visible sont:

- la méthode au bleu de molybdène (**Norme NFT 60-228, 1969**)

- la méthode au vanadomolybdate (**Norme NFT 60-227, 1969**)

Une étude comparative du dosage du phosphore dans les huiles de palme locales raffinées par ces deux méthodes normalisées a été conduite en 2016 au laboratoire national de la santé publique (service contrôle des aliments) par KOUADIO [5]. L'auteur a montré une supériorité de la méthode au bleu de molybdène du point de vue des performances analytiques.

En 2003, SZYDLOWKA-CZERNIAK et SZYLYK [6], après avoir comparé les deux méthodes normalisées, ont présenté une troisième méthode de dosage spectrophotométrique du phosphore dans les corps gras. Les auteurs ont conclu à une meilleure stabilité dans le temps de l'absorbance des complexes formés, comparativement aux méthodes normalisées.

Notre étude, conduite au laboratoire national de la santé publique (service contrôle des aliments) a contribué à présenter une alternative aux deux méthodes de dosage normalisées.

L'objectif général du présent travail vise donc à évaluer les performances de la troisième méthode non normalisée de dosage du phosphore dans les huiles de palme locales raffinées par spectrophotométrie UV-visible.

Les objectifs spécifiques se résument à :

- sélectionner des huiles de palme locales commercialisées dans le circuit officiel ;
- évaluer les paramètres de validation de la méthode de dosage non normalisée du phosphore (méthode au vert de malachite) ;
- déterminer par cette méthode les teneurs en phosphore des huiles analysées.

Ce travail de thèse comprend deux parties :

La première partie qui est un rappel bibliographique, est consacrée aux huiles de palme, à leur procédé de raffinage, et aux méthodes de dosage de la principale impureté de ces huiles (phosphore).

La seconde partie expérimentale, se rapporte à la méthodologie, aux résultats et à la discussion. Enfin, une conclusion débouchant sur des perspectives vient mettre un terme à ce travail.

PREMIÈRE PARTIE : RAPPEL BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I : GÉNÉRALITÉS SUR L'HUILE DE PALME

I-1- Présentation

L'huile de palme est obtenue à partir du fruit de l'arbre palmier à huile (*Elaeis guineensis*). Le palmier à huile est originaire des pays d'Afrique de l'Ouest. Il est cultivé dans les zones tropicales humides [7-8]. La production est majoritairement assurée par deux pays, l'Indonésie et la Malaisie, qui totalisent 87 % des approvisionnements [9-10-11] (figure1). La Côte d'Ivoire est le deuxième producteur de régimes africain avec 1.800.000 tonnes par an. Elle occupe cette position juste après le Nigéria, avec lequel elle assure l'essentiel des 4% de part de marché mondial fournit par l'Afrique.

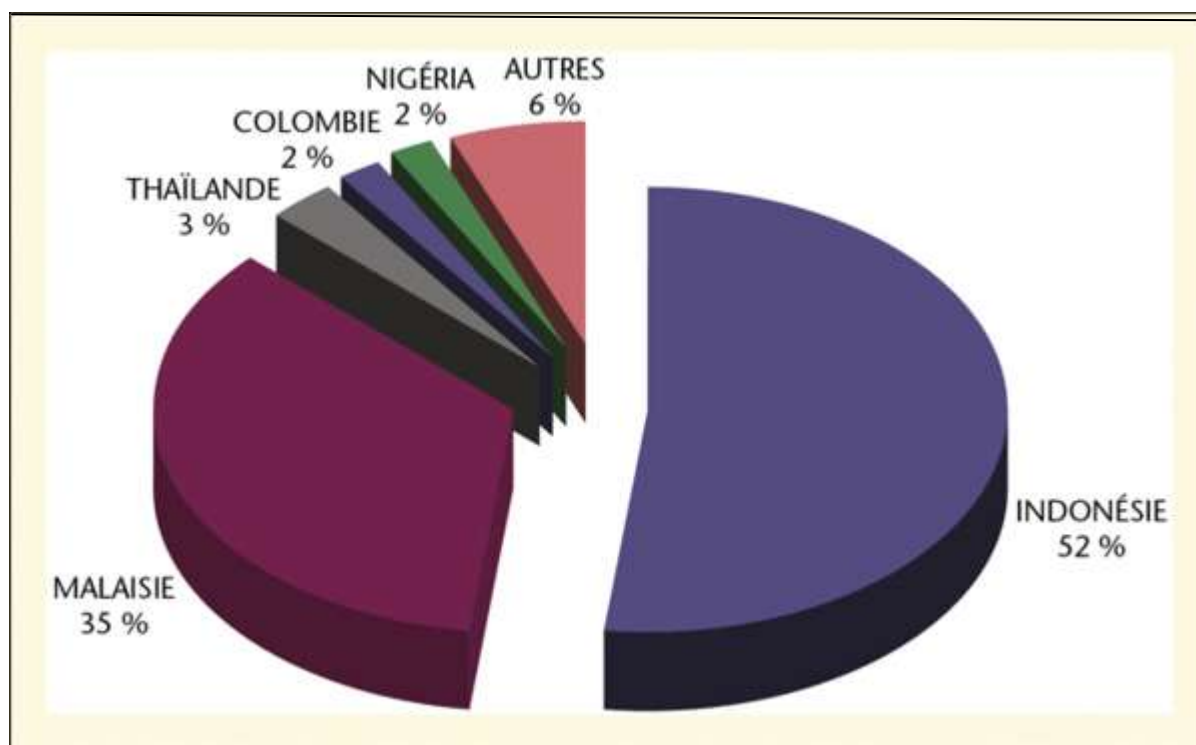


Figure 1 : Répartition de la production mondiale d'huile de palme [11]

L'Europe consomme 12% de la production mondiale d'huile de palme. Ce sont les pays de l'Asie qui sont les plus grands consommateurs de cette huile [9-11-12] (figure 2).

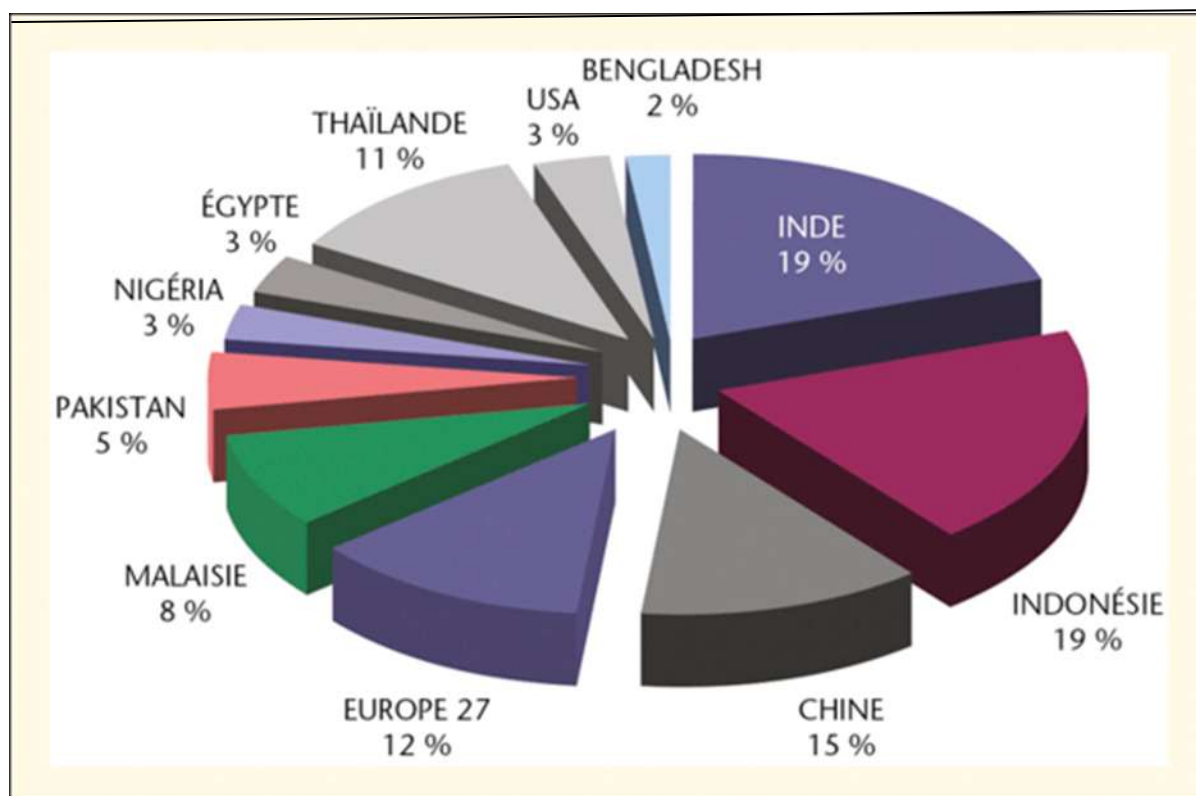


Figure 2 : Répartition de la consommation mondiale d'huile de palme [11]

Largement utilisée par l'industrie alimentaire dans différents produits transformés (80%), l'huile de palme trouve également des applications dans l'oléochimie (19%) et dans la fabrication du biodiesel (1%) [13-14-15]. L'huile de palme est le plus souvent vendue et consommée raffinée, c'est-à-dire après avoir été décolorée et désodorisée.

Le marché Ivoirien consomme 45% de la production nationale d'oléagineux, et les 55% restant sont destinés à l'extérieur, principalement dans les espaces UEMOA (Union Economique et Monétaire Ouest Africaine) et CEDEAO (Communauté Economique Des Etats de l'Afrique de l'Ouest).

I-2-Composition

Tableau 1 : Détail de la composition de l'huile de palme [16]

Paramètres	Huile de palme (100 g)
Valeur énergétique	885 kcal
Taux de protéines	0 g
Taux de glucides	0 g
Taux de lipides :	
- AG saturés	49,3 g
- AG monoinsaturés	37 g
- AG polyinsaturés	9,3 g
Taux de vitamine K	8 µg
Taux d'alpha-tocophérol	15,9 mg
Taux de stérols végétaux	49 mg
Taux de cholestérol	0 g

II-3 Intérêts nutritionnels

L'huile de palme contient entre 500 et 2000 mg/kg de caroténoïdes, tandis que les autres huiles végétales brutes en contiennent environ 100 mg/kg [17-18-19-20]. Cet atout de l'huile de palme est valorisé dans des pays d'Afrique pour lutter contre les carences en vitamine A [18-19]. Il est à noter que ces pigments sont éliminés lors du raffinage. En phase finale, l'huile est enrichie à la vitamine A avant sa mise sur le marché.

Même si toutes les huiles végétales contiennent de la vitamine E, l'huile de palme a la particularité de contenir surtout des tocotriénols (jusqu'à 500 mg/kg d'huile brute) et des tocophérols sous forme alpha (150 à 200 mg/kg) [13-18].

Le raffinage n'entraîne qu'une perte minime en vitamine E. Les niveaux de tocophérols peuvent par contre diminuer jusqu'à 40% lors du chauffage. Il a été démontré que les tocotriénols diminuaient la synthèse endogène de cholestérol [13-18-20], ce qui est un atout bénéfique

L'huile de palme contient également d'autres phytonutriments comme des phytostérols (sitostérol, stigmastérol et campestérol) en quantités allant de 40 à 90 mg pour 100 g et des acides phénoliques (p-coumarique, p-hydroxybenzoïque et férulique) qui ont des propriétés antioxydantes [13-18]. Par son contenu élevé en acides gras saturés, l'huile de palme est une huile semi-fluide. Elle offre une très bonne résistance à l'oxydation (ne rancit pas rapidement) et aux traitements thermiques (stable en cuisson et en friture).

Dans certains pays d'Afrique, l'huile de palme est consommée brute et représente la principale source de corps gras dans le régime alimentaire [13-18]. Ce n'est pas le cas dans la plupart des autres pays où c'est l'huile de palme transformée qui est utilisée dans les produits préparés.

CHAPITRE II : PROCÉDÉS DE FABRICATION DES HUILES VÉGÉTALES

II-1 Procédé artisanal [21]

Le détail et l'ordre des opérations de transformation varient d'une région à une autre et selon la quantité de fruits à traiter. Le travail de transformation débute réellement par l'égrappage des fruits après une période de fermentation de 3 à 4 jours destinée à faciliter leur séparation de la grappe (figure 3).

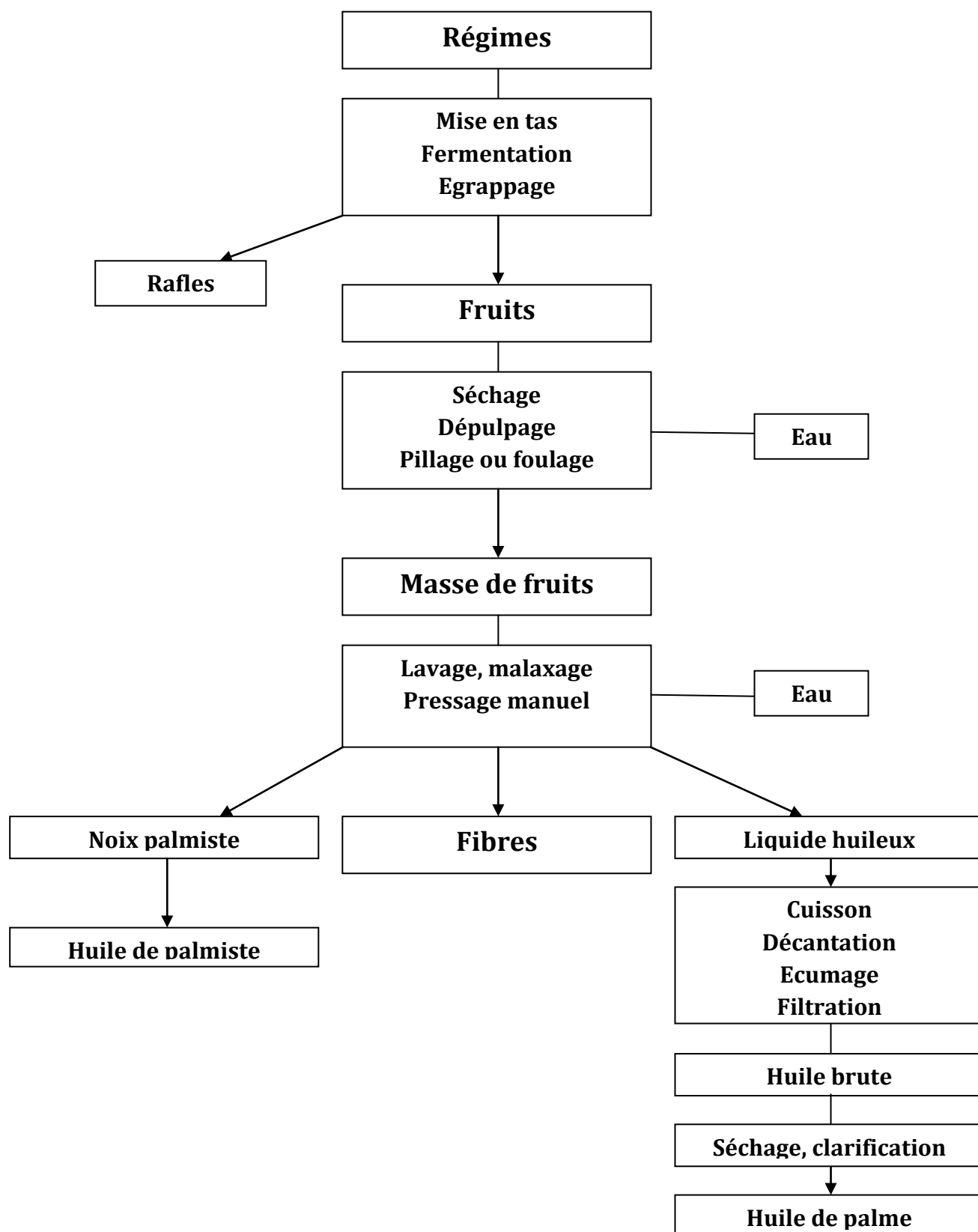


Figure 3 : Procédé d'extraction traditionnelle de l'huile de palme [21]

Pour éliminer les déchets, les femmes vannent les fruits. Les fruits sont ensuite cuits dans un fût partiellement rempli d'eau, puis écrasés. Une phase de fermentation avant la cuisson ou après le broyage facilite le pressage.

De l'eau est ajoutée à la masse ainsi obtenue et la séparation des noix et des fibres est faite par malaxage à la main. Les noix de palmistes se déposent au fond alors que la pulpe surnage. Les noix sont recueillies et les fibres de tourteaux lavées et pressées à la main. Une crème huileuse se forme à la surface du liquide.

Le mélange est chauffé pour séparer l'huile de l'eau. Les rafles sont utilisées comme combustible si l'égrappage a lieu sur place. Dans le cas où seuls les fruits ont été rapportés, il faut utiliser du feu de bois.

Après décantation, l'huile recueillie est filtrée puis introduite dans une nouvelle marmite pour le "séchage". Cette seconde opération repose sur l'évaporation de l'eau et permet d'éviter que l'huile ne s'acidifie à son contact. L'huile ainsi obtenue est connue sous le nom d'huile douce.

Elle se distingue de l'huile dure caractérisée par un goût âcre et que l'on obtient par macération et fermentation longue des fruits. L'huile est stockée à l'abri de la lumière. Les fibres restant après l'extraction de l'huile sont utilisées comme combustible pour allumer les feux domestiques. L'huile de palme est un produit d'autoconsommation, mais elle est aussi vendue localement et sert de revenu d'appoint.

II-2 Procédé industriel [22-33]

La production industrielle s'est inspirée de la fabrication artisanale pour perfectionner son appareillage mais le principe de l'extraction est presque le même. A la différence de la production artisanale, l'extraction de l'huile dans l'industrie est suivie de son raffinage. Ce raffinage produit une huile comestible

dotée de caractéristiques conformes au désir du consommateur: saveur et odeur neutres, limpidité, clarté, stabilité à l'oxydation. Les deux principales méthodes de raffinage sont le raffinage chimique alcalin et le raffinage physique (figures 4 et 5) qui sont utilisées pour éliminer les acides gras libres.

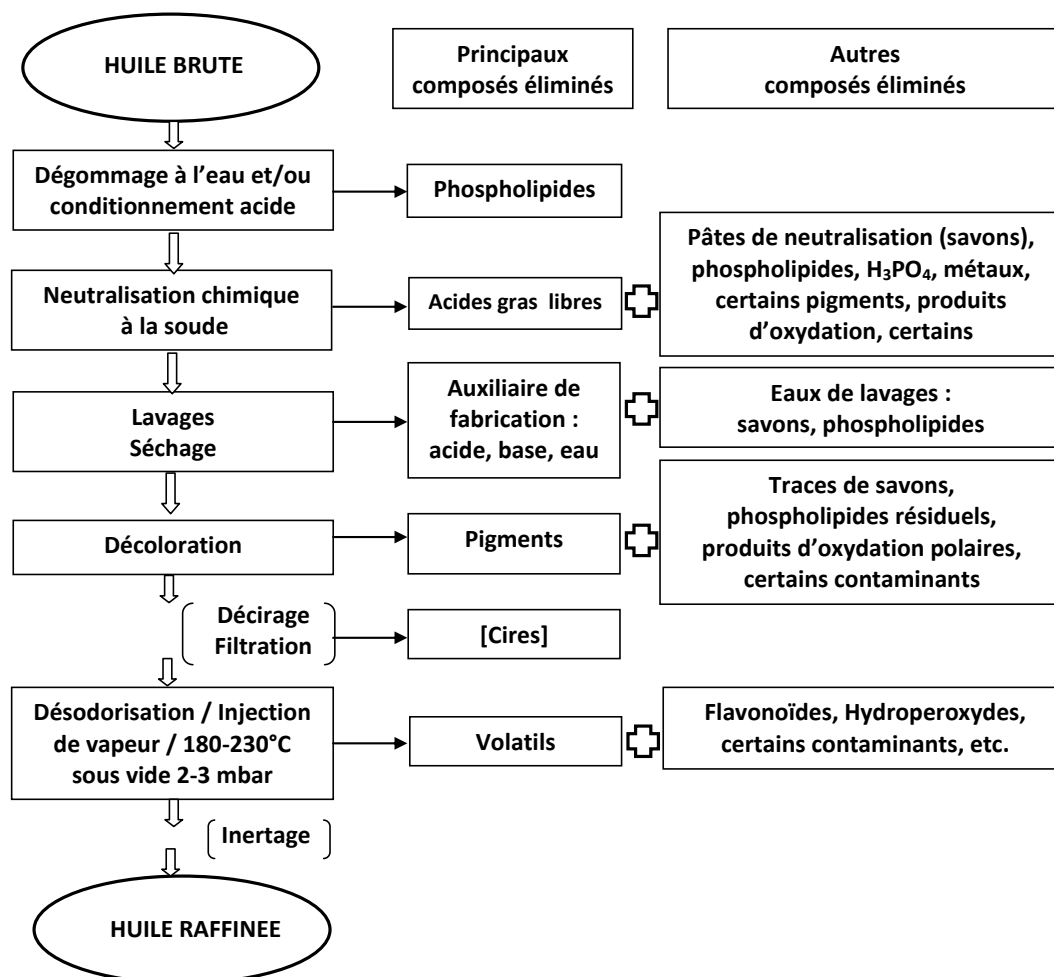


Figure 4 : Étapes du raffinage chimique des huiles [23]

La méthode classique de raffinage chimique comporte habituellement les étapes suivantes :

Étape 1 :

Dégommage à l'eau pour éliminer les phospholipides et les métaux facilement hydratables.

Étape 2 :

Addition d'une faible quantité d'acide phosphorique ou citrique pour transformer les résidus de phospholipides non hydratables (sels de calcium et de magnésium) en phospholipides hydratables.

Étape 3 :

Neutralisation des acides gras au moyen d'un léger excédent de soude caustique, suivi de l'élimination par lavage des produits de saponification et des phospholipides hydratés.

Étape 4 :

Blanchiment ou décoloration au moyen de minéraux argileux naturels ou activés à l'acide pour adsorber les constituants colorés et décomposer les hydroperoxydes.

Étape 5 :

Désodorisation pour éliminer les composants volatiles (aldéhydes et cétones) ayant un seuil de détection très bas. La désodorisation est un procédé de distillation à la vapeur effectuée à basse pression (2 à 6 millibars) et à température élevée (180 à 220°C).

Le procédé de raffinage chimique présente quelques inconvénients. Son rendement est relativement faible, et en plus, il entraîne des modifications significatives et indésirables de la composition de l'huile. Par contre, plusieurs impuretés dont des composants oxydés, des métaux à l'état de traces et des colorants sont partiellement éliminés avec les phospholipides et les produits de saponification de base.

Le procédé physique de raffinage a recours à des moyens mécaniques (centrifugation ...), la clarification de l'huile se faisant par filtration (figure 5).

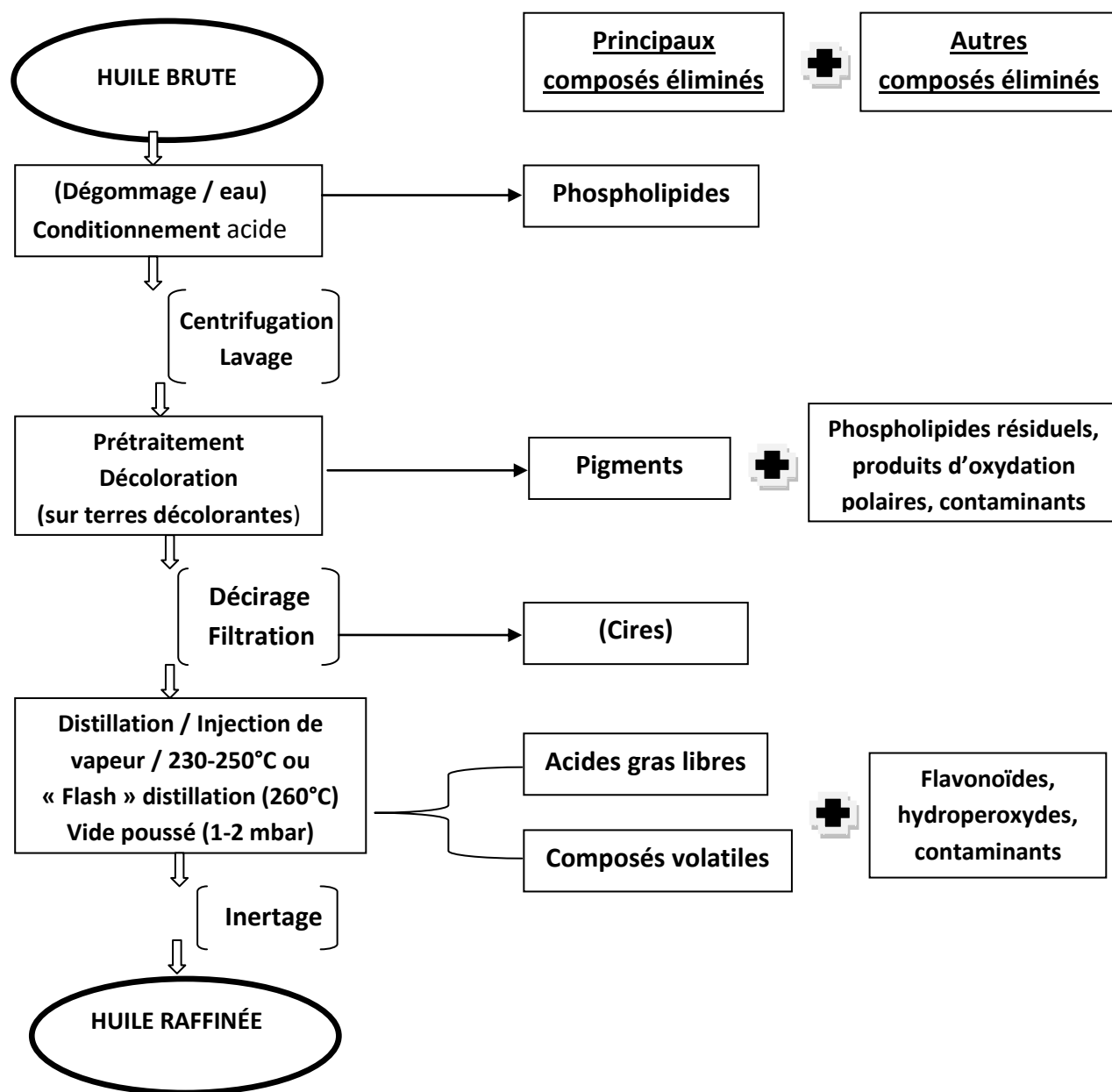


Figure 5 : Étapes du raffinage physique des huiles [23]

CHAPITRE III : METHODES SPECTROPHOTOMÉTRIQUES DE DOSAGE DU PHOSPHORE DANS LES CORPS GRAS D'ORIGINE VÉGÉTALE

III-1 Rappel sur la spectrophotométrie UV-visible

III-1-1 Définition [24-25].

La spectrophotométrie est une méthode analytique quantitative qui consiste à mesurer l'absorbance (ou densité optique) d'une substance chimique donnée, généralement en solution. Plus l'échantillon est concentré, plus il absorbe la lumière dans les limites de proportionnalité énoncées par la loi de Beer-Lambert.

III-1-2 Principe [24-26]

Lorsqu'une lumière d'intensité I_0 passe à travers une solution, une partie de celle-ci est absorbée par le(s) soluté(s). L'intensité I de la lumière transmise est donc inférieure à I_0 . On définit l'absorbance (A) de la solution par l'expression suivante :

$$A = \log \frac{I_0}{I}$$

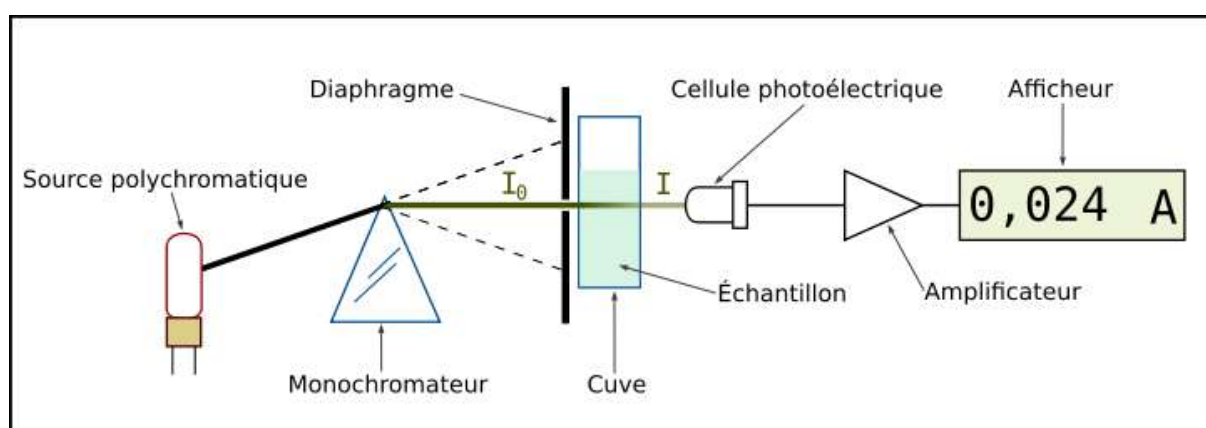


Figure 6 : schéma de principe du spectrophotomètre UV-visible monofaisceau

On parle aussi de transmittance définie par la relation :

$$T = \frac{I}{I_0} \text{ donc } A = -\log T$$

L'absorbance est une valeur positive, sans unité. Elle est d'autant plus grande que l'intensité transmise est faible. La relation de Beer-Lambert stipule que, à une longueur d'onde λ donnée, l'absorbance d'une solution est proportionnelle à sa concentration, et à la longueur du trajet optique (distance parcourue par la lumière à travers la solution).

Pour une solution limpide contenant une seule substance absorbante :

$$A_\lambda = \varepsilon_\lambda \times l \times c$$

A_λ est l'absorbance de la solution pour une longueur d'onde λ ;

c (en mol m^{-3}) est la concentration de la substance absorbante ;

l (en m) est la longueur du trajet optique ;

ε_λ (en $\text{m}^3 \text{mol}^{-1} \text{cm}^{-1}$) est le coefficient d'extinction molaire de la substance absorbante en solution. Il rend compte de la capacité de cette substance à absorber la lumière, à la longueur d'onde λ .

III-1-3 Limites de la méthode

Plusieurs facteurs peuvent perturber la loi de Beer-Lambert et limiter la validité de la spectrophotométrie. Le domaine de mesure idéal correspond aux valeurs de $A < 1,3$ ($T < 20\%$ [27]).

Plusieurs aberrations optiques liées à la diffusion, la réflexion et la diffraction de la lumière peuvent fausser la mesure. Les phénomènes de fluorescence ainsi que d'autres particularités chimiques liées aux substances absorbantes peuvent interférer. Plus la densité du soluté est importante, plus le faisceau de lumière

incident sera réfracté avec une valeur donnée. Cette tendance est normalement infime mais devient plus prononcée avec les concentrations élevées. Ainsi, la réfraction réduit l'intensité de la lumière transmise et l'instrument indique faussement une absorbance plus élevée. Généralement, ce phénomène peut être évité en travaillant avec des concentrations inférieures à $0,01 \text{ mol.L}^{-1}$ [27].

III-2 METHODES DE DOSAGE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE DU PHOSPHORE

III-2-1 Méthode au bleu de molybdène [28]

La méthode au bleu de molybdène est une méthode colorimétrique de dosage du phosphore dans les corps gras d'origine animale et végétale. C'est une méthode normalisée (Norme NFT 60-228) qui s'applique aux corps gras raffinés et dont le principe consiste en l'incinération de la prise d'essai en présence de l'oxyde de magnésium qui est réduite en cendres. Les cendres sont dissoutes dans une solution d'acide sulfurique puis formation d'un complexe bleu par réduction du phosphomolybdate d'ammonium par le sulfate d'hydrazine (Norme NFT 60-228, 1969). La lecture se fait au spectrophotomètre UV-visible à une longueur d'onde de 730 nm.

III-2-2 Méthode au vanadomolybdate [29]

Tout comme la méthode au bleu de molybdène, la méthode au vanadomolybdate est une méthode normalisée (NFT 60-227) utilisée pour la détermination du phosphore dans les corps gras d'origine animale et végétale. Elle s'applique aux corps gras bruts et semi raffinés. Dans notre contexte, nous l'appliquerons aux huiles végétales raffinées. Après incinération de la prise d'essai et sa dissolution dans une solution d'acide nitrique, il y'a formation entre les ions vanadiques et molybdique d'un complexe phosphovanadomolybdique jaune. L'intensité de la

coloration est mesurée au spectrophotomètre UV-visible (NFT 60-227, 1969) à une longueur d'onde de 460nm.

III-2-3 Méthode au vert de malachite [30]

Il s'agit d'une méthode colorimétrique de dosage du phosphore dans les corps gras d'origine animale et végétale (méthode non normalisée), utilisant comme réactif, le vert de malachite.

DEUXIÈME PARTIE : ÉTUDE EXPÉRIMENTALE

CHAPITRE I : MATÉRIEL ET METHODES

I-1 MATÉRIEL

I-1-1 Echantillon

Deux marques d'huile de palme raffinée (DINOR[®] et AYA[®]) provenant de deux structures de production (UNILEVER et SARCI) ont servi pour les différentes analyses.

I-1-2 Matériel de laboratoire

Pour la réalisation des analyses, nous avons utilisé du matériel courant de laboratoire :

- Fioles jaugées de 1000 ml, 500 ml, 250 ml, 100 ml et 50 ml ;
- Pipettes graduées de 5 ml ;
- Micropipettes de 100 µl et 1000 µl ;
- Creusets en aluminium ;
- Four à moufle (Nabertherm[®]) ;
- Balance analytique (Kern[®]) ;
- Spectrophotomètre UV-Visible (Specord[®] 210 plus).

I-1-3 Réactifs

Nous avons préparé les solutions suivantes :

- Molybdate d'ammonium (0,1 mol/L)
- Polyvinyle alcool (PVA) à 1%
- Vert de malachite à 2.10^{-3} mol/L
- Acide sulfurique à 1 mol/L
- Dihydrogénophosphate de potassium (KH₂PO₄) à 100 mg/L (étalon)

Et utilisé la poudre d'oxyde de magnésium (Riedel de Haën®) que nous avons mélangée aux échantillons d'huiles pour leur calcination.

I-2 METHODE D'ANALYSE AU VERT MALACHITE

I-2-1 Principe [30]

L'acide orthophosphorique (H_3PO_4) résultant de l'acidification des ions phosphates forme avec l'acide molybdique un complexe phosphate-molybdate qui s'associe au vert de malachite (légèrement jaune en milieu acide et en l'absence de P) pour donner un complexe coloré en vert.

L'intensité de la couleur à 640 nm est mesurée à l'aide d'un spectrophotomètre UV-visible. Le phosphore dosé est du phosphore minéral, sous forme d'orthophosphates ou de polyphosphates.

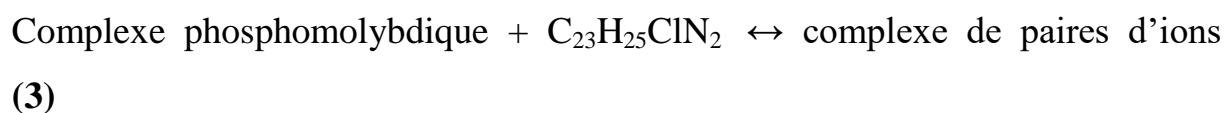
- Acidification des ions phosphates :



- Complexation de l'acide orthophosphorique par l'acide molybdique :



- Formation de paires d'ions entre le phosphomolybdate et le vert de malachite :



Les réactions d'équilibre 2 et 3 sont déplacées vers la droite par un excès d'acide molybdique (réaction 2) et de vert de malachite (réaction 3).

I-2-2 Mode opératoire

I-2-2-1 Préparation des solutions réactifs

- Solution de molybdate d'ammonium à 0,1 M

Dans 1 litre de cette solution acide d'heptamolybdate d'ammonium de concentration 0,1 M est ajoutée 168 ml d'acide sulfurique H_2SO_4 .

- Solution de polyvinyl d'alcool (PVA) à 1%

Diluer 1 ml de solution pure de PVA dans 100 ml d'eau distillée;

- Solution aqueuse de vert de malachite à $2,0 \cdot 10^{-3}$ M

Peser 0,4635 g de poudre de vert malachite que l'on dissout dans 250 ml d'eau distillée

I-2-2-2 Préparation des solutions étalons

- Préparer une solution mère à 100 mg/L de phosphore (peser 0,4394 g de KH_2PO_4 à dissoudre dans 1 litre d'eau).
- Préparer une solution intermédiaire à 10 mg/L (=10 ug/ml) de phosphore par dilution au 1/10 de la solution mère.
- Préparer 7 solutions filles à 0,5 ug/ml; 1 ug/ml ; 1,5 ug/ml; 2 ug/ml ; 2,5 ug/ml ; 3 ug/ml ; 3,5 ug/ml à partir de la solution intermédiaire.
- Prélever 50 ul, 100 ul, 150 ul, 200 ul, 250 ul, 300 ul de la solution intermédiaire et l'introduire dans 7 tubes à essai.
- Ajouter dans chaque tube à essai 7 ml de solution de molybdate (0,1 M), 1,5 ml de solution de vert de malachite et 1 ml de PVA.
- Agiter au vortex, laisser reposer pendant 20 minutes et lire au spectrophotomètre à 640 nm contre le blanc réactif.

Un 8eme tube à essai a servi de blanc réactif. Ce tube contient tous les autres réactifs ajoutés à de l'eau distillée en lieu et place de la solution intermédiaire.

I-2-2-3 Analyse des échantillons d'huile

- Calcinez les échantillons (10 g d'huile + 0,5 g de MgO) à 500°C dans un four à moufle pendant 10 heures selon le programme thermique suivant :
1 heure à 100°C
1 heure à 180°C
5 heures à 250°C
1 heure à 300°C
2 heures à 550°C
- Dissoudre l'échantillon refroidi (cendre obtenue) dans 25 ml de solution d'acide sulfurique 1 M ;
- Introduire dans une fiole de 50 ml la solution précédente et compléter avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge ;
- Prélever 1 ml de chaque échantillon dilué et y ajouter 7 ml de molybdate d'ammonium ; 1,5 ml de vert de malachite et 1 ml de PVA ;
- Agiter au vortex, laisser reposer 20 minutes et lire au spectrophotomètre à 640 nm par rapport au blanc réactif.

I-3 Critères de validation de la méthode

I-3-1 Objectifs de la validation [31 ; 32]

La qualité des résultats d'analyse, outre la formation et l'expérience des analystes, repose sur la validation des méthodes et la fiabilité de l'appareillage. La validation est la confirmation par des preuves tangibles que les exigences pour une utilisation spécifique ou une application prévue ont été satisfaites. La validation d'une méthode d'analyse consiste donc à étudier ses performances au

travers de certains critères ou paramètres que sont la spécificité/sélectivité, l'exactitude, la fidélité, la linéarité, les limites de détection et quantification, l'intervalle d'application, la robustesse.

I-3-2 Paramètres de validation évalués [31 ; 32]

I-3-2-1 Linéarité

Six solutions d'étalonnage de concentration définie ont été préparées indépendamment à partir d'un étalon (KH_2PO_4). Les concentrations sont 0,5 ug/ml ; 1,0 ug/ml ; 1,5 ug/ml ; 2,0 ug/ml ; 2,5 ug/ml et 3,5 ug/ml. La densité optique ou absorbance de chaque solution a été mesurée, la courbe d'étalonnage a été tracée, et les paramètres de la droite de régression ont été déterminés.

I-3-2-2 Fidélité

La fidélité a été évaluée dans cette étude sous les conditions de répétabilité et de reproductibilité intra-laboratoire.

- **Répétabilité**

Une série de 5 mesures a été réalisée sur des solutions étalons à 3 niveaux de concentrations le même jour (niveau inférieur, niveau moyen, niveau supérieur). Nous avons pour chaque niveau de concentration calculé le coefficient de variation.

- **Reproductibilité intra-laboratoire**

Les niveaux de concentration testés sont identiques à ceux de la répétabilité. Les mesures ont été réalisées sur 2 jours différents.

I-3-2-3 Exactitude (taux de recouvrement)

Nous avons réalisé trois niveaux d'ajout de solutions étalons sur les deux échantillons à analyser (DINOR[®] et AYA[®]). Chaque essai a été répété trois fois.

I-3-2-4 Limites de détection et de quantification

Les limites de détection (*LD*) et de quantification (*LQ*) ont été évaluées par la mesure de la densité optique (DO) sur une série de 10 blancs ($n=10$) constitués d'eau distillée. La *LD* est la plus petite concentration de l'analyse pouvant être détectée mais non quantifiée dans les conditions expérimentales. La *LQ* est la plus petite concentration de l'analyse pouvant être quantifiée dans les conditions expérimentales de la méthode.

Ces limites ont été calculées en appliquant les formules ci-dessous :

$$\text{- LD} = \sum \frac{DO}{n} + 3 \times S_{\bar{x}} \quad (4)$$

$$\text{- LQ} = \sum \frac{DO}{n} + 10 \times S_{\bar{x}} \quad (5)$$

Avec $S_{\bar{x}}$ = écart type

I-3-2-5 Stabilité

La stabilité des solutions étalons après la réaction de complexation a été évaluée dans le but de déterminer l'intervalle de temps optimal pour la lecture au spectrophotomètre. En pratique, plusieurs solutions filles (0,5 ug/ml, 2,5 ug/ml et 3,5 ug/ml) ont été testées pendant 120 minutes à intervalle de 20 minutes. La densité optique de la solution a été mesurée à chaque fois.

CHAPITRE II : RESULTATS ET DISCUSSION

Les données obtenues à l'issue des différents essais ont permis d'évaluer la performance de la méthode au vert de malachite.

II-1 Étude de la linéarité

Les absorbances obtenues en fonction des concentrations des six solutions étalons préparées indépendamment ont permis de tracer la courbe d'étalonnage représentée à la figure 7.

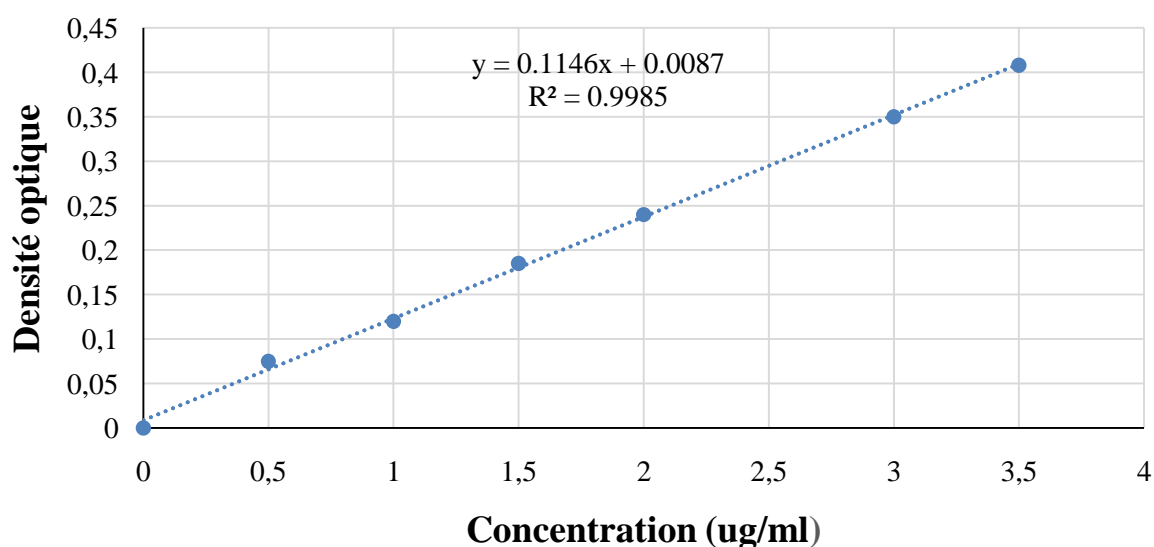


Figure 7 : Courbe d'étalonnage de la méthode au vert de malachite

Le coefficient de détermination $R^2 = 0.9985$ est proche de 1, cela démontre qu'il existe une proportionnalité entre les concentrations et les absorbances, comme l'a déjà montré Szydowska-Czerniak et Szlyk [6] avec un coefficient de corrélation de 0,9985.

II-2 Étude de la fidélité

La fidélité de la méthode a été déterminée dans les conditions de répétabilité et de reproductibilité intra-laboratoire (fidélité intermédiaire) sur le domaine de linéarité.

II-2-1 Estimation de la fidélité sous conditions de répétabilité

Les résultats des densités optiques de la solution étalon à trois niveaux de concentration (niveau inférieur (0,5 ug/ml), niveau moyen (2,0 ug/ml) et niveau supérieur (3,5 ug/ml) du domaine de linéarité) sont consignés dans le tableau 2.

Tableau 2: étude de la fidélité sous conditions de répétabilité

	Niveau inférieur (0,5 ug/ml)	Niveau moyen (2,0 ug/ml)	Niveau supérieur (3,5 ug/ml)
DO1	0,075	0,240	0,410
DO2	0,071	0,241	0,412
DO3	0,074	0,241	0,406
DO4	0,074	0,243	0,408
DO5	0,073	0,240	0,412
moyenne	0,0734	0,241	0,409
écart type	0,002	0,001	0,003
CV%	2,725	0,415	0,733

Les valeurs des coefficients de variation des trois niveaux de concentration sont tous inférieures à 5%, valeur de tolérance admise pour les tests de répétabilité [34]. Nos résultats qui n'excèdent pas 2% sont similaires à ceux de Szydowska-Czerniak et Szlyk [6]. Par conséquent, la méthode est répétable sur tout son domaine de linéarité.

II-2-2 Estimation de la fidélité sous conditions de reproductibilité

Les résultats des densités optiques de la solution étalon à trois niveaux de concentration (niveau inférieur, niveau moyen et niveau supérieur du domaine de linéarité) sont consignés dans les tableaux 3 et 4. En faisant varier le facteur jour, et en gardant le même opérateur et les mêmes équipements, nous avons déterminé les différents coefficients de variation

Tableau 3: étude de la fidélité sous conditions de reproductibilité (jour 1)

	Niveau inférieur (0,5 ug/ml)	Niveau moyen (2,0 ug/ml)	Niveau supérieur (3,5 ug/ml)
DO1	0,076	0,244	0,415
DO2	0,073	0,242	0,415
DO3	0,073	0,244	0,407
DO4	0,073	0,243	0,407
DO5	0,072	0,243	0,411
moyenne	0,0734	0,2432	0,411
écart type	0,0015	0,0008	0,004
CV%	2,044	0,329	0,973

Tableau 4: étude de la fidélité sous conditions de reproductibilité (jour 2)

	Niveau inférieur (0,5 ug/ml)	Niveau moyen (2,0 ug/ml)	Niveau supérieur (3,5 ug/ml)
DO1	0,071	0,241	0,411
DO2	0,071	0,240	0,412
DO3	0,074	0,243	0,409
DO4	0,071	0,243	0,409
DO5	0,072	0,242	0,414
moyenne	0,0718	0,2418	0,411
écart type	0,0013	0,001	0,002
CV%	1,811	0,413	0,487

Les valeurs des coefficients de variation sont tous inférieures à 10%, valeur de tolérance admise pour les tests de reproductibilité [34]. La méthode est par conséquent reproductible sur son domaine de linéarité. Associées aux résultats de la répétabilité, la méthode est donc fidèle sur tout son domaine de linéarité.

II-3 Étude de l'exactitude

Chaque échantillon d'huile a servi à la réalisation des ajouts dosés. Pour chaque échantillon, trois essais ont été réalisés indépendamment avec des ajouts de 0,5 µg/ml ; 2,0 µg/ml et 3,5 µg/ml. Les principaux résultats sont consignés dans les tableaux 5 et 6.

Tableau 5: Estimation du taux de recouvrement avec l'huile DINOR

Teneur ajoutée (µg/ml)	Teneur recouvée (µg/ml)			Taux de recouvrement (%)			Moyenne (%)
	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 1	Essai 2	Essai 3	
0,5	0,52	0,55	0,54	104	110	108	107,3
2,0	2,01	2,05	2,09	100,5	102,5	104,5	102,5
3,5	3,58	3,62	3,65	102,3	103,4	104,2	103,3

Tableau 6: Estimation du taux de recouvrement avec l'huile AYA

Teneur ajoutée (µg/ml)	Teneur retrouvée (µg/ml)			Taux de recouvrement (%)			Moyenne (%)
	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 1	Essai 2	Essai 3	
0,5	0,51	0,54	0,54	102	108	108	106
2,0	1,89	1,93	1,91	94,5	96,5	95,5	95,5
3,5	3,61	3,66	3,62	103,1	104,6	103,4	103,7

L'intervalle 90%-110% a été fixé comme limite d'acceptabilité du taux de recouvrement [34]. La méthode est donc performante du point de vue de l'exactitude.

Nos résultats sont en conformité avec ceux de Szydowska-Czerniak et Szlyk [6] qui a obtenu des taux de recouvrement de l'ordre de 100%.

II-4 Étude des limites de détection et de quantification

Les mesures de densités optiques réalisées sur 10 blancs constitués d'eau distillée sont consignées dans le tableau 7.

Tableau 7 : Estimation des limites de détection et de quantification

	Blanc 1	Blanc 2	Blanc 3	Blanc 4	Blanc 5	Blanc 6	Blanc 7	Blanc 8	Blanc 9	Blanc 10
DO lue	0,001	0,002	0,004	0,001	0,003	0,002	0,001	0,003	0,004	0,001
DO moyen	0,001									
Ecart type	0,0012									
LD (DO)	0,0057									
LQ (DO)	0,0144									
LD (µg/ml)	-									
LQ (µg/ml)	0,05									

Comme le montre le tableau 7, la LD en DO est de 0,0057. Cette valeur ne permet pas d'obtenir une LD en ug/ml au travers de l'équation 6. On pourra donc considérer la valeur de 0,009 comme valeur de LD en DO au regard de l'équation 6. Avec cette dernière, on obtient une limite de quantification de 0,05 ug/ml (valeur de x) pour une DO de 0,0144 (valeur de y).

II-5 Étude de la stabilité

Le temps optimal nécessaire à la lecture des complexes formés après coloration a été déterminé. Des mesures d'absorbance pour les solutions à trois niveaux de concentration (niveau inférieur (0,5 ug/ml), niveau moyen (2 ug/ml) et niveau supérieur (3,5 ug/ml) ont été réalisées chaque 20 minute sur une durée de 120 minutes (tableau 8).

Tableau 8 : Évolution de la densité optique de différentes solutions en fonction du temps

	0 min	20 min	40 min	60 min	80 min	100 min	120 min
0,5 ug/ml	0,074	0,077	0,075	0,071	0,073	0,073	0,078
2,0 ug/ml	0,240	0,239	0,244	0,243	0,240	0,242	0,242
3,5 ug/ml	0,413	0,409	0,405	0,405	0,411	0,412	0,406

Pour chaque niveau de concentration, on note une constance de l'absorbance sur toute la durée de l'essai, cela démontre de la stabilité du complexe de paires d'ions formées entre le phosphomolybdate et le vert de malachite comme l'a montré Szydowska-Czerniak et Szlyk E [6], ce qui est un avantage comparativement aux deux méthodes normalisées qui exigent une lecture au spectrophotomètre dans les 10 à 20 min qui suivent la préparation de l'échantillon.

.

CONCLUSION

L'évaluation des performances d'une méthode de dosage est une exigence de la norme ISO 17025 (2005). Elle permet d'améliorer la qualité des résultats obtenus.

Notre travail avait pour but de caractériser les performances de la méthode au vert de malachite de dosage du phosphore sur des huiles de palme industrielles raffinées.

De ce fait, nous avons évalué la linéarité, la fidélité, l'exactitude, les limites de détection et de quantification de la méthode, et la stabilité des solutions de travail. Concernant la linéarité, le tracé de la courbe d'étalonnage nous a permis de déterminer les paramètres de la droite de régression, validant ainsi l'intervalle de linéarité au regard du coefficient de détermination calculé ($R^2=0,9985$).

La fidélité de la méthode, évaluée sous des conditions de répétabilité et de reproductibilité, a donné des coefficients de variation compris dans les limites d'acceptabilité.

L'exactitude de la méthode, évaluée sur la base de l'estimation du taux de recouvrement, a donné des valeurs comprises dans l'intervalle de confiance ($\pm 10\%$). La limite de quantification, correspondant à 0,05 ug/ml est suffisante pour déterminer les concentrations résiduelles de phosphore dans la plupart des huiles raffinées.

L'analyse de stabilité, réalisée sur la solution d'essai préparée extemporanément, a mis en évidence une stabilité thermodynamique des différentes solutions, du fait de l'équilibre chimique qui a prévalu entre les différentes solutions et la température du laboratoire.

En définitive, la méthode de dosage au vert de malachite est une méthode performante.

Nous proposons que cette méthode puisse être utilisée comme méthode interne pour la détermination du phosphore dans les huiles de palme raffinées.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- 1-FAO/OMS (1993).** Les graisses et huiles dans la nutrition humaine : Rapport d'une commission mixte d'experts, Rome 19-26 Octobre.
- 2-Denise J (1992).** Raffinage des corps gras. In Manuel des corps gras. Volume 2. Ed. Tec et doc Lavoisier. pp: 789-881
- 3-Poisson, J-P., Narce, M (2003).** Corps gras alimentaires: aspects chimiques, biochimiques et nutritionnels. In Lipides et corps gras alimentaires. Ed. Tec et doc. Lavoisier: 1-48.
- 4-Jamil, S., Dufour, J., Deffense, E (1998).** Method of degumming a fatty substance and fatty body so obtained: 1-7.
- 5-Kouadio, E (2016).** Évaluation de la performance des méthodes spectrophotométriques normalisées de dosage du phosphore dans l'huile de palme locale raffinée. Institut Polytechnique LaSalle, Beauvais, 45 p.
- 6-Szydowska-Czerniak, A., Szlyk, E (2003).** Spectrophotometric determination of total phosphorus in rape seeds and oils at various stages of technological process: calculation of phospholipids and non hydratable phospholipids contents in rapeseed oil. Analytical, Nutritional and Clinical Methods Section. Elsevier, Food Chemistry 81, 613-619.
- 7- Ndon, B.A (2006).** The Oil Palm, Concept Publications, p. 248-250.
- 8- Obahiagbon, F.I. (2012)** A Review: Aspects of the African Oil Palm (*Elaeis guineensis Jacq.*) », American Journal of Biochemistry and Molecular Biology, p. 1–14.
- 9- Rival, A (2013).** Palmier à huile : defis et questions a la recherche. 20(3): 133-142. doi : 10.1684/ocl.2013.0506

10-Rival, A., Levang, P (2013). Palmier à huile et enjeux de développement
Editions Quae, p17

11-OCL (2013). Dossier huile de palme 20(3):133-142.
<https://doi.org/10.1051/ocl.2013.0506>

12-United States Department of Agriculture (2017). Foreign Agricultural
Service- Table11, Palm Oil: World Supply and Distribution.
[http://www.fas.usda.gov/psdonline/psdreport.aspx?hidReportRetrievalName=B
VS&hidReportRetrievalID=533&hidReportRetrievalTemplateID=5](http://www.fas.usda.gov/psdonline/psdreport.aspx?hidReportRetrievalName=BVS&hidReportRetrievalID=533&hidReportRetrievalTemplateID=5)

13-Sundram, K (1997). Modulation of human lipids and lipoproteins by
dietary palm oil and palm olein: a review. Asia Pac J Clin Nutr, 6(1):12-6.

14- Choo, Y.M. (1994). Synthesis of civetone from palm oil products, Journal
of the American Oil Chemists' Society, 71(8):911–913

15-Mattea, B. (2010). Noyé dans l'huile de palme. L'explosion de la demande
mondiale. Le Monde Magazine, 12 juin, no 39, p. 14.

16-Santé Canada. Fichier canadien sur les éléments nutritifs, 2010.

17-Fonds Français pour l'Alimentation et la Santé. (2012). L'huile de palme
: enjeux nutritionnels, sociaux et environnementaux, Octobre.

18- Zeba, A., Prével, Y., Somé, I., Delisle, H. (2006). The positive impact of
red palm oil in school meals on vitamin A status: study in Burkina Faso. Nutr J.,
17:5-17.

19-OCL. (2013). Dossier huile de palme,20(3), 147-159.
<https://doi.org/10.1051/ocl.2013.0506>

- 20-Lecerf, J.M. (2013).** L'huile de palme : aspects nutritionnels et métaboliques. Rôle sur le risque cardiovasculaire, 20(3):147-159. doi:10.1684/ocl.2013.0507
- 21-Ribier, D. (1995).** La transformation artisanale des plantes à huile Expériences et procédés. Les éditions du GRET. Ministère de la coopération. Centre Technique de Coopération Agricole et rurale, France. p 28-31
- 22-FAO/OMS. (1993).** Les graisses et huiles dans la nutrition humaines: Rapport d'une commission mixte d'experts, Rome 19-26 Octobre.
- 23-Devillers, P-H., Thebault, J., Mathellier, B., Jadeau, L., Labau, M-P., Joly, X., Bosque, F., Badey, L., Jolibert, J. (2010).** Huiles végétales : Guide d'aide à l'application des Meilleurs Technologies Disponibles (MTD) Septembre, Pages19-22.
- 24-Henkel, J. (1978).** Essentials of drug product quality, The Mosby, pp. 130,133.
- 25-Denat, F. (2010).** Spectroscopie UV-Visible. Support de cours licence 3 chimie. Université de Bourgogne. [en ligne], disponible sur licence3-chimie.u-bourgogne.fr/cours_soutports/CM_Denat_2010_UVVis.pdf consulté le 11/01/2016
- 26-Mouffakir, C. (2013).** Application d'une méthode colorimétrique pour le dosage du phosphore dans l'huile alimentaire. Licence Es-Sciences et Techniques. Techniques d'analyses chimiques et contrôle de qualité. Université Sidi Mohammed Ben Abdellah Maroc. 34 pages.
- 27-Mesplede, J., Randon, J. (2004)** 100 manipulations de chimie générale et analytique. Éditions Breal, 249 p.

28-NF T 60-228, 1969 : Corps gras d'origine animale et végétale. Dosage colorimétrique du phosphore, méthode au bleu de molybdène. Recueil des normes françaises, Edition AFNOR 1993, 186-188.

29-NF T 60-227, 1969 : Corps gras d'origine animale et végétale. Dosage colorimétrique du phosphore, méthode vanadomolybdique. Recueil des normes françaises, Edition AFNOR 1993, 189-191.

30-Petibon, P., Roumet, C., Jouany, C. (2000). Détermination de la teneur en phosphore par la méthode au vert de malachite : adaptation à de petits échantillons végétaux de faible teneur en phosphore. Cahier des Techniques de l'INRA, 43, 3-8. <http://prodinra.inra.fr/record/62287>

31-Amarouche, S. (2010). Caractérisation d'une méthode de mesure: étape clé dans le processus de validation. Techniques de l'ingénieur, SL1040 V1.

32-Fabre, H., Blanchin, M-D., Perrin, C. (2016). Qualification de l'appareillage analytique. Techniques de l'ingénieur, SL290 V2.

33-Kandjin, N. (2001). Etude de la composition chimique et de la qualité d'huiles végétales artisanales consommées au Sénégal. Thèse d'état de docteur en Pharmacie. Sénégal, n°16 : 72 p.

34- Dorioz, J. M., Aurousseau, P., Bourrie, G. (2009). Phosphore dans l'environnement : bilan des connaissances sur les impacts, les transferts et la gestion environnementale. OCEANIS, 33(1-2).

35- FAO/OMS. (1977). Rôle des graisses et huiles alimentaires en nutrition humaine: Rapport d'une commission mixte d'experts, Rome 21-30 Septembre.

36- FAO/OMS. (1993). Commission du codex alimentaires: normes codex pour les graisses, huiles et produits dérivés, Rome, CACN01 vol.8.

37-AFNOR NF T 90-210, 2009 : Protocole d'évaluation initiale des performances d'une méthode dans un laboratoire. Editions AFNOR 2011. 43 pages.

38-AFNOR XPT 90-210 (1999) : Protocole d'évaluation d'une méthode alternative d'analyse physico-chimique quantitative par rapport à une méthode de référence.

39-Carter, S., Karl, D. (1982). Inorganic phosphate assay with malachite green: an improvement and evaluation. J Bioch Biophys Methods 7: 7-13.

40-UCCIANI, E. (1995). Nouveau Dictionnaire des huiles végétales. Paris : Lavoisier 644p. ISBN :2-7430-0009-0

41-Gouvernement du Canada. Agence canadienne d'inspection des aliments, Huiles, acides gras et matières grasses : <http://www.inspection.gc.ca/aliments/etiquetage/decisions/huiles-acides-gras-et-matieres-grasses/fra/1348149106659/1348149198158>)

42-Nihad, N. (2008). Suivi et comparaison des paramètres physico-chimiques de l'huile de soja raffinée chimiquement et enzymatiquement Université Abderrahmane Mira de Béjaïa - Ingénieur d'Etat.

43-Szydolowska-Czerniak, Szylyk. (2003). Spectrophotometric determination of total phosphorus in rape seeds and oils at various stages of technological process: calculation of phospholipids and non hydratable phospholipids contents in rapeseed oil. Analytical, Nutritional and Clinical Methods Section. Elsevier, Food Chemistry, 614-618.

RESUME

L'évaluation des performances d'une méthode de dosage est une exigence de la norme ISO 17025 (2005). Elle permet d'améliorer la qualité des résultats obtenus.

Notre travail avait pour but de caractériser les performances de la méthode au vert de malachite de dosage du phosphore sur des huiles de palme industrielles raffinées.

Les critères de performance évalués sont la linéarité, avec un $R^2 = 0.9985$ montrant ainsi la proportionnalité entre les concentrations et les absorbances. La fidélité déterminée dans les conditions de répétabilité a donné un coefficient de variation (CV) < 5% pour chacune des concentrations testées (2,725% ; 0,415% ; 0,733%). La reproductibilité intra-laboratoire à J1 a donné les CV suivants (2,044% ; 0,329% ; 0,973%), de même qu'à J2 (1,811% ; 0,413% ; 0,487%).

Les taux de recouvrement avec l'huile DINOR (107,3% ; 102,5 %; 102,5%) et avec l'huile AYA (106 %; 95,5 %; 103,7%), ont montré que la méthode est performante du point de vue de l'exactitude. La limite de quantification, correspondant à 0,05 ug/ml est suffisante pour déterminer les concentrations résiduelles de phosphore dans la plupart des huiles raffinées.

L'analyse de stabilité a mis en évidence une stabilité thermodynamique des différentes solutions, du fait de l'équilibre chimique qui a prévalu entre les différentes solutions et la température du laboratoire.

Ce travail nous a permis de confirmer que la méthode de dosage au vert de malachite est une méthode performante.

Mot clés : Vert de malachite, spectrophotométrie UV-visible, validation, phosphore, huile de palme