



Mémoire de Master

Présenté par :

- M^{lle} AMARI Tiziri
- M^{lle} TARAFT Radia

En vue de l'obtention du diplôme de Master en Chimie

Spécialité : Chimie analytique

Thème :

Analyse physico-chimique de l'huile de soja au cours du raffinage chimique au complexe CEVITAL spa

Soutenu le : 19 / 09 / 2021

Devant le jury composé de :

Nom & Prénom	Département d'affiliation	Qualité
M ^r HENACHE Zahir	Chimie	Examineur
M ^{me} BOUKEHIL Ghouzala	Chimie	Examineur
M ^{me} AIT BRAHAM Laila	Chimie	Encadrant

Remerciements

Nos remerciements vont tout d'abord à Dieu le tout puissant qui nous a donné la force et la patience tout au long de ce travail.

Nous tenons à présenter nos remerciements les plus sincères à notre promotrice : Madame Ait Braham pour ces conseils et ses orientations.

Je remercie les membres du jury, d'avoir accepté d'évaluer notre travail.

Nous adressons nos vifs et sincères remerciements à l'équipe du laboratoire de raffinage des huiles au niveau du complexe CEVITAL.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail à

Mes très chers parents que j'aime beaucoup et pour leurs sacrifices et soutiens tout au long de ma vie et aux quels je ne rendrai jamais assez «Que Dieu les protège»

*Mes très chères sœurs **Kenza** et **Tiziri**.*

*Mes très chers frères **Arab**, **Athmane**.*

*Ma grande sœur **Salima** et son mari **Brahim**.*

*Ma nièce **Rosline** adoré.*

Ma grand-mère paternelle.

*Mon binôme **Tiziri** avec qui j'ai passé des moments*

Inoubliables.

*Mes meilleures amies **Habiba** et **Saliha**.*

Radia

Dédicace

Ce travail est dédié :

*A deux personnes très chères qui ont partagé mes joies et mes peines, qui m'ont aidé à arriver là où j'ai peur d'aller et ont fait de moi ce que je suis aujourd'hui ; ces deux personnes sont **mon père et ma mère** ;*

*A mes frères **Adel et Fahem**.*

*A mes sœurs **Lila, Nawel, Radia et Chahinez**.*

*A mon binôme **Radia** avec qui j'ai passé des moments Inoubliables.*

Enfin, à tous mes amis sans exception.

Tiziri

Liste Abréviations

% : Pourcentage.

°C : Degré Celsius.

A : Absorbance.

AGL : Acide gras libre.

AG : Acide gras.

E : Essai.

L : Litre.

N : Normalité.

V : Volume.

A.O.C.S : American Oil Chemists' Society.

I.S.O : International System Organisation.

Kg : kilogramme.

J : Jaune.

R : Rouge.

Kj : kilo joule.

g : Gramme.

m² : Mètre Carré.

méq : Milliéquivalent.

M : Masse Molaire.

mbar : Millibar.

Max : Maximum

m : Masse.

ml : Millilitre.

mn : Minute.

mol : mole.

nm : Nano mètre.

P : Pouce.

ppm : Partie par million.

Spa : Société par action.

T/J : Tonne par jour.

TG : Triglycéride

Liste des figures

Figure 01 : Structure d'un triglycéride, diglycéride et monoglycéride.....	2
Figure 02 : Structure d'un phospholipide.....	3
Figure 03 : Structure d'une céramide.....	4
Figure 04 : Réaction d'hydrolyses des TG.....	6
Figure 05 : Réaction de Saponification.....	6
Figure 06 : Réaction d'estérification.....	6
Figure 07 : La plante de soja.....	8
Figure 08 : Les graines de soja.....	8
Figure 09 : Procédé d'extraction de l'huile brute de soja.....	11
Figure 10 : Schéma du dégomme chimique et de la neutralisation.....	13
Figure 11 : Schéma de lavage et séchage.....	14
Figure 12 : Schéma de filtration et décoloration.....	15
Figure 13 : Schéma de désodorisation.....	16
Figure 14 : Les différentes directions du complexe CEVITAL spa.....	22
Figure 15 : Photo de Lovibond.....	25
Figure 16 : Photo de réfractomètre.....	27
Figure 17 : Photo de spectrophotomètre UV-visible.....	28

Liste des tableaux

Tableau 01 : Point de fusion et point d'ébullition de quelques acides gras.....	5
Tableau 02 : Rôles nutritionnel, sensoriel et technologique des lipides.....	7
Tableau 03 : Composition moyenne des graines de soja entières.....	9
Tableau 04 : Composition en acides gras de l'huile de soja.....	9
Tableau 05 : Constituants mineurs de l'huile de soja.....	10
Tableau 06 : Composition moyenne de l'huile de soja brute et celle raffinée.....	17
Tableau 07 : Les différentes activités du complexe CEVITAL spa.....	19
Tableau 08 : Les points de prélèvements et les analyses physico-chimiques effectuées sur l'huile de soja	23
Tableau 09 : Résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile brute de Soja	34
Tableau 10 : Résultats d'analyses de l'huile déémucilaginée (neutralisée) (M2).....	34
Tableau 11 : Résultats d'analyses de l'huile lavée.....	35
Tableau 12 : Résultats d'analyses de l'huile séchée.....	35
Tableau 13 : Résultats d'analyses de l'huile décolorée.....	36
Tableau 14 : Résultats d'analyses de l'huile désodorisée.....	37
Tableau 15 : Détermination des pertes d'huile dans les eaux lavée.....	38
Tableau 16 : Détermination des pertes d'huiles dans la pâte neutralisée.....	39
Tableau 17 : Résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile conditionné.....	39

Les normes

Détermination de la densité (ISO.6883.2007).

Détermination de l'humidité (ISO 662, 1998).

Détermination de la couleur (ISO 15305.1998).

Détermination des impuretés (ISO 663,2007).

Détermination d'indice de réfraction (ISO 6320,2000).

Détermination de l'acidité (ISO 660, 1996).

Détermination des chlorophylles (AOCS, 1989).

Détermination des Traces de savon (A.O.C.S méthode off 1.2-365,1989).

Détermination d'Indice de peroxyde (ISO 3960, 2007).

Détermination de Phosphore (AOCS Ca 12-55 ca12-55 réapprouvée en 1989 Corrigée en 1992).

Détermination des pertes d'huile (A.O.C .S ,1989).

SOMMAIRE

Sommaire

Introduction générale	1
-----------------------------	---

Partie théorique

Chapitre I : Synthèses bibliographique

Partie 1 : Généralités sur les corps gras	2
I.1. Définition	2
I.2. Origine des corps gras	2
I.3. Composition et classification des corps gras.....	2
I.3.1. Les lipides	2
I.3.1.1. Les lipides simples	2
I.3.1.2. Les lipides complexes	3
I.3.2. Les pigments	4
I.4. Propriétés des corps gras	4
I.4.1. Propriétés physiques	4
I.4.2. Propriétés chimiques	5
I.5. Rôles des lipides dans l'alimentation	7
Partie II : Matière première	8
II.1. Définition de l'huile de soja	8
II.2. Origine de l'huile de soja	8
II.2.1. La plante	8
II.2.2. La graine	8
II.3. Composition de la graine de soja	9
II.4. Composition de l'huile de soja	9
II.4.1. Composition en acide gras	9
II.4.2. Autre constituant	10
II.5. Extraction de l'huile brute de soja	10
II.6. Les valeurs nutritionnelles de l'huile de soja.....	11
Partie III : Raffinage de l'huile de soja.....	12
III.1. Définition de raffinage.....	12
III.2. But du raffinage	12
III.3. Différentes types de raffinage	12

III.4. Raffinage chimique d'huile soja	12
III.4.1. Démucilagination	13
III.4.2. Neutralisation	13
III.4.3. Lavage.....	13
III.4.4. Séchage	14
III.4.5. Décoloration	14
III.4.6. Filtration	14
III.4.7. Désodorisation	15
III.4.8. Refroidissement	16
III.4.9. Conditionnement	16
III.5. Comparaison entre l'huile brute et raffinée	17
III.6. Avantage et inconvénients du raffinage	18
III.6.1. Avantages	18
III.6.2. Inconvénients	18

Partie pratique

Chapitre II : Matériels et méthodes

Partie I : Présentation du complexe CEVITAL spa	19
I.1. Historique	19
I.2. Les différentes activités du complexe CEVITAL spa	19
I.3. Laboratoire de la raffinerie.....	19
I.4. Laboratoire de conditionnement.....	20
I.5. Présentation de la Raffinerie.....	20
I.6. Présentation de lieu de conditionnement.....	20
I.7. Différentes huiles brutes raffinées.....	20
I.8. Quelques huiles produites par CEVITAL spa	20
I.9. Organigramme du complexe CEVITAL spa.....	21
Partie II : Méthodes d'analyses physico-chimiques.....	23
II.1. Echantillonnage.....	23
II.2. Analyses effectuées.....	24
II.2.1. Analyse physiques.....	24
II.2.1.1. Détermination de la densité.....	24

II.2.1.2. Détermination de l'humidité.....	24
II.2.1.3. Détermination de la couleur.....	25
II.2.1.4. Détermination des impuretés.....	26
II.2.1.5. Détermination d'indice de réfraction.....	26
II.2.2. Analyse chimiques.....	27
II.2.2.1. Détermination de l'acidité.....	27
II.2.2.2. Détermination des chlorophylles.....	28
II.2.2.3. Détermination des Traces de savon.....	29
II.2.2.4. Détermination d'Indice de peroxyde.....	30
II.2.2.5. Détermination de Phosphore.....	31
II.2.3. Détermination des pertes d'huile.....	32
II.2.3.1. Dans les eaux de lavage.....	32
II.2.3.2. Dans les pâtes de neutralisation.....	33

Chapitre III : Résultats et discussion

1. L'huile brute	34
2. L'huile neutralisée	34
3. L'huile lavé.....	35
4. L'huile séchée	35
5. L'huile décolorée	36
6. L'huile désodorisée	37
7. Les pertes en huiles	38
7.1. Analyse des eaux de lavage.....	38
7.2. Analyses de la pâte de neutralisation.....	38
8. L'huile conditionnée.....	39
Conclusion	42

Annexes

Références bibliographiques

Résumé

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale :

Les corps gras sont consommés par l'homme depuis les temps les plus anciens. Leurs utilisations ont évolués au cours des siècles. Ils sont des constituants de notre ration alimentaire quotidienne. On en parle souvent comme s'ils étaient tous semblables et équivalents. En fait, ils sont différents selon leur origine, leur consistance, leur composition, leur présentation et leur rôle dans l'organisme [1].

L'huile de soja est une huile végétale extraite du soja par trituration, et utilisée dans l'alimentation. Depuis quelques années, elle est aussi utilisée dans la production biodiesel. [2], elle constitue également une meilleure source de vitamine E connue pour ses propriétés antioxydants [3].

L'huile de soja contient un fort taux d'acides gras polyinsaturés, tels que l'acide linoléique et α -linoléique qui sont indispensables à l'organisme humain. Par ailleurs, l'huile de soja contient des acides gras saturés, mono-insaturés, vitamine E ainsi que les minéraux.....etc [4]. Le raffinage des huiles végétales est une suite d'opérations qui a pour but d'éliminer les composés indésirables existants dans l'huile, il est réalisé en plusieurs procédés, essentiellement le procédé chimique [5].

Ce mémoire est constitué de trois chapitres :

- Le premier chapitre est organisé en trois parties : dont la première sera consacrée aux généralités sur les corps gras. Dans la seconde partie, nous allons étudier la matière première, la troisième partie est consacrée au raffinage de l'huile de Soja.
- La première partie du deuxième chapitre sera consacrée à la présentation de l'entreprise «CEVITAL spa». On terminera ce chapitre par les différentes analyses physico-chimiques effectuées sur l'huile de Soja.
- Les résultats et discussions ainsi que la conclusion seront regroupés dans le troisième chapitre.

PARTIE THEORIQUE

CHAPITRE I : SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

PARTIE I : GENERALITES SUR LES CORPS GRAS

Partie I : Généralités sur les corps gras

I.1. Définition

Les corps gras sont des molécules organiques qui possèdent des propriétés analogues : insolubilité dans l'eau et solubilité dans les solvants organiques (benzène, chloroforme...) [6]. Ils se trouvent à l'état naturel sous forme solide (graisses) ou liquide (huiles) et ils ont un rôle nutritionnel important [7].

I.2. Origine des corps gras

Les corps gras sont soit d'origine animale ou végétale. On distingue les huiles végétales fluides (olive, tournesol, soja), les huiles végétales semi solides ou concrètes (coprah, huile de palme), les huiles d'origine animal (saindoux, baleine) et ainsi que les corps gras élaborés (beurres et margarines) [8].

I.3. Composition et classification des corps gras

I.3.1. Lipides

Les lipides sont des dérivés naturels, qui résultent de l'estérification d'acide gras avec un alcool ou une amine [9].

I.3.1.1. Lipides simples

➤ Glycérides

Les glycérides sont des esters d'acides gras et de glycérol [10]. L'estérification des trois groupements hydroxyles du glycérol avec les acides gras forme des triglycérides, il y'a également les diglycérides, et les monoglycérides (figure 01) [11].

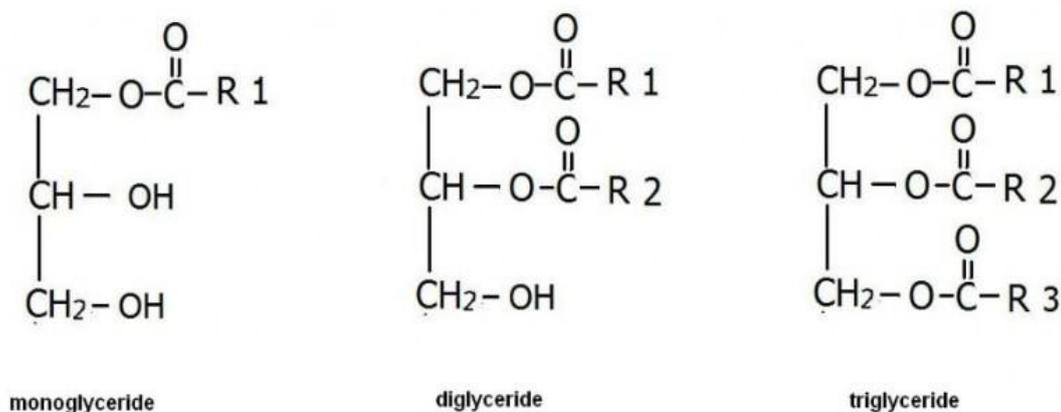


Figure 01 : Structure d'un triglycéride, diglycéride et monoglycéride.

➤ Cérides

Sont des esters d'alcool et d'un acide gras, ils sont insolubles dans l'eau. Parmi les cérides, on trouve les cires naturelles qui sont des esters d'acides gras et d'un monoalcool aliphatique, ils sont présents chez les animaux et les végétaux. En outre, les stérides qui sont des esters de stérols ainsi que les caroténocérides qui sont des esters d'acides gras et d'hydrocaroténoïdes [12].

I.3.1.2. Lipides complexes

➤ Phospholipides

Une molécule de phospholipide (figure 02) est constituée de glycérol au quel sont fixés les acides gras, un phosphate et un sucre ou une amine [13]. En raison de leurs polarité (hydrophile liée à la fonction amine et lipophile liée aux acides gras), ils jouent un rôle majeur des constituants des interfaces membranaires et d'émulsifiants [8].

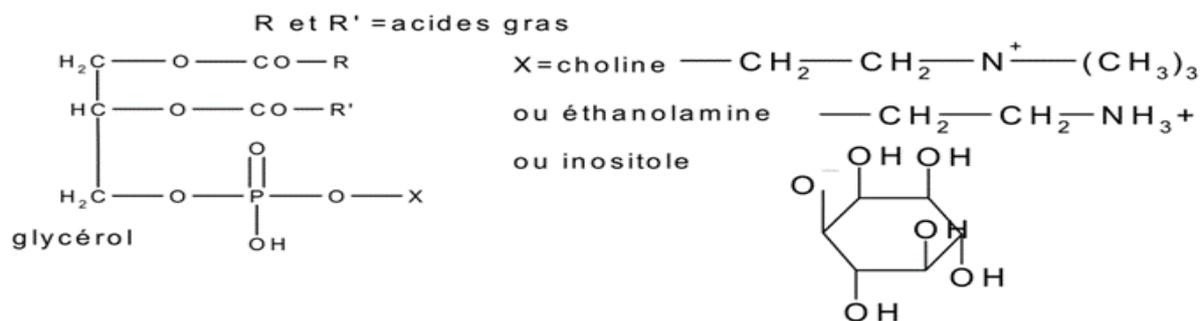


Figure 02 : Structure d'un phospholipide [8].

➤ Insaponifiables

La saponification est un critère de classification des lipides (annexe I). Les insaponifiables tels que les stérols (Annexe II) et les vitamines liposolubles (annexe III) sont des composés solubles dans les solvants organiques, mais très peu solubles dans l'eau. La proportion d'insaponifiable contenue dans un corps gras dépend de son origine biologique, des traitements qu'il a subit, ainsi que de la nature du solvant d'extraction [14].

➤ Sphingolipides

Ce sont des constituants importants des membranes biologiques [15], la sphingosine (annexe IV) représente le squelette carboné de base des sphingolipides. L'estérification de la fonction amine de la sphingosine par un acide gras donne un sphingolipide tel que la céramide [12]. La structure de ce dernier est représentée dans la figure suivant :

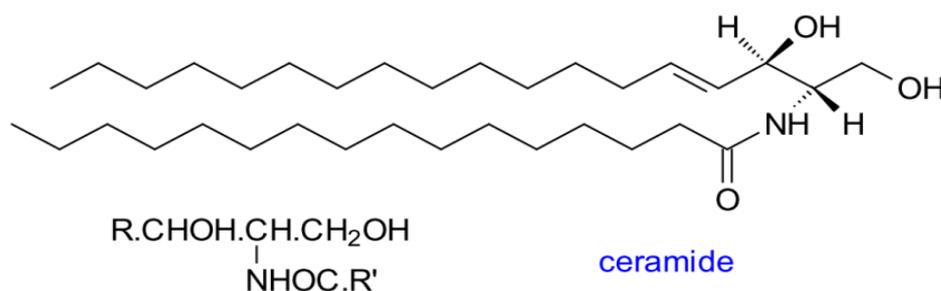


Figure 03 : structure d'une céramide.

I.3.2. Les pigment

➤ Caroténoïdes

Les caroténoïdes sont les pigments essentiels des organismes photoautotrophes. Ils regroupent les carotènes qui sont des tétraterpènes à chaîne droite et les xanthophylles qui sont des dérivés oxydés [16]. Dans les plantes, ils sont responsables de la coloration des fleurs et des fruits [17].

➤ Chlorophylles

Pigment vert qui joue un rôle biologique primordial dans la photosynthèse [18]. La chlorophylle assure la captation et la migration de l'énergie lumineuse, puis sa transformation en énergie chimique [19].

I.4. Propriétés des corps gras

I.4.1. Propriétés physiques

➤ Point de fusion

Le point de fusion des acides gras est d'autant plus élevé que la chaîne aliphatique est longue. La présence de doubles liaisons abaisse le point de fusion pour un même nombre de carbone [20].

➤ Point d'ébullition

Le point d'ébullition augmente avec l'augmentation de la longueur de la chaîne carbonée, les doubles liaisons influencent peu sur ce dernier [21]. Le point de fusion et le point d'ébullition de quelques acides gras sont donnés dans le Tableau 01 :

Tableau 01 : Point de fusion et point d'ébullition de quelques acides gras [21].

Symbole	Nom	Point de fusion (°C)	Point d'ébullition (°C)
C₁₄:0	Acide myristique	+53.9	127
C₁₆:0	Acide palmitique	+63.1	148
C₁₈:0	Acide stéarique	+69.6	166
C₁₈:1	Acide oléique	+13.4	165
C₁₈:2	Acide linoléique	-5.0	164
C₁₈:3	Acide linoléique	-11.0	163

➤ Densité

La densité des huiles végétales varie de 0,915 à 0,964 en général elle dépend de l'insaturation et de l'état d'oxydation des huiles [10].

➤ Viscosité

La viscosité des acides gras et des triglycérides est liée à leurs structures, à la longueur de la chaîne et à leur saturation. Elle augmente avec le poids moléculaire et diminue avec l'augmentation de l'insaturation. La viscosité des huiles est relativement très élevée [9].

➤ Solubilité

Les lipides sont insolubles dans l'eau et solubles dans les solvants organiques, propriétés employées pour l'extraction totale des huiles [22].

I.4.2. Propriétés chimiques

➤ Hydrolyse

L'hydrolyse des triglycérides libère un ou plusieurs acides gras, la réaction peut se faire en présence d'acide sulfurique ou par voie enzymatique. Elle se fait par rupture de la liaison ester des lipides donnant naissance à des acides gras libres, la figure 04 représente la réaction [23].

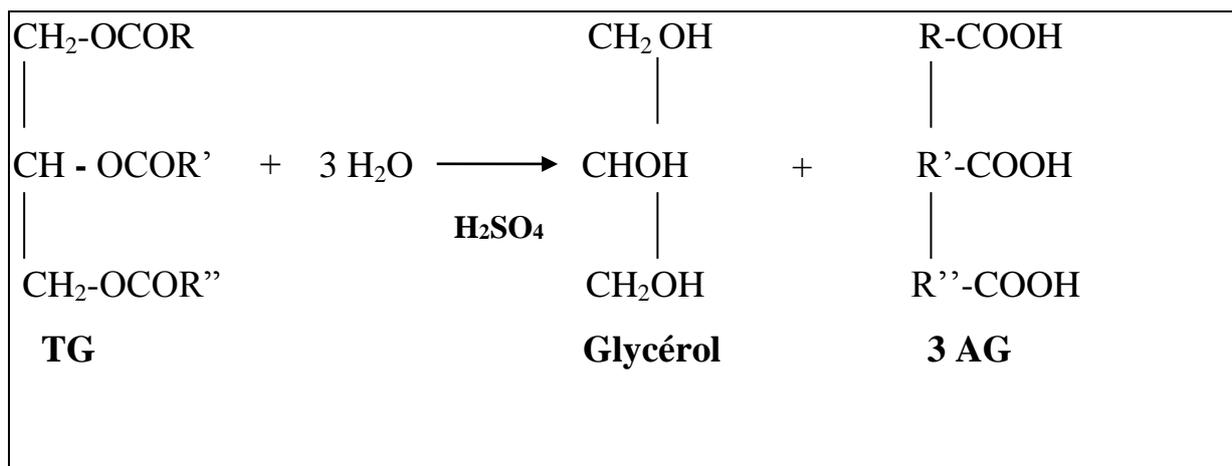


Figure 04 : Réaction d'hydrolyses des TG.

➤ **Saponification**

Elle permet de transformer en savon solubles (sodique ou potassique) la totalité des acides gras présents dans une matière grasse (figure 05) [24].

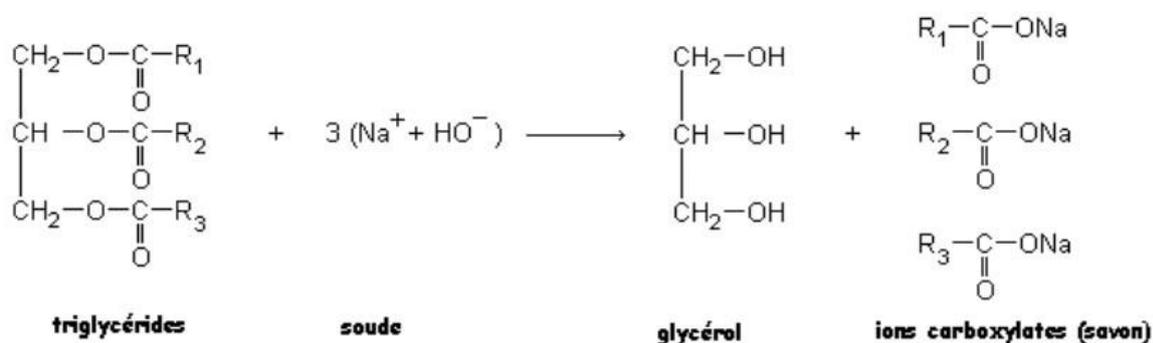


Figure 05 : Réaction de Saponification.

➤ **Estérification**

C'est la formation des esters à partir des acides carboxyliques et des alcools, l'estérification directe est une réaction équilibrée et catalysée par des acides protoniques forts [25] comme le montre la réaction suivante (figure 06) :

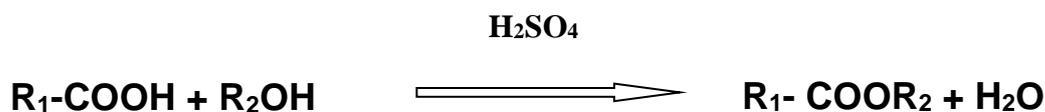


Figure 06 : Réaction d'estérification.

➤ **Oxydation**

L'oxydation des lipides est une cause majeure de la dégradation des aliments lors de la fabrication et de la conservation. Elle affecte les acides gras insaturés présents dans les huiles et les graisses, la conséquence de l'oxydation des lipides est l'apparition d'odeurs et de saveurs désagréables (rancissement) [26].

I.5. Rôles des lipides dans l'alimentation

Les corps gras forment l'un des composants principaux de la nourriture. Selon leur application, les lipides remplissent beaucoup de rôles dont les plus importants sont cités dans le tableau ci-dessous :

Tableau 02 : Rôles nutritionnel, sensoriel et technologique des lipides [27].

Nutritionnel	Fournisseur de calorie (37-38Kj /g). Véhicule de vitamines liposolubles : la vitamine A, D, E, et K. Source d'acide gras essentiel.
Sensoriel	Véhicule d'arômes liposolubles. Tendreté. Lubrifiant. Brillant.
Technologique	Moyen de transfert de la chaleur lors de la friture. Lubrification. Modification et contrôle de la viscosité. Barrière contre l'humidité, l'oxygène et les microbes. Agent structurant des aliments riches en graisses, comme la margarine et le beurre.

PARTIE II : MATIERE PREMIERE

Partie II : Matière première

II.1. Définition de l'huile de soja

L'huile de soja est fluide et d'une couleur jaune plus ou moins foncée suivant la nature des graines et les procédés d'extraction. Fraîche, 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 linoléique. Elle est recommandée pour les assaisonnements [28].

II.2. Origine de l'huile de Soja

II.2.1. La plante

La plante est d'origine asiatique, elle présente plus de 1200 variétés, elle a une hauteur de 20 à 180 cm [29], avec des feuilles larges et une tige poilue, à maturité elle produit des gousses de 2 à 3 graines [30]. Cette plante a la capacité de fixer l'azote atmosphérique grâce à ses nodosités (figure 07) [31].



Figure 07 : La plante de soja.

II.2.2. La graine

Les graines ont une forme sphérique à ovale (on a des graines sèches qui sont utilisées pour l'extraction de l'huile, et des graines fraîches pour la consommation comme légume) (figure 08) [32].



Graine fraîche



Graine séchée

Figure 08 : les graines de soja.

II.3. Composition de la graine de soja

Elle constitue une excellente source de protéines de haute valeur nutritive et d'acide aminés. Elle contient presque 20% en masse de lipides avec l'huile de soja et les phospholipides comme composants les plus importants, comme le montre le tableau 03.

Tableau 03 : Composition moyenne des graines de soja entières [33].

Composants	Graines entières Sèches (%)	Graines décortiquées (%)
Huile	18	20
Protéines	37	38
Cendres	5	5
Phospholipides	2	2
Humidité	11	9
Glucides	27	26

II.4. Composition de l'huile de soja

II.4.1. Composition en acides gras

La teneur en acides gras dans l'huile de soja est présentée dans le tableau 04.

Tableau 04 : Composition en acides gras de l'huile de soja [34].

Acide gras	Symbole	Pourcentage en poids (%)
Laurique	12 :0	4.5
Mirystique	14 :0	4.5
Palmitique	16 :0	11.6
Stéarique	18 :0	2.5
oléique	18 :1	21.1
Linoléique	18 :2	52.4
Linoléinique	18 :3	7.1

II.4.2. Autres constituants

L'huile de soja contient des constituants mineurs qui sont cités dans le tableau 05.

Tableau 05 : Constituants mineurs de l'huile de soja [35].

Nature	composé
Lipides	Phosphatides hydratables et non hydratables. Glycérides partiels. Acides gras libres.
Glucidique	Sucres libres et glycolipides.
Ions métalliques	Fer(Fe), cuivre(Cu), Calcium, Magnésium.
Pigments colorants	Caroténoïdes, chlorophylle et autres pigments.
Produit oxydés	Aldéhydes, cétones, peroxyde.
autres	Composés odorants Matières insaponifiables (hydrocarbones, alcools triterpéniques, stérols) Tocophérols.

II.5. L'extraction de l'huile brute de soja

Le soja a une faible teneur en huile (environ 20 %). L'extraction de cette dernière se fait alors par un solvant qui se mélange avec les flocons à contre-courant. Le solvant le plus utilisé est l'hexane en raison de sa basse température d'évaporation (63 à 69°C), sa stabilité élevée et le meilleur rendement d'extraction [36].

La phase de préparation des graines (nettoyage, décorticage, broyage et laminage) est la première étape de l'extraction [37], ainsi les flocons obtenus peuvent subir une hydrolyse enzymatique ou un chauffage pour faciliter l'opération. Après extraction de l'huile brute, l'hexane sera ensuite séparé par distillation et récupéré par condensation afin d'être réutilisé [38].

Les résidus d'extraction (tourteaux et farines) sont utilisés pour l'alimentation animale, tandis que l'huile brute destinée à l'alimentation humaine sera ensuite purifiée [39]. Le procédé d'extraction de l'huile brute de soja est schématisé dans la figure 09.

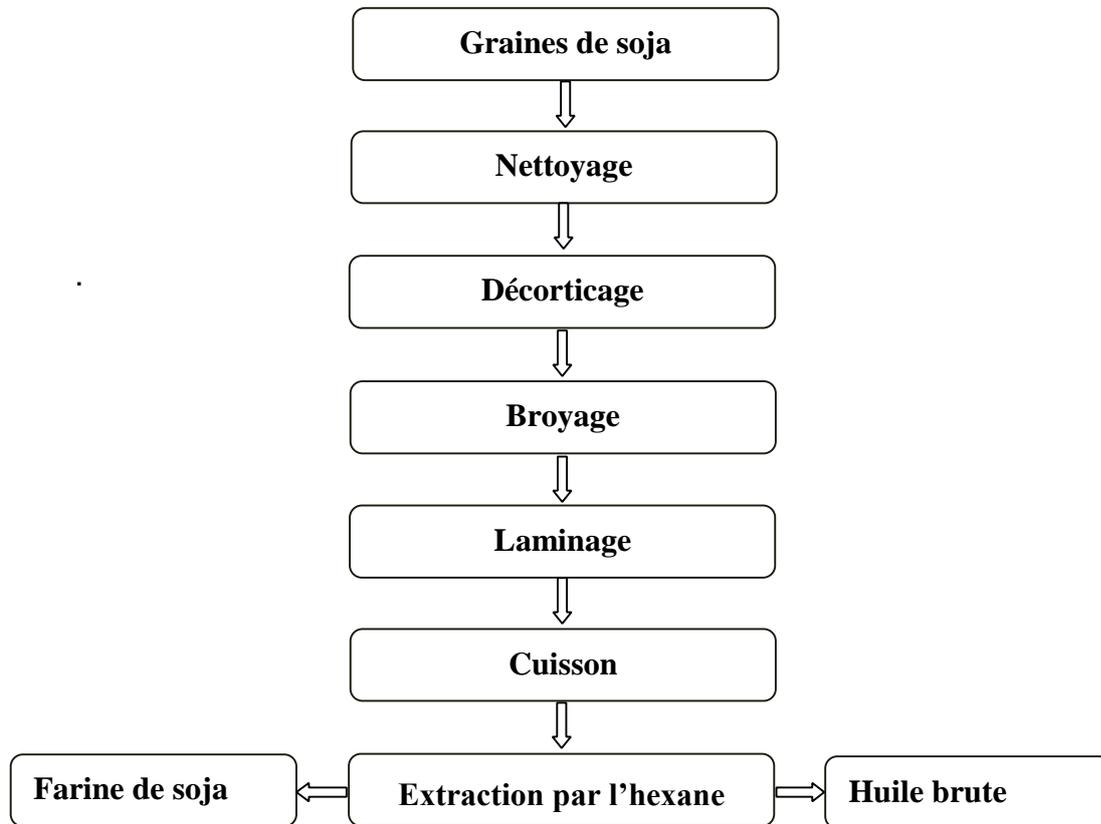


Figure 09 : Procédé d'extraction de l'huile brute de soja [40].

II.6. Les valeurs nutritionnelles de l'huile de soja

L'huile de soja est une huile 100 % végétale, riche en acides gras essentiels et pauvre en cholestérol. C'est une huile de table excellente par sa teneur en acide linoléique qui la rend fragile à la chaleur. C'est une bonne source de vitamines, elle est naturellement protégée à l'oxydation par la vitamine E qu'elle contient [41].

PARTIE III : RAFFINAGE DE L'HUILE

Partie III : Raffinage de l'huile de soja**III.1. Définition de raffinage**

Le raffinage permet d'améliorer les caractéristiques organoleptiques et la stabilité des corps gras alimentaires.

Il comprend une série d'opérations ayant pour objectif l'élimination des composés indésirables, responsables des goûts, des odeurs spécifiques des huiles brutes et de leur mauvaise conservation [41].

III.2. But du raffinage

Le raffinage a pour objectif d'éliminer les produits indésirables tels que :

- Les produits d'oxydation et de décomposition (les phospholipides, les métaux, les résidus d'herbicides et de pesticides, autres produits mineurs).
- Réduire le niveau de la couleur.
- Préserver le contenu en vitamines.
- Minimiser les pertes en triglycérides.
- Protéger les triglycérides de la dégradation au cours du processus [10].

Et pour avoir un produit d'un bon niveau de pureté et de stabilité.

III.3. Différentes types de raffinage

Il existe 3 grands types de raffinage :

- Le raffinage chimique
- Le raffinage physique
- Le raffinage enzymatique

Dans le raffinage chimique, les acides gras libres, la plupart des phospholipides et d'autres impuretés sont éliminés à l'étape de neutralisation avec des solutions de bases, le plus souvent de la soude (cas de l'huile de soja). Dans le raffinage physique, les AGL sont éliminés par distillation à température élevée. Dans le raffinage enzymatique c'est une nouvelle méthode qui utilise des enzymes pour transformer les phospholipides non hydratés et hydratés en lyso-phospholipides pouvant être éliminés par centrifugation [42].

III.4. Raffinage chimique d'huile soja

III.4.1. Démucilagination

C'est la première étape du procédé chimique dans laquelle les phospholipides non hydratables sont convertis en phospholipides hydratables (annexe VI), qui vont être éliminés dans la phase aqueuse, cette opération se fait sous l'action de l'acide phosphorique ou l'acide citrique à une température de 70°C [43].

III.4.2. Neutralisation

Lors de cette étape, les acides gras libres présents dans l'huile et qui risquent de donner un goût désagréable et d'accélérer l'oxydation de l'huile sont éliminés. La neutralisation s'effectue par addition de soude caustique qui transforme les acides gras libres en savons appelés communément pâte de neutralisation ou « soap-stocks ». Le savon qui est insoluble dans l'huile se dépose entraînant de nombreuses impuretés qui seront ensuite éliminées par centrifugation ou filtration [24]. La figure 10 nous présente les étapes de dégommage chimique et de la neutralisation.

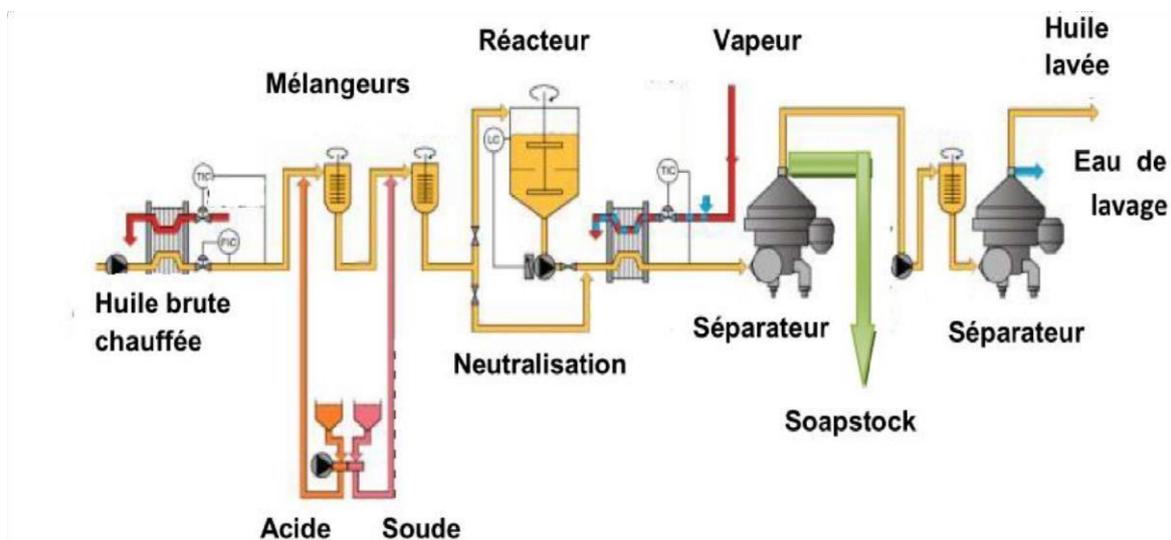


Figure 10 : Schéma du dégommage chimique et de la neutralisation.

III.4.3. Lavage

Cette opération consiste en l'élimination de substances alcalines ainsi que certains pigments colorés et les dernières traces de métaux présents dans l'huile après neutralisation. Le lavage est plus efficace lorsqu'il est effectué en deux fois : le premier avec une solution aqueuse de NaCl à 8-10% chauffée à la température de 95°C, le second avec de l'eau chaude à 80-85°C [44].

III.4.4. Séchage

L'huile lavée devient humide ce qui provoque une augmentation de l'acidité. Il est donc nécessaire de procéder au séchage. Cette opération se fait dans un sécheur sous vide à une température de 85° à 90°C [44].

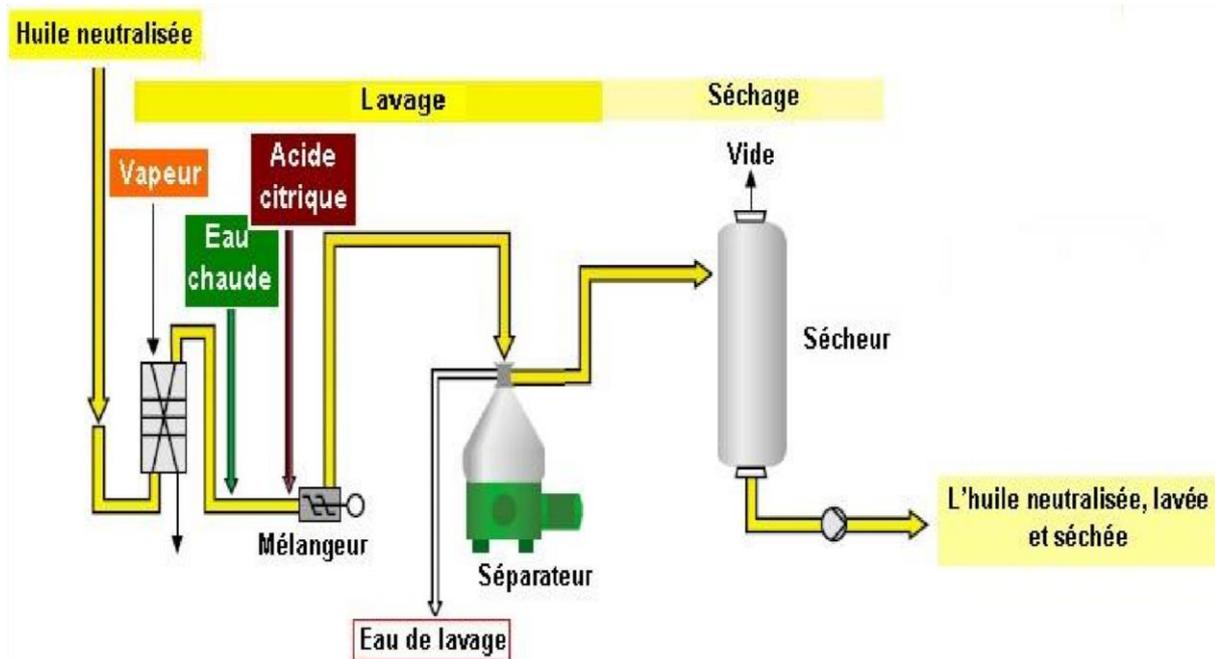


Figure 11 : Schéma de lavage et séchage.

III.4.5. Décoloration

Elle sert à éliminer les pigments colorés qui confèrent à l'huile une teinte plus au moins foncée et que la neutralisation n'a que partiellement détruits. Elle fait intervenir un phénomène chimique (oxydation, réduction) ou des méthodes physiques (agents adsorbants). Ces derniers sont généralement des terres décolorantes, charbons actifs, silices spécialisées ou une combinaison de substances [45].

III.4.6. Filtration

La séparation de l'huile décolorée de la terre usée s'effectue par filtration, les parois du filtre poreuses peuvent être constituées d'empilage (filtre à sable), de feutre (papier filtre), de tissage (filtre métallique) l'essentiel est qu'il existe dans la matière des pores de diamètre suffisant pour empêcher le passage des matières solides tout en permettant l'écoulement du liquide cette étape permet d'obtenir une huile limpide aux reflets brillants (figure 12) [46].

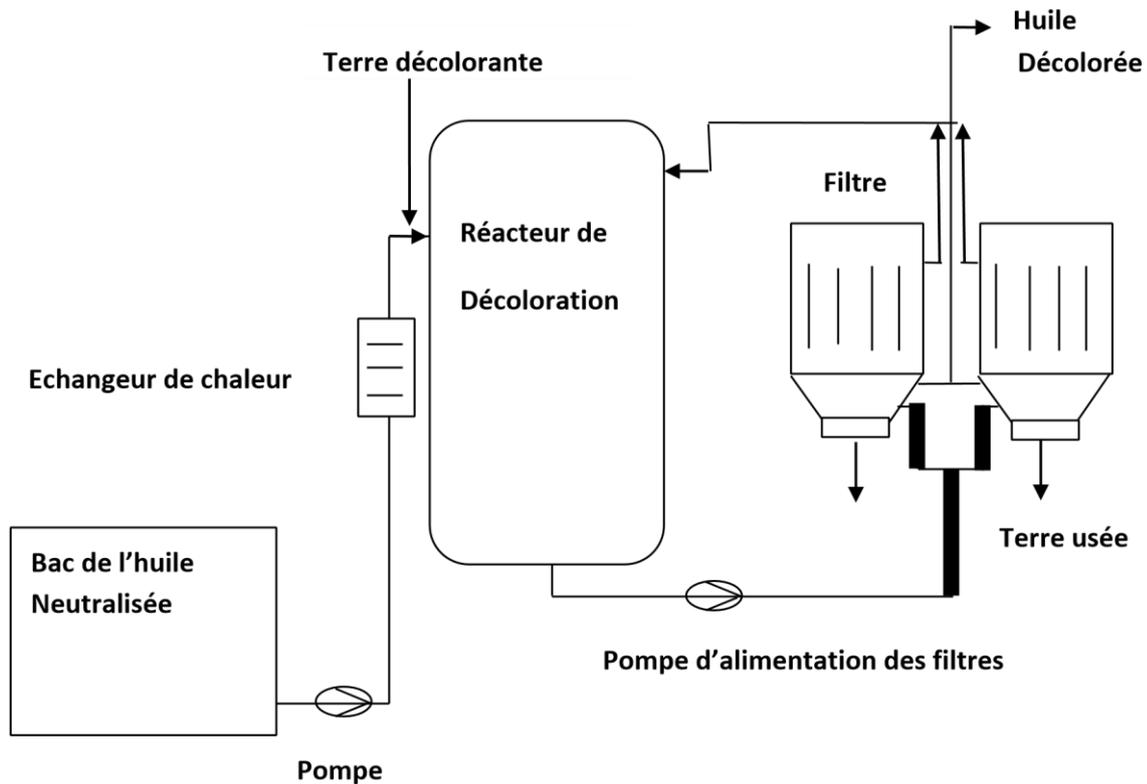


Figure 12 : Schéma de filtration et de décoloration.

III.4.7. Désodorisation

La désodorisation est l'élimination par distillation au moyen de vapeur d'eau, sous vide, des composants volatiles de saveurs indésirables, pigments et odeur persistants dans l'huile [47]. La désodorisation élimine les traces d'acides gras libres, les produits oxydés et réduit de manière importante les stérols et les tocophérols. Dans le cas du raffinage physique, la désodorisation est réalisée à des températures plus élevées de l'ordre de 260 – 280°C ce qui a pour conséquence l'abaissement de la teneur en tocophérols à des niveaux plus bas et la formation d'une quantité appréciable d'isomères transe à partir de l'acide linoléique. Par contre dans le raffinage chimique où la désodorisation est portée à 235- 240°C, la perte en tocophérols est acceptable [48].

Les études nutritionnelles montrent que la présence d'isomères trans d'acides gras dans l'huile raffinée augmente le risque de maladies cardiovasculaires (figure 13) [49]. L'addition d'acide citrique à raison de 100 ppm au niveau du désodoriseur, permet de compenser l'effet antioxydant d'une partie de tocophérols perdue durant le processus [50].

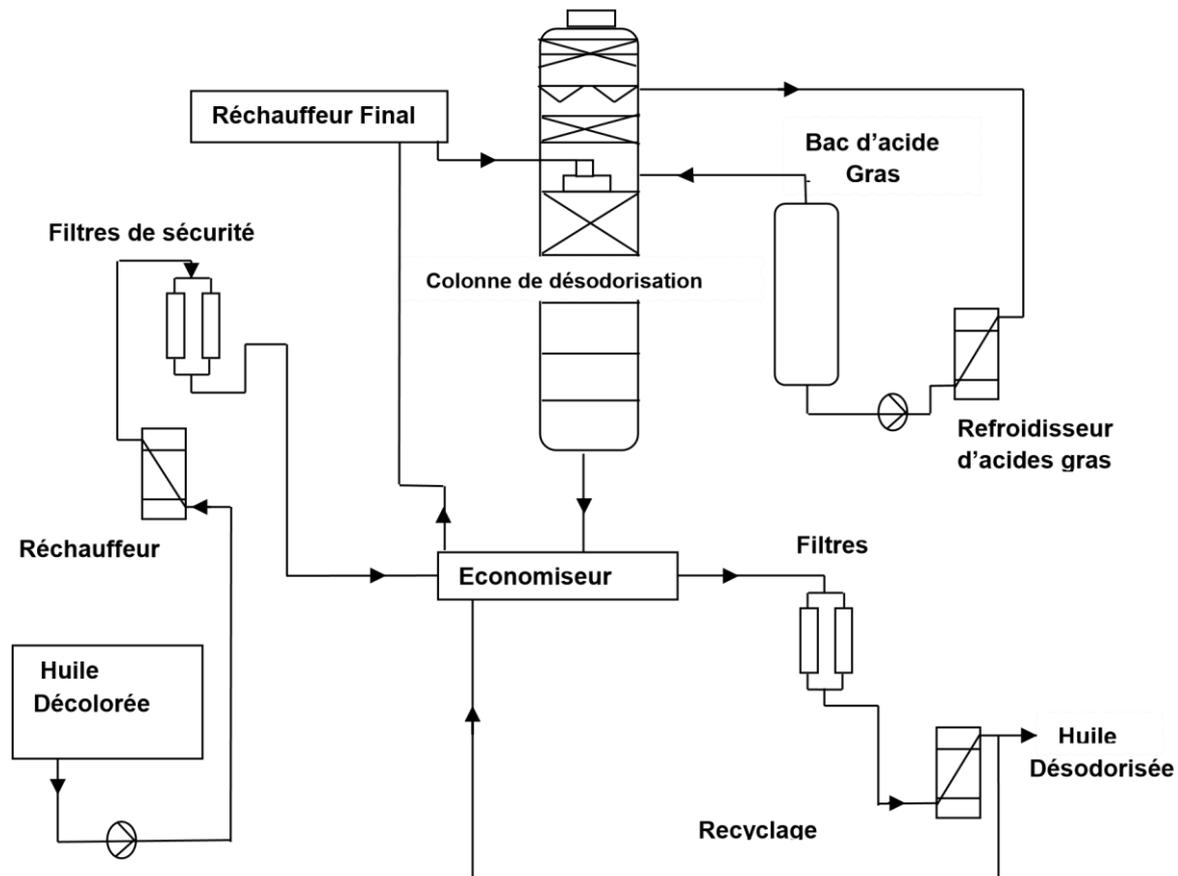


Figure 13 : Schéma de désodorisation.

III.4.8. Refroidissement

C'est une opération importante car elle conditionne la durée de conservation de l'huile en évitant son oxydation, il consiste de passer l'huile dans un économiseur pour baisser sa température avant le stockage.

III.4.9. Conditionnement

C'est la mise sous emballage des huiles pour assurer leur conservation et leur transfert depuis l'usine de fabrication jusqu'aux consommateurs [51].

Le conditionnement doit permettre une excellente conservation jusqu'au moment de l'emploi.

De plus, il doit être d'une inertie totale vis-à-vis de l'aliment [52].

Le complexe des corps gras «CEVITAL spa» conditionne les huiles dans des bouteilles en plastique de 1L et 2L et 5L. Les emballages plastiques les plus employés sont :

- Le polyéthylène haute densité (PEHD) ;
- Le polyéthylène basse densité (PEBD) ;
- Le polyéthylène téréphtalate (PET).

Ces matières plastiques réunissent les qualités suivantes :

- Etanchéité et imperméabilité ;
- Bonne résistance mécanique ;
- Non toxicité ;
- Non miscibilité des constituants de ces matières avec le produit (corps gras) à conserver [53].

III.5. Comparaison entre l'huile brute et raffinée

La composition de l'huile de soja brute et raffinée n'est pas la même par rapport à plusieurs constituants, comme le montre le tableau 06.

Tableau 06 : Composition moyenne de l'huile de soja brute et celle raffinée [54].

composé	Huile brute	Huile raffinée
Triglycérides (%)	95-97	99
Phosphatides (%)	1.5-2.5	0.003-0.045
Substances insaponifiables (%)	1.6	0.3
Stérols (%)	0.33	0.13
Tocophérols (%)	0.15-0.21	0.11-0.18
Hydrocarbure (squalène) (%)	0.014	0.01
Acide gras(%)	0.3-0.7	<0.05
Métaux	traces	traces
Fer (ppm)	1-3	0.3
Cuivre (ppm)	0.03-0.05	0.02-0.06

III.6. Avantage et inconvénients du raffinage

III.6.1. Avantages

- Il permet d'éliminer les résidus de pesticides pouvant être contenus dans les huiles brutes [42].
- Il élimine toutes les substances indésirables du point de vue stabilité de l'huile tel que : les traces métalliques, les savons les composés d'oxydation.
- Il permet d'éliminer les AGL par une étape de neutralisation à la soude NaOH et facilite la désacidification.
- Elimination des contaminations telles que les traces des solvants d'extraction (hexane).

III.6.2. Inconvénients

- Formation de nouveaux composés indésirables par hydrolyse, oxydation ou isomérisation [42].
- Perte d'huile par entrainement dans les pattes de neutralisation, dans les eaux de lavage et dans les terres décolorantes [53].
- Il pose des problèmes écologiques (pollution due aux produits chimiques et au traitement des eaux de lavage) [55].
- Consommation d'énergie plus importante, ainsi que les produits chimiques tels que la soude et l'acide citrique.

PARTIE PRATIQUE

CHAPITRE II : MATERIELS ET METHODES

PARTIE I : PRESENTATION DU COMPLEXE

Partie I : Présentation du complexe CEVITAL spa

I.1. Historique

«CEVITAL spa» est parmi les entreprises agroalimentaires qui ont vu le jour dès l'entrée de notre pays en économie de marché. Elle était créée par des fonds privés en 1999. Son complexe de production se situe au niveau du port de Bejaia et s'étend sur une superficie de 45000 m². «CEVITAL» est la première société privée industrielle des corps gras, elle présente plusieurs activités dont le principal est le raffinage des huiles. Elle utilise une technologie très avancée dans ce procédé.

I.2. Les différentes activités du complexe CEVITAL spa

Le tableau 07 montre les différentes activités de complexe CEVITAL spa.

Tableau 07 : Les différentes activités du complexe Cevital (CEVITAL spa, 2014)

Activités	Capacité de production
Raffinage des huiles	1.800 tonnes / jour
Raffinage de sucre	1.600 tonnes /jour
Production de margarines et d'huiles végétales	600 tonnes / jour
Fabrication d'emballage en P.E.T (Poly Ethylène Téréphtalate) et conditionnement	–
Epuration des eaux usées	–
Traitement des pâtes de la neutralisation	–

I.3. Laboratoire de la raffinerie

Il a pour tâche le suivi permanent du processus du raffinage par des analyses physico-chimiques.

I.4. Laboratoire de conditionnement

Il est destiné au contrôle Physico-chimique et Microbiologique de la matière première (huile brute) à son arrivé au port, des produits finis ainsi que les produits laitiers destinés à la margarine (crème, lait...).

I.5. Présentation de la Raffinerie

La capacité de production de la raffinerie est de 800T/j, pouvant passer après Extension à 1800T/J. Cette raffinerie est conçue pour traiter toutes les qualités d'huiles comestibles tell que le colza, le tournesol, l'olive, le soja...

La raffinerie est composée d'un laboratoire, une salle de commande et de 3 lignes de raffinage : ligne A, ligne B, ligne C.

I.6. Présentation de lieu de conditionnement

Il est disposé de 4 chaînes de conditionnement qui sont :

- deux chaînes pour 5L
- une chaîne pour 2L
- une chaîne pour 1L

I.7. Différentes huiles brutes raffinées

Les différentes huiles brutes traitées par CEVITAL spa sont :

Les huiles fluides : Nécessitent un raffinage physique et chimique (soja, tournesol, colza, maïs).

Les huiles hydrogénées : Subissent uniquement un raffinage physique :

HBO : Hydrogenbeanoil (huile de soja hydrogénée).

HPO : Hydrogen palm oil (huile de palme hydrogénée).

CPO : Crude palm oil (huile brute de palme).

ODF : Oléine doublement fractionnée.

STEARINE : huile destinée à la margarine.

I.8. Quelques huiles produites par CEVITAL spa

FLEURIAL : 100% tournesol commercialisé depuis août 1999.

SOYA : 100% soja commercialisé depuis septembre 1999.

CANOLA : 100% colza commercialisé depuis fin septembre 1999.

OLEOL 2 : 60% tournesol et 40% soja.

OLIVIA : 100% huile d'olive raffiné.

Elio : 100% Soja.

Canda : 100% colza.

I.9. Organigramme du complexe CEVITAL spa

Le complexe CEVITAL spa est composé de différentes directions et services à savoir ;

- Direction général
- Direction Exploitations
- Direction HSE
- Direction Ressources Humaines
- Direction Finances & Comptabilité
- Direction Système information
- Direction Marketing
- Direction Commerciale
- Direction Stratégie et Planification
- Direction Approvisionnement
- Direction Logistique
- Direction Transi

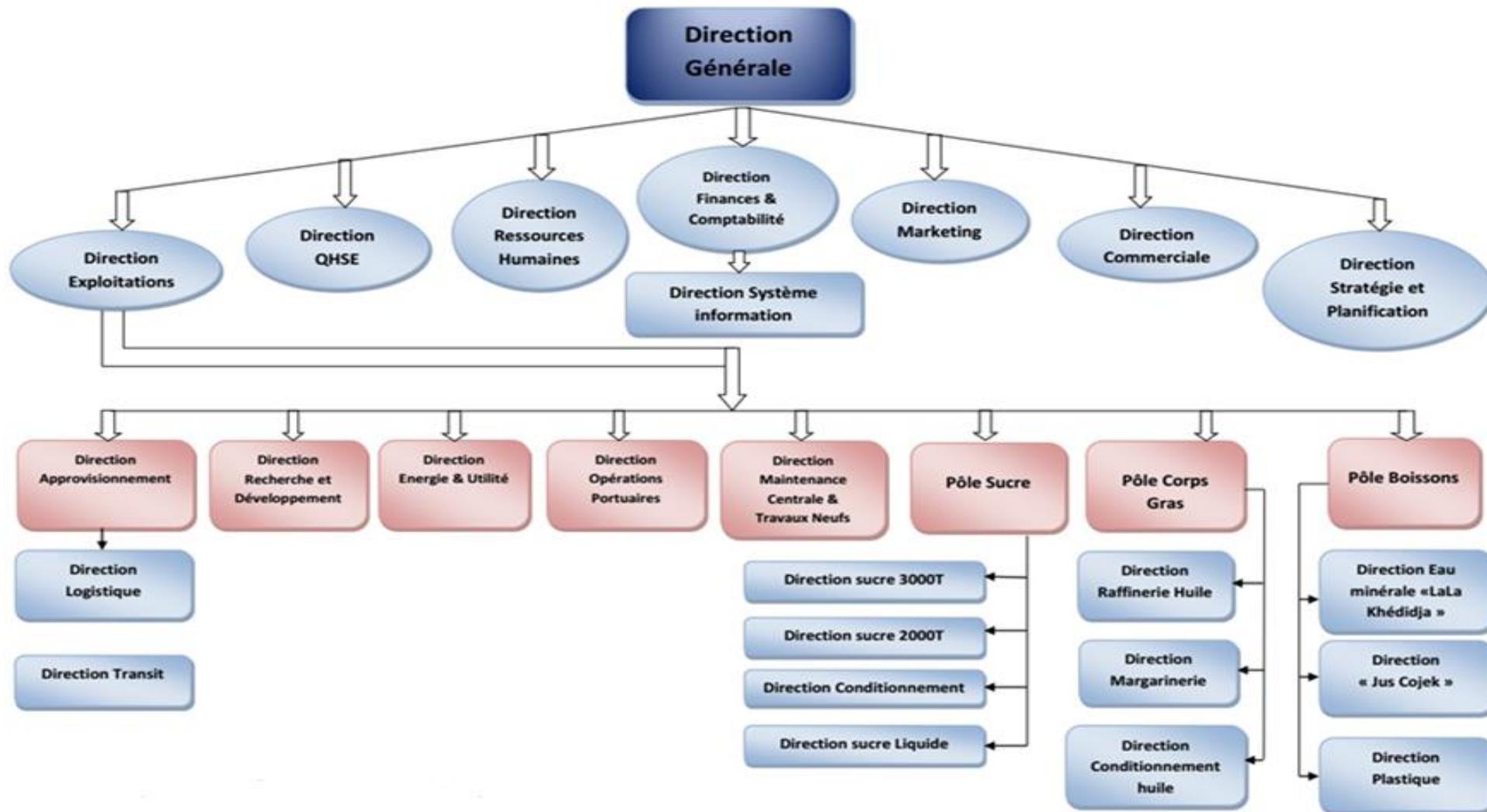


Figure 14 : les différentes directions du complexe CEVITAL spa.

PARTIE II : ANALYSES PHYSICO- CHIMIQUE

Partie II : Méthodes d'analyses physico-chimiques

L'ensemble du travail consiste à faire quelques analyses physiques et chimiques aux cours des différentes étapes du raffinage pour le procédé chimique.

II.1. Echantillonnage

Les échantillons ont été prélevés à la raffinerie d'huiles, pendant les différentes étapes du raffinage chimique,

Trois (03) échantillons représentatifs ont été prélevés pour chaque analyse sur une ligne de raffinage « 1000 tonnes/jours ».

Le tableau 08 illustre le type des échantillons, les points de prélèvement ainsi que les analyses effectuées.

Les différents échantillons représentatifs prélevés sont :

- L'huile brute
- L'huile dégommée (mélangeur, séparateur)
- L'huile séchée
- L'huile décolorée
- L'huile désodorisée
- L'huile conditionnée

Tableau 08 : les points de prélèvements et les analyses physico-chimiques effectuées sur l'huile de soja.

échantillon	Points de prélèvement	Analyse
Huile brute	Sortie de la pompe (P1)	Acidité, indice de peroxyde, humidité, phosphore, densité, indice de réfraction, chlorophylles, couleur
Huile au niveau de mélangeur 2 (M2)	Sortie de mélangeur	Acidité, les traces de savon
Huile lavée	Sortie de séparateur (S ₁ , S ₂ , S ₃)	L'acidité, les traces de savon
Huile séchée	Sortie du sécheur	trace de savon, l'humidité
Huile décolorée	Sortie de décoloration	Acidité, phosphore, humidité, impureté, la couleur, la chlorophylle, indice de peroxyde, trace de savon
Huile désodorisée	Sortie de désodorisation	Acidité, humidité, impureté, indice de peroxyde, couleur, trace de savon, les phosphores, odeur et saveur, aspect.
conditionnée	Stock	Acidité, couleur, indice de peroxyde, humidité, impuretés, trace de savon, aspect, gout, odeur.

II.2. Analyses effectuées

II.2.1. Analyse physiques

II.2.1.1. Détermination de la densité (ISO.6883.2007)

La densité relative d'une huile à 20°C est le quotient de la masse dans l'atmosphère d'un certain volume de cette huile à une température donnée (en °C) par la masse du même volume d'eau à 20°C.

➤ Principe

Les huiles fortement acides ont une densité inférieure à celle des huiles neutres correspondantes, aussi les acides gras ont une densité inférieure à celle de leurs glycérides.

➤ Mode opératoire

Mettre 200 ml d'huile à analyser dans une éprouvette de 250 ml, tremper le densimètre et attendre qu'il se stabilise et lire la valeur sur le densimètre.

➤ Expression des résultats

$$\text{Densité à } 20^{\circ}\text{C} = D_{T_2} = D_{T_1} + 0,00069(T_1 - T_2)$$

D'où

D_{T_2} : la densité à une température T_2 qui est égale à 20°C ;

D_{T_1} : la densité lue directement sur le densimètre à une température T_1 ;

T_1 : Température lue sur le thermomètre ;

T_2 : Température à 20°C.

II.2.1.2. Détermination de l'humidité (ISO 662, 1998)

➤ Définition

C'est la perte en masse qu'un échantillon d'huile subira après un chauffage à 103°C exprimée en pourcentage en masse.

➤ Principe

Chauffage d'une prise d'essai à 103± 2°C jusqu'à l'élimination complète de l'eau et des matières volatiles et détermination de la perte en masse.

➤ Mode opératoire

- On prend une prise d'essai de 10g de l'huile à analyser ;
- On sèche dans une étuve pendant une heure à une température de 103°C±2

- On refroidit dans un dessiccateur ;
- On pèse le poids de cette huile.

➤ **Expression des résultats**

$$H (\%) = [(P_1 - P_2) / M] \times 100$$

H : Humidité (%) ;

P₁ : Poids du bêcher avec l'huile avant étuvage (g) ;

P₂ : Poids de bêcher après étuvage (g) ;

M : Masse de la prise d'essai (10g).

II.2.1.3. Détermination de la couleur (ISO 15305.1998)

La mesure de la couleur de l'huile se fait par l'utilisation d'un (colorimètre Lovibond) qui est composé de deux séries de verres de couleur jaune et rouge.



Figure 15 : photo de Lovibond.

➤ **Principe**

Il consiste à comparer la couleur de la lumière transmise à travers l'huile dans une cuve à face parallèle, à la lumière provenant toujours de la même source transmise à travers des lames colorées standardisées. A l'aide d'une monoculaire les verres et l'échantillon sont éclairés par la réflexion sur un bloc de carbonate de magnésium d'une lampe de 6W.

➤ **Mode opératoire**

Verser l'échantillon à analyser dans une cellule de (5 pouces et 1/4 pour l'huile raffinée et 1 pouce pour l'huile brute), suivi de la détermine de la couleur au colorimètre, en faisant la comparaison avec les lames de la couleur standard. Les valeurs de la couleur sont données comme suit : XJ et YR.

X, Y : les valeurs déterminées par l'appareil (Lovibond).

J : La couleur jaune.

R : La couleur rouge.

II.2.1.4. Détermination des impuretés (ISO 663,2007)

Ce sont des substances autres que l'eau et les solvants, ne correspondent pas aux glycérides, aux acide gras et aux insaponifiables constituant des huiles, ce sont des matières insolubles dans l'eau mais solubles dans les solvants organique tel que l'hexane.

➤ Principe

Il consiste à traiter le produit par un excès de solvant puis filtrer la solution et laver les résidus avec le même solvant (hexane), ensuite sécher à 103°C plus au moins 2°C jusqu'à une masse constante.

➤ Mode opératoire

Peser à 0,001g près 20g d'huile dans une fiole de 250 ml additionnée de 200 ml d'hexane, boucher la fiole, agiter, laisser porter à 20°C pendant 30 min à 1 heure, à la fin sécher à une température de 103°C plus au moins 2°C et refroidir dans un dessiccateur. Peser le papier filtre et placer le dans un entonnoir, verser le contenu de la fiole et laver le filtre avec 50 ml d'hexane jusqu'à ce qu'il soit exempt de corps gras, après l'égouttage, le filtre est mis à l'étuve jusqu'à séchage puis peser.

➤ Expression des résultats

$$\text{Impureté(\%)} = [(M_1 - M_0)/P] \times 100$$

P : masse en gramme de la prise d'essai ;

M₀ : masse en gramme du filtre séché ;

M₁ : masse en gramme du filtre et d'impuretés.

II.2.1.5. Détermination d'indice de réfraction (ISO 6320,2000)

On entend par indice de réfraction d'une substance le rapport entre la vitesse d'une lumière de longueur d'onde déterminée dans l'air et la vitesse de cette même lumière dans cette substance.

➤ Principe

Mesurer à 40°C à l'aide d'un réfractomètre approprié l'indice de réfraction de la matière grasse.



Figure 16 : photo de réfractomètre.

➤ Mode opératoire

Filtrer sur papier filtre une quantité d'huile à analyser disposer quelques gouttes entre prisme d'un réfractomètre de façon à remplir complètement l'espace entre ces prismes, attendre quelques minutes pour permettre à la matière grasse d'atteindre la température des prismes. Effectuer la mesure.

➤ Expression des résultats

$$N_D^{T'} = N_D^T + 0,00035 (T - T')$$

D'où :

T' : température 40°C ;

T : température de l'échantillon pendant l'analyse ;

$N_D^{T'}$: indice de réfraction à la température T' ;

N_D^T : indice de réfraction à la température T ;

0,00035 : la variation de l'indice de réfraction des triglycérides par degré au voisinage de 40°C.

II.2.2. Analyse chimiques

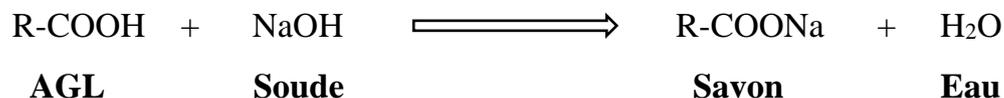
II.2.2.1. Détermination de l'acidité (ISO 660, 1996)

➤ Définition

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 :



➤ 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 10g d'huile, chauffer le mélange pendant une minute afin d'améliorer la réaction, titrer par une solution du NaOH à 0.1N jusqu'à avoir une coloration rose persistante.

➤ Expression des résultats

$$\text{Acidité \%} = (\text{M} \times \text{N} \times \text{V}) / (\text{p} \times 10)$$

Avec :

A% : L'acidité d'huile en %.

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

N : la normalité du NaOH (0.1N).

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

P : La masse de la prise d'essai en g.

II.2.2.2. Détermination des chlorophylles (AOCS, 1989)

Cette méthode est applicable aux brutes, mais pas aux produits finis (désodorisés).



Figure 17 : photo de spectrophotomètre UV-visible.

➤ Mode opératoire

Remplir la cuve d'huile chauffée à analyser 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 la relation suivante :

$$\text{Chlorophylle (ppm)} = [A_{670} - (A_{630} + A_{710})/2] / 0.0964 L$$

A : L'absorbance à la longueur d'onde indiquée.

L : La longueur de la cuve en centimètre.

II.2.2.3. Détermination des Traces de savon (A.O.C.S méthode off 1.2-365,1989)

C'est la teneur en oléate de sodium dans l'huile, qui est soluble dans l'acétone avec 3 à 4 % d'eau exprimée en partie par million (ppm) ; elle est déterminée pour apprécier l'efficacité des séparateurs.

➤ Principe

On procède à une séparation d'huile à analyser en deux fractions une supérieure dite légère (RCOONa) et une inférieure qui est l'huile.

➤ Mode opératoire

- Préparer dans une éprouvette graduée 48,5ml d'acétone, compléter jusqu'à 50ml avec de l'eau distillée.
- Verser la solution dans un ballon à fond plat puis ajouter 1 à 2 gouttes de bleu de bromothymol. La solution obtenue doit être de couleur jaune, dans le cas où elle est bleu il faut titrer avec HCL acétonique à 0.01 N jusqu'à obtention d'une coloration jaune.
- Ajouter 10g d'huile, agiter et verser la solution dans une ampoule à décanter.
- Après séparation des deux phases, récupérer la phase supérieure qui sera colorée en bleu en présence de savon.
- Titrer avec la solution de HCL acétonique (0.01N) jusqu'à apparition d'une couleur jaune et noter le volume de la chute de la burette.

➤ Expression des résultats

$$\text{Traces de savons (ppm)} = (N.M.chu.b) / 10 \times P$$

Tel que :

N : Normalité de HCl cétonique = 0,01N.

M : Masse molaire de l'acétate de sodium = 281+23 = 304g/mol.

Chu.b : Volume de HCL acétonique en ml (chute de la burette).

P : Poids de la prise d'essai en gramme.

II.2.2.4. Détermination d'Indice de peroxyde (ISO 3960, 2007)

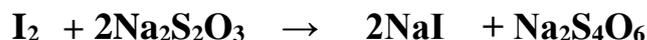
➤ Définition

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 un traitement d'une quantité d'huile en solution dans l'acide acétique et le chloroforme par une solution titrée de thiosulfate de sodium.

- L'iode libéré est titré par le thiosulfate de sodium



➤ Mode opératoire

Mettre 5g d'huile dans un Erlenmeyer, ajouter 12ml de chloroforme plus 18ml 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 75ml 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.

L'indice de peroxydes s'exprime en milliéquivalents d'oxygènes actif par kilogrammes d'échantillon.

➤ Expression des résultats

$$I_p \text{ (még } \text{O}_2 \text{ / kg)} = [\text{N} \times (\text{V}_1 - \text{V}_0) \times 1000] / \text{P}$$

I_p : Indice de peroxyde exprimé en milliéquivalent gramme par kilogramme.

V₀ : Volume en ml de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilisé pour l'essai à blanc.

V₁ : Volume en ml de Na₂S₂O₃ (0.1N) utilisé pour l'essai avec l'échantillon

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

N : Normalité de la solution de Na₂S₂O₃ utilisée (0.01N).

II.2.2.5. Détermination de Phosphore (AOCS Ca 12-55ca12-55 réapprouvée en 1989 Corrigée en 1992)

➤ **Définition et principe**

Chauffer l'huile démulcinée avec l'oxyde de zinc et la filtrer pour éliminer la matière organique, ensuite utiliser l'eau distillée et HCl concentré, et porter à l'ébullition afin d'éliminer toute matière non phosphatidique puis neutraliser l'acidité du milieu avec KOH. Pour permettre au spectrophotomètre de détecter la teneur en phosphatide,

➤ **Mode opératoire**

Peser 3g d'huile dans une capsule, ajouter 0,5g d'oxyde de zinc chauffer dans un four à moufle (600°C) pendant 2 heures, après refroidissement ajouter 5ml de HCl concentré plus 5ml d'eau distillée, chauffer jusqu'à ébullition puis laisser refroidir, filtrer la solution dans une fiole de 100ml, neutraliser ensuite par une solution de KOH 50 %, il y'aura formation d'un précipité, ajouter quelques millilitre d'HCl concentré jusqu'à obtention d'une solution limpide, et amener à 100ml par l'eau distillée. Mettre au bain marie bouillant pendant 15mn, laisser refroidir, faire un essai à blanc exactement dans les mêmes conditions, lire l'absorption à 650nm.

➤ **Courbe d'étalonnage** (voir annexe V).

Etablir la courbe d'étalonnage de la teneur en phosphore à l'aide d'une solution mère (1,0967g de KOH dans 250ml d'eau distillée, cette solution comprend 1mg de phosphore par ml) à partir de cette solution on prélève 5ml dans une fiole de 500ml qu'on ajuste avec l'eau distillée pour avoir la première dilution, cette solution est à 0,01 mg de phosphore par ml.

➤ **Préparation de la solution standard**

Pipeter 1, 2, 4, 6, 8, 10 ml de la première dilution dans des fioles de 50ml, ajouter 8ml de sulfate d'hydrazine et 2ml de molybdate de sodium, amener à 50ml avec de l'eau distillée. Mettre au bain marie bouillant pendant 15mn, laissé refroidir, lire l'absorption à 600nm et tracer la courbe.

➤ **Expression des résultats**

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

$$\text{Phosphore (\%)} = [10 \times (A - B)] / W \times V.$$

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

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

W : quantité de la prise d'essai.

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

II.2.3.Détermination des pertes d'huile (A.O.C .S ,1989)

II.2.3.1.Dans les eaux de lavage

➤ Définition

Les pertes d'huile sont des quantités d'huiles entraînées par les eaux de lavage après neutralisation.

➤ Mode opératoire

Verser un volume d'eau de lavage dans une éprouvette de 100ml, ajouter quelques gouttes d'acide sulfurique (H₂SO₄) qui favorise la séparation des deux phases et casse les émulsions, puis lire les volumes de chaque phase.

➤ Expression des résultats

Les pertes d'huile dans les eaux de lavage sont données par la formule suivante :

$$\text{Pertes en MG (\%)} = [V_{MG} / V_{Total}] * 100$$

Pertes en MG(%) : Pertes en matière grasse en pourcentage ;

D'où :

V_{MG} : Volume en ml de matière grasse.

V_{Total} : Volume en ml d'eau de lavage (100 ml).

Le pourcentage de matière grasse dans l'eau ne doit pas dépasser les 5 %.

II.2.3.2.Dans les pâtes de neutralisation

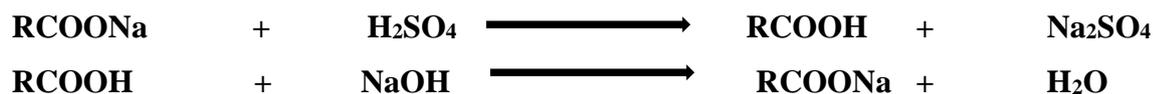
➤ Définition

Ce sont des pertes causées par les entraînements d'huiles dans les pâtes de neutralisation qui sont formées par le contacte de la soude avec l'huile brute.

➤ Principe

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 étaient nulles, les acides gras formés devraient avoir une acidité de près de 100% (la phase grasse surnageant contient aussi des phospholipides et de l'huile neutre entraînée).

Reaction de BERTHOLLET:



➤ Mode opératoire

Peser 100g de pâte, additionner de 200ml d'eau distillée chaude dans un bécher, chauffer et agiter jusqu'à décomposition complète de la pâte. Ajouter quelques gouttes de méthyle orange et 20ml d'acide sulfurique (H_2SO_4) à 20% en excès jusqu'à apparition d'une couleur rouge. Verser le mélange dans une ampoule à décanter pour séparer la phase organique (huile acide) de la phase aqueuse, puis récupérer la phase légère et lavée à plusieurs reprises avec de l'eau chaude salée jusqu'à apparition d'une phase claire (élimination de H_2SO_4 et du méthyle orange). Remplir deux tubes par la phase légère et centrifugés pendant 5 minutes, peser 10g de l'huile acide récupérée puis ajouter l'alcool et quelques gouttes de phénolphtaléine. Ensuite chauffer le mélange puis titrer avec NaOH à 1N.

➤ Expression des résultats

Les pertes d'huile dans les pâtes de neutralisation sont données par la formule suivante :

$$\text{Perte à la neutralisation} = \text{Ce} \cdot \text{Acidité neutralisée}$$

Ce : Coefficient d'entraînement = 100/ Acidité des pâtes.

$$\text{Acidité des pâtes} = (\text{N} \cdot \text{V} \cdot 282) / 10 \cdot \text{P}$$

D'où

N : Normalité de NaOH (1N).

V : Volume dépensé pour le titrage.

P : Prise d'essai en (g).

$$\text{Acidité de la pâte neutralisée} = \text{A}_B - \text{A}_L$$

A_B : Acidité de l'huile brute ;

A_L : Acidité de l'huile lavée.

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS

1. L'huile brute

Les résultats d'analyses physico-chimiques effectués sur l'huile brute de soja utilisée et la comparaison de ces valeurs obtenues avec les normes, sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau 09 : Résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile brute de Soja.

Échantillons Analyses	E1	E2	E3	Moyenne	Norme
Acidité en %	1.22	1.19	1.18	1.19	02 max
Indice de peroxyde (még O ₂ /Kg)	2.5	4.2	3.8	3.5	15 max
Humidité en %	0.22	0.20	0.18	0.2	<0.5
Couleur	J 70.0 R 3.7	J 70.0 R 4.5	J 70.0 R 3.2	J 70.0 R 3.8	J 50 R 10
Phosphore en ppm	126	165	158	149	200
Chlorophylle en ppm	7.93	8.0	8.24	8.05	09
Indice de réfraction à 40°C	1.466	1.465	1.466	1.465	1.467-1.470
Densité	0.916	0.920	0.919	0.918	0.918-0.923

Les résultats des analyses effectuées sur l'huile brute sont conformes aux normes de l'ISO et A.O.C.S (huile conforme au raffinage), ce qui explique le bon déroulement des traitements effectués sur les graines, l'opération d'extraction et de stockage de l'huile brute.

2. L'huile neutralisée

Le but de cette étape est de séparer l'huile de la soude et autre produits chimiques. Les résultats des analyses effectuées sur l'huile neutralisée sont illustrés dans le tableau suivant :

Tableau10 : Résultats d'analyses de l'huile démulcinée (neutralisée) (M2).

Échantillons Analyses	E1	E2	E3	Moyenne	Norme
Acidité en %	0.06	0.07	0.2	0.11	0.03 à 0.08
Trace de savon en ppm	788	656	808	750	1000

- Une diminution remarquable de l'acidité de 1.19% (huile brute) à 0.11%, cela explique la neutralisation des acides gras libre par la soude. Mais cette acidité est supérieure à la norme, car la neutralisation n'est pas complète et ceci pour éviter le risque d'une saponification parasite.
- L'apparition des savons dans cette étape est due à la réaction de la soude avec les acides gras libre.

3. L'huile lavée

Le but du lavage est d'éliminer les traces de savon et de la soude résultant de la neutralisation.

Tableau 11 : Résultats d'analyses de l'huile lavée.

Échantillons Analyses	E ₁	E ₂	E ₃	Moyenne	Norme
Acidité en %	0.08	0.06	0.05	0.06	0.1
Trace de savon en ppm	54	67	60	60	70

D'après les résultats de l'analyse, l'acidité et les trace de savon ont diminué après lavage et elles sont conformes aux normes, ce qui explique le bon déroulement.

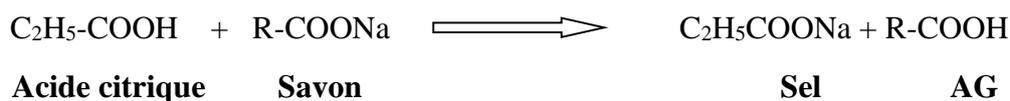
4. L'huile séchée

Le but du séchage est d'éliminer si c'est possible toute trace d'humidité.

Tableau 12 : Résultats d'analyses de l'huile séchée.

Échantillons Analyses	E ₁	E ₂	E ₃	Moyenne	Norme
Trace de savon en ppm	41	43	38	40	50
Humidité en %	0.02	0.01	0.01	0.01	<0.05

- D'après les résultats des analyses de l'huile séchée, les caractéristiques de cette dernière sont conformes aux normes de l'entreprise.
- Une faible quantité de trace de savon est due à l'ajout de l'acide citrique qui transforme les traces de savon en sel selon la réaction :



- La diminution de l'humidité de 0.2% (huile brute) à 0.01%, cela est due au séchage.

5. L'huile décolorée

Le but de la décoloration est d'éliminer les pigments colorés est cela par introduction d'une terre décolorante. Mais l'application pratique de cette opération sur le terrain industriel, nous montre d'autres effets sur certaines propriétés de l'huile traitée, les résultats de l'analyse effectuée sur l'huile décolorée sont présentés dans le tableau ci-dessous :

Tableau 13 : Résultats d'analyses de l'huile décolorée.

Échantillons Analyses	E ₁	E ₂	E ₃	Moyenne	Norme
Acidité en %	0.22	0.16	0.2	0.19	0.2
Phosphore en ppm	2	1.75	1.6	1.78	<2 max
Trace de savon en ppm	0	0	0	0	0
Couleur	J 10.5 R 1.1	J 11.1 R 1.0	J 10.8 R 1.3	J 10.8 R1.13	J 15 R 1.5
Humidité en %	0	0	0	0	0
Impureté en %	0	0	0	0	0
Chlorophylle en ppm	0.02	0.02	0.04	0.02	<0.08max

- Une légère augmentation de l'acidité 0.06% (huile lavée) à 0.19% (huile décolorée) ; due à la présence des acide gras libérés par la terre décolorante.
- Une diminution importante de phosphore 149 ppm (huile brute) à 1.78 ppm (huile décolorée), causée par l'opération de séchage qui suit le lavage dans le but de ne pas désactiver la terre décolorante.
- Disparition des traces de savon est due à l'ajout de l'acide citrique (avant la décoloration) et cela pour éviter l'inhibition de la terre décolorante et le colmatage des filtres.

- La diminution de la couleur est due à l'action de la terre décolorante, qui adsorbe les pigments colorés.
- L'absence de l'humidité peut s'expliquer par le fait qu'elle est retenue par la terre décolorante et le reste est évaporé à 105°C.
- L'élimination totale des impuretés dans l'huile décolorée est liée au bon déroulement de la filtration.
- Diminution remarquable de la chlorophylle de 08 ppm (huile brute) à 0.02 ppm (huile décolorée), cela est due à d'une part à une à l'action de la soude qui détruit une partie de la chlorophylle (étape de neutralisation) et d'autre part au phénomène d'adsorption par la terre décolorante.

6. L'huile désodorisée

Le but de cette étape est d'éliminer les odeurs et la matière volatile par distillation sous vide à une température élevée.

Si les contrôles recommandés aux stades précédents ont été effectués correctement et si les l'étape de désodorisation se déroule dans des conditions normales, il y'a peu de chance pour que l'huile présente un défaut à la sortie du désodoriseur. L'appréciation de la qualité physico-chimique, de notre huile traitée est notée dans le tableau ci-dessous :

Tableau14 : Résultats d'analyses de l'huile désodorisée.

Échantillons Analyses	E₁	E₂	E₃	Moyenne	Norme
Acidité en %	0.06	0.04	0.08	0.06	0.08
Phosphore en ppm	0	0	0	0	0.00
Trace de savon en ppm	0.00	0.00	0.00	0.00	0
couleur	J 5.2 R 0.4	J 5.3 R 0.5	J 5.5 R 0.5	J 5.3 R 0.5	J 12 R 1.2
Indice de peroxyde (meq O₂/kg de MG)	0.00	0.00	0.00	0.00	1 max
Humidité en %L	0			0	0
Gout et odeur	Bon				caractéristique
Aspect	Bon				Bon
Impureté	0	0	0	0	Néant

- La diminution de l'acidité est due à la volatilisation des acides gras libres (restants au cours de la neutralisation) sous l'effet de la température (230° à 250°C) et du vide (2 à 3 mbar).
- Elimination total de phosphore sous l'effet de la température 245°C.
- Diminution de la couleur à cause de la décomposition des pigments colorés sous l'effet de la température et leur décomposition donne naissance à des substances volatiles qui seront par la suite aspiré par le vide de la colonne de la désodorisation.
- Absence de l'humidité car l'eau est éliminée par l'effet de la température élevée (245° à 250°C).
- L'aspect de l'huile est clair, ce qui témoigne le bon déroulement de cette étape.

7. Les pertes en huiles

7.1. Analyse des eaux de lavage :

Les pertes se fait ou les huiles sont entrainées par les eaux de lavage ; qui seront séchées afin de récupérer les matières grasses.

Les résultats des pertes d'huile dans les eaux de lavage sont mentionnés dans le tableau suivant :

Tableau 15 : Détermination des pertes d'huile dans les eaux lavée :

Échantillon	E₁	E₂	E₃	Moyenne	Norme
Analyse					
Eaux de lavage %	0.25	0.3	0.20	0.25	<5

Les pertes d'huiles entrainées dans les eaux de lavage sont négligeables (0,25%) ce qui met en valeur l'efficacité du traitement dans le lavage.

7.2. Analyses de la pâte de neutralisation

Ces pertes en l'huile sont dues aux méthodes utilisées lors du raffinage, ou on perd de l'huile lors : De la neutralisation ou la pâte entraine les huiles, qui seront ensuite décomposées. Les résultats des pertes en huiles dans les pâtes de la neutralisation sont mentionnés dans le tableau suivant:

Tableau 16 : Détermination des pertes d'huiles dans la pâte neutralisée.

Echantillons	Acidité de l'huile brute (%)	Acidité de l'huile lavée (%)	Acidité des pâtes (%)	Acidité neutralisée (%)	CE (%)	Perte de l'huile (%)
E ₁	1.19	0.06	40	1.13	2.5	-
E ₂	1.22	0.08	38	1.14	2.63	
E ₃	1.18	0.05	37	1.13	2.70	
Moyenne	1.19	0.06	38	1.13	2.61	1.43
Norme	2 max	0.1	-	-	-	5 max

Les résultats des analyses effectuées sur les pâtes de neutralisation montrent que la perte d'huile est minime (conforme à la norme), cette perte est inévitable lors de la séparation. Plus l'acidité dans les pâtes de neutralisation est élevée, moins il y a de pertes en huile.

8. L'huile conditionnée

Après la désodorisation, les huiles vont passer directement vers l'atelier de conditionnement et la mise en bouteille du produit fini.

Les résultats de l'analyse effectuée sur l'huile conditionnée sont présentés dans le tableau ci-dessous :

Tableau 17 : Résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile conditionnée.

Paramètres	Moyenne	Normes
Acidité %	0.09	0.15
Indice de peroxyde (meq/Kg)	0.1	10 max
Humidité	0.02	0.2
Couleur (J-R)	J=6 R=0.9	J=16 R=2
Impuretés %	0.00	Néant
Trace de savon en ppm	0.00	0.005
Aspect	Limpide	Limpide
Gout	Spécifique	Spécifique
Odeur	Bon	Bon

D'après ces résultats, nous constatons que l'huile finie obtenue, reprend aux normes de l'entreprise, en terme de qualité physico-chimique et cela pour la totalité des caractéristiques étudiées, avec une légère augmentation de l'indice de peroxyde par rapport à l'huile désodorisée, qui est due au contact de l'huile avec l'oxygène dans les bacs de stockage et les circuits de remplissage, mais cette valeur reste dans la norme.

Les résultats obtenus sur l'huile finie, conditionnée sont identiques à ceux obtenus sur l'huile désodorisée.

1. L'huile brute

Les résultats d'analyses physico-chimiques effectués sur l'huile brute de soja utilisée et la comparaison de ces valeurs obtenues avec les normes, sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau 09 : Résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile brute de Soja.

Échantillons Analyses	E1	E2	E3	Moyenne	Norme
Acidité en %	1.22	1.19	1.18	1.19	02 max
Indice de peroxyde (még O ₂ /Kg)	2.5	4.2	3.8	3.5	15 max
Humidité en %	0.22	0.20	0.18	0.2	<0.5
Couleur	J 70.0 R 3.7	J 70.0 R 4.5	J 70.0 R 3.2	J 70.0 R 3.8	J 50 R 10
Phosphore en ppm	126	165	158	149	200
Chlorophylle en ppm	7.93	8.0	8.24	8.05	09
Indice de réfraction à 40°C	1.466	1.465	1.466	1.465	1.467-1.470
Densité	0.916	0.920	0.919	0.918	0.918-0.923

Les résultats des analyses effectuées sur l'huile brute sont conformes aux normes de l'ISO et A.O.C.S (huile conforme au raffinage), ce qui explique le bon déroulement des traitements effectués sur les graines, l'opération d'extraction et de stockage de l'huile brute.

2. L'huile neutralisée

Le but de cette étape est de séparer l'huile de la soude et autre produits chimiques. Les résultats des analyses effectuées sur l'huile neutralisée sont illustrés dans le tableau suivant :

Tableau10 : Résultats d'analyses de l'huile démulcinée (neutralisée) (M2).

Échantillons Analyses	E1	E2	E3	Moyenne	Norme
Acidité en %	0.06	0.07	0.2	0.11	0.03 à 0.08
Trace de savon en ppm	788	656	808	750	1000

- Une diminution remarquable de l'acidité de 1.19% (huile brute) à 0.11%, cela explique la neutralisation des acides gras libre par la soude. Mais cette acidité est supérieure à la norme, car la neutralisation n'est pas complète et ceci pour éviter le risque d'une saponification parasite.
- L'apparition des savons dans cette étape est due à la réaction de la soude avec les acides gras libre.

3. L'huile lavée

Le but du lavage est d'éliminer les traces de savon et de la soude résultant de la neutralisation.

Tableau 11 : Résultats d'analyses de l'huile lavée.

Échantillons Analyses	E ₁	E ₂	E ₃	Moyenne	Norme
Acidité en %	0.08	0.06	0.05	0.06	0.1
Trace de savon en ppm	54	67	60	60	70

D'après les résultats de l'analyse, l'acidité et les trace de savon ont diminué après lavage et elles sont conformes aux normes, ce qui explique le bon déroulement.

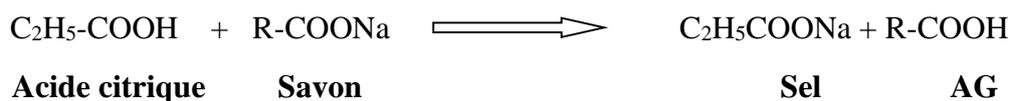
4. L'huile séchée

Le but du séchage est d'éliminer si c'est possible toute trace d'humidité.

Tableau 12 : Résultats d'analyses de l'huile séchée.

Échantillons Analyses	E ₁	E ₂	E ₃	Moyenne	Norme
Trace de savon en ppm	41	43	38	40	50
Humidité en %	0.02	0.01	0.01	0.01	<0.05

- D'après les résultats des analyses de l'huile séchée, les caractéristiques de cette dernière sont conformes aux normes de l'entreprise.
- Une faible quantité de trace de savon est due à l'ajout de l'acide citrique qui transforme les traces de savon en sel selon la réaction :



- La diminution de l'humidité de 0.2% (huile brute) à 0.01%, cela est due au séchage.

5. L'huile décolorée

Le but de la décoloration est d'éliminer les pigments colorés est cela par introduction d'une terre décolorante. Mais l'application pratique de cette opération sur le terrain industriel, nous montre d'autres effets sur certaines propriétés de l'huile traitée, les résultats de l'analyse effectuée sur l'huile décolorée sont présentés dans le tableau ci-dessous :

Tableau 13 : Résultats d'analyses de l'huile décolorée.

Échantillons Analyses	E ₁	E ₂	E ₃	Moyenne	Norme
Acidité en %	0.22	0.16	0.2	0.19	0.2
Phosphore en ppm	2	1.75	1.6	1.78	<2 max
Trace de savon en ppm	0	0	0	0	0
Couleur	J 10.5 R 1.1	J 11.1 R 1.0	J 10.8 R 1.3	J 10.8 R1.13	J 15 R 1.5
Humidité en %	0	0	0	0	0
Impureté en %	0	0	0	0	0
Chlorophylle en ppm	0.02	0.02	0.04	0.02	<0.08max

- Une légère augmentation de l'acidité 0.06% (huile lavée) à 0.19% (huile décolorée) ; due à la présence des acide gras libérés par la terre décolorante.
- Une diminution importante de phosphore 149 ppm (huile brute) à 1.78 ppm (huile décolorée), causée par l'opération de séchage qui suit le lavage dans le but de ne pas désactiver la terre décolorante.
- Disparition des traces de savon est due à l'ajout de l'acide citrique (avant la décoloration) et cela pour éviter l'inhibition de la terre décolorante et le colmatage des filtres.

- La diminution de la couleur est due à l'action de la terre décolorante, qui adsorbe les pigments colorés.
- L'absence de l'humidité peut s'expliquer par le fait qu'elle est retenue par la terre décolorante et le reste est évaporé à 105°C.
- L'élimination totale des impuretés dans l'huile décolorée est liée au bon déroulement de la filtration.
- Diminution remarquable de la chlorophylle de 08 ppm (huile brute) à 0.02 ppm (huile décolorée), cela est due à d'une part à une à l'action de la soude qui détruit une partie de la chlorophylle (étape de neutralisation) et d'autre part au phénomène d'adsorption par la terre décolorante.

6. L'huile désodorisée

Le but de cette étape est d'éliminer les odeurs et la matière volatile par distillation sous vide à une température élevée.

Si les contrôles recommandés aux stades précédents ont été effectués correctement et si les l'étape de désodorisation se déroule dans des conditions normales, il y'a peu de chance pour que l'huile présente un défaut à la sortie du désodoriseur. L'appréciation de la qualité physico-chimique, de notre huile traitée est notée dans le tableau ci-dessous :

Tableau14 : Résultats d'analyses de l'huile désodorisée.

Échantillons Analyses	E₁	E₂	E₃	Moyenne	Norme
Acidité en %	0.06	0.04	0.08	0.06	0.08
Phosphore en ppm	0	0	0	0	0.00
Trace de savon en ppm	0.00	0.00	0.00	0.00	0
couleur	J 5.2 R 0.4	J 5.3 R 0.5	J 5.5 R 0.5	J 5.3 R 0.5	J 12 R 1.2
Indice de peroxyde (meq O₂/kg de MG)	0.00	0.00	0.00	0.00	1 max
Humidité en %L	0			0	0
Gout et odeur	Bon				caractéristique
Aspect	Bon				Bon
Impureté	0	0	0	0	Néant

- La diminution de l'acidité est due à la volatilisation des acides gras libres (restants au cours de la neutralisation) sous l'effet de la température (230° à 250°C) et du vide (2 à 3 mbar).
- Elimination total de phosphore sous l'effet de la température 245°C.
- Diminution de la couleur à cause de la décomposition des pigments colorés sous l'effet de la température et leur décomposition donne naissance à des substances volatiles qui seront par la suite aspiré par le vide de la colonne de la désodorisation.
- Absence de l'humidité car l'eau est éliminée par l'effet de la température élevée (245° à 250°C).
- L'aspect de l'huile est clair, ce qui témoigne le bon déroulement de cette étape.

7. Les pertes en huiles

7.1. Analyse des eaux de lavage :

Les pertes se fait ou les huiles sont entrainées par les eaux de lavage ; qui seront séchées afin de récupérer les matières grasses.

Les résultats des pertes d'huile dans les eaux de lavage sont mentionnés dans le tableau suivant :

Tableau 15 : Détermination des pertes d'huile dans les eaux lavée :

Échantillon	E₁	E₂	E₃	Moyenne	Norme
Analyse					
Eaux de lavage %	0.25	0.3	0.20	0.25	<5

Les pertes d'huiles entrainées dans les eaux de lavage sont négligeables (0,25%) ce qui met en valeur l'efficacité du traitement dans le lavage.

7.2. Analyses de la pâte de neutralisation

Ces pertes en l'huile sont dues aux méthodes utilisées lors du raffinage, ou on perd de l'huile lors : De la neutralisation ou la pâte entraine les huiles, qui seront ensuite décomposées. Les résultats des pertes en huiles dans les pâtes de la neutralisation sont mentionnés dans le tableau suivant:

Tableau 16 : Détermination des pertes d'huiles dans la pâte neutralisée.

Echantillons	Acidité de l'huile brute (%)	Acidité de l'huile lavée (%)	Acidité des pâtes (%)	Acidité neutralisée (%)	CE (%)	Perte de l'huile (%)
E ₁	1.19	0.06	40	1.13	2.5	-
E ₂	1.22	0.08	38	1.14	2.63	
E ₃	1.18	0.05	37	1.13	2.70	
Moyenne	1.19	0.06	38	1.13	2.61	1.43
Norme	2 max	0.1	-	-	-	5 max

Les résultats des analyses effectuées sur les pâtes de neutralisation montrent que la perte d'huile est minime (conforme à la norme), cette perte est inévitable lors de la séparation. Plus l'acidité dans les pâtes de neutralisation est élevée, moins il y a de pertes en huile.

8. L'huile conditionnée

Après la désodorisation, les huiles vont passer directement vers l'atelier de conditionnement et la mise en bouteille du produit fini.

Les résultats de l'analyse effectuée sur l'huile conditionnée sont présentés dans le tableau ci-dessous :

Tableau 17 : Résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile conditionnée.

Paramètres	Moyenne	Normes
Acidité %	0.09	0.15
Indice de peroxyde (meq/Kg)	0.1	10 max
Humidité	0.02	0.2
Couleur (J-R)	J=6 R=0.9	J=16 R=2
Impuretés %	0.00	Néant
Trace de savon en ppm	0.00	0.005
Aspect	Limpide	Limpide
Gout	Spécifique	Spécifique
Odeur	Bon	Bon

D'après ces résultats, nous constatons que l'huile finie obtenue, reprend aux normes de l'entreprise, en terme de qualité physico-chimique et cela pour la totalité des caractéristiques étudiées, avec une légère augmentation de l'indice de peroxyde par rapport à l'huile désodorisée, qui est due au contact de l'huile avec l'oxygène dans les bacs de stockage et les circuits de remplissage, mais cette valeur reste dans la norme.

Les résultats obtenus sur l'huile finie, conditionnée sont identiques à ceux obtenus sur l'huile désodorisée.

CONCLUSION

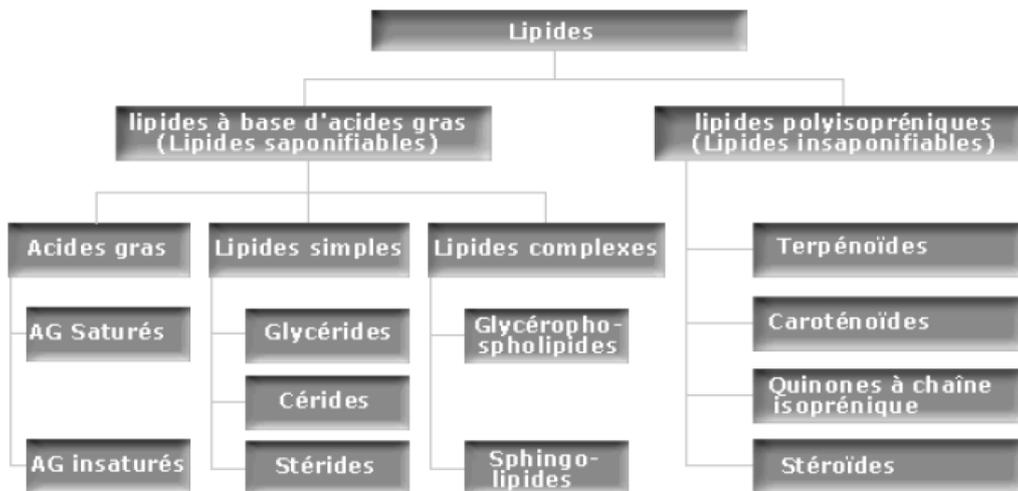
Conclusion

Durant le stage pratique effectué au niveau du complexe «**CEVITAL spa**» de Bejaïa, nous avons eu l'occasion d'assister et de voir les différentes étapes de raffinage de l'huile brute, ainsi que les analyses physico-chimiques de l'huile de Soja de l'état brute à l'état raffiné.

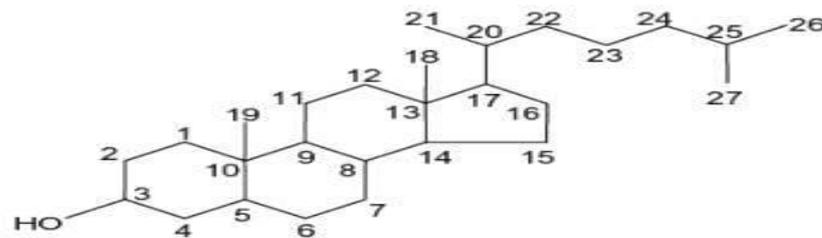
Les résultats des analyses effectuées montrent que l'unité, produit une huile raffinée de bonne qualité et conforme aux normes. Cette conformité témoigne d'un raffinage effectué dans les meilleures conditions par l'unité, ainsi qu'au contrôle régulier qui s'effectue au niveau du laboratoire, et nous a montré l'importance de ces analyses pour mieux gérer le bon déroulement des étapes du raffinage et de faire en sorte qu'il n'y est pas des pertes importantes en huiles.

Ce stage effectué au sein du complexe «**CEVITAL spa**» nous a permis d'acquérir et d'approfondir les connaissances théoriques et pratiques dans le domaine de la technologie des corps gras et leurs process de fabrication et de transformation, mais aussi de prendre connaissance à l'échelle industrielle, des traitements obligatoires et indispensables que subissent les huiles avant leur consommation.

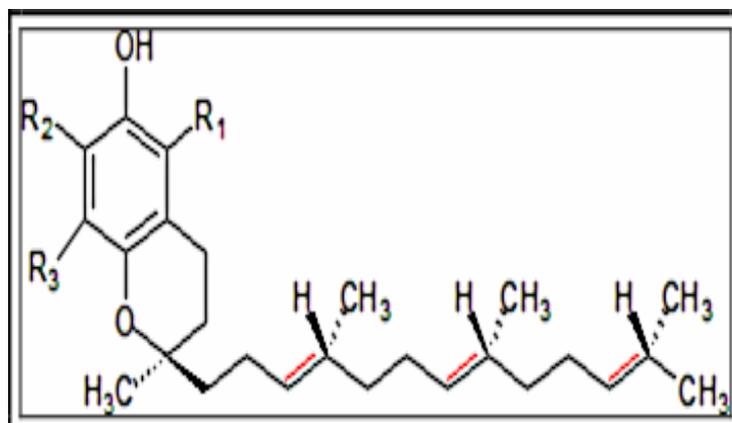
ANNEXES



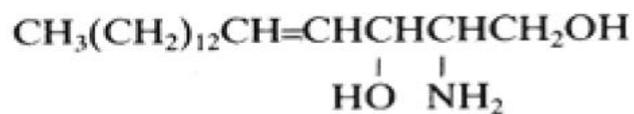
Annexe I : Classification des lipides.



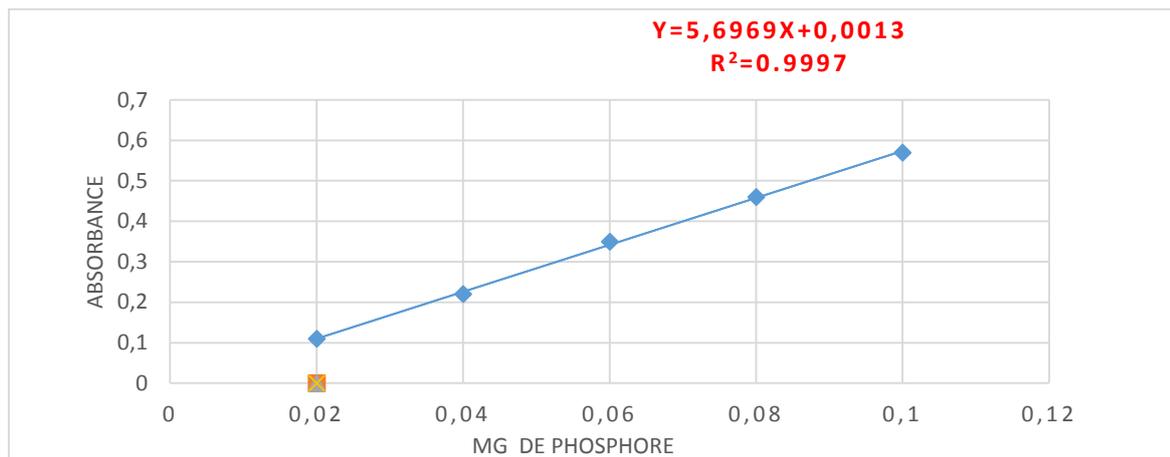
Annexe II : Structure d'un stérol.



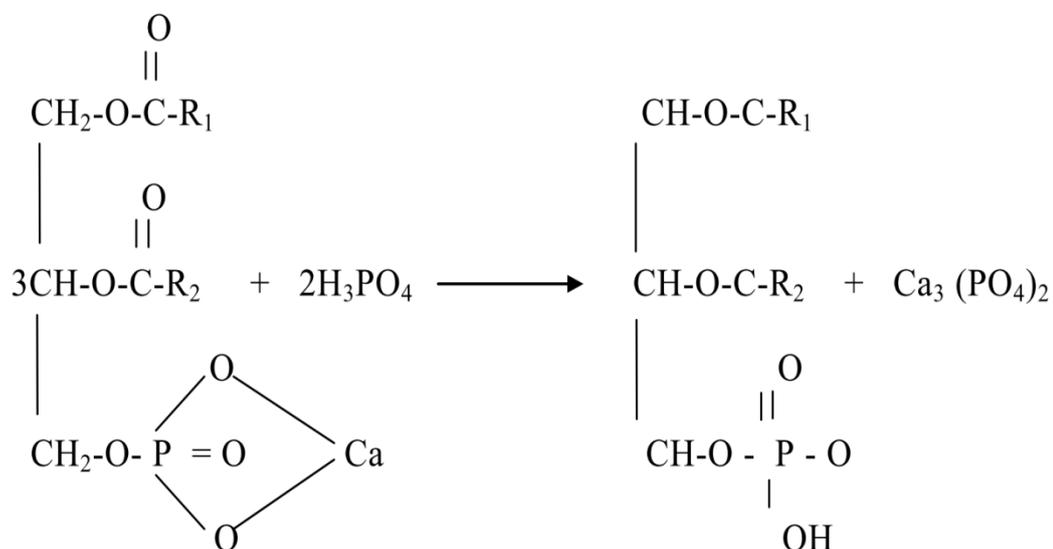
Annexe III : Structure de la vitamine E.



Annexe IV : Structure de la sphingosine.



Annexe V : Courbe d'étalonnage du phosphore.



Annexe VI : Réaction des phospholipides non hydratables avec l'acide phosphorique.

Matériels	Réactifs
Ampoule à décanter. Burettes graduées. Balance analytique. Béchers. Ballon à fond plat. Calorimètre Lovibond. Capsule. Centrifugeuse. Dessiccateur. Densimètre. Erlenmeyer. Etuve réglée. Epruvettes graduées. Flacons. Four à moufle. Fioles jaugées. Plaque chauffante. Papier filtre. Pipettes. Réfractomètre. Réfrigérant ascendant. Spectrophotomètre UV.	C₃H₆O : Acétone. C₂H₅OH : Alcool Ethylique à 96%. C₂H₅-COOH : Acide acétique. HCl : Acide chlorhydrique à 0.01N et 0.5N. H₂SO₄ : Acide sulfurique. CHCl₃ : Chloroforme. C₆H₁₄ : Hexane. KI : Iodure de potassium. ZnO : Oxyde de zinc. NaOH : Soude à 0.1N et 1N. (C₂H₄OH)₂ : La phénolphtaléine. Na₂S₂O₃ : thiosulfate de sodium à 0.01N et 0.1N. C₆H₁₂ : Benzène. N₂H₆SO₄ : Sulfate d'hydrazine. Na₂MoO₄ : Molybdate de sodium. CH₃COONa : Acétate de sodium. C₂₇H₂₈Br₂O₅S : Bleu de bromothymol.

Annexe VI : Matériels et réactifs.

Analyses	Acidité (%)	Phosphore en ppm	Impureté en %	Humidité en %	Chlorophylle en ppm	Trace de savon en ppm	Indice de peroxyde en meq O ₂ /kg de MG	Couleur
Huile brute	2 max	200	-	<0.5	09 max	-	15 max	-
Huile neutralisée	0.03 à 0.08	-	-	-	-	1000	-	-
Huile lavée	0.1	5	-	-	-	70	-	-
Huile sachée	-	5	-	<0.05 max	-	50	-	-
Huile décolorée	0.2	<2	-	-	<0.05 max	0	1	J 15 R 1.5
Huile désodorisée	0.08	0	0	0	0	0	1	J 12 R 1.2

Annexe VII : Norme adoptée par CEVITAL spa.

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

Références Bibliographiques

- [1] **Cossut J. Defrenne B. Desmedt S et al. (2002).** Les corps gras entre tradition et modernité. Institut agroalimentaire de Lille, 9-26 P.
- [2] **FAOSTAT, Bilans.** Alimentaire (ancienne méthodologie et population) : Production quantité groupes de produits : huile de soja sur FAO. Org (consulté le 6 mars 2017), (1961-2013).
- [3] **Frénot et Vierling. (2001). Frenot, M. et Vierling, E. (2001).** Biochimie des aliments. Diététique du sujet bien portant. Science des aliments. 2^{ème} Ed. Doin. Pp : 79-102.
- [4] **J.F.Platon.** Raffinage de l'huile de soja, americanSoybean Association U.S.A, (1988).
- [5] **CHOUKRI A., KINANY M.A., GIBON V., TIRTIAUX A. and JAMIL S. 2001.** Improved Oil Treatment Conditions for Soft Degumming. JAOCS. Vol. 78 : P 1157.
- [6] **PERCHERON F., PERLES R., FOGLIETTI M.J. et MASSON. 1981.** Abrégé de biochimie générale : Chromoprotéines-glucides-glycoprotéines lipides-oxydations biologiques. Interrelations métaboliques. Tome 2.éd. Lavoisier, Paris : P141.
- [7] **POISSON J.P. et NARCE M. 2003.** Corps gras alimentaires : aspect chimiques, biochimiques et nutritionnels .In « Lipides et corps gras alimentaires ». Tec ET Doc. Éd. Lavoisier, Paris : P 1-2-17-36.
- [8] **COUET C. 1998.** Les lipides : P60.
- [9] **Kesous. (1987).**Biochimie structurale : les lipides. Ed : OPE Alger. 1983. P 1994, L'huile de soja.
- [10] **François. (1974).**les industries des corps gras : biochimie-extraction raffinage-nuisances et réglementions. Paris : Lavoisier : p431.ISBN 2-88020007-5.
- [11] **HEBERT E.** Biochimie cours ET exercices. Ed : méral. Deug PCEM. 1982. P 63-65. ISBN : 2-86602-00-0.
- [12] **Noudet, M (1992).**Manuel des corps gras, tome 1, Lavoisier, **Paris** : Dunod, 2003 PP : 61-71.ISBN 210 0038 273. FOP /08/07/2016.
- [13] **STRYER L. BERG J.M. et TYMOCZKO J.L. 2003.** Lipides et membranes cellulaires. In «Biochimie». Éd 5, Paris : P322.

Références Bibliographiques

- [14] **SOULIER J. et FARINES M.1992.** Principaux constituants chimiques des corps gras. In « Manuel des corps gras ». Tome 1.Tec et Doc. Lavoisier, Paris : P95.
- [15] **VOET D. et VOET J. G. 2005.** Lipides et membranes. In « Biochimie ». éd. 2. Paris : P 382.
- [16] **SANDMANN G, BISHOP N.I. and SENGER H. 1997.** The caroténoid deficient mutant, C-GE of *scenedesmus obliquus* is bloked at the site of phytoene synthase. In «physiologia plantarum». Vol. 99. Denmark : P391.
- [17] **HELLER R., ESNAULT R. et LANCE C. 1998.** Physiologie végétale. Nutrition. Éd. 6. Dunod, Paris : P 299-301.
- [18] **FOLLY P. 2000.** Catabolisme de la chlorophylle b : structure, mécanismes et synthèse. Institut de chimie organique, thèse. Doc. Science naturel. n°1287. Suisse : P 7.
- [19] **GUIGNARD J.L. 2000 :** Bases de l'autotrophie végétale .In «Biochimie végétale». Éd. 2. Dunod, Paris : P 8.
- [20] **HENNEN, G. (2006) :** Biochimie, édition : Dunod, Paris : p. 135.
- [21] **[21] MARLEN, F ETELISABETH, V. (2001).** Biochimie des aliments, édition : Doin, p .79.
- [22] **Graille jean. (2003).** les corps gras alimentaires : aspects chimiques, biochimiques et nutritionnelles. In : les lipides et corps gras alimentaires. Paris : Lavoisier, 2003. 2p (collection sciences & techniques agroalimentaires). ISBN 2-7430-0594-7.
- [23] **DENIS. (1992).** Denis J. Les lipides. In : Raffinage des corps gras, Tome 1, éd. Paris : éd. Lavoisier, 1992. 86p.
- [24] **J. Adrian, J. Potus.** Méthodes physicochimiques générales. In : Introduction à l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaires. Paris. (1998).
- [25] **Karlesking Alin. (1992).** Raffinage chimique classique. In : Manuel des corps gras. Tome 2. Lavoisier, 1992. P 802 ISBN 2-85206-662-9.
- [26] **VILLIERE A. et GENOT C. 2006.**Approche physico-chimique et sensorielle de l'oxydation des lipides en émulsions. Vol. 13. n° 2-3 : P 152.

Références Bibliographiques

- [27] **J. Graille.** Les corps gras alimentaires : aspects chimiques, biochimiques et nutritionnelles. In : les lipides et gras alimentaires. Ed. Lavoisiner. Paris, (2003) p 225.
- [28] **VAUGHAN J.G. and GEISSLER C.A. 2009.** other oil producing plants. In « Food plants ». Oxford University. New York : P 30.
- [29] **Landy P. 1938.** Le commerce et l'industrie du soja. In « Annales de Géographie ». Tome 47. N°265 : P 9.
- [30] **LIPIETZ A. 2007.** Du soja et de quelques autres plantes « agroindustrielles » : P3.
- [31] **BERK Z. 1992.** the soybean. In « Technology of production of edible flours and protein products from soybeans ». FAO agricultural services bulletin. N °97.
- [32] **Ignace, DEBRUYNE.** Transformation et aspects industriels, technique de l'ingénieur, traité agroalimentaire 2001. F 6030. P 1 – 12.
- [33] **Wahnon et al, 1988.** Technology of production of edible flours and proteine products from.
- [34] **Platon, 1988 ; Rohanibinti.** Raffinage de l'huile de soja ASA.
- [35] **SETH S., AGRAWAL Y.C., GHOSH P.K., JAYAS D.S. and SINGH B.P.N. 2007:** oil extraction rates of soya bean using isopropyl alcohol as solvent. Biosystems engineering. Vol. 97: P 209-210.
- [36] **BLIN J., DABAT M. H., FAUGERE G., HANFF E. ET WEISMAN N. 2008.** Opportunité de développement des biocarburants au Burkina Faso. Ministère de l'agriculture, de l'hydraulique et des ressources halieutiques : P63.
- [37] **KASHYAP M.C., AGRAWAL Y.C., GHOSH P.K., JAYAS D.S, SARKAR B.C and SINGH B.P.N. 2007.** Oil extraction rates of enzymatically hydrolyzed soybeans. Journal of Food Engineering .Vol. 81: P 612.
- [38] **CARLI M., COELHO COSTA F. et SILVA O. 2008.** Guide technique pour une utilisation énergétique des huiles végétales. CDU. Éd. 2: P 27.
- [39] **F.Poisson et L. Nacre.** Corps gras alimentaires, aspects chimiques, biochimique et nutritionnels. In lipides et corps gras alimentaires. Ed. Tec et Doc, Lavoisiner, (2003).

Références Bibliographiques

- [40] **[40] Multon J.L. (2002).** Industrie des corps. In : additifs et auxiliaires de fabrication dans l'industrie agroalimentaire. 3^{ème} éd. Paris : Lavoisier, 2002. 627p (Collection Science & techniques agroalimentaires). ISBN 2-7430-0436-3.
- [41] **xavier, Morin O, Birot C, Goud M, Faeuilh S et Gouband M. (2010).** Raffinage des huiles et des corps gras et élimination des contaminants p86-87. 00988-6.
- [42] **SUBRAMANIAN R. and NAKAJIMA M. 1997.** Membrane degumming of crude soybean and rapeseed oils. JAOCS. Vol. 74 : P971.
- [43] **Denis. (1998).** Denis J. manuel des corps gras : In : Raffinage des corps gras. Tome 2^{ème} éd. Paris : éd Lavoisier, 1998. 88p.
- [44] **KARLESKIND A. 1992.** Propriétés chimiques des corps gras. In «Manuel des corps gras ». Tome1. Tec ET Doc. Lavoisier, Paris : P 329-330.
- [45] **Bensghier, Khamed. (2014).** Huiles Alimentaire de graines Pinuspinea Extraction et caractérisation physique-chimique.
- [46] **DENNIS, Strayer & al.** food fats and oils. 9^{ème} edition. New York: 2006, p 1- 28.
- [47] **PLATON, J.F.** Raffinage de l'huile de soja, ASA, USB, 30 p. consulté le 18.03.2006.
- [48] **KOVARI, K.** Recent developments, new trends in seed crushing and oil refining. OCL, 2004, N° 8, Vol 11, P 381-387.
- [49] **RUSSEL, J.** Technique paper: The refining of soybean oil to optimum quality. Grasas y aceites, 1996, N°4, vol 47. p 275 – 283.
- [50] **LINDENG ET LORIENTD, 1994.** Huiles et graisses végétales in biochimie agro Industrielle. Ed Masson : p. 95.
- [51] **APFELBAUM M, FORRA C, NILLUS P, 1999.** Aliments diététiques et technologies particulières, lipides d'assaisonnement in Diététique et nutrition. Ed Masson, Paris.
- [52] **FRANCOIS, R. (1974).** Les industries des corps gras, édition. Technique et documentation, Lavoisier, Paris : p.32-36-37-42-43-132-139-141-164-192.
- [53] **ERICKSSON, D. R. ET WIENDERMANN, L. H. 1989.** Huile de soja Méthodes de traitement et utilisations actuelles. American Soybean Association. p. 1-21.

Références Bibliographiques

- [54] **Beale D, Berta J, Bougnoux P, J.M, Laloux I, Ledoux M, Legrand P, Quignadboulangé A, Schemitt B, et Sebdio J.L. (2005).** Risque et bénéfices pour la santé des corps gras apportent par les aliments recommandation Edition AFSSA : Agence française de sécurité sanitaire des aliments.

Résumé

L'huile végétale brute de soja est extraite des graines, il contient des impuretés qui sont nocives à la santé et contribuent à la dégradation de l'huile elle-même, les impuretés doivent être éliminées au cours de raffinage, afin d'obtenir une huile destinée à l'alimentation humaine.

Cette étude a été réalisée au complexe «CEVITAL spa» de Bejaia, qui nous a permis de suivre le procédé du raffinage de l'huile de soja, et d'effectuer quelques analyses physico-chimiques et ainsi que l'évaluation des pertes en huiles durant le raffinage chimique.

Les résultats obtenus montrent la conformité des huiles finies aux normes. Pour un contrôle plus rigoureux des produits finis, le recours à certaines analyses est indispensable.

Mots clés

Huile végétale, soja, analyse physico-chimique, raffinage chimique, pertes en huiles.