

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université A. MIRA - Béjaïa

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département de science alimentaire
Spécialité science des corps gras



Réf :.....

Mémoire de Fin de Cycle
En vue de l'obtention du diplôme

MASTER

Thème

*Optimisation du rendement de scission de
pâte de neutralisation au cours du
raffinage de l'huile*

Présenté par :

Belhamri Hadjer & Skimani Sabrina

Soutenu le : **25 Juin 2018**

Devant le jury composé de :

Mme. SMAIL Leila	MAA	Président
Mr. MOKRANI A/Rahmane	MCB	Encadreur
Mme. MERZOUK Hafida	MAA	Examinatrice
Mr. ADDAR Meziane		Co-Promoteur

Année universitaire : 2017 / 2018

Dédicace

Je dédie ce mémoire :

A Mon père, qui peut être fier et trouver ici le résultat de longues années de sacrifices et de privation pour m'aider à avancer dans la vie. Puisse dieu faire en sorte que ce travail porte son fruit ; merci pour les valeurs nobles, l'éducation et le soutien permanent venu de toi.

A Ma mère, pour toute son assistance et sa présence dans ma vie, reçois à travers ce travail aussi modeste soit-il, l'expression de mes sentiments et de mon éternelle gratitude.

A Mes chère sœur ASMA et FATIMA ZOËRA pour leurs encouragements et leurs soutiens et en particulier ma sœur SARA, qui n'ont des exemples de persévérance, de courage et de générosité.

A Ma tante NORA qui m'a beaucoup aidé dans mes études, et qui m'a suivi depuis mon enfance.

A mes chères amis, SADAT NORIA, LERMIZI IMANE, BECHANI HALIMA, BENBALIL NAWAL et BENMERZOUK AMINA, qui représentent pour moi tous le sens de la sincérité et de la fidélité, et avec qui j'ai passé des moments inoubliables.

A ma tres chère et aimable binôme Sabrina qui ma montré le sens de l'amitié et volonté.

A tous ceux qui ont contribué de près et de loin à la réalisation de ce travail.

Hadjer

Dédicace

Je dédie ce mémoire :

A qui je dois la réussite, pour l'éducation qu'elle m'a prodigué, et qui a constitué la première école de mon existence ma mère Djamila.

A celui qui a lutté avec tous les moyens et au prix de toutes les sacrifices pour m'offrir les conditions propices à ma réussite mon père Madjid.

Pour le sens de devoir qu'il m'a enseigné je ne rendrai jamais assez qu'Allah les protège.

*A La mémoire de ma grande mère et ma très chère grande sœur Dalila
« qu'Allah les accueille dans son vaste paradis »*

A Mes très chers frères : Nonor, Aziz, Kamel, Moussa, Massinissa, Krime et mes très chères sœurs Kahina, Nassima, Rosa, Sabiha, qui m'ont beaucoup soutenu et encouragé et qui m'ont enseigné la fraternité, la patience, la politesse, le sacrifice qui ont toujours été là pour moi.

A ma nièce Nasrine.

A ma très chère tante Fatima pour sa gentillesse et sa serviabilité.

A ma sœur que la vie m'a donné Soufiane Hassiba et sa famille, m'ayant toujours supporté dans mes décisions..

A Mes chères amies, qui représentent pour moi tous le sens de la sincérité et de la fidélité, et avec qui j'ai passée des moments inoubliables.

A ma très chère et aimable binôme Hadjer et sa famille, qui m'ont montré le sens de l'amitié et volonté.

A tous les personnes de loin et de près que je n'ai pas pu les citer

SABRINA



Remerciements

On commence par remercier Dieu tout puissant de nous avoir donné la force et la volonté pour mener ce travail à terme.

*On tien à témoigner notre respectueuse reconnaissance à notre promoteur **Mr Mokrani .A** pour l'encadrement très efficace, pour son aide précieux et pour avoir dirigé ce travail, ainsi que pour ses conseils et ses critiques judicieux.*

*On tient à exprimer notre meilleur remerciement et notre profonde gratitude à **Mr Addar.M**, pour l'encadrement et les interventions enrichissantes et encourageantes qu'il nous accordé au cours de ce travail,*

*On remercie également les membres de jury, du très grand honneur qu'ils nous font en acceptant de juger ce travail. On adresse toute notre gratitude à : **M^{me} Smail** et **M^{me} Marzouk**.*

On tient à remercier tous les enseignants du département « Science Alimentaire » pour les efforts qu'ils ont fournis pour notre formation.

*On adresse notre plus vif remerciement à **M^{me} Djaafri** chef de service l'laboratoire CO.G.B- La Belle qui nous a permis d'effectuer des analyses au sien de l'laboratoire Dakar.*

On n'oublie pas de dire un grand merci à toutes les personnes, tous les employés, tous les professionnels pour le temps qu'ils nous ont donnée pour nous guider, nous orienter, leur soutien et leur compréhension durant toute la période de stage. Sincèrement et cordialement

*On profite de cette occasion pour les remercier et en particulier **Zahira** et **Karim** pour leurs aides et leurs conseils incessants.*

Enfin, on remercie tous ceux qui ont participé, de près ou de loin, à réussir ce travail.



Liste des Tableaux

La liste des tableaux

Tableau 1 : Composition de la graine de soja.....	3
Tableau 2 : Teneurs en acides gras d'huile de soja.....	5
Tableau 3 : Teneurs en vitamine E, tocophérols et phytostérols (fourchette) de huile soja (en mg/100 g).....	5
Tableau 4 : Composition de l'huile brute de soja.....	6
Tableau 5 : Les points de prélèvement et les analyses physico-chimiques effectuées.....	15
Tableau 6 : Résultats de la couleur des différents échantillons d'huile de soja.....	23
Tableau 7: Résultats d'analyse de l'acidité des différents échantillons d'huile de soja.....	24
Tableau 8 : indice saponification et indice ester des échantillons d'huile soja.....	28
Tableau 9 : Valeurs des paramètres influençant la neutralisation.....	30
Tableau 10 : Résultats d'analyses des pâtes de neutralisation.....	30
Tableau 11 : Variations d'acidité d'huile et de la pâte et taux de savon d'huile en fonction de la température.....	32
Tableau 12 : Variations d'acidité d'huile et de la pâte et taux de savon d'huile en fonction de la température.....	33
Tableau 13 : Variations d'acidité d'huile et de la pâte et taux de savon d'huile en fonction de contre-pression.....	35
Tableau 14: Variations d'acidité d'huile et de la pâte et taux de savon d'huile en fonction de la concentration de la soude.....	36

Liste des tableaux en annexe

Tableau 1 : Analyses physico-chimiques de l'huile de soja.



Liste des Figures

Liste des figures

Figure 1 : Graines de soja.....	2
Figure 2 : Schéma des trois étapes principales de la trituration.....	4
Figure 3 : Schéma des différentes opérations du raffinage.....	8
Figure 4 : Réaction de saponification of FFA.....	11
Figure 5 : La neutralisation à la soude.....	12
Figure 6 : Evolution de la couleur des différents échantillons d'huile de soja.....	23
Figure 7 : Evolution de l'acidité d'huile de soja au cours du raffinage.....	25
Figure 8 : la teneur en traces de savon de l'huile de soja.....	26
Figure 9 : Coefficient d'entraînement en fonction de l'acidité des pâtes de neutralisation...	31
Figure 10 : Influence de la température d'huile sur l'acidité de la pâte.....	33
Figure 11 : Influence de la température de l'eau chaude sur l'acidité de la pâte.....	34
Figure 12 : Influence de contre-pression sur l'acidité de la pâte.....	35
Figure 13 : Influence de la concentration de la soude sur l'acidité de la pâte	36



Liste des abréviations

Les abréviations

Ac : acidité

AGL : acide gras libre

Ac.N : acidité neutralisé

APN : acidité des pates de neutralisation

°Be : Boumé

Ce : coefficient d'entraînement

FFA: free fatty acid

Ie : indice d'ester

Is : indice de saponification

J : jour

rpm : rotation par minute

T : tonne

T°: température



Table de matières

Table de matières

Liste des abréviations	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Introduction.....	1
Partie bibliographique	
I.1. Evaluation du la filière du soja.....	2
I.1.1. Historique et l'origine du soja.....	2
I.1.2 Définition du soja.....	2
I.1.3. Composition de la graine de soja	2
I.2. Obtention de l'huile de soja.....	3
I.2.1. Définition de l'huile brute.....	3
I.2.2. La trituration.....	3
I.2.3. La préparation des graines.....	4
I.3.1. Définition de l'huile de soja.....	5
I.3.2. Composition de l'huile de soja	6
I.3.3. Les valeurs nutritionnelles de l'huile de soja.....	6
II. Le raffinage.....	7
II.1. Définition.....	7
II.2. Principe du raffinage.....	7
II.3. Types du raffinage.....	7
II.3.1 Le raffinage chimique	7
II.4. Les différentes étapes du raffinage au niveau de <i>CO.G.B. La belle</i>	8
II.4.1 démulagination.....	8
II.4.2 neutralisation.....	9
II.4.2 neutralisation.....	9
II.4.3 lavage.....	9
II.4.4 séchage	9
II.4.5 décoloration et filtration	9
II.4.6 désodorisation	10
II.5 Optimisation du rendement de pâtes de neutralisation.....	11
II.5.1 Neutralisation.....	11
II.5.2 Saponification.....	12
Partie expérimentale	
I. Présentation de l'unité CO.C.G.B- La Belle.....	13
I.1. Historique.....	13
I.2. La production de l'entreprise.....	13
I.3. Organisation de l'entreprise	13
I.3.1. Présentation du laboratoire d'analyse.....	13

I.3.2. Présentation du service de conditionnement.....	14
I. Matériels et méthodes.....	15
I.1 Échantillonnage.....	15
I.2 Analyses physico-chimiques effectuées sur l'huile de soja.....	16
I.2.1 Détermination de la couleur.....	16
I.2.2 Détermination du taux d'impuretés.....	16
I.2.3 Détermination de l'acidité.....	17
I.2.4 Indice de peroxyde.....	18
I.2.5 Indice de saponification.....	18
I.2.6 Trace de savon.....	19
I.2.7 Indice d'ester.....	20
I.2.8 Pertes en huile dans les pâtes de neutralisation.....	21
I.2.9 : Détermination des pertes en huile dans les pâtes de neutralisation.....	22
II. Discussion des résultats.....	23
II.1 Analyses physico-chimique de l'huile de soja.....	23
II.1.1 Détermination de la couleur.....	23
II.1.2 Détermination du taux d'impuretés.....	24
II.1.3 Détermination de l'acidité.....	24
II.1.4 détermination de l'indice de peroxyde.....	26
II.1.5 Détermination du taux de trace de savon.....	26
II.1.6 Indice saponification.....	27
II.2 Optimisation du rendement des pâtes de neutralisation.....	30
II.2.3 Paramètres influençant sur la neutralisation.....	30
II.2.4 Détermination des pertes en huile dans les pâtes de neutralisation.....	30
II.2.4.1 Analyse de la pâte de neutralisation.....	30
II.2.4.2 Impact de la température d'huile lors de la phase de neutralisation sur le rendement.....	32
II.2.4.3 Impact de la température d'eau chaude lors de la phase de neutralisation sur rendement.....	33
II.2.4.4 Impact de contre pression de séparateur sur le rendement.....	34
II.2.4.5 Impact de la concentration de la soude sur le rendement.....	35
Conclusion.....	37
Références Bibliographique	
Annexes	
Résumé	



Introduction

Introduction

Les graisses et les huiles sont des éléments constitutifs capitaux pour la vie (**Buchler, 2013**). Parmi ces produits on cite l'huile de soja extraite des graines de soja donnant une huile brute et qui nécessite un traitement de raffinage pour obtenir une huile comestible (**Platon, 1988**).

Le raffinage est un traitement de purification (**Sarr, 2009**) qui consiste à maintenir ou à améliorer les caractères organoleptiques et la stabilité des huiles. Le raffinage chimique est le procédé le plus couramment utilisé, il comprend la démulcination, la neutralisation, le blanchiment et la désodorisation (**Vierling, 2008**).

La neutralisation alcaline est l'opération la plus importante du raffinage chimique, son principe est de transformer les acides gras libres en sels de calcium (savons) appelés « pâtes de neutralisation » ou « soap stocks » (**Karleskind, 1992**).

Les pâtes de neutralisation ainsi que les eaux de lavages entraînent une certaine quantité d'huile. Certaines de ces pertes sont inévitables (AGL, PL et autres impuretés) (**Denise, 1992**).

L'optimisation du processus du raffinage afin de maximiser l'élimination des impuretés et de minimiser les pertes au cours du processus du raffinage est une étape indispensable pour le fabricant de l'huile végétale (**Chew et al., 2016**).

Les analyses de contrôle effectuées au sein de l'entreprise constituent une étape primordiale garantissant le bon suivi de l'huile dès son entrée à la société à l'état brute jusqu'à la fin du processus de raffinage et la vérification de sa conformité avec les normes imposées. Ces analyses permettent également de maximiser le rendement en huile. Pour atteindre cet objectif, nous avons choisi de suivre les paramètres influençant le bon déroulement de la neutralisation de l'huile.

Ce travail sera élaboré en deux parties :

- La première partie qui est une synthèse bibliographique consacrée à l'évaluation de la filière du soja et aux différentes opérations du raffinage chimique que subit l'huile brute de soja.
- La seconde partie, qui est la partie expérimentale, sera consacrée aux différentes analyses physico-chimiques effectuées sur l'huile de soja au cours du raffinage et l'optimisation du rendement des pâtes de neutralisation.



Partie Bibliographique



Evaluation de la filière de soja

I.1. Evaluation du la filière du soja

I.1.1. Historique et l'origine du soja

Le soja est une des bases alimentaires des populations d'Extrême-Orient. Les explorateurs le ramèneront ensuite en Europe où, au XVIIème siècle, il fait son apparition comme plante fourragère puis le soja a connu une grande évolution au début du 21ème siècle, sous l'influence des Etats-Unis qui ont industrialisé sa culture. L'époque où le soja n'était présent qu'en Chine est définitivement révolue : la plante est aujourd'hui cultivée sur les cinq continents avec une nette domination des Amériques (**Glycine, 2000**). Cet aliment est consommé en Chine depuis plusieurs milliers d'années (**Lecerf, 2014**).

I.1.2 Définition du soja

Le soja est une plante cultivée pour ses graines, particulièrement riches en protéines, sa richesse en éléments nutritifs en fait un aliment de choix (**Kouamé et al, 2007**). Le soja jaune est une légumineuse de type oléo-protéagineuse. Le soja n'est pas consommé tel quel, mais toujours transformé (**Lecerf, 2014**). Enrichissant le sol en azote, il est également utilisé en alimentation animale comme source de protéines, au même titre que les tourteaux de maïs, de tournesol ou la luzerne, mais son usage en alimentation humaine est beaucoup plus ancien (**Lecerf et Schlienger, 2016**). (figure 1).



Figure 1 : Graines de soja (**Planchenault, 2016**).

I.1.3. Composition de la graine de soja

Les graines de soja sont riches en protéines et en lipides par rapport au poids total. Cependant, sa teneur en glucides est beaucoup plus faible (**Lecerf, 2014**), les composées les plus importants sont résumés dans le tableau 1 (**Jacques, 2010**).

Tableau 1 : Composition de la graine de soja (**Jacques, 2010**).

Les constituants	Le Pourcentage %
Protéines	35
Autre	25
Matière grasse	18
Eau	12
Cellulose	5

I.2. Obtention de l'huile

I.2.1. Définition de l'huile brute

L'huile brute désigne l'huile non raffinée, elle peut être obtenue selon deux procédés, l'un physique (la pression) et l'autre chimique (l'extraction par solvant) (**Alais et al., 2003**), elle comprend principalement des acides gras libres, des triglycérides, des oligo-éléments, des métaux lourds, des stérols et phospholipides et autres impuretés mineures (**Nishant, 2017**).

➤ On distingue les huiles selon les acides gras qui les composent : acides gras mono-insaturé avec l'acide linoléique (tournesol, maïs, soja, pépin de raisin), acides gras poly-insaturé (**olive, arachide, colza**), acide α -linoléique (colza, noix, germe de blé, soja).

➤ Les huiles sont une source de vitamine E, proportionnelle à leur teneur en AGPIS, leur conférant un rôle antioxydant (**Wémeau et al., 2014**).

➤ La production de certaines huiles provient de plantes oléagineuses spécialement cultivées dans ce but (palmiste, cocotier, colza). D'autres huiles sont le plus souvent des produits dérivés de l'industrie textile (huile de coton) ou celle de l'alimentation animale (huile de soja) (**Lery, 2013**).

I.2.2. La trituration

La trituration est l'une des opérations unitaires nécessaires pour transformer les graines en huile brute par des moyens mécaniques, par broyage de la graine ou du fruit, puis par pression (**Evrard, 2003**).

- ❖ Le traitement des graines riches en lipides comprendra les phases suivantes : nettoyage, décorticage, broyage, laminage, cuisson, pression, extraction.
- ❖ Celui des graines pauvres en lipides, comme le soja, sera constitué des opérations suivantes : nettoyage, séchage, maturation, décorticage, aplatissage, éventuellement pelletisation, extraction et séchage (**Alais et Linden, 1987**).

La trituration comporte trois étapes principales (**Figure 2**) (**Régis et al., 2016**).

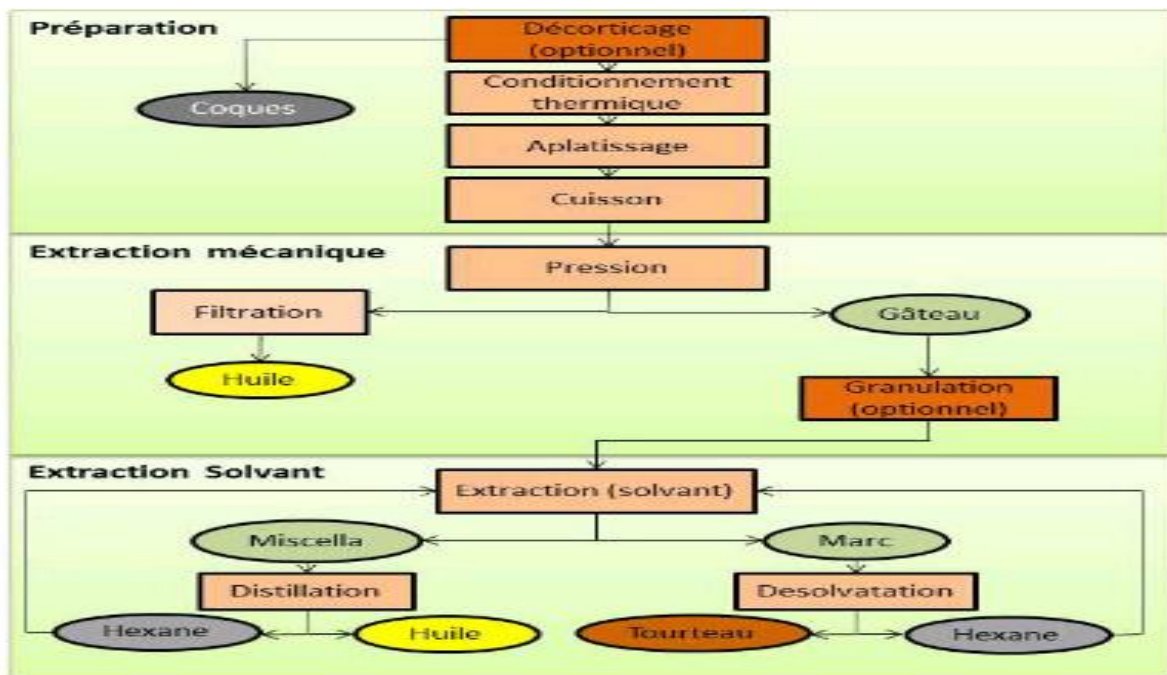


Figure 2 : Schéma des trois étapes principales de la trituration (**Régis et al., 2016**).

I.2.3. La préparation des graines

Les graines oléagineuses sont tamisées à l'aide de tamis rotatifs afin de retirer les impuretés qui pourraient affecter la qualité des huiles et des tourteaux et complexifier les opérations unitaires à venir. Un chauffage à 60°C puis un aplatissage de ces graines au travers de deux cylindres sont ensuite réalisés pour favoriser la libération de l'huile au cours des étapes de pression et d'extraction. Cette étape d'aplatissage est cruciale puisque l'huile contenue dans une graine non ou mal aplatie ne pourra pas être extraite. Les flocons obtenus sont cuits entre 80°C et 100°C afin d'inactiver certaines enzymes, de dégrader les composés entourant les zones de stockage des lipides et améliorer ainsi l'efficacité du pressage (**Régis et al., 2016**).

Il existe deux type extraction (**Régis et al., 2016**)

- ✓ L'extraction mécanique
- ✓ L'extraction par solvant

I.3. Huile de soja

I.3.1. Définition de l'huile de soja

C'est une huile très digeste de grande qualité riche en vitamine E, phytostérols mais c'est surtout une huile α -linoléique qui contient principalement des acides gras essentiels polyinsaturés dont le pourcentage en acide α -linoléique est significatif avec peu d'acides gras saturés et mono-insaturés. Étant donné que les acides gras mono-insaturés et polyinsaturés sont sensibles à la chaleur et se transforment en acides gras saturés, l'huile de soja doit donc préférentiellement être utilisée comme huile de table (**Labat, 2013**).

I.3.2. Composition de l'huile de soja

La composition de l'huile de soja en acides gras, en vitamine E, en tocophérols et en phytostérols est représentée dans les **tableaux 2 et 3**.

Tableau 2 : Teneurs en acides gras d'huile de soja (**Lecerf, 2011**).

Les acides gras	Les teneurs en %
Acides gras saturés	11-21
Acide palmitique	8-13
Acide stéarique	3-6
Acides gras mono-insaturés	17-27
Acide oléique	17-26
Acides gras polyinsaturés	54-72
Acide linoléique	50-62
Acide alpha-linolénique	4-10

Tableau 3 : Teneurs en vitamine E, tocophérols et phytostérols (fourchette) de huile soja (En mg/100 g) (**Lecerf, 2011**).

Les Composants	La teneur en mg /100g
Vitamine E (α -tocopherolequivalent)	10-40
Tocophérols totaux	96
-Alpha	69
- Beta	3
-Gamma	-
- Delta	-
Toco-triénols totaux Phyto-stérols	250-400

L'huile de soja brute se compose essentiellement de triglycérides (94.4%) suivi de phospholipides (3.7%), puis de matières insaponifiables, stérols, tocophérols, hydrocarbures, acides gras libres et traces métalliques avec des pourcentages minimales (**Hammond et al., 2005**).

Tableau 4 : Composition de l'huile brute de soja (**Hammond et al., 2005**).

Les composants	Les teneurs en pourcentage (%)
Triglycérides	94.4
Phospholipides	3.7
Matières insaponifiables	1.3-1.6
Stérols	0.236
Tocophérols	0.123
Hydrocarbures	0.38
Acides gras libres	0.3-0.7
Traces métaux	18 ppm

I.3.3. Les valeurs nutritionnelles de l'huile de soja

L'huile de soja est une huile de table excellente par sa teneur en acide linoléique qui la rend fragile à la chaleur. C'est pour cette raison qu'elle est conseillée pour l'assaisonnement que pour la friture (**Mohtadji et Lamballais, 1989**). L'huile de soja est une huile riche en acides gras polyinsaturés. Elle contient aussi de la lécithine qui a une action hypocholestérolémiant. Sa richesse en lécithine la rend précieuse pour la reconstitution des cellules nerveuses et cérébrales, sa bonne digestibilité en fait une bonne remplaçante de l'huile d'olive pour ceux qui ne peuvent la tolérer (**Cossut et al., 2002**).



Raffinage

II. Le raffinage

II.1. Définition

Le raffinage constitue une étape clef dans la technologie de production des huiles végétales (**Kovari, 2000**). C'est une opération destinée à débarrasser les huiles brutes des impuretés présentes (pigments, pesticides...) et de certains composés gênants (phospholipides et acides gras libres). C'est un traitement de purification qui rend l'huile utilisable et consommable. Une huile qui répond aux exigences du consommateur (**Cossut et al., 2002 ; Sarr, 2009**).

II.2. Principe du raffinage

L'extraction de l'huile à partir des graines oléagineuses donne une huile constituée par des triglycérides, des impuretés et autres composés indésirables qui se trouvent à l'état soluble, insoluble ou en suspension colloïdale tels que les acides gras libres (AGL), les pigments (exemple le carotène), les mucilages, les phosphatines, les peroxydes, les cires, les matières en suspension, des composés chimiques (hydrate de carbone non saturé, aldéhydes, cétones), ...etc. (**Belhaine, 2017**).

- Le raffinage a pour but d'éliminer ces substances qui donnent à l'huile un aspect trouble, une odeur et un goût désagréables (**Belhaine, 2017**).
- Il permet, en effet l'obtention des huiles neutres non peroxydées, peu colorées et désodorisées et une garantie d'innocuité (**Kovari, 2000**).
- D'assurer la qualité et la sécurité sanitaire des huiles afin de fournir aux consommateurs une huile de qualité, exempte d'impuretés et de contaminants et qui répond aux exigences réglementaires (**Régis et al., 2016**).

II.3. Types du raffinage

Il existe 3 types de raffinages : le raffinage chimique, le raffinage enzymatique et le raffinage physique.

II.3.1 Le raffinage chimique

C'est le procédé le plus couramment utilisé et le plus fiable pour obtenir une huile de soja de bonne qualité, ce procédé est le raffinage chimique (**Platon, 2013**). Il se déroule en quatre grandes étapes, chacune de ces étapes a respectivement pour objectif d'éliminer :

- Les phospholipides qui sont à l'origine de l'aspect trouble des huiles ainsi que de leur brunissement à chaud
- AGL qui rendent les huiles acides

- Les pigments qui colorent trop intensément les huiles
- Les composés volatils qui sont responsables des saveurs des huiles (**Régis et al., 2016**).

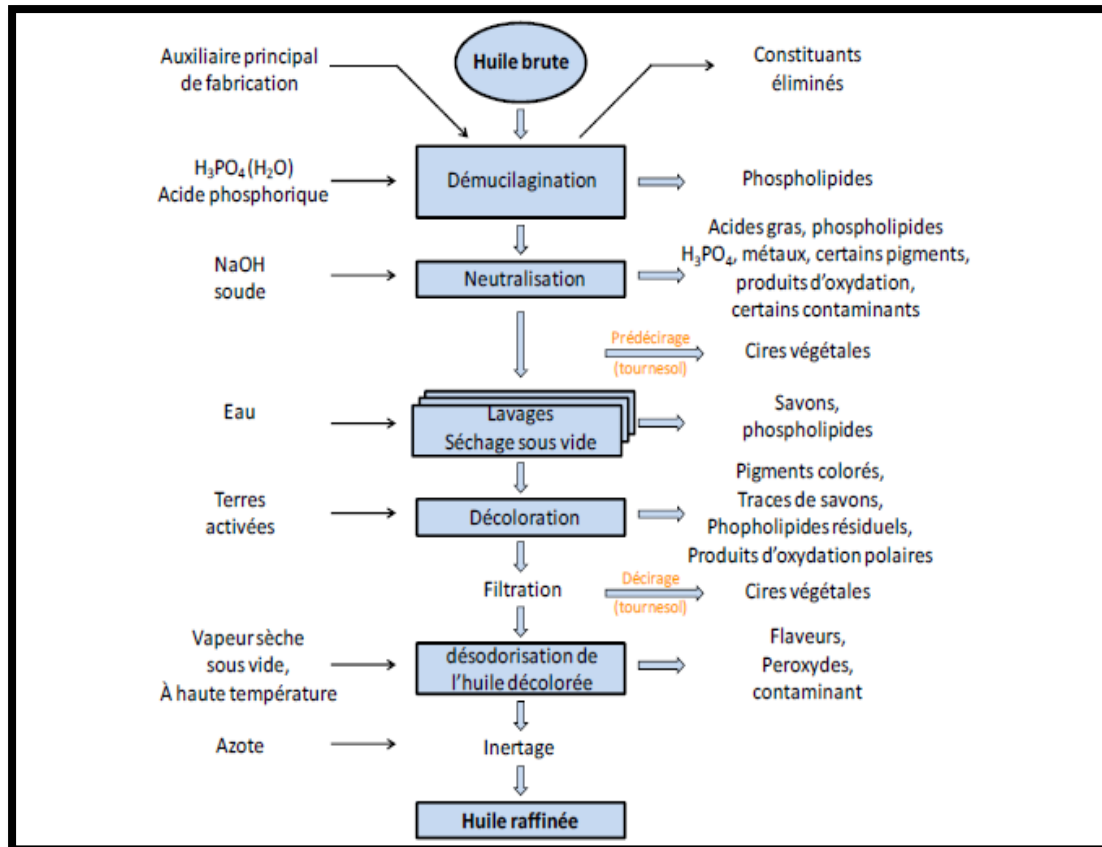


Figure 3 : Schéma des différentes opérations du raffinage (**Deng, 2010**).

II.4. Les différentes étapes du raffinage au niveau de *CO.G.B. La belle*

II.4.1 déémulagination

L'huile brute est aspirée vers une cuve de stockage au moyen d'une pompe permettant le réglage du débit, cette pompe est protégée à l'alimentation par un filtre à changement de position. Elle est liée à un compteur indiquant le débit instantané et le cumul ; à ce niveau, il est procédé au chauffage de l'huile à une température de 80°C à 90°C au moyen d'un réchauffeur.

La température est régulée par un automate ensuite à l'aide d'une pompe, l'acide phosphorique est injecté à raison de 0,1 à 3% du débit d'huile qui est mélangé au moyen d'un mélangeur centrifuge. Le mélange huile-acide passe par un second mélangeur centrifuge avec une addition d'eau afin d'obtenir un rapport de 2% dans l'huile. Ce mix est transféré dans la cuve de contact avant d'être envoyé vers un séparateur centrifuge qui assure la séparation de

l'huile et des mucilages en réglant la contre pression de 1,5 à 2 bars. Ce type de séparateur est équipé d'une vanne permettant l'injection d'eau chaude directement dans le bol au niveau de l'assiette séparateur (dans le cas de neutralisation) le débit d'eau est de 200 l/h (**N.E.MOB: 7511.1, 2003**).

II.4.2 neutralisation

L'huile dé mucilaginée est chauffée à une température de 80 à 90°C puis mélangée à une solution de soude caustique d'une concentration de 18 à 20° Baumé à l'aide d'un mélangeur centrifuge et passe directement vers le séparateur auto-déboureur assurant la séparation de l'huile et des pâtes de neutralisation en réglant la contre pression de 1,5 à 2 bars. Le séparateur permet, grâce à son système de débouillage, d'évacuer le solide contenus dans le bol sans arrêt du séparateur et sans perte d'huile (**N.E.MOB:7511.2, 2003**).

II.4.3 lavage

L'huile neutralisée est chauffée à une température de 80 à 90°C sur un échangeur de chaleur, donc on injecte de l'eau chaude à une température de 85°C à 95°C à un rapport de 6 à 8% du débit d'huile puis il est procédé au mélange des deux composants au moyen d'un mélangeur statique afin d'assurer le lavage d'huile. Le mélange est envoyé dans un séparateur assurant la séparation des deux phases (huile, eau) en réglant la contre pression de 1,5 à 2 bars. L'huile sortante du premier lavage est de nouveau chauffée à une température de 80°C-90°C et est mélangée à l'eau chaude d'une température de 85°C-95°C et d'une quantité d'eau à un rapport de 4 à 7% du débit d'huile au moyen d'un mélangeur centrifuge afin d'effectuer un second lavage . De l'acide citrique (0,1%) est aussi ajouté pour réduire la teneur résiduelle en savon puis envoyé dans un séparateur assurant la séparation des deux phases en réglant la contre pression de 1,5 à 2 bars (**N.E.MOB :7511.3,2003**).

II.4.4 séchage

L'huile sortant du séparateur du deuxième lavage est envoyée dans un bac sous vide de 20 à 30 mm Hg par pulvérisation où l'humidité de l'huile est évaporée et aspirée par le vide. L'huile devient ainsi sèche (**N.E.MOB 7511.4.2003**).

II.4.5 décoloration et filtration

Les étapes de la décoloration et filtration peuvent être résumés comme suit :
Environ 80% du débit d'huile séchée est pompé vers le dé-colorateur sous un vide de 20 à 30 mm Hg en passant par un échangeur de chaleur où l'huile est chauffée à une température de 90°C à 95°C. Les 20% restant passent par un refroidisseur à une température de 40°C à 45°C

puis mélangé dans le bac mélangeur avec de la terre décolorante par une vis-doseuse vers le dé-colorateur.

Le mélange 80% et 20% est répondu dans le dé-colorateur par un disperseur rotatif qui permet la désaération de la terre et d'avoir un contact parfait huile-terre. Une injection de vapeur directe est assurée par un diaphragme afin d'éviter les dépôts de terre et de parfaire le contact entre les deux composants (huile-terre décolorante). La filtration de l'huile chargée de terre de décoloration est réalisée dans des filtres hermétiques appelés : filtres Niagara où la couche de terre se forme graduellement sur la face filtrante. La pression de filtration maximale est de 4 bars ce qui nécessite le changement d'un filtre à un autre.

La durée du cycle pour un filtre est de 4h environ. l'huile filtrée est recueillie dans un réservoir. Lorsque le niveau de fonctionnement niveau haut est atteint, la pompe qui alimente les filtres de sécurité appelés filtres presse est mise en marche. L'huile arrive dans un bac pour la désodorisation (**N.E.MOB :7511.5, 2003**).

II.4.6. désodorisation

L'huile décolorée est pompée par une pompe vers un échangeur où elle est préchauffée par l'huile désodorisée sortant à une température de 140-160°C. L'huile est ensuite envoyée vers le dés-aérateur où elle est chauffée à une température de 200-220°C par l'huile désodorisée sous un vide de 1-4 mm Hg dans sa partie supérieure et par la vapeur de chaudière dans la partie inférieure. Le compartiment central du désodoriseur est alimenté par débordement du dés-aérateur qui ensuite alimente les compartiments périphériques, un par un. L'huile reste environ 90 min avec injection de vapeur directe et indirecte et le chauffage de l'huile se fait à l'aide d'une chaudière à une température de 220 à 250°C. L'huile désodorisée passe dans le premier compartiment du bac où elle subit un premier refroidissement, ensuite l'huile refroidie passe dans l'échangeur où il fait réchauffer l'huile entrante dans le dés-aérateur.

Finalement, l'huile est refroidie dans le bac équipé de serpentins où circule de l'eau froide. L'huile est ensuite pompée avec une injection d'acide citrique à 0,1 % vers les filtres à tamis à l'aide de la pompe avant de passer à la dernière phase de refroidissement. Dans le refroidisseur, l'huile atteint une température de 40 à 45°C avant de passer par des filtres à poches afin de lui donner un dernier brillant et également d'éliminer les impuretés résiduelles. Les vapeurs qui viennent du désodoriseur sont aspirées par le vide et refroidies à 50-60°C par un refroidisseur de façon à condenser les acides gras qui sont récupérés dans un bac puis à l'aide d'une pompe vers la section d'hydrolyse (**N.E.MOB : 7511.6, 2003**).

II.5 Optimisation du rendement de pâtes de neutralisation

L'objectif du raffinage chimique continu des huiles végétales est de produire de l'huile raffinée d'une qualité acceptable avec une perte minimale de matière et/ou un rendement maximale dans le procédé de raffinage (Horr, 2012).

II.5.1 Neutralisation

La neutralisation de l'huile s'effectue par voie chimique. Elle repose sur l'élimination des acides gras libres (AGL) se trouvant dans l'huile par addition de la soude caustique qui neutralise les AGL pour réduire l'acidité à 0,05%. La réaction de saponification ainsi déclenchée se traduit par le mécanisme réactionnel suivant :

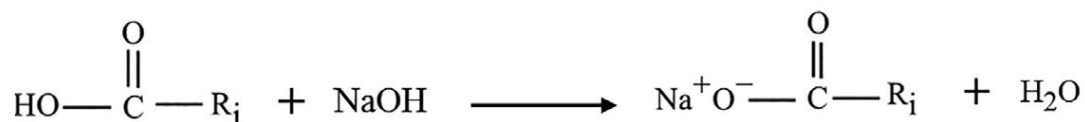


Figure 4 : Réaction de saponification of FFA (Fang, 2017).

FFA : free fatty acid.

Dans ce processus, les phosphatides résiduels et les AGL présents dans l'huile brute sont éliminés en traitant l'huile avec une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium qui réagit avec le FFA pour former des savons (Dijksra, 2015). Appelé communément « pâtes de neutralisation » ou « Soap stocks ». Ces AGL donnent un mauvais goût et nuisent à la conservation de l'huile (Werner *et al.*, 2010). Les AGL doivent être éliminés dans la phase de neutralisation car ils peuvent agir comme des pro-oxydants dans l'huile pour accélérer le taux de décomposition hydro-peroxydée (Chew *et al.*, 2016) qui peut être séparée de l'huile par centrifugation, mais avec une perte significative d'huile. Une autre source de perte en huile réside dans la réaction concurrente à la neutralisation des AGL par la soude : la saponification des triglycérides, qui conduit aussi à la formation de savons, de di et mono glycérides et de glycérols, favorable aussi à la formation d'émulsion en présence d'eau. Ainsi, l'étape de neutralisation par la soude, outre le fait qu'elle génère un effluent chargé dont le retraitement est coûteux et la valorisation difficile, s'accompagnant d'une perte en huile significative, nécessite la mise en œuvre d'un nombre important d'opérations élémentaires (Figure 5). (Kartika, 2005).

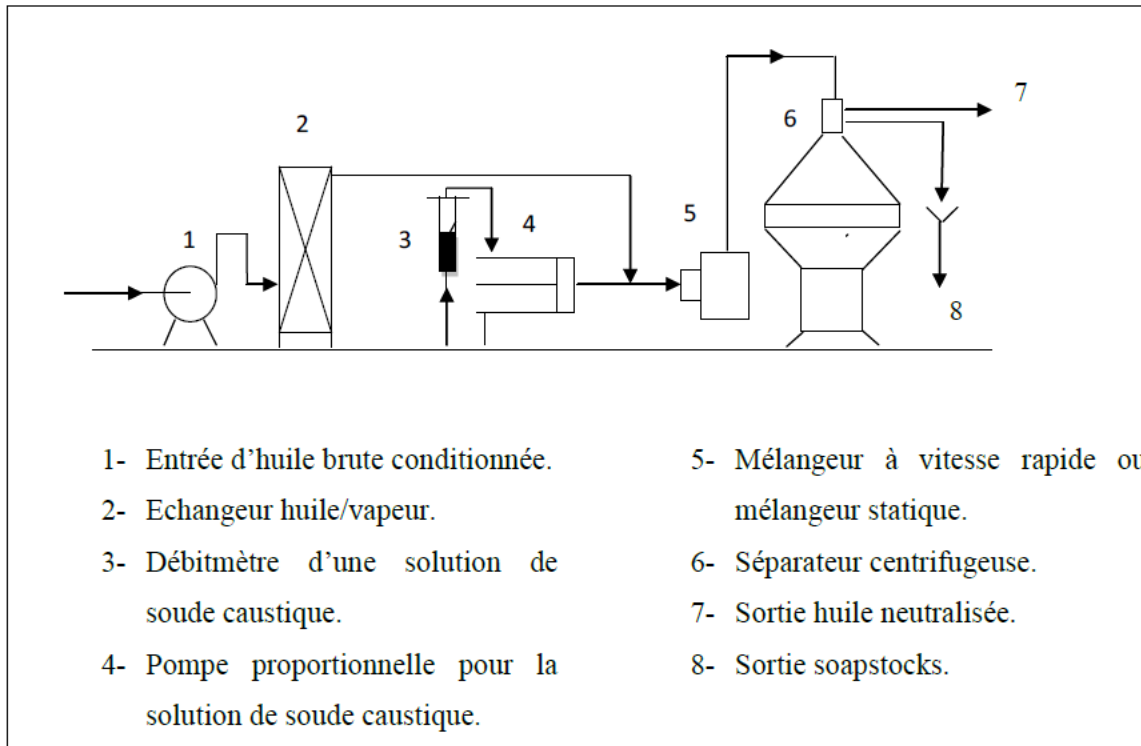


Figure 5 : La neutralisation à la soude (Platon, 1988).

Le but n'est pas seulement d'obtenir une huile parfaitement neutralisée avec un minimum d'entraînements d'huile dans les « soap stocks », mais aussi de laisser le moins possible de savon dans l'huile neutralisée, pour éviter les émulsions au cours du lavage (Denise, 1992).

II.5.2 Saponification

La saponification des huiles est le terme appliqué à l'opération durant laquelle la réaction est catalysée par une base (KOH ou NaOH) qui réagit avec l'huile pour former du glycérol et des acides gras (Salimon et al., 2012).



Partie expérimentale



Présentation de l'entreprise

I. Présentation de l'unité CO.C.G.B- La Belle

I.1. Historique

L'entreprise nationale des corps gras est située sur la route des Aurès à l'entrée de la ville de Bejaia. Elle est créée en 1939 par le groupe TAMZALI puis fut nationalisée en 1967. Elle était issue de la restructuration de la société nationale de gestion et de développement des industries alimentaires (SO.GE.D.I.A) en 1972. Elle avait accédé au statut d'entreprise autonome en 1989 et est devenue la société par action des corps gras (SPA-ENCG) dont les activités consistent à transformer les matières d'origines animales et végétales en vue de la fabrication des produits destinés à la consommation et des produits spécifiques à l'industrie.

A partir du 01/04/2006, CO.G.B.fut privatisée par le groupe «*La Belle*» en changeant de dénomination pour s'appeler désormais CO.G.B. *La Belle/SPA*.

Il existe deux unités UP/07 et UP/08. Ce complexe a pour but de promouvoir le développement des industries alimentaires et de satisfaire les besoins locaux en huile, margarine, savon de ménage et de toilette...etc.

I.2. La production de l'entreprise

Ce complexe a une capacité de production journalière de :

- Production de l'huile finie : 400 T/j.
- Fabrication de savon de ménage : 150 T/j.
- Fabrication de savon de toilette : 50 T/j.
- Production de glycérine pharmaceutique : 20 T/j.
- Production d'acides gras distillés : 20 T/j.
- Fabrication de margarine : 80 T/j :
 - 45 T/j de margarine de table.
 - 45 T/j de margarine boulangère.
 - 25 T/j de margarine pâtissière

I.3. Organisation de l'entreprise

I.3.1. Présentation du laboratoire d'analyse

Le service laboratoire a pour objectif d'améliorer la qualité et la quantité de produits fabriqués par l'analyse des matières premières et auxiliaires, les produits au cours de fabrication ainsi que les produits finis. Il comprend quatre laboratoires :

- Laboratoire des huiles.
- Laboratoire de traitement des eaux.
- Laboratoire de savon.
- Laboratoire de margarine.

I.3.2. Présentation du service de conditionnement

Il est composé de deux ateliers :

- Le premier atelier : 300 T (bouteilles de 2 L et de 5 L).
- Le deuxième atelier : 300 T (bouteilles de 1L).

Chaque atelier comprend la fabrication plastique et le conditionnement.

Le conditionnement est la mise sous emballage des huiles pour assurer leurs conservation et leurs transport depuis l'usine de fabrication jusqu'aux consommateurs.

L'administration de l'entreprise CO.G.B-*La belle* comprend cinq départements différents :

- 1- Département des ressources humaines.
- 2- Département de comptabilité et de fiscalité.
- 3- Département commercial.
- 4- Département de production.
- 5- Département de maintenance.

I.4. Organigramme de CO.G.B-La Belle

Elle est illustrée dans l'annexe 01.



Matériel et méthodes

I. Matériels et méthodes

I.1 Échantillonnage

Au cours de notre stage, nous avons effectué différentes analyses physico-chimiques. Les échantillons ont été prélevés à la raffinerie d'huile au cours des différentes sections du raffinage chimique puis ont été conservés dans des préformes hermétiques à la température du laboratoire et à l'abri de la lumière. Des analyses de la pâte de neutralisation ont été également réalisées.

Le **tableau 5** illustre les points de prélèvement ainsi que les analyses physico-chimiques effectuées sur les différents types d'échantillons.

Tableau 5 : Les points de prélèvement et les analyses physico-chimiques effectuées.

Échantillons	Points de prélèvements	analyses
Huile brute	Sortie de bac de stockage	Acidité, indice de saponification.
Huile lavée	Sortie de lavage 2	Acidité, traces de savons.
Huile décolorée	Sortie de la décoloration	Acidité, couleur, indice de saponification.
Huile désodorisée	Sortie de la désodorisation	Acidité, impuretés, couleur, traces de savons, indice de peroxyde.
Pâte de neutralisation	Sortie de la centrifugeuse	Acidité

I.2 Analyses physico-chimiques effectuées sur l'huile de soja

Le responsable d'un atelier de raffinage doit disposer de données analytiques concernant les huiles mises en œuvre. Ces données sont indispensables aux opérateurs pour adapter leur procédure de raffinage afin d'avoir les meilleurs rendements (**Vignerou, et al., 2003**).

I.2.1 Détermination de la couleur

▪ Définition

La couleur d'un aliment est l'une des propriétés organoleptiques qui joue un rôle important dans l'évaluation de sa qualité. La couleur d'un aliment est souvent liée à sa maturité, à la mise en œuvre appropriée ou défectueuse d'un traitement technologique ou à de mauvaises conditions d'entreposage ou à un début de détérioration (NE 1.2-364-1989).

▪ Principe

Cette méthode consiste à comparer la couleur de la lumière transmise à travers une certaine couche d'huile à la couleur de la lumière provenant toujours de la même source transmise à travers des lames colorées standardisées (NE 1.2-364-1989).

▪ Matériel

Lovibond et Cellule en verre.

▪ Mode opératoire

L'échantillon est versé dans la cellule en verre d'un pouce puis placée dans l'appareil Lovibond. La couleur de l'échantillon est déterminée par une comparaison avec les lames de couleur standard (NE 1.2-364-85).

▪ Expression des résultats

La couleur de l'huile est obtenue par : **J/R /B**

Où : **J** : la valeur de la couleur jaune.

R : la valeur de la couleur rouge.

B : la valeur de la couleur bleue. Dans le cas de l'huile de soja, B=0.

I.2.2 Détermination du taux d'impuretés

▪ Principe

Une prise d'essai est traitée par un solvant puis filtrée. Le filtre est lavé des résidus qu'il contient puis séché et pesé (Sarr, 2009).

▪ Matériel

Creuset, filtre, dessiccateur, fiole et étuve.

▪ Mode opératoire

Peser un creuset contenant un filtre déjà lavé à l'hexane, sécher puis refroidir dans un dessiccateur. On pèse 20 g d'huile dans une fiole et on ajoute 200 ml d'hexane. On agite puis on laisse reposer. Ensuite on verse la solution sur le creuset contenant le filtre puis on lave ce dernier avec l'hexane, jusqu'à ce qu'il soit exempt de matière grasse. On sèche et on évapore dans une étuve à 103°C. Par la suite on pèse le creuset filtrant une fois refroidi dans le dessiccateur (NE.1.2-46-85).

- **Expression des résultats**

La teneur en impuretés insolubles est donnée par la formule suivante :

$$I (\%) = [(m_2 - m_1) / m_0] \times 100$$

Où :

m₀ : masse de la prise d'essai en g ;

m₁ : masse initiale du creuset filtrant en g

m₂ : masse du creuset contenant le résidu sec en g ;

I : la teneur en impuretés en %.

1.2.3 Détermination de l'acidité

- **Définition**

L'acidité exprimée conventionnellement en pourcentage d'acide gras prédominant dans le corps gras. Ex : colza, tournesol, soya en acide oléique. (ISO 660, 1996)

- **Principe**

C'est le titrage des acides gras libres par une solution d'hydroxyde de potassium ou de soude en présence de phénolphtaléine comme indicateur coloré (Diatta, 1998).

- **Matériel**

Becher de 100 ou de 150 ml, balance électronique de précision et plaque chauffante.

- **Mode opératoire**

Dans un bécher on pèse 10 g d'huile à analyser auquel on rajoute 75 ml d'alcool neutralisé puis on chauffe légèrement, par la suite on ajoute quelques gouttes de phénolphtaléine. Enfin, on titre avec la solution de NaOH à 0.1N jusqu'à apparition d'une coloration rose pâle (NE 1.2-43-85).

- **Expression des résultats**

$$A\% = N \times V \times E_{qg} / P_E \times 10$$

Où :

N : normalité de la solution de NaOH.

V : volume de NaOH en ml.

E_{qg} : équivalent gramme de l'acide oléique.

A : acidité de l'huile exprimée en % ;

P_E : prise d'essai en g.

I.2.4 Indice de peroxyde

- **Définition**

L'indice de peroxyde est la quantité d'oxygène actif exprimé en milli équivalent contenu dans 1kg de corps gras. (ISO 3960, 2007).

- **Principe**

La matière grasse à analyser est mise en solution dans un mélange de chloroforme et d'acide acétique, de l'iodure de potassium (KI) est ajouté. Le KI réagit avec les peroxydes formant du l'iode (I₂). Cet iode est ensuite dosé par réaction avec le thiosulfate de sodium (Na₂S₂O₃). (Sindic *et al.*, 2008).

- **Matériel**

Ballon, balance électronique de précision, haute et éprouvette de 25 ml,

- **Mode opératoire**

On pèse 2 g d'huile dans un ballon, on ajoute 10 ml de chloroforme, 15 ml d'acide acétique, et 1 ml de KI, puis on mélange pendant une minute et on met à l'obscurité, après 5 min on ajoute quelques gouttes d'empois d'amidon et on titre avec la solution de thiosulfate de sodium (Na₂S₂O₃) jusqu'à disparition de la couleur brune. Un échantillon témoin est préparé dans les mêmes conditions (NE 1.2-43-85).

- **Expression de résultats**

$$I_p \text{ (meq g/kg)} = [N (V-V_0)/m] \times 1000$$

Où :

N : normalité de Na₂S₂O₃ (0.002N) ;

V₀ : volume de Na₂S₂O₃ pour le témoin en ml ;

V : volume de Na₂S₂O₃ pour l'échantillon à analyser en ml ;

m : prise d'essai en g;

I_p : indice de peroxyde en meqg/kg.

I.2.5 Indice de saponification (NA.276/1990)

- **Définition**

C'est la quantité en mg de KOH nécessaire pour saponifier un gramme de corps gras.

▪ **Principe**

L'indice de saponification consiste à faire bouillir à reflux un échantillon avec une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium (KOH) alcoolique pendant 1 h et à titrer l'excès par une solution d'acide chlorhydrique (HCL) à 0.5 N. Un essai à blanc est réalisé dans les mêmes conditions.

▪ **Matériels**

Balance électronique de précision, ballon de 250 ml, éprouvette de 25 ml et reflux d'ébullition.

▪ **Mode opératoire**

Dans un ballon de 250 ml, mettre 25 ml d'une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium (KOH) à 0.5 N, ajouter dans l'un des deux ballon 2 g d'huile et emmener les deux ballon à ébullition à reflux pendant 1 h, puis titrer avec une solution d'acide chlorhydrique à 0.5N jusqu'à obtention d'une coloration rose en présence de phénolphaléine.

▪ **Expression des résultats**

$$I_S = (V_B - V_E) \cdot N \cdot 56.11 / P_E$$

Où :

I_S : indice de saponification (mg KOH/g d'huile).

N : normalité de la solution HCL.

V_E : volume en ml de HCL utilisé pour l'échantillon.

V_B : volume en ml de HCL utilisé pour l'essai à blanc.

P_E : poids en g de la prise d'essai.

56.11 : masse molaire exprimée en g/mol de KOH.

I.2.6 Trace de savon (NA 6341)

▪ **Définition**

L'alcalinité est exprimée conventionnellement en oléates de sodium en partie par million (ppm). Le savon d'acide gras est le résultat d'un traitement d'acides gras par un hydroxyde métallique (la potasse ou la soude).

▪ **Principe**

L'alcalinité du savon est libérée directement dans l'acétone en présence du bleu de bromophénol (indicateur coloré), elle est ensuite titrée par l'acide chlorhydrique.

- **Matériels**

Ballon électronique de précision, balance et éprouvette de 25 ml.

- **Mode opératoire**

Dans un ballon, verser 20 g de l'huile et 22.5 ml d'acétone en lui ajoutant quelques gouttes d'eau distillée, en présence de bleu bromophénol. Si la couleur devient bleue verdâtre l'huile en contient des traces de savon, à ce moment-là, on titre avec l'acide chlorhydrique (0.01N) jusqu'à la disparition de la couleur bleue verdâtre et l'apparition de la couleur jaune.

- **Expression des résultats**

$$T_s = V.N.304.100/P$$

Où :

T_s : traces de savon (ppm).

V : volume (ml) de la solution d'acide chlorhydrique.

P : prise d'essai.

N : normalité de l'HCL (0.01N).

304 : masse molaire de l'oléate de sodium.

I.2.7 Indice d'ester

- **Définition**

L'indice d'ester d'un lipide est la masse d'hydroxyde de potassium (KOH), exprimée en milligramme, nécessaire pour saponifier les acides estérifiés contenus dans un gramme de corps gras. L'indice d'ester est égal à l'indice de saponification pour les glycérides purs. Il permet de déterminer la masse molaire (donc la structure) des glycérides.

- **Expression des résultats**

$$\text{Indice d'ester} = \text{indice de saponification} - \text{indice d'acide}$$

I.2.8 Pertes en huile dans les pâtes de neutralisation (NE 8242-2, 2014)

▪ Principe

Il n'existe pas de méthode simple pour accéder aux pertes à la neutralisation. Le dosage de l'acidité de la matière grasse des soaps stocks permet toutefois de se faire une idée. La méthode consiste à acidifier les pâtes de neutralisation immédiatement à la sortie de la centrifugeuse à l'aide d'un acide fort ; par réaction de Berthollet les savons se retransforment en acides gras. Si les pertes sont nulles, les acides gras formés devraient avoir une acidité de près de 100%. Or il n'en est rien du fait que la phase grasse surnageant contienne aussi des phospholipides et de l'huile neutre entraînée (**Denise, 1992**).

▪ Matériel

Balance électronique de précision, bécher de 1 L, plaque chauffante, ampoule à décanter, centrifugeuse, papier pH, éprouvette de 25 ml et burette de 25 ml.

▪ Mode opératoire

Peser 20 g de pâtes de neutralisation et ajouter 200 ml d'eau distillée dans un bécher, chauffer et agiter jusqu'à dissolution complète des pâtes sur une plaque, ajouter 20 ml d'acide sulfurique à 20% (H₂SO₄) et quelques gouttes de méthyle orange comme indicateur coloré (coloration rouge) ;

Verser le mélange dans une ampoule à décanter pour séparer la phase organique (huile acide) de la phase aqueuse. Une fois décantée, la phase légère sombre 'huile acide' est récupérée et lavée à plusieurs reprises avec de l'eau chaude salée jusqu'à apparition d'une phase claire (élimination de l'acide sulfurique et du méthyle orange) pH neutre.

Deux tubes sont remplis par la phase légère et centrifugés à 4000 rpm pendant 15 min. Après centrifugation, peser 1 g de l'huile acide récupérée puis additionner l'alcool et quelques gouttes de phénolphtaléine, chauffer le mélange puis titrer à l'aide d'une burette avec une solution d'hydroxyde de potassium à 0.25N

▪ Expression des résultats

$$\text{Acidité PN/} = \frac{V \cdot N \cdot M}{m \cdot 10}$$

Où :

V : volume d'hydroxyde de sodium utilisé pour le titrage exprimé en ml

N : normalité d'hydroxyde de sodium à 0.25N

M : masse équivalente de l'acide oléique (282g/mol)

m : masse en gramme de la prise d'essai (g)

Acidité neutralisée = acidité de l'huile brute - acidité de l'huile lavée
CE : coefficient d'entraînement = $100 / \text{Acidité des pâtes}$
Pertes à la neutralisation = $C_e - \text{Acidité neutralisée}$

I.2.9 : Détermination des pertes en huile dans les pâtes de neutralisation

Afin de trouver les conditions optimales pour minimiser les pertes en huile et pour avoir le meilleur rendement, nous avons donc essayé de suivre les variations des pertes en huile au niveau de la pâte de neutralisation qui sort du séparateur. Pour cela, nous avons étudié les paramètres influençant cette séparation (huile-pâte) : la température d'eau et de l'huile, le débit de la soude caustique ajoutée, la contre-pression des séparateurs et sur le même débit. On suivant la méthode cirquancielle, on fixant quatre paramètres et on varie un seul paramètres sachant que l'acidité de l'huile brute est la même qui est d'une valeur 0,84 %.

Résultats et discussions

II. Résultats et discussion

Les huiles importées par CO.G.B subissent des analyses de contrôle de qualité de conformité à la réception et pendant les différentes opérations du raffinage. Les résultats de ces analyses doivent être conformes aux normes de l'entreprise.

II.1. Analyses physico-chimiques de l'huile de soja

Les résultats des analyses effectuées sur l'huile de soja sont illustrés dans l'annexe 02.

II.1.1 Détermination de la couleur

Les résultats d'analyses de la couleur des deux échantillons de l'huile de soja sont illustrés dans le **tableau 6** :

Tableau 6 : Résultats de la couleur des différents échantillons d'huile de soja.

Echantillon	Moyenne de la couleur	Norme d'entreprise
Huile décolorée	J : 32,47	$J \leq 40$
	R : 0,48	$R \leq 0,5$
Huile désodorisé	J : 0,49	$J+R \leq 0,5$
	R : 0,02	

Les résultats obtenus pour la couleur des différents échantillons de l'huile de soja sont illustrés dans la **figure 6** :

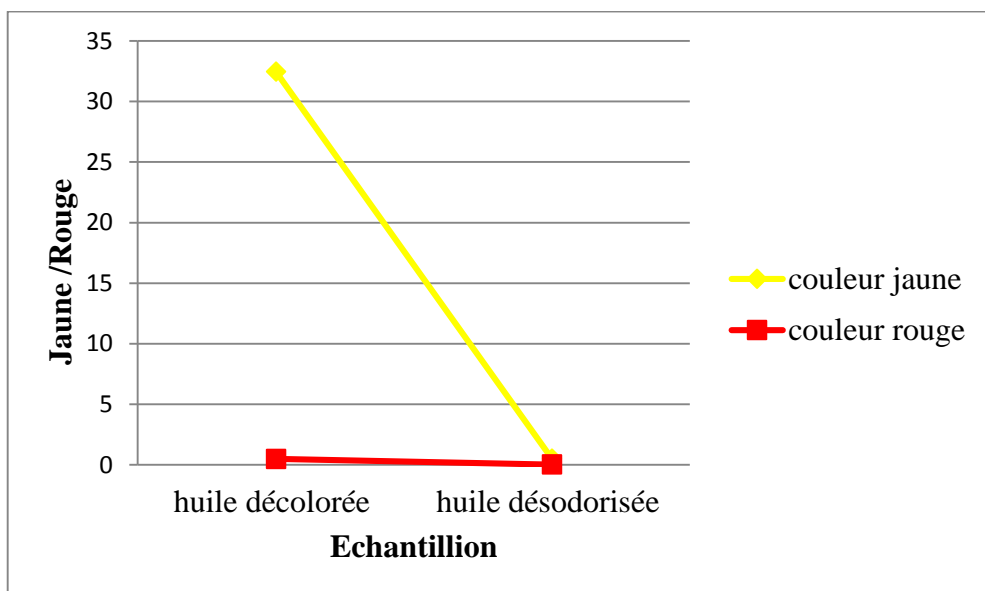


Figure 6 : Evolution de la couleur des différents échantillons d'huile de soja.

D'après les résultats mentionnés ci-dessus, on remarque que :

- Les valeurs de la couleur rouge et jaune des échantillons de l'huile de soja sont plus élevées pour l'huile décolorée (R=0,48 et J=32,47) que celles de l'huile désodorisée (R=0,02 et J=0,49). Ces valeurs répondent aux normes de l'entreprise.
- Une grande diminution de la couleur de l'huile (**Figure 06**).
- Une diminution de la couleur rouge et jaune durant le raffinage, cette diminution a été déjà rapportée par la littérature (**Cheftel, 1977**).
- Une diminution remarquable de la couleur pour l'huile décolorée. Selon **Bertoli (2001)**, cela est dû au phénomène d'adsorption des pigments colorés sur la terre décolorante.
- Une diminution importante de la couleur après désodorisation. Selon **Cheftel (1977)**, cette diminution est due à la décomposition des pigments colorés sous l'effet de la haute température qui donnent des substances volatiles qui seront aspirées avec les acides gras libres, par le vide.

II.1.2 Détermination du taux d'impuretés

La norme d'entreprise 1 max.

Ce test est réalisé seulement sur les échantillons de l'huile soja au stade de désodorisation à différents jours,

Les résultats des analyses des échantillons de l'huile de soja désodorisée montrent une absence d'impuretés. La désodorisation permet de réduire au maximum le niveau de contaminants (**kock, 2005, Belhaine 2017**). La désodorisation est effectuée à plus de 200°C, elle élimine les traces d'acides gras libres, les produits oxydés et les composés odorants (**Platon, 2013**).

II.1.3 Détermination de l'acidité :

Les résultats de l'analyse de l'acidité des différents échantillons de l'huile de soja sont représentés dans le **tableau 7** :

Tableau 7 : Résultats d'analyse de l'acidité des différents échantillons d'huile de soja.

Echantillon	Moyenne de l'acidité (%)	Norme ISO (660,1996)	La norme d'entreprise
Huile brute	0,818 ±0,024	02% Max	0,5 -2
Huile lavée	0,060 ±0,020	0,12% Max	0,02 – 0,1
Huile décolorée	0,047 ±0,013	0,2% Max	0,06-0,12
Huile désodorisée	0,043 ±0,010	0,12% Max	0,02-0,12

La mesure de la quantité d'acides gras libres d'un corps gras est l'un des meilleurs moyens de déterminer son altération par hydrolyse (**Frenot et al., 2001**).

L'acidité de l'huile brute est un peu élevée (0,818%). Cependant, elle est toujours conforme aux normes (02% Max). Ceci traduit le bon déroulement des opérations de trituration (extractions et stockage de graines et de l'huile).

L'acidité de l'huile lavée (0,06%) est conforme à la norme de l'ISO (0,12% Max). Concernant l'huile décolorée, une légère diminution de l'acidité est notée (0,047%). Enfin pour l'huile désodorisée, l'acidité est de 0,043% (cette valeur est due destruction des acides gras libres par une température élevée plus de 200°C) qui est conforme à la norme de l'ISO (0,12%).

Les résultats obtenus pour l'acidité des différents échantillons de l'huile de soja sont illustrés dans la **figure 7**.

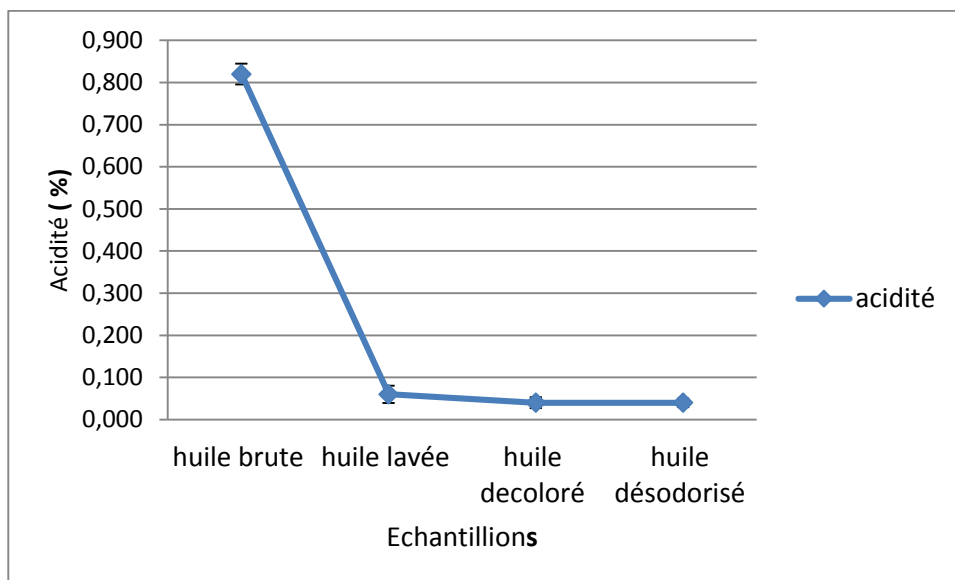


Figure 7 : Evolution de l'acidité d'huile de soja au cours du raffinage.

D'après ces résultats, on remarque une diminution de l'acidité au cours différentes étapes du raffinage : tout d'abord, une grande diminution de l'acidité de l'huile brute puis une diminution légère de l'acidité après lavage et désodorisation pour atteindre la valeur finale de 0,043%.

L'huile brute possède d'origine une acidité élevée, ceci est dû à la présence des acides gras libres issus de l'hydrolyse des triglycérides et qui seront neutralisés au cours du raffinage. (**Denise, 1992**). La diminution de l'acidité au niveau du mélangeur est due à la neutralisation

d'une grande partie des acides gras libres par l'ajout de la soude caustique (phénomène de saponification).

L'acidité après désodorisation a diminué à 0,043%. Selon **Kartika (2005)**, cela est dû à la l'entraînement des acides gras libres par la vapeur d'eau sous l'effet du vide et de la température élevée (250°C).

II.1.4. Détermination de l'indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est une analyse qui nous permet d'estimer la quantité de peroxydes présents dans une matière grasse (**Adrian et al., 1995**). En outre, cet indice permet d'apprécier les premières étapes d'une détérioration oxydative de l'huile (**M'Baye, 2011**). L'analyse de l'indice de peroxyde des échantillons de l'huile de soja est nul ce qui répond à la norme de l'entreprise. Ceci est dû à la transformation des peroxydes en aldéhydes et en cétones sous l'effet de la température élevée (plus de 200°C). Ces derniers sont des composés volatils éliminés par le vide.

L'indice de peroxyde, après désodorisation, est faible. Selon (**Constantin, 2000**), cela est dû à l'adsorption des peroxydes par la terre décolorante et sous l'effet de la haute température lors de la désodorisation.

II.1.5. Détermination du taux de trace de savon :

La teneur en traces de savon de l'huile de soja est représentée dans la **figure 8** :

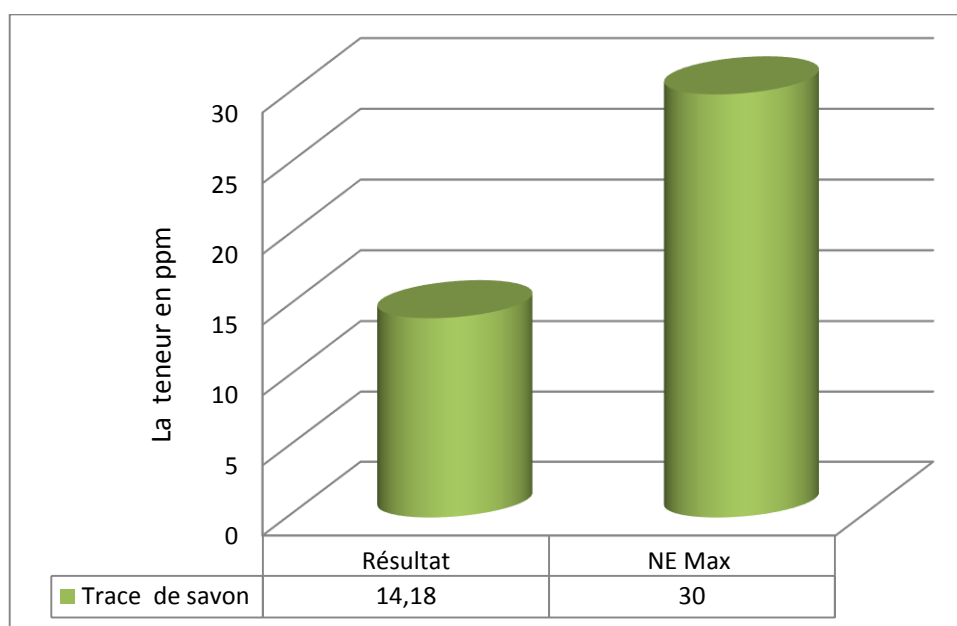


Figure 8: La teneur en traces de savon de l'huile de soja

D'après les résultats mentionnés dans la **figure 8**, on remarque une diminution importante de la teneur en traces de savons dans l'huile lavée ce qui peut être expliqué par la solubilité des savons formés après saponification des acides gras libres dans les eaux de lavage et que le séparateur des deux phases (huile/savon) a fortement éliminé par centrifugation. Le taux de traces de savons qu'on peut retrouver dans l'huile lavée est de 30 ppm (le but de l'étape du lavage étant d'éliminer le maximum de traces de savons).

L'huile brute n'a aucune trace de savon car on ne lui a pas encore ajouté de la soude pour neutraliser les acides gras libres. Selon (**Werner et al., 2010**), les huiles neutralisées contiennent des quantités importantes de savons (de 700 à 1200 ppm), cela est dû à la réaction entre la soude et les acides gras libres de l'huile. On remarque que l'échantillon prélevé à la section lavage de l'huile de soja contient des traces de savons inférieures à la norme de l'entreprise, cela signifie qu'il y a pas une saponification parasite.

Une teneur en savons trop faible pourrait signifier que la zone de séparation s'est déplacée vers la phase lourde et qu'il y a risque de perte d'huile dans les «pâtes» alors qu'une teneur trop forte peut perturber les opérations de lavage en créant des émulsions (**Denise, 1992**). D'une manière générale les résultats obtenus sur les échantillons de l'huile désodorisée sont tous inférieurs ou égales aux normes, donc conformes à la commercialisation.

II.1.6. Indice saponification

Les résultats des analyses effectués sur différents échantillons de l'huile de soja sont illustrés dans le **tableau 8**:

Tableau 8: indice saponification et indice ester des échantillons d'huile soja

L'échantillon La date	Huile brute		Huile lavée	
	Is mgKOH/g	Ie mgKOH/g	Is mgKOH/g	Ie mgKOH/g
04/04/2018	192	190,32	191,64	190,04
05/04/2018	/	190,33	192,35	190,67
06/04/2018	/	190.32	192.44	190,76
07/04/2018	/	190.88	191.76	190,08
08/04/2018	/	190.64	191.86	190,18
09/04/2018	/	190.88	192,35	190,67
10/04/2018	/	190.32	192,14	190,46
11/04/2018	/	190.38	191,93	190,25
12/04/2018	/	190.80	192,87	191,29
13/04/2018	/	190.56	192,93	191,25
14/04/2018	/	190.70	191,83	190,15
15/04/2018	/	190.88	192,33	190,75
16/04/2018	/	190.76	192,03	190,47
17/04/2018	/	190.56	191,94	190,36
18/04/2018	/	190.88	192,99	191,31
19/04/2018	/	190.56	191,95	190,27
20/04/2018	/	190.56	191,94	190 ,26

Is : indice de saponification Ie : indice d'ester

D'après les résultats obtenues on remarque que :

- toutes les valeurs obtenus sont inférieure à la norme imposé par l'entreprise (190 mgKOH/g -193 mgKOH/g) pour les deux huiles.
- l'indice saponification est plus élevée pour l'huile lavée dans les deux jours 13 et 18 respectivement (192,93 mgKOH/g et 192,99 mgKOH/g), ainsi que l'indice d'ester, ces résultats révèlent que l'huile a subit une réaction de saponification parasite qui touche les acides gras liée.
- L'indice d'ester est le résultat des variations soit de l'indice de saponification soit de l'acidité.
- La concentration, l'excès et le dosage de la soude provoque des réactions parasites qui dégradent certaines quantités de triglycérides qui donnent le glycérol et le savon, qui influe sur la quantité d'ester qui indique l'augmentation du coefficient d'entérinement et les pertes

en huile implique la nécessité du contrôle régulier de l'acidité de l'huile neutralisée et le dosage de la soude avec un indicateur coloré : phénolphtaléine, en cour du processus.



Conclusion

Conclusion

Notre stage au sein de la société industrielle CO.G.B- *La Belle* nous a permis de comprendre un procédé important qui est le raffinage des huiles notamment l'huile de soja. Dans cette section, l'opération de neutralisation de l'huile par la soude caustique est une opération clé du procédé du raffinage des huiles. En effet, L'huile brute contient toujours des acides gras libres qu'il faut éliminer. Ces derniers sont indésirables dans l'huile car (ils sont des catalyseurs de l'oxydation). De plus, l'huile brute subit, avant sa neutralisation, une opération de dégomme par l'acide phosphorique pour éliminer les impuretés indésirables. Donc l'objectif de la neutralisation par la soude caustique est double : neutraliser l'acide phosphorique et neutraliser les acides gras sous forme de savons appelés «pâtes de neutralisation».

Cette variation de production s'accompagne souvent d'une variation de l'acidité de l'huile brute. Donc plusieurs paramètres sont mis en évidence pour garder une acidité de l'huile traitée constante et optimiser le rendement de pâtes de neutralisation point qui faisait l'objet de notre sujet de stage. Pour atteindre cet objectif, nous avons choisi de suivre les paramètres influençant le bon déroulement de la neutralisation de l'huile. Ce suivi est réalisé sur terrain au cours du raffinage pour qu'il soit vérifié à l'échelle du laboratoire en variant à chaque fois un seul paramètre tout en fixant les autres.

Les résultats obtenus ont montré que la qualité de l'huile brute (acidité et taux de savons) nécessite un changement de ces paramètres (température de l'huile à neutraliser, concentration de la soude, température de l'eau chaude, température de l'huile et la contre pression) qui dépendent de l'acidité de l'huile et qui doivent être bien étudiés à l'arrivée de chaque nouvelle huile.

D'après l'étude menée durant ce stage, nous sommes arrivés à atteindre un bon rendement en huile, et ceci grâce à une optimisation qui a touché quatre points essentiels. Les résultats obtenus à partir des vingt essais expérimentaux montrent que les bonnes valeurs à appliquer pour améliorer le rendement en huile, pour une acidité d'huile brute 0,84% sont: une température d'huile de 85 C°, une contre-pression de 1,2 Bar, une concentration en soude 5,3 L/h, une température d'eau chaude de 95°C et un débit de 8000 kg/h.

En perspective, d'autres analyses peuvent être effectuées, à savoir temps de réaction entre la soude caustique et la matière grasse ainsi que faire un bon suivi de l'étape de démulage.



Références bibliographiques

A

Adrian J., Potus J., et Fragne R. (1995). *La science alimentaire de A à Z*. Ed. Tec et Doc., Lavoisier. Paris (477P).

Alais C et Linden G. (1987). Biochimie alimentaire. Masson. Paris. P 205.

Alais C., Linden G et Miclo L (2003). Biochimie alimentaire, édition : Dunod, paris : 55p.

B

Belhaine A. (2017). Thèse doctorat : synthèse de nouveaux matériaux silicates pour la dépollution des eaux. Université Abdelhamid Ibn Badis. Mostaganem. Algérie. 104p.

Bertoli C., Jurg Let Werer. (2001). Science alimentaire : lipide. Université Lausame.

Bucher E. (2013). Huiles et graisse : la brochure complète. Pistor AG. 67p.

C

Cheftel J C et Cheftel H. (1977). Introduction à la biochimie et technologie des aliments ED. Tec doc, Lavoisier, Paris, T1. 240-300,381p.

Chew S C., Tang C P et Nyam k L. (2016). Optimization of neutralization parameters in chemical refining of kenaf seed oil by response surface methodology. In Industrial Crops and Products. Elsevier.9p.

Cossut J., Defrenne B., Desmedt C., Humbert S., Vanuxeem M. et al. (2002). Les corps gras : Entre Tradition et Modernité. Projet dans le cadre du DESS en QUALIMAPA. Université des sciences et technologie de Lille – Institut Agroalimentaire de Lille, p35.

Constantin, (2000). Les lipides. Ecole polytechnique fédérale. Leusane.pp138-144.

D

Deng H T. (2011). Thèse doctorat : extraction et mise en forme (en liposome) de phospholipides issus d'un co-produit par voie supercritique. Université Bordeaux1. France. 177p.

DENISE J. (1992). *Raffinage des corps gras*. In manuel des corps gras tom I. Ed Tec & Doc. Paris : Lavoisier. (789 P).

Diatta T. (1998). Thèse Doctorat : Contribution à l'étude de la qualité des corps gras alimentaires commercialisés au Sénégal : *les huiles végétales*. Université Cheikh Anta Diop Dakar.

DIJKSTRA A. J. (2013). *Edible Oil Processing from a Patent Perspective*. Ed SPRINGER New York Heidelberg Dordrecht. London. (140P).

E

Evrard J. (2003). Protéines et lipides : des technologies adaptées aux usages actuels et futurs. Volume 10, Numéro 1, p 57-60.

F

Fang Y R, Yun yen et Liu H S. (2017). A novel strategy of biodiesel production from wet microalgae by direct saponification–esterification conversion (DSEC). Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers.p1-9.

FrenoL M., Vierling E. (2001). *Biochimie des aliments : diététique du sujet bien portant* 2^{ème} éditions. CRDP AQUITAINE. (297 P).

G

Glycine M L (2000). L'extraction d'huile de soja. P1

H

Hammond E G., Johnson L A., Caiping S U., Wang t., et Pamela J. White P.J. (2005). *Soybean Oil*. Iowa State University Ames, Iowa. Bailey's Industrial Oil and Fat Products, Sixth Edition, Six Volume Set. Edited by Fereidoon Shahidi. 577-641p.

Horr T. (2012). Raffinage d'huiles. 21p.

I

ISO 660. Deuxième édition 15-05-1996

ISO 3960. Quatrième édition 15-07-2007.

J

Jachque (2010). Le soja. biosléve. p : 4.5.

K

KARLESKIND A. (1992). Manuel des corps gras. Tom 2. Edition Tec et Doc, Lavoisier. Paris. (1579P).

Kartika. (2005). Thèse de doctorat : Nouveau procédé de fractionnement des graine de tournesol : expression et extraction en extracteur bi-vis, purification par ultrafiltration de l'huile de tournesol. Institut national polytechnique de Toulouse : 333p.

Kock J D., Greyt W D., Gibon V et Kellens M. (2005). Développements récents en matière de raffinage et de modifications : élimination des contaminants dans les huiles alimentaires et réduction du taux d'acides gras *trans*. [.doi.org/10.1051/ocl.0378](https://doi.org/10.1051/ocl.0378).p 378-384.

Kouamé C., N'Gbesso M., Adako M et Tahouo O. (2007). Bien cultiver soja en côte d'ivoire. CNRA, 01 BP 1740 Abidjan 01. Cote d'ivoire.

Kovari K. (2000). Physical refining of sunflower oil. OCL, N°4, vol07, p 305 -308.

ℒ

Labat E. (2013). Thèse doctorat : le soja : influence *de sa consommation sur la sante humaine et conséquences de l'expansion de sa culture au niveau mondial*. Université Toulouse III. Paris. P 88.

Lecerf J M et Fressin C (1995). L'intérêt nutritionnel du soja. Institut Pasteur de Lille, Service de Nutrition. 137-143p.

Lecerf J M. (2011). Les huiles végétales : particularités et utilités. Vol 5, N°3, 257-262p.

Lecerf J M. Les aliments. In **Schlienger J L. (2014).** Nutrition Clinique Pratique : Chez l'adulte et l'enfant. Elsevier Masson, Paris. 2^e édition, p 24-40.

Lecerf J M et Schlienger J L (2016). Les aliments et leur effet sur la santé. In nutrition préventive et thérapeutique. Paris. P 49.

Leray C. (2013). Nature et source des principaux lipides. In lipides nutrition et santé. Lavoisier, paris. Edition : Céline Poiteaux, p 11.

ℳ

M'Baye B K., Lôb B., et Bassene E. (2011). *Evolution des indices de peroxyde dans les huiles alimentaires à différents points de chauffage*. Volume 3 ScienceLib Editions Mersenne. 1-8p.

Mohtadji et lambalais C (1989). Les aliments ED Maloine pp 94-102.

N

Nishant S., More., Parag R et Gogate. (2017). Intensified Degumming of crude soybean oil using cavitation reactors. In Journal of Food Engineering. DOI: 10.1016/j.jfoodeng.2017.08.029. P 30.

P

Planchenault N. (2016). Soja et alimentation humaine : une longue histoire et un bel avenir. 1ère rencontre des grandes cultures Bio. Paris

Platon J F. (1988). Raffinage de l'huile de soja. *American Soybean Association* N°19. 1-30p.

Platon J F. (2013). Raffinage de l'huile de soja. *American soybean association, united soybean board.* 30 p.

R

Regis J., Joffre F et Fine F. (2016). Impact des procédés de fabrication des huiles végétales sur les micronutriments d'intérêt. Lipide nutri+ bulletin d'informations scientifiques, numéro 29.

Regis J., Joffre F et Fine F. (2016). Impact de la trituration et du raffinage sur la teneur en micronutriments des huiles végétales de colza, soja et tournesol. Consommations et fonctionnalité des lipides : *nouveaux horizons*. OCL, 23(3) D302, DOI: 10.1051/ocl/2016010.

S

Salimon J., Abdullah B M et Salih N.(2012). Saponification of Jatropha curcas Seed Oil: *Optimization by D-Optimal Design*. International Journal of Chemical Engineering. Article ID 574780, doi:10.1155/2012/574780,6 p.

SARR P. (2009). Contrôle de conformité de la qualité des huiles végétales conditionnées par la Suneor de Dakar aux normes internationales. Mémoire de master II en qualité des aliments. Ecole inter-états des sciences et médecine vétérinaires de Dakar.

Sindic M., Deroanne C., Chene S., DE biourge S., Delacharlerie S. (2008). HACCP organoleptique : guide pratique. Ed les presse agronomiques de Gembloux. Belgique. (381P).

V

VIERLING E. (2008). *Aliments et boisson : filières et produits*. Troisième édition, CRDP d'Aquitaine. France. (281P).

Vigneron Pierre-Yves, Lesieur R&D – Coudekerque-Branche. (2003). Attentes des industriels en matière d'analyse des oléagineux et des corps gras: Oléagineux, Corps Gras, Lipides. Vol 10, Numéro 4, p 7-242.

W

Wémeau J L., Vialettes B et Schlienger J L. (2014). Les aliments. In Endocrinologie, Diabète, Métabolisme et Nutrition. Elsevier Masson, Paris. Éditeur : Jean-Baptiste Roux, p 339-347.

WERNER J., BAUER., BADOUD R et LOLIGER J. (2010). *Science et technologie des aliments, Principe de chimie des constituants et de technologie des procédés.* Ed Lausanne : presse polytechniques et universitaire romandes. (720P).



Annexes

Annexe 02 :

Tableau 1 : Analyses physico-chimiques de l'huile de soja.

Les échantillons	Huile brute	Huile lavée		Huile décolorée		Huile désodorisée				
		Acidité %	Acidité %	Traces savon (ppm)	Acidité %	Couleur (R/J)	Acidité %	Couleur (R/J)	Impuretés	Indice peroxyde m _e O ₂ / Kg
Les jours d'analyses en mois d'avril 2018	Le 04	0,80	0,05	15,12	0,05	0,5/38	0,04	0,0/0,5	Abs	00
	Le 05	0,84	0,08	15,02	0,05	0,5/22	0,05	0,0/0,5	Abs	00
	Le 06	0,84	0,08	14,56	0,05	0,4/20	0,05	0,0/0,5	Abs	00
	Le 07	0,84	0,08	16,11	0,08	0,5/17	0,05	0,0/0,5	Abs	00
	Le 08	0,83	0,08	15,02	0,05	0,5/34	0,05	0,0/0,5	Abs	00
	Le 09	0,84	0,05	10,73	0,04	0,5/70	0,04	0,0/0,4	Abs	00
	Le 10	0,84	0,05	19,47	0,05	0,4/16	0,05	0,0/0,5	Abs	00
	Le 11	0,84	0,08	12	0,05	0,5/50	0,05	0,1/0,5	Abs	00
	Le 12	0,79	0,08	12,34	0,05	0,4/11	0,04	0,0/0,4	Abs	00
	Le 13	0,84	0,03	28,05	0,03	0,5/32	0,03	0,0/0,5	Abs	00
	Le 14	0,84	0,08	13,20	0,05	0,5/18	0,05	0,0/0,6	Abs	00
	Le 15	0,79	0,05	11,20	0,05	0,5/20	0,04	0,0/0,4	Abs	00
	Le 16	0,78	0,05	13	0,05	0,5/22	0,05	0,0/0,5	Abs	00
	Le 17	0,79	0,05	15,12	0,05	0,5/50	0,05	0,0/0,5	Abs	00
	Le 18	0,84	0,02	29	0,02	0,5/50	0,02	0,0/0,5	Abs	00
	Le 19	0,80	0,05	14,60	0,05	0,5/32	0,05	0,1/0,6	Abs	00
	Le 20	0,84	0,08	12,66	0,05	0,5/50	0,04	0,1/0,5	Abs	00

Résumé :

L'huile de soja est utilisée comme huile comestible en raison de sa haute valeur nutritionnelle. Ce travail exécuté au sein du complexe CO.G.B de Bejaia a pour objectif de suivre l'évolution des paramètres physico-chimiques des différentes étapes de raffinage chimique (acidité, couleur, indice de peroxyde, traces de savon et impuretés) et d'étudier l'effet des paramètres (température, contre pression, débit et concentration de la soude) ainsi que de connaître le rendement des pertes au niveau des pâtes de neutralisation. Les résultats obtenus illustrent une conformité aux normes de l'entreprise qui révèlent que le procédé chimique est stable, ce qui traduit le bon suivi et l'efficacité des traitements appliqués à différents stades du raffinage. Les résultats obtenus à partir des vingt essais expérimentaux montrent que les bonnes valeurs à appliquer pour améliorer le rendement, pour une acidité d'huile brute 0,84% sont : une température d'huile de 85 C°, une contre-pression de 1,2 Bar, une concentration en soude 5,3 L/h, une température d'eau chaude de 95°C et un débit de 8000 kg/h.

Mots clés : Huile végétale, soja, raffinage, analyses physico-chimiques, paramètres, neutralisation, amélioré le rendement.

Abstract:

Soybean oil has been used as edible oil due to its high nutritional value. Optimal parameters in the refining process for soybean oil are still limited in order to produce edible soybean oil with high quality attributes. The work performed within CO.G.B complex of Bejaia aims to follow the evolution of physicochemical parameters of different refining chemical steps (acidity, color, peroxide index, soap scum) and study the effect of the parameters (temperature, against pressure, flow, concentration of soda) as well namely the performance of the losses in the neutralization pastes. The optimal parameters in the process of the refinement for the oil of soybean are limited again in order to produce edible oil with high quality attributes. The twenty experimental runs were fitted to values that are in good agreement to improve performance are: temperature of oil 85 C°, against pressure 1,2 Bar, concentration of soda 5,3 l/h, temperature of hot water 95°C with a flow 8000 kg/h.

Key words: Vegetable oil, soybean, refining, physical-chemical analyzes, parameters, neutralization, improve performance.