

Université Abderrahmane Mira-Bejaïa

Faculté de technologie
Département de génie des procédés

Mémoire de Fin d'étude

Soutenance en vue de l'obtention du diplôme de Master en Génie des Procédés

Option: Génie Chimique

Thème

*Etude des paramètres physico-chimiques après raffinage
de l'huile de soja au niveau de cevital.*

Réalisé par :

M^{lle} BOUALLAK Lydia

M FETISSI Aissa

Membre du jury :

Président : Zembouai Idris

Examinatrice : Dehouche Nadjet

Promotrice : Touati Naima

Co-promoteur : Sahnoune Mohamed

Remerciements

En premier lieu, nous tenons à remercier infiniment nos enseignants encadrants : M. Sahnoune Mohamed et Mme Touati Naima pour leur disponibilité, leur dévouement et leurs efforts fournis pour nous conseiller et nous guider avec patience jusqu'au bout de notre travail.

Nos remerciements et reconnaissances les plus distingués à la raffinerie d'huile de Cevital qui nous a facilité l'accès à tout ce dont on avait besoin dans notre étude, à sa tête M. Nait Chabane Abdelouhab et M. Bezzi Zahir.

Nous tenons aussi à remercier les membres de jury qui ont examiné ce simple travail.

Enfin un grand merci à tous ceux qui ont aidé de près ou de loin.

Dédicaces

*Je remercie Dieu tout puissant de m'avoir donné la force et le courage
pour finir ce modeste travail que je dédie à :*

Mon cher grand père.

*Mes chers parents à qui je dois le mérite d'en arriver là, qu'ils trouvent
ici l'expression de ma profonde gratitude et mon affection.*

*Mes frères à qui je souhaite beaucoup de succès dans leurs
vie.*

Ma unique sœur, Siham qui m'a accompagné avec ses précieux conseils.

*Toute ma grande famille, mes tantes, mes oncles, mes cousins et mes
cousines.*

*Je le dédie également à mon camarade Aissa, qu'il trouve ici mon
respect le plus profond ainsi qu'à toute sa famille.*

Mes très chères amies : Silya, Lynda, Dihya, Hanane, Asma, Souad...

Toute la promotion 5ème année Génie des procédés 2021.

*Enfin, mes dédicaces vont à toute personne qui me connaisse de près et
de loin.*



LYDIA

Dédicaces

Je dédie cet humble travail tout d'abord à mes chers défunts grands parents paix à leurs âmes qui ont toujours souhaité me voir finir mes études.

Je le dédie à mes chers parents, ma source de confiance en moi ainsi que mes deux sœurs adorées.

Je le dédie à tous mes amis qui étaient là pour moi quand j'avais besoin.

Enfin à la femme de ma vie, ma source d'inspiration et mon bout de bonheur.

AISSA

Liste des abréviations

AGL : Acide gras libres

A% : Acidité d'huile en %

Brute Soja : Huile brute de soja

Décolo : Huile Décolorée

Désodo: Huile Désodorisée

Ex : extension nouvelle colonne

IP : indice de peroxyde.

S : ancienne colonne

S1 : Séparateur n°01

S2 Séparateur n°02

S3: Séparateur n°03

S4/S5 : Séparateur n°04 & n°05

TAG : Triacylglycérol

Ts : Traces de savon

Liste des figures

Figure I.1 : Démucilagination et neutralisation.

Figure I.2 : Lavage et séchage.

Figure I.3 : Décoloration.

Figure I.4 : Filtration.

Figure I.5 : Désodorisation.

Figure II.1 : Situation géographique du complexe CEVITAL.

Figure II.2 : Spectrophotomètre visible.

Figure II.3 : Lovibond.

Figure III.1 : Evolution de l'acidité au cours des différentes étapes du raffinage chimique.

Figure III.2 : Evolution du taux de phosphore au cours des différentes étapes du raffinage chimique.

Figure III.3 : Evolution des traces de savon au cours du passage de l'huile dans les séparateurs.

Figure III.4 : Evolution de la couleur jaune au cours des différentes étapes du raffinage chimique.

Figure III.5 : Evolution de la couleur rouge lors du raffinage chimique de l'huile.

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Les opérations élémentaires de raffinage chimique et leurs effets sur les constituants majeurs et mineurs et les contaminants

Tableau.II.1 : Les analyses physicochimiques réalisées pour les différents échantillons d'huile

Tableau III.1 : Résultats de l'analyse de l'acidité réalisée pour les différents échantillons d'huile

Tableau III.2 : Teneur en phosphore des échantillons d'huile de soja

Tableau III.3 : Résultats de l'analyse de l'indice de peroxyde

Tableau III.4 : Moyennes des résultats des analyses des traces de savon

Tableau III.5 : Bulletin d'analyse de la couleur des différents échantillons d'huile de soja

Tableau III.6 : Moyennes des résultats des analyses de la chlorophylle

SOMMAIRE

Sommaire

Introduction générale	01
Chapitre I : Généralités sur les corps gras et le raffinage	
I.1. Définition des corps gras.....	02
I.2. Classification des corps gras.....	03
I.2.1. Corps gras d'origine végétale.....	03
I.2.2. Les corps gras d'origine animale.....	03
I.3. Composition des corps gras.....	03
I.3.1. Constituants majeurs.....	04
I.3.2. Constituants mineurs.....	04
I.4. Propriétés des corps gras.....	06
I.4.1 Propriétés physiques.....	06
I.4.2. Propriétés chimiques.....	06
I.5. L'huile de soja.....	07
I.5.1. Définition de l'huile de soja.....	07
I.5.2. Composition de l'huile de soja.....	07
I.5.3. Propriétés.....	08
I.6. Raffinage des huiles	08
I.6.1. Définition du raffinage.....	08
I.6.2. Objectif du raffinage.....	08
I.6.3. Les types de raffinage.....	08
I.6.3.1. Raffinage physique.....	09

I.6.3.2. Raffinage enzymatique.....	09
I.6.3.3. Raffinage chimique.....	09
I.6.4. Etapes du raffinage chimique.....	09
I.6.4.1. Démucilagination (Dégommage).....	10
I.6.4.2. Neutralisation.....	11
I.6.4.3. Lavage.....	12
I.6.4.4. Déshumidification (séchage).....	12
I.6.4.5. Décoloration ou blanchiment.....	13
I.6.4.6. Décirage (filtration).....	13
I.6.4.7. Désodorisation.....	14
I.6.5. Effets de raffinage sur les huiles.....	14

Chapitre II : Protocole expérimental

II.1. Présentation de complexe de CEVITAL.....	16
II.1.1. Historique.....	16
II.1.2. Implantation.....	16
II.1.3. Mission.....	16
II.1.4. Présentation de la raffinerie d’huile.....	17
II.2. Analyse de l’huile de soja.....	17
II.2.1. Echantillonnage.....	17
II.2.2. Méthodes d’analyse.....	19
II.2.2.1. Analyses chimique.....	19
II.2.2.1.1. Détermination de l’acidité.....	19
II.2.2.1.2. Dosage du phosphore.....	20

II.2.2.1.3. Détermination des traces de savon	21
II.2.2.1.4. L'indice de peroxyde	22
II.2.2.2. Analyse physiques.....	24
II.2.2.2.1. Détermination de la couleur.....	24
II.2.2.2.2. Détermination de l'humidité et des impuretés.....	25
II.2.2.2.3. Détermination de la chlorophylle.....	26

Chapitre III : Résultats et discussion

III.1. Analyses chimiques	27
III.1.1. Analyse de l'acidité.....	27
III.1.2. Analyse de la teneur en phosphore.....	29
III.1.3. Indice de peroxyde.....	31
III.1.4. Traces de savon.....	31
III.2. Analyses physiques de l'huile de soja.....	32
III.2.1. Analyse de la couleur.....	33
III.2.2. La chlorophylle.....	35
III.2.3. Humidité et impuretés.....	35
III.2.3.1. Humidité.....	35
III.2.3.2. Les impuretés.....	35
Conclusion générale	36
Références bibliographiques	37

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

Les corps gras alimentaires, un des éléments essentiels de notre alimentation, comprennent les huiles et graisses d'origine végétale ou animale, les beurres et les margarines [1]. Ils jouent un rôle nutritionnel important, grâce à l'apport énergétique d'acides gras essentiels et de vitamines liposolubles, et un rôle organoleptique par leur contribution à la texture et à la sapidité des aliments ainsi que par leurs utilisations culinaires [2].

Les huiles végétales brutes contiennent un certain nombre de composants mineurs et même les contaminants doivent être éliminés [3]. Une technique appelée le « Raffinage » a été mise en œuvre [4] plus récemment, afin de fournir des produits de consommation à l'aspect attrayant, au goût neutre et antioxydant [3]. Afin de donner aux huiles une saveur légère et une couleur appréciable aux consommateurs, ces huiles subissent différents procédés (dégommage, neutralisation), dits procédés chimiques et d'autre part (la décoloration et la désodorisation) connus sous le nom de procédés physiques, qui font partie du processus du raffinage.

La formation qui a eu lieu au complexe Cevital de Bejaia vise à surveiller le processus de raffinage chimique de l'huile végétale (soja) ainsi qu'à contribuer à l'étude physique et chimique à différents niveaux du procédé (huile brute, dégommée, décolorée et désodorisée) à des fins de contrôle qualité.

Le mémoire est organisé en trois chapitres : le premier théorique qui portera sur des généralités au sujet des corps gras, l'huile de soja en particulier et enfin une présentation des types du raffinage en général et spécifiquement le raffinage chimique de l'huile de soja. Le second chapitre, où nous présenterons en premier lieu le complexe « Cevital », puis les différentes méthodes d'analyses effectuées. Pour finir, nous aborderons la discussion des différents résultats obtenus au cours de cette étude au cours du troisième et dernier chapitre.

CHAPITRE I :
GÉNÉRALITÉS SUR LES
CORPS GRAS

Chapitre I : Généralités sur les corps gras

L'histoire des corps gras se confond avec celle de l'humanité, leur utilisation est très ancienne, on retrouve des lampes à huile et chandelles chez les égyptiens qui connaissaient aussi le pouvoir lubrifiant des huiles, utilisées pour déplacer les matériaux lourds et graisser les essieux des chars. Depuis des millénaires, les huiles sont employées dans la décoloration des murs et des maisons soit en mélange avec les couleurs, soit comme des produits de protection des fresques.

Les corps gras, qui correspondent à la partie graisses neutres de la fraction lipidique totale sous forme de microgouttelettes dans certains tissus animales et végétales, ont surtout un rôle nutritionnel sur les plans énergétiques et métaboliques. Les corps gras alimentaires comprennent les huiles et les graisses d'origine végétales ou animale [5].

L'huile est une matière grasse onctueuse, insoluble dans l'eau et généralement liquide à température ambiante. La première matière grasse utilisée par l'homme primitif fut la graisse fondue des carcasses d'animaux. L'olivier était cultivé en Méditerranée il y a 6000 ans. Les premières huiles à être pressées furent probablement l'huile de sésame et l'huile d'olive. À l'échelle mondiale, les huiles les plus importantes aujourd'hui sont l'huile de soja, l'huile de palme et l'huile de colza. Le raffinage est un traitement de purification qui consiste à maintenir ou à améliorer les caractères organoleptiques et la stabilité des huiles, il rend l'huile consommable et commercialisable. Le raffinage chimique est le procédé le plus couramment utilisé [5-9].

I.1. Définition des corps gras

On désigne ordinairement par corps gras toute substance neutre, insoluble dans l'eau, onctueuse au toucher, tachant le papier, inflammable à une température élevée et susceptible de se saponifier [10]. Scientifiquement, les corps gras sont des triglycérides ou des esters de glycérol et d'acides gras. Les corps gras à l'état naturel sont constitués des triglycérides, des phospholipides, des insaponifiables, des acides gras et de l'eau.

I.2. Classification des corps gras

Les corps gras sont classés selon leur origine végétale ou animale.

I.2.1. Corps gras d'origine végétale

Graines oléagineuses (arachide, colza, maïs, coton, etc.), pulpe de certains fruits oléagineux (fruit de palme, olive). Les corps gras d'origine végétale peuvent être classés de deux manières [11].

- Ceux qui sont comestibles ;
- Ceux qui sont à usage industriel.

Ou encore, par leur degré de siccativité (oxydation des insaturations des acides gras contenus dans des liants) :

- Les corps gras siccatifs : huile de lin, de bois de chine, d'abrasin et de tournesol ;
- Les corps gras demi siccatifs : huile de coton, de sésame, de maïs, de colza et de soja ;
- Les corps gras non siccatifs : huile d'olive, d'arachides de ricins et d'amandes.

I.2.2. Les corps gras d'origine animale

Nous citons [7] :

- Les huiles : de pied de bœuf, de mouton, de cheval de lard ;
- Les graisses : de cheval, saindoux ;
- Les suifs : de veaux, de mouton, de chèvre ; les huiles de poissons entiers, foies de poissons (huile de foie de morue), de déchets divers ;
- Le beurre : les ruminons ;
- Les huiles : de vertébrés aquatiques (huile de baleine).

I.3. Composition des corps gras

Les corps gras sont majoritairement constitués de lipides :

a) Constituants majeurs

- Triglycéride ;
- Acides gras.

b) Constituants mineurs

- Phospholipides ;
- Les tocophérols ;
- Les stérols ;
- Cires ;
- Des colorants naturels ;
- Des vitamines.

I.3.1. Constituants majeurs**➤ Triglycérides**

Un triglycéride est composé d'une molécule de glycérol (c'est une molécule qui présente trois fonctions alcool) liée à trois molécules d'acides gras semblables ou différents [7].

➤ Les acides gras

Il existe environ 20 acides gras différents dans la nature par le jeu de leurs nombreuses combinaisons possibles sur les trois branches (position) du glycérol on obtient beaucoup de triglycérides différents d'où la variété de composition des corps gras naturels. La nature des acides gras et leur position sur le glycérol sont spécifiques d'une espèce végétale ou d'une espèce animale. Les acides gras libres sont composés d'atomes de carbone (C) d'hydrogène (H) et d'oxygène (O). Les atomes de carbone sont disposés en ligne et forment le squelette de la molécule également appelé chaîne carbonée. Les atomes d'hydrogène saturent les liaisons disponibles sur chaque carbone et les atomes d'oxygène sont fixés en bout de chaîne conférant le caractère acide. Trois paramètres différencient les acides gras :

- La longueur de la chaîne ;
- Le degré de saturation ;
- Le point de fusion.

I.3.2. Constituants mineurs**➤ Phospholipides**

On appelle phospholipides ou lipides phosphorés les composés lipidiques contenant du phosphore [8].

➤ **Insaponifiables**

L'insaponifiable est constitué de composés qui, après hydrolyse basique (saponification), sont très peu solubles dans l'eau mais solubles dans les solvants organiques (tel l'hexane) des corps gras [5].

➤ **Tocophérols**

On reconnaît depuis longtemps aux tocophérols dont la vitamine E un rôle d'antioxydant naturel particulièrement vis-à-vis des acides gras polyinsaturés. Les huiles végétales fluides en contiennent des quantités notables. Les oxydants ont un rôle protecteur vis-à-vis de l'athérosclérose (les artères qui se bouchent) mais aussi anti-âge et peuvent exercer une protection contre l'apparition de certains cancers ou de la cataracte [7].

➤ **Les stérols**

Des composés tétra cycliques, comportant le plus souvent 27 à 28 atomes de carbone [12].

➤ **Cires**

Les cires sont des acides gras et alcools gras, chez les végétaux, elles contribuent à la formation des pellicules protectrices des graines et des fruits. Dans les huiles, surtout le tournesol, leur présence est responsable de l'apparition de trouble par début de cristallisation à basse température ou à température ambiante [5].

➤ **Colorants**

Les colorants naturels des corps gras sont essentiellement, des caroténoïdes et des chlorophylles [9].

➤ **Les vitamines**

Les corps gras renferment également les vitamines A ; D ; E et K [7] :

- **La vitamine A** : est plutôt concentrée dans les corps gras d'origine animale. Elle participe au mécanisme de la vision et a une action sur la croissance ;
- **La vitamine D** : est contenue en grande quantité dans les poissons gras et les huiles de poisson. Elle est indispensable pour absorber le calcium et le fixer dans l'organisme ;
- **La vitamine E** : est présente dans les huiles riches en acides gras polyinsaturés ;
- **La vitamine K** : permet une coagulation normale du sang et évite les hémorragies. Ces vitamines sont liposolubles : elles ne sont absorbées par l'organisme qu'en présence de graisses.

I.4. Propriétés des corps gras

I.4.1. Propriétés physiques

➤ **Densité :**

La densité des huiles végétales varie de 0,915 à 0,964 g /m³, alors que celle des huiles des corps gras d'origine animale varie de 0,866 à 0,933 g/m³.

➤ **Point de fusion :**

Le point de fusion des triglycérides est lié à la nature des acides gras qui les constituent, il augmente avec la longueur de la chaîne, l'absence de doubles liaisons et l'homogénéité des acides gras. Les huiles à l'état naturel ne présentent pas un point de fusion mais une zone de fusion [8].

➤ **Solubilité :**

Tous les acides gras dont le nombre de carbone est supérieur à 8 sont insolubles dans l'eau et sont généralement solubles dans les solvants organiques tels que l'éther, le chloroforme et le benzène [8].

I.4.2. Propriétés chimiques

➤ **Hydrogénation :**

C'est l'une des modifications principales effectuées sur les huiles. Au cours de cette opération, l'hydrogène s'additionne aux doubles liaisons des acides gras en présence de catalyseurs ce qui augmente le point de fusion convertissant une huile liquide en une graisse semi solide qui résiste à l'oxydation [8].

➤ **Transe-estérification :**

La transe-estérification ne modifie pas les acides gras, le changement de position des acides gras sur le glycérol peut modifier la digestibilité du triglycéride et par conséquent l'absorption de chacun des acides gras [8].

➤ **Saponification :**

Elle permet de transformer en savons solubles (sodique ou potassique) la totalité des acides gras présents dans une matière grasse. Selon la réaction suivante [8] :



I.5. L'huile de soja

Le soja, est une plante de la famille des légumineuses, sous famille des Papilonoideae, [17]. Le soja est apparu en Chine depuis l'an 3000 avant J.C. Cultivé depuis des millénaires en Extrême-Orient, il n'a été répandu que récemment dans le monde en passant par l'Amérique (il s'est développé aux Etats-Unis après la seconde guerre mondiale) [18] et l'Europe pour finalement regagner l'Afrique. Les principaux pays producteurs de soja sont les États-Unis, la Chine, la Corée du Nord, la Corée du Sud, l'Argentine et le Brésil [19]. La plante est annuelle, herbacée, dressée et peut atteindre une hauteur de 1,5 m. Le soja est cultivé principalement pour sa graine, qui possède plusieurs usages dans les secteurs alimentaires et industriels. Il constitue une des principales sources d'huile végétale comestible et de protéines destinées à l'alimentation animale [19] et a suscité l'intérêt de nombreux agronomes américains et européens qui lui ont consacré beaucoup de travaux de recherches [20]. Les graines de soja se composent d'environ 38% de protéines, 10 à 15% de glucides, 18 à 20% de lipides [21] qui sont sous forme d'acides gras mono et polyinsaturés et 4% de sels minéraux. Leur composition en acides aminés est la meilleure parmi toutes les légumineuses [22]. L'huile de soja se compose essentiellement de triglycérides (plus 95%).

I.5.1. Définition de l'huile de soja

L'huile de soja est fluide et d'un jaune plus au moins foncé suivant la nature des graines et les procédés d'extraction, elle a une saveur assez prononcée d'haricot qui s'atténue peu à peu. Elle est riche en acides gras polyinsaturés et notamment en acide gras essentiel alpha-linoléiques. Elle est recommandée pour les assaisonnements.

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 pas la tolérer [14].

I.5.2. Composition de l'huile de soja

La principale différence entre l'huile de soja et les autres huiles végétales se situe au niveau de la forme d'insaturation et de la présence d'acide linoléique (C18:3) en quantité appréciable, cet acide gras étant très sensible à l'oxydation, il conviendrait d'éviter au maximum le contact de l'huile avec l'oxygène de l'air [14].

I.5.3. Propriétés

L'huile de soja contient de la lécithine qui a une action hypocholestérolémiant (fait abaisser le taux de cholestérol dans le sang). Sa richesse en ce composé lui permet de supporter une chaleur jusqu'à 177-200°C [14].

I.6. Raffinage des huiles

I.6.1. Définition

Le raffinage est l'ensemble des opérations qui servent à transformer l'huile brute en un produit comestible en éliminant les impuretés qui le rendent impropres à la consommation en l'état. En effet, les huiles contiennent de nombreux composés : certains sont très utiles (vitamines, insaponifiables tel que stérols, tocophérols ...), d'autres sont nuisibles à leur qualité (gommes phospholipides, acides gras libres, pigments colorés, agents odorants ...).

Le raffinage consiste donc à éliminer au mieux ces composés afin d'obtenir une huile aux qualités organoleptiques et chimiques satisfaisantes [5].

I.6.2. Objectif du raffinage

Éliminer les produits indésirables (cités ci-dessous) pour avoir un produit d'un bon niveau de pureté et de stabilité [5].

- Produits d'oxydation et de décomposition ;
- Les phosphatines et les métaux ;
- Les résidus d'herbicides et de pesticides ;
- Autres produits mineurs ;
- Réduire le niveau de couleur ;
- Préserver le contenu en vitamines.

I.6.3. Les types de raffinage

Selon la nature de l'huile brute, différents procédés peuvent être utilisés pour leur traitement à savoir [5] :

- Le raffinage chimique (à chaud et à froid) ;
- Le raffinage physique ;
- Le dégomme enzymatique.

I.6.3.1. Raffinage physique

C'est la neutralisation des corps gras par un entraînement à la vapeur sous vide ; c'est ce qu'on appelle communément « raffinage physique » ou « distillation neutralisante », il est parfaitement mis au point dans le domaine des graisses d'origine animale et dans celui des huiles concrètes (palme, palmiste et coprah) [6].

I.6.3.2. Raffinage enzymatique

Le procédé enzymatique est fondé sur l'hydrolyse des phosphatides par la phospholipase qui catalyse la dissociation de l'ester d'acide gras [6].

I.6.3.3. Raffinage chimique

Le raffinage chimique est le procédé le plus couramment utilisé, il permet de raffiner les corps gras même s'ils ont subi un début de dégradation. Le traitement par la soude permet d'éliminer aussi les résidus de phospholipides laissés par le dégomme et réaliser un premier blanchiment par la destruction de certains pigments et d'autres constituants secondaires (traces métalliques), ce qui facilite les opérations ultérieures (décoloration et désodorisation) [6].

I.6.4. Etapes du raffinage chimique

La préparation d'une huile en vue de sa commercialisation en alimentation humaine nécessite une série d'opération (démucilagination, neutralisation, lavage, séchage, décoloration et désodorisation) [6]. Des opérations du raffinage chimique et leurs effets sur les constituants majeurs et mineurs sont décrits dans le tableau ci-dessus (Tableau I .1).

Tableau I.1 : Les opérations élémentaires de raffinage chimique et leurs effets sur les constituants majeurs et mineurs et les contaminants.

Opérations élémentaires	Constituants mineurs éliminés	Effets sur constituants majeurs
Dégommage	<ul style="list-style-type: none"> • Matières mucilagineuse • Phospholipides • Glycolipides 	/
Neutralisation chimique	<ul style="list-style-type: none"> • Acides gras libres sous forme de savons • Phosphatides résiduel • Composés métalliques • Insecticides 	Saponification partielle des Triacylglycérol (TAG) si la construction de la soude est trop force

Lavage de l'huile neutralisé	<ul style="list-style-type: none"> • Savons résiduel de neutralisation • Traces de sodes 	/
Séchage	<ul style="list-style-type: none"> • Eau 	/
Décoloration	<ul style="list-style-type: none"> • Pigments • Savons • Phosphatides résiduels • Métaux (cuivre, fer nickel) 	<ul style="list-style-type: none"> • Destruction des peroxydes formation d'isomères à double liaison conjugué • Formation d'acides gras libres (par acidification des savons)
Désodorisation	<ul style="list-style-type: none"> • Acides gras libres • Substances volatiles de l'odeur et du gout • Peroxyde et produits de dégradation • Pesticides organochlorés • Stérols et tocophérol 	<ul style="list-style-type: none"> • Formation d'isomères géométriques d'acides gras • Formation d'oligomères de TAG (dimères, trimères, etc.)

I.6.4.1. Démucilagination (Dégommage)

La présence de phospholipides dans les huiles brutes entraîne un certain nombre d'inconvénients [6] :

- Les phospholipides en présence d'eau forment des précipités dits des « mucilages ». Qu'il n'est pas possible d'admettre dans une huile livrée à la consommation ;
- Une huile raffinée mal débarrassée de ses phospholipides s'acidifie, s'oxyde et prend rapidement un goût désagréable ;
- Les phospholipides sont souvent liés à des métaux lourds catalyseurs d'oxydation ;
- La présence de composés phosphoriques dans l'huile neutralisée provoque la formation d'émulsion au lavage (perte d'huile anormale), formation de mousse au séchage (perte d'huile dans le vide), désactivation de la terre décolorante et colmatage des filtres.

La démucilagination ou le dégomme (figure I.1) consiste en l'élimination des phospholipides ou mucilages qui précipitent en présence d'eau. La technique la plus utilisée est la dispersion dans l'huile brute chauffée à 60 °C de 1 à 3% d'acide phosphorique. Après un brassage durant 20 min, le mélange est chauffé à 90 °C et reçoit un ajout de 2 à 3% d'eau avant d'être brassé à nouveau pendant 20 min pour permettre l'hydratation des phospholipides. Le

mélange est refroidi jusqu'à 50 °C pour insolubiliser les phosphatides avant leur séparation par centrifugation [6].

I.6.4.2. Neutralisation

La neutralisation par des solutions alcalines vise essentiellement à éliminer les acides gras libres (AGL) sous forme de savon appelés communément « pâtes de neutralisation ». Ces AGL donnent un mauvais goût et nuisent à la conservation de l'huile [6]. Le traitement par des solutions alcalines permet d'éliminer aussi les résidus de phospholipides laissés par le dégommeage et réalise un premier blanchiment par la destruction de certains pigments ou leur absorption par la phase aqueuse [6]. La quantité de soude à ajouter est calculée sur la base du taux d'acides gras libres de l'huile à traiter [6]. Pour déplacer l'équilibre dans le sens d'une neutralisation complète, il est nécessaire d'employer un léger excès de soude mais s'il est mal dosé, il peut entraîner des pertes importantes par la saponification des TAG. La réaction est appelée "saponification parasite" qui diminue également le rendement de l'opération. Pour éviter la réaction parasite, la neutralisation en continue présente l'avantage de ne laisser l'huile et la soude en contact que pendant un temps très court [6]. Les pâtes de neutralisation sont séparées par centrifugation, celle-ci contiennent en plus des AGL et glycérides, des acides gras oxydés, phosphatides, mucilages, pigments (caroténoïdes), diverses impuretés et l'huile neutre sous forme d'émulsion. Ces pâtes peuvent être très concentrées, l'addition d'une eau appelée « flush » est obligatoire aux soaps stocks pour les diluer dans la centrifugeuse et faciliter ainsi leur séparation. Le but n'est pas seulement d'obtenir une huile parfaitement neutralisée avec un minimum d'entraînements d'huile dans les « soaps stocks », mais aussi de laisser le moins possible de savon dans l'huile neutralisée pour éviter les émulsions au cours du lavage [6]. Schématiquement l'implantation de la neutralisation à la soude est représentée dans la figure I.1:

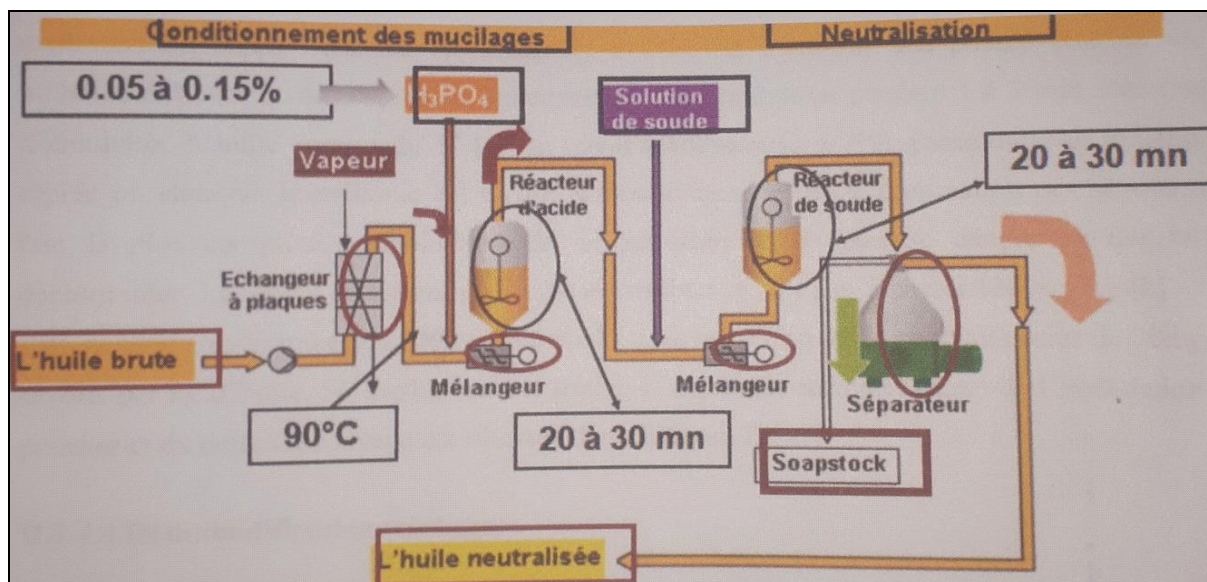


Figure I.1 : Démulcination et neutralisation [16].

I.6.4.3. Lavage

Après neutralisation, l'huile est mélangée vigoureusement avec de l'eau douce chaude de manière à éliminer les substances alcalines (savon et soude en excès) ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides et d'autres impuretés [6]. Le lavage est beaucoup plus efficace lorsqu'il est effectué en deux stades. Il est préférable d'utiliser de l'eau déminéralisée qui évite l'encrassement des bols par dépôt de savons et phospholipides de calcium. L'eau de lavage doit être la plus chaude possible (90-95°C) et doit représenter 8 à 15% de l'huile traitée suivant que l'opération est effectuée en un ou deux stades [6]. L'huile provenant de la turbine de neutralisation reçoit l'eau du 1^{er} lavage (3 à 7%) introduite par une pompe doseuse et, le mélange riche en savon, est brassé lentement dans un contacteur pendant 1 à 3 min sans risque d'émulsion. L'huile sortant du 1^{er} lavage reçoit à nouveau (3 à 7%), passe dans un mélangeur rapide ou statique, le mélange est séparé par centrifugation [6]. L'élimination des savons doit être la plus complète possible afin de ne pas diminuer le pouvoir décolorant des terres décolorantes. La teneur en savons de l'huile neutralisée ne doit pas dépasser 1000 mg/kg [15]. Elle se situe en général entre 700 et 1000 mg/kg [15]. Une huile bien lavée contient moins de 30 mg de savons par kg d'huile, 100 mg/kg [15] étant la limite. L'implantation schématique de l'installation du premier et du deuxième lavage est illustrée dans la figure II.2.

I.6.4.4. Déshumidification (séchage)

L'humidité présente dans l'huile lavée est éliminée avant l'opération de décoloration car elle peut provoquer un colmatage rapide des filtres, surtout en présence de savon. L'huile sortant du lavage (figure I.2) à une température de l'ordre de 90°C est pulvérisée dans une installation sous vide. Il est recommandé de placer un regard au-dessus du niveau de l'huile afin de pouvoir détecter la formation de mousse provoquée par le mauvais fonctionnement des opérations ultérieure (élimination incomplète des phosphatides de savons) [6].

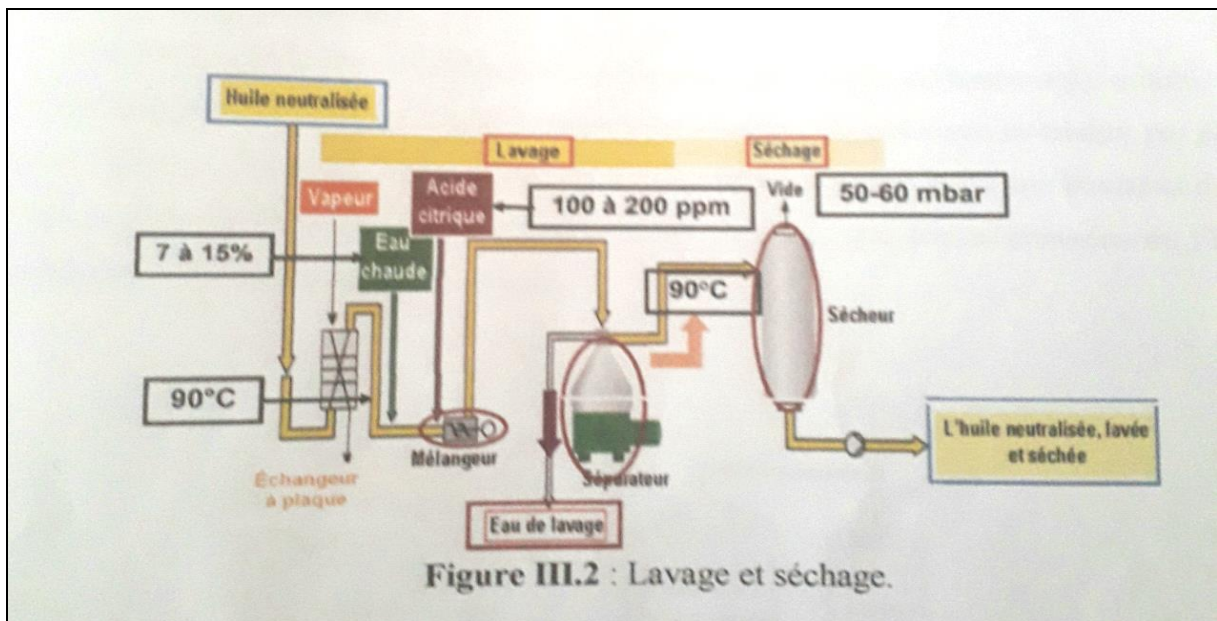


Figure I.1 : Lavage et séchage [16].

I.6.4.5. Décoloration ou blanchiment

La décoloration (Figure I.3) a pour objet d'éliminer les pigments colorés (chlorophylles et caroténoïdes). On utilise généralement des matières absorbantes comme certaines terres activées ou charbon actif. Outre l'élimination des colorants, la décoloration permet d'éliminer d'autres impuretés résiduelles : les phosphatides, les produits d'oxydation, les glycolipides, les traces de métaux et de savon, pesticides, contaminants et hydrocarbures polycycliques aromatiques [8].

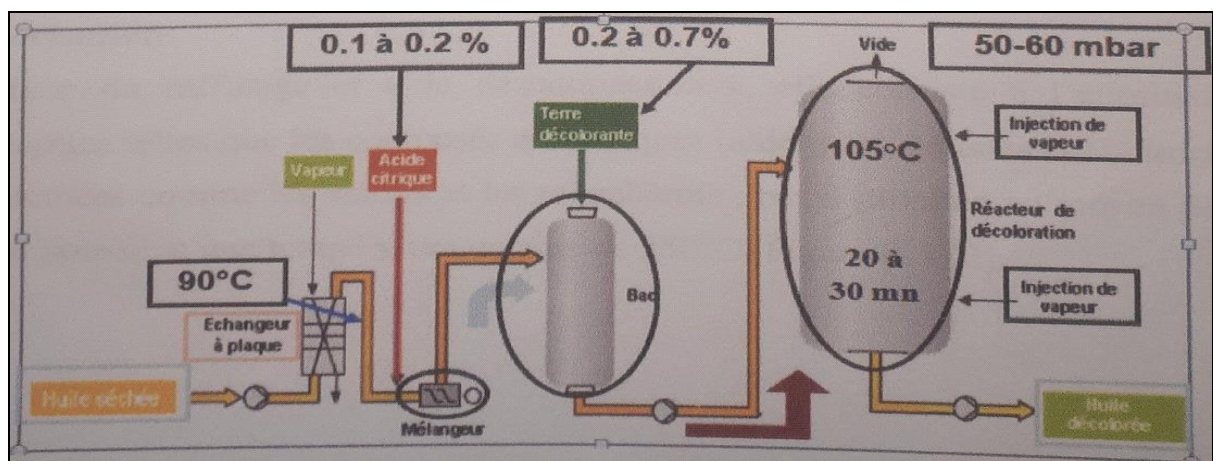


Figure I.3 : Décoloration [16].

I.6.4.6. Décirage (filtration)

Cette opération a pour but d'éliminer les cires naturelles (huile de tournesol), soluble à 40°C, mais très peu soluble à température ambiante. La présence de ces cires se traduit par aspects (trouble, dépôt, flocons). Un refroidissement de l'huile aux environs de 5°C est

nécessaire pour assurer la cristallisation complète des cires qui seront séparées de l'huile par centrifugation et filtration (figure I.4).

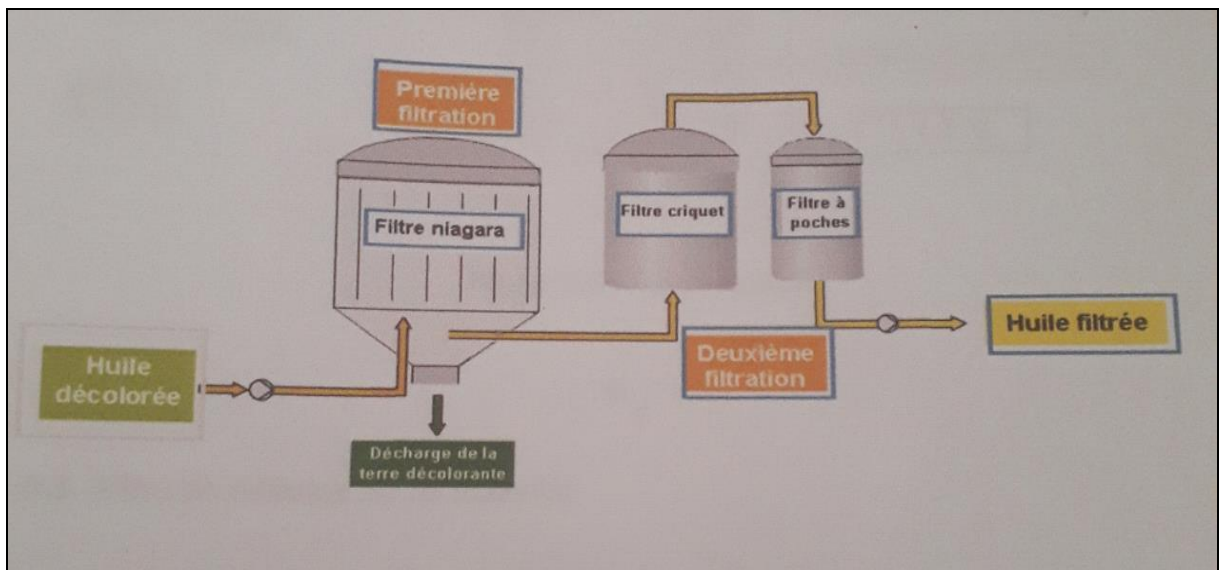


Figure I.4: Filtration [16].

I.6.4.7 Désodorisation

La dernière étape du raffinage est « la désodorisation », elle consiste en l'élimination des substances odorantes telles que les composés aromatiques (aldéhydes, cétones et hydrocarbures) et d'autres substances comme les stérols et les tocophérols ; par distillation au moyen de vapeur d'eau, sous vide poussé, à une température voisine de 250 °C (Figure I.5) [6].

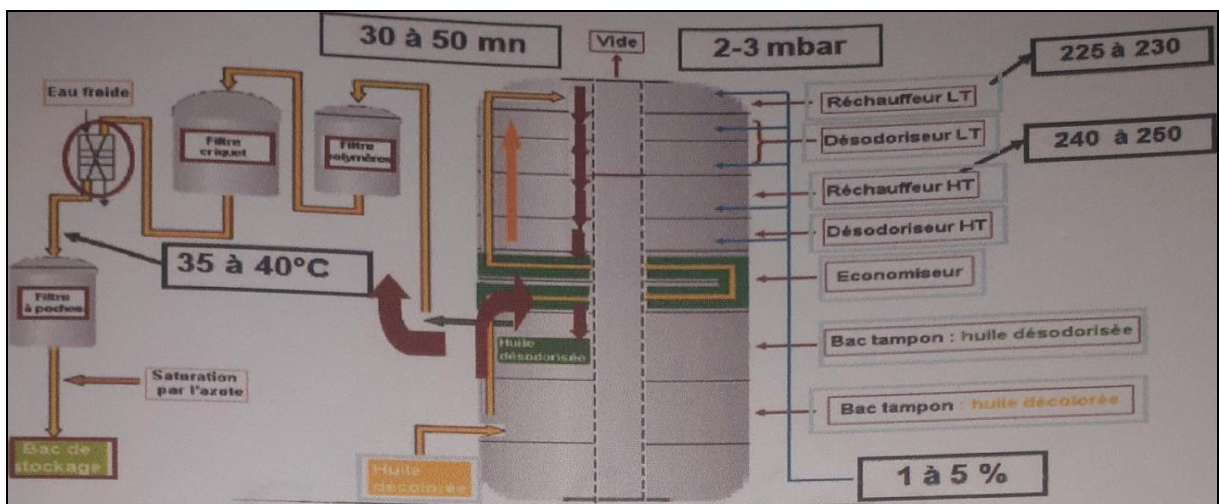


Figure I.5 : Désodorisation [16].

II.5. Effets de raffinage sur les huiles

- Le raffinage permet d'éliminer les constituants gênants et les impuretés, il conduit aux huiles commerciales ayant de bonnes qualités organoleptiques.
- Destruction partielle des tocophérols au cours du raffinage surtout à la désodorisation.

- Une perte d'huile par entraînement dans les pattes de neutralisation, dans les eaux de lavage et dans les terres décolorantes.
- Saturation d'une partie des acides gras insaturés qui deviennent inactifs sur le plan biologique. Inversion de configuration spatiale de la molécule autour de la double liaison (forme cis et transe) la majorité des acides gras insaturés naturels sont de configuration (cis) sachant que les études épidémiologiques font suspecter les graisses (transe) de favoriser certains cancers.

*CHAPITRE II : PROTOCOLE
EXPERIMENTAL*

CHAPITRE II : Protocole expérimental

II.1. Présentation du complexe CEVITAL

II.1.1. Historique

Créé en Mai 1998, CEVITAL (abréviation de l'expression " c'est vital ", avec sa phonétique), est le leader du secteur agroalimentaire en Algérie. Société par actions au capital privé de 400 milliards de DA. Elle regroupe plusieurs unités de production : une raffinerie d'huile, une raffinerie de sucre, une margarinerie, une unité de conditionnement d'eau minérale, une unité de fabrication et de conditionnement de boissons rafraichissantes sans alcool, une conserverie, des silos portuaires ainsi qu'un terminal de déchargement portuaire.

II.1.2. Implantation

Le complexe CEVITAL est situé au niveau du port de Bejaïa, à 3 km sud-ouest de cette ville, à 280 km d'Alger.



Figure.II.1 : Situation géographique du complexe CEVITAL.

II.1.3. Missions

Le groupe CEVITAL vise à enrichir le marché national en huile, margarine et sucre dont le but est de satisfaire la demande nationale grâce à ses divers projets réalisés qui se présentent comme suit :

- La raffinerie d'huile d'une capacité de production de 1800 tonnes/jour.
- La raffinerie de sucre d'une capacité de production de 1600 tonnes/jour.
- La margarinerie d'une capacité de production de 600 tonnes/jour.
- Fabrication de l'emballage et des bouchons.

CEVITAL dispose aussi de silos portuaires de céréales, sucre blanc et sucre roux d'une capacité de 182000 tonnes.

II.1.4. Présentation de la raffinerie d'huile

La raffinerie du complexe CEVITAL est entièrement automatisée, c'est l'une des plus modernes au monde, elle comprend un équipement de raffinage INSOFT, composé de deux chaînes de raffinage A et B d'une capacité de production très importante (800 tonnes /jour), et une autre chaîne C, la 1000 tonne.

II.2. Analyse de l'huile de soja

Au cours de notre stage, nous avons suivi les différentes analyses physico-chimiques de l'huile de soja lors des étapes de raffinage, de l'huile brute à l'huile finie effectuées au niveau de laboratoire de raffinerie des huiles de « CEVITAL », afin de s'assurer du bon déroulement du processus raffinage chimique.

II.2.1. Echantillonnage

Les échantillons ont été prélevés à la raffinerie d'huiles, pendant les différentes étapes du raffinage chimique. Le tableau II.1 illustre le type des échantillons ainsi que les analyses effectuées.

Tableau.II.1 : Types d'analyses effectuées sur les échantillons d'huile de soja.

Echantillon	Point de prélèvement	Analyse
Huile brute	La sortie de bac du stockage	Acidité, couleur, humidité, Phosphore, chlorophylles, indice de peroxyde
Huile neutralisée Mélangeur Séparateur Laveur Sécheur	M ₂ S ₁ S ₄ Sécheur	Acidité ; Trace de savon ; Trace de savon ; Humidité, phosphore, trace de savon.
Huile décolorée	Sortie du la décoloration	Couleur, chlorophylle, phosphore,
Huile désodorisée	Sortie de la désodorisation	Acidité, phosphore, couleur.

II.2.2. Méthodes d'analyse

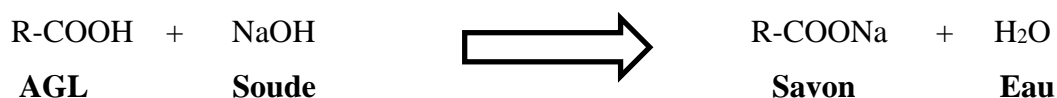
II.2.2.1. Analyses chimiques

II.2.2.1.1. Détermination de l'acidité

La détermination de l'acidité des échantillons est effectuée selon la norme ISO 660, 1996 [23]. C'est le pourcentage d'acides gras libres dans la matière grasse (huile), elle est exprimée en pourcentage d'acide oléique.

- **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 :



- **Réactifs**

Alcool éthylique ou propylique à 95 %, neutralisé en présence de phénolphtaléine jusqu'au rose par une solution NaOH à 0,1N

Solution de NaOH ou de KOH à 0,1N ou 1N dans l'eau.

- **Mode opératoire**

Introduire dans un erlenmeyer 75 ml d'alcool éthylique neutralisé avec du NaOH en présence de phénolphtaléine jusqu'à coloration rose, puis peser 10 g d'huile, chauffer le mélange pendant une minute afin d'accélérer la réaction, titrer par une solution du NaOH à 0,1N jusqu'à avoir une coloration rose persistante.

- **Expression des résultats**

$$A(\%) = \frac{N \cdot V \cdot M}{10 \cdot m} * 100$$

Avec :

A% : Acidité d'huile en %.

M : Masse molaire de l'acide oléique = 282 g/ mol.

N : Normalité du NaOH (0.1N).

V : Volume du NaOH nécessaire pour la neutralisation (chute de burette).

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

II.2.2.1.2. Dosage du phosphore

L'application de cette méthode qui est effectuée selon la méthode (AOCS, 1992) [24] permet de déterminer la teneur en phosphore ou en phosphatide équivalent par incinération de l'échantillon en présence de caide de zinc, suivie de la mesure spectrophotométrique du phosphore sous forme de complexe d'acide phosphomolybdique bleu.

- **Principe**

L'huile et les phosphatides qu'elle contient sont calcinées en présence de Zinc. Le phosphore organique est transformé en phosphate de Zinc qui est ensuite dosé par la méthode minérale. C'est la méthode la plus sensible qui convient particulièrement bien au dosage des traces de phosphores dans les huiles raffinées.

- **Matériel**

Spectrophotométrie UV visible doté de cellules en quartz de 1 cm et capsules de 20 ml de capacité en platine ou à défaut en silice.



Figure.II.2 : Spectrophotomètre UV visible

- **Réactifs**

Solution de molybdate de sodium (1.25 gr qsp 14 ml H₂SO₄ d=1,83/50ml

Solution de sulfate d'hydrazine à 0,015% dans l'eau distillé.

Oxyde de zinc

HCl concentré

Solution aqueuse de KOH à 50%.

- **Mode opératoire**

Peser plus ou moins 3 à 3,2g d'huile dans une capsule, ajouter 0.5g d'oxyde de Zinc. Calciner à 600°C pendant 2 heures, après refroidissement, ajouter 5ml de HCL concentré plus 5ml d'eau distillée. Chauffer jusqu'à ébullition, laisser refroidir, filtrer la solution dans une fiole de 100ml, neutraliser là par une solution de KOH à 50 %, il y aura un précipité qui va se former, ajouter quelques ml de HCL concentré jusqu'à obtention d'une solution limpide et amener à 100 ml avec de l'eau distillée.

Pipeter 10ml de cette solution dans une fiole de 50 ml, ajouter 8ml de sulfate d'hydrazine et 2 ml de molybdate de sodium, et amener à 50 ml avec l'eau distillée.

Mettre au bain marie bouillant pendant 15min, laissé refroidir, faire un essai à blanc exactement dans les mêmes conditions. On lit alors l'absorbance dans un spectrophotomètre UV/visible à 650 nm.

Mettre au bain marie bouillant pendant 15 min, lire l'absorbance à 650 nm et tracer la courbe (linéaire).

Déduire à partir de la courbe d'étalonnage, la teneur en phosphore de la solution étudiée puis la teneur en phosphore de l'huile, compte tenu du poids d'huile mis en œuvre.

- **Expression des résultats**

$$\text{phosphore}(\%) = \frac{10(A-B)}{(M*V)}$$

A: quantité de phosphore de l'échantillon en mg

B : quantité de phosphore de la solution à blanc

M : quantité de la prise d'essai

V : volume de la chute de la burette.

II.2.2.1.3. Détermination des traces de savon

La détermination des traces de savon des échantillons est effectuée selon la méthode (AOCS, 1997) [25]. C'est la teneur en oléate de sodium présente dans l'huile, exprimée en partie par million (ppm), elle est déterminée pour apprécier l'efficacité des séparateurs.

- **Principe**

L'alcalinité du savon est libérée dans l'acétone en présence du bleu de bromophénol comme indicateur coloré, elle est ensuite titrée par HCL acétonique à 0,01 N.

- **Réactifs**

Acétone fraîchement distillé contenant 3 % d'eau distillé, neutralisé par la solution d'acide chlorhydrique jusqu'à coloration jaune.

Indicateur coloré (bleu de bromophénol)

Solution d'acide chlorhydrique à 0.01N dans l'acétone.

- **Mode opératoire**

Dans une éprouvette, mettre 48,5 ml d'acétone ajustée à 50 ml de l'eau distillée, leur ajouter quelques gouttes du bleu de bromophénol. La solution obtenue doit être de couleur jaune, dans le cas où elle est bleue ou verte, titrer avec HCL a-cétonique à 0.01 N jusqu'à coloration jaune. Peser 10 g d'huile à analyser dans cette solution, agiter puis laisser décanter pendant quelques secondes jusqu'à ce que l'émulsion se sépare en deux couches. Récupérer la couche supérieure qui sera colorée en bleu en présence de savon. Titrer avec HCL a-cétonique 0.01N jusqu'à virage vers la couleur jaune.

- **Expression des résultats**

$$Ts(\text{ppm}) = \frac{Eq \cdot N \cdot V \cdot 1000}{p}$$

Ts : Traces de savon en ppm.

Eq : Equivalent gramme d'oléate de sodium = 304 g.

N : Normalité de HCL a cétonique (0,01N).

V : Volume de HCL a cétonique en ml (chute de la burette).

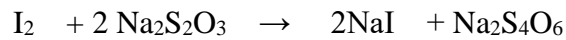
P : Masse de la prise d'essai en g.

II.2.2.1.4. L'indice de peroxyde

La détermination de L'indice de peroxyde des échantillons est effectuée selon la norme (ISO 3960, 2007) [26], c'est le nombre de milliéquivalents grammes d'oxygène actifs par kilogramme de corps gras oxydant l'iodure de potassium (KI), avec libération d'iode. Cet indice nous renseigne sur le degré d'oxydation et d'altération des matières grasses.

- **Principe**

Consiste à traiter une quantité d'huile en solution dans l'acide acétique et le chloroforme par une solution de thiosulfate de sodium. L'iode libéré est titré par le thiosulfate de sodium :



- **Réactifs :**

Chloroforme

Acide acétique

Solution aqueuse saturée d'iodure de potassium

Solution aqueuse de thiosulfate de sodium à 0.01N

Solution d'empois d'amidon à 1%.

- **Mode opératoire**

Mettre 5g d'huile dans un Erlenmeyer, ajouter 12 ml de chloroforme plus 18 ml d'acide acétique, puis mélanger le (KI) (0,5g dans 1ml), agiter et mettre à l'abri de la lumière pendant une minute, on ajoute 75 ml d'eau distillée et quelques gouttes d'amidon comme indicateur coloré, en présence des peroxydes on remarquera une couleur marron ou brune, puis on titre avec une solution de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0,01N), et au moment où la couleur blanche apparaît on notera le volume du titrage V_0 .

- **Expression des résultats**

$$IP = \frac{N(V_1 - V_0) * 1000}{p} \text{ meq/kg}$$

IP : indice de peroxyde exprimé en milliéquivalent gramme par kilogramme.

V_0 : volume en ml de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilisé pour l'essai à blanc.

V_1 : volume en ml de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0.1N) utilisé pour l'essai avec l'échantillon

P : prise d'essai d'huile (5g).

N : normalité de la solution de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilisée (0,01N).

II.2.2.2. Analyses physiques

II.2.2.2.1. Détermination de la couleur

La détermination de la couleur des échantillons est effectuée selon la norme (ISO 15305, 1998) [27], cette dernière joue un rôle important dans l'évaluation de la qualité d'un aliment. En effet, elle est liée aux principaux constituants qui sont déterminées à leur maximum d'absorption. Les chlorophylles et les caroténoïdes sont les principaux pigments rencontrés dans l'huile, et qui peuvent être affectés par de mauvaises conditions d'entreposage et aussi par le processus d'oxydation.

- **Principe**

La détermination de la couleur se fait par la méthode la plus couramment utilisé à l'aide d'un appareil appelé colorimètre « LOVIBOND » qui consiste à comparer la couleur de l'échantillon à un jeu de verre coloré en jaune et en rouge, dont la superposition permet de réaliser une couleur identique à celle de l'échantillon.



Figure.II.4: Lovibond

- **Mode opératoire**

Verser l'échantillon à analyser dans la cellule du Lovibond, puis déterminer la couleur correspondante en faisant la comparaison avec les lames de couleur standard. La lecture se fait par le réglage de deux faces jusqu'à l'obtention de la même couleur des deux côtés, ensuite, il faut lire sur la planche les valeurs du jaune et du rouge.

- **Expression des résultats**

Les résultats s'expriment en termes de nombre d'unités jaune et rouge nécessaires pour l'obtention de la couleur correspondante.

II.2.2.2. Détermination de l'humidité & des impuretés :

a. L'humidité :

La détermination de l'humidité des échantillons est effectuée selon la norme ((ISO 662) [28], c'est la perte en masse que l'huile subit après chauffage à $103 \pm 20^\circ\text{C}$ pendant 2 heures dans l'étuve, exprimée en pourcentage massique (m/m).

- **Principe**

Homogénéisation de l'échantillon, pesage, étuvage et exprimer la perte de poids en %.

- **Mode opératoire**

Peser 20 gr à 0.01 gr pré dans un cristalliseur préalablement séché, refroidi dans le dessiccateur et taré. Introduire le cristalliseur contenant le corps gras dans l'étuve pendant une heure et laisser refroidir dans le dessiccateur. Peser et refaire les opérations séchage, refroidissement toutes les 15 mn jusqu'au poids constant.

- **Expression des résultats**

$$\text{Humidité} = \frac{(P1 - P0)100}{M}$$

P0 : est le poids du cristalliseur avec la matière grasse avant étuvage

P1 : est le poids du cristalliseur avec la matière grasse après étuvage

M : est la masse de la prise d'essai.

b. Les impuretés :

Les impuretés dans l'huile sont analysées optiquement car elles sont facilement repérables et se présentent sous forme solide (le point noir). Ces substances autres que l'eau et les solvants sont également connues pour être incompatibles avec les glycérides, les acides gras ni même avec des substances non saponifiables, ce qui facilite leur analyse et permet de réaliser la pureté du corps gras.

Remarque : les impuretés peuvent être déterminées selon la norme (ISO 663) [29], par chauffage à haute température puis faire la filtration qui permet de filtrer les constituants solides.

II.2.2.2.3. Détermination de la chlorophylle

La détermination de la chlorophylle des échantillons est effectuée selon la norme (AOCS, 2011) [30], cette méthode est applicable aux huiles neutralisées et blanchies mais pas aux huiles hydrogénées, désodorisées ainsi qu'aux produits finis.

- **Réactifs**

Tétrachlorure de carbone pour spectrophotométrie ne présentant pas plus de 0,5% d'écart de transmission avec l'eau distillée à 400 nanomètres.

- **Mode opératoire**

Remplir la cuve d'huile chauffée au voisinage de 30°C, lire l'absorbance d'huile par rapport au tétrachlorure de carbone dans la cuve témoin à 630, 670 et 710 nm.

- **Expression des résultats**

Les chlorophylles en partie par million (ppm) sont données par les relations suivantes :

$$\text{Chlorophylle (ppm)} = (A_{670} - (A_{630} + A_{710}) / 2) / F * L \quad (1)$$

$$\text{Chlorophylle (ppm)} = 345.3 * (A_{670} - 0,5 * A_{630} - 0,5 * A_{710}) / L \quad (2)$$

(1) : expression utilisée pour l'analyse d'échantillon d'huile décolorée

(2) : expression utilisée pour l'analyse d'échantillon d'huile brute

Avec :

A : Absorbance à la longueur d'onde indiquée.

L : Longueur de la cuve en (cm pour l'huile brute et en mm pour l'huile décolorée)

F : Facteur propre à chaque spectrophotomètre.

*CHAPITRE III : RÉSULTATS
ET DISCUSSION*

Chapitre III : Résultats et discussion

Le raffinage des huiles végétales vise à fournir des huiles qui répondent aux attentes du consommateur, il s'agit de proposer une huile saine, d'aspect limpide et brillant, peu colorée et de caractéristique organoleptique neutre. Pour les industriels de l'agroalimentaire, l'huile doit satisfaire les exigences d'un cahier de charges qui permet d'avoir : une huile d'excellente qualité et d'une bonne stabilité au cours du temps, une traçabilité des lots et l'absence des contaminants et de composés indésirables.

III.1. Analyses chimiques

Les moyennes des résultats des analyses effectuées sont illustrées dans les tableaux et les résultats détaillés des analyses sont portés en annexes.

III.1.1. Analyse de l'acidité

L'analyse de l'acidité de l'huile brute et de l'huile traitée permet de déterminer le paramètre du raffinage à fixer pour avoir une huile stable et de bonne qualité. Les résultats de cette analyse sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau III.1 : Résultats de l'analyse de l'acidité réalisée pour les différents échantillons d'huile.

Nature de l'échantillon	Résultat (% Acide oléique)	Norme
Huile Brute de soja	0,88	1,25 Max [23]
Huile neutralisée (M2)	0,09	0,08 — 0,14 Max [31]
Huile décolorée	0,15	0,2 Max [32]
Huile désodorisée(s)	0,075	0,12 Max [33]
Huile désodorisée (ex)	0,052	0,12 Max [33]

M2 : Mélangeur n°02.

EX : Extension ou bien nouvelle colonne.

S : Ancienne colonne.

L'acidité de l'huile brute est de 0,88 %, elle répond à la norme ISO 660, (1,25 Max), cette dernière est appelée la norme d'installation. Ceci montre que l'huile importée est de bonne qualité et que l'opération d'extraction s'est convenablement déroulée et les conditions de stockage respectées. Dans le cas où le résultat dépasse la valeur de la norme d'installation l'huile sera plus difficile à raffiner et ils ne peuvent pas travailler avec cette installation alors l'huile aura besoin d'un double raffinage.

L'acidité de l'huile neutralisée est de 0,09 %, elle est conforme à la norme de l'entreprise (0,08-0,14 Max). Ceci indique le bon déroulement de l'étape de neutralisation (bon réglage des paramètres du procès de la neutralisation), Dans le cas de la non-conformité pour régler le problème on peut jouer sur le dosage de la soude (l/h) jusqu'à avoir une valeur conforme à la norme.

Pour l'huile décolorée on peut constater que son acidité a légèrement augmenté (de 0,15 %) par rapport à celle de l'huile neutralisée, Ceci est dû à l'effet de la terre décolorante qui est active avec de l'acide chlorhydrique (HCL) (l'ajout de l'acide permet l'augmentation de la surface d'adsorption) ainsi que l'ajout de l'acide citrique en petite quantité au niveau de séparateur de lavage.

Enfin, pour l'huile désodorisée l'acidité est de 0,06%, elle est conforme à la norme de l'entreprise (0,12).

Dans le cas d'une acidité non-conforme, l'entreprise procède comme suivant :

- **Cas d'une légère augmentation de l'acidité** : réajuster ou bien augmenter uniquement l'injection de vapeur, dotée d'une légère augmentation de température, et diminution légère du régime (la vitesse du raffinage de 42 t/h à 35t/h).
- **Cas d'une augmentation élevée de l'acidité** : recycler l'huile au niveau de la colonne, jusqu'à obtention de la conformité.

Pour montrer l'évolution de l'acidité durant le raffinage chimique on a fait l'illustration qui est montrée dans la figure III.1.

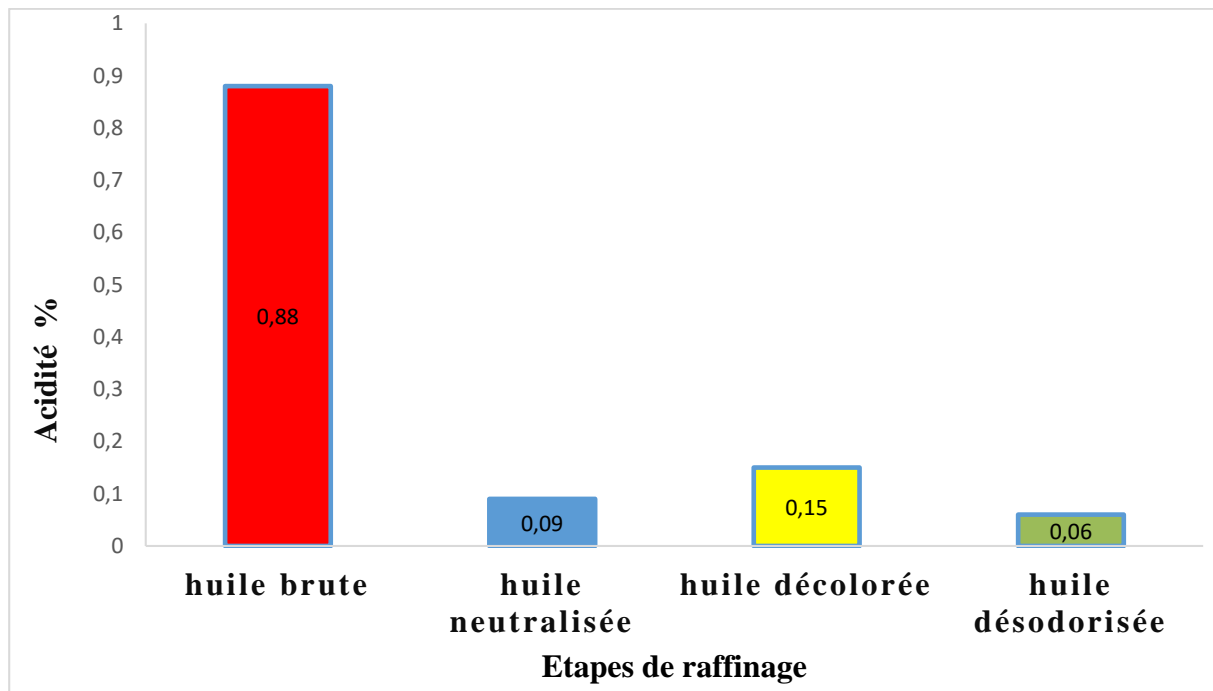


Figure III.1 : Evolution de l'acidité au cours des différentes étapes du raffinage chimique de l'huile de soja.

La figure (III.1) confirme qu'on a effectivement une diminution de l'acidité au cours des différentes étapes du raffinage chimique.

III.1.2. Analyse de la teneur en phosphore

La détermination du taux de phosphore de l'huile brute et de l'huile traitée obtenues à différents stades du raffinage chimique, a donné les résultats présentés dans le tableau (III.2) :

Tableau III.2 : Teneur en phosphore des échantillons d'huile de soja.

Nature de l'échantillon	Résultat (ppm)	Norme
Huile brute	152,8	200 [24]
Huile séchée	6,75	5 [34]
Huile décolorée	1,75	2max [35]
Huile désodorisée	0	0 [36]

D'après les résultats montrés dans le tableau, on constate que la teneur en phosphore de la majorité des échantillons d'huile (huile brute et traitée) sont conforme à la norme, sauf pour l'huile séchée où on a noté une légère augmentation qui peut s'expliquer par le mauvais déroulement de l'étape de dégomme qui peut être due à plusieurs facteurs comme :

- Un dosage insuffisant de l'acide citrique ;
- Une température de travail qui ne répond pas à la norme ;
- Une mauvaise séparation des phases.

Pour l'huile décolorée la diminution s'explique par la fixation des phospholipides résiduels, sur les pores du filtre lors de la filtration.

Concernant l'huile désodorisée, l'absence totale des phosphores peut s'expliquer par la destruction thermique des phospholipides sous l'action de la température très élevée (250°C).

Dans le cas d'une non-conformité des résultats obtenus pour l'huile séchée, on peut régler uniquement les paramètres de l'étape de dégomme (la température et le dosage de l'acide citrique).

Pour exprimer le changement de la concentration en phosphore qui s'est produit au cours du raffinage chimique on a fait l'illustration montrée dans la figure ci-dessous :

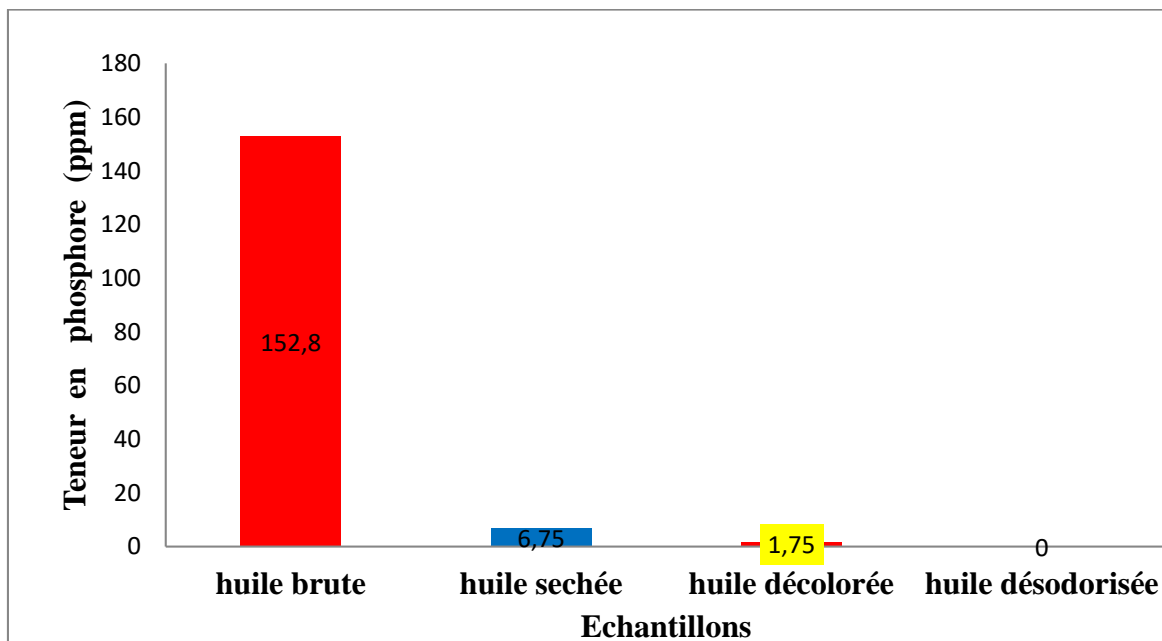


Figure III.2 : Evolution du taux de phosphore au cours des différentes étapes du raffinage chimique.

La figure (III.2) confirme qu'il y a bien une faible teneur en phosphore au cours de raffinage chimique et une élimination totale à la fin du raffinage et ceci est dû au bon réglage des paramètres des deux procédés chimique et physique.

III.1.3. Indice de peroxyde

Normalement l'analyse de l'indice de peroxyde doit se faire chaque 12 heure mais comme l'entreprise est rigoureuse en matière de stockage elle le fait à chaque nouvel arrivage d'une huile brute.

A titre d'apprentissage ils nous ont fait faire une analyse pour l'échantillon de 26/05/2021 ou nous avons eu le résultat suivant :

Tableau III.3 : Résultats de l'analyse de l'indice de peroxyde.

Nature de l'échantillon	Résultat IP (meq/kg)	Norme
Huile désodorisée	2,6	10 [37]

L'indice de peroxyde est conforme à la norme. En cas d'un indice de peroxyde non-conforme la solution consiste en le recyclage de l'huile dans la colonne de distillation.

III.1.4. Traces de savon

Les moyennes des résultats d'analyses des traces de savon sont présentées dans le tableau suivant :

Tableau III.4 : Résultats d'analyse des traces de savon

Nature de l'échantillon	Résultats (ppm)	Normes
L'huile de séparateur N°1	912	1000 [38]
L'huile de Séparateur N°2	838	1000 [38]
L'huile de Séparateur N°3	884	1000 [38]
L'huile de Séparateur N°4	91	70 [39]
L'huile de Séparateur N°5	98	70 [39]

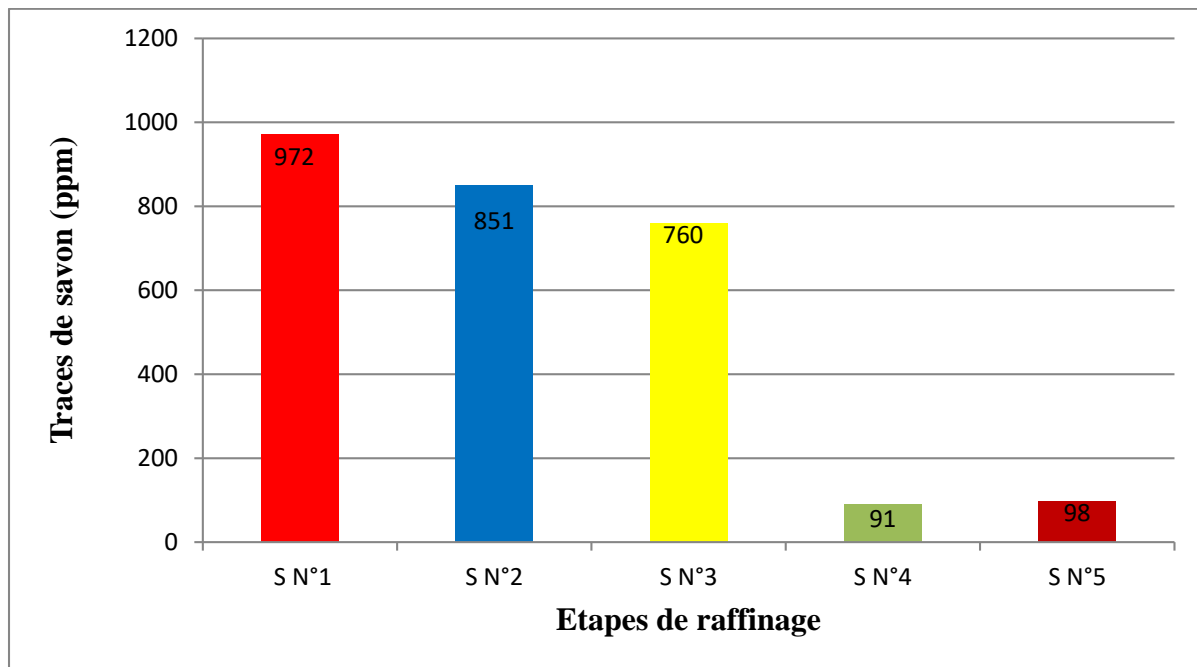


Figure III.4 : Evolution des traces de savon au cours du passage de l'huile dans les séparateurs.

Les résultats obtenus pour les traces de savon dans les séparateurs N° 1,2 et 3 sont conformes à la norme alors que ceux qui sont obtenus pour les séparateurs N° 4 et 5 sont légèrement supérieurs à la norme. L'entreprise a fixé 70 ppm comme norme pour les traces de savons dans ces séparateurs (4 et 5) mais elle tolère jusqu'à 100 ppm.

Dans le cas d'une non-conformité considérable l'entreprise procède par le repassage de l'huile à nouveau par les séparateurs là où la non-conformité est signalée.

On peut voir clairement la diminution significative des traces de savon en allant du premier séparateur jusqu'au dernier et cela est dû à l'effet du lavage et de la séparation.

III.2. Analyses physiques

Les moyennes des résultats des analyses effectuées sont illustrées dans les tableaux (III.5 III.6) et les résultats détaillés des analyses sont mentionnés dans le tableau représentés dans les annexes.

III.2.1. Analyse de la couleur

Les résultats des trois huiles : brute, décolorée et désodorisée sont représentés dans le tableau suivant (**tableau III.5**) :

Tableau III.5: Bulletin d'analyse de la couleur des différents échantillons d'huile de soja.

Nature de l'échantillon	Résultat en (Jaune, rouge)	Norme	
		Jaune	Rouge
Huile brute	—	J=50 / R=5 [27]	
Huile décolorée	J=70 R=6,5	—	
Huile désodorisée (s/ex)	J=9 R=1	J 12 / R 1,2 [40]	

D'après les résultats on constate une diminution progressive de la couleur pour l'huile analysée à différentes étapes du procédé utilisé (physique). Pour l'huile décolorée et désodorisée : l'intensité de la couleur diminue de 70/6,5 jusqu'à 9/1, et cela peut s'expliquer par le phénomène d'adsorption physique sur la surface de la terre décolorante activée par traitement acide, qui permet de détruire une grande partie de pigments colorés tels que la chlorophylle et la B Carotène présents dans l'huile. D'autre part y'as aussi l'effet positif de la colonne de désodorisation (décoloration thermique) sur la couleur des huiles, grâce à la température élevée (235 à 245°C) sous vide poussé (2 mbar) ainsi qu'au barbotage avec la vapeur sèche.

Dans le cas de la non-conformité :

- Au niveau de la décoloration : réajuster ou bien augmenter le dosage de la terre décolorante.
- Au niveau de la désodorisation : recycler l'huile vers l'étape de décoloration et recommencer l'opération des deux étapes (décoloration et désodorisation).

Pour montrer le changement de la couleur (plus foncée au plus claire) durant le procédé physique on a fait les deux illustrations ci-dessous :

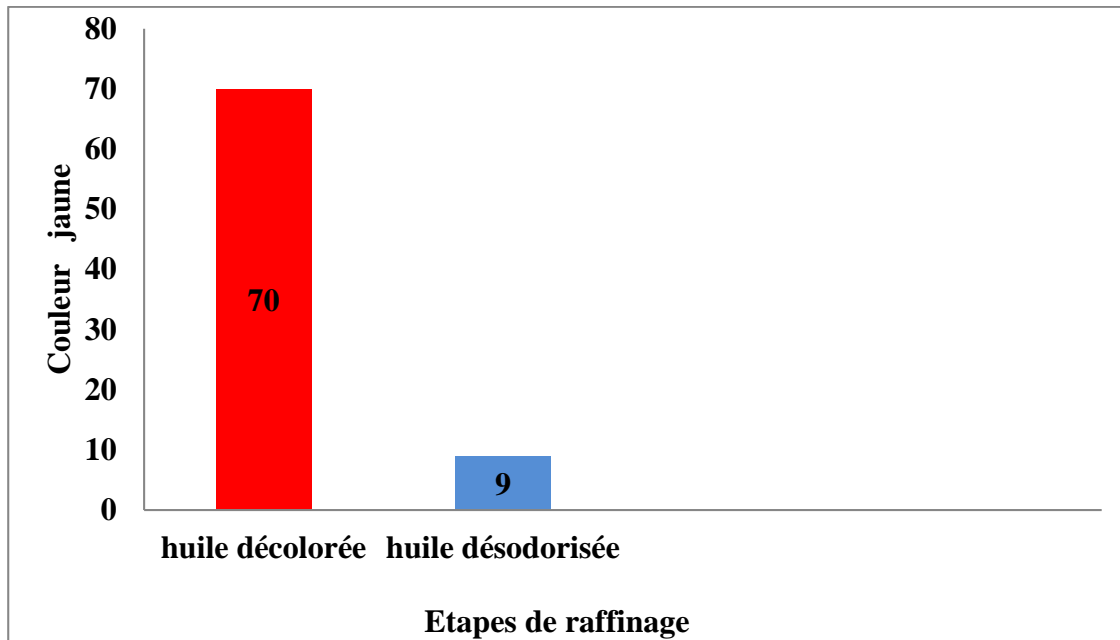


Figure III.5 : Evolution de la couleur jaune au cours des différentes étapes du raffinage chimique.

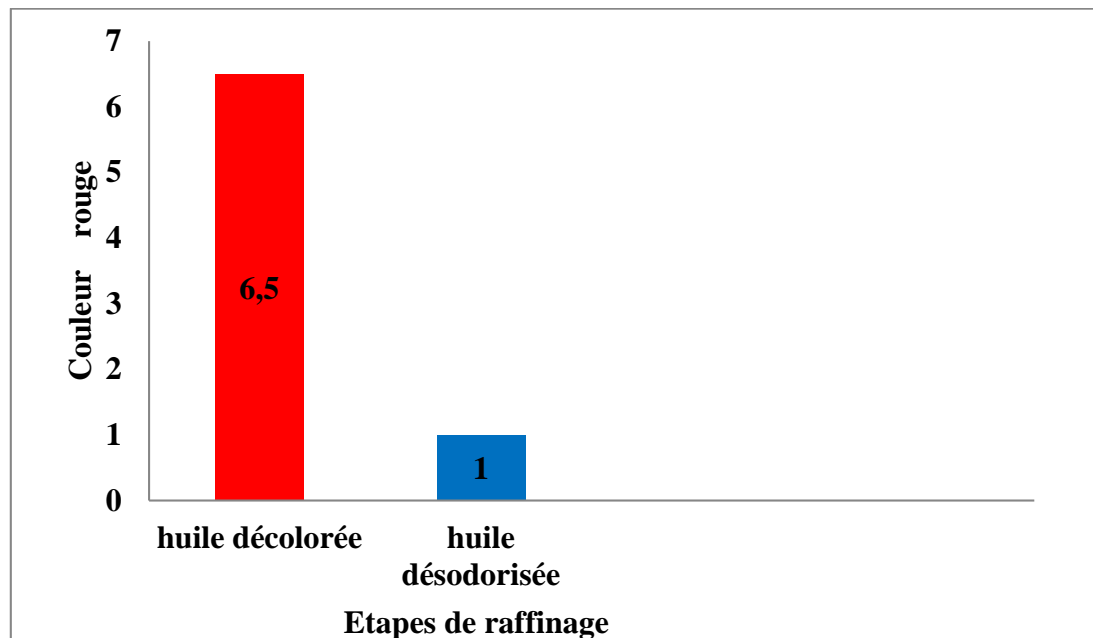


Figure III.6 : l'évolution de la couleur rouge lors du raffinage chimique de l'huile.

Les deux figures (III.5 et III.6) confirment que l'huile présente une couleur plus claire et cela dans les deux unités (jaune et rouge) lors de raffinage chimique.

III.2.2. La chlorophylle

Les moyennes des résultats d'analyses de la chlorophylle sont présentées dans le tableau suivant :

Tableau III.6 : résultats de l'analyse de la chlorophylle

Nature de l'échantillon	Résultats de la chlorophylle (ppm)	La norme
Huile brute	4,88	8 max [30]
Huile décolorée	0,07	0,05 [41]

La chlorophylle de l'huile brute est conforme à la norme contrairement à celle de l'huile décolorée qui est légèrement supérieure à la norme mais ce n'est pas vraiment une non-conformité significative car d'un côté c'est un dépassement de 0,02 et de deux côtés c'est en partie par million. Pour cela l'entreprise tolère ce léger dépassement.

Si non, en cas d'une non-conformité considérable l'entreprise procède par l'augmentation du dosage de la terre décolorante de type taiko dans l'étape de la décoloration.

On peut clairement constater la diminution remarquable de la chlorophylle en allant de l'huile brute à l'huile décolorée et cela est dû à l'effet de la terre décolorante taiko qui réagit sur la chlorophylle.

III.2.3. Humidité et impuretés

III.2.3.1. Humidité

Selon la norme l'échantillon contient 0 % d'humidité.

III.2.3.2. Les impuretés :

En a effectué des analyses dont tous les jours à tous les échantillons en retrouve toujours 0 impureté par rapport à l'unité d'analyse.

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

Au cours de notre travail effectué au niveau du complexe « Cevital » de Bejaia, nous avons suivi de près le processus de raffinage chimique de l'huile végétale (soja) et nous avons aussi procédé au contrôle de qualité de cette huile au cours de chaque étape du raffinage. Ainsi, on a pu apprendre à déterminer les paramètres physico-chimiques de l'huile de soja et que chaque analyse se fait selon une norme ou une méthode spécifique.

D'après les résultats des analyses effectuées (acidité, couleur humidité, impuretés, chlorophylle, phosphore, indice de peroxyde, traces de savons...etc.) sur l'huile traitée, nous pouvons conclure que l'unité produit une huile raffinée de bonne qualité, conforme aux normes en vigueur. Cette conformité témoigne d'un raffinage effectué dans les meilleures conditions par l'unité grâce à certaines techniques ou chacune répond à un objectif précis :

- **Dégommage** : élimination des phospholipides par ajout d'acide citrique
- **Neutralisation** : neutralisation des acides gras libres par (la soude + acide citrique)
- **Décoloration** : adsorption de pigments colorés par la terre active
- **Désodorisation** : élimination des substances comme les aldéhydes et les cétones, souvent responsables d'odeurs désagréables, Ainsi que les acides gras libres encore présents par la vapeur sèche et sous vide à haute température.

Ce travail a été pour nous d'un grand bénéfice car d'une part, il nous a permis d'acquérir des connaissances approfondies sur le raffinage des huiles végétales et sur les différentes analyses effectuées, et d'autres part d'avoir une vue sur la vie professionnelle.

REFERENCES

BIBLIOGRAPHIQUES

Références bibliographiques

- [1] : Uzzan A. (1980). Corps gras in les aliments. In: Trémolieres J, Serville Y, Jacquot R, Dupin H. Edition: ESF. Paris, pp. 212-238.
- [2] : Cheftel J-C et Cheftel H. (1977). Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. Edition : Tec et doc. Lavoisier. Paris. 303p.
- [3] : Gibon V et Tirtiaux A. (1998). Un raffinage S.O.F.T. Oléagineux, corps gras, lipides. 5, 371-377.
- [4] : Denise J. (1992). Raffinage des corps gras in manuel des corps gras. In : Karleskind A. Edition : Tec et Doc- Lavoisier. Paris, pp. 789- 881.
- [5] : K. Bourachouche et A. Boudel caractérisation physico-chimique des huiles vigîlâtes alimentaires. Mémoire de master université de Bejaia, Algérie 2017.
- [6] : C. Aissani et H. Ait Annane. Evaluation de pertes en huile de soja a la neutralisation au cours du raffinage chimique. Mémoire de master université de Bejaia, Algérie 2013.
- [7] : K. ChallaL et K. Bouabdellah. Etude de la décoloration des huiles alimentaires. Mémoire de master université de Bejaia, Algérie 2010.
- [8] : K. Sadaoui. L'optimisation des paramètres de décoloration des huiles végétales soja et tournesol. Mémoire de master université de Bejaia, Algérie 2017.
- [9] : O. Benyoub et Y. Ifri. Contrôle des paramètres physico-chimiques des deux huiles soja et tournesol. Mémoire de master université de Bejaia, Algérie 2012.
- [10] : Halaguti. M. F : Elémentaires de chimie. 4émé éd. Paris, 1868. P480.
- [11] Mhtadji-lamballais, C. 1989. Les aliments. Ed Malonie. P94-102.
- [12] : Recheron R et perles F. Les lipides : structure et propriétés.
- [13] : Denis J. Manuel des corps gras : Dans : raffinage des corps gras, 2éme éd. Paris : éd Lavoisier, 1998. P88.
- [14] : Barka Amel. Evaluation des indices de nature physico-chimiques de quelques huiles alimentaires de friture et impact sur la santé du consommateur. Mémoire master université de Tlemcen, Algérie 2016.
- [15] : Normes interne de Cevital.

- [16] : Document interne de Cevital.
- [17] : Pouzet A. (1992). Sources et monographies des principaux corps gras in manuel des corps gras. In : Karleskind A. Edition : Tec et Doc. Lavoisier- Paris, pp. 115-316.
- [18] : Aboiron J et Hameury E. (2004). Additifs alimentaires : Les lécithines. Université paris val de marne. 1-31.
- [19] : Agence Canadienne d'Inspection des Aliments (ACIA). (1996). La biologie du Glycine max (L.) Merr. (soja). Document de biologie BIO. 10, 1-12.
- [20] : Kuakuvi E. (2008). Etude sur le développement de la culture du soja et d'un modèle d'encadrement des producteurs. Le Conseil des Investisseurs Privés au Bénin (CIPB) 1-36.
- [21] : Mohtadji-Lamballais C. (1989). Les aliments. Edition : Maloine. Paris. 203p.
- [22]: Collomb V et Mayor M. (2007). Le soja, la reine des légumineuses. Haute école de santé Genève filière diététique. 12, 1- 4.
- [23] : ISO 660,1996. Corps gras d'origines animale et végétale –détermination de l'indice d'acide et d'acidité-
- [24] : AOCS 1992.
- [25] : AOCS 1997.
- [26] : ISO 3960,2007. Corps gras d'origines animale et végétale –détermination de l'indice de peroxyde avec point d'arrêt idométrique-
- [27] : ISO 15305,1998. Corps gras d'origines animale et végétale –détermination de la couleur lovibond-
- [28] : ISO 662. Corps gras d'origines animale et végétale –détermination par séchage, la teneur d'eau et en matière volatiles-
- [29] : ISO 662. Corps gras d'origines animale et végétale- détermination de la teneur en impuretés insolubles-
- [30] : AOCS, 2011.
- [31] : Norme préventive interne de l'entreprise pour l'acidité de l'huile neutralisée.
- [32] : Norme préventive interne de l'entreprise pour l'acidité de l'huile décolorée.
- [33] : Norme préventive interne de l'entreprise pour l'acidité de l'huile désodorisée(s/ex).
- [34] : Norme préventive interne de l'entreprise pour le phosphore de l'huile séchée.

[35] : Norme préventive interne de l'entreprise pour le phosphore de l'huile décolorée.

[36] : Norme préventive interne de l'entreprise pour le phosphore de l'huile désodorisée.

[37] : Norme préventive interne de l'entreprise pour l'indice de peroxyde.

[38] : Norme préventive interne de l'entreprise pour les traces de savon dans les séparateurs 1,2 et 3.

[39] : Norme préventive interne de l'entreprise pour les traces de savon dans les séparateurs 4 et 5.

[40] : Norme préventive interne de l'entreprise pour la couleur de l'huile désodorisée.

[41] : Norme préventive interne de l'entreprise pour la chlorophylle de l'huile décolorée.

ANNEXES

Annexe I : Caractéristique physico-chimiques de l'huile de soja.

Analyse	Unité	Norme	Méthode d'essai
Acidité	% d'acide oléique	0.3max	ISO 660 3 ^{ème} édition 2009-06-2015
Indice de peroxyde	meq O ₂ /kg huile	10Max	ISO 3960 4 ^{ème} édition 2007-07-15
Matière volatiles à 105°C(105)	%	0.2Max	ISO 662 2 ^{ème} édition 1998-09-15
Impuretés insolubles	%	0.05Max	ISO 663 4 ^{ème} édition 2007-03-01
Point de trouble	°C	-9	-
Oéate de sodium	%	0.005 Max	A.O.C.S Recommended Practice Cc 17-95- Changed 1995
Indice de réfraction à 40°C	n 40/D	1,466-1,470	ISO 6320 4 ^{ème} édition.2000.03.15
Indice de saponification	meq KOH/kg huile	189-195	ISO3657 3 ^{ème} édition 2002-06-01
Indice d'iode(Wijs)	-	124-139	ISO 3961 3 ^{ème} édition 1996-06-01
Insaponifiable	g/kg	15 Max	ISO 18609 1 ^{ère} édition 2000-08-15
Densité apparente à 20°C	g/ml	0,919-0,925	ISO 6883 4 ^{ème} édition 2007-05-01
Couleur (5 pouce et ¼)	-	J : 12 R : 1,2	ISO 15305 1 ^{ème} édition 1998-09-15
Fer(Fe)	mg/kg	1,5Max	A.O.C.S. méthode off ca 18b-91(03)
Cuivre(Cu)	mg/kg	0,1Max	A.O.C.S. méthode off ca 18b-91(03)

Annexe II : Caractéristiques relatives aux contaminants

Contaminants		Unité	Normes
Arsenic		mg/kg	0,1Max
Plomb		mg/kg	0,1Max
Résidus de Pesticides	Chlordane	mg/kg	0,05
	permètrine		0,1
	méthomyl		0,2
	carbaryl		0,2
	heptachlore		0,5
	Cléthodime		1
	Endosulfan		2
Huile minérale		mg/kg	75 Max
Eléments radioactifs	Césium 137	Bq/kg	50Max
	Césium 134		50Max
Dioxine et PCB	Somme des dioxines	Pg/g de graisse	0,75Max
	Somme des dioxines et PCB de type dioxine	Pg/g de graisse	1,25Max
	Somme des PCB 28,PCB 52,PCB 101,PCB 138,PCB,153 et PCB 180	ng/g de graisse	40Max
HAP (Hydrocarbures aromatiques polycycliques)	Benzo(a)pyrène	µg/kg	2,0Max
	Somme de benzo(a)pyrène, benzo(b)fluoranthène et chrysène		10Max
Allergènes		Certificat de non introduction volontaire d'allergènes	

Annexe III : Récapitulatif des résultats des analyses physico-chimiques de l'huile de soja au cours du raffinage chimique.

Etapes Analyses			Huile brute		Huile au niveau de M ₂		Huile Séchée		Huile décolorée		Huile Désodorisée			
											(s)		(ex)	
Acidité(%)	E	1 ^{er} jr	0,94	0,12	-		-		0,18	0,08	0,05			
		2 ^{ème} jr	0,95	0,11					0,18	0,05	0,05			
		3 ^{ème} jr	0,88	0,08					0,18	0,08	0,05			
		4 ^{ème} jr	0,84	0,06					0,10	0,08	0,05			
		5 ^{ème} jr	0,82	0,06					0,12	0,08	0,05			
		6 ^{ème} jr	0,84	0,10					0,14	0,08	0,06			
La moyenne			0,88	0,09	-		-		0,15	0,075	0,052			
Phosphore (ppm)	E	1 ^{er} jr	170	-		-		9,5	3	0				
		2 ^{ème} jr	149					8	2.25					
		3 ^{ème} jr	159					7,5	2					
		4 ^{ème} jr	155					6	1.25					
		5 ^{ème} jr	158					5	1					
		6 ^{ème} jr	126					4,5	1					
La moyenne			152,8	-		-		6,75	1,75	-				
			J	R	J	R	J	R	J	R	J	R	J	R
La couleur (5pouce)	E	1 ^{er} jr	-		-		-		70	7	9	1	8	0,9
		2 ^{ème} jr							70	7	8	0,9	8	1
		3 ^{ème} jr							70	6,1	8	1	9	1,1
		4 ^{ème} jr							70	6	9	1	10	1
		5 ^{ème} jr							70	6	10	1	9	1
		6 ^{ème} jr							70	7	10	1,1	10	1
La moyenne									70	6,5	9	1	9	1

Annexes

La chlorophylle (ppm)	E	1 ^{er} jr	5,38	-	-	0,08	-			
		2 ^{ème} jr	5,4			0,07				
		3 ^{ème} jr	5,36			0,06				
		4 ^{ème} jr	3,9			0,09				
		5 ^{ème} jr	4,64			0,01				
		6 ^{ème} jr	4,6			0,07				
La moyenne		4,88	-	-	0,06	-				

Résumé

Ce présent travail réalisé au complexe « Cevital » de Bejaia a pour but d'évaluer les analyses physico-chimiques de l'huile de soja au cours du raffinage chimique. Le raffinage chimique est le procédé le plus couramment utilisé, il permet de raffiner les corps gras même s'ils ont subi un début de dégradation. Nous avons effectué plusieurs analyses physico-chimiques à savoir ; le taux d'acidité, le taux d'impuretés, l'indice de peroxyde, la couleur, les traces de savons, le taux d'humidité, la densité, le taux de phosphore et la teneur en chlorophylle, dont le but d'évaluer la qualité de l'huile. Les résultats obtenus sont conformes aux normes d'entreprise, ce qui traduit le bon suivi et l'efficacité des traitements appliqués aux différentes étapes du raffinage.

Mots clés : Huile végétale, soja, raffinage chimique, analyses physico-chimiques.

Abstract

This current work, carried out at the "Cevital" complex in Bejaia, aims to evaluate the physicochemical analyzes of soybean oil during chemical refining. Chemical refining is the most commonly used process, it makes it possible to refine fatty substances even if they have undergone the onset of degradation. We carried out several physicochemical analyzes namely; acidity rate, level of impurities, peroxide number, color, traces of soaps, rate of humidity, density, rate of phosphorus and content of chlorophyll, of which the purpose is to assess the quality of the oil. The results obtained comply with company standards, which reflects the good monitoring and efficiency of the treatments applied to the various stages of refining.

Key words: vegetable oil, soya, chemical refining, physicochemical analysis.