



République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Abderrahmane MIRA de BEJAIA
Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département de Sciences biologiques de l'environnement

Mémoire de fin de cycle

En vue de l'obtention du Diplôme de Master en en biologie

Option

Sécurité alimentaire

Thème

*Identification des aspects et impacts
environnementaux du raffinage d'huile de soja
(étape démucilagination) de CO.G.B « LaBelle »*

Réalisé par :

M^{elle} : MEZIDI Faiza

M^{elle} : BELAID Nesrine

Membres de jury :

Président : M^{er} BENHAMICHE N.

Promotrice : M^{me} ZEBBOUDJ A.

Co-Promotrice: M^{me} BRAHMI S.

Examinatrice : M^{me} BENMOUHOUH H.

Examineur : M^{er} HAMLAT M.

Promotion: Juin 2014

Remerciements

On remercie en premier lieu le bon dieu pour le courage, la force et la santé qu'il nous a donné afin d'accomplir ce modeste travail.

Nous tenons à remercier également :

Notre promotrice M^{me} ZEBBOUDJ, d'avoir accepté de nous encadrer et l'intérêt qu'elle a porté à notre travail.

Notre profonde gratitude, et nos vifs remerciements vont également :

- A M^r BENHAMIHE de nous avoir fait l'honneur de présider l'honorable jury.
- A M^{me} BENMOUHOUB et M^r HAMLAT d'avoir examiné notre travail.

Nous tenons à remercier, Monsieur MEHENNI Directeur Général de *CO.G.B LaBelle*, pour nous avoir permis d'effectuer notre stage au sein de l'entreprise.

Nos remerciements vont également à l'encadrement du complexe *CO.GB LaBelle* Pour leur accueil chaleureux et pour nous avoir soutenus tout au long de cette étude :

- M^r Adrar responsable d'atelier de raffinage pour ces explications qui ont été d'un grand intérêt pour notre étude.
- M^{me} DJAAFRI chef de service de laboratoire d'analyse, d'avoir mis à notre disposition tout le matériel nécessaire pour notre projet.
- M^{me} brahmi responsable de management intégré de nous avoir orientés dans notre mémoire

Nous tenons également à remercier l'ensemble du personnel du labo à savoir:

ZAHIRA, BILLEL, DJAMILA, SAFIA, NASSIMA, OUASSILA, KARIM, BANIA, RIAD, RACHID, pour leurs aides, amitiés, soutiens, gentillesse et de nous avoir intégrés au sein de leur équipe pendant toute la période du stage.

Merci également à tous ceux qui ont participé de loin ou de près à ce travail, qu'ils trouvent ici notre profonde reconnaissance.

Enfin nos remerciements sont dressés plus particulièrement à nos familles et nos amis(es) qui ont su nous soutenir, encourager, aider et supporter toutes ces années d'études.

BELAID ET MEZIDI

Dédicaces

Avec l'aide de dieu le tout puissant, j'ai pu achever ce modeste travail ce modeste travail que je tien a dédier solennellement:

- ✚ Amon père, ce don suprême de dieu, pour m'avoir aimé, aidé et protégé dans l'apprentissage des choses de la vie, que dieu nous le garde et le protège.
- ✚ A ma source de vie et de lumière, ma chère et aimable mère pour sa patience, ses sacrifices, son soutien illimités et son encouragement constant tout au long de ce travail, aucun mot ne pourra exprimer tout l'amour et la gratitude que j'ai pour elle, que dieu nous la garde.
- ✚ A ceux que j'aime autant, ma raison éternelle, mes frères pour leur compréhension, leur encouragement et avec qui je garde les plus beaux souvenirs de ma vie c'est de vous que je parle: YACINE, REDOUANE, ANIS, que dieu vous protège tous pour moi. Sans oublier mes chères belles-sœurs DIHIA, RYM qui ont toujours étaient là pour moi.
- ✚ A la mémoire de mes grands-pères, et khali mouloud.
- ✚ A mes chères grandes mères, que dieu prolongent leurs vie.
- ✚ A toute ma famille: les oncles, les cousins, les tantes et leurs enfants.
- ✚ A mes cousines NAZIHA, RYMA, LILIA, MOUNIA, MERIEM, et en particulier DIHIA qui a toujours été à mes côtés dans tous mes moments difficiles.
- ✚ A ma chère binôme et amie FAIZA et toute sa famille.
- ✚ A ma promotion ESA ainsi qu'à tous mes enseignants.
- ✚ A tous mes amis: IMEN, HANIA, KARIMA, MALIKA, LILIA, SOUNIA, KATIA, YAZID, FODEL, MENAD.ALI, SAID.

NESRINE

Dédicaces

Grâce à dieu tout puissant, son aide et sa bonté, j'ai pu terminer ce modeste travail, qui représente pour moi le fruit de chaque effort fourni durant mes études.

Je tiens à dédié cette études à :

A mes chers parents, qui ont tant fait pour moi, qui m'ont encouragés, et aidés dans tout mon parcours, qui m'ont donné un magnifique modèle de labeur et de persévérance, et auxquels je ne rendrai jamais assez, que dieu les protèges.

A ceux que j'ai de plus cher au monde, pour leur soutien et encouragement tout au long des années : mes sœurs MERIEM, NINA, ESMA et SELMA, ainsi que leurs maris MERWAN, ZOUBIR et NABIL, et à leurs enfants.

A ma chère et aimable cousine NOUNOU qui j'admire beaucoup, ainsi que son mari NABIL et leur fils BILOU.

A mes chers et aimable amis, ma source de vie, plus spécialement : DINA, KIKI, MASSI, WASSILA, AMEI, SIHEM, NESRINE, NARIMEN et FERIEL.

A mon équipe de volleyball, qui je considère comme ma deuxième famille.

A toute ma section ESA et à tous mes enseignants.

A ma chère binôme et amie NESRINE, que je remercie énormément de m'avoir supporté.

FAIZA

Sommaire

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Liste des annexes

Introduction

Partie théorique

Chapitre I : généralités sur les corps gras

1. Définition	01
2. classification des corps gras	01
3. Composition des corps gras	02
3.1. Les lipides	02
3.2. Les phosphatides	02
3.3. Les insaponifiables	05
4. propriétés des corps gras	06
4.1. Propriétés chimiques	06
4.2. Propriétés physiques	06
4.3. Propriétés biologiques.....	07
5. Rôles des corps gras	07

Chapitre II : raffinage des huiles

1. Etudes de la matière première : le soja	08
1.1. Composition de la graine	08
1.2. Huile de soja.....	08
1.3. Composition d'huile de soja	09
1.4. Principales constantes physiques et chimiques de l'huile de soja	10
1.5. Extraction d'huile de soja	11
1.6. Les valeurs nutritionnelles d'huile de soja.....	12
1.7. Intérêts de la culture de soja.....	12
2. Raffinage d'huile de soja	12
2.1. Objectif du raffinage	13
2.2. Composés à éliminer au cours du raffinage	13
2.3. Etapes du raffinage	14
2.4. Résultat du raffinage	17

Sommaire

Chapitre III : Démucilagination

1. Généralités	19
2. Huiles soumises au dégommeage	19
3. Elimination des phospholipides	20
4. Mécanisme de la démucilagination	21
5. Facteurs influençant la démucilagination	21
5.1. Qualité des mucilages présents dans l'huile	21
5.2. Température	21
5.3. Agents démucilaginant	22
5.4. Qualité et quantité d'eau	23
5.5. Temps de contacts	23
5.6. Agitation	24
6. influence des mucilages résiduels sur le raffinage.....	24
7. influence des mucilages résiduels sur la conservation.....	24
8. Différents types de dégommeages	24
9. Contrôle de l'efficacité de la démucilagination	26

Chapitre IV : Système de management environnemental

1. objectifs, cibles et programme de management environnemental	27
2. Entreprise et environnement	28
3. Certification	28
4. Normalisation.....	28
4.1. Norme.....	28
4.2. Norma international ISO.....	29
5. le HACCP	29
5.1. Les principes d'HACCP.....	29
6. ISO 2200	30
7. ISO 14001	30

Partie pratique

Chapitre I : Présentation de l'organisme d'accueil (CO.G.B « LaBelle » UP7)

1. Présentation de l'organisme	32
2. Evolution de CO.G.B LaBelle.....	32
3. Présentation du laboratoire.....	34

Sommaire

4. Potentiel de production	34
5. Capacité de stockage	34
6. Organigramme de l'organisme.....	35

Chapitre II : Matériels et méthodes

1. Echantillonnage.....	36
2. Analyses effectués sur l'huile brute et dé mucilaginée	36
2.1. Acidité.....	36
2.2. Dosage du phosphore	36
2.3. Impureté insoluble.....	36
3. Analyses effectuées sur les mucilages	37
A. Analyse de la phase grasse des mucilages (phase supérieure formée d'un mélange d'huile et de phosphatides)	37
B. Analyses de la phase aqueuse des mucilages (phase inférieure formée d'eau acide)	37
1. Matière en suspension.....	37
2. Potentiel d'hydrogène (pH).....	37

Chapitre III : Résultats et discussion

1. Résultats des analyses effectuées sur l'huile brute et dé mucilaginée de soja.....	38
1.1. Teneur du phosphore avec la méthode de séchage et celle du dosage colorimétrique du phosphomolybdate	39
2. Résultats des analyses effectués sur les mucilages d'atelier et les mucilages rejetés	40
2.1. La phase grasse	40
2.2. La phase aqueuse des mucilages d'atelier.....	41
3. Impacts environnementaux des composés du mucilage	43

Conclusion

Références bibliographique

Annexes

Résumé

Sommaire

Liste des tableaux

Tableau I: Les principaux constituants de la graine de soja.

Tableau II : Composition des acides gras de soja.

Tableau III: Composition de la fraction insaponifiable de l'huile de soja.

Tableau IV: Constantes physiques et chimiques de l'huile de soja.

Tableau V : Constituants indésirables dans les huiles « brutes » éliminés au cours du raffinage.

Tableau VI : Vitesse relatives d'hydratation des différents phospholipides.

Tableau VII: Taux d'acidité et d'impuretés de l'huile de soja brute (H.B) et démulcinée (H.D).

Tableau VIII : Teneurs en phosphore avec les deux méthodes : séchages et dosage colorimétrique du phosphomolybdate sur l'huile brute et démulcinée.

Tableau IX: Valeurs des différents constituants des mucilages d'atelier (M.A) et les mucilages rejetés (M.R).

Tableau X : pH et MES de la phase aqueuse des mucilages d'atelier.

Liste des figures

Figure 1 : Structure de la Lécithine.

Figure 2: Structure de la Céphaline.

Figure 3: Structure de Phosphinositoide.

Figure 4 : Structure de Phosphoglycéro-acétols.

Figure 5 : Etapes du raffinage.

Figure 6 : Organigramme de l'UP7.

Liste des abréviations

% (m/m) : Pourcentage massique.

AGL : Acide gras libre.

CCP : Critical Control Point.

CDH : conditionnement d'huile.

CO.G.B : Corps Gras de Bejaia

D₂₀: Densité à 20°C.

Ech : Echantillon.

EDTA : Acide Ethylène Diamine Tetraacétique.

ENASUCRE : Entreprise Nationale du Sucre.

ENCG : Entreprise Nationale des Corps Gras.

ENJUC : Entreprise Nationale des Jus et des Conserves.

FAO: Food and Agriculture Organisation.

g : Gramme.

GRH : Gestion des Ressources Humaines.

HACCP: Hazard Analysis Critical Control Point.

HB: Huile Brute.

HD: Huile Démucilaginée.

Ii: Indice d'iode à 20°C.

Is: Indice de saponification à 20°C.

ISO : International Organisation for Standardisation.

Kg : kilogramme.

M.A : Mucilage d'Atelier.

Max : Maximum.

M.R : Mucilage Rejeté.

meq : Milliéquivalent.

M.E.S : Matière En Suspension.

min : Minute.

nm : Nanomètre.

N_d^{20} : Indice de réfraction à 20°C.

NASA : National Aeronautics and Space Administration.

PA: Acide phosphatidiques.

PC: Phosphatidylcholine.

PE: Phosphatidyléthanolamine.

PET : Poly Ethylène Transparent.

PEHD : Poly Ethylène Haute Densité

pH : Potentiel d'hydrogène.

PH : Phosphatide hydratable.

PI: Phosphatidylinositol.

PNH : Phosphatide non hydratable.

Ppm : Partie Par Million.

PVA : Acétate de PolyVinyle.

PVC : Polychlorure de Vinyle.

RME : Responsable management environnemental.

RMQ : Responsable management qualité.

RQE : Responsable Qualité Environnement

SIAN : Société Industrielle de l'Afrique du Nord.

SME : Système de Management Environnemental.

SNCG : Société Nationale des Corps Gras.

SOGEDIA : Société de Gestion et de Développement des Industries Alimentaires.

S.P.A : Société Par Action.

UP7 : Unité de Production numéro 7.

UP8 : Unité de Production numéro 8.

USB: United Soybean Board.

V₂₀: Viscosité à 20°C.

Liste des annexes

Annexe 1 : classification de soja/ Avantages et inconvénients du raffinage chimique.

Annexe 2 : Avantages et inconvénients du raffinage enzymatique.

Annexe 3 : Matériels utilisés/ Réactifs chimiques.

Annexe 4, 5, 6, 7, 8, 9 et 10 : Méthodes utilisées pour l'analyse d'huile.

Annexe 10, 11, 12 et 13 : Méthodes D'analyses effectuées sur les mucilages.

Introduction

La sécurité alimentaire est définie comme l'accès de tous les êtres humains, à tout moment à la nourriture leur permettant de mener une vie saine et active (**FAO, 2005**). Elle devient une réalité, lorsque toute personne peut de manière permanente avoir un accès physique et économique à une nourriture saine, afin de satisfaire ses besoins quotidiens.

Les huiles et graisses végétales jouent un rôle majeur dans notre alimentation ; nous les consommons directement sous forme d'huile raffinée ou vierge, ou bien indirectement via de nombreux produits de l'industrie agroalimentaire. Le consommateur que nous sommes se montre de plus en plus exigeant en terme de qualité : la **sécurité alimentaire** et les **aspects nutritionnels** sont au centre des préoccupations sociétales actuelles. (**XAVIER PAGES, 2008**)

Les huiles brutes obtenues par pression ou par extraction ou bien par combinaison des deux systèmes, sont généralement inconsommables (à l'exception des huiles de pression à froid : huile d'olive et huile de noix), puisque elles sont chargées d'impuretés variées telles que débris végétaux, gomme ou mucilage...etc (Manuelle d'entreprise).

L'huile de soja vient en première position mondiale parmi les huiles végétales, tant en termes de production que de consommation. Elle contient essentiellement les lipides, les insaponifiables et les phosphatides (mucilage).

Ces derniers ont une influence néfaste sur la qualité de l'huile. Leur élimination se fait par une opération appelée démucilagination (dégommage) qui constitue la première étape du raffinage des huiles.

Les mucilages ainsi obtenus dans les différentes raffineries sont valorisés car ils sont traités puis destinés à la vente, ou mélangés aux pâtes de neutralisation, subissant ainsi une dégradation avec de l'acide sulfurique. Ils forment une émulsion avec de l'eau très stable présentant une biodégradation lente, ce qui leur donne un caractère polluant.

Le problème actuel dont souffre le complexe des corps gras de Bejaia (CO.G.B) est essentiellement le rejet de ces mucilages, et fort heureusement des moyens sont à l'étude au niveau de ce complexe pour diminuer les nuisances générées.

Introduction

Un système de management environnemental (SME) aide les entreprises à évaluer, gérer et réduire leurs impacts sur l'environnement en leur fournissant une méthodologie visant à intégrer systématiquement la gestion de l'environnement dans leur fonctionnement, ce système est appliqué au niveau de CO.G.B.

Notre étude va tenter d'apporter et de proposer quelques solutions supplémentaires à la gestion de ces rejets. Celle-ci consistera à :

- Comparer quelques paramètres physico-chimiques entre l'huile brute et démulcinée pour ressortir l'importance de la démulcination.
- Déterminer les constituants du mucilage.
- Une étude d'impacts environnementaux de ces constituants.
- Quelques suggestions pour valoriser ce rejet.
- Démontrer l'importance des systèmes de management (ISO 14001 et le HACCP) dans l'entreprise CO.G.B.

1. Définition

Les graisses et les huiles sont constituées de triglycérides résultants de la combinaison d'une unité de glycérol et de trois unités d'acides gras. Elles sont insolubles dans l'eau mais solubles dans la plupart des solvants organiques, ont une densité plus faible que celle de l'eau (DENNIS & al., 2006).

2. Classification des corps gras

Les corps gras peuvent être classés selon leur origine en :

- **Corps gras d'origine animale** : ce sont des corps gras faits à partir du lait, comme le beurre, ou directement issus de tissus animaux comme le saindoux, la graisse (oie, canard) (ARMAGNAC & al., 2011).
- **Corps gras d'origine végétale** : ils sont représentés par les huiles que l'on peut grouper en deux catégories :
 - ✚ Les huiles fluides : liquides à la température de 15°C (ex : soja).
 - ✚ Les huiles concrètes : solides, figées à la température de 15°C (ex : coprah) (MOHTADJI-LAMBALLAIS, 1989).

Il existe également des corps gras d'origine mixte : les margarines issues d'une émulsion (mélange d'une phase huileuse et d'une phase aqueuse) composées de matières grasses végétales et/ou animales (80%) et d'eau et/ou de lait (20%).

Selon leur consistance ou selon les degrés de siccativité, les corps gras peuvent être :

(FRANÇOIS, 1974)

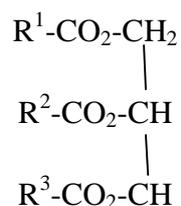
- ✓ Des huiles à l'état fluide.
- ✓ Des graisses à l'état solide.
- ✓ Des cires à l'état cireux.

3. Composition des corps gras

Un corps gras, brut, à l'état naturel est constitué par trois groupes essentiels de produits :

3.1. Les lipides (environ 99%)

Ce sont des esters d'acide gras : $R-CO_2H$ et de glycérol : $CH_2OH-CHOH-CH_2OH$, qui ont pour formule générale :



dans laquelle, R^1 , R^2 , R^3 , sont des radicaux d'acides organiques à chaîne droite (rarement ramifiée) dont le nombre d'atomes est pair et généralement compris entre 4 et 24.

Ces esters peuvent être partiels, c'est-à-dire qu'une ou deux fonctions alcool de la glycérine peuvent rester libres. Ces acides gras peuvent être saturés ou insaturés :

Ex : Acide stéarique : $CH_3-(CH_2)_{16}-CO_2H$ (saturé)

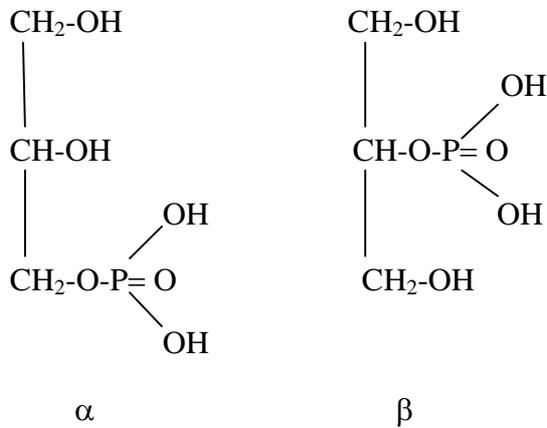
Acide oléique: $CH_3-(CH_2)_7-CH=CH-(CH_2)_7-CO_2H$ (mono insaturé:Δ:1).

A noter que les acides polyinsaturés constituent les «acides gras essentiels» auxquels on attribue des propriétés biologiques particulières.

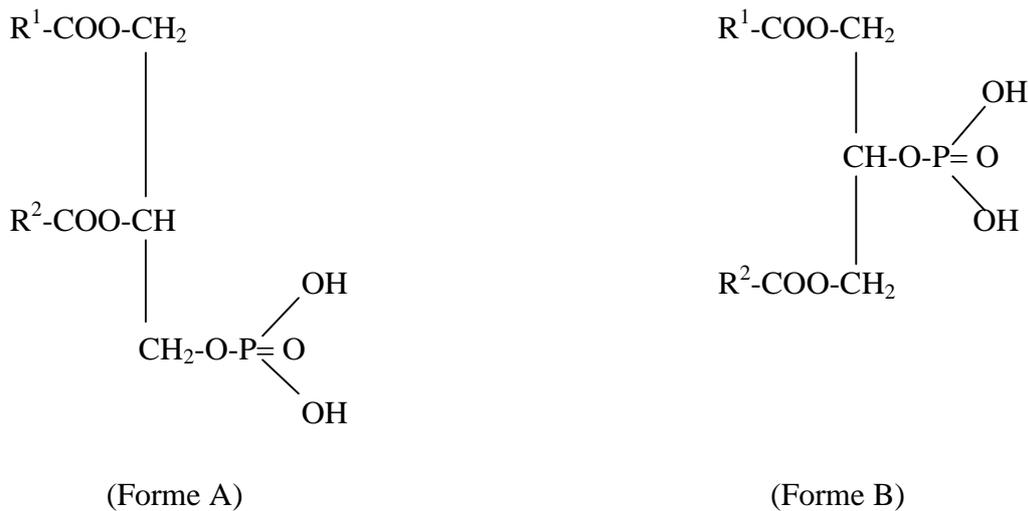
3.2. Phospholipides

Les phosphatides ou les phospholipides constituent plusieurs classes de composés où entrent les acides gras, le glycérol, l'acide phosphorique et, dans certains cas, des bases alcooliques azotées ou des acides aminés. C'est ainsi que nous avons :

A. Les esters glycérophosphoriques : ce sont des monophosphates de glycérol, ils sont hydrolysables par une enzyme, la glycérophosphatase.



B. Les phosphatides proprement dits : sont des esters mixtes d'acides gras et d'acide phosphorique



C. Phosphoglycérides : Ce sont des phosphatides dans lesquels un H libre d'acide phosphorique est remplacé par un groupe amino-alcool.

- Groupe des phosphatidylcholines ou lécithines :

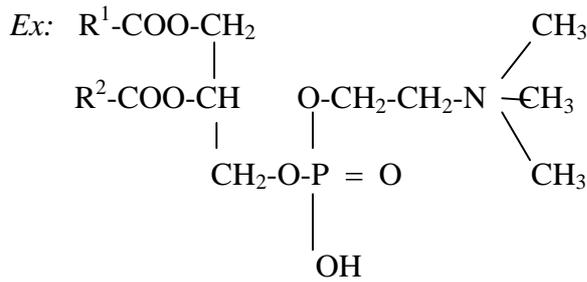


Figure 1 : structure de la Lécithine

- Groupe des phosphatidyl-éthanolamine ou céphalines :

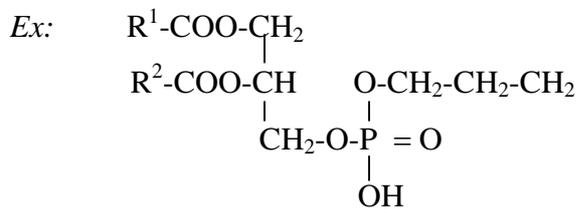


Figure 2: structure de la Céphaline

- Polyphosphoglycérides : qui comprennent plusieurs molécules de phosphoglycérides.

D. Phosphinositoides : présentent dans l'huile en petite quantité et responsables du goût sucré des huiles.

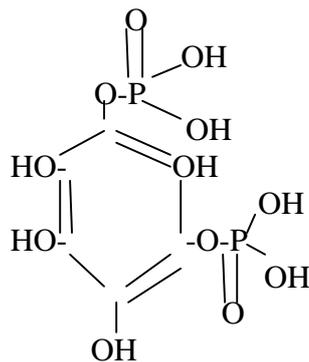


Figure 3: structure de Phosphinositoide

E. Phosphoglycéro-acétols : présentent dans l'huile en petite quantité, elles induisent son oxydation.

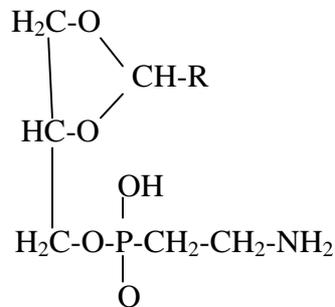


Figure 4 : structure de Phosphoglycéro-acétols

Tous ces phosphatides ou phospholipides constituent la partie essentielle des mucilages. Certains ont la propriété de s'hydrater et de se précipiter, Ils sont plus ou moins solubles dans l'hexane, d'où leur extraction de graines lors de l'analyse, ceci fausse le résultat de la teneur vraie en huile proprement dite car, lors du raffinage la déémucilagination les éliminera (FRANÇOIS, 1974).

Exemple de composition d'une lécithine commerciale de soja (c'est-à-dire d'un mucilage de soja) :

- * Phospatidylcholine : 21%.
- * Phosphatidyléthanolamine : 8%.
- * Phosphoinositides : 20%.
- * Autres phosphatides : 11%.
- * Huile entraînée ou rajoutée : 23%.
- * Stérois tocophérol : 2%.
- * Hydrates de carbone libres : 5%.

3.3. Les insaponifiables

La fraction insaponifiable d'un corps gras donné, comprend l'ensemble de ses constituants, qui après hydrolyse basique (saponification) sont très peu solubles dans l'eau et solubles dans les solvants de graisses.

L'insaponifiable est constitué de stérols, des alcools, des tocophérols, des caroténoïdes, des vitamines liposolubles (A, D, E, K).

4. Propriétés des corps gras

4.1. Propriétés chimiques

Les propriétés chimiques des glycérides dépendent essentiellement de celles des acides gras qui les constituent. D'une façon générale, ces acides gras sont caractérisés par :

- Une seule fonction acide ;
- Une chaîne ramifiée ;
- Un nombre pair d'atomes de carbone.

On les divise en :

- Acides gras saturés qui sont solides, stables et ils ne peuvent avoir que des dérivés de substitution (ex : Acide stéarique (C₁₈), Acide palmitique (C₁₆)).
- Acides gras insaturés qui sont des lipides (ex : Acide Oléique C₁₈Δ¹, Acide Linoléique C₁₈Δ², Acide linoléique C₁₈Δ³).

4.2. Propriétés physiques

- Etat naturel et aspect, les corps gras sont liquides ou solides à la température ambiante suivant leur composition chimique. Les glycérides sont autant plus solides qu'ils sont plus saturés et que leur poids moléculaire est plus élevé.
- Les glycérides saturés possèdent des caractères particuliers qui sont :
 - Le point de fusion croît avec le nombre d'atomes de carbone.
 - La solubilité dans les solvants et dans l'eau décroît avec le nombre d'atomes de carbone.
- les glycérides insaturés ont des particularités qui sont :
 - Pour la même longueur de chaîne, le point de fusion décroît avec le nombre de doubles liaisons.
 - La solubilité dans les solvants croît avec les doubles liaisons.
 - En ce qui concerne l'influence de la forme géométrique : le point de fusion des cis est plus bas que celui des trans.
 - La solubilité dans les solvants est plus grande pour les cis que pour les trans.

4.3. Propriétés biologiques

Les graisses et les huiles alimentaires remplissent plusieurs fonctions physiologiques importantes.

Elles favorisent l'absorption des vitamines liposolubles et fournissent de petites quantités d'acides gras polyinsaturés tels que les acides linoléiques et linoléiques qui ne sont pas biosynthétisés et qui sont indispensables pour l'entretien de la santé.

Le rôle biologique de ces acides gras indispensables, est très important, ils ont la propriété de diminuer les accidents cardio-vasculaires.

5. Rôle des corps gras

Les lipides jouent un rôle capital pour tous les organismes vivants. Leur présence dans la plus part des aliments facilite le remplissage de plusieurs fonctions physiologiques importantes :

- Leur pouvoir énergétique (9kcal/g) est deux fois supérieur à celui des protéines et des glucides.
- Ils sont essentiels dans la différenciation cellulaire ou la croissance des organismes.
- Ils déclenchent lors de leur arrivée dans l'estomac la sécrétion d'Hcl donc, ils calment mieux la sensation de faim.
- Ils sont la source de plusieurs vitamines liposolubles (A, D, E et K).

Les phospholipides sont les principaux constituants des membranes cellulaires. Ils réduisent le passage de l'eau et des substances hydrophiles à travers la membrane, permettant ainsi à la cellule de maintenir un milieu intérieur constant (MOHTADJI-LAMBALLAIS, 1989).

1. Etudes de la matière première: le soja

Le Soja, *Glycine max*, ou soya jaune, est une plante légumineuse originaire de la Chine, plante annuelle, grimpante, de la famille des Fabacées, du genre *Glycine*, largement cultivée pour ses graines oléagineuses fournissant la deuxième huile alimentaire consommée dans le monde, après l'huile de palme (ANONYME I, 2014).

1.1. Composition de la graine

La graine de soja constitue :

- ✓ Une excellente source de protéines de hautes valeurs nutritives et ;
- ✓ Une teneur en lipides d'environ 20% nettement moins élevée que celle des autres oléagineuses.

Elle contient les différents constituants, qui sont résumés dans le tableau ci-dessous.

Tableau I: Les principaux constituants de la graine de soja (POUZET, 1992)

Les composants	Le Taux (%)
L'eau	7.5
Glucides	15 à 35
Protéines	35 à 40
Lipides	15 à 20
Phospholipides	2 à 3
Minéraux	5

La graine, transformée en farine, se prête à de nombreuses préparations alimentaires (macaronis, aliments pour enfants en bas âge, biscuits, pain, biscottes et gâteaux pour diabétiques).

1.2. Huile de soja

Le terme « huile de soja » désigne la substance huileuse naturelle qui est extraite des graines de soja entières, elle est fluide et d'un jaune plus ou moins foncé suivant la nature des graines et les procédés d'extraction. Fraîche, d'une saveur assez prononcée d'haricot qui s'atténue peu à peu, riche en acides gras polyinsaturés et notamment en acide gras essentiel alpha-linoléique. Elle est recommandée pour les assaisonnements.

Sa richesse en lécithine la rend précieuse pour la reconstitution des cellules nerveuses et cérébrales. En effet, les lécithines participent au transport des esters de cholestérol, des sels biliaires et des lipoprotéines

On la recommande aux personnes nerveuses et aux diabétiques. Sa bonne digestibilité en fait une bonne remplaçante de l'huile d'olive pour ceux qui ne peuvent la tolérer (COSSUT & al., 2001).

1.3. Composition d'huile de soja

✚ **Les Acides gras:** l'huile de soja est une huile très polyinsaturée, Comme toutes huiles végétales, elle est exempte de tout cholestérol et très pauvre en acides gras saturés.

Tableau II : Composition des acides gras de soja (DEBRUYNE, 2001)

Acide gras		Teneur en % z(massique)	Teneur moyenne en % (massique)	
Saturés	Laurique	C12	-	0.1
	Mystéique	C14	<0,5	0.2
	Palmitique	C16	7 à 12	10.7
	Stéarique	C18	2 à 5.5	3.9
	Arachidonique	C20	1.0	0.2
	Béhénique	C22	0.5	-
	Total	-	10 à 19	15.5
insaturés	Palmétoélique	C16.1	<0.5	0.3
	Oléique	C18.1	20 à 50	22.8
	Linoléique	C18.2	35 à 60	50.8
	Linoléinique	C18.3	2 à 13	6.8
	Eicosinoique	C20.1	1.0	-
	Total	-	81à90	85.0

Cette huile est riche en acides gras insaturés et permet à l'organisme de lutter contre un excès de cholestérol. Elle est riche en acide linoléique C18 :2 (56%) et en acide oléique C18:1 (24%) et comprend 15% d'acides gras saturés. La présence de 7% d'acide linoléinique C18 :3 la rend très fragile à la chaleur, c'est pour cette raison qu'elle est plus conseillée pour l'assaisonnement que pour la friture (DARBE, 1982).

✚ **Partie Insaponifiable:** la partie insaponifiable de l'huile représente 1.6% dans l'huile brute et 0.6 à 0.7% dans l'huile raffinée. Elle se compose essentiellement de stérols et de tocophérols (tableau III).

Tableau III: Composition de la fraction insaponifiable de l'huile de soja (POUZET, 1992)

Insaponifiable : 0.5 -1.6 %			
Sterols (en mg/ 100g)	250- 418	Hydrocarbures (en mg/100g)	
Composition des sterols :		Tocopherols (en mg / 100g)	80-167
(en % des sterols totaux)		Composition destocopherols :	
Cholesterol	< 1	(en % destocopherolstotaux)	
Brassicasterol	-	Alpha tocopherol	5 -10
Campasterol	19 -23	Beta tocopherol	2 - 3
Stigmasterol	17 – 19	Gamma tocopherol	44-60
S Sitosterol	47-59	Delta tocopherol	30-43
A 5 Avenasterol	2 – 4	Tocopherols	-
A 7 Stigmasterol	1 – 3	Alcools triterpéniques	
A 7 Avenasterol	1 – 2	(en mg / 100g)	
Ergosterol	< 3		

✚ **Les Phospholipides:** Ils se présentent dans l'huile sous deux formes :

- **Hydratables** : ce sont en particulier la phosphatidylcholine (30%) et la phosphatidyléthanolamine (30%).
- **Non hydratables** : ce sont des sels de calcium et de magnésium des acides phosphatidiques et des phosphatidylinositol (40%). (RODRIGUEZ GARRIDO ,1999)

1.4. Principales constantes physiques et chimiques de l'huile de soja

Le tableau IV, représente les principales constantes physiques et chimiques de l'huile de soja à une température de 20°C.

Tableau IV: Constantes physiques et chimiques de l'huile de soja (POUZET, 1992)

D_{20}	0.921-0.924
$V_{20}(C.P)$	53-58
N_d^{20}	1.473-1.477
I_i	125-128
I_s	188-195

D_{20} : Densité à 20°C.

V_{20} : Viscosité à 20°C en centpoise.

N_d^{20} : Indice de réfraction à 20°C, absorbant la raie D du sodium.

I_i : Indice d'iode à 20°C (g d' I_2 / 100 g d'huile).

I_s : Indice de saponification à 20°C (mg KOH/g d'huile).

1.5. Extraction d'huile de soja: l'huile contenue dans les graines ou les fruits oléagineux, est extraite selon deux méthodes, mécanique ou physique par pression et chimique à l'aide d'un solvant l'hexane le plus souvent.

Extraction physique: La matière première oléagineuse subit un broyage par des presses à vis en continu, ce qui permet de séparer d'une part l'huile brute et d'autre part un résidu de tourteau qui contient encore 10 à 20 % d'huile, mais aussi du phosphore, des protéines, du calcium, du potassium et de l'amidon.

Extraction chimique: Le tourteau subit ensuite une extraction au moyen d'un solvant organique ; l'hexane. Le tourteau préalablement broyé, et le solvant circulent à contrecourant dans l'extracteur. Le mélange solvant-huile ainsi obtenu est débarrassé du solvant par distillation. Le tourteau déshuilé, qui ne contient plus qu'1% d'huile est imprégné aussi de solvant qui sera éliminé par chauffage.

Le solvant est récupéré pour de nouvelles utilisations et les tourteaux sont utilisés pour l'alimentation animale.

1.6. Les valeurs nutritionnelles d'huile de soja

L'huile de soja est :

- ✓ une huile 100 % végétale, riche en acides gras essentiels et pauvres en cholestérol.
- ✓ une huile de table excellente par sa teneur en acide linoléique qui la rend fragile à la chaleur.
- ✓ Une bonne source de vitamines, elle est naturellement protégée de l'oxydation par la vitamine E qu'elle contient.

La richesse de l'huile de soja en acides gras essentiels, la met en premier rang après le tournesol, et la rend très intéressante dans le cas d'hypercholestérolémie et d'athérosclérose (PAUL, 2001).

1.7. Intérêts de la culture du soja

Le soja possède également des qualités écologiques remarquables qui peuvent être exploitées par les agriculteurs.

Cette plante présente en effet de nombreux atouts pour la gestion de la rotation des cultures et pour la préservation de l'environnement. Dans la mesure où le soja fixe l'azote atmosphérique et absorbe l'azote minéral présent dans le sol, il ne demande pas de complément sous forme d'engrais azotés. D'autre part, sa résistance aux parasites et aux maladies permet de le cultiver aisément sans pesticides et autres renforts de traitements chimiques.

Cet avantage quantitatif se cumule à un avantage qualitatif lié à une moindre pollution des eaux souterraines en raison des particularités de la nutrition azotée de la plante (WERNER & al., 2010).

2. Raffinage d'huile de soja

Les huiles brutes obtenues renferment un certain nombre d'impuretés indésirables, responsables du goût, de l'odeur désagréable, de leur mauvaise conservation et enfin d'une couleur peu agréable à l'œil donc peu commerciale.

La préparation d'une huile brute en vue de sa commercialisation en alimentation humaine nécessite une série d'opérations dénommées raffinage (FAO, 1993).

Le raffinage a pour but d'éliminer tout ou une partie de ces composés plus ou moins indésirables afin d'obtenir des huiles commerciales ayant de bonnes qualités organoleptiques (goût et odeur neutres, limpidité, couleur jaune clair) (**SDRIBAN, 1988**).

Différents processus peuvent être utilisés pour le raffinage des huiles végétales:

- Raffinage chimique.
- Raffinage physique.
- Raffinage sur micella.
- Processus pelletin-Zénith.
- Processus enzymatique.

Le raffinage physique est utilisé dans le cas des huiles à haute teneur en acides gras libres et à faibles teneur en phosphatides telles que les huiles lauriques et l'huile de palme, par contre pour les huiles douces (soja, tournesol....) un raffinage chimique est préalable pour réduire la sensibilité à l'oxydation de l'huile brute (**ERIKSON & al., 1989**).

Cependant le raffinage micellaire est utilisé en particulier pour l'huile de Cotton, alors que le processus de zénith est utilisé dans le raffinage de l'huile de colza (**HELME, 1984**).

2.1. Objectif du raffinage

L'objectif du raffinage des huiles végétales est de fournir des huiles répondant aux attentes du consommateur et de l'industriel utilisateur :

- vis-à-vis des consommateurs que nous sommes, il s'agit de proposer une huile qui soit saine, d'aspect limpide et brillant, peu colorée et de caractéristiques organoleptiques neutres.
- Pour les industriels de l'agroalimentaire, l'huile doit satisfaire aux exigences d'un cahier de charges très complet : une excellente qualité du produit est demandée ainsi qu'une traçabilité des lots, l'absence de contaminants et de composés indésirables ainsi qu'une bonne stabilité au cours du temps (**XAVIER PAGES, 2008**).

2.2. Composés à éliminer au cours du raffinage

Les huiles obtenues par pressage et extraction des graines oléagineuses contiennent de nombreuses autres substances que les triglycérides, en proportions minoritaires.

Si certaines d'entre elles ont un apport important comme les vitamines ou les stérols, d'autres ont un effet négatif sur la qualité et la conservation des huiles. Ces molécules peuvent donner un mauvais goût, un aspect indésirable et une mauvaise odeur. Ces substances doivent donc être éliminées des huiles végétales par le raffinage (ZUFAROV & al., 2008).

2.3. Etapes du raffinage

Le raffinage des corps gras met en œuvre une série d'étapes qui présentent chacune ses objectifs, afin de produire une huile de bonne qualité, ces étapes sont schématisées dans la figure 5 (XAVIER PAGÈS, 2008).

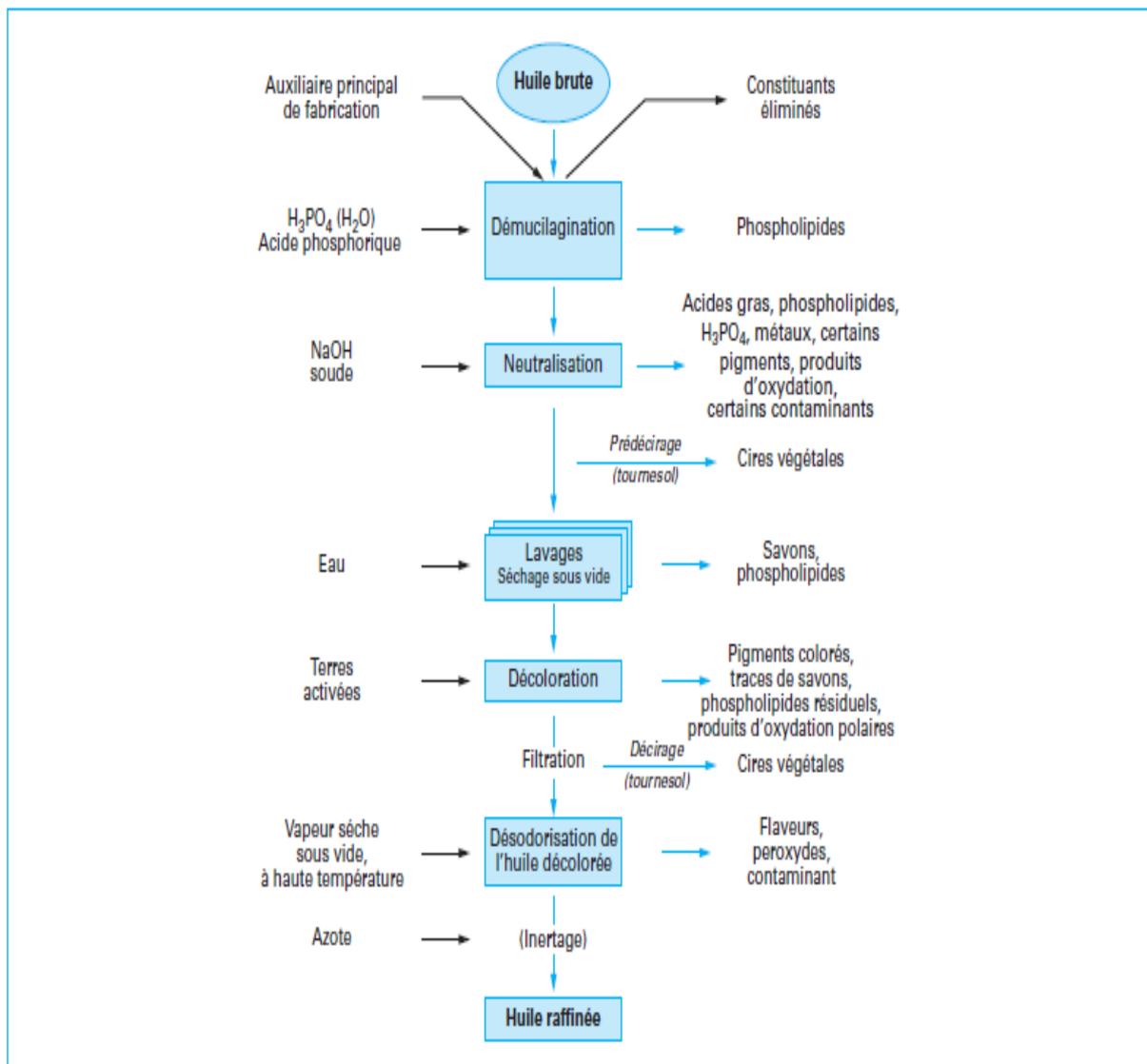


Figure 5 : étapes du raffinage (XAVIER PAGÈS, 2008)

✚ Démucilagination

C'est la première étape du raffinage. Cette opération consiste à éliminer de l'huile brute les composés susceptibles de devenir insolubles par hydratation (phospholipides, lipoprotéines...).

Les phospholipides présents dans l'huile brute, sont des substances naturelles provenant des graines végétales, il est important de les enlever totalement durant la démucilagination de l'huile brute pour que celle-ci reste limpide. De l'eau acidulée par l'acide phosphorique est ajoutée à cette dernière, préalablement chauffée à 90°C provoquant ainsi la formation des mucilages (Substances présentes chez de nombreux végétaux qui gonflent au contact de l'eau donnant une solution visqueuse plus lourde que l'huile), Ces derniers sont éliminés dans un séparateur centrifuge (COSSUT & al., 2001).

La quantité d'eau ajoutée ne peut dépasser la quantité nécessaire pour hydrater les phosphatides, autrement l'huile neutre est hydrolysée et les pertes au raffinage sont augmentées (WOERFEL, 2008).

✚ Neutralisation (désacidification)

C'est l'étape la plus importante et la plus délicate du raffinage. Elle a pour but d'éliminer les acides gras libres qui risquent de donner à l'huile un goût désagréable. Les acides gras libres sont des substances indésirables dans une huile raffinée parce qu'ils sont des catalyseurs d'oxydation et d'hydrolyse des triglycérides (DENISE, 1992). L'élimination de ces acides gras au cours de la neutralisation s'effectue par l'addition de la soude qui transforme les acides gras libres en savon appelé « pate de neutralisation » ou « soap stocks » (GRACIANI CONSTANCE, 1999).

La réaction de neutralisation des acides gras libre s'effectue comme suite :



AG Libre Soude Savon Eau

Les pates contiennent les savons mais également les mucilages, diverses impuretés et de l'huile neutre entraînés sous forme d'émulsion.

Pour avoir une neutralisation complète il est nécessaire d'utiliser un léger excès de soude qui permet de détruire un grand nombre de pigments et de composés colorés d'origine oxydative difficile à éliminer par les terres décolorantes. Si l'opération est mal conduite, la soude peut non seulement neutraliser les acides gras libres ce qui est le but recherché mais aussi attaquer l'huile neutre (triglycérides) par une saponification dite « parasite » qui diminue le rendement suivant la réaction:



L'utilisation de la soude caustique de 16 à 18 Baumé introduit une quantité d'eau suffisante pour faciliter l'hydratation des phospholipides résiduels, qui n'ont pas été éliminés antérieurement au stade de démulcination. Une part importante de phosphore reste dans l'huile à ce niveau mais il n'y a aucune difficulté à l'éliminer au cours du lavage. La désacidification n'enlève qu'une petite quantité des acides gras libres, le reste étant toujours éliminé au cours de la désodorisation (**ERIKSON & al., 1989**).

Après démulcination, l'huile va subir une injection de soude, puis être chauffée à 90°C dans un mélangeur puis transvasée dans un séparateur où se composent deux phases : l'huile neutralisée qui subira un lavage et les pâtes de neutralisation seront dirigées vers l'atelier de scission des pâtes.

Lavage et séchage

Cette étape a pour but d'éliminer les substances alcalines (savons et soutes en excès) présentes dans l'huile à la sortie du séparateur, ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides et d'autres impuretés (**DENISE, 1992**). L'huile neutralisée est soumise à un double lavage avec de l'eau adoucie et chauffée à 90°C, celle-ci ainsi lavée subit un séchage par pulvérisation sous vide à environ 90°C. Le séchage a pour but d'éliminer toute humidité présente dans l'huile, et ainsi l'huile séchée passe vers la section de décoloration.

Décoloration (blanchiment)

Les huiles déémucilaginées, neutralisées ont également acquis une teinte plus ou moins foncée due à la présence de pigments colorés qui peuvent accentuer cette teinte au cours de stockage ultérieur (**FRANÇOIS, 1974**).

La décoloration vise à éliminer ces pigments colorés (chlorophylle et caroténoïdes) nuisibles à la couleur et la conservation de l'huile et que la neutralisation n'a que très partiellement détruit. Elle fait intervenir un phénomène physique d'adsorption sur la terre décolorante ou sur le charbon actif (**HELME, 1984**).

Pendant cette étape, sont aussi adsorbés des produits primaires et secondaires d'oxydation, des métaux, des savons, des composés phosphatidiques et polyaromatiques ainsi que certains composés moins profitables, comme les tocophérols (**RUIZ, 1999**).

La terre est additionnée à l'huile, le mélange est chauffé à 90°C sous pression réduite après contact de quelques minutes, le mélange est séparé par filtration qui est réalisé par des filtres automatiques de type NIAGARA (**SDRIBAN, 1988**).

Désodorisation

La dernière opération industrielle est la désodorisation, celle-ci a pour but d'éliminer de l'huile les constituants volatils naturels ou qui sont accidentellement formés par oxydation (aldéhyde, acétone..). De plus la désodorisation réduit de manière importante les stérols et les tocophérols (**PLATON, 1988**). L'huile est chauffée à une température élevée 180-280°C, pendant que l'on y injecte de la vapeur de l'eau surchauffée qui entraîne les composés odorants. L'huile est ensuite refroidie sous vide jusqu'à une température de 40°C, température exigée pour éviter l'oxydation de l'huile avant le stockage, elle est alors prête à être livrée au consommateur.

2.4. Résultat du raffinage

Le raffinage permet d'obtenir une huile débarrassée de ses impuretés, dont la saveur est discrète et agréable, et qui présente toutes les garanties sur le plan de l'hygiène alimentaire.

Les composés éliminés au cours du raffinage sont résumés dans le tableau V.

Tableau V: Constituants indésirables dans les huiles « brutes » éliminés au cours du raffinage (XAVIER PAGES, 2008)

Nature des constituants	Pourcentage ou teneur	Origine	Inconvénients de leur présence
Acides gras libres	0.3 à 5%	Constituants naturels libérés par hydrolyse	Gout, fumée à chaud Hydrolyse Instabilité organoleptique
phospholipides	0.2 à 1.8%	Constituants naturels	Aspect trouble Instabilité organoleptique Dépôt et brunissement à chaud
Produits d'oxydations	Variable avec l'état de la matière première	Auto-oxydation	Instabilité organoleptique Couleur Nutrition
flaveurs	<0.1%	Naturelles Auto-oxydation	Odeur Gout
Cires	N × 100mg/kg	Constituants naturels	Aspect trouble
pigments	N× 10mg/kg	Constituants naturels	Couleur Instabilité organoléptique
Métaux (fer, cuivre)	N×en mg/kg	Constituants naturels contaminants	Catalyseurs d'oxydation
Contaminants Métaux lourds Pesticides HAP (hydrocarbures polycycliques aromatique) Mycotoxines	N×10mg par tonne	contaminants	Hygiène alimentaire santé

1. Généralités

Dans l'opération de démucilagination on cherche à éliminer certains éléments contenus dans l'huile qui ne sont pas des triglycérides et qui ont une action nuisible au cours du raffinage et durant la conservation de l'huile ou de son utilisation (**FRANÇOIS, 1974**).

Les huiles brutes contiennent de faibles quantités de substances appelées "mucilages", qui sont des phospholipides, principalement des lécithines. Il est indispensable, si l'on veut obtenir une huile de bonne qualité de les éliminer. Les teneurs en phospholipides des huiles brutes dépendent du mode de trituration employé et surtout de la matière première, pratiquement absente dans les huiles concrète (Palme, palmiste, coprah); elles peuvent représenter 1.5% dans l'huile de tournesol et 3% dans celle de soja (**IKA AMALIA, 2005**).

L'élimination incomplète de composés phosphorés provoque toute une série de difficultés tout au long du processus de raffinage:

- Les composés phosphorés, en présence d'eau, forment des précipités dits "mucilages" qu'il n'est pas possible d'admettre dans une huile de consommation.
- Des métaux lourds, en particulier le fer et le cuivre qui sont de puissants catalyseurs d'oxydation sont souvent liés aux phospholipides. Une huile mal dégommée s'acidifie, s'oxyde et prend rapidement un goût désagréable pendant le stockage.
- L'élimination incomplète des composés phosphorés, au cours de la neutralisation alcaline, crée toute une série de difficultés ultérieures : émulsion (donc pertes anormales au lavage), formation de mousses au séchage (avec des pertes dans les circuits de vide), désactivation de la terre décolorante et colmatage rapide des filtres, inhibition de la décoloration thermique lors de la désodorisation (avec parfois même, un obscurcissement de la couleur).
- Les phosphatides arrivant au désodorisant, vu les températures élevées de celui-ci, peuvent provoquer l'apparition des composés sombres qui détériorent la qualité de l'huile.

C'est ainsi que l'opération démucilagination conditionne l'ensemble des opérations ultérieures. Les paramètres de conduites de cette opération sont généralement en fonction de la qualité de l'huile brute à traiter.

2. Huiles soumises au dégommeage

Il y a deux groupes principaux d'huiles végétales comme point de départ pour les processus de dégommeage:

- Huiles qui n'ont pas été dégommées (brute).

- Huiles dégommées avec de l'eau (opération qui est réalisée d'habitude à la sortie de l'extracteur)

Les huiles du premier groupe contiennent de grandes teneurs en phospholipides hydratables et celles du second groupe, contiennent les non hydratables. Quelques auteurs signalent qu'il convient d'avantage de faire un dégommeage avec de l'acide dilué directement sur les huiles brutes (**RORIGUEZ GARRIDO, 1999**).

3. Elimination des phospholipides

Les huiles brutes contiennent deux types de phospholipides:

- Les phospholipides hydratables (PH): les charges positives et négatives de la Phosphatidylcholine et le groupe hydrophile du Phosphatidyléthanolamine les rendent facilement hydratables.
- Les phospholipides non hydratables (PNH): sont principalement les sels de calcium, de magnésium, ou de fer des acides phosphatidiques et de la phosphatidylinositols. L'élimination de ces phospholipides est plus difficile et nécessite un traitement à l'acide.

Les PNH sont traités avec des acides forts tels que l'acide phosphorique (0.1 à 0.3% d'une solution à 75%) ou l'acide citrique (0.1 à 1 % d'une solution de 30 à 50%) pour donner des sels monovalents et des acides.

L'efficacité du dégommeage, qui dépend essentiellement de la teneur en PNH est fortement influencée par:

- La température de la trituration, l'humidité des graines et des flocons, et l'inactivation de la phospholipase D qui influencent fortement la teneur en PNH dans l'huile brute.
- La qualité des graines ou des fruits dont l'huile a été extraite.
- La qualité de l'huile brute: cette dernière sera d'autant plus préservée que l'huile ne sera stockée avant l'étape de dégommeage.

Un dégommeage de l'huile fraîche permet aussi d'éviter la précipitation des gommages pendant un stockage ou un transport (**WERNER & al., 2010**).

4. Mécanisme de la démucilagination

Les phosphatides s'adsorbent aux interfaces (huiles-air), (huile-eau) en donnant des couches condensées.

L'ajout de l'eau à une huile brute contenant des phosphatides hydratables, induit la formation progressive d'un trouble à l'interface (huile-eau) qui sédimente. L'apparition de cette nouvelle phase est due à la formation de feuillets moléculaires provenant de l'association des groupements polaires des phosphatides avec l'eau (**FRANÇOIS, 1974**).

L'acide phosphorique décompose des sels de calcium et de magnésium des acides phosphatidiques, et comme conséquences se forme des précipités de phosphates de calcium et de magnésium et libération d'acide phosphatidiques (**DIJKSTRA, 1998**).

Outre l'acide phosphorique, l'acide citrique est utilisé d'une part, pour la décomposition des sels, calcium et magnésium des acides phosphatidiques et d'autre part, comme agent chélatant afin de maintenir les métaux solubles dans l'eau (**KOVARI, 2004**).

5. Facteurs influençant la démucilagination

5.1. qualité des mucilages présents dans l'huile

L'huile de soja contient des phosphatides hydratables et non hydratables, la proportion de ces derniers est élevée de 5 à 10%, c'est pour cette raison que sa démucilagination est difficile à réaliser malgré l'entraînement d'une faible quantité de phosphatides non hydratables par la précipitation des phosphatides hydratables (**FRANÇOIS, 1974**).

La présence de sel de Phosphatidyléthanolamine (PE) seul dans l'huile ne peut être éliminé par le dégommeage à l'eau, cependant lorsqu'il est présent avec d'autres phosphatides hydratables tel que la Phosphatidylcholine (PC), son élimination est plus ou moins facile. (**DIJKSTRA, 1998**).

5.2. Température

Le mélange doit être fait à basse température pour obtenir un bon contact entre l'huile et le réactif et éviter la formation d'émulsion.

- ✓ Si la température augmente de façon progressive, la précipitation augmente jusqu'à un maximum.
- ✓ si la température du mélange de l'huile et des phosphatides hydratés est inférieure à 40°C, les phosphatides précipités ont une structure semi cristalline qui permet leur élimination facilement, et la diminution de la perte d'huile neutre.

- ✓ Quand la température est supérieure à 60°C, même si la séparation est bonne, les gommages sont d'habitude brunes ou noires.

Cependant dans les systèmes continus, où les phosphatides sont éliminés avec les savons à l'étape de neutralisation alcaline, on obtient de très bons résultats en réalisant le dégommeage aux alentours de 80°C (MENDEZ, 1999).

A des températures supérieures à 80°C, il se produit une décomposition des mucilages et une partie de fraction phospholipide repasse en solution dans l'huile, avec la formation des floccules plus durs (mucilage complément hydratés) (FRANÇOIS, 1974).

Les huiles ne peuvent jamais être chauffées au-dessus des températures nécessaires pour le traitement. La vitesse d'oxydation des huiles est approximativement triplée pour chaque augmentation de 10°C. Ceci implique que l'équipement et le mode de traitement garantissent à la température la plus basse possible (WOERFEL, 2008).

5.3. Agents dégommeants

Le choix des produits dépend :

- ✚ De la qualité des mucilages présents ;
- ✚ De la qualité de l'huile que l'on désire obtenir ;
- ✚ Enfin de l'utilisation des mucilages séparés (FRANÇOIS, 1974).

Plusieurs acides sont utilisés pour le dégommeage comme l'acide phosphorique, citrique, acétique, oxalique, etc. De façon générale, l'acide phosphorique est largement utilisé, car il se forme une liaison forte entre les groupements phosphates et les ions calcium, fer, et magnésium. Il était recommandé en particulier pour le dégommeage de l'huile de soja, mais l'acide citrique est une excellente alternative, bien que plus coûteuse, et l'anhydride acétique a également été utilisé pour le dégommeage de cette huile. L'efficacité de dégommeage de six agents (l'eau, acide citrique, phosphorique, oxalique, anhydride acétique, et maléique) a été comparée sur les huiles brutes de colza, de soja et de tournesol. Dans les conditions testées, l'eau s'est révélée l'agent le moins efficace et l'efficacité de chaque acide dépend de l'huile utilisée. Pour l'huile de colza l'acide citrique et l'acide phosphorique sont les plus efficaces avec respectivement 91 et 93% d'élimination des gommages. Pour l'huile de soja l'élimination est supérieure à 98%, pour tous les acides. Dans le cas de l'huile de tournesol c'est l'anhydride maléique et l'acide oxalique qui sont les plus performants (IKA AMALIA, 2005).

On doit toujours s'assurer que les produits utilisés n'introduisent pas d'impuretés indésirables et qui sont eux-mêmes éliminés (FRANÇOIS, 1974).

5.4. Qualité et quantité d'eau

Si on ajoute trop d'eau lors de l'hydratation, au moment de centrifugation, il y aura une phase de gommages de couleur jaune brunâtre, due au contenu excessif en huile neutre.

Si on ajoute peu d'eau, l'unique phase aqueuse (gomme) est plus sombre et l'huile contient plus de phosphore que l'exige sa commercialisation. Ainsi la qualité d'eau est un facteur très important pour le dégomme de l'huile de soja.

L'utilisation d'une eau contenant des minéraux bivalents (calcium et magnésium) augmente le risque de formation des phosphatides hydratables (**KANAMOTO & al., 1981 ; GRACIANI CONSTANCE ,1999**).

L'analyse d'huile brute démucilaginée avec l'eau chaude montre qu'elle contient des quantités résiduelles d'acide phosphatidique (PA) et de Phosphatidyléthanolamine (PE), par contre elle est dépourvue de Phosphatidylcholine (PC) et de phosphatidylinositols (PI), ceux-ci s'expliquent pas le fait que les (PC) et (PI) sont complètement hydratables alors que (PE) et (PA) sont partiellement hydratables (**DIJKSTRA, 1998**). Le tableau VI, illustre les vitesses d'hydratation des différents phosphatides.

Tableau VI : vitesse relatives d'hydratation des différents phospholipides (GIBON, 1998)

Types de phospholipides	Vitesse d'hydratation (%)	
	phospholipide	Sel calcique
Phosphatidylcholine	100	-
Phosphatidylinositol	44	24
Phosphatidyléthanolamine	16	0.9
Acide phosphatidique	8.5	0.6
phytosphingolipides	-	8.5

La qualité d'eau ajoutée peut être adaptée en fonction de la teneur en phosphatides de l'huile brute de départ, mais normalement le volume ajouté tourne autour de 2% (**ERICKSON, 1989**).

5.5. Temps de contact

La précipitation des phospholipides, dans la pratique, est atteinte au maximum entre 15 et 30 minutes. Cependant, la réaction entre l'huile et l'acide immédiate et des temps de traitement excessivement longs provoque la formation de composés non hydratables (**MENDEZ, 1999**).

5.6. Agitation

- ✓ Si on utilise une forte agitation, avec un temps de contact très court, ou une agitation modérée, avec un temps de contact plus long, on aura séparation des mucilages dans les deux cas.
- ✓ Si on utilise une agitation violente et que l'on prolonge le temps de contact, on obtient l'effet inverse à celui recherché par une trop grande dispersion des mucilages dans l'huile et la formation des fines micelles qui sont très difficiles à séparer (FRANÇOIS, 1974).

6. Influence des mucilages résiduels sur le raffinage

Au cours de la décoloration il se produit une adsorption des phosphatides sur terre ou le charbon activé au détriment de l'adsorption des pigments. Les températures élevées qui dépassent les 160°C lors de la désodorisation, altèrent les phosphatides résiduelles qui se précipitent, sous forme de particules plus ou moins dispersées dans l'huile. La présence d'une quantité importante de mucilage dans une huile et c'est le cas du soja, se traduit pas des mousses gênant les différents stades de la fabrication, chaque fois que l'huile est brassée avec l'air ou que l'on fait parvenir un courant de vapeur dans celle-ci (FRANÇOIS, 1974).

7. Influence des mucilages résiduels sur la conservation

Les phosphatides au contact de l'eau s'hydratent puis s'insolubilisent ce qui se traduit par un trouble donnant un aspect peu engageant à l'huile. Les phosphatides évoluent dans le temps, libèrent leurs constituants aminés qui communiquent à l'huile une saveur et une odeur désagréables. Ces phosphatides donnent aussi une saveur forte et amère à l'huile de soja. Ils sont des éléments d'instabilité ou des facteurs de réversion de la valeur commerciale et alimentaire (FRAÇOIS, 1974).

8. Différents types de dégomme

Dégomme à l'eau

Dans le dégomme à l'eau, l'huile brute est chauffée aux alentours de 90°C puis additionnée d'eau chaude, le mélange sera bien agité, après un temps de contact de 5 minutes, les phosphatides hydratés sont alors séparés de l'huile par la centrifugation (DIJKSTRA, 1998).

Le dégomme à l'eau permet de produire de la lécithine de soja (lécithine alimentaire) car la principale source de la lécithine est l'huile de soja.

Dégomme à l'acide

Il est basé sur un contact entre l'huile brute chauffée et une substance saisissant les ions Ca^{2+} et Mg^{2+} présents dans l'huile pour transformer les sels de ces ions de phosphatides en phosphatides hydratables qui flocculeront et qui pourront se séparer par centrifugation (**GARCANI CONTANTE, 1999**).

Dégomme à sec

L'opération de dégomme à sec est conduite en combinant le dégomme acide et la décoloration en une seule étape.

L'acide (0.05 à 1.2%) est dispersé dans l'huile chaude (80-100°C) pour décomposer les phospholipides non hydratables. Une quantité de terre activée (1 à 3 %) est ajoutée pour fixer l'acide phosphatidique libéré et l'excès d'acide ajouté. Cette opération est réalisée à 120-140°C sous pression réduite (**CMOLIK & al., 2000**).

Dégomme SOFT

Le dégomme SOFT développé par Tirtiaux est un nouveau procédé de dégomme physico-chimique qui permet d'éliminer complètement les cations métalliques et d'extraire rapidement les phospholipides.

Il est basé sur la mise en contact de l'huile brute, ou dégommée à l'eau avec une solution aqueuse d'un agent chélatant : l'acide éthylène diamine tétra acétique (EDTA) ou l'un de ses sels.

Le dégomme SOFT peut être décomposé en deux étapes : une étape de complexations menant à une augmentation de l'hydratabilité de l'acide phosphatidique et de la Phosphatidylcholine, suivie d'une étape de transfert de la totalité des phospholipides (PH et PNH) en phase aqueuse.

Il est appliqué aux huiles de graine de lin, de soja, de tournesol, de colza et de palme. Il permet d'atteindre des taux de phosphores résiduels inférieurs à 5ppm (**IKA AMALIA, 2005**).

Dégomme enzymatique

La méthode la plus récente pour dégommer les huiles végétales est le dégomme enzymatique. Cette technique a été développée par Lurgi. Sous l'action de la phospholipase, les phospholipides non hydratables sont convertis en lysophospholipides, insolubles dans l'huile, et séparés par centrifugation continue (**IKA AMALIA, 2005**).

Dégommage micellaire

Ce dégommage met en œuvre les techniques membranaires. L'application de cette technique au raffinage des huiles ouvre de larges perspectives car ce sont des procédés simples, avec une faible consommation énergétique, facilement extrapolables, et ne nécessitent pas de produits chimiques additionnels. Plusieurs auteurs ont montré que cette technique permet d'éliminer totalement les phosphatides, tout en retenant les pigments et certains acides gras libres (**IKA AMALIA, 2005**).

9. Contrôle de l'efficacité de la démucilagination

Lorsqu'une huile dégommée est agitée avec de l'eau, l'émulsion doit disparaître rapidement et de manière propre, ne laissant qu'une couche d'huile limpide. Si toutes les gommages (lécithines) ne sont pas enlevées, l'émulsion prendra plus de temps à disparaître et la couche d'huile restera floue. Pour déterminer exactement la quantité du mucilage dans l'huile, on utilise un turbidimètre pour mesurer le degré de nébulosité (**AHMED & al., 2008**).

La seule mesure valable est le dosage du phosphore dans l'huile démucilaginée. Cette analyse est délicate et ne peut être effectuée qu'en laboratoire.

Faisant suite aux démarches, correspondant à la qualité du produit, mises en place dans les entreprises dans les années 1980, le Management Environnemental désigne des méthodes de gestion et d'organisation de l'entreprise apparues dans les années 1990. C'est une démarche qui reste encore aujourd'hui innovante, car elle vise à prendre en compte de façon systématique l'impact des activités de l'entreprise sur l'environnement, à évaluer cet impact et à le réduire.

Elle consiste donc à Intégrer l'environnement dans la gestion et la stratégie de l'entreprise. Le Management Environnemental s'inscrit donc dans une perspective de développement durable: il implique une interdépendance entre développement économique et qualité de l'environnement. Les impacts environnementaux sont évalués en fonction de leur gravité et de leur fréquence. La certification ISO 14001, s'appuie sur le respect des exigences du SME pour faciliter l'accès aux appels d'offres.

CO.G.B reconnaît que ses activités peuvent avoir un impact sur l'environnement et s'engage à mettre en œuvre et à maintenir un Système de gestion environnementale permettant de prendre en compte les aspects environnementaux de ses activités.

1. Objectifs, cibles et Programmes de management environnement

Pour chaque impact significatif, il est important de fixer des objectifs et cibles, cohérents avec la politique, prenant en considération l'ensemble des exigences (légales, financières, opérationnelles, commerciales, parties intéressées...). Ce système de management est basé sur les priorités dégagées lors de l'analyse environnementale, il englobe :

- Objectifs et cibles environnementaux (si possible quantifiés) ;
- Mesures pour atteindre ces objectifs et cibles ;
- Echéances fixées pour les mettre en œuvre ;
- Moyens (financiers et humains) ;
- Responsables gérants le système.

Il s'agit du plan d'action à mettre en œuvre pour atteindre les objectifs et cibles (responsabilités, moyens, délais).

A ce stade, le programme environnemental est établi, il reste à le mettre en œuvre et à le faire fonctionner.

2. L'Entreprise et l'Environnement

La famille ISO 14000 répond à la bonne gestion de la relation de l'entreprise avec l'environnement en traitant les divers aspects.

La mise en place d'un système de management de l'environnement conformément à la norme ISO 14001 permet aux entreprises et organisations soucieuses de la préservation de l'environnement de mieux identifier et maîtriser leurs impacts environnementaux en vue de satisfaire les exigences liées à la protection de l'environnement et de s'inscrire ainsi dans une démarche de développement durable.

3. Certification

La certification est une procédure par laquelle une tierce partie donne une attestation écrite (un certificat) qu'un produit, un processus ou un service est conforme à des exigences spécifiques et donc à des normes particulières. Elle justifie le respect d'une norme et fournit une preuve de compétence afin d'obtenir la confiance des parties prenantes. Il existe trois types de certification : la certification des personnes, des produits et enfin des entreprises. On utilise aussi le terme « l'enregistrement » au lieu de « certification ». Bien que ces deux termes soient interchangeables, l'enregistrement signifie que l'organisme de certification enregistre la certification dans son registre de clients. En effet, la certification est le terme le plus largement utilisé dans le monde (**ROMANI, 2010**).

4. Normalisation

4.1. Norme

La norme est une spécification technique ou tout autre document accessible au public, établie avec la coopération et le consensus ou l'approbation générale de toutes les parties intéressées, fondée sur les résultats conjugués de la science, de la technologie et de l'expérience, visant à l'avantage optimal de la communauté dans son ensemble, et approuvée par un organisme qualifié sur le plan national, régional et international (**CHIARADIA-BOUSQUET, 1994**).

4.2. Norme internationale ISO

ISO (International Organisation for Standardisation), est une organisation internationale créée en 1946. Elle a son siège à Genève et regroupe 91 pays. Elle a publié plus de 7000 normes dont 500 à 600 pour l'agriculture. L'ISO est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (**LOUARN, 1999**).

L'Objectif de l'ISO est de favoriser le développement de la normalisation dans le monde en vue de faciliter, entre les nations, les échanges de marchandises et les prestations de services, et de réaliser une entente mutuelle dans les domaines intellectuel, scientifique, technique et économique. (**GODON & LOISEL, 1984**).

Les normes ISO contribuent à un développement, à une production et à une livraison des produits et des services plus efficaces

5. Le HACCP

HACCP est l'acronyme bien connu de *Hazard Analysis Critical Control Point*. Il s'agit d'un système d'analyse des dangers et des points critiques pour leur maîtrise. Cette méthode est devenue, au plan mondial, synonyme de sécurité des aliments. A l'origine, le concept du HACCP a été développé comme un système de sécurité microbiologique au début du programme spatial américain, dans les années 1960, pour garantir une sécurité des aliments pour les astronautes (éviter les courantes en apesanteur par exemple). Le système d'origine a été conçu par *Pillsbury Company*, en coopération avec *la National Aeronautics and Space Administration* (NASA) aux Etats-Unis et les laboratoires de l'armée américaine (**BOUTOU, 2008**).

5.1. Les principes d'HACCP

Principe 1 : procéder à une analyse des dangers.

Principe 2 : Identifier les points critiques pour la maîtrise (CCP)

Principe 3 : fixer le (les) seuil(s) critique(s).

Principe 4 : mettre en place un système de surveillance permettant de maîtriser les CCP au moyen d'essai ou d'observations planifiées.

Principe 5 : Déterminer les mesures correctives à prendre lorsque la surveillance indique qu'un CCP donné n'est pas maîtrisé.

Principe 6 : appliquer des procédures de vérification afin de confirmer que le système HACCP fonctionne efficacement.

Principe 7 : constituer un dossier dans lequel figureront toutes les procédures et tous les relevés concernant ces principes et leur mise en œuvre.

6. ISO 22000

L'ISO 22000, norme de management de la sécurité sanitaire des aliments est un outil intéressant à utiliser car centré sur la gestion de la sécurité sanitaire. HACCP et en particulier l'étape de l'analyse des dangers y sont les moteurs, inclus dans un système d'amélioration continue. Les bonnes pratiques d'hygiène y constituent le socle. Appliquée depuis peu (2005), la norme permet de structurer en profondeur l'ensemble de l'organisation, visant un objectif collectivement partagé : maîtriser les risques sanitaires pour garantir des produits sûrs. La norme implique l'ensemble des catégories de personnels. Le système d'organisation ISO 22000 permet à chacun d'adopter une attitude « pro et propre » (BOUTOU, 2008).

7. ISO 14001

La norme ISO 14001 est créée par l'Organisation internationale de Normalisation (ISO). C'est une norme internationale qui précise la structure et les principes d'un SME. Elle fait partie de la série de normes ISO 14000 qui regroupe les normes environnementales. Celle-ci bénéficie d'une reconnaissance internationale. Ce type de norme, notamment la Norme ISO 14001 (publiée en 1996 et révisée en 2004) est la norme la plus couramment utilisée. Elle offre essentiellement une garantie de reconnaissance et de validation pour les différents acteurs de la société.

Ce sont des normes stables, dans le temps et dans l'espace, car elles sont universellement reconnues. L'ISO 14001 repose sur une démarche volontaire, son approche par l'organisation de l'entreprise se fonde sur l'engagement d'une politique de la mise en place d'un système auto-améliorant, et obéit au principe de l'amélioration continue.

La mise en place d'un système de management environnemental (certifié ou pas) conformément aux exigences de la norme ISO 14001 et permet d'impliquer l'ensemble du personnel d'un organisme quel que soit le niveau hiérarchique et les fonctions concernées, et surtout de s'engager dans un processus dynamique et cyclique d'amélioration continue et d'auto-évaluation des risques environnementaux.

Les entreprises utilisant le HACCP sont à même de fournir de meilleures garanties aux sujets de la sécurité des aliments aux consommateurs ainsi qu'aux autorités de réglementation de l'alimentation (**BOUTOU, 2008**).

On déduit que ces deux systèmes ISO14001 et HACCP sont compatibles, car ils démarrent des mêmes principes qui :

- Assurent la propreté du milieu de travail ;
- Réduisent le maximum d'impact sur le produit et l'environnement ;
- S'engagent dans l'amélioration continue en assurant un système de management efficace.

1. Présentation de l'organisme

Le présent travail a été réalisé au niveau du complexe des corps gras de Béjaïa (CO.G.B). Ce complexe est créé sous la tutelle du ministère des industries légères. Il a été installé en 1987 et a commencé la production en 1988. Ensuite, il est devenu la société de la S.P.A-CO.G.B dont la mission consiste en la transformation des matières grasses d'origine animale et végétale, la fabrication de produits de grande consommation, ainsi que des produits destinés à d'autres industries (Documentation intérieure de l'entreprise CO.G.B *LaBelle*).

SPA possède deux unités de production :

- Unité de production N°7 : où se trouve la direction générale, elle est chargée du raffinage d'huile, production de savon de ménage et savonnette.
- Unité de production N°8 : chargée du raffinage d'huile, fabrication du savon de ménage, savonnette, et la graisse végétale aromatisée.

Ce complexe (UP7) est implanté dans la zone industrielle la ville de Bejaia, il occupe une superficie de 108800m² dont 56500m² sont couverts.

L'implantation de l'UP7 n'est pas arbitraire mais elle à une stratégie industrielle pour qu'elle soit à coté du port qui donne l'avantage de l'opération de l'import export sachant que la plupart de ses matières premières sont importées, qui facilite la tâche de commercialisation des marchandises.

2. Evolution de CO.G.B *LaBelle*

Les travaux de construction ont débuté au début du 20^{ème} siècle. Ils sont effectués par la société industrielle de l'Afrique du nord (SIAN), son rôle consistait en extraction de l'huile d'olive et la fabrication de savon.

En 1940, la société a commencé par produire ses premiers savons de première qualité et le raffinage d'huile de colza et de tournesol, mais sa production a du être arrêtée à cause de la 2nd guerre mondiale, mais vite reprise après sa fin.

En 1953, l'entreprise s'est mise à la fabrication du savon de ménage « mon savon ». Quelques années plus tard, cette entreprise a fait l'objet d'une nationalisation et ce en 1968 et rattachée à la SNCG (société nationale des corps gras).

L'année 1973 a vu la naissance de la SOGEDIA (société de gestion et de développement des industries alimentaires). Puis elle a été transformée en 1982 ce qui a donné naissance à trois entreprises à savoir :

Chapitre I Présentation de l'organisme d'accueil (CO.G.B « LaBelle » UP7)

- ENCG (entreprise nationale des corps gras) ;
- ENJUC (entreprise nationale des jus et des conserves) ;
- ENASUCRE (entreprise nationale du sucre) ;

En 1998, l'entreprise mère ENCG est devenue le groupe ENCG composé de cinq filiales réparties sur le territoire national comme suit : Bejaia, Alger, Maghnia, Oran et Annaba. La CO.G.B Bejaia est composé de deux unités de production et un seul siège social.

En 2005, La CO.G.B Bejaia est entrée officiellement en partenariat avec l'entreprise « *LaBelle* », cette dernier est une SPA.

Parmi ces nombreuses tache on site :

- Raffinage, conditionnement, commercialisation et ventes d'huile végétale ;
- Fabrication de savon de ménage, de toilette et de la glycine, commercialisation et ventes ;
- Fabrication de margarines, PVA, shortenings, commercialisation et ventes ;
- Fabrication de produits dérivés d'huile, commercialisation et ventes.
- Production d'acides gras distillés.
- Fabrication des emballages plastiques (PEHD, PVC, PET).

Comme toute entreprise l'UP7a tracé les objectifs suivants :

Les objectifs tracés par l'entreprise du groupe *LaBelle* sont :

- Satisfaire dans une large mesure les besoins nationaux des produits alimentaires ;
- Répondre aux besoins des consommateurs en terme de qualité ;
- Accroître les capacités de production par la création d'autre unité de production ;
- Lancement de nouveaux produits et élargir sa gamme de production ;
- Affirmer sa présence sur le marché et dans toutes les régions Algériennes ;
- Exploiter, gérer et développer principalement les activités de productions d'huile alimentaire et industrielle, du savon, de margarine et autre activités industrielles liées à son objet.

3. Présentation du laboratoire

Le laboratoire de l'E.N.C.G comprend quatre laboratoires :

- Laboratoire des huiles.
- Laboratoire des savons.
- Laboratoire de traitements des eaux.
- Laboratoire de margarine.

Le service laboratoire a pour objectif d'améliorer la qualité des produits fabriqués par l'analyse des matières premières, les auxiliaires, les produits en cours du traitement et les produits finis.

4. Potentiel de production

Le complexe des corps gras de Bejaia est conçu pour la fabrication de :

- Raffinage d'huile : 530Tonnes /j ;
- Production savon de ménage « ANTILOPE »: 150 Tonnes/ j ;
- Production savon de toilette « PALME » et « NESRIA »: 50Tonnes/ j ;
- Production Glycérine : 50 Tonnes / j ;
- Production Acides Gras Distillés : 20 Tonnes / j ;
- Production Margarines : 80 Tonnes/ j ;
- Production PVA : 30 Tonnes/ j.

5. Capacité de stockage

Le complexe a une capacité de stockage de 36000 tonnes au niveau de 12 bacs de stockage de 1200m³ et 12 bacs de stockage de 500 m³.

- 04 bacs de stockage de 500m³ d'huile raffinée.
- 04 bacs de stockage de 500m³ de suif.
- 04 bacs de stockage de 500m³ de coprah.
- 02 bacs de stockage de 500m³ d'acide gras distillés.

Au niveau du port :

- 03 bacs de stockage de 1000m³ de suif.
- 08 bacs de stockage de 500m³ de suif.
- 04 bacs de stockage de 500m³ de coprah.

6. Organigramme de l'organisme

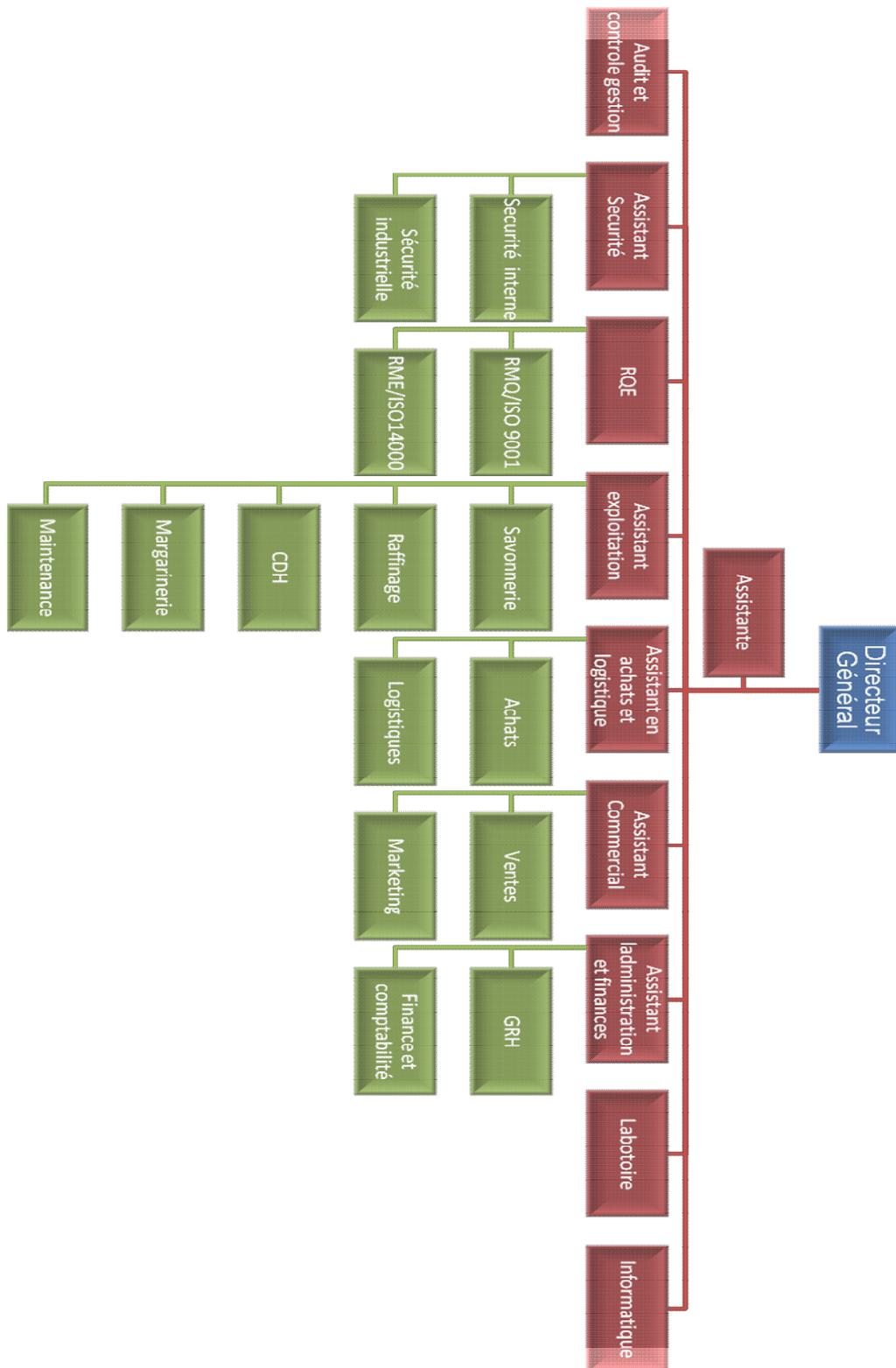


Figure 6 : Organigramme de l'UP7

1. Echantillonnage

Les prélèvements des échantillons ont été effectués à l'atelier de raffinage de CO.G.B au niveau des différents procédés chimiques.

Les différents échantillons représentatifs prélevés sont :

- ✓ Huile brute au niveau de pompe d'alimentation N°1.
- ✓ Huile démucilaginer à la sortie de séparateur centrifuge.
- ✓ Mucilages à la sortie de séparateur centrifuge.
- ✓ Mucilages prélevés dans le camion destinés à la vente.

Les différents matériels et réactifs utilisés pour la réalisation des analyses sont résumés dans l'annexe 3.

Le choix de cette huile était basé sur le programme de la raffinerie des huiles végétales, durant notre période de stage, et pour concrétiser notre travail, nos échantillons ont été prélevés sur une ligne de raffinage qui fonctionne suivant le mode chimique.

2. Analyses effectuées sur l'huile brute et démucilaginée de soja

2.1. Acidité [ISO 660]

L'acidité est un paramètre important pour estimer l'efficacité de la démucilagination effectué pour l'huile brute et démucilaginée.

C'est le pourcentage d'acides gras libres exprimés conventionnellement selon la nature du corps gras (les principes, mode opératoire et les méthodes de calcul sont dans l'annexe 4).

2.2. Dosage du phosphore

C'est la détermination de taux de phosphore au cours de processus du raffinage. Pour cela on a utilisé deux méthodes.

Méthodes 1 : Dosage colorimétrique du phosphomolybdate (colorimètre bleu) (principe, mode opératoire et méthode de calcul sont dans l'annexe 4, 5, 6, 7, 8 et 9).

Méthodes 2 : dosage sur phosphore par séchage (mode opératoire et méthode de calcul annexe 9).

2.3. Impureté insoluble

Teneur en impureté insolubles, poussières et autres matières étrangères qui sont insolubles dans le n-hexane ou l'éther de pétrole, exprimées en pourcentage massique [**selon iso 663-1983**] (principe, mode opératoire et méthode de calcul sont dans l'annexe 9 et 10).

3. Analyses effectués sur les mucilages

A. Analyse de la phase grasse des mucilages (phase supérieure formée d'un mélange d'huile et de phosphatides) [manuel de l'entreprise]

C'est une analyse effectuée afin de déterminer le pourcentage de chaque composant du mucilage (mode opératoire et méthode de calcul sont dans l'annexe 10 et 11).

B. Analyses de la phase aqueuse des mucilages (phase inférieure formée d'eau acide)

1. Matières en suspension [norme AFNOR T90-10]

Ce sont des particules solides très fines et généralement visibles à l'œil nu, théoriquement, elles ne sont ni solubilisées, ni à l'état colloïdale.

Elles déterminent la turbidité de l'eau. Elles limitent la pénétration de la lumière dans l'eau, diminuent la teneur en oxygène dissous et nuisent au développement de la vie aquatique (principe, mode opératoire et méthode de calcul sont dans l'annexe 11 et 12).

2. Potentiel hydrogène « pH »

Le ph mesure l'activité chimique des ions hydrogènes H^+ en solution aqueuse (principe et mode opératoire sont dans l'annexe 12 et 13).

1. Résultats des analyses effectuées sur l'huile brute et démucilaginée de soja

De multiples prélèvements ont été effectués sur l'huile brute et démucilaginée de soja, au niveau de l'atelier de raffinage du complexe de CO.G.B de Bejaia.

Le tableau VII illustre les différents pourcentages d'acidité et impuretés insolubles dans l'huile brute et l'huile démucilaginée.

Tableau VII: taux d'acidité et d'impuretés de l'huile de soja brute (H.B) et démucilaginée (H.D)

Analyses	Résultats en (%)		Norme de l'entreprise
	H.B	H.D	
Acidité	0.51	0.77	H.B=2 H.D=2.1
Impuretés insolubles	0.29	0.11	1Max

- Pour l'acidité, on constate que, les résultats obtenus après analyse de l'huile brute sont au-dessous des normes, ce qui montre le bon déroulement des opérations d'extraction et de stockage, cela implique que l'huile peut subir les différentes étapes du raffinage pour être prête à la consommation. L'acidité légèrement augmentée dans l'huile démucilaginée par rapport à l'huile brute, est due à la présence d'acide phosphorique (solution H_3PO_4) qui est nécessaire à la réalisation de la démucilagination.
- le taux d'impuretés est négligeable, ce qui traduit la bonne qualité de l'huile analysée et le bon déroulement de l'opération de démucilagination. En effet, cette dernière participe à la diminution des impuretés insolubles dans l'huile.

1.1. Teneur du phosphore avec la méthode de séchages et celle du dosage colorimétrique du phosphomolybdate : sur l'huile brute et démucilaginée

Le tableau VIII démontre les résultats obtenus du dosage du phosphore suivent les deux méthodes d'analyses utilisées sur les deux types d'huile.

Tableau VIII : Teneurs en phosphore avec les deux méthodes : séchages et dosage colorimétrique du phosphomolybdate sur l'huile brute et démucilaginée

Huiles / Méthodes	H.B	H.D	Norme de l'entreprise (%)
Dosage colorimétrique	0.15	0.004	H.B=0.5
Séchage	0.23	0.0057	H.D=0.001

Le dosage du phosphore permet d'apprécier l'efficacité de la démucilagination car l'élimination des phospholipides est plus importante durant cette étape.

L'analyse de l'huile brute a révélé que celle-ci contient un taux de phosphore de l'ordre de 0.15%, faible comparé à la norme requise qui est de 0.5%. Ce taux montre que l'huile a déjà fait l'objet d'une démucilagination à l'eau avant son traitement et surtout que cette huile a subi avec succès les étapes de trituration, de stockage des graines et de l'huile. De ce fait, elle est préconisée à un traitement avec une concentration adéquate d' H_3PO_4 , pour assurer l'élimination des phospholipides non hydratés.

Après la démucilagination, la teneur en phosphore (0.004%) est inférieure à celle de l'huile brute (0.15%), cela s'explique par l'élimination d'une part importante des phosphatides.

La teneur en phosphore de l'huile démucilaginée est au-dessus de la norme. Ceci s'explique par un excès d'acide phosphorique qui n'a pas réagi avec les mucilages présents dans l'huile brute. C'est pour cette raison qu'il faut procéder à une neutralisation afin d'éliminer l'excès de cet acide et d'obtenir les teneurs réelles en phosphatides.

D'après Antoniassi et *al.* 1998, le dosage du phosphore s'effectue après séchage et non pas après démulcination car le phosphore contenu dans l'huile démulcinée ne représente pas celui des phosphatides seules, à cause de la présence de traces d'acide phosphorique dans l'huile.

En comparant nos résultats avec les deux méthodes réalisées sur le même échantillon, on déduit que la première méthode est la plus fiable car elle est plus précise.

2. Résultats des analyses effectuées sur les mucilages d'atelier et les mucilages rejetés

2.1. La phase grasse

Les résultats obtenus dans le tableau suivant sont une moyenne de six échantillons des mucilages d'atelier, et trois de ceux des rejets.

Tableau IX: Valeurs de différents constituants des mucilages d'atelier (M.A) et les mucilages rejetés (M.R)

Composants en (%)	Huile neutre	mucilage	eaux	impuretés
Normes	< 5%	< 15%	< 80%	< 1%
M.A	6	17.08	75.72	1.2
M.R	1.8	15.33	81.37	1.5

Les résultats obtenus dans le tableau VIII sont une moyenne de six échantillons des mucilages d'atelier, et trois de celui des rejets.

Après centrifugation des mucilages d'atelier dissous avec la soude, on obtient un étagement de couches superposées constituées de trois phases :

- La phase supérieure formée d'huile neutre évaluée à 6%.
- La phase intermédiaire formée de phosphatides et d'huile retenue évaluée à 17.08%.
- La phase inférieure formée d'eau évaluée à 75.72% additionnée aux traces d'impuretés évaluées à 1.2%.

Les mucilages rejetés sont centrifugés directement, on obtient le même étagement des couches superposées que ceux d'atelier à des proportions différentes :

- Pour l'huile neutre : sa valeur supérieure à la norme implique obligatoirement une décantation de 48 à 72h afin de récupérer une partie de cette huile par pompage. Elle sera acheminée au florentin en tant qu'une huile industrielle.
- Pour les mucilages : on remarque une légère diminution du mucilage rejeté (15.33%) par rapport à celui d'atelier (17.08%), ceci est dû à la centrifugation qui a fractionné les flocons du mucilage en particules plus fines.
- Pour les eaux : l'augmentation du débit d'eau s'explique par la cassure des flocons du mucilage qui favorise la libération de la quantité d'eau emprisonnée.
- Pour les impuretés, elles résultent des interactions entre l'acide phosphorique et les composants minéraux (sels minéraux sous forme d'oxyde : le cuivre, le fer, l'aluminium) de l'huile brute. Elles démontrent l'élimination des métaux et des produits d'origines oxydatives.

2.2. La phase aqueuse des mucilages d'atelier

Les valeurs du pH et des MES sont représentés sur le tableau suivant, elles sont issues d'une moyenne de trois échantillons.

Tableau X : pH et MES de la phase aqueuse des mucilages d'atelier

Analyse	Valeurs obtenues	Norme de l'entreprise
pH	3	2 à 3
M.E.S	220ppm	200ppm

On constate que l'acidité des eaux de mucilages répond aux normes ; ces eaux rejetés sont acides vue la quantité considérable d'acide phosphorique contenu dans ces rejets.

Ces derniers pourraient être utilisés dans l'acidification des rejets basiques provenant des huiles et de la savonnerie en complément de la solution d'acide sulfurique qui permettra une consommation moindre que celle-ci au niveau de la station d'épuration.

On remarque que le taux d'M.E.S est supérieur à la norme, ceci s'explique par les réactions entre l'acide phosphorique et les sels minéraux de l'huile brute, en plus de l'acidification du milieu (Tableau X) et de la centrifugation qui favorise la suspension de ces résultants.

3. Impacts environnementaux des composants du mucilage

Dans beaucoup de pays, la politique de l'environnement comprend toutes les activités qui sont nécessaires pour atteindre les trois objectifs suivants (**PERRAUD, 2004**) :

- Assurer à l'être humain un environnement propice à sa santé et à son existence ;
- Protéger le sol, l'air, l'eau, la végétation et les animaux contre les effets néfastes de l'activité humaine ;
- Réparer les dommages causés par les activités humaines.

Eau

L'eau est le vecteur choisi par l'homme pour éliminer la majorité de ses déchets. Les multiples utilisations donnent lieu à la formation d'eaux usées. Par ailleurs, presque tous les processus industriels consomment de l'eau et rejettent des eaux résiduaires.

Ces dernières contiennent de nombreuses matières toxiques de natures organiques ou minérales représentant, selon les quantités mises en jeu, des dangers, de diverses natures pour les milieux récepteurs :

- Formation de mousses.
- Perturbation des processus biologiques.
- Altération de la qualité de l'eau souterraine après infiltration, par une pollution organique, une salinisation, une acidification, coloration, ou un empoisonnement.

Les eaux résiduaires contenant des graisses et des huiles peuvent par formation de films ou de couches superficielles, empêcher l'accès de l'air dans les cours d'eau, et causer des intoxications aux organismes vivants aquatiques. L'incidence des rejets d'eaux industrielles sur l'environnement peut s'apprécier au regard des élévations de température, des modifications de pH, des modifications de turbidité et des consommations d'oxygène qu'ils peuvent induire dans le milieu, ainsi que des effets spécifiques inhérents à chaque polluant ou groupe de polluants (**DEGREMENT, 1989**).

On peut considérer d'une manière générale, que les eaux résiduaires sont des mélanges hétérogènes comprenant des constituants insolubles (Matière flottantes, matières en suspensions...etc.) et solubles comme les éléments séparables par précipitation (Métaux, phosphates...etc.), qui sont classés en fonction des modes de traitement (**MATCHAT & SEMARA, 2006**).

Phase intermédiaire (huile retenue et phosphatides)

L'effet cumulatif des phospholipides et l'huile retenue au niveau de la végétation et du sol peut devenir néfaste, en particulier pour les espèces pérennes. L'accumulation des polluants dans le sol et leur absorption ensuite par les plantes, qui constituera une seconde forme d'accumulation racinaire puis foliaire.

Dans les milieux aquatiques, la présence de ces phospholipides peut entraîner la prolifération, ce qui va diminuer et va engendrer l'asphyxie des organismes vivants.

L'acidité du mucilage induit la baisse du pH des eaux, par conséquence, elle constitue un risque potentiel pour la faune et la flore.

Rejeter de l'huile dans les égouts n'est pas une solution à conseiller, puisque le coût du traitement des eaux usées dans les stations d'épuration est alors revu à la hausse.

Impuretés

En ce qui concerne les rejets des résidus solides, ils semblent être plus virulents que la pollution gazeuse. La poussière déposée sur les parties aériennes des végétaux et associée à l'eau de pluie, formera un écran qui cimente les stomates, ce qui annule les échanges gazeux entre la plante et son environnement, provoquant sa mort ultérieure.

Ces éléments des activités de toutes entreprises agroalimentaires qui peuvent avoir une influence néfaste sur l'environnement global. Ils sont qualifiés d'aspects environnementaux, qui constituent la source de plusieurs impacts et susceptibles de modifier l'environnement.

Conclusion

Durant notre stage au niveau du complexe CO.G.B, nous avons pu suivre le processus de production des huiles végétales plus précisément l'étape de la démulagination, dans une entreprise agroalimentaire locale.

Le démulagination de l'huile de soja est l'étape clé du raffinage, qui permet d'éliminer une partie importante des mucilages dont font partie les phospholipides, leur présence engendre des difficultés dans les étapes ultérieures et donnent à l'huile un aspect peu engageant.

Les mucilages représentent un sous produit de valeur, leur rejets engendre, d'une part ; une pollution de l'environnement et d'autre part des pertes importantes en ces constituants d'où la nécessité de les valoriser.

L'objectif de notre travail était de déterminer les principaux constituants des mucilages, identifier les aspects, impacts environnementaux de l'étape de la démulagination de l'entreprise CO.G.B et comprendre l'importance de la mise en place des systèmes de management 14001 :2004 et le HACCP. En effet l'entreprise CO.G.B *LaBelle* est en pleine préparation de la mise en place du système de management environnemental 14001 qui est en fin de sa réalisation.

Les autorités algériennes ont publié un document incitant toutes les entreprises agroalimentaires à appliquer le HACCP. Le complexe de CO.G.B n'a pas encore déclaré cette démarche mais les principes de HACCP existent et toutes les normes de sécurité alimentaire sont appliquées.

Concernant notre activité, nous avons analysé, en premier lieu, des échantillons d'huile prélevés avant et après la démulagination, portant sur plusieurs paramètres (acidité, taux d'impureté insoluble, teneur en phosphore), ceci nous a permis de constater que: l'élimination des phospholipides ne se limite pas seulement à l'étape de démulagination, mais doit être poursuivie par les autres étapes de raffinage.

Ensuite, nous avons procédé aux analyses des mucilages avant et après leurs rejets, ainsi que l'identification des impacts induits par leurs constituants.

Concernant les impacts significatifs de ces mucilages, nous avons relevé quelques remarques pour atténuer leurs effets qui sont présentées comme suite :

Conclusion

- L'acide phosphorique peut être remplacé par de l'acide citrique, ce qui présente plusieurs avantages, notamment une baisse de la charge en phosphore des eaux usées et une légère diminution du volume de boues. De ce fait, la méthode de récupération des composés du mucilage s'effectue par les étapes suivantes :

Le produit ainsi envoyé dans des cuves menues d'un agitateur pour accélérer la décantation permettant l'obtention :

- Des eaux acides utilisées pour l'acidification des rejets basiques provenant des huiles et de la savonnerie acheminées vers la station d'épuration qui exige une certaine acidité de ces eaux afin d'effectuer un meilleur traitement biologique.
- D'huile neutre pour l'utilisation industrielle.
- D'huile et des phosphatides (mucilage) : actuellement la démucilagination chez CO.G.B s'effectue avec l'acide phosphorique ce qui les conduit à faire un lavage par pulvérisation pour les mucilages afin d'éliminer les traces de cet acide, et ces eaux de lavage sont acheminées vers la station d'épuration, et le produit lavé est destiné pour l'alimentation de bétail. Par contre, si en utilisant l'acide citrique, le lavage n'est pas obligatoire car cet acide est comestible à une certaine quantité, cela permet une économie d'eau et d'énergie. Le dépôt du mucilage sur un sol étanche évite l'infiltration celui-ci.

Cette installation peut faire l'objet d'une étude approfondie pour une optimisation quantitative et qualitative des rejets.

En guise de perspectives, il serait intéressant de compléter cette étude par :

- le suivi, le devenir des mucilages destiné à la vente , et penser à utiliser un raffinage enzymatique qui assure un meilleur rendement au niveau de la démucilagination, une bonne stabilité d'huile finie, et une meilleure protection de l'environnement puisqu'elle exige de plus petites quantités d'acide phosphorique et sulfurique, de soude caustique, d'eau ,d'énergie, d'équipements et une diminution des eaux usées ;
- poursuivre la mise en place du système de management, afin de réduire au maximum l'impact négatif et à renforcer les impacts positifs de ses activités sur l'environnement, s'assurer également de la conformité de ses activités à portée environnementale avec les lois, les engagements gouvernementaux et ministériels ainsi qu'avec sa politique environnementale.

Conclusion

Références bibliographiques

AHMED, Moustafa & CLYDE, Stauffer. 2008. Les matières grasses destinées aux produits de boulangeries, Adapter par Ignace debruyne, ASA et USB. p 59.

AHMED, Moustafa. 1995. Production of top quality soybean oil. Grasas y aceites, N°6, vol 46, p 306-371.

ANTONIASSI, R. estves, W & JOSE. A. 1998. Pre-treatment of corn oil for physical refining. J. Am. Oil. Chem. Soc ; p 1411-1415.

ARMAGNAC, C & al. 2011, « *Sciences appliquées, Nouveau référentiel 2nde, 1ere, Tle. Bac Pro Cuisine, Commercialisation et Services en Restauration, Métiers de l'Alimentation* », éditions LT Jacques Lanore. France.

BOUTOU Olivier. 2008. « De l'HACCP à l'ISO 22000, management de la sécurité des aliments », 2^{ème} édition, édition AFNOR, Vol 332. Paris.

CMOLIK, J & POKMOY, J. 2000. Physical refining of edible oils. Eur. J. Lipid. Sci. Technol, vol 102, p 472-486.

COSSUT, Juliette & al. 2001. les corps gras entre tradition et modernité. 111p projet réalisé dans la cadre des DEES en QUALIMAPA. Université des sciences et technologies de Lille- Institut agroalimentaire de Lille. p 28.

DARBRE, G. 1982. Nutrition et santé alimentation, édition : Delta et SPES, Paris : 88p.

DEBRYUNE, Ignace. 2001. Transformation et aspects industriels, technique de l'ingénieur, traité agroalimentaire. F6030.P1-12.

DEGREMENT. 1989. Mémento technique de l'eau. Tome I.

DENISE ,1992: Raffinage des corps gras. In : Manuel des corps gras .Tome 2. ED tec et doc, Lavoisier –paris: pp 126-131.

DENIS; MUNCH. 2003. Experiences with refining processes. *Lippro consulting:* 1-32.

DENNIS, Strayer, & al. 2006. Food Fats and Oils. Institute of Shortening and Edible Oils. Inc. Ninth édition.

DIJKSTRA, Albert. 1998. Degumming revisited. Ocl, Vol5, N°5, p367-370.

ERICKSON, DR & WIEDERMANN, LH.1989. Huile de soja : méthodes de traitements et utilisation actuelles.

FAO, 1993.

FAO.2005. Déclaration de Rome sur la sécurité alimentaire mondiale. Rapport sur le sommet mondial de l'alimentation du 27 mai 2005.Rome-Italie.1/

FRANÇOIS, Roger. 1974, « les industries des corps gras : biochimie-extraction-raffinage-nuisances et réglementation ». Edition Lavoisier. Paris.

GARCANI CONSTANCE, Enrique. 1999. Processus de raffinage de l'huile de soja : démulagination. Grasas y aceites, p 1-12.

GIBON, Veronique & TIRTIAUX, Alain. 1998. Un raffinage S.O.F.T ocl, vol 5, N°5, p 371-377.

GODON & LOISEL ; 1984 : « la normalisation des méthodes d'analyses dans les industries des céréales In guide pratique d'analyse dans les industries des céréales » p4. Edition Technique et documentation Lavoisier. ISBN : 2-852 06-081-7.

HELME, Jean Paul.1984. Soybean oil refining, Paris.

IKA AMALIA, kartika. 2005, Nouveau procédé de fractionnement des graisses de tournesol, N° d'ordre 2223,288p.Thèse de doctorat: Toulouse, Institut polytechnique de Toulouse.

JEAN-PIERRE CHIARADIA-BOUSQUET. 1994. « Régime juridique du contrôle et de la certification de la qualité des denrées alimentaires : puissance publique et producteurs », service droit et développement (Bureau juridique), ISBN 92-203494-3. Vol 128. Italie.

KANAMOTO & al.1981.Phospholipides: phospholipilipids interaction in soybean oil.J.Am.Oil.Chem. Soc, p12-58

KOVARI, K.2004.Recent developments, new trends in seed crushing and oil refining. Ocl, N° 8, Vol 11, p381-387.

LOUARN ; 1999 : « Norme. In la qualité de sol », p09.volume 1. Édition AFNOR. ISBN : 2-852 06-8400.

MENDEZ RUIZ, Victoria. 1999. Raffinage physique. Grasas y aceites, p1-15.

METCHAT. M, SEMARA. M. 2006, Analyse des eaux résiduaires industrielles, Mesure de pollution de l'unité céramique de Ténès selon la réglementation en vigueur. Mémoire d'ingénieur en Biologie, U.H.B.C.

MOHTADJI-LAMBALLAIS,Corinne . 1989, « Les aliments ». Edition Maloine. Paris.

MÜNCH, E.W. 2003. Experiences with refining processes. *Lipro consulting*: 1-32.

PAULE, N. 2001. Diététiques, les aliments, les huiles : huile de soja, valeur nutritionnelle de l'huile de soja.

PERRAUD. B. 2004 Chimie de l'environnement Air, eau, sol, 1ère Edition, DEBOECK, p 477.

PLATON, J.F. 1988.Raffinage de l'huile de soja, ASA, USB, 30P

POUZET A. 1992.Raffinage des corps gras.In:Manuel des corps gras.Tome1.éd tec doc. Paris: Lavoisier, 787p.ISBN2-85206-662-9.

RUIZ- MENDEZ, V. 1999. Raffinage physique. *American Soybean Association*: 1-15

RODRIGUEZ GARRIDO, Juan R. 1999 Raffinage physique. Institut de la Grasas y Aceites CSIC.

ROMANI Paul-Marie. 2010. L'approche économique de la Normalisation et de la Certification : macro? micro? méso. Université de Corse Pascal Paoli. p 15.

SDRIBAN, R.1988. L'industrie des corps gras (**FAUR, L**) in Les industries agricoles et alimentaires. Ed Tec & Doc Lavoisier : 284p, 265p, 266p.

WERNER.J Bauer.2010. raphael badoud, Jurg loliger,science et technologie des aliments: principe de chimie des constituants et de technologies des procédés: Ed Alain Etournaud.

WOERFEL, John B. 2008. Technique de production de l'huile de soja et produits dérivés de haute qualité. ASA-USB.

XAVIER PAGÈS-XATART-PARÈS.2008. Technologie des corps gras (huiles et graisses végétales).technique de l'ingénieur.1-19.

ZUFAROV, O.SCHMIDT, S. et SEKRETAR, S.2008. Degumming of rapeseed and sunflower oils. Institute of biotechnology and food science and technology, Faculty of chemical and food technology, Slovak university of technology.1, 1,321-328.

ANONYME I: soja.2014.p 1-5. <http://wikipedia.org>.

Annexes

Annexe 1

I. Classification de soja (POUZET ,1992).

Règne	Plantae
Sous règne	Tracheobionta
Division	Magnoliophyta
Classe	Magnoliopsida
Ordre	Fabales
Famille	Fabaceae
Genre	Glycine
Nom binomial	Glycine max

II. Avantages et inconvénients du raffinage chimique

Tableau I : Avantages et inconvénients du raffinage chimique (DENISE & al. 1992).

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none">- Permet de raffiner les huiles même si elles ont subi un début de dégradation.- Effet décolorant de la neutralisation à la soude, ce qui facilite la décoloration et la désodorisation.- Consommation moindre de terre décolorante.- Récupération de l'huile acide à partir du distillat.	<ul style="list-style-type: none">- Produit d'importants volumes de pâtes de neutralisation.- Provoque des pertes importantes par entraînement d'huile neutre dans les soaps stocks.- Une quantité de soude caustique excessive peut causer une saponification et des pertes d'huile supplémentaires.- Le procédé chimique utilise d'importantes quantités de produits chimiques agressifs, qui peuvent avoir un impact négatif sur l'environnement.- Les eaux de lavage entraînent une quantité notable d'huile neutre.- La rétention d'huile dans la terre usée est comprise entre 23-30 %.

Annexes

Annexe 2

III. Avantages et inconvénients du raffinage enzymatique (Münch & al. 2003)

Avantages	Inconvénients
<p>-Rendement du raffinage supérieur de plus de 1 % à celui de la méthode chimique;</p> <p>- Bonne stabilité d'huile finie: teneur quasiment nulle en phosphore;</p> <p>- Le dégommeage enzymatique ne génère pas de pâte de neutralisation et permet ainsi d'éviter les pertes d'huile liées à la séparation: Elle produit des lysophospholipides hydrophiles qui attirent l'eau mais pas l'huile; elle génère que 17 kg de lyso-mucilges secs par tonne d'huile de soja brute, contre 32 kg de pâte de neutralisation sèche lors du raffinage chimique;</p> <p>-Les raffineurs réalisent des économies d'énergie, d'eau et d'équipements;</p> <p>- Consommation moindre de produits chimiques: Acide phosphorique et soude. -</p> <p>-Diminution de la quantité des eaux usées;</p> <p>-La déémucilagination enzymatique génère des co-produits dont la valeur potentielle est intéressante: les lysolécithines employées comme émulsifiants par l'industrie alimentaire, et les acides gras récupérés qui pourraient être valorisés en acides gras commercialisables pour l'alimentation humaine ou animale;</p> <p>- Procédé simple à mettre en oeuvre, et peut s'appliquer sur une huile brute ou préalablement dégommée à l'eau;</p> <p>- Enzyme biodégradable qui est désactivée durant le procédé.</p>	<p>-Couleur instable, avec des huiles brutes de mauvaise qualité.</p> <p>-Plus grande consommation de terre décolorante.</p> <p>-Dégommeage efficace et peu coûteux, mais pas avec tous les types d'huiles.</p> <p>-L'huile désodorisée contient peu de tocophérols.</p>

Annexe 3

IV. Matériels utilisés

- ✚ Agitateur magnétique.
- ✚ Balance électrique de paillasse (0.01g de précision).
- ✚ Colorimètre (Lovibond ou Tintometre).
- ✚ Capsule.
- ✚ Dessiccateur.
- ✚ Etuve.
- ✚ Hôte d'aspiration.
- ✚ Papier filtre sans cendre.
- ✚ Spatule.
- ✚ Verrerie : ampoule à décanter, ballon, béchers, burettes, bouchant emerie, fiole conique, flacon de verre, éprouvette, pipettes graduées.

V. Réactifs chimiques

- ✚ Acétone.
- ✚ Acide acétique.
- ✚ Bleu de bromophenol.
- ✚ Chloroforme.
- ✚ Empois d'amidon.
- ✚ Eau distillée.
- ✚ Ethanol.
- ✚ Hexane.
- ✚ Hydroxyde de potassium (KOH alcoolique)
- ✚ Iodure de potassium (KI).
- ✚ Phenolphtaleine.
- ✚ Réactif de « mono chlore d'iode » ou « wijs ».
- ✚ Sodium hydroxyde (NAOH à 0.0365N).
- ✚ Thiosulfates de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$).

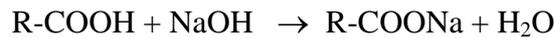
Annexe 4

VI. Méthodes utilisées pour l'analyse d'huile

1. acidité

- **Principe**

Neutraliser les acides gras libres présents dans l'huile par une solution de soude en présence d'un indicateur coloré phénolphtaléine selon la réaction suivante :



Acide gras soude savon eau

- **Mode opératoire**

Peser 10g d'huile à analyser dans un bécher, ajouter 50ml d'alcool neutralisé par la soude (0,036N) en présence de phénophtaléine. Chauffer et agiter jusqu'à dissolution de l'huile, puis titrer avec une solution de la soude (0,036N) jusqu'à coloration d'un rose persistant une dizaine de secondes.

- **Méthode de calcul**

$$A\% = \frac{V \cdot N \cdot M}{10 \cdot m}$$

Avec :

M : la masse molaire d'acide oléique. (M= 282g/mol)

N : normalité de NaOH.

V : volume de NaOH nécessaire pour la neutralisation

m : masse de la prise d'essai.

2. Dosage du phosphore

A. Méthode 1 : Dosage colorimétrique du phosphomolybdate (colorimètre bleu)

[selon la méthode officielle de l'AOCS ca 12-55 réapprouvée en 1989 et corrigée en 1992]

- **Principe**

L'huile et les phosphatides qu'elle contient sont calcinés en présence de zinc .Le phosphore organique est transformé en phosphates de zinc qui est ensuite dosé par la méthode « au bleu de molybdate » (colorimétrie bleue) .C'est-à-dire les ions molybdates en présence d'un réducteur (hydrazine) donnent avec le phosphore un complexe bleu dont l'absorbance est mesurée à 650nm.

Annexe 5

C'est la méthode la plus sensible qui convient particulièrement bien au dosage des traces de phosphores dans les huiles raffinées (ISO 10540-1 : 2003).

- **Mode opératoire**

- a. **Préparation des solutions [selon la méthode officielle de l'AOCS ca 12-55 réapprouvée en 1989 et corrigée en 1992]**

- ❖ **Molybdate de sodium**

Dans une fiole de 500ml, on verse 300ml d'eau distillée, à qui on ajoute 140ml d'acide sulfurique, qu'on laisse refroidir à température ambiante. Après refroidissement, on ajoute 12.5g de molybdate de sodium et on ajuste à 500ml avec de l'eau distillée, par la suite on laisse reposer la solution pendant 24h avant usage.

- ❖ **Sulfate d'hydrazine**

Faire dissoudre 0.150g de sulfate d'hydrazine dans un litre d'eau distillée pour obtenir une solution de 0.015%.

- ❖ **Hydroxyde de potassium (50%)**

Cette solution est préparée en mélangeant 50g de KOH avec 50ml d'eau distillée.

- ❖ **Solution standard du phosphore (solution mère)**

Dissoudre 1.0967g de dihydrogénophosphate de potassium(KH_2PO_4) dans 250ml d'eau distillée dans une fiole jaugée, cette solution contient 1mg de phosphore par ml.

- ❖ **Solution standard de travail (solution fille)**

Pipeter 5ml de la solution mère, puis les transvaser dans une fiole de 500ml et ajuster avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge. Cette solution contient 0.01mg de phosphore par ml.

- ❖ **Préparation de la courbe d'étalonnage de phosphore**

Pour le dosage du phosphore il est nécessaire de tracer une courbe d'étalonnage du phosphore qui consiste à :

Pipeter 0, 2, 4, 6, 8 et 10ml de la solution fille dans une fiole de 50ml.

Annexe 6

Ajouter 8ml de sulfate d'hydrazine et 2ml de molybdate de sodium, amener à 50ml avec de l'eau distillée. Mettre au bain marie (100°C) pendant 15minutes, laisser refroidir, et lire l'absorbance 650nm et tracer la courbe d'étalonnage (figure 1). [M.E, 2001]

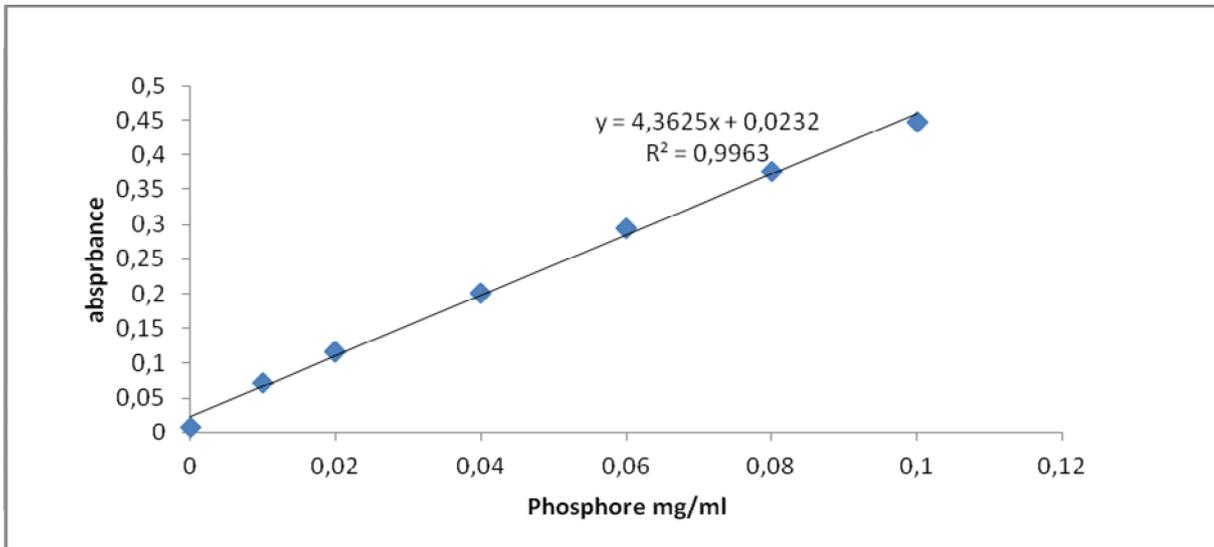


Figure 1: Courbe d'étalonnage de phosphore

b. Dosage du phosphore [selon la méthode officielle de l'AOCS ca 12-55 réapprouvée en 1989 et corrigée en 1992]

- ✓ Prendre deux capsules vides, les chauffer dans le four à moufle à 600°C pendant 5 à 10minutes.
- ✓ Peser 3 à 3.2g d'huile dans une capsule, puis ajouter 0.5g d'oxyde de zinc.
- ✓ Chauffer le contenu sur une plaque chauffante jusqu'à obtention d'une masse charbonneuse.
- ✓ Calciner dans le four à moufle à une température de 600°C pendant 2heures jusqu'à obtention de cendres blanches
- ✓ Après refroidissement des capsules, additionner 5ml d'eau distillée et 5ml d'HCL concentré.
- ✓ Couvrir les capsules avec des verres à montre et laisser bouillir pendant 5minutes.
- ✓ Filtrer à l'aide d'un entonnoir et un filtre à papier la solution dans une fiole jaugée de 100ml, laver l'intérieur du verre à montre et les côtés de la capsule avec environ 5ml d'eau distillée chaude, ensuite laver la capsule et le filtre à papier avec quatre portions de 5ml d'eau distillée chaude.

Annexes

Annexe 7

- ✓ Refroidir la solution à température ambiante et neutraliser à faible turbidité par l'addition en goutte à goutte d'HCL concentré jusqu'à ce que le précipité d'oxyde de zinc est simplement dissous, puis ajouter 2gouttes d'HCL concentré, diluer au volume avec de l'eau distillée et bien mélanger.
- ✓ Pipeter 10ml de cette solution dans une fiole de 50ml.
- ✓ Ajouter 8ml de solution de sulfate d'hydrazine et 2ml de solution de molybdate de sodium dans l'ordre indiqué.
- ✓ Agiter 3 à 4 fois, mettre dans le bain marie pendant 10 à 15minutes.
- ✓ Refroidir la solution à 25°C, diluer au volume et mélanger.
- ✓ Lire l'absorbance à 650nm avec un spectrophotomètre.

La figure 2 est un schéma récapitulatif de cette méthode

Annexes

Annexe 8

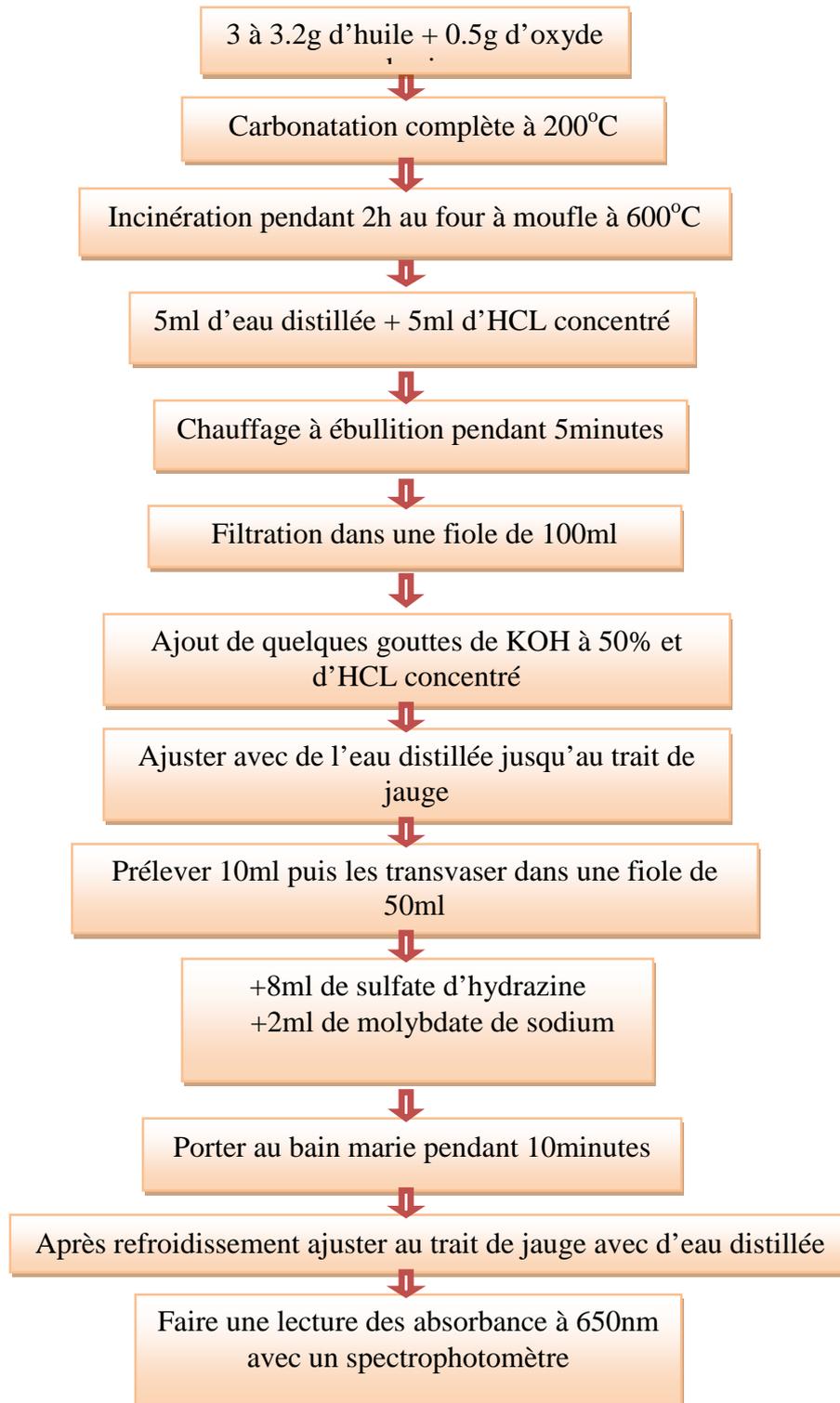


Figure 2: Schéma du dosage de phosphore

Annexe 9

- **Méthode de calcul**

$$\mathbf{Phosphore\% = \frac{10 \times (A - B)}{W \times V}}$$

Avec :

A : quantité de phosphore dans l'échantillon en mg.

B : quantité de phosphore dans la solution de l'essai a blanc.

W : quantité de la prise d'essai.

V : volume de la solution finale (10ml).

$$\mathbf{Phosphatides\% = phosphore\% \times 30} \text{ Où :}$$

30 : masse molaire en g/mol de phosphore. [M.E, 2001]

B. Méthode 2 : dosage du phosphore par séchage [manuel d'entreprise]

- **Mode opératoire**

- ✓ Peser un papier filtre vide (Po).
- ✓ Peser 20g d'huile dans un flacon, ajouter 100ml d'acétone.
- ✓ Mettre au frais pendant plus de 6heures.
- ✓ Filtrer à l'aide d'un entonnoir et le filtre à papier pesé au préalable.
- ✓ Laver le filtre avec de l'acétone jusqu'à ce que la couleur jaunâtre disparaît complètement du filtre.

- **Méthode de calcul**

$$\mathbf{T\% = \frac{Pf - Po}{m} \times 100}$$

Avec :

Pf : poids final du papier filtre.

Po : poids du papier filtre vide.

m : masse de la prise d'essai d'échantillon.

3. Impuretés insolubles

- **Principe**

La détermination des impuretés consiste en un traitement d'une prise d'essai par un excès de n-hexane, puis la filtration de la solution obtenue et le lavage du filtre chargée en impuretés avec le même solvant, puis le séchage à $103 \pm 2^\circ\text{C}$ et enfin la pesée.

Annexe 10

- **Mode opératoire**

- ✓ Peser 20g d'huile à analysé.
- ✓ Peser un papier filtre vide (P1).
- ✓ Filtrer l'huile à l'aide d'un entonnoir et du papier filtre préalablement pesé.
- ✓ Laver le papier filtre avec l'hexane jusqu'à ce qu'il soit exempt de matière grasses.
- ✓ Peser le papier filtre après l'avoir séché dans l'étuve ($103\pm 2^{\circ}\text{C}$) et refroidit dans dessiccateur pendant 10minutes, et prendre le P2.

- **Méthode de calcul**

$$TII = \frac{(P2 - P1)100}{m}$$

Avec :

TII : teneur en importés insoluble en %

m : masse de la prise d'essai en g.

P1 : poids du papier filtre avant filtration en g.

P2 : poids du papier filtre après filtration (contenant des résidus sec) en g.

IV. Méthodes d'analyses effectuées sur les mucilages

1. Analyse de la partie grasse des mucilages (phase supérieure formée d'un mélange d'huile et de phosphatides)

- **Mode opératoire**

- ✓ Filtrer les mucilages avec un papier filtre (Figure 6).
- ✓ Prendre un bécher bien lavé et séché dans l'étuve à 105°C et refroidi dans le dessiccateur pendant 15mn.
- ✓ Peser 10g de mucilages et leur ajouter 10ml de soude.
- ✓ Agiter la solution jusqu'à dilution complète des mucilages.
- ✓ Répartir la solution à analyser dans des tubes pour centrifugation à 1000tours /mn.
- ✓ Obtention des couches.
- ✓ Mesurer à l'aide d'une règle et définir le pourcentage de chaque composant.

Annexe 11

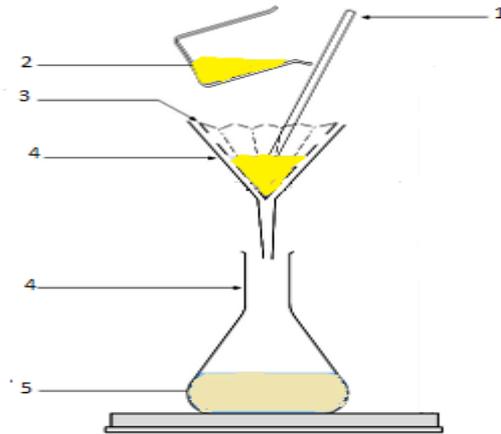


Figure 9 : Filtrage des mucilages

- 1 : Spatule.
- 2 : Bêcher contenant les mucilages.
- 3 : papier filtre.
- 4 : entonnoir.
- 5 : filtrat (partie aqueuse des mucilages).

- **Méthode de calcul**

$$P = \frac{H}{T} 100$$

P: la quantité du composant dans le mucilage en pourcentage %.

H: hauteur du composant occupé dans le tube à essai en cm.

T: hauteur totale du tube à essai.

2. Analyses effectuées sur la phase aqueuse du mucilage (phase inférieure formée d'eau acide)

A. Matières en suspension

- **Principe**

L'eau est évaporée et le poids de matières retenues recueillies est déterminé par pesés différentielles.

Annexes

Annexe 12

- **Mode opératoire**

- ✓ Prendre 2 tubes à essais et une capsule bien lavés et séchés dans l'étuve pendant 30mn.
- ✓ Mettre les tubes et le bécher dans le dessiccateur pendant 5 à 10m.
- ✓ Répartir 20ml d'eau de mucilages à analyser dans des tubes pour centrifugation à 1000 tour/mn.
- ✓ Verser les surnageant et compléter les tubes avec de l'eau distillée.
- ✓ Centrifuger à nouveau pendant 15mn.
- ✓ Répéter l'opération 3 fois.
- ✓ Verser les matières en suspension recueillies avec l'eau distillée dans une capsule préalablement pesé P_o .
- ✓ Evaporer l'eau sur une plaque chauffante.
- ✓ Porter à l'étuve à 105°C jusqu'au poids constant P_f .
- ✓ Refroidir dans un dessiccateur et déterminer le poids du culot.

- **Méthode de calcul**

$$MES = \frac{P_f - P_o}{V_e} \cdot 1000 \cdot 1000$$

Avec :

MES: taux de matières en suspension en ppm.

P_o : poids du bécher vide en g.

P_f : poids final du bécher en g.

V_e : volume de la prise d'essai en ml.

B. Potentiel hydrogène « pH »

- **Principe**

Plus couramment, le pH mesure l'acidité ou la basicité d'une solution. Ainsi, dans un milieu aqueux à 25 °C :

- Une solution de pH = 7 est dite neutre ;
- Une solution de pH < 7 est dite acide ; plus son pH s'éloigne de 7 (diminue) et plus elle est acide.

Annexe 13

- Une solution de $\text{pH} > 7$ est dite basique ; plus son pH s'éloigne de 7 (augmente) et plus elle est basique.
- **Mode opératoire**

Lire le résultat obtenu sur un pH mètre.

Résumé

Notre travail traite de l'huile de soja, il consiste en l'identification des aspects et impacts environnementaux du raffinage et plus exactement de l'étape de démulélagination. Il a été réalisé au niveau du complexe CO.G.B « *LaBelle* » (UP7) de Bejaia.

La démulélagination est une étape cruciale du raffinage des huiles qui vise à éliminer les phosphatides. Elle s'effectue avec l'acide phosphorique qui sépare l'huile des mucilages ; ces derniers sont acheminés vers la station de récupération, tandis que l'huile continue le raffinage.

Différentes analyses ont été effectuées sur l'huile brute (H.B) et démulélaginée (H.D) comme la teneur en phosphore réalisée avec le dosage colorimétrique, dans laquelle on a obtenu 0.15% pour H.B et 0.004% pour H.D et qui sont conformes aux normes. D'autres analyses ont été également faites afin de déterminer les composants des M.A et M.R qui sont l'huile neutre, les phospholipides, les eaux acides et les impuretés.

Par ailleurs, nous avons essayé d'identifier les aspects et les impacts environnementaux de l'étape de démulélagination et la mise en place du système de management environnemental dans le complexe de CO.G.G « *LaBelle* ».

Mots clés : Démulélagination, mucilage, raffinage chimique, aspects et impacts environnementaux.

Abstract

Our work deals with soybean oil, it consists of the identification of the environmental aspects and impacts of the refining and more exactly the stage of degumming. It was directed at the level of the complex CO.G.B "*LaBelle*" (UP7) from Bejaia.

The degumming is a crucial step in the refining of oils which aims to eliminate the phosphatides. It is done with phosphoric acid which separates the oil from the mucilage; These are routed to the station of recovery, while the oil continues refining.

Different analyses were performed on oil brute (H.B) and degummed (H.D) as the phosphorus content made with the colorimetric determination, in which it gained 0.15% for H.B and 0.004% for Agung and which comply with the standards. Other analyses were also made to determine the M.A and M.R components that are neutral oil, phospholipids, acidic waters and impurities.

Furthermore, we have tried to identify aspects and the environmental impacts of degumming stage and the implementation of the environmental management system in the complex's CO.G.B "*LaBelle*".

Keywords: Degumming, mucilage, chemical refining, environmental aspects and impacts.

