

Détermination de la teneur en huile de la pulpe de safou (*Dacryodes edulis*) par réfractométrie.

Th. SILOU*

REFRACTOMETRIC DETERMINATION OF THE OIL CONTENT OF SAFOU (*DACRYODES EDULIS*).

Th. SILOU.

Fruits, Jan.-Feb. 1991, vol. 46, n° 1, p. 93-100.

ABSTRACT - The refractometric method of oil determination already used for avocado has been adapted for safou. The experimental curve of the variation of the raw oil content of safou pulp according to the refractive index is slightly curved towards low oil contents and can be broken down into two correlation curves. One of these applies to contents of 0 to 20% and the other of 20 to 70% oil. Similar results were obtained on refined oil prepared from safou pulp. The use of graphs for raw and refined oil gives a sufficiently accurate assessment of the oil content of safou. The method can also be used for identifying safou to be sent for oil processing.

DETERMINATION DE LA TENEUR EN HUILE DE LA PULPE DE SAFOU (*DACRYODES EDULIS*) PAR REFRACTOMETRIE.

Th. SILOU.

Fruits, Jan.-Feb. 1991, vol. 46, n° 1, p. 93-100.

RESUME - Adaptation au safou (*Dacryodes edulis*) de la méthode réfractométrique de détermination de la teneur en huile, déjà utilisée pour l'avocat.

La courbe expérimentale de variation de la teneur en huile brute de la pulpe de safou en fonction de l'indice de réfraction, courbe légèrement curviligne vers les faibles teneurs en huile, peut être décomposée en deux droites de corrélation : l'une, valable pour les teneurs comprises entre 0 et 20 p. 100, et l'autre valable entre 20 et 70 p. 100 d'huile.

Nous avons obtenu des résultats similaires avec l'huile raffinée issue de la pulpe de safou.

L'utilisation des abaques construits pour l'huile brute et pour l'huile raffinée permet d'estimer avec une précision acceptable la teneur en huile de safou.

Cette méthode peut être valablement utilisée pour le repérage de safou destiné à l'huilerie.

INTRODUCTION

Le safou, fruit du safoutier (*Dacryodes edulis*) peut être utilisé en huilerie compte tenu d'une part de sa teneur élevée en huile (1) et d'autre part des possibilités d'utilisation très large de l'huile extraite de la pulpe liées à la grande variété de ses constituants : acides gras et triglycérides (2, 3, 4), tocophérols et stérols (5, 6), alcools triterpéniques (7).

Pour cerner les différents facteurs susceptibles d'influer sur le rendement du procédé d'extraction de l'huile à partir de la pulpe de safou, nous avons entrepris une étude détaillée des opérations critiques du procédé.

Nous avons ainsi étudié la cinétique du séchage de la pulpe à l'étuve et au séchoir solaire (8) pour définir le taux d'humidité résiduelle compatible avec un rendement satisfaisant en huile au cours de l'extraction.

De même a été suivie l'évolution des lipides de la pulpe de safou en fonction de l'état de maturité du fruit (9) afin de préciser la période de récolte la plus favorable.

Ici, sera décrite la méthode réfractométrique de détermination de la teneur en huile de la pulpe de safou.

C'est une méthode rapide, simple et fiable, qui peut permettre, en l'absence d'une classification des différentes variétés, le repérage des fruits en vue de leur utilisation soit directement pour la consommation, soit pour la production d'huile.

En effet, la culture du safoutier qui se fait presque exclusivement à partir de semis révèle une grande diversité variétale : ceci se traduit sur le plan pratique par des fruits aux caractéristiques morphologiques, physicochimiques, organoleptiques très variées. Cette situation constitue un handicap majeur pour une utilisation industrielle des fruits.

A la limite on se trouve amené à procéder à un examen arbre par arbre, verger par verger, pour retenir les fruits

* - Laboratoire d'Etudes Physico-chimiques - Faculté des Sciences B.P. 69 - BRAZZAVILLE - Congo.

atteignant un seuil minimum de teneur en huile pour assurer la rentabilité de l'extraction ; cette pratique durera tant que ne sera pas résolu, par marcottage et par clonage, le problème de la distinction entre fruits de bouche (à teneur moyenne en huile) et fruits d'huilerie (à teneur élevée en huile).

Pour réaliser une telle estimation de teneur en huile sur un nombre très élevé d'échantillons, il n'est pas envisageable d'utiliser, sur le terrain notamment, l'extraction au soxhlet à cause de la fragilité et de la relative complexité du matériel nécessaire à sa mise en oeuvre (électricité, eau courante, verrerie, trompe à vide, quantité importante de solvant, etc.).

En conséquence nous nous sommes orientés vers l'adaptation au safou de la méthode réfractométrique déjà utilisée pour l'avocat (10, 11, 12).

MATERIEL ET METHODES.

Matériel végétal.

Le safou, fruit de *Dacryodes edulis* (Burseracée) est une drupe allongée ressemblant à une prune.

Sa coupe longitudinale permet de distinguer une pulpe légèrement fibreuse séparée d'une amande par une fine membrane. Seule la pulpe est comestible (9).

Les fruits étudiés ont été récoltés à Boko (Congo) en mars 1990 (BK 90).

Obtention des huiles.

● Extraction au soxhlet.

En vue de déterminer la quantité totale d'huile extractible contenue dans nos échantillons, nous avons utilisé la méthode d'extraction au soxhlet.

La pulpe de safou est séchée et broyée. La poudre ainsi obtenue est extraite dans un soxhlet avec de l'éther de pétrole pendant 10 heures.

L'extrait séché au sulfate de sodium est filtré. Le solvant est évaporé et les traces sont éliminées par séchage de l'huile à l'étuve, à 105°C pendant 24 heures.

● Extraction à la presse.

Après ouverture du fruit et retrait de la graine, la pulpe séchée au séchoir solaire (8) est stockée jusqu'à l'obtention de la quantité suffisante pour une opération d'extraction (50 à 100 kg).

Au moment de l'extraction, la pulpe est réchauffée à l'étuve à 70°C pendant 3 heures pour désactiver les enzymes et faciliter la libération de l'huile.

Elle est ensuite introduite dans une presse de modèle Altech équipée d'un moteur BE 100 4/4 (2,2 KW) adaptée à l'extraction de l'huile de safou par la société Agricongo.

L'extraction dure 2 heures pour 50 kg de la pulpe séchée.

● Raffinage de l'huile.

Nous avons utilisé la méthode mise au point par MONTANO cité par GAILLARD (13).

Une quantité de 100 g d'huile brute est mélangée à 1,5 ml de soude à 15 p. 100. Après 5 minutes d'agitation constante on ajoute 1,5 ml d'eau et on chauffe à 70°C. On décante pendant 24 heures (ou on centrifuge). L'opération est répétée deux fois.

Détermination des indices de réfraction.

Les indices de réfraction ont été mesurés à l'aide d'un réfractomètre d'Abbe, thermostaté au dixième de degré et permettant une lecture de l'indice à 10⁻⁴ unité.

RESULTATS EXPERIMENTAUX ET INTERPRETATION

Variation de l'indice de réfraction.

On sait que l'indice de réfraction n d'une solution varie linéairement avec sa concentration C .

$$n = n_0 + KC$$

n_0 est l'indice de réfraction du solvant et K , la constante de proportionnalité qui dépend de la température.

Cette loi, étant suivie par les huiles en solution dans les solvants organiques il est possible, après avoir tracé une courbe d'étalonnage, de déterminer 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 (11, 12), on utilise la relation :

$$p. 100 \text{ huile} = an + b$$

a et b étant des constantes empiriques.

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

En effet, si PORTER (10) observe expérimentalement une variation linéaire des indices des solutions naphthaléniques d'huile de la pulpe d'avocat, LEWIS (11) par contre, met en évidence une variation curviligne. LOZANO *et al.* (12) approfondissant ces travaux constatent qu'une corrélation polynomiale du 3e degré permet un meilleur ajustement de la courbe d'étalonnage avec un coefficient de 0,99995 contre 0,9997 pour la régression linéaire ; mais 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.

Nous avons suivi la variation des indices des solutions d'huile brute de la pulpe de safou avec le bromo-1-naphta-

TABLEAU 1 - Variation de l'indice des solutions naphthaléniques d'huile brute de la pulpe de safou (0-100 p. 100).

masse d'huile (m ₁) g	masse de la solution (m ₂) g	pourcentage *	indice de réfraction (30°C)	indice de réfraction (40°C)
0,3601	1,7726	20,31	1,5882	1,5921
0,9608	2,3741	40,47	1,5555	1,5490
2,1230	3,5357	60,05	1,5212	1,5150
4,9283	6,4230	76,73	1,5030	1,4780
	huile	100	1,4652	1,4635
	solvant	0	1,6520	1,6472

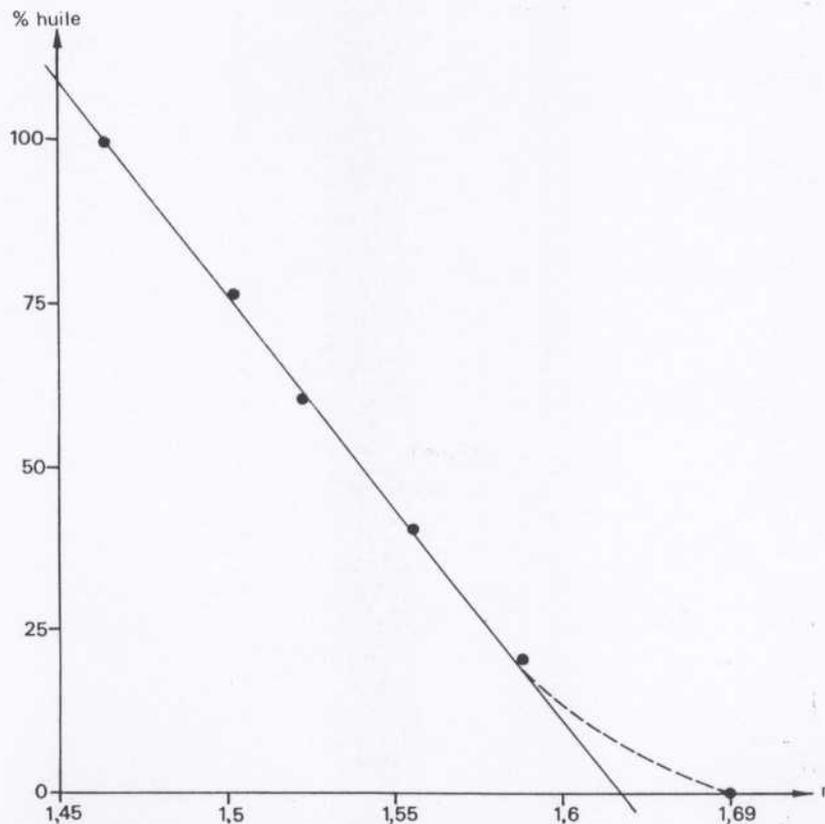
* - = (m₁/m₂).100.

Fig. 1 • HUILE BRUTE SAFOU BK 90. T = 30°C.

lène ($n = 1,6530$ à 30°C), sur toute la gamme de concentration (0-100 p. 100). On constate, en s'appuyant sur les résultats consignés dans le tableau 1, que la courbe (figure 1), parfaitement linéaire pour les teneurs élevées en huile (100-20 p. 100), s'infléchit pour les faibles teneurs en huile (20-0 p. 100).

Ceci a conduit, dans la construction des abaques, à étudier avec suffisamment de détails la zone de concentration comprise entre 0 et 10 p. 100 pour préciser la nature des courbes d'étalonnage dans cette zone.

Construction des abaques.

- Huile brute extraite à la presse.

Le tableau 2 donne les résultats obtenus à 30°C pour l'huile brute de la pulpe de safou extraite à la presse.

Représentée sur la figure 2, la courbe de variation, qui est curviligne, peut être décomposée en deux droites de corrélation :

TABLEAU 2 - Variation de l'indice de réfraction (n) des solutions naphthaléniques d'huile brute de safou (détails : 0-20 p. 100 et 20-70 p. 100).

masse d'huile m_1 (g)	masse de la solution m_2 (g) solvant pur	pourcentage $(m_1/m_2) \cdot 100$	n (25°C)	n (30°C)	n (40°C)
		0 *	1,6539	1,6530	1,6468
0,2336	5,8680	3,98	1,6410	1,6412	1,6369
0,3057	5,4950	5,56	1,6382	1,6362	1,6320
0,3706	5,9288	6,25	1,6354	1,6329	1,6390
0,3900	5,7656	6,76	1,6362	1,6350	1,6305
0,6664	5,4023	12,34	1,6253	1,6178	1,6290
1,0297	5,1150	20,13	1,6010	1,6020	1,5942
1,2324	4,9520	24,89	1,5892	1,5890	1,5835
1,4846	4,6420	31,98	1,5740	1,5730	1,5673
1,9405	4,2414	45,74	1,5480	1,5455	1,5400
1,3787	2,7729	49,72	1,5380	1,5373	1,5380
2,5113	4,3774	57,37	1,5272	1,5260	1,5210

* - solvant pur

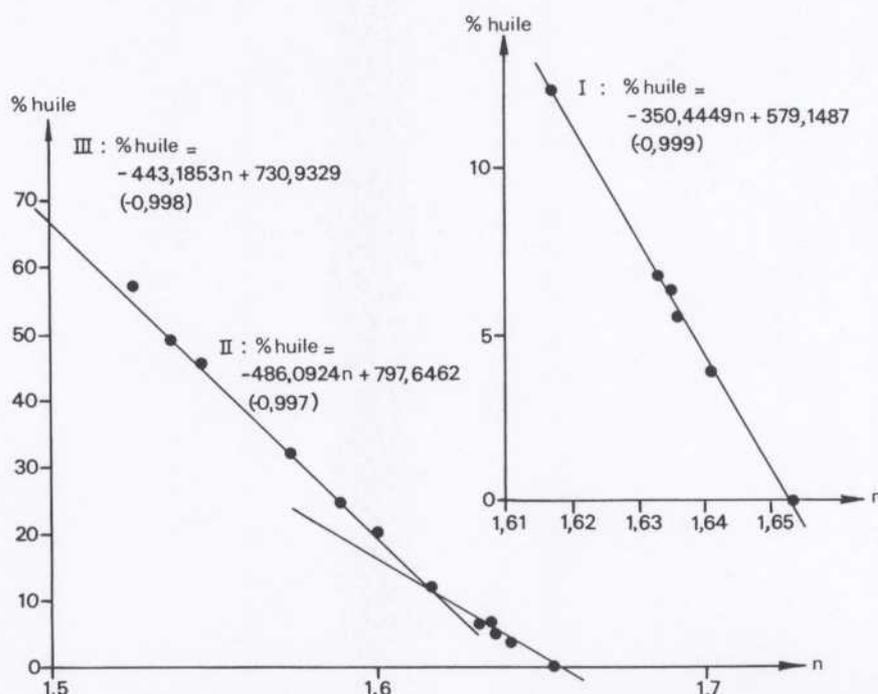


Fig. 2 • HUILE BRUTE SAFOU BK 90. T = 30°C.

- pour la zone de faibles teneurs en huile
p. 100 huile = $-350,4449n + 579,1487$ (I, coeff. = -0,999)
- pour la zone de fortes teneurs en huile
p. 100 huile = $-486,0924n + 797,6462$ (II, coeff. = -0,997)
- pour toute la gamme des teneurs en huile
p. 100 huile = $-443,1853n + 730,9329$ (III, coeff. = -0,998)

Des résultats identiques sont obtenus :

- à la température de 25°C (tableau 2, figure 3)
p. 100 huile = $-425,9363n + 703,6904$ (I, coeff. = -0,989)
p. 100 huile = $-499,9122n + 819,6178$ (II, coeff. = -0,998)
p. 100 huile = $-447,7019n + 738,4890$ (III, coeff. = -0,997)

- à la température de 40°C (tableau 2, figure 4)
p. 100 huile = $-373,1953n + 614,6893$ (I, coeff. = -0,999)
p. 100 huile = $-513,9257n + 838,6586$ (II, coeff. = -0,994)
p. 100 huile = $-441,3936n + 726,2243$ (III, coeff. = -0,989)

Il ressort de ce qui précède que les solutions naphthaléniques d'huile extraite de la pulpe de safou ont un indice de réfraction qui suit une variation légèrement curviligne. Une analyse détaillée du phénomène permet de décomposer la courbe de variation des indices en deux droites. La rupture de pente se situe entre 10 et 20 p. 100 de teneur en huile.

Cette conclusion est à rapprocher du constat que nous

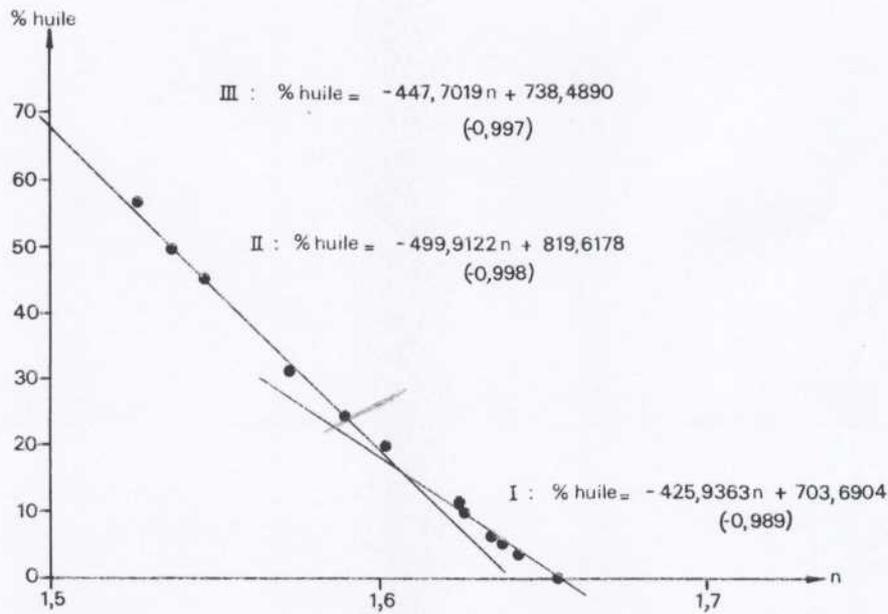


Fig. 3 • HUILE BRUTE SAFOU BK 90. T = 25°C.

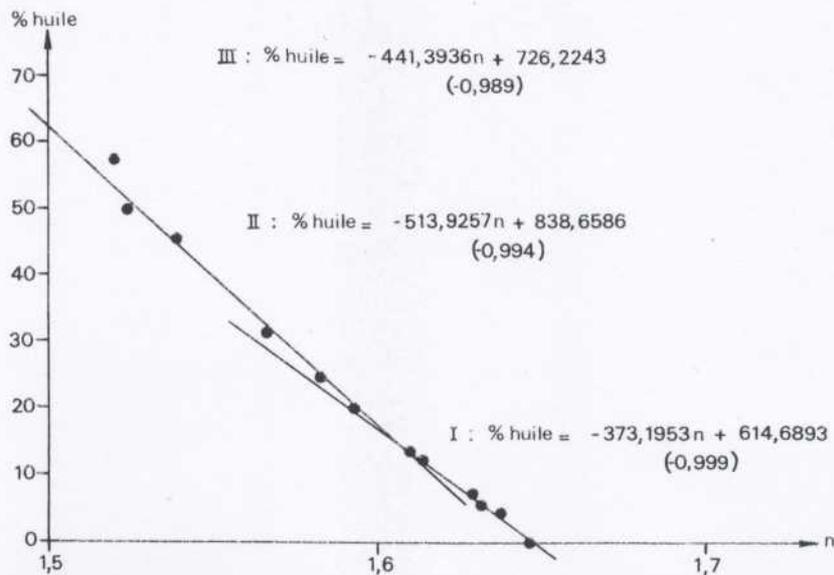


Fig. 4 • HUILE BRUTE SAFOU BK 90. T = 40°C.

avons déjà fait sur la courbe de corrélation entre la teneur en eau et la teneur en huile dans le safou au cours de sa maturation (9).

En effet, si pour l'avocat, SWARTZ (14) a observé une corrélation négative entre la teneur en eau et la teneur en huile, nous avons mis en évidence une corrélation négative curviligne qui, après analyse détaillée peut se décomposer en deux droites et la rupture de pente se situe aux environs de 20 p. 100 d'huile.

La rupture de pente, traduisant en général un change-

ment de phénomène au niveau moléculaire, il paraît souhaitable d'approfondir l'étude de ce comportement critique observé pour la solution d'huile de safou aux concentrations comprises entre 10 et 20 p. 100, aussi bien dans le bromo-I naphthalène que dans le fruit lui-même. Un tel travail pourrait apporter un éclairage nouveau sur la physiologie de ce fruit et même sur la physico-chimie des lipides.

• Huile raffinée extraite à la presse.

Etudiant les huiles brutes et raffinées de la pulpe d'avo-

TABLEAU 3 - Variation de l'indice de réfraction (n) des solutions naphthaléniques d'huile raffinée de la pulpe de safou à 30 et 40°C.

masse d'huile m ₁ (g)	masse de la solution m ₂ (g)	pourcentage (m ₁ /m ₂).100	n (30°C)	n (40°C)
0,3437	8,6661	3,97	1,6395	1,6333
0,4406	7,3800	5,97	1,6370	1,6309
0,5279	6,0072	8,78	1,6280	1,6230
0,4086	3,4694	11,78	1,6193	1,6150
0,4235	2,8685	14,76	1,6119	1,6080
0,4213	2,2141	19,03	1,6010	1,5978
0,4165	1,6962	24,55	1,5878	1,5843
1,0953	3,7213	29,43	1,5780	1,5740
1,2316	3,1056	39,66	1,5520	1,5510
1,2000	2,4657	48,67	1,5359	1,5333
1,3326	2,2538	59,13	1,5156	1,5153
1,1709	1,7709	66,12	1,5080	1,5060

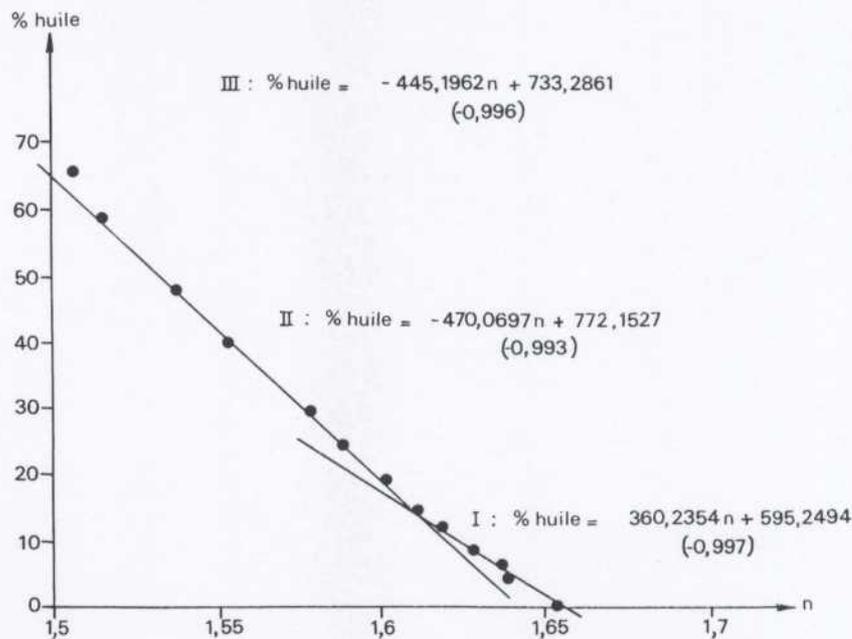


Fig. 5 • HUILE RAFFINEE SAFOU BK 90. T = 30°C.

cat à 21°C avec le 1-chloronaphtalène, LOZANO *et al.* (12) constatent la quasi-similitude des droites des corrélations obtenues :

- huile brute :
p. 100 huile = $-528,952036n + 862,9687$ (coeff. : -0,99954)

- huile raffinée :
p. 100 huile = $-522,751375n + 852,866242$ (coeff. : -0,9991)

L'abaque de l'huile raffinée extraite à la presse a été tracée en vue de sa comparaison avec celui de l'huile brute.

Le tableau 3 et les figures 5 et 6 traduisent les résultats suivants :

- à la température de 30°C

p. 100 huile = $-360,2354n + 595,2494$ (I, coeff. = -0,997)
p. 100 huile = $-470,0697n + 772,1527$ (II, coeff. = -0,993)
p. 100 huile = $-445,1962n + 733,2861$ (III, coeff. = -0,996)

rupture de pente : 15 p. 100.

- à la température de 40°C

p. 100 huile = $-398,8796n + 656,2478$ (I, coeff. = -0,999)
p. 100 huile = $-519,8541n + 847,2393$ (II, coeff. = -0,997)
p. 100 huile = $-461,9609n + 758,2226$ (III, coeff. = -0,997)

rupture de pente : 22,5 p. 100.

Les abaques construits à partir d'échantillons d'huile brute et d'échantillons d'huile raffinée sont assez semblables. Ils donnent les mêmes résultats (tableau 4). On peut

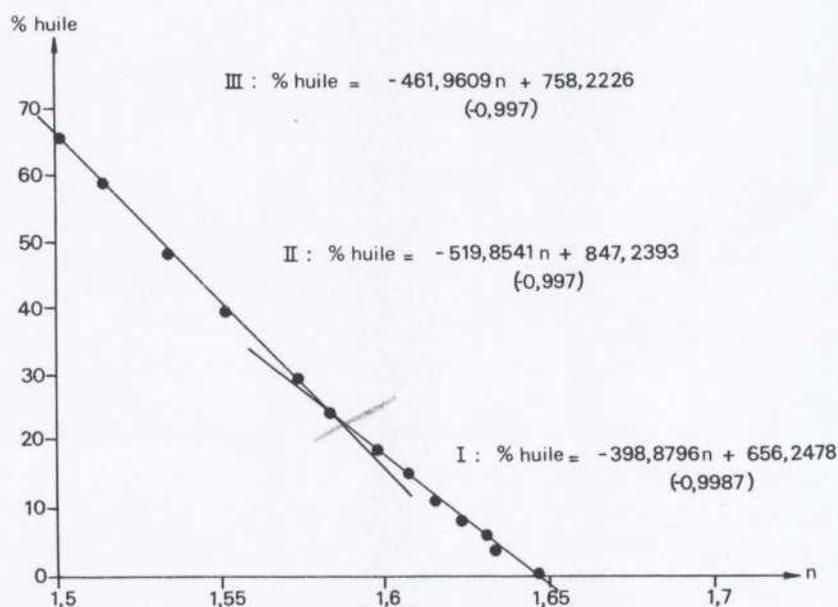


Fig. 6 • HUILE RAFFINEE SAFOU BK 90. T = 40°C.

TABLEAU 4 - Teneurs en huile de la pulpe de safou (provenance BK 90) déterminées par différentes méthodes.

Echantillon	Teneur en huile			
	Presse	soxhlet	Abaque huile brute	Abaque huile raffinée
BK 90 (A)	42,9	75,6	47,9	48,8
BK 90 (B)	37,2	61,5	43,4	55,2
BK 90 (C)	39,1	62,1	43,4	54,9
BK 90 (D)	35,4	65,8	48,9	54,8

A, B, C, D sont différents lots (arbres) de safous récoltés en mars 1990 à BOKO (BK 90).

donc indifféremment les utiliser pour l'évaluation rapide des teneurs en huiles des fruits en vue de leur utilisation comme matière première en huilerie.

Précision des mesures.

La précision des mesures des indices de réfraction des solutions naphthaléniques d'huile de la pulpe d'avocat à l'aide d'un réfractomètre d'Abbe permettant une lecture jusqu'à 10^{-4} unité a été discutée antérieurement (12).

Nous observons sur l'huile brute de la pulpe de safou à 30°C pour une amplitude de 20 à 57,37 p. 100 une variation d'indice de réfraction de $760 \cdot 10^{-4}$ unité, ce qui correspond sensiblement à une variation de $2 \cdot 10^{-3}$ unité de réfraction pour 1 p. 100 d'huile. Ces valeurs sont identiques à celles trouvées par LOZANO *et al.* (12) pour l'avocat et pour lesquelles la précision de mesure, dans le pire des cas est de +0,13 (appréciation à $5 \cdot 10^{-4}$ unité). Si l'on se contente d'un réfractomètre permettant une lecture à 10^{-3} unité, la précision est ramenée à 1,3 p. 100.

Exemples d'utilisation des abaques.

- Vérification de la composition d'un mélange de composition connue.

La solution est préparée en mélangeant 3,11 g d'huile et 2,07 g de bromo-1-naphtalène à un indice de réfraction de 1,5150 à 30°C.

Les abaques construits à partir des huiles brutes et raffinées (30°C) donnent respectivement 59 et 58 p. 100 comme teneur en huile. Ces valeurs sont très voisines l'une de l'autre et diffèrent peu de celle déterminée par pesée laquelle est égale à 60 p. 100.

- Détermination de la teneur en huile de la pulpe de safou.

2,0864 g de pulpe de safou séchée (teneur en eau résiduelle inférieure à 10 p. 100) sont malaxés à 3,7690 g de bromo-1-naphtalène ($n = 1,6530$ à 30°C).

L'indice de réfraction de la solution surnageante est mesuré à 30°C 5 minutes après le malaxage.

La valeur d'indice de réfraction obtenue : 1,5850 correspond à 26,5 p. 100 d'huile sur l'abaque de l'huile brute à 30°C.

La masse d'huile contenue dans la solution est de :

$$\frac{3,7690 \text{ g} \times 26,5}{100} = 0,9987 \text{ g}$$

et la teneur d'huile dans la pulpe de :

$$\frac{0,9987 \text{ g} \times 100}{2,0864 \text{ g}} = 47,87 \text{ p. 100}$$

● Résultats.

Le tableau 4 rassemble les teneurs en huile de la pulpe de safou déterminées par différentes méthodes.

Les valeurs calculées à partir des abaques sont compri-

ses entre la teneur en huile obtenue par extraction au Soxhlet (quantité d'huile contenue dans le fruit) et celle obtenue par pression (quantité d'huile extractible industriellement).

Elles constituent de ce fait des indicateurs importants de la valeur potentielle commerciale des safous en vue de leur utilisation comme matière première en huilerie.

CONCLUSION

La méthode réfractométrique de détermination de la teneur en huile, du fait de sa simplicité et de la rusticité du matériel nécessaire à sa mise en oeuvre, est parfaitement adaptée à une détermination rapide de la teneur en huile de la pulpe de safou en vue du repérage des fruits destinés à l'huilerie, surtout lorsque l'on doit opérer sur le terrain.

Elle présente en outre, l'avantage de permettre de mesurer avec une précision et une reproductibilité satisfaisantes.

BIBLIOGRAPHIE

- SILOU (Th.) et KIAKOUAMA (S.). 1987.
Le safou ou atanga : fruit à vocation régionale dans le Golfe de Guinée.
Muntu : revue CICIBA, (6), 137.
- SILOU (Th.), KIAKOUAMA (S.), TSIBAYA (R.) et MATOKO (F.X.). 1990.
Analyse des lipides de safou.
J. Soc. Chim. Tunisie (sous presse).
- TCHENDJI (C.), SEVERIN (M.), WATHELET (J.P.) et DE DONA (C.). 1981.
Composition de la graisse de *Dacryodes edulis*.
Rev. fr. des Corps gras, 3, 123.
- SILOU (Th.) et BEZARD (J.). 1990.
Variation de la composition de la fraction glycéridique de l'huile de la pulpe de safou en fonction de l'état de maturité du fruit. (sous presse).
- FARINES (M.A.), SOULIER (J.), SOULIER (B.) et SILOU (Th.). 1987.
Etude des quelques huiles rares.
Communication aux Journées Cheuvreul 1987, Perpignan (France).
- SOULIER (B.). 1987.
Contribution à l'étude des huiles de la pulpe et de la graine de safou.
DEA Université de Toulouse.
- LOEMBA-NDEMBI (J.).
Etude des alcools triterpéniques de l'insaponifiable de l'huile de la pulpe de safou.
Rapport de stage, Université de Perpignan.
- SILOU (Th.), GOMA-MANIONGUI (J.), BOUNGOU (F.) et OUAMBA (J.M.). 1990.
Séchage solaire de la pulpe de safou.
Tropicicultura (soumis pour publication).
- KIAKOUAMA (S.) et SILOU (Th.). 1990.
Evolution des lipides de la pulpe de safou (*Dacryodes edulis*) en fonction de l'état de maturité du fruit.
Fruits, 45 (4), 403-408.
- PORTER (R.S.). 1947.
Calif. Dept. Agric. Bull., 38 (3), 20-26.
- LEWIS (L.E.), MORRIS (R.) and O'BRIEN (K.). 1978.
The oil content of avocado mesocarp.
J. Sc. Fd Agric, 29, 943-949.
- LOZANO (Y.), DUVERNEUIL (G.) et 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.
- GAILLARD (J.P.).
L'avocatier : sa culture, ses produits.
ACCT, Paris, 1987, p.313.
- SWARTS. 1976.
L'avocatier : sa culture, ses produits.
ACCT, Paris, 1987, p. 278.

DETERMINACION DEL CONTENIDO EN ACEITE DE LA PULPA DE SAFUTERO (*DACRYODES EDULIS*) POR REFRACTOMETRIA.

Th. SILOU.

Fruits, Jan.-Feb. 1991, vol. 46, nº 1, p. 93-100.

RESUMEN - Adaptación al safutero (*Dacryodes edulis*) del método refractométrico de determinación del contenido en aceite, ya utilizado para el aguacate.

La curva experimental de variación del contenido en aceite bruto de la pulpa de safutero en función del índice de refracción, curva

ligeramente curvilínea hacia los bajos contenidos en aceite, puede ser descompuesta en dos rectas de correlación : una, válida para los niveles comprendidos entre 0 y 20 p. 100, y la otra válida entre 20 y 70 p. 100 de aceite.

Obtuvimos resultados similares con aceite refinado proveniente de la pulpa de safutero.

La utilización de los ábacos construidos para el aceite bruto y para el aceite refinado permite estimar con una precisión aceptable el contenido en aceite de safutero.

Este método puede ser utilizado valdeamente para el reconocimiento del safutero destinado a la industria del aceite.

