

République algérienne démocratique et populaire  
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique  
Université Abderrahmane Mira De Bejaïa  
Faculté des sciences de la nature et de la vie  
Département des sciences alimentaires

# Mémoire de fin de cycle

En Vue de l'Obtention du Diplôme D'INGENIEUR D'ETAT  
EN  
SCIENCES ALIMENTAIRES

## Thème

*Suivi de la Qualité de l'huile « FLEURIAL »  
Produite à partir de l'huile de Tournesol Raffinée  
Chimiquement au niveau de CEVITAL*

*Réalisé par :*

M<sup>elle</sup> : BOUNCER Fahima

M<sup>elle</sup> : DJAOUDENE Ouarda

*Devant les membres de jury :*

Présidente: M<sup>me</sup> GUERFI F

Examinatrices : M<sup>me</sup> TAMENDJARI S

M<sup>me</sup> BEN AZOUZ L

Promoteur : M<sup>r</sup> MADANI K

---

2011/2012



# Remerciements

Au terme de la réalisation de ce mémoire, nos plus sincères remerciements s'adressent tout d'abord au Dieu le tout puissant de nous avoir donné le courage, la patience et la volonté pour mener à terme ce présent travail.

Il nous est agréable d'exprimer et de témoigner notre très vive reconnaissance envers tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail, plus particulièrement notre promoteur Mr : MADANI Khodir, pour son encadrement ainsi que pour l'intérêt et la confiance qu'il nous a témoigné.

Ses qualités humaines et professionnelles nous ont beaucoup impressionnés et forcés notre admiration. Qu'il trouve ici l'expression de notre profond respect et notre hommage Respectueux.

Nous voudrions également exprimer nos vives gratitude et nos sincères remerciements aux membres de jury d'avoir accepté d'évaluer ce travail.

Nous tenons à présenter nos profondes gratitude et notre respect à l'ensemble du personnels du laboratoire de la raffinerie des huiles Cevital d'avoir rendu agréable nos conditions de travail et mis à nos disposition toute la documentation requise tout au notre stage.

Une pensée particulièrement à tous les enseignants qui ont assuré notre formation tout au long de notre parcours étudiantin.

Nos plus sincères et profondes pensées s'adresse à notre famille pour simplement avoir été là en toutes circonstances pour nous avoir toujours compris, soutenus dans nos choix et de nous avoir donné la force de réaliser ce travail, quelles trouvent ici l'intensité de notre amour et de notre reconnaissance.

# Dédicace

*Cet évènement de ma carrière universitaire me donne la grande opportunité de dédier ce modeste travail :*

*À Celui qui a attendue avec patience les fruits de sa bonne éducation et qui m'a indiqué la bonne voie en me rappelant que la volonté fait toujours les grands hommes : à la mémoire de mon papa qui a gardé une place dans mon cœur et que dieu le bénisse dans son vaste paradis.*

*Particulièrement à ma chère maman que j'aime énormément et à qui je dois le mérite d'en arriver là, les mots sont pas insuffisants pour exprimer combien grande est l'affection que je vous porte. Ce simple document ne saurait exprimer ma reconnaissance.*

*À mes chers frères et sœurs à qui je souhaite tout le bonheur du monde, À mon adorable petit Lakhdar que j'aime profondément.*

*À toute la famille; Hadouche , Awragh , Barache ,Boudjemaa ,Lamri et Bouakez.*

*Aucune dédicace ne saurait exprimer ma gratitude et mon estime. Je ne pourrai vous remercier pour votre soutien dans les moments difficiles.*

*Puisiez-vous trouver ici l'expression de ma grande reconnaissance.*

*À ma copine Fahima et sa famille.*

*Ouarda*



# *Dédicace*

*J'ai l'honneur de dédie ce travail*

*A*

*Mes très chers parents pour leurs sacrifices et soutiens tout au long de ma vie et auxquels je ne rendrai jamais assez ;*

*Mon frère et mes sœurs à qui je souhaite une vie pleine de bonheur, de santé et de réussite ;*

*Mes chers (es) amis (es) avec lesquels j'ai partagé des moments inoubliables ;*

*A*

*Ma binôme Ouarda et sa famille ;*

*Fahima*



# Liste des abréviations

**AG** : Acides gras.

**AGL** : Acides gras libres.

**AOCS**: American Oil Chemists' Society.

**FFA**: Free fatty acids.

**HP**: Hydratables phospholipides.

**ISO** : Organisation International de Standardisation.

**Id** : Indice d'iode.

**Ip** : Indice de peroxyde.

**M 2**: Mélangeur 2.

**Max** : la valeur maximal.

**NE** : Normes Entreprises

**NHP** : Non hydratables phospholipides.

**P** : Pompe.

**PL** : Phospholipide

**Ppm** : Partie par million.

**R** : Rouge.

**Spa** : Société par action.

**Ts** : Traces de savon.

**V**: Volume

# Liste des tableaux

<b>Tableau I</b> : Composition triglycéridique de l'huile de tournesol .....	10
<b>Tableau II</b> : Composition de l'huile de tournesol et ses catégories en acides gras.....	10
<b>Tableau III</b> : Composition en insaponifiable de l'huile de tournesol.....	11
<b>Tableau IV</b> : Quelques propriétés physico-chimiques de l'huile de tournesol et ses catégories.....	12
<b>Tableau V</b> : Les analyses physico-chimiques effectuées aux différentes étapes du raffinage.....	23

# Liste des figures

<b>Figure N° 01:</b> Suivi de l'acidité en fonction des étapes du raffinage à partir de l'huile brute jusqu'au produit fini « Fleurial ».....	37
<b>Figure N°02 :</b> Suivi des traces de savon en fonction des étapes du raffinage à partir de l'huile brute jusqu'au produit fini « Fleurial ».....	38
<b>Figure N°03 :</b> Suivi de la couleur (J, R) en fonction des étapes du raffinage à partir de l'huile brute jusqu'au produit fini « Fleurial ».....	40
<b>Figure N°04 :</b> Suivi de l'humidité en fonction des étapes du raffinage à partir de l'huile brute jusqu'au produit fini « Fleurial ».....	41
<b>Figure N°05 :</b> Suivi des impuretés en fonction des étapes du raffinage à partir de l'huile brute jusqu'au produit fini « Fleurial ».....	42
<b>Figure N°06 :</b> Suivi de l'indice de peroxyde en fonction des étapes du raffinage à partir de l'huile brute jusqu'au produit fini « Fleurial » .....	43
<b>Figure N°07 :</b> Suivi de taux du phosphore en fonction des étapes de raffinage.....	44
<b>Figure N°08 :</b> Suivi de la chlorophylle en fonction des étapes de raffinage.....	45



# Sommaire

Liste des Abréviations

Liste des Figures

Liste des Tableaux

**Introduction..... 01**

## *Partie Théorique*

### **Chapitre I : Généralités sur les corps gras**

I-1- Définition.....02

I-2- Origine..... 02

I-3- Les principaux constituants chimiques..... 02

I-3-1- Les constituants majeurs.....02

I-3-2- Les constituants mineurs.....03

I-4- Les propriétés des corps gras.....04

I-4-1- Les propriétés physiques.....04

I-4-2- Les propriétés chimiques.....05

I-5- Les différentes altérations des corps gras..... 07

I-5-1- Altérations chimiques.....07

I-5-2- Altération biologique..... 08

### **Chapitre II : La matière première**

II-1- Le Tournesol..... 09

II-2- L'huile de Tournesol.....09

II-2-1- Définition.....09

II-2-2- Composition.....09

II-2-3- Classification..... 11

II-2-4- Propriétés physico-chimiques de l'huile de tournesol..... 12

II-3-Technologie de l'huile de tournesol.....	12
II-3-1-Préparation des graines.....	12
II-3-2- Extraction.....	12
II-3-2-1- Extraction mécanique par pression.....	12
II-3-2-2- Extraction chimique par solvant.....	13
II-4- Utilisation alimentaire de l'huile de tournesol.....	13
II-5- Qualité nutritionnelle de l'huile de tournesol.....	13

### Chapitre III : Raffinage de l'huile de tournesol

III-1- Définition.....	14
III-2- Rôle et Importance.....	14
III-3- Procédés de raffinage.....	14
III-3-1- Procédé physique.....	14
III-3-2- Procédé chimique.....	15
III-3-3- Procédé enzymatique.....	15
III-4- Etapes du raffinage de l'huile de tournesol.....	16
III-4-1-Démucilagination.....	16
III-4-2-Neutralisation.....	16
III-4-3-Lavage.....	17
III-4-4-Séchage.....	17
III-4-5-Décoloration.....	17
III-4-6-Filtration.....	18
III-4-7-Décirage.....	18
III-4-6-Désodorisation.....	18
III-5-Raffinage chimique de l'huile de tournesol effectué au niveau de ce vital.....	19
III-5-1- Démucilagination et neutralisation (à froid).....	19
III-5-2- Lavage et séchage.....	19
III-5-3- Décoloration.....	20
III-5-4- Désodorisation.....	20
III-5-5- le conditionnement.....	20

III-6- Avantages et inconvénients du raffinage chimique.....	21
III-7-Traitement des coproduits générés à partir du raffinage.....	21

### *Partie Pratique*

## **Chapitre IV : Matériel et Méthodes**

IV-1- Echantillonnage.....	23
IV-2-Analyses physico-chimiques effectuées sur l’huile de tournesol.....	24
IV-2-1-Analyses physiques.....	24
IV-2-1-1-Détermination de la densité.....	24
IV-2-1-2- Détermination de la couleur.....	25
IV-2-1-3- Détermination de l’humidité.....	25
IV-2-1-4- Détermination des impuretés.....	26
IV-2-1-5- Détermination des cires.....	26
IV-2-1-6- Détermination de l’indice de réfraction.....	27
IV-2-2-Analyses chimiques.....	28
IV-2-2-1- Acidité.....	28
IV-2-2-2- Trace de savon.....	28
IV-2-2-3- Indice d’iode.....	29
IV-2-2-4- Indice de saponification.....	30
IV-2-2-5- Indice de peroxyde.....	30
IV-2-2-6- Détermination de la chlorophylle.....	31
IV-2-2-7- Dosage du phosphore.....	31
IV-2-3- Détermination des pertes d’huile.....	33
IV-2-3-1- Pâtes de neutralisation.....	33
IV-2-3-2- L’eau de lavage.....	34

## **Chapitre V : Résultats et discussion**

V-1-Analyses physico-chimiques de l’huile de Tournesol.....	35
V-1-1-Huile brute.....	35
V-I-2 – Huile neutralisée, lavée, séchée, décolorée et désodorisée.....	35

V-1-3- Huile conditionnée « Fleurial ».....	35
V-1-4- Les pertes en huile.....	35
V-2- Evolution de la qualité physico-chimique de l'huile de Tournesol.....	36
V-2-1- Suivi de l'acidité au cours des étapes du raffinage.....	36
V-2-2- Suivi des Traces de savon aux cours des étapes du raffinage.....	37
V-2-3- Suivi de la couleur aux cours des étapes du raffinage.....	38
V-2-4- Suivi de l'humidité aux cours des étapes du raffinage.....	40
V-2-5- Suivi des Impuretés aux cours des étapes du raffinage.....	41
V-2-6- Suivi de l'Indice de peroxyde aux cours des étapes du raffinage.....	42
V-2-7- Suivi des phosphores aux cours des étapes du raffinage.....	43
V-2-8- Suivi de la chlorophylle aux cours des étapes du raffinage.....	44
<b>Conclusion</b> .....	45

## **Références bibliographiques**

### **Annexes**

### **Résumé**

## *Introduction*



### **Introduction**

Les corps gras sont consommés par l'homme depuis les temps les plus anciens. Leurs utilisations ont évolué au cours des siècles. Ils sont un 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 (**Cossut et al., 2002**).

Parmi les plantes oléagineuses cultivées, sources d'huile végétale, le tournesol occupe en France le second rang derrière le colza. Le principal domaine d'application de l'huile de tournesol est l'alimentation humaine, comme huile de salade, huile de cuisine ou pour la fabrication de margarine (**Cossut et al., 2002 ; Roche, 2005**). La différence entre les diverses huiles réside dans la qualité des acides gras qui les composent. Selon leur nature, elles sont plus ou moins riches en certains acides gras polyinsaturés qui sont dits "essentiels" car notre organisme ne peut pas les synthétiser. Elles constituent également la meilleure source de vitamine E connue pour ses propriétés antioxydantes (**Alais et Linden, 1997; Frénot et Vierling, 2001**).

Le raffinage a pour but de maintenir ou d'améliorer les caractères organoleptiques (goût et odeur neutres, limpidité, couleur jaune clair), nutritionnels et la stabilité des corps gras. Pour ce faire, il met en œuvre plusieurs étapes pour éliminer des composés indésirables (gommes, cires, acides gras libres, pigments, traces métalliques, composés odorants volatils) et les contaminants potentiellement présents dans les matières premières (**Pagès et al., 2010**). Afin d'assurer cette qualité, il est essentiel de comprendre comment les propriétés des corps gras influencent les procédés de fabrication et les caractéristiques du produit fini (**Prior, 2003**).

Le présent travail est structuré en cinq chapitres, dont trois chapitres constituent la partie bibliographique sur les généralités du corps gras, la description de la matière première et les techniques du raffinage utilisées. Le quatrième chapitre traite la description du matériel et méthodes utilisés, alors que le cinquième chapitre discutera les résultats obtenus.

Cette étude a pour objectif de suivre la qualité de huile de tournesol (*Fleurial*) produite par Cevital SPA, raffinée par le procédé chimique, et de comparer les résultats des paramètres de la qualité obtenus au paramètres des six derniers mois.

## *Partie Théorique*



# *Chapitre I*

## I-Généralités sur les corps gras

### I-1- Définition

On désigne ordinairement par le nom 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, c'est-à-dire, pouvant, sous l'action des alcalis, se décomposer en un corps neutre (**Malaguti, 1860**).

### I-2- Origine

Les corps gras proviennent d'origine diverses. Certains sont d'origine :

- Animale : le beurre, la graisse d'oe, la graisse de baleine, de hareng.
- Végétale : l'huile de tournesol, d'arachide, de pépins de raisins, de maïs...
- Mixte : les margarines qui sont des mélanges, soit d'huiles végétales et graisses animales, soit seulement d'huiles végétales émulsionnées avec de l'eau (**Mohtadji-Lamballais, 1989**).

### I-3- Les principaux constituants chimiques

#### I-3-1- Les constituants majeurs

##### I-3-1-1- Triglycérides

Sont des triples esters d'acides gras et de glycérol. Il s'agit de molécules très hydrophobes. Le glycérol est un triol, il pourra donc par estérification avec des acides gras donner des mono esters, des diester ou encore, des triesters (mono, di ou tri glycérol) (**Figure A-1-1**) (**Cuvelier et al., 2004**).

##### I-3-1-2- Acides gras

Les acides gras (AG) sont des acides carboxylique ( $R-COOH$ ) constitués d'une chaîne hydrocarbonée, caractérisée par :

- Un nombre variable d'atomes de carbone (de 2 à 36), le plus souvent en nombre pair ;
- Un nombre variable de doubles liaisons (de 0 à 6), qui sont le plus souvent de configuration cis (c'est-à-dire avec les 2 groupements méthylène ( $-CH_2-$ ) du même coté de la liaison, par opposition aux doubles liaisons de configuration trans, pour lesquelles les groupements  $-CH_2-$  sont de cotés opposés) ;
- Eventuellement, mais plus rarement, la présence de groupements tels que des méthyles ( $-CH_3$ , acides gras ramifiés), des hydroxyles ( $-OH$ ) ou des cyclopropanes (**Bertoli et al., 2010**).

### I-3-2- Les constituants mineurs

#### I-3-2-1- Phosphatides

Les phosphatides ou bien les glycérophospholipides, plus simplement appelés phospholipides (PL), sont des dérivés du phosphoryl -3- glycérol. Une molécule de glycérophospholipide est constituée d'un squelette glycérol, acylé par 1 ou 2 molécules d'AG, en position externe de premier atome de carbone et en position interne de deuxième atome de carbone, et d'un groupe phosphate en position externe de troisième atome de carbone, lui-même pouvant être lié à un aminoalcool (choline, éthanolamine), un hydroxyamino-acide (sérine) ou à un polyol (myoinositol, glycérol). Peuvent être un diacylglycérophospholipides (**figure A-1-2**), monoacylglycérophospholipides ou de lyso-phospholipides (**Bertoli et al., 2010**).

#### I-3-2-2- Cérides

Ce sont des mono esters d'un acide gras et d'un alcool, tous deux à longue chaîne (jusqu'à 40 atomes de carbone). Ces deux éléments d'une molécule sont le plus souvent de longueur inégale. Les acides gras sont en général saturés, rarement insaturés et très rarement hydroxylés (**Alais et al, 2008**).

#### I-3-2-3- Fraction insaponifiables

La fraction insaponifiable ou « insaponifiable » d'un corps gras donné comprend l'ensemble des constituants hydrolysables par des bases (saponification) : éther di éthylique, hydrocarbures aliphatiques, hydrocarbures aromatiques. En sus des constituants non hydrolysables de l'insaponifiable, on peut y trouver des alcools divers, peu solubles dans l'eau, qui proviennent de la saponification d'esters d'acides gras : stérols des esters stéroliques, alcools gras des cires, tocophérols des esters tocophéroliques... (**Soulier et Farines, 1992**).

La fraction insaponifiable peut représenter de 0.5 à 10% des lipides d'une matrice alimentaire. Sa composition est souvent spécifique selon l'origine de l'huile ou de la graisse et varie pendant les procédés de transformation (**Bertoli et al., 2010**).

##### a- Tocols

Sont les tocophérols et les tocotriénols. Les tocols naturellement présents dans les huiles végétales possèdent un squelette benzopyranol commun et une chaîne hydrocarbonée ramifiée en C16. Les tocophérols sont saturés tandis que les tocotriénols possèdent trois doubles liaisons sur la chaîne. L'huile de tournesol est une bonne source d' $\alpha$ -tocophérol (**Bertoli et al., 2010**).

**b- Cires**

Ce sont classiquement des esters d'acides et d'alcools gras présents en très faible proportion, par exemple < 0.3% dans l'huile de tournesol brute. Elles sont responsables de l'apparition de trouble à température ambiante (**Kartika, 2005**).

**c- vitamines liposolubles**

La vitamine E est présente dans les huiles riches en acides gras polyinsaturés : huile de tournesol, de maïs, de pépins de raisin notamment (**Cossut et al., 2002**). La vitamine A, D (matières grasses et huile de poisson), ainsi que le  $\beta$ - carotène, précurseur de la vitamine A (l'huile de palme) (**Diatta, 1998**).

**d- Chlorophylles et caroténoïdes**

Les pigments naturels présents dans les aliments d'origine végétale photosynthétiques sont les caroténoïdes qui sont responsables de l'essentiel des couleurs du jaune à rouge des fruits et des fleurs (**Alais et al., 2008**). Les chlorophylles a et b sont des pigments vert liposolubles, notamment du fait de la présence de la chaîne phytyle. Ces derniers sont transformés en phéophytines a et b, lors du traitement des huiles végétales par chauffage en milieu légèrement acide (**Soulier et Farine, 1992**).

**I-4- Les propriétés des corps gras****I-4-1- Les propriétés physiques****I-4-1-1- Solubilité**

Les acides gras en  $C_4$  et  $C_6$  sont solubles dans l'eau. Au-delà, ils sont insolubles. Les lipides, quant à eux, sont en générale insolubles dans l'eau. Pour les acides gras jusqu'en  $C_6$ , c'est l'effet du groupe fonctionnel qui l'emporte ; au-delà, c'est la chaîne aliphatique qui détermine l'insolubilité dans l'eau. Les lipides sont très solubles dans les solvants organiques tels que le trichloréthylène, le benzène, l'acétone... (**Goudet et Yindoula, 2008**).

**I-4-1-2- Point de fusion**

Le point de fusion s'abaisse avec le nombre de doubles liaisons d'acide gras insaturé et s'augmente avec la longueur de la chaîne hydrocarbonée d'acide gras. Les corps gras se trouvent à l'état liquide à température ordinaire et possèdent un point de fusion élevé à leur état solide (**Elhakmaoui, 2008**).

### **I-4-1-3- Point d'ébullition**

Le point d'ébullition d'un acide gras est d'autant plus élevé que le nombre de carbone est important. Toutefois, la présence de doubles liaisons n'a aucune influence sur le point d'ébullition (**Benchoucha, 2011**).

### **I-4-1-4- Densité**

Les acides gras et les lipides possèdent un grand nombre d'atomes légers (C, H). Les molécules sont volumineuses, mais peu denses. C'est pourquoi la masse volumique des acides gras est inférieure à l'eau, ce qui explique que les lipides flottent sur l'eau (**Claverie et Panet, 2008**).

### **I-4-1-5- Viscosité**

Il n'existe pas de méthode particulière pour mesurer la viscosité des corps gras. On utilise les méthodes par écoulement employées pour les produits pétroliers. La viscosité diminue en fonction de l'insaturation ainsi qu'avec le chauffage. Elle augmente avec l'oxydation (**Ollé, 2002**).

### **I-4-1-6- Propriétés spectrales**

Les acides gras sont incolores. Dans les milieux naturels par exemple ; les huiles, la couleur ambrée provient des constituants liposolubles comme les carotènes. Les acides gras à doubles liaisons maloniques n'ont pas de spectre U.V, mais par chauffage en milieu alcalin on peut les isomériser en doubles liaisons conjuguées qui absorbent entre 316 et 232 nm. Cette méthode sert à doser les acides gras polyinsaturés (**Frenot et Vierling, 2001**).

### **I-4-1-7- Indice de réfraction**

L'indice de réfraction des huiles varie en fonction de leur degré d'insaturation. Il est mesuré à l'aide de **réfractomètres**, de type Abbe, thermostaté. Il est lié à la température (0,000 35 par degré au voisinage de 20 °C) (**Ollé, 2002**).

## **I-4-2- Les propriétés chimiques**

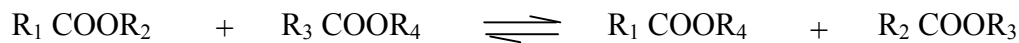
### **I-4-2-1- propriétés du groupe carboxyle**

#### **a- Alcoolyse**

L'alcoolyse ou la transestérification des huiles végétales est la réaction d'un ester (triglycéride) avec un alcool en présence d'un catalyseur alcalin (hydroxyde de sodium, méthylate de sodium), comme le montre l'équation présentée à la **figure A-1-3** (**Diallo et al., 2010**).

**b- Interestérisation**

L'interestérisation correspond à la modification de la structure glycéridique des corps gras par réarrangement moléculaire des acides gras sur le glycérol. À partir d'un triglycéride – (triestre d'acides gras et du glycérol), les liaisons esters sont « ouvertes ». Les acides gras disponibles sont alors réesterifiés sur le glycérol (**Pages-Xatart-Pares, 2008**).

**c-Réduction, hydrogénolyse**

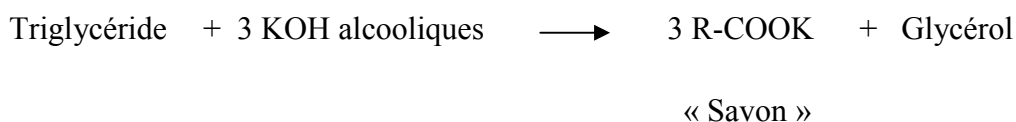
Les esters, les acides gras et les chlorures d'acides peuvent être réduits en alcools, aldéhydes ou carbures. On distingue trois classes de réducteurs : les métaux alcalins, les hydrures, l'hydrogène en présence de catalyseurs. Dans le domaine des corps gras, les alcools sont les produits de réduction les plus importants (**Ucciani et Debal, 1992**).

**d-Hydrolyse**

Rappelons que cette réaction qui conduit à libérer l'alcool (monoalcool ou polyol) et l'acide (ou les acides) constitutifs d'un corps gras. Cette réaction est mentionnée sur la **figure A-1-4 (Goudet et Yindoula, 2008)**.

**e- Saponification**

La saponification est une hydrolyse alcaline des triglycérides par KOH ou NaOH qui vise à la formation de sel alcalin « savon » (**Frenot et Vierling, 2001**).

**I-4-2-2- Propriétés des acides carboxyliques****o Estérisation**

Pour le procédé d'estérisation, l'huile végétale doit préalablement être hydrolysée pour obtenir du glycérol et un mélange d'acides gras. Une distillation fractionnée est ensuite réalisée afin de séparer les acides gras pour les rendre le plus pur possible (**Figure A-1-5 (Diallo et al., 2010)**).

**I-4-2-3- Propriétés de la chaîne hydrocarbonée****o Réaction d'isomérisation (Isomérisation Cis-Trans)**

Les doubles liaisons des acides gras insaturés sont cis. La double liaison s'isomérisise en trans, lentement à température ordinaire, très vite si on chauffe. Exemple : L'acide oléique

(cis) s'isomérisent en acide élaïdique (trans) qui confère un mauvais goût aux lipides (Benchoucha, 2011).

#### **I-4-2-4- Propriétés dues à la double liaison**

##### **a- Hydrogénation**

Ce procédé permet de réduire les teneurs élevées en AG polyinsaturés des huiles végétales, ce qui augmente leur stabilité à l'oxydation lors de période de stockage prolongée et permet d'élargir leur champ d'application (Bertoli *et al.*, 2010).

##### **b- Addition d'halogènes**

Les acides gras insaturés fixent les halogènes par une réaction d'addition.

Cette réaction est surtout exploitée avec l'iode et le brome pour évaluer le degré d'insaturation des acides gras. Il s'agit en fait d'une évaluation de l'aptitude des acides gras à rancir : plus il y'a des insaturations sur l'acide gras, plus il serait sensible à l'O<sub>2</sub> (Figure A-1-6) (Benchoucha, 2011).

##### **c-Hydroxylation**

Il est possible d'ajouter un ou plusieurs groupes hydroxyles aux oléfines pour former des alcools et glycols (Ucciani et Debal, 1992).

#### **I-5- Les différentes altérations des corps gras**

##### **I-5-1- Altérations chimiques**

###### **I-5-1-1-Acidification**

Elle résulte de l'hydrolyse d'une ou deux des trois liaisons esters des triglycérides. Cette hydrolyse conduit à la formation d'acide gras libres, préjudiciables à la qualité du corps gras. Ce phénomène, qui nécessite la présence d'eau ou tout simplement d'humidité, ne s'observe pratiquement jamais sur les corps gras raffinés, il peut cependant intervenir sur les corps gras bruts, et ceci explique l'acidité libre des huiles brutes ou vierges (Uzzan, 1992).

###### **I-5-1-2- Oxydation**

Le principal problème posé par les réactions d'oxydation des lipides réside dans la formation de composés volatils d'odeur désagréable, ce qui peut limiter la durée de conservation d'aliments divers, même renfermant moins de 1% de lipides. Les principaux substrats de l'oxydation sont les acides gras non saturés qui s'oxydent plus vite que lorsqu'ils font partie de molécules de triglycérides ou de phospholipides. D'autres substrats non saturés peuvent subir des réactions d'oxydation analogues comme les vitamines A, E, les caroténoïdes et les hydrocarbonés (Cheftel et Cheftel, 1977).

**I-5-2- Altération biologique**

L'air et l'humidité sont les principales causes d'altération des corps gras par les microorganismes (moisissures, levures et bactéries), les enzymes, les insectes et les interactions de certains constituants (appareillage insuffisamment stérilisé, emballage, contacts humains). Ces microorganismes abouti à la formation d'acides gras, de produits d'oxydation, d'aldéhydes et cétones, ce qui se traduit par des modifications d'apparence, de texture, de saveur et l'apparition des produits toxiques tel que les aflatoxines secrétées par *Aspergillus flavus*. Ces aflatoxines passent dans l'huile de pression de l'arachide mais disparaissent complètement aux cours du raffinage de l'huile par la soude (**François, 1974**).



## *Chapitre II*

## II- La matière première

### II-1- Le Tournesol

Le tournesol est une plante oléagineuse annuelle dont le nom scientifique est *Helianthus annuus* L. L'appellation tournesol provient de sa tendance à se tourner vers le soleil pendant la journée, alors que son nom scientifique fait référence à la forme caractéristique de son inflorescence composée, ou capitule : en grec *Helios* signifie soleil et *anthos* signifie fleur (**Kartika, 2005**).

Le tournesol *Helianthus annuus* L. est une espèce diploïde ( $2n=34$  chromosomes) annuelle. En Tunisie, la culture de tournesol couvre près de 13 000ha, localisée principalement dans les gouvernorats de Béja et Bizerte. La production estimée est de 10 000 t de graines avec un rendement moyen de 0,7t/ha (**Ben Jeddi et Bouhejba, 2009**).

L'akène de tournesol, ce que nous nommons communément "graine", est généralement constitué d'une amande et d'une coque ou d'un péricarpe. La dimension de cette graine varie selon la variété, de 7 à 25 mm de longueur et de 4 à 13 mm de largeur. Leur poids est compris entre 30 et 80 g pour 1000 graines (**Figure A-2-1**) (**Merrien, 1992**).

La graine de tournesol est composée essentiellement de la matière grasse (48%) et d'autres composés (protéines, amidon, cellulose,...) à de faibles quantités (**Figure A-2-2**) (**Pages-Xatart-Pares, 2008**).

### II-2- L'huile de Tournesol

#### II-2-1- Définition

L'huile de graine de tournesol est obtenue à partir de *Helianthus annuus*. Cette huile, de première pression à froid, est de saveur douce, d'odeur légère et agréable : sa couleur varie entre le jaune pâle et le jaune orangé. C'est une très bonne huile de table dont le goût discret ne nuit pas aux préparations subtiles. Sa richesse en acide linoléique, acide gras essentiel, exerce une action sur la peau, les muqueuses, le système endocrinien et nerveux. Son activité est surtout remarquable en cas d'hypercholestérolémie et d'athérosclérose, et de manière générale dans toutes les maladies cardio-vasculaires (**Cossut et al., 2002**).

#### II-2-2- Composition

L'huile de tournesol est majoritairement constituée de triglycérides ou triacylglycérols (95 à 99% d'huile) (**Tableau I**), contenant les acides gras (**Tableau II et Figure A-2-4**). Les 1 à 5% restants renferment des composés dits « mineurs » en raison de leur faible teneur; tels que des hydrocarbures, des alcools aliphatiques et triterpéniques, des tocophérols et des stérols (**Tableau III**) (**Roche, 2005**).

Tableau I : Composition triglycéridique de l'huile de tournesol (Marrien, 1992).

Nature du triglycéride	Teneur en % des TG
LLL Triolinoléine	36.3
OLL Oleodilinoléine	29.1
PLL Palmitodilinoléine	11.3
POL Palmitoleolinoléine	4
PPL Dipalmitolinoléine	0.5
OOO Trioléine	0.6
SOL Earoléolinol	2.1
POO Palmitodioléine	0.4
PPO Dipalmitoléine	0.7
PPP Tripalmitate	0.5
OOL Dileolinoléine	6.5
SLL Stéarodilinoléine	7.5
NI (non identifiable)	0.5

Tableau II : Composition de l'huile de tournesol et ses catégories en acide gras (Codex stan 210, 1999).

Acide gras	Huile de graine de tournesol	Haute huile de tournesol d'acide oléique	Huile de tournesol acide mi-oléique
C6 :0	ND	ND	ND
C8 :0	ND	ND	ND
C10 :0	ND	ND	ND
C12 :0	ND-0.1	ND	ND
C14 :0	ND-0.2	ND-0.1	ND-1
C16 :0	5.0-7.6	2.6-5.0	4.0-5.5
C16 :1	ND-0.3	ND-0.1	ND-0.05
C17 :0	ND-0.2	ND-0.1	ND-0.05
C17 :1	ND-0.1	ND-0.1	ND-0.06
C18 :0	2.7-6.5	2.9-6.2	2.1-5.0
C18 :1	14.0-39.4	75-90.7	43.1-71.8
C18 :2	48.3-74.0	2.1-17	18.7-45.3
C18 :3	ND-0.3	ND-0.3	ND-0.5
C20 :0	0.1-0.5	0.2-0.5	0.2-0.4
C20 :1	ND-0.3	0.1-0.5	0.2-0.3
C20 :2	ND	ND	ND

<b>C22 :0</b>	0.3-1.5	0.5-1.6	0.6-1.1
<b>C22 :1</b>	ND-0.3	ND-0.3	ND
<b>C22 :2</b>	ND-0.3	ND	ND-0.09
<b>C24 :0</b>	ND-0.5	ND-0.5	0.3-0.4
<b>C24 :1</b>	ND	ND	ND

ND-non détecté, définie comme  $\leq 0.05\%$ .

**Tableau III:** Composition en insaponifiable de l'huile de tournesol (Marrien, 1992).

Constituants insaponifiables	Teneurs en Mg /100g de corps gras
<b>Stérols</b>	325-515
<b>Tocophérols</b>	44-120
<b>Alcools aliphatiques</b>	100
<b>hydrocarbures</b>	15-20

### II-2-3- Classification

L'huile de tournesol est classée en trois catégories :

- ❖ **L'huile de grains de tournesol** (huile de tournesol) est dérivée des graines de tournesol (graines de *helianthus annuus* L.).
- ❖ **Huile de grains de tournesol - le haut acide oléique** (haute huile de tournesol d'acide oléique) est produit à partir de hautes graines contenant de l'huile d'acide oléique des variétés dérivées des graines de tournesol (graines de *helianthus annuus* L.).
- ❖ **Huile de grains de tournesol - le mi acide oléique (huile de tournesol acide mi-oléique)** est produit à partir des graines de tournesol contenant de l'huile acides mi-oléiques (graines de *helianthus annuus* L.) (Codex stan 210, 1999).

### II-2-4- Propriétés physico-chimiques de l'huile de tournesol

**Tableau IV:** Quelques propriétés physico-chimiques de l'huile de tournesol et ses catégories (Codex stan 210, 1999).

	Huile de graine de tournesol	Haute huile de tournesol d'acide oléique	Huile de tournesol acide mi-oléique
Densité relative(x°C /eau à 20C°)	0.918-0.923 (x=20C°)	0.909-0.915 (x=25C°)	0.914-0.916 (x=20C°)
Indice de réfraction (ND 40C°)	1.461-1.468	1.467-1.471 à 25C°	1.461-1.471 à 25C°
Valeur de saponification (mg de KOH/gd 'huile)	188-194	182-194	190-191
Teneur en iode	118-141	78-90	94-122
Matière insaponifiable (g/kg)	≤ 15	≤ 15	≤ 15

## II-3-Technologie de l'huile de tournesol

### II-3-1-Préparation des graines

La préparation des graines ou des fruits joue un rôle très important dans la qualité de l'huile. Elles sont tout d'abord triées, puis subissent un dépoussiérage par un courant d'air (15 - 90 minutes à 90 - 100°C) suivi d'un tamisage et d'un brossage, puis elles sont broyées dans le but de réduire les graines entières en fractions de granulométrie optimale (**Mohtadji-Lamballais, 1989**).

### II-3-2- Extraction

L'huile contenue dans une graine ou dans un fruit oléagineux est extraite selon deux méthodes :

- Extraction mécanique par pression
- -Extraction chimique par solvant

#### II-3-2-1- Extraction mécanique par pression

C'est une opération qui consiste à presser la matière première dans des presses à vis en continu. A la fin on obtient d'une part "l'huile brute" et d'autre part, un résidu solide ou "tourteau" qui contient 10 à 20% d'huile (**Cossut et al., 2002**).

### II-3-2-2- Extraction chimique par solvant

Le solvant le plus utilisé est l'hexane. Le principe de cette opération consiste à faire circuler à contre-courant dans l'extracteur le tourteau avec l'hexane. Le mélange ainsi obtenu (huile – hexane) et débarrassée du solvant au moyen d'une distillation.

On répète cette opération sur le tourteau afin de lui enlever le maximum de l'huile. A la fin, le solvant est récupéré pour de nouvelles utilisations, alors que le tourteau est valorisé en tant que nourriture pour les animaux (**Figure A-2-3**) (**Kartika, 2005 ; Evon, 2008**).

### II-4- Utilisation alimentaire de l'huile de tournesol

Le principal domaine d'application des huiles de tournesol est l'alimentation humaine, comme huile de salade, huile de cuisine (*cooking oil*) ou pour la fabrication de margarine. Sa richesse en acide linoléique et sa flaveur assez neutre ont contribué à faire de l'huile de tournesol, une huile attrayante pour l'utilisation alimentaire. Dans les années 1980, elle a progressivement remplacé l'huile d'arachide. Les huiles de tournesol oléique ont plus récemment fait l'objet d'un intérêt croissant en raison de leur stabilité qui les rend plus propre à la cuisson. Ainsi la composition intermédiaire de l'huile de tournesol demi-oléique, appelée *NuSun*, produite aux USA lui permet de remplacer les huiles de palme, de coton, de soja, de tournesol classique et de colza. Par ailleurs, l'acide oléique possède des qualités nutritionnelles recherchées dans l'alimentation humaine et les huiles à haute teneur en acide oléique interviennent dans la formulation d'huile de table à base de mélange d'huiles (**Kartika, 2005**).

### II-5- Qualité nutritionnelle de l'huile de tournesol

Les huiles de tournesol oléique ont plus récemment fait l'objet d'un intérêt croissant en raison de leur stabilité qui les rend plus propre à la cuisson. Ainsi la composition intermédiaire de l'huile de tournesol permet de remplacer les huiles de palme, de coton, de soja, et de colza (**Kartika, 2005**).

L'huile de tournesol, riche en acides gras mono et polyinsaturés, correspond parfaitement aux recommandations nutritionnelles actuelles. L'environnement alimentaire intervient dans la genèse des maladies cardio-vasculaires qui constituent la première cause de mortalité des pays développés. La diversité et la qualité de composition de l'huile de tournesol (acides gras et composés mineurs) joue un rôle dans la prévention de ces maladies. Conscients de ce lien existant entre alimentation et santé, les consommateurs exigent que les aliments ne servent pas seulement de nourriture mais contribuent également à leur santé (**Roche, 2005**).

## *Chapitre III*

### III- Raffinage de l'huile de tournesol

#### III-1- Définition

Le raffinage des corps gras est une technologie récente qu'est progressivement mise en œuvre pour traiter et transformer les huiles et corps gras bruts issu des matières végétales oléagineuses (fruits, noyaux et graines) en produits d'aspect engageant, de gout neutre et qui résistent à l'oxydation (**Denise, 1992**).

#### III-2- Rôle et Importance

Les huiles de pression et les huiles d'extraction sont généralement mélangées et désignées sous le terme général « huiles brutes ». La plupart des huiles brutes doivent être débarrassées des impuretés qu'elles renferment afin d'améliorer leur conservation, leur gout, leur aspect et leur digestibilité. Le but du raffinage est de préserver les substances nobles comme les antioxydants (par exemple les tocophérols) ou certaines propriétés techniques et d'éliminer les éléments mineurs indésirables qui peuvent être :

- Des constituants mineurs de l'huile, tels que les AGL, les PL, les cires, les pigments, les produits d'oxydation, etc.
- Des contaminants, tels que des traces de métaux ou de solvants, des pesticides qui peuvent provenir des pratiques culturales, de l'environnement, ou encore des conditions de stockage des graines oléagineuses (**Tableau A-3-I**) (**Bertoli et al., 2010**).

#### III-3- Procédés de raffinage

##### III-3-1- Procédé physique

Le raffinage physique, parfaitement au point dans le domaine des graisses d'origine animale et dans celui des huiles concrètes (palme, palmiste et coprah), n'est pas encore complètement maîtrisé pour tous les types d'huiles végétales fluides à cause essentiellement des aléas de qualité relatifs à la matière première. A l'opposé bien que présentant des inconvénients non négligeables tels que le cout supérieur de la technique mise en œuvre et l'émission d'un effluent très polluant (**Denise, 1992**).

En fait, le raffinage physique procède par distillation des acides gras à haute température (240 à 260°C) sous vide poussé (2 à 3 mbar) avec injection directe d'une petite quantité de vapeur, dans des équipements du type désodoriseur, équipés d'un condenseur dimensionné pour récupérer efficacement les acides gras qui distillent.

Le raffinage physique complet comporte les étapes suivantes :



- prétraitement de l'huile intégrant un dégomme efficace avec acide citrique ou phosphorique ;
- traitement aux terres décolorantes suivi d'une filtration ;
- désacidification neutralisante à haute température réalisée avec des temps de séjour que les technologies actuelles continues permettent de limiter (1 h à 2 h).

À la sortie, l'huile est refroidie et souvent inertie à l'azote avant conditionnement (**Pagès-Xatart-Parès, 2008**).

### III-3-2- Procédé chimique

Dans le raffinage chimique, les acides gras libres, la plupart des phospholipides et d'autres impuretés sont éliminées en utilisant des quantités importantes de produits chimiques (NaOH, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> ou l'acide citrique) (**Pagès- Xatart-Parès, 2008**).

Il comprend tout ou partie des opérations suivantes :

- Démucilagination ou dégomme.
- Neutralisation.
- Décoloration.
- Désodorisation.

### III-3-3- Procédé enzymatique

Il est nouvellement appliqué par rapport au deux autres. Il diffère par la non utilisation de produits chimiques mais une substance organique «l'enzyme : lecitase».

#### III-3-3-1- Dégomme enzymatique

Le dégomme enzymatique d'huile est un processus approprié pour le raffinage physique, dans lequel une phospholipase est employée pour convertir les phosphatides non hydratable en forme hydratable. Ce processus peut être divisé en quatre différentes étapes : l'ajustement des conditions optimales pour la réaction enzymatique (pH optimal avec une solution tampon de citrate et la température optimale), l'addition de la solution d'enzyme, la réaction enzymatique, la séparation du lysophosphatide (**Yang et al., 2006**).

Dans les industries les enzymes les plus utilisées sont les phospholipase A, B, C, et D (**Jiang et al., 2011**). Mais seulement deux genres d'enzymes, telles que le 10L de Lecitase (phospholipase pancréatique A 2) et Novo Lecitase (la lipase microbien A1), plus employées (**Yang et al., 2006 ; Munch, 2004**).

### III-4- Etapes du raffinage de l'huile de tournesol

#### III-4-1- démucilagination

##### ❖ Substances éliminées

Les phospholipides présents dans l'huile brute sont des substances naturelles provenant des graines végétales qu'il importe d'enlever totalement de l'huile pour qu'elle reste limpide (Cossut *et al.*, 2002).

##### ❖ Principe de l'opération

Le dégommeage consiste à hydrater rapidement ou lentement les phospholipides et les matières mucilagineuses à une certaine température dans le but de réduire leur solubilité dans l'huile et ainsi faciliter leur élimination. Un acide du type phosphorique ou citrique est avantageusement ajouté car il améliore la cinétique et permet la transformation des phospholipides non hydratables en hydratables. L'eau est utilisée à hauteur de 2 à 4 % (par rapport à l'huile), l'acide phosphorique de 0,1 à 0,3 % d'une solution à 85 % et l'acide citrique de 0,1 à 1 % d'une solution à 30 % (Figure A-3-1) (Pagès-Xatart-Parès, 2008).

#### III-4-2- Neutralisation

##### ❖ Substances éliminées

Les huiles prétraitées sont à cette étape débarrassées de leurs acides gras libres par saponification. Outre la neutralisation des acides gras libres contenus dans l'huile, ce traitement à la soude élimine les phospholipides, certains résidus indésirables (certains composés phytosanitaires, des traces de composés protidiques, de métaux) et réduit la couleur de l'huile par destruction partielle des pigments.

##### ❖ Principe de l'opération

L'huile provenant de la démucilagination est chauffée à 90°C et reçoit de la soude. La réaction de neutralisation est de la forme :



L'huile est ensuite centrifugée. Les savons obtenus, appelés pâtes de neutralisation contiennent les acides gras, les mucilages, diverses impuretés et de l'huile neutre entraînée sous forme d'émulsion. Les pâtes, contenant les acides gras libres, des phospholipides et de l'huile pour l'essentiel, sont diluées et traitées à l'acide sulfurique. Après lavage à l'eau, de l'huile peu acide est récupérée ainsi que les acides gras libres (Allain *et al.*, 1999).

### III-4-3- Lavage

#### ❖ Substances éliminées

Cette opération permet d'éliminer les savons et l'excès de soude, ainsi que les dernières traces de métaux, de PL et d'autres impuretés. L'élimination des savons doit être la plus complète possible afin de ne pas diminuer le pouvoir décolorant des terres de décoloration. La teneur en savons de l'huile neutralisée ne doit pas dépasser 1200mg/kg. Elle se situe en général entre 700 et 1200 mg/kg.

#### ❖ Principe de l'opération

Après centrifugation ou décantation, l'huile neutralisée est lavée à l'eau chaude déminéralisée (10% en volume, 90°C). Le lavage est plus efficace lorsqu'il est effectué en deux étapes, principalement pour des raisons physiques (coefficient de partage). Une huile bien lavée contient moins de 30mg de savons par kg d'huile, 50mg/kg étant la limite (Bertoli et *al.*, 2010).

### III-4-4- Séchage

#### ❖ Substances éliminées

Cette opération vise à éliminer l'humidité présente dans l'huile lavée avant la décoloration qui peut provoquer un colmatage rapide des filtres surtout en présence de savon.

#### ❖ Principe de l'opération

L'huile neutralisée sortant du lavage à une température de l'ordre de 90°C est pulvérisée dans une tour vertical maintenue sous une pression de 30 à 60 bars. La vapeur aspirée par le vide passe par un séparateur de gouttelettes pour récupérer les acides gras à faible poids moléculaire. (Denise, 1992)

### III-4-5- Décoloration

#### ❖ Substances éliminées

La décoloration a pour but d'éliminer les traces de métaux qui proviennent du sol, les stérols ainsi que les matières colorantes naturelles indésirables (Bovay ,2009)

#### ❖ Principe de l'opération

Cette opération fait intervenir un phénomène physique : l'adsorption sur des terres décolorantes, du charbon actif, des silices spéciales ou des combinaisons de ces substances. Les terres naturelles, ou terres à foulon, sont employées telles quelles car elles possèdent un pouvoir décolorant naturel. Ce sont des argiles "plastiques". Mais ces terres sont peu actives et ne sont pas activables. Leur emploi est donc limité aux huiles très faciles à décolorer. Les terres activées, en général, ne possèdent aucun pouvoir décolorant à l'état naturel. Ce sont des

argiles "plastiques" de type montmorillonite. Leur activité est très bonne vis à vis des  $\beta$ -carotènes, des chlorophylles, des aldéhydes et des cétones, et même des aflatoxines (Kartika, 2005).

#### III-4-6- Filtration

L'enlèvement total de la terre décolorante de l'huile par filtration est très important car le résidu d'argile agit en tant que pro-oxydant puissant et salit le matériel à l'aval. Certaines raffineries utilisent toujours le plateau ancien et les cadres de filtres à presse qui sont des équipements très efficaces. Cependant, un équipement de filtration plus moderne est disponible sur le marché. L'huile décolorée doit être protégée contre les excès thermiques et l'oxydation étant donné que l'huile à ce niveau du processus de raffinage est dans son état le moins stable (éviter tout contact avec l'air ambiant à une température au-dessus de 65°C) (Mustapha et Stauffer, 2002).

#### III-4-7-Décirage

##### ❖ Substances éliminées

Certaines huiles, telles l'huile de tournesol, contient une faible quantité de cires, esters d'alcools et d'acides gras à longues chaînes. Ces cires à haute température de fusion tendent à cristalliser lentement dans l'huile à la température ambiante et entraînent un aspect visuel trouble jugé peu engageant par le consommateur qui souhaite une huile d'aspect limpide et brillant. Ces cires n'ont aucune toxicité mais il convient de les éliminer de l'huile (Pagès-Xatart-Parès, 2008).

##### ❖ Principe de l'opération

Le but de cette étape du raffinage est d'éliminer de l'huile ces cires par cristallisation puis séparation. Deux techniques de séparation sont industriellement appliquées : la filtration et la centrifugation. Un refroidissement de l'huile aux environs de 5°C est nécessaire pour assurer la cristallisation complète des cires (Cossut et al., 2002).

#### III-4-8-Désodorisation

##### ❖ Substances éliminées

Pendant l'extraction ou le stockage, des substances odorantes, principalement des produits d'oxydation comme les aldéhydes et les cétones, peuvent se former durant un éventuel stockage. Leur présence peut se détecter par l'odorat à des concentrations inférieures à 1 ppm, il faut donc les éliminer avant présentation de l'huile au consommateur (Allain et al., 1999).

### ❖ Principe de l'opération

La désodorisation, dernière étape du raffinage, consiste à injecter sous vide, de la vapeur d'eau dans l'huile portée à des températures comprises entre 180 et 240°C. Il s'agit donc au cours de cette opération de maîtriser et limiter la formation d'acides gras isomères *trans*. Les paramètres qui conditionnent l'efficacité de la désodorisation sont la température et la durée de l'opération (**Figure A-3-2**) (**Chardigny et al., 2008**).

## III-5- Raffinage chimique de l'huile de tournesol effectué au niveau de cevital

### III-5-1- Démucilagination et neutralisation (à froid)

L'huile brute est d'abord filtrée pour éviter le passage des impuretés solides puis pompée vers le mélangeur 1 à une température de 37°C environ. On ajoute de l'acide phosphorique ( $H_3PO_4$ ). Le mélange obtenu est bien malaxé dans un réacteur pendant 20 à 30 mn pour que l'acide phosphorique rentre en réaction avec les phospholipides non hydratables et les convertit en phospholipides hydratables éliminés aisément avec l'eau. Les phospholipides non hydratables ont tendance à se lier à des métaux comme  $Fe^{+2}$ ,  $Mg^{+2}$  et  $Ca^{+2}$ , l'acide phosphorique attaque cette liaison et la remplace avec un hydrogène ce qui nous donne un phospholipide hydratable facilement éliminé avec l'eau.

L'huile ensuite subit un refroidissement entre 8 et 10°C par un échangeur avant d'être neutralisée avec une solution de la soude (NaOH). Le mélange passera dans des cristalliseurs qui se remplissent par débordement dont la température est diminuée respectivement de 10°C à 4°C pendant 6 à 8 h dans le but de faire cristalliser les cires puis un préchauffage de 16 à 18°C. Enfin, le mélange subit une séparation de l'huile (phase légère) des pâtes de neutralisation (phase lourde) par centrifugation. La phase lourde est envoyée vers les bacs des pâtes puis vers la section décomposition pour la récupération des huiles acides et déterminer les pertes en huile (**Figure A-3-3**) (**Anonyme, 2011**).

### III-5-2- Lavage et séchage

L'huile séparée des pâtes va subir un lavage pour éliminer les traces de savon et d'autres impuretés restantes. L'huile est d'abord chauffée à 90°C avant de recevoir une injection d'eau et d'acide citrique (pour séparer les savons de l'huile). Après un bref mélange l'huile passe dans un séparateur pour la débarrasser des eaux de lavage. Ensuite dans un sécheur pour éliminer l'humidité. Le séchage est effectué sous vide (62-65 mbar) et à une température de 90°C à 100°C. Les eaux de lavage sont envoyées vers la section d'épuration après avoir récupéré une quantité d'huile entraînée (**Figure A-3-4**) (**Anonyme, 2011**).

### **III-5-3-Décoloration**

L'huile subit d'abord un premier chauffage à 100°C puis une injection d'acide citrique. Le mélange est mis en contact avec de la terre décolorante (son caractère spécifique est d'attirer les pigments colorés et les fixer par adsorption).

Dans un réacteur de décoloration où il est maintenu à une pression de 4 à 5 mbar et une température de 105°C pour volatiliser les pigments, le mélange d'huile et la terre décolorante passe dans les filtres Niagara qui fonctionnent par alternance. Pour une élimination plus complète de la terre décolorante, l'huile obtenue passe dans un bac intermédiaire pour subir d'autres filtrations à l'aide des filtres dits à criquettes puis des filtres à poches (**Figure A-3-5**) (**Anonyme, 2011**).

### **III-5-4-Désodorisation**

L'huile est envoyée vers la colonne de désodorisation qui est séparée en deux parties, la désodorisation à basse température 105°C en haut, et à haute température de 245 à 250°C et à haute pression en bas, les deux parties sont séparées de l'une de l'autre. Les acides gras libres sont récupérés en haut et en bas de la colonne par condensation.

L'élimination des composés volatils (aldéhydes, cétones) par distillation à haute pression, l'humidité aussi est éliminée par évaporation et absence de l'air (sous vide). L'huile sortante subit des filtrations à travers des filtres polymères puis des filtres à criquette et enfin filtre à poche à la fin l'huile est refroidie en la passant par deux échangeurs. L'huile passera dans les bacs de stockage où on ajoute une couche d'azote pour protéger l'huile de l'oxydation (**Figure A-3-6**) (**Anonyme, 2011**).

### **III-5-5- Le Conditionnement**

C'est la mise sous emballage des huiles afin d'assurer leur conservation et leur transfert depuis le lieu de fabrication jusqu'aux consommateurs.

**a) Fabrication des préformes :** Cette opération se fait au niveau de l'atelier Husky contenant trois presses à injection (1, 2, et 5 litres). La graine PET est séchée, fondue sous forme de pâte puis injectée dans des moules pour former des préformes.

**b) Soufflage :** L'atelier de soufflage comprend quatre souffleuses de bouteilles alimentaires avec préformes fabriquées au niveau de l'atelier Husky. Les préformes seront chauffées dans un four à infrarouge à une température programmée et soufflée à 40 Bar à l'intérieur du moule, après les bouteilles passent sur le convoyeur Rafale qui les convoie à son tour avec de l'air comprimé vers les remplisseurs.

**c) Remplissage :** Les bouteilles sont remplies à l'aide de bec puis elles sont bouchonnées. Les bouteilles doivent porter une étiquette où sont mentionnées les informations suivantes : le nom du produit, la composition, l'additif ajouté, conseils d'utilisation, la date de fabrication et le nom du fabricant (CEVITAL spa) et l'adresse.

**d) Fardeuse :** Les bouteilles sont enveloppées avec du film Cellophane thermo rétractable puis passent dans le four de la fardeuse pour former les fardeaux.

### III-6-Avantages et inconvénients

#### Les avantages

- Permet de raffiner les huiles même si elles subissent un début de dégradation.
- Effet décolorant de la neutralisation à la soude, ce qui facilite la décoloration et la désodorisation ainsi une consommation moins de terre décolorante.
- Récupération de l'huile acide à partir de la distillation des pâtes neutralisées.

#### Les inconvénients

- Provoque des pertes importantes par entraînement d'huile neutre dans les soaps stocks.
- Une quantité de soude caustique excessive peut causer une saponification et des pertes d'huile supplémentaires
- Le procédé chimique utilise d'importantes quantités de produits chimiques agressives qui peuvent avoir un impact négatif sur l'environnement.
- Les eaux de lavages entraînent une quantité notable d'huile neutralisation.

(Bertoli et al., 2010)

### III-7- Traitement des coproduits générés à partir du raffinage

Le raffinage des corps gras génère divers coproduits dont la gestion s'avère de plus en plus cruciale : pâtes de neutralisation issues du raffinage chimique, terres décolorantes usagées, gommes ou mucilages, graisses d'effluents aqueux, acides gras du raffinage physique, condensats de désodorisation sont les principaux sous-produits. Leurs potentialités de valorisation matière et/ou énergétique font régulièrement l'objet d'études. La valorisation matière est privilégiée mais difficile à pratiquer. À défaut, la valorisation énergétique devient une voie intéressante en raison du coût croissant du pétrole (Pagès-Xatart-Parès, 2008).

#### Les pâtes de neutralisation

La neutralisation des huiles par la soude conduit à la formation d'une phase aqueuse émulsionnée dite pâte de neutralisation, qui peut être séparée de l'huile par centrifugation, mais avec une perte significative d'huile. Outre les savons formés par la neutralisation des acides gras libres de l'huile brute, les soaps stocks contiennent, pour l'essentiel, des

phospholipides et de l'huile brute entraînée. Après dilution, ils sont traités à l'acide, ce qui provoque la transformation des savons en acides gras (**Denise, 1992 ; Kartika, 2005**).

#### **Les eaux de lavage**

Les eaux provenant de lavage sont dégraissées par décantation dans des florentins ou par centrifugation. Elles sont ensuite réunies avec les eaux émises par l'atelier de traitement des pâtes de neutralisation. Comme ces eaux sont très acides, elles décomposent les savons dissous dans les eaux de lavage libérant ainsi de la matière grasse qui peut être facilement récupérée à l'aide d'un flottateur.

Après ce premier dégraissage, l'effluent doit au moins être soumis à un prétraitement avant d'être envoyé à l'égout. Ce prétraitement consiste à une neutralisation à la soude ou si non à la chaux. Dans ce cas il faut investir dans une installation coûteuse (**Denise, 1992**).

#### **La terre décolorante**

Le traitement des terres utilisées est une opération importante liée à la protection de l'environnement. Lorsque la récupération de l'huile par solvant n'a pas été prévu dans le procédé, il n'existe que peu de moyens pour se débarrasser des terres usées : traitement par solutions alcalines ne permettent qu'une récupération très partielle d'une huile de mauvaise qualité qui est tout juste bonne à être mélangée aux huiles acides

La terre ainsi traitée contient encore trop de matière grasse (10 à 20%). Il est possible, bien que cela pose de nombreux problèmes, d'incinérer les terres usées avec récupération de l'énergie produite (**Denise, 1992**).

#### **Coproduits de la désodorisation**

L'huile récupérée dans les condensateurs de vapeur présente généralement une acidité de 25 à 60%. Elle est mélangée aux huiles acides à moins qu'elle ne soit isolée pour être traitée ultérieurement en vue d'y récupérer les stérols. L'huile entraînée dans les condensateurs barométrique n'est pas récupérée pour la valeur marchande qu'elle représente, mais pour éviter d'envoyer à l'égout une eau chargée de matière grasse. Il suffit pour cela de placer entre les condensateurs et le rejet des eaux usées un décanteur de dimension adaptée (**Denise, 1992**).



## *Partie Pratique*

## *Chapitre IV*

### IV-1- Echantillonnage

Au cours de notre étude, nous avons suivi les différentes analyses physico-chimiques de l'huile de tournesol lors des étapes du raffinage, de l'huile brute à l'huile finie effectuées au niveau de laboratoire de raffinerie des huiles de « CEVITAL ».

L'échantillonnage consiste à faire des prélèvements d'échantillons d'huile régulièrement durant toutes les étapes, le premier prélèvement d'échantillon se fait sur l'huile brute à partir des cuves à l'intérieure du navire par contre les autres prélèvements sont effectués à la sortie du :

- Bac de neutralisation
- Séparateur.
- Laveur
- Réacteur de décoloration
- Réacteur de désodorisation

Ainsi que sur : - la pâte de neutralisation (soap stock), les eaux de lavage, l'huile acide, les gâteaux de filtration et sur les produits finis.

Afin de pouvoir déterminer les paramètres physico-chimiques de cette huile, on a réalisé un prélèvement de trois échantillons au niveau des étapes précitées pendant 20 jours (du 29/04 /2012 au 18/05/2012). Le tableau ci-dessous résume les points de prélèvements et toutes les analyses physico-chimiques opérées sur l'huile de tournesol.

**Tableau V** : Les analyses physico-chimiques effectuées aux différentes étapes du raffinage.

Les étapes	Type d'analyses	Point de prélèvement
Huile brute	Acidité, indice d'iode, indice de peroxyde, indice de saponification, impuretés, humidité, teneur en phosphore, densité, insaponifiable, indice de réfraction, cires, couleur. Chlorophylle.	Sortie de la pompe P1
Huile au niveau du mélangeur M2	PH, traces de savons.	Sortie du mélangeur
Huile au niveau du séparateur S1, S2.	Acidité, traces de savons.	Sortie du séparateur
Huile au niveau du laveur S5	Acidité, traces de savons.	Sortie du laveur
Huile séchée	Acidité, humidité, phosphore et chlorophylle.	Sortie du sécheur
Huile décolorée	Acidité, traces de savons, humidité, Impuretés, couleur, phosphore et chlorophylle.	Sortie de la décoloration

Huile désodorisée	Aspect, acidité, couleur, indice de peroxyde, humidité, impuretés, cires	Sortie de la désodorisation
Huile finie	Acidité, couleur, indice de peroxyde, humidité, impuretés, densité, chlorophylle.	

## IV-2-Analyses physico-chimiques effectuées sur l'huile de tournesol

### IV-2-1-Analyses physiques

#### IV-2-1-1-Détermination de la densité

##### ✓ Définition

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 T°C par la masse de même volume à 20°C.

##### ✓ Principe

La densité des huiles est en fonction de l'instauration et aussi de l'état d'oxydation, 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. Pour déterminer le poids d'un volume connu, il est nécessaire de procéder à le mesurer avec un densimètre à une température parfaitement déterminée.

##### ✓ Mode opératoire

Mettre environ 200 ml de l'huile à analyser dans une éprouvette de 250 ml. Tremper le densimètre avec thermomètre dans l'éprouvette et attendre qu'il se stabilise, lire directement la valeur de la densité et de la température sur le densimètre et le thermomètre respectivement.

##### ✓ Expression des résultats

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

Avec

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

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

$T_1$  : température lue sur le thermomètre en °C.

$T_2$  : température à 20°C.

**IV-2-1-2- Détermination de la couleur (ISO 15305, 1998).****✓ Définition**

La couleur joue un rôle dans la détermination de la qualité d'une huile, d'un aliment. 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 est effectuée par un calorimètre LOVIBOND constitué de deux séries de verre coloré : jaune et rouge, la couleur de l'huile est comparée à une couleur obtenue grâce à la superposition de ces deux verres colorés (**Mordert, 1992**).

**✓ Mode opératoire**

On verse l'huile à analyser dans une cellule en verre de (1 pouce pour l'huile brute et ¼ pour celle désodorisée) puis on détermine la couleur de l'échantillon par une meilleure comparaison possible 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, 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 nécessaire pour l'obtention de la couleur correspondante.

**IV-2-1-3- Détermination de l'humidité (ISO 662, 1998).****✓ Définition**

C'est la perte en masse subie par l'échantillon après chauffage à  $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  exprimée en pourcentage pendant 2 heures.

**✓ Principe**

La teneur en eau est déterminée par la perte du poids de l'échantillon chauffé à  $103^{\circ}\text{C}$  environ, pendant un temps suffisamment court pour éviter l'oxydation. Mais suffisamment lente pour permettre l'élimination totale de l'humidité et des matières volatiles.

**✓ Mode opératoire**

Peser 5g d'huile dans un bécher préalablement séché à l'étuve, refroidir dans un dessiccateur et tarer. Introduire le bécher contenant l'huile dans l'étuve réglée à  $103^{\circ}\text{C}$  pendant 2 heures, peser après refroidissement jusqu'à poids constant.

✓ **Expression des résultats**

$$\text{Humidité \%} = (M_1 - M_2) * 100 / (M_1 - M_0)$$

$M_1$  : Poids du bécher et de la prise d'essai avant chauffage en g.

$M_2$  : Poids du bécher et de la prise d'essai après chauffage en g.

$M_0$  : Poids du bécher vide en g.

**IV-2-1-4- Détermination des impuretés (ISO 663, 2007).**✓ **Définition**

C'est tout corps étranger organique ou non se trouvant dans l'échantillon à analyser. Ils ne correspondent pas ni aux glycérides, ni aux acides gras ni même aux insaponifiables.

✓ **Principe**

La détermination des imputés de l'huile se base sur le traitement du produit par un excès de solvant puis filtration de la solution, lavage du résidu avec le même solvant et séchage à  $103 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$  jusqu'à l'obtention d'une masse constante.

✓ **Mode opératoire**

Dans une fiole de 250 ml peser environ 20 g d'huile, ajouter à la prise d'essai 200 ml d'hexane ; boucher, agiter. Laisser au repos à une température voisine de  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  pendant environ 30 min à 1 heure, verser le contenu de la fiole sur un papier filtre et laver le avec 50ml d'hexane, à la fin sécher à  $103^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$  laisser refroidir dans un dessiccateur, et peser le filtre en papier sans cendres contenu dans le vase à peser, filtrer le contenu de la fiole à travers ce filtre.

✓ **Expression des Résultats**

$$\text{Impureté \%} = (M_2 - M_1) * 100 / M_0.$$

$M_0$  : masse de la prise d'essai en g.

$M_1$  : masse du papier filtre séché en g.

$M_2$  : masse du papier filtre et impuretés.

**IV-2-1-5- Détermination des cires (AOCS, 1997).**✓ **Définition**

Cette méthode détermine la quantité des cires par précipitation de cette dernière dans une solution d'acétate et ceci à basse température.

**✓ Principe**

Il consiste à cristalliser les cires par refroidissement à basses températures (2°C à 3°C).

**✓ Mode opératoire**

Peser 100 g d'huile les dissoudre dans 500 ml d'acétone puis mettre la solution dans un réfrigérateur à 0 – 5°C pendant 24h, le creuset plus la célite lavée avec l'acétone est séchée puis pesée jusqu'au poids constant. L'huile plus l'acétone sont filtrés dans le creuset déjà pesé, laver le creuset avec 50ml d'acétone froide (0-5°C) puis le creuset et les cires sont séchés à 50°C pendant 24 heures.

**✓ Expression des résultats**

$$\text{Cires \%} = (\text{quantité de cire} / \text{prise d'essai}) \times 100$$

**🌈 Test à froid « cold test à 0°C » (l'huile désodorisée)**

Mettre dans un bécher une quantité d'huile désodorisée et la maintenir pendant 3 à 6 heures à une basse température. La présence des cires se caractérise par l'apparition d'un trouble.

**✓ Expression des résultats**

L'absence des cires donne l'aspect clair et limpide à l'huile finie.

**IV-2-1-6- Détermination de l'indice de réfraction (ISO 6320, 2000).****✓ Définition**

On entend par indice de réfraction d'une huile le rapport entre la vitesse d'une lumière de longueur d'onde déterminée dans l'air et la vitesse de cette même lumière dans l'huile. Cet indice croît avec le degré d'insaturation des acides gras contenus dans la matière grasse (Adrian et al., 1998)

**✓ Principe**

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

**✓ Mode opératoire**

Disposer quelques gouttes d'huile à analyser entre les prismes 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

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

$T' = 40^\circ\text{C}$ .

$T$  : température de l'échantillon pendant l'analyse.

$N_D^t$  : indice de réfraction à la température  $T$ .

**0,00035** : la variation de l'indice de réfraction des triglycérides par degré au voisinage de  $40^\circ\text{C}$ .

## IV-2-2-Analyses chimiques

## IV-2-2-1- Acidité (FFA) (ISO 660, 1996).

## ✓ Principe

Le degré d'acidité concerne le pourcentage d'acides gras libres que l'on trouve dans l'huile par rapport à l'acide oléique (par exemple  $0.5^\circ$  d'acidité maximum = 0.5% maximum d'acides gras libres par rapport à l'acide oléique) (Cossut et al., 2002).

## ✓ Mode opératoire

Peser 10g de l'huile dans un erlenmeyer, additionner de 75 à 100 ml d'alcool neutralisé (éthanol + NAOH + phénolphaléine).

Chauffer le mélange pour dissoudre la matière grasse, puis titrer avec la solution de NAOH (0.1N) jusqu'à l'apparition d'une couleur rose persistante et noter la chute de burette.

## ✓ Expression des résultats

$$\text{Acidité \%} = (N \cdot V \cdot \text{Eq}) / P \cdot 10 = 0.282 V_{\text{NAOH}}$$

**Avec**

$N$  : Normalité de NAOH (0.1N).

$V$  : Volume de NAOH.

$\text{Eq}$  : équivalent gramme de l'acide oléique qui est 282g.

$P$  : prise d'essai en gramme.

## IV-2-2-2- Trace de savon (AOCS, 1989).

## ✓ Mode opératoire

Prendre 48.5 ml d'acétone et 1.5 ml d'eau distillée dans une éprouvette, puis ajouter quelques gouttes de bromophénol et une goutte de la soude (NAOH) puis titrer avec HCL acétonique jusqu'à l'apparition de la couleur jaune.

Ajouter 10 g d'huile, puis verser le tout dans l'ampoule pour décanter.



Laisser décanter quelques secondes jusqu'à ce que l'émulsion se sépare en deux couches, après en éliminer la couche inférieure.

Titrer par le HCL acétonique 0.01 N la couche supérieure (colorée en bleu) jusqu'à l'apparition de la couleur jaune.

✓ **Expression des résultats**

$$\text{Trace de savon} = [(N \times V \times 30.4)/P] \times 1000 = V \times 304$$

**Avec**

**N** : Normalité de HCL.

**V** : Volume en ml de HCL.

**30.4** : Stéarate de sodium.

**P** : prise d'essai en g.

**IV-2-2-3- Indice d'iode (ISO 3961, 1996).**

✓ **Principe**

C'est le nombre de grammes d'iode fixé par 100 g de corps gras. Il est déterminé suivant la norme NF ISO 3961. En présence d'un large excès d'halogénure d'iode, l'iode est fixé sur les doubles liaisons en une heure (Ollé, 2002).

✓ **Mode opératoire**

5g d'huile préalablement lavés et séchés, ont été dissouts dans 15 ml de tétrachlorure de carbone, puis additionnés de 25 ml de réactif de Wijs (solvant organique). Après agitation et conservation à l'obscurité pendant une heure, 20 ml d'iode de potassium à 10% et 150 ml d'eau ont été ajoutés. L'iode libéré a été titré avec une solution de thiosulfate de sodium à 0.1N en présence de quelques gouttes d'empois d'amidon. En parallèle un essai à blanc dans les mêmes conditions a été réalisé.

✓ **Expression des résultats**

$$Li = N (V_0 - V) \times 12.69$$

**Avec :**

**Li** : indice d'iode.

**V<sub>0</sub>** : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc en ml.

**V** : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour titrer l'excès d'iode en ml.

**N** : normalité de thiosulfate de sodium.

**12.69** : masse d'iode correspondant à 1 ml de thiosulfate de sodium pour 100g de corps gras.

**IV-2-2-4- Indice de saponification (ISO 3657, 2002).**✓ **Principe**

L'indice de saponification représente la quantité de potasse, exprimée en mg, nécessaire pour saponifier 1g de matière grasse. Il rend compte de la longueur moyenne de la chaîne des acides gras constitutifs de l'extrait puisque sa valeur est d'autant plus élevée que les acides gras sont de plus faibles poids moléculaire (beurre, huile de palme) (**Adrian et al., 1998**).

✓ **Mode opératoire**

2g d'huile ont été pesés et additionnés de 25 ml de potasse alcoolique (KOH) à 0.5N. Le mélange est laissé se saponifier pendant une heure à froid puis titré avec une solution d'HCL à 0.5N en présence de quelques gouttes de phénolphtaléine. Parallèlement, un essai à blanc sans échantillon a été effectué.

✓ **Expression des résultats**

$$I_s \text{ (mg/g)} = N \times Eq \times (V_0 - V_1) / P$$

Avec :

**I<sub>s</sub>** : indice de saponification exprimée en milligramme par gramme.

**V<sub>0</sub>** : volume d'HCL pour l'essai à blanc en ml.

**V<sub>1</sub>** : volume d'HCL pour l'échantillon pris en ml.

**P** : prise d'essai en gramme.

**IV-2-2-5- Indice de peroxyde (ISO 3960, 2007).**✓ **Définition**

L'indice de peroxyde est le nombre de microgrammes d'oxygène actif contenus dans un gramme de corps gras et susceptibles d'oxyder l'iodure de potassium (**Ollé, 2002**).

✓ **Principe**

Le peroxyde est une mesure de ces substances dans un échantillon, exprime en termes de milliéquivalents de l'oxygène actif par kilogramme qui oxydent l'iodure de potassium à l'essai de conditions (**Rohani Binti, 2006**). Un mélange d'acide acétique de pétrole –et de chloroforme a été réparti pour réagir avec une solution d'iodure de potassium à l'obscurité; l'iode libre a été alors titré avec la solution de thiosulfate sodium (**Pardo et al., 2007**).

✓ **Mode opératoire**

Peser 5g d'huile à 0.01g près dans un erlenmeyer, ajouter 12 ml de chloroforme et 18 ml d'acide acétique puis incorporer à cette solution 1 ml d'iodure de potassium (KI). Agiter la solution et mettre à l'abri de la lumière pendant une minute puis ajouter 75 ml d'eau distillée et agiter vigoureusement en présence d'empois d'amidon. Titrer avec le thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) à 0.01 N et parallèlement effectuer un essai à blanc (sans huile) jusqu'à décoloration totale de la solution.

✓ **Expression des résultats**

$$I_p = [(V_1 - V_0) \times N] / P \times 1000$$

Avec

**I<sub>p</sub>** : Indice de peroxyde exprimé en milliéquivalent gramme par kilogramme.

**V<sub>0</sub>** : Volume de la solution de thiosulfate de sodium pour l'essai à blanc en ml.

**V<sub>1</sub>** : Volume de thiosulfate de sodium utilisé en ml.

**N** : Normalité de la solution de thiosulfate de sodium 0.01 N.

**IV-2-2-6- Détermination de la chlorophylle (AOCS, 1989).**✓ **Mode opératoire**

Une cuve en quartz d'huile a été remplie et chauffée au voisinage de 30°C pendant quelques secondes à une minute. L'absorbance de l'huile par rapport au tétrachlorure de carbone dans la cuve témoin a été lue à différentes longueurs 630, 670 et 710  $\mu\text{m}$ . (Spectrophotomètre).

✓ **Expression des résultats**

Les chlorophylles en partie par million (ppm) sont données par la relation suivante :

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

Avec :

**A** : l'absorbance à la longueur d'onde indiquée.

**L** : la longueur de cuve en centimètre.

**IV-2-2-7- Dosage du phosphore (AOCS, 1992).**✓ **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 technique de la chimie minérale. Dosage colorimétrique du phospho-molybdate (colorimétrie bleue) c'est

la méthode la plus sensible qui convient particulièrement bien au dosage de phosphore dans les huiles raffinées.

✓ **Mode opératoire**

Peser 3.1394 g d'huile dans une capsule ajouter 0.5 g d'oxyde de zinc. Calciner à 600°C/1h, puis refroidir.

Dans une éprouvette en prépare une solution (50/50), 5 ml d'eau distillée et 5 ml d'HCL concentré et en la verse dans le creuset et on met sur la plaque chauffante jusqu'à ébullition.

Filtration dans une fiole de 100 ml.

Ajouter quelque ml de KOH à 50 ml pour former un précipité blanc KCL.

Avec HCL concentré en élimine le précipité blanc après ajuster jusqu'au trait de jauge.

A partir de la solution préparée en prélève 10 ml dans une fiole de 50 ml.

Ajouter 8 ml de sulfate d'hydrazine + 2 ml de molybdate de sodium (indicateur coloré), compléter au trait de jauge avec l'eau distillée.

Mettre à ébullition dans un Becher placé sur une plaque chauffante.

Lire l'absorbance à 650 nm à l'aide d'un spectrophotomètre ainsi que la solution à blanc.

✓ **Courbe d'étalonnage**

Tracer la courbe d'étalonnage de la teneur en phosphore à l'aide d'une solution mère (1,0967 g de potassium ou de sodium d'hydrogène 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 c'est la solution fille, cette solution est à 0,01 mg de phosphore par ml (**Figure A-5-1**).

✓ **Préparation des solutions standards**

Pipeter 1, 2, 4, 6, 8, 10 ml de la solution fille 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, laisser refroidir, lire l'absorption à 600nm et tracer la courbe.

✓ **Expression des résultats**

$$\text{Teneur en phosphore (\%)} = (A-B).K/(P.V.L)$$

**Avec**

**A** : Absorption de l'échantillon.

**B** : Absorption du blanc.

**P** : Prise d'essai.

V : Volume d'échantillon.

L : Epaisseur des cuves (L = 1 cm).

#### IV-2-2-8- Détermination des pertes d'huile

D'autres analyses sur les pertes d'huile de tournesol afin d'évaluer le rendement et récupérer des quantités d'huile considérables pour diverses utilisations ont été effectuées au cours du procédé chimique à différentes étapes :

##### IV-2-2-8-1- Pâtes de neutralisation

Elle nous permet de déterminer les pertes d'huile au cours de la neutralisation de l'huile brute.

##### ✓ Principe

Consiste à décomposer la pâte de neutralisation avec  $H_2SO_4$  à 20 % en deux phases : aqueuse (mucilage) et organique (huile acide) puis récupérer l'huile acide afin de le titrer avec NaOH à 1N.

##### ✓ Mode opératoire

Prendre 150 ml d'eau distillée chaude qu'on met dans un erlenmeyer ajouter 60 g de pâte de neutralisation, mélanger et chauffer jusqu'à obtention d'une solution aqueuse et moussante, ajouter de l'alcool et quelques gouttes de méthyle orange et de l'acide sulfurique  $H_2SO_4$  à 20 % et on aura une coloration rouge. Sur une plaque chauffante munie d'une agitation, chauffer la solution jusqu'à ébullition et verser le mélange dans une ampoule à décantation et séparer l'huile acide des mucilages puis laver avec une eau salée chaude (décantation rapide), laver plusieurs fois jusqu'à obtention d'une couleur presque transparente. Prendre 2 échantillons on leur fait subir une centrifugation pendant 5 minutes. On récupère l'huile dans les tubes puis on détermine son acidité en pesant 10 g d'huile récupérée additionnée d'alcool et quelques gouttes de phénolphthaléine après chauffage, on titre avec NaOH à 1N.

##### ✓ Expression des résultats

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

$$\text{Acidité \%} = [(M \times N \times V)/P] \times 100$$

Avec

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

N : Normalité de NaOH à 0.1N.

P : Poids de la prise d'essai.

V : Volume de NaOH utilisé pour le titrage.

#### IV-3-2-8-2- L'eau de lavage

##### ✓ Principe

Les eaux de lavage (surtout celles du premier) entraînent une quantité notable d'huile neutre. Des échantillons d'eau de lavage doivent être prélevés régulièrement pour un contrôle visuel de la quantité de matière grasse entraînée (après décantation naturelle, ou mieux, après centrifugation) (Denise, 1992).

##### ✓ Mode opératoire

Verser un volume d'eau de lavage, dans une éprouvette de 100 ml, ajouter quelques gouttes d'acide sulfurique qui favorise la séparation des deux phases et casser les émulsions, après lire les volumes de chacune d'elle.

##### ✓ Expression des résultats

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

Avec

**Perte en MG (%) :** Perte en matière grasse en pourcentage.

**V<sub>MG</sub> :** Volume en ml de la matière grasse.

**V<sub>Total</sub> :** Volume en ml d'eau de lavage.

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

## *Chapitre V*

## V- Résultats et discussion

Les résultats obtenus sont discutés par rapport aux normes auxquelles l'entreprise fait référence (ISO et AOCS).

### V-1-Analyses physico-chimiques de l'huile de Tournesol

#### V-1-1-Huile brute

- Les résultats des analyses physico-chimiques (Acidité, Indice de peroxyde, Impuretés insolubles, Humidité, Couleur, Densité, Indice de réfraction, Indice d'iode, Indice de saponification, insaponifiables, Phosphore, Cires, Odeur et Saveur) des huiles brutes de tournesol sont représentés dans le **tableau A-6-I**. Ces valeurs montrent une conformité, laissant supposer que le traitement des graines de tournesol ainsi que l'opération d'extraction de l'huile, sont réalisés dans de conditions adéquates. Ces résultats révèlent aussi l'absence d'altération au cours du stockage et du transport de la matière première.
- L'analyse de l'huile brute, permet de déterminer les paramètres du raffinage à fixer pour avoir une huile stable et de bonne qualité.

#### V-1-2- Huile neutralisée, lavée, séchée, décolorée et désodorisée.

Les résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile de tournesol au cours du raffinage sont montrés dans le **tableau A-6-II**.

#### V-1-3- Huile Conditionnée « Fleurial »

Les résultats d'analyses physico-chimiques (acidité, couleur, humidité...) de produit fini « Fleurial » sont représentés dans le **tableau A-6-III**.

#### V-I-4 - Les pertes en l'huile.

- Les résultats des pertes d'huile dans les eaux de lavage et les pâtes de neutralisation montrés dans le **tableau A-6-IV** présentent une conformité vis à vis de la norme de l'entreprise.
- Les pertes d'huile entraînées dans les eaux de lavage sont très minimales et négligeables montrant l'efficacité de l'opération du traitement de lavage
- L'acidité des pâtes de neutralisation, est inférieure à 50 %, ce qui explique l'entraînement d'huile neutre en quantités importantes, ceci est vraisemblablement dû à la richesse de l'huile de tournesol en cires, ils doivent être éliminés par cristallisation. Nous avons constaté que plus l'acidité est faible plus l'entraînement d'huile est élevé.

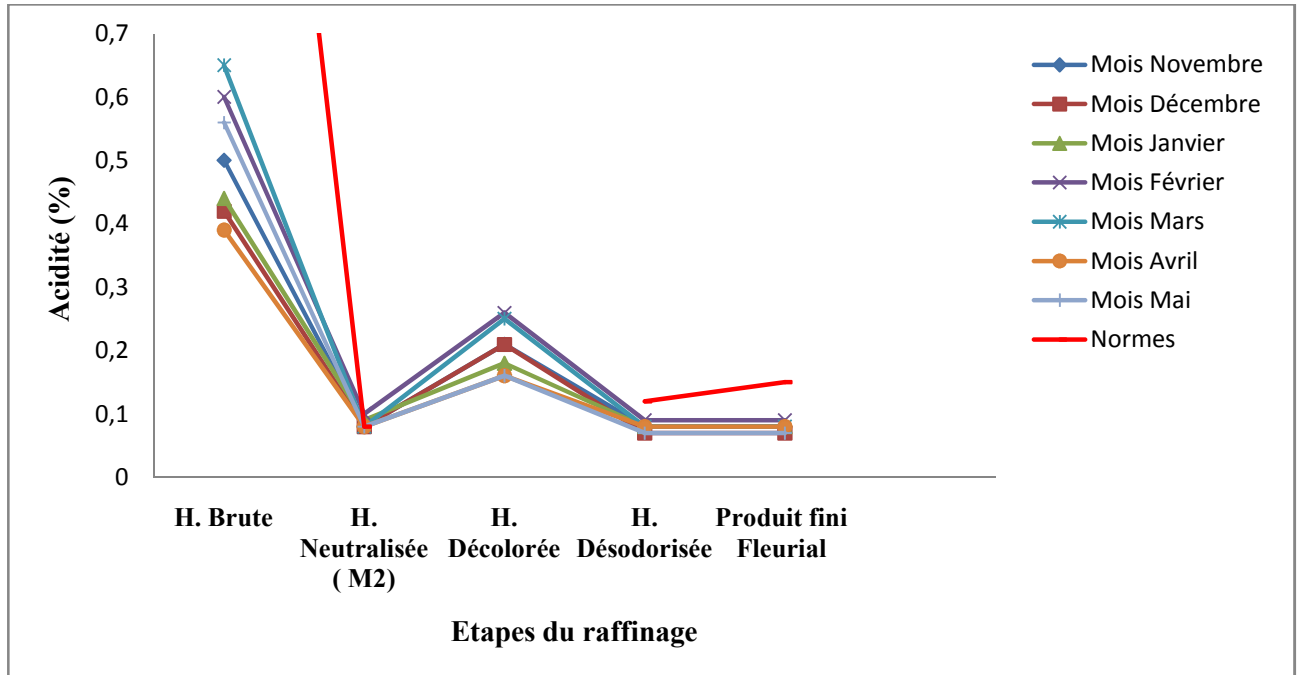


## V-2- Evolution de la qualité physico-chimique de l'huile de Tournesol

Les résultats montrant les valeurs moyennes de trois différents échantillons dans chaque mois sont présentés dans les tableaux A-6-II et A-6-III.

### V-2-1- Suivi de l'acidité au cours des étapes du raffinage

Les valeurs de l'acidité de l'huile brute du tournesol, au cours de la neutralisation, la décoloration, la désodorisation et dans le produit fini « Fleurial » durant la période de stage (Mai) et les six derniers mois sont résumées dans la figure N° 01.



**Figure N° 01:** Suivi de l'acidité en fonction des étapes du raffinage à partir de l'huile brute de Tournesol jusqu'au produit fini "Fleurial" (Tableau A-6-V).

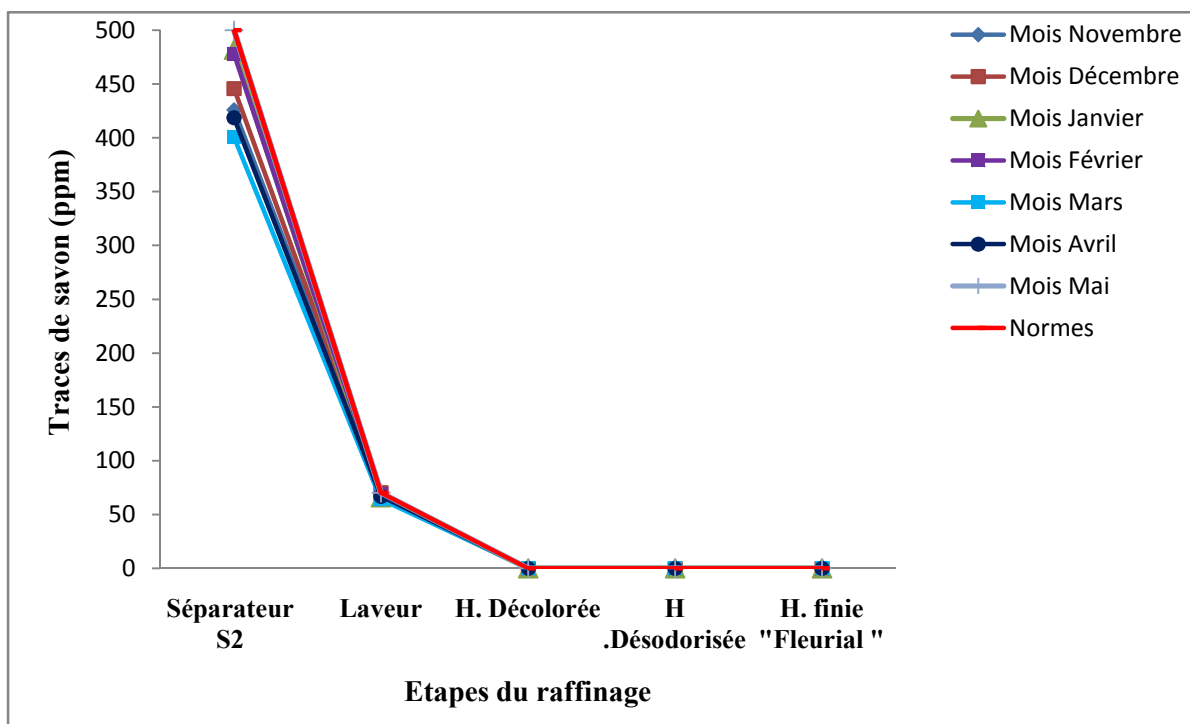
- On se référant aux normes d'entreprise, on constate la conformité des résultats de l'huile « Fleurial », qui témoigne de la bonne qualité des huiles importées grâce aux opérations d'extraction et les conditions de stockage.
- L'acidité diminue au niveau du mélangeur car une grande partie des acides gras libres sont neutralisés par la soude. A ce stade, l'acidité de cette huile est conforme aux normes ce qui atteste le bon déroulement de la neutralisation.
- L'augmentation de l'acidité à la décoloration est due au caractère acide de la terre décolorante. En réalité l'acidité durant cette étape n'a pas de norme fixe, mais l'expérience du personnel permet de fixer les paramètres de raffinage.
- Durant l'étape de désodorisation une diminution importante de la valeur de l'acidité, peut s'expliquer par l'élimination totale des AGL restants par le biais du vide et de la

température élevée dans la colonne en transformant les AGL de l'état liquide à l'état volatil.

- Pour le produit fini « Fleurial » la stabilité des paramètres étudiés, montrée par une étude corrélative (**Tableau A-6-VII**) ou il présente un coefficient de corrélation de 1.
- On remarque que les résultats obtenus pour les six derniers mois et ceux obtenus durant la période de stage (mois Mai) correspondent aux normes de l'entreprise, ce qui explique le bon déroulement du processus. La stabilité des paramètres technologiques, montrée par une étude corrélative (**Tableau A-6-VI**), ou l'acidité présente une très bonne corrélation en inter mensuel ( $R^2=0.99$ ), c'est à dire pendant les six mois.

### V-2-2- Suivi des Traces de savon aux cours des étapes du raffinage

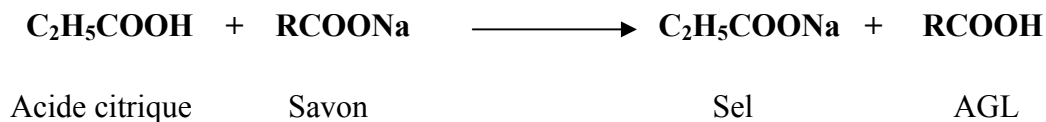
Les teneurs en traces de savon de l'huile de tournesol pendant la période de stage (Mai) et les six derniers mois à partir de l'huile séparée et après lavage, la décoloration et la désodorisation jusqu'au produit fini « Fleurial » sont montrés dans la **figure N° 02**.



**Figure N° 02:** Suivi des traces de savon en fonction des étapes du raffinage à partir de l'huile brute de tournesol jusqu'au produit fini "Fleurial" (**Tableau A-6-VIII**).

- L'apparition des savons à la neutralisation (séparateur S2) est due à la saponification des acides gras libre par la soude.
- Après séparation de l'huile de la phase lourde (savons), des quantités légères de savon sont entraîné dans l'huile sous forme de trace, qui doit être éliminé après lavage.

- Dans le lavage les traces de savon ont considérablement chutées ce qui peut être expliqué par la solubilité de ces dernières dans l'eau. Cependant, ces traces de savon demeurent après le lavage avec des quantités faibles qui peuvent être aisément être éliminées par l'ajout de l'acide citrique avant décoloration pour ne pas désactiver la terre décolorante, l'effet de l'acide sur les savons est montré dans la réaction suivante :



- L'absence totale des traces de savon lors de la décoloration et la désodorisation revient à l'action de la terre décolorante qui a la capacité d'adsorber ces traces de savon.
- pour le produit fini les traces de savon restent nulles, montrant que les conditions de stockage n'influencent pas sur ce paramètre.
- On remarque que les résultats obtenus pour les six derniers mois et ceux obtenus durant la période de stage (mois Mai) présentent une légère variation montrée par une étude corrélative (**Tableau A-6-IX**) ou les traces de savon présentent une bonne corrélation en inter mensuel ( $R^2 = 0.99$ ), c'est à dire pendant les six mois. Cela peut être expliqué par la variabilité de l'huile brute utiliser (en tant que matière première), et la modification des paramètres technologiques lors du raffinage d'un autre type d'huile (ex : soja).
- Ces résultats restent toujours conformes aux normes de l'entreprise, ce qui explique le bon déroulement de processus.

### V-2-3- Suivi de la couleur aux cours des étapes du raffinage

Les valeurs de la couleur (J, R) de l'huile brute de tournesol durant les deux étapes du raffinage (décoloration et désodorisation) et dans le produit fini « Fleurial » pour la période de stage (Mai) et les six derniers mois sont illustrées dans la **figure N° 03**.

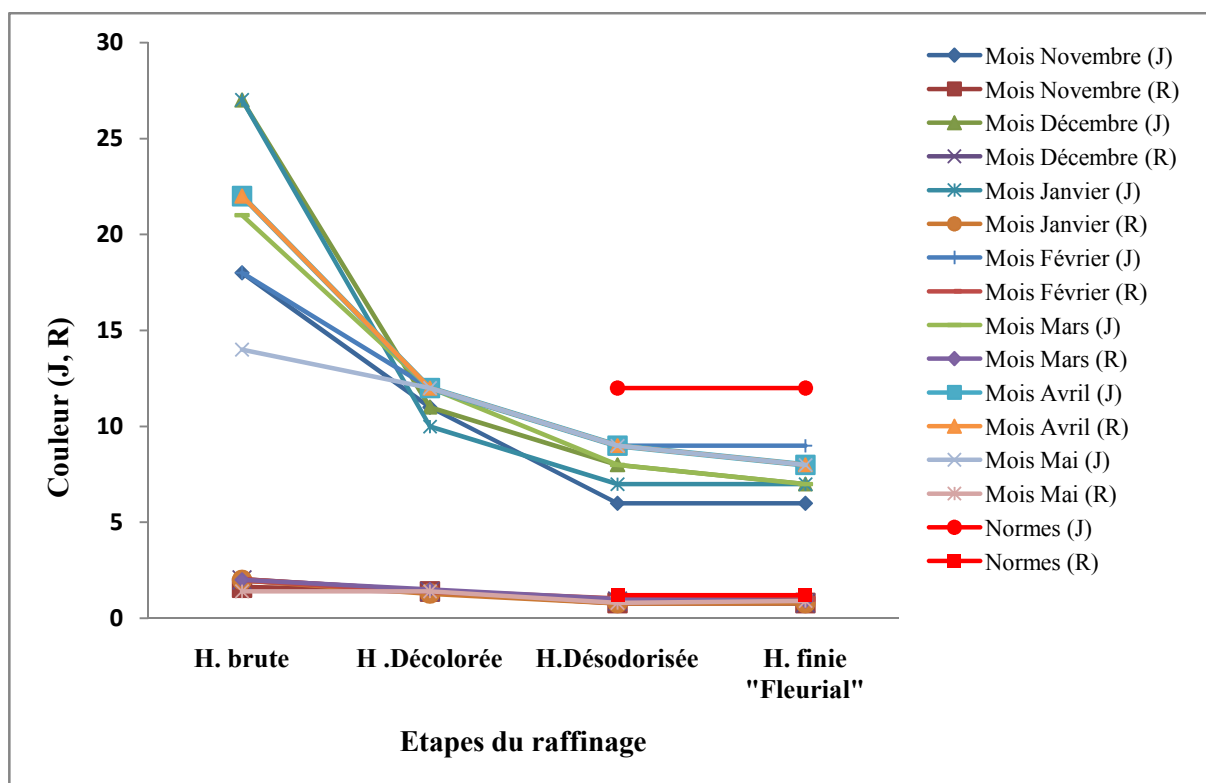


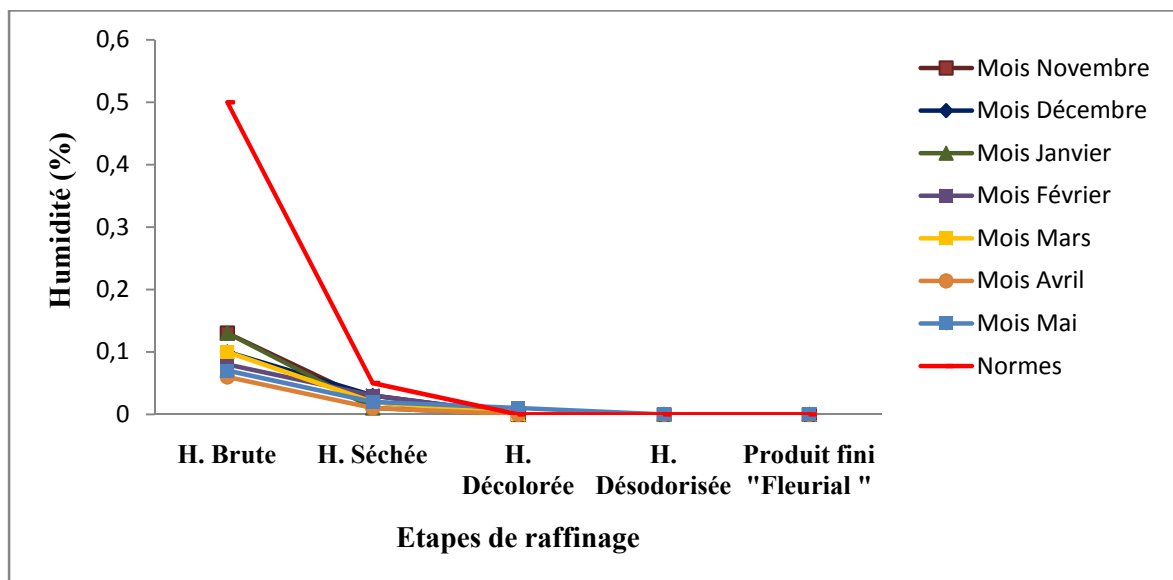
Figure N° 03 : Suivi de la couleur (J, R) en fonction des étapes du raffinage à partir de l'huile brute de Tournesol jusqu'au produit fini "Fleurial " (Tableau A-6-X).

- Pour les deux huiles (brute, décolorée) il n'existe pas de normes à respecter par l'entreprise.
- Pour l'huile brute les valeurs de la couleur sont élevées par ce que la couleur de cette dernière est d'origine foncée, ceci est vraisemblablement dû à la présence de différents pigments.
- La figure N° 03 met en évidence l'acheminement décroissant de la couleur de l'huile aux cours des étapes du raffinage suite à l'effet de la terre décolorante qui adsorbe les pigments colorés.
- La couleur diminue durant l'opération de la désodorisation jusqu'à atteindre des minima répondant aux normes de l'entreprise, cette baisse importante de la couleur résulte :
  - ✓ des différents traitements que l'huile brute a subit, en effet **Cheftel (1977)** a confirmé que la couleur de l'huile neutralisée diminue légèrement sous l'effet de la soude sur certains pigments.

- ✓ de la décomposition des pigments colorés sous l'effet de la haute température qui donne des substances volatiles qui seront aspirées avec les acides gras libres, par le vide de la colonne de désodorisation.
- Dans le produit fini la couleur reste stable et conforme à la norme, ceci est dû aux bonnes conditions de stockage, montré par une étude corrélative (**Tableau A-6-XIII**) ou la couleur (J, R) présente une bonne corrélation entre l'huile désodorisée et le produit fini ( $R^2 = 0.99$ ).
- On remarque que les résultats obtenus pour les six derniers mois et ceux obtenus durant la période de stage (mois Mai) présentent une légère variation montrée par une étude corrélative (**Tableau A-6-XI et Tableau A-6-XII**) ou la couleur (J, R) présente une bonne corrélation en inter mensuel ( $R^2 = 0.85$ ), c'est-à-dire pendant les six mois, qui peut être expliquée par la non uniformité de l'huile brute utilisée, le pouvoir de la terre décolorante et les facteurs du processus de raffinage à savoir la température et le vide.

#### V-2-4- Suivi de l'humidité aux cours des étapes du raffinage

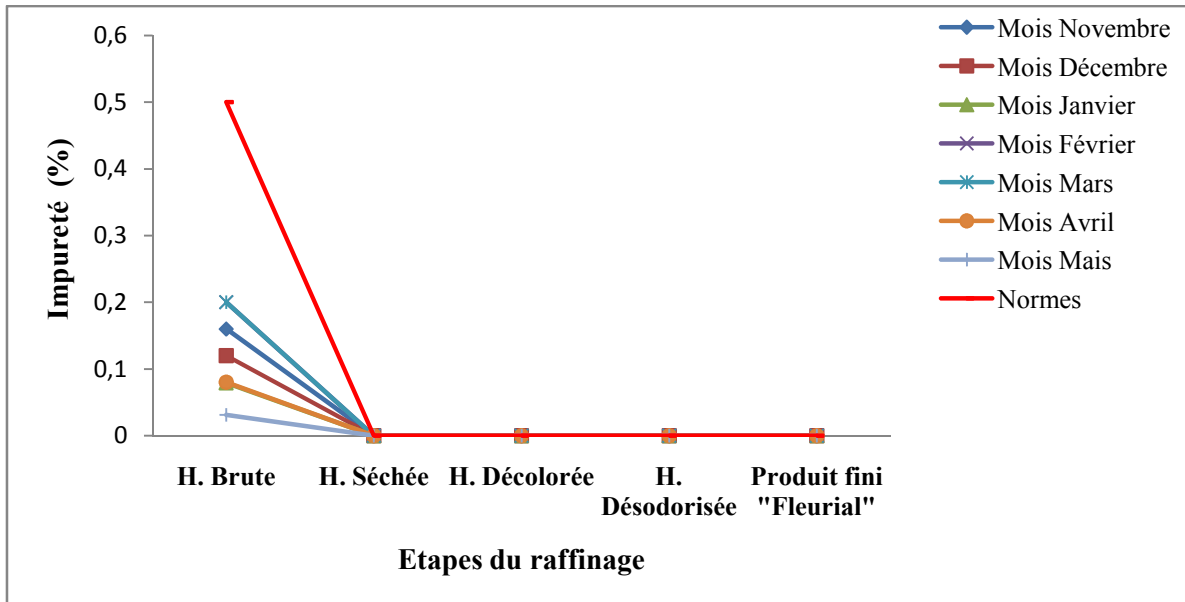
Les teneurs en humidité de l'huile brute de l'huile tournesol au cours du séchage, la décoloration, la désodorisation et dans le produit fini « Fleurial » pour la période de stage (Mai) et les six derniers mois sont montrées dans la **figure N° 04**.



**Figure N° 04** : Suivi de l'humidité en fonction des étapes du raffinage à partir de l'huile brute de Tournesol jusqu'au produit fini "Fleurial" (**Tableau A-6-XIV**).

### V-2-5- Suivi des Impuretés aux cours des étapes du raffinage

Les teneurs en impureté de l'huile brute de tournesol au cours du séchage, la décoloration, la désodorisation et dans le produit fini « Fleurial » pour la période de stage (Mai) et les six derniers mois sont montrées dans la **figure N° 05**.



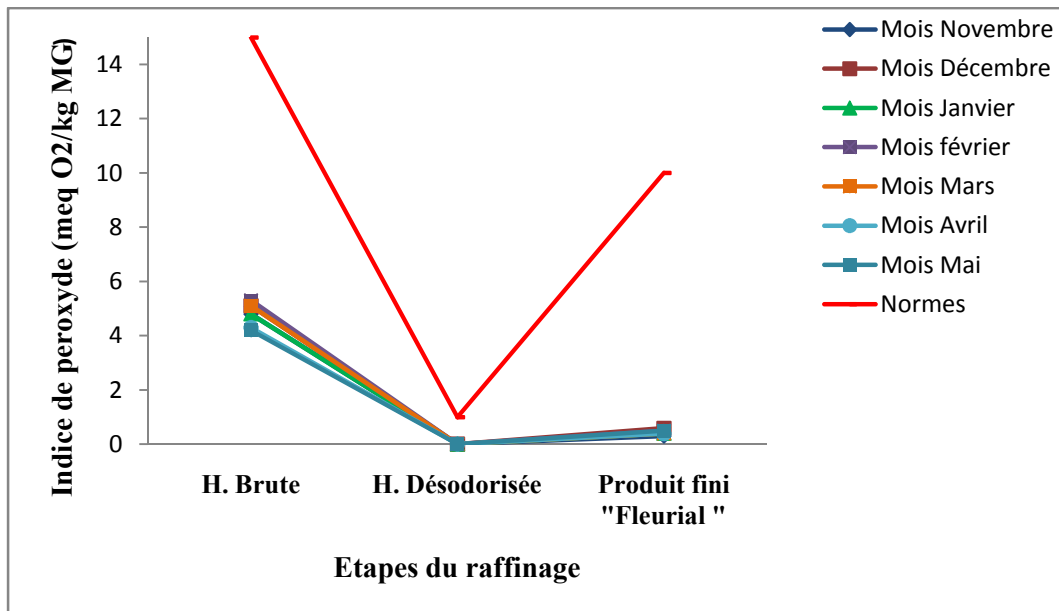
**Figure N° 05 :** Suivi des Impuretés en fonction des étapes du raffinage à partir de l'huile brute de Tournesol jusqu'au produit fini "Fleurial" (Tableau A-6-XVI).

- Les **Figure N°04, N°05** montrent une présence légère d'humidité et d'impuretés dans l'huile brute qui est faible par rapport aux normes de l'entreprise. Ceci s'explique par les bonnes conditions de stockage au niveau des bacs de stockage
- L'humidité a tendance à baisser, avec des valeurs normative de l'entreprise durant le séchage effectué pour ne pas désactiver la terre décolorante (colmatage des filtres, mauvaise rétention des pigments colorés) (**Karleskind, 1992**).
- L'humidité s'annule lors de la décoloration et la désodorisation ainsi que pour le produit fini, car celle-ci est retenue par la terre décolorante et aspirée par le vide de la colonne de désodorisation.
- L'absence d'impuretés dans l'huile décolorée est la conséquence de leurs entrainements avec les savons lors de la centrifugation (lavage) et d'un bon déroulement de la filtration (efficacité des filtres (Niagara, Criquettes et Poches)).
- le produit fini est exempté de toutes traces d'humidité et d'impureté, cela est du au bon respect des conditions de stockage, ce qui permet d'obtenir une huile plate sans odeur, ayant une couleur jaune claire.

- On remarque que les résultats obtenus pour les six derniers mois et ceux obtenus durant la période de stage (mois Mai) présentent une légère variation montrée par une étude corrélative (**Tableau A-6-XV**) ou l'humidité présente une bonne corrélation en inter mensuel ( $R^2 = 0.98$ ), c'est à dire pendant les six mois, qui peut s'expliquer par la non uniformité de l'huile brute utilisée. Alors que pour les impuretés une stabilité parfaite est obtenue, montrée par une étude corrélative (**Tableau A-6-XVII**) ou ces dernières présentent une très bonne corrélation qui s'explique par la stabilité des paramètres technologiques durant le raffinage ( $R^2 = 1$ ).

#### V-2-6- Suivi de l'Indice de peroxyde aux cours des étapes du raffinage

Les valeurs de l'indice de peroxyde de l'huile brute de tournesol, durant la désodorisation et dans le produit fini « fleurial » pour la période de stage (Mai) et les six derniers mois sont montrées dans la **figure N° 06**.



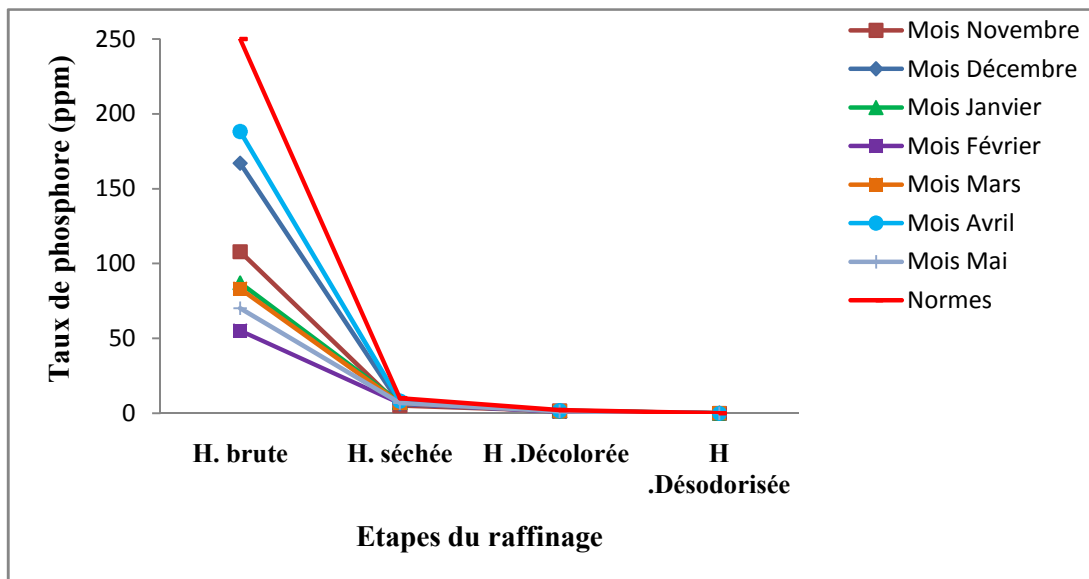
**Figure N° 06** : Suivi de l'indice de peroxyde en fonction des étapes du raffinage à partir de l'huile brute de tournesol jusqu'au produit fini "Fleurial" (**Tableau A-6-XVIII**)

- L'indice de peroxyde a pris une valeur à la limite de la norme de l'entreprise, au niveau de l'huile brute, cette valeur reflète le degré d'oxydation de la matière première utilisée.
- L'indice de peroxyde est très faible voir nul, cela est dû à la destruction des peroxydes par le terre décolorante et sous l'effet de la haute température lors de la désodorisation.

- Une légère augmentation de l'indice de peroxyde est observée dans le produit fini, cela est dû au temps de séjour dans les bacs de stockage.
- Une légère différence est observée lors d'une comparaison entre les résultats obtenus pour les six derniers mois et ceux obtenus durant la période de stage (mois Mai), montrés par une étude corrélative (**Tableau A-6-XIX**) où l'indice de peroxyde présente une bonne corrélation qui est expliquée par le degré d'oxydation de l'huile qui est influencé par l'O<sub>2</sub>, la lumière ( $R^2 = 0.99$ ).

#### V-2-7- Suivi des phosphores aux cours des étapes du raffinage

Les teneurs en phosphore de l'huile brute de tournesol et durant les trois étapes du raffinage (séchage, décoloration et désodorisation) pour la période de stage (Mai) et les six derniers mois sont illustrées dans la **figure N° 07**.



**Figure N° 07** : Suivi du taux de phosphore en fonction des étapes du raffinage (**Tableau A-6-XX**).

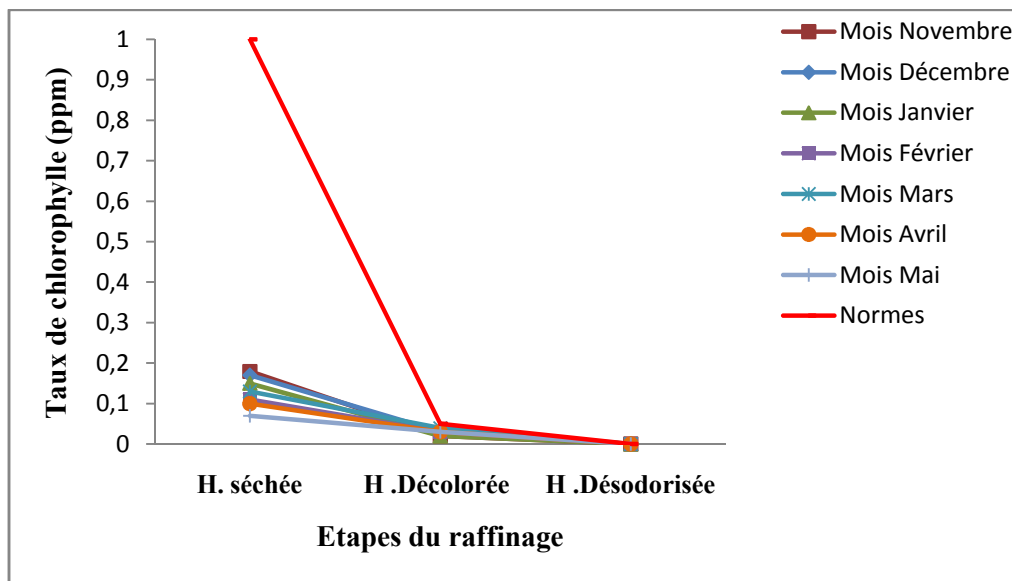
- L'élimination du phosphore durant le dégommeage chimique est incomplète elle se poursuit au cours des autres étapes du raffinage.
- La teneur en phosphore dans l'huile brute répond aux normes de l'entreprise. La **Figure N°07** illustre une diminution importante des phospholipides de l'huile neutralisée, ce qui atteste le bon déroulement de la démucilagination où il y avait une élimination importante du phosphore par un traitement avec une solution de l'acide citrique qui élimine les phospholipides non hydratés.



- La réduction du taux de phosphore se poursuit au niveau de la décoloration, le principe de cette réduction est l'adsorption des ions phosphores sur la terre décolorante.
- Enfin cette teneur s'annule lors de la désodorisation et dans le produit fini par l'effet de la température et la filtration.

#### V-2-8- Suivi de la chlorophylle aux cours des étapes du raffinage

Les teneurs en phosphore de l'huile de tournesol durant les trois étapes du raffinage (séchage, décoloration et désodorisation) pour la période de stage (Mai) et les six derniers mois sont illustrées dans la **figure N° 08**.



**Figure N° 08** : Suivi de taux de la chlorophylle en fonction des étapes du raffinage (**Tableau A-6-XXII**).

- La teneur en chlorophylle diminue lors de la décoloration cela est du à leur adsorption par la terre décolorante.
- Une baisse importante de la chlorophylle au cours de la désodorisation par le biais de la température et du vide.
- Une légère différence est observée lors d'une comparaison entre les résultats obtenus pour les six derniers mois et ceux obtenus durant la période de stage (mois Mai), montrés par une étude corrélative (**Tableau A-6-XXI** et **Tableau A-6-XXIII**) ou ces paramètres (phosphore, chlorophylle) présentent une bonne corrélation ( $R^2 = 0.99$ ), cela est du aux changements des paramètres technologiques.

*Conclusion*

## **Conclusion**

Durant le stage effectué au niveau du complexe «CEVITAL», nous avons suivi le processus de production des huiles végétales d'une entreprise agroalimentaire locale et le contrôle des paramètres de la qualité de chaque étape de raffinage.

Une grande attention est portée, depuis plusieurs années sur son optimisation avec l'objectif de répondre de mieux en mieux aux exigences des consommateurs, tant au plan de la nutrition qu'au plan de la sécurité sanitaire. Cette optimisation consiste à préserver les antioxydants naturels, les acides gras polyinsaturés et à limiter les isomérisations cis-trans. Les principes de base durant la fabrication afin de maintenir une excellente qualité sont :

- éviter des contaminations,
- éviter le sur chauffage,
- éviter le contact avec l'air
- contrôler que chaque étape de production enlève les impuretés qu'elle est supposée enlever.

Cependant, le raffinage reste une technologie dépendante du savoir faire et de bonnes pratiques de conduite mais aussi, d'une connaissance suffisante des propriétés physico-chimiques spécifiques et de stabilité des différentes huiles. Cette double maîtrise est indispensable pour adapter à chaque huile brute les paramètres opératoires qui permettront d'éliminer efficacement les composés indésirables sans dégrader ou perdre ses constituants natifs intéressants. Cevital réunit cette double compétence technologique et scientifique et apporte l'environnement et l'expérience nécessaire pour développer des travaux d'optimisation et d'innovation de cette technologie.

Ce présent travail qui a pour objectif une contribution à l'étude de l'évolution de la qualité de l'huile de tournesol au cours de raffinage chimique au niveau de la raffinerie de Cevital, permet d'avancer que les conditions du raffinage aboutissent à une huile finie de qualité salubre et conforme aux normes, ce qui laisse constater de la prise de conscience des entreprises du concept qualité, qui doit devenir l'une de leurs principales préoccupations afin de faire face à la concurrence à laquelle elles sont confrontées.

Ce stage effectué au sein du complexe Cevital nous a permis d'acquérir et d'approfondir les connaissances théoriques et pratiques dans le domaine des corps gras et

leurs technologies de production et de transformation, mais aussi de connaître à l'échelle industrielle, les traitements obligatoires et indispensables que subissent les huiles avant leur consommation.

Pour ce qui est de l'huile de tournesol raffinée, sa qualité est entièrement dépendante du contrôle vigoureux des paramètres en faisant référence aux normes, soit l'acidité, le taux de phosphore et même les traces de savon qui sont nulles et la couleur qui est standardisée.

Cette conformité aux normes témoigne l'application des bonnes pratiques de fabrication par l'entreprise au cours du processus grâce aux matériels sophistiqués dont qu'elle dispose et le contrôle effectué à chaque étape du raffinage.

D'autres thèmes sont envisageables en perspective:

- Suivi du dosage des vitamines de l'huile enrichie en vitamines « Fleurial plus ».
- Etudier la résistance de ces huiles à la cuisson après une période de stockage.
- Intérêt nutritionnel et quantitative des acides gras insaturés, essentiels au métabolisme.

*Références*

*Bibliographiques*

**-A-**

**Alais C., et Linden G.** 1997. Lipides. In : « Abrégé de Biochimie Alimentaire ». éd : Masson. Paris. P 64-65.

**Adrian J., Potus J., Poiffait A., et Dauvillier P.** 1998. Introduction à L'analyse Nutritionnel des Denrées Alimentaires. Vol 2. P 67.

**Allain E., Comeaux L., Gorlier P., Lemarchand S., Lestrat P., Merlot M., Najman R.**1999. Le Soja. P 12-14.

**Alais C., Linden G., et Miclo L.** 2008. Lipides. In : « Biochimie Alimentaire -6eme édition de L'abrégé ». P 53-72.

**Anonyme.** 2011. Manuel d'entreprise.

**-B-**

**Bovay M.** 2009. Extraction et Raffinage Des Huiles Et Graisses. P 4-6.

**Ben Jeddi F et Bouhejba A** .2009. Comportement Variétal Des Tournesols Oléagineux Pioneer Et Perspectives De Développement. P 1.

**Bertoli C-F., Feith M., Ldiger J., et Turini M.** 2010. Les Lipides. In : « Science et Technologie des Aliments : Principes de Chimie des Constituants et de Technologie des Procédés ». P 105 -203.

**Benchoucha R** .2011.Les lipides. In « Biochimie ». P 107.

**-C-**

**Cheftel J., Cheftel H., et Besancon P.** 1977. Introduction à la Biochimie et à la Technologie des Aliments. Vol 2. Technique et Documentation. Paris. P 144.

**Codex stan 210.** 1999. Codex Standard For Named Vegetable Oils. P 1-16.

## *Références bibliographiques*

---

**Cossut J., Defrenne B., Desmedt C., Ferroul S., Garnet S., Humbert S., Roelstraete L., Vanuxeem M. et Vidal D.** 2002. Les Corps Gras : Entre Tradition et Modernité (Gestion de la Qualité Nutritionnelle et Marketing des Produits Alimentaires). P18.

**Cuvelier C., Cabaraux J.-F., Dufrasne I., Hornick J.-L., Istasse L.** 2004. Acides gras : nomenclature et sources alimentaires. IN : « ANN.MED.VET » .148 :(133-140).

**Claverie I et Panet M** .2008. Les lipides. In: « Biochimie ». 2<sup>ème</sup> éd. Wolters Kluwer. France. P 19-28.

**Chardingy J.-M., Morin O et Rauzy C.** 2008. Petit-déjeuner Scientifique De L'institut Français Pour La Nutrition « Mise Au Point Sur Les Acides Gras Trans ». P 23.

### **-D-**

**Denise J** .1992. Raffinage Des Corps Gras .In: « Manuel Des Corps Gras ». Tome 2. éd Tec et Doc-Lavoisier. Paris. P 77.

**Diatta T.** 1998. Contribution a l'étude De La Qualité Des Corps Gras Alimentaires Commercialisés Au Sénégal : Les huiles Végétales. Thèse de Doctorat Spécialité Pharmacie. Université Cheikh Anta Diop de Dakar. P 14.

**Deffense E** .2009. From Organic Chemistry to Fat and Oil Chemistry.OCL. 16 :( 14-24).

**Diallo F.-B., Begin D et Gerin M.** 2010. Les Substitutions Des Solvants Par Les Esters Méthyliques D'acides Gras D'huiles Végétales. In : « Institut De Recherche Robert-Sauvé En Santé Et En Sécurité Du Travail ». P 8-9.

### **-E-**

**Elhakmaoui A.** 2008. Les principaux systèmes biochimiques alimentaires Graisses et huiles. In : « Cours de contrôle de qualité (analyses chimiques des produits alimentaires) – MST (TACQ) ». P104.

**Evon P.** 2008. Nouveau Procédé De Bio raffinage Du Tournesol Plante Entière Par Fractionnement Thermo-Mécano-Chimique En Extrudeur BI-VIS : Études De L'extraction Aqueuse Des Lipides Et De La Mise En Forme Du Raffinat En Agroma Tériaux Par Thermo

moulage .Thèse de Doctorat Spécialité Science des Agro ressources. Université de Toulouse. P 80.

**-F-**

**François R** .1974. Les Industrie des Corps Gras : Biochimie – Extraction- Raffinage- Nuisance et Règlementation. éd : Paris. P 69.

**Frénot M. et Vierling E**. 2001. Les lipides. In : « Biochimie des Aliments Diététique du Sujet bien Portant ». 2<sup>ème</sup> éd. doin. P 97

**-G-**

**Goudet P. et Yindoula J** .2008. Matière et Energie Dans les Systèmes : Chimie Biochimie Alimentaire. éd : educagri, Dijon. P 104.

**-J-**

**Jiang F., Wang J., Kaleem I., Dai D., Zhou X. et Li C**. 2011. Degumming Of Vegetable Oil by a Novel Phospholipase B from Pseudomonas Fluorescent BIT-18. IN: « Bioresource Technology ». 102: (8052 - 8056).

**-K-**

**Karleskind A**. 1992. Raffinage des Corps Gras. In « Manuel des Corps Gras ».P 1155.

**Kartika I.A**. 2005. Nouveau Procédé De Fractionnement Des Graines De Tournesol : Expression Et Extraction En Extracteur bi-vis, Purification Par Ultrafiltration De L'huile De Tournesol. Thèse de Doctorat Spécialité Science des Agro ressources. Université de Toulouse. P 10-49.

**-M-**

**Malaguti M.F**.1860.Leçons élémentaires de chimie.2<sup>ème</sup> éd. Paris .P305.

**Mohtadji -Lamballais C**. 1989. Les aliments. éd : MALOINE. Paris. P87.

**Mordret F**. 1992. Raffinage des Corps Gras. In : « Manuel des Corps Gras ». Tom 2. P 1149.

**Merrien A** .1992. Sources Et Monographies Des Principaux Corps Gras. In : « Manuel Des Corps Gras » Tom 1. Paris. P 115-123.



## *Références bibliographiques*

---

**Mustapha A., et Stauffer I.** 2002. Les Matières Grasses Destinés aux Produits de Boulangerie. American Soybean Association. 24 :(4-20).

**Munch E-W.** 2004. Enzymatic Degumming Processes for Oils from Soya, Rape and Sun .Lipper Consulting. P 1-47.

### **-O-**

**Ollé M.** 2002. Analyse Des Corps Gras. In : « Technique De L'Ingénieur ». P 4.

### **-P-**

**Prior E.** 2003. Usage des Corps Gras Alimentaires dans les Différents Secteurs de la Technologie Alimentaire. In : « Lipides et Corps Gras Alimentaires ». éd. Tec et Doc. Lavoisier. P 157-187.

**Pardo J., Cuesta M., et Alvarruiz A.** 2007. Evaluation of Potential and Real Quality of Virgin Olive Oil from The Designation of Origin « Aceite Campo de Montiel » (Ciudad Real, Spain). Food Chemistry. 100. 3 :(977-984).

**Pagès-Xatart-Parès X** .2008.Technologies Des Corps Gras (Huiles Et Graisses Végétales).Techniques De L'ingénieur. P 15.

**Pagès X.** 2008. Recherche et Perspectives Soft Refining du Tournesol Oléique. P 5

**Pagès X., Morin O., Birot C., Gaud M., Fazeuilh S., et Gouband M.** 2010. Raffinage des Huiles et Corps Gras et Elimination des Contaminants .OCL. 17. 2 : (86- 99).

### **-R-**

**Roche J.** 2005. Composition De La Graine De Tournesol (Helianthus annuus L.) Sous L'effet Conjugué Des Contraintes Agri-Environnementales Et Des Potentiels Variétaux. Thèse de Doctorat Spécialité Science des Agro ressources. Université de Toulouse. P16.

**Rohani Binti M-Z.** 2006. Process Design in Degumming and Bleaching and Applied Research. P 9-45.

**Rahmani M** .2007. Méthodes D'évaluation De La Stabilité Oxydative Des Lipides. In : « Les Technologies De Laboratoire ». P 19.

**-S-**

**Soulier J., et Farines M.** 1992. Principaux Constituants Chimiques Des Corps Gras. In : « Manuel Des Corps Gras ». Tom 1. P 65 – 115.

**-U-**

**Uzzan A.** 1992. Les Corps Gras. In : « Alimentation et Nutrition Humaines ».éd :ESF.P 906.

**Ucciani E et Debal A.** 1992. Propriétés Chimiques Des Corps Gras. IN : « Manuel Des Corps Gras » P 317-361.

**Références normatives**

**A.O.C.S.** 1989. Méthode d'analyse des Corps Gras. Détermination des Traces de Savon. Recommended Practice Cc 17-95.

**A.O.C.S.** 1989. Méthode d'analyse des Corps Gras. Détermination de la teneur en chlorophylle. Méthode Off Ce 13-55.

**A.O.C.S.** 1997. Méthode d'analyse des Corps Gras. Dosage des Cires. Méthode Off Ca 11-53.

**A.O.C.S.** 1992. Méthode d'analyse des Corps Gras. Dosage des phosphores. Méthode Off Ca 12-55.

**ISO 660, 1996.** Corps Gras d'origine Animale et Végétale. Détermination de L'acidité. 2<sup>ème</sup> édition.

**ISO 3961, 1996.** Corps Gras d'origine Animale et Végétale. Détermination de L'indice d'iode. 3<sup>ème</sup> édition.

**ISO 15305, 1998.** Corps Gras d'origine Animale et Végétale. Détermination de La Couleur. 1<sup>ème</sup> édition.

**ISO 662, 1998.** Corps Gras d'origine Animale et Végétale. Détermination de L'humidité. 2<sup>ème</sup> édition.

## *Références bibliographiques*

---

**ISO 6320, 2000.** Corps Gras d'origine Animale et Végétale. Détermination de L'indice de réfraction. 4<sup>ème</sup> édition.

**ISO 3657, 2002.** Corps Gras d'origine Animale et Végétale. Détermination de L'indice de saponification. 3<sup>ème</sup> édition.

**ISO 663, 2007.** Corps Gras d'origine Animale et Végétale. Détermination de L'impureté. 4<sup>ème</sup> édition.

**ISO 3960, 2007.** Corps Gras d'origine Animale et Végétale. Détermination de L'indice de peroxyde. 4<sup>ème</sup> édition.

## *Annexes*



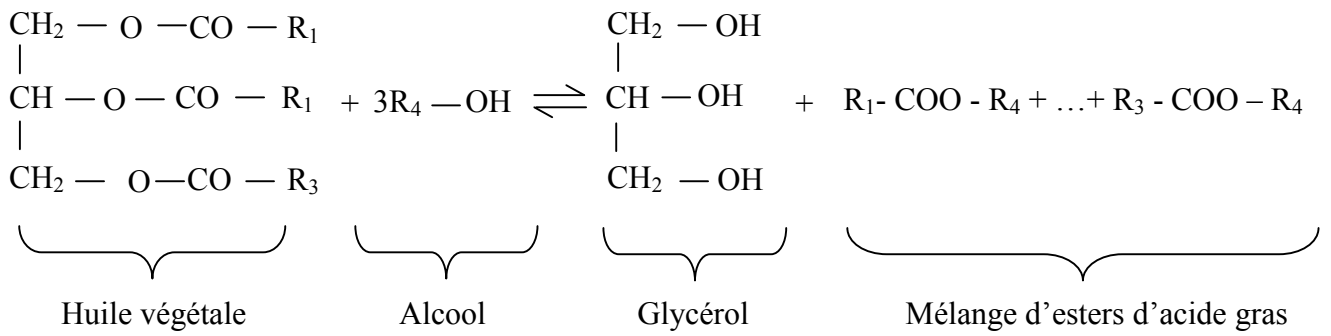


Figure A-1-3 : Réaction d'alcoolyse ou transésterification d'une huile végétale

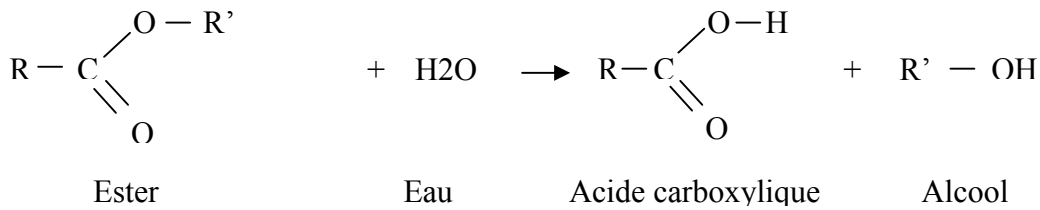


Figure A-1-4 : Réaction d'hydrolyse.

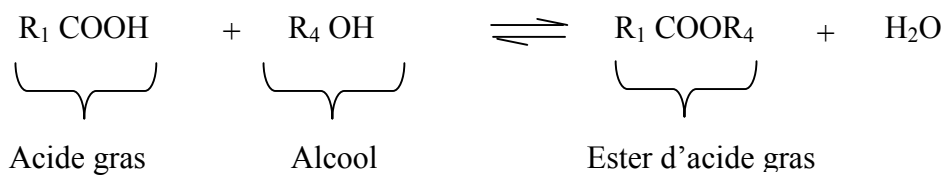


Figure A-1-5 : Réaction d'estérification d'un acide gras.

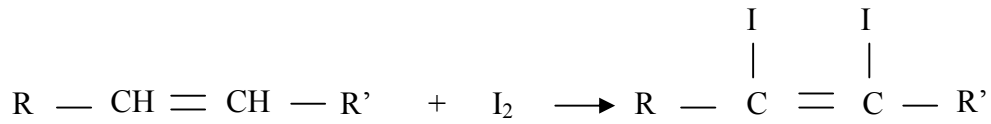


Figure A-1-6 : Réaction d'addition d'iode.

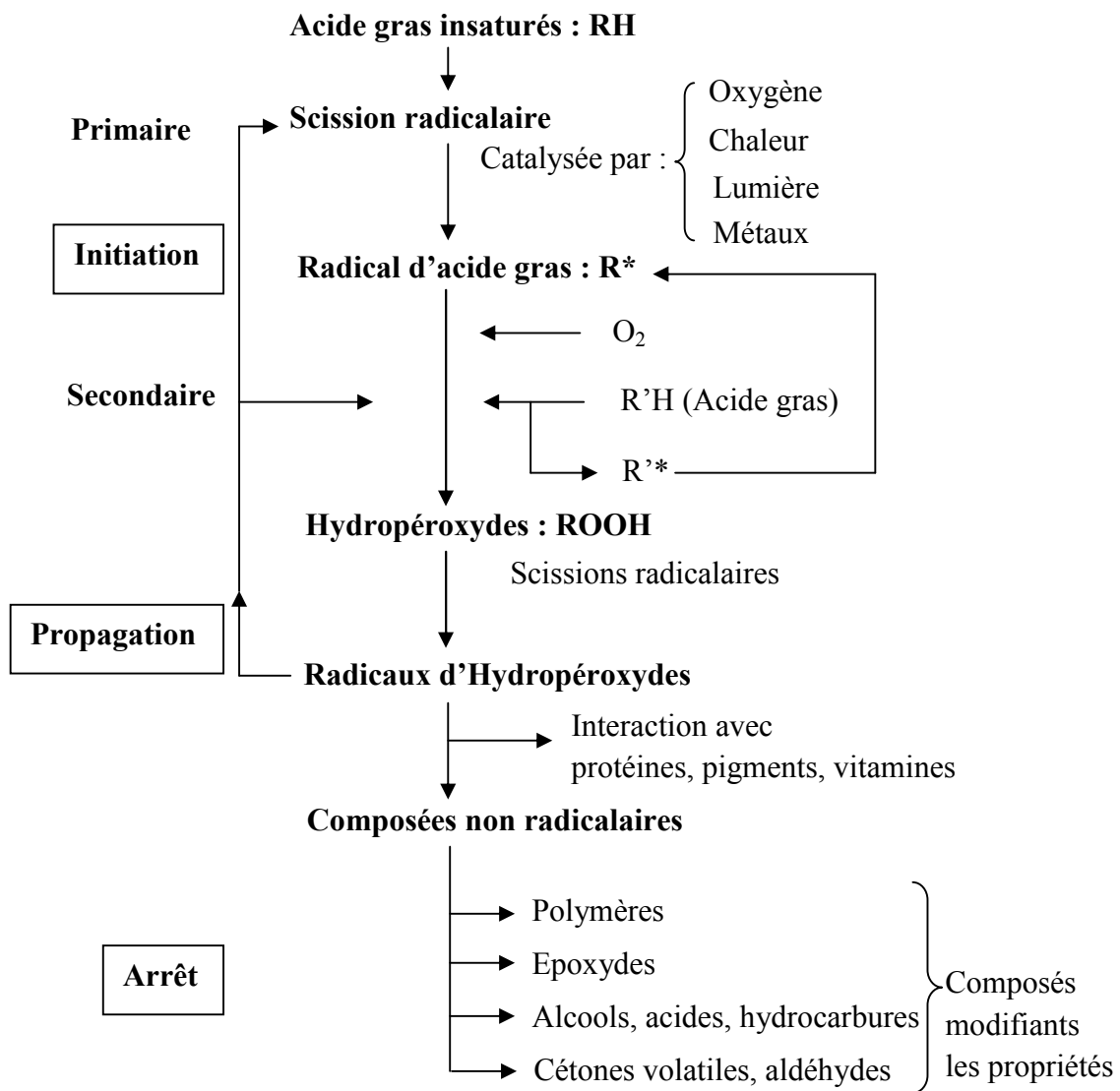
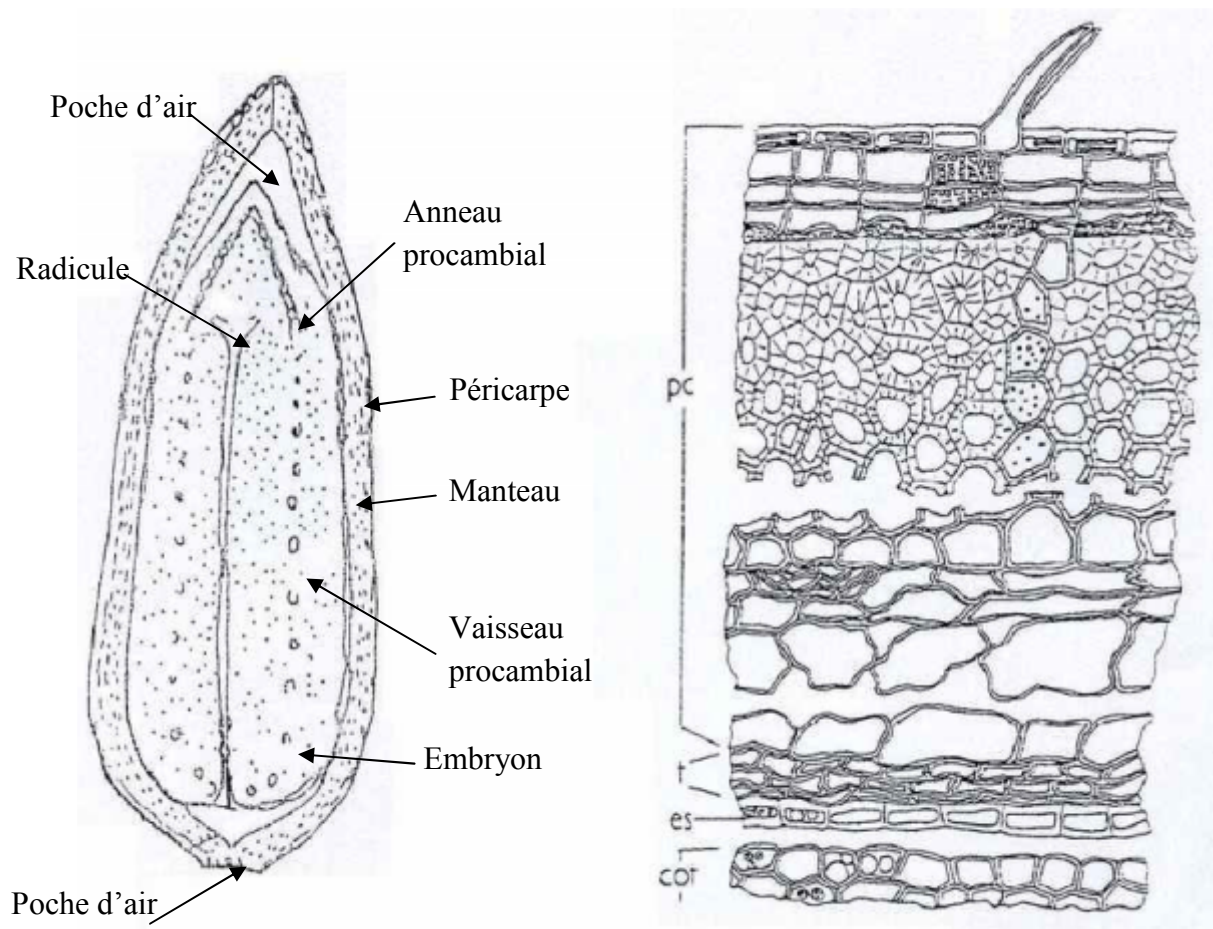


Figure A-1-7 : Schéma d'oxydation des corps gras (Cossut et al., 2002).

Annexe 2 : Matière première



**Figure A-2-1** : Graine de tournesol et coupe transversale du péricarpe (pc), du tégument séminal (t), de l'endosperme (es) et des cotylédons (Merrien, 1992).



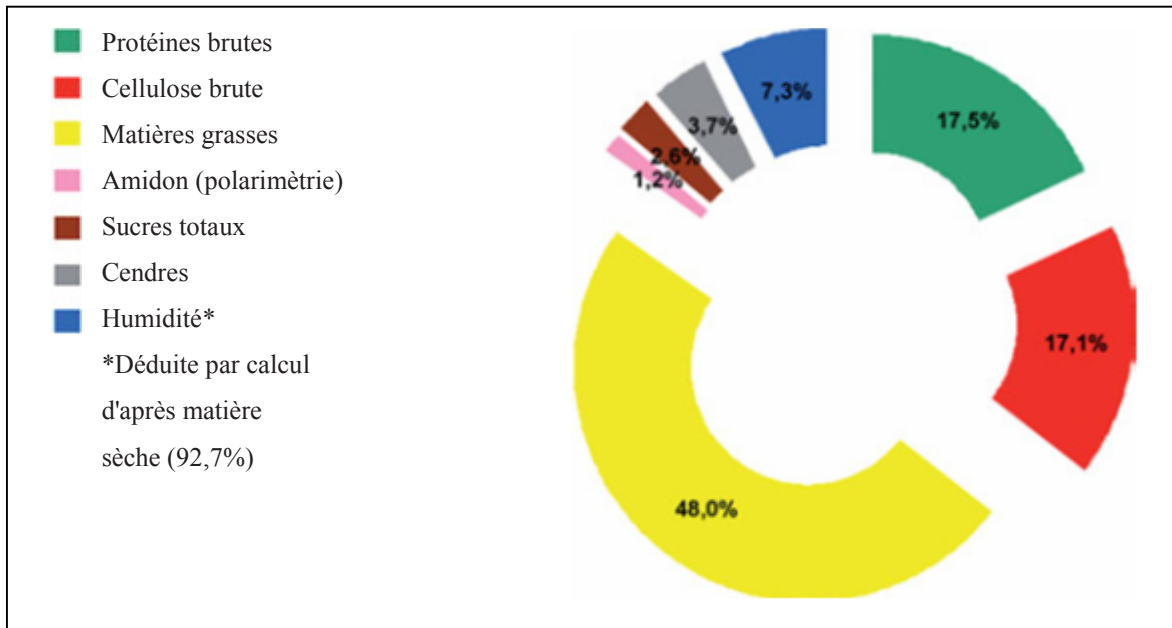
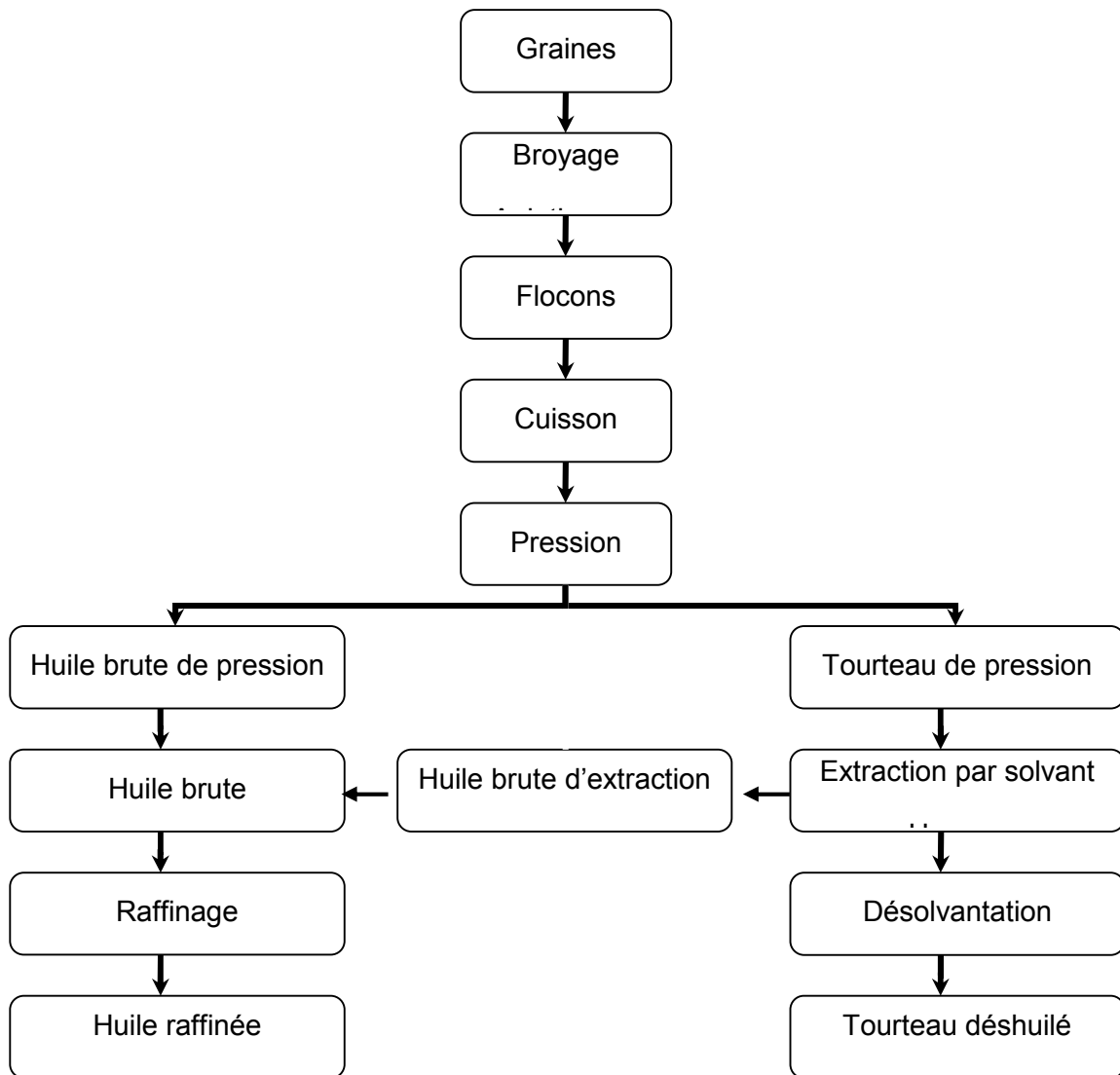
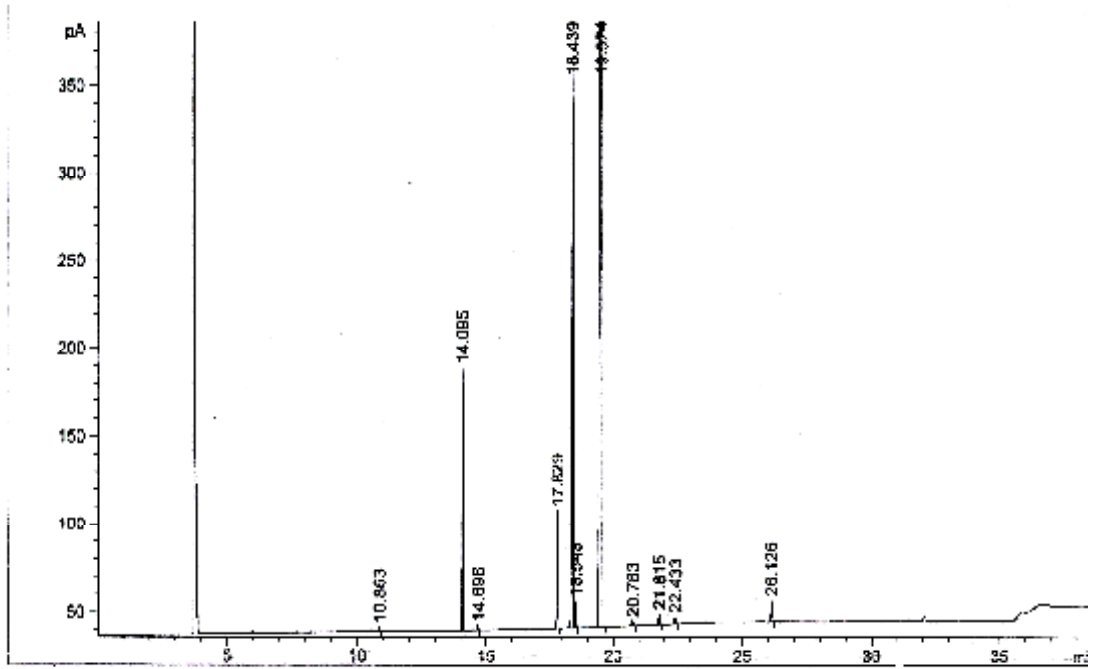


Figure A-2-2 : Composition de la graine de tournesol (Pagès-Xatart-Parès, 2008)



**Figure A-2-3:** Les étapes d'extraction d'huile brute (Evon ,2008).



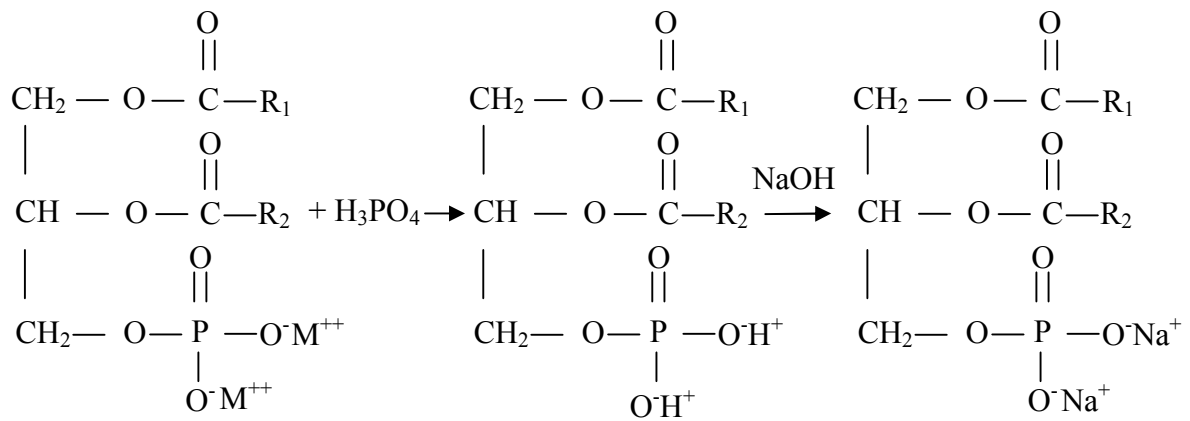
Acide gras	C16 :0	C18 :0	C18 :1	C18 :2	C18 :3	C20 :0	20 :1
%	6.32	3.63	21.32	66.75	0.089	0.25	0.14

Figure A-2-4 : La composition en acide gras de l'huile de tournesol sur CPG (Anonyme, 2011).

### Annexe 3 : Raffinage de l'huile de Tournesol

**Tableau A-3-I : Composants indésirables dans les huiles brutes (Pagès, 2008).**

Composants indésirables dans les huiles brutes (applications alimentaires)			
Composants	Quantité	Origine	Conséquences
Acides gras libres	0.3 à 5 %	Hydrolyse des TG	Goût, Hydrolyse
Phosphatides	0.2 à 1.8 %	Composants naturels	Aspect trouble Dépôt de résidus Goût Coloration de l'huile au chauffage
Produit d'oxydation	Variable	Auto-oxydation	Gout indésirable Stabilité Couleur- Nutrition
Aromes	< 0.1 %	Composants naturels Auto-oxydation	Odeur - Goûts
Cires	N* 100mg/kg	Composants naturels	Huile trouble
Pigments	N* 10 mg/kg	Composants naturels	Couleur, stabilité de l'huile
Métal (Fer, cuivre)	N mg/kg	Composants naturels Contamination	Catalyseurs d'oxydation
Contaminants pesticides, PAH, Mycotoxines Métaux lourd	N* 10 mg par tonne	Contamination	Santé



$\text{M}^{++} = \text{Ca}^{++}, \text{Mg}^{++}, \text{Fe}^{++}$

Phospholipides non  
hydratables

Acide  
phosphorique

Phospholipides Légèrement  
Dissociées

Phospholipides hydratables

**Figure A-3-1** : Principe de dégomme chimique (Deffense, 2009).

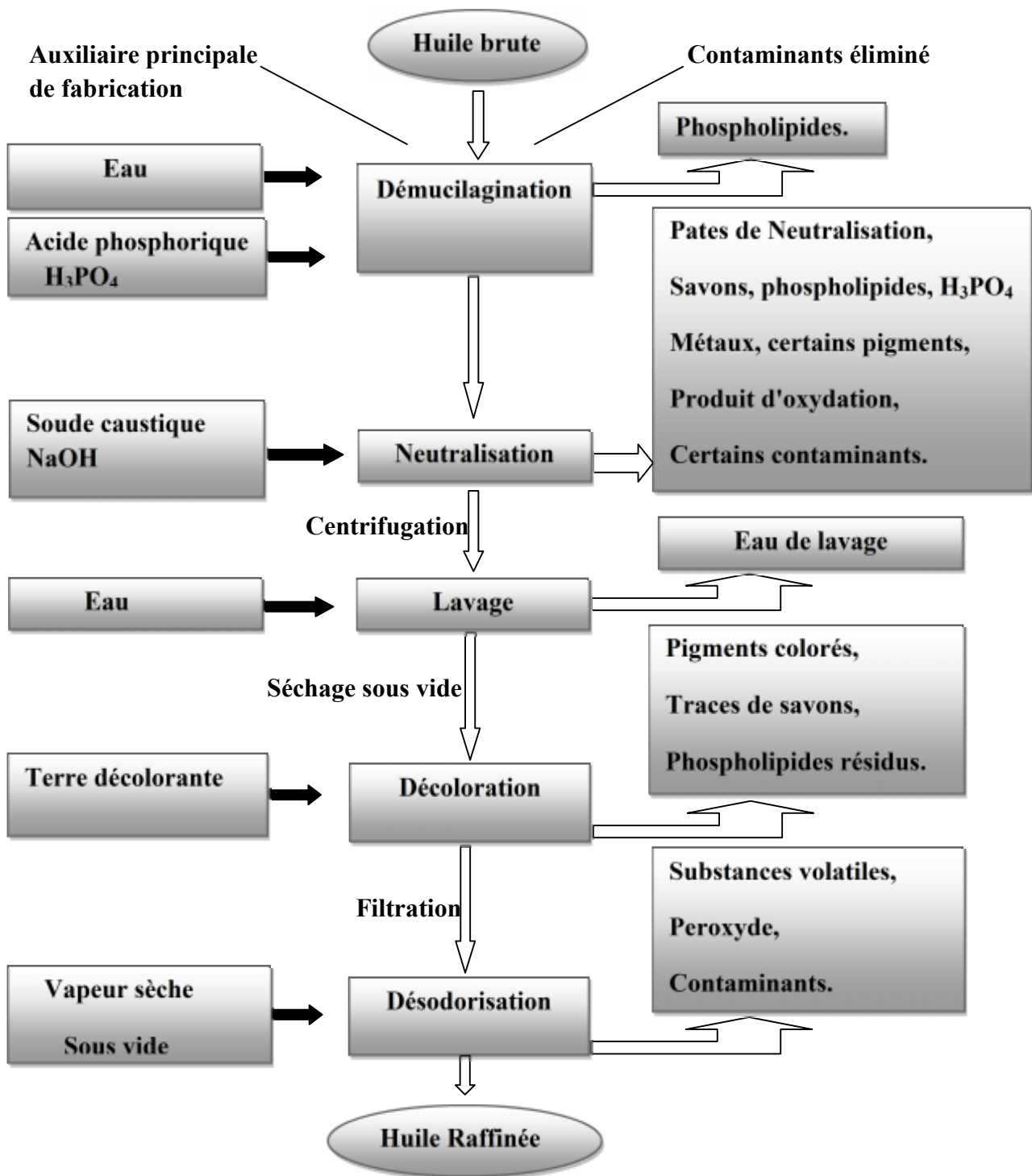


Figure A-3-2 : les étapes de raffinage des huiles (Anonyme, 2011).

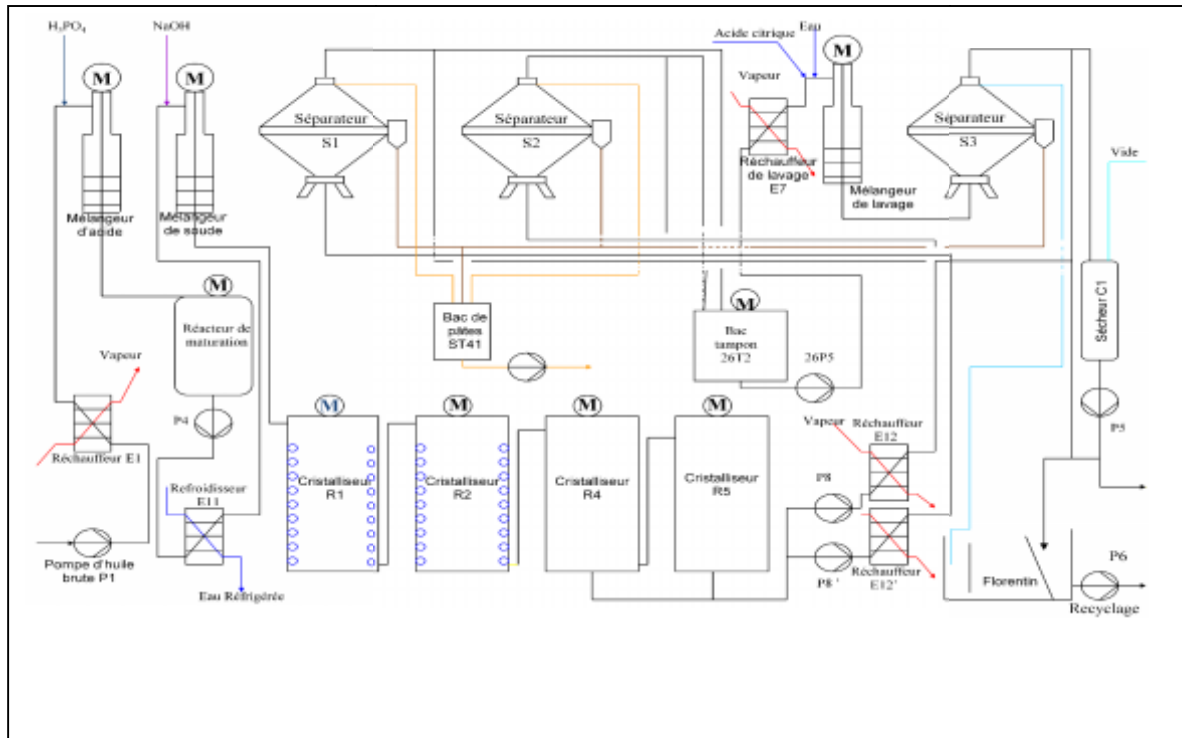


Figure A-3-3 : Schéma de section de la neutralisation à froid (Anonyme, 2011).

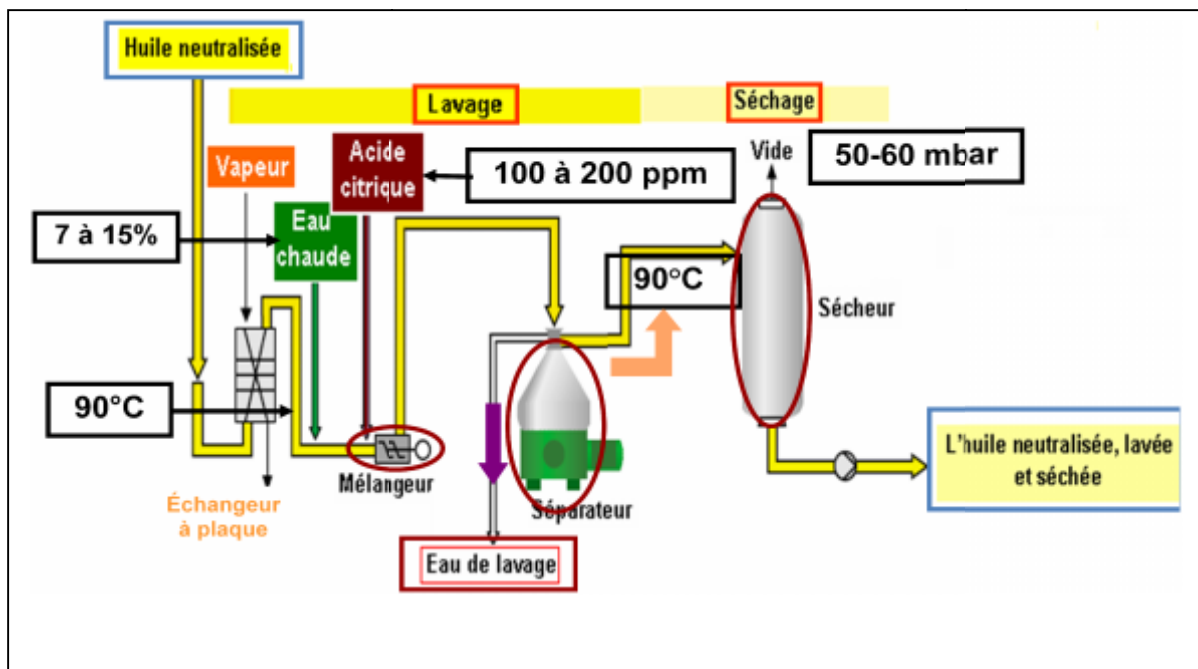


Figure A-3-4 : Schéma de lavage et séchage (Anonyme, 2011).

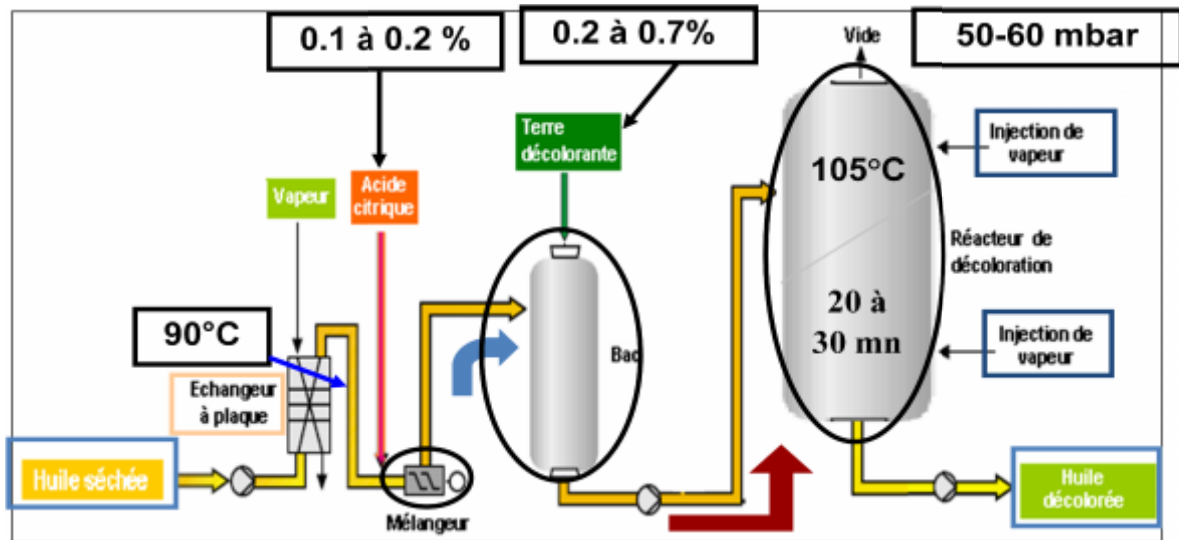


Figure A-3-5 : Schéma de la décoloration (Anonyme, 2011).

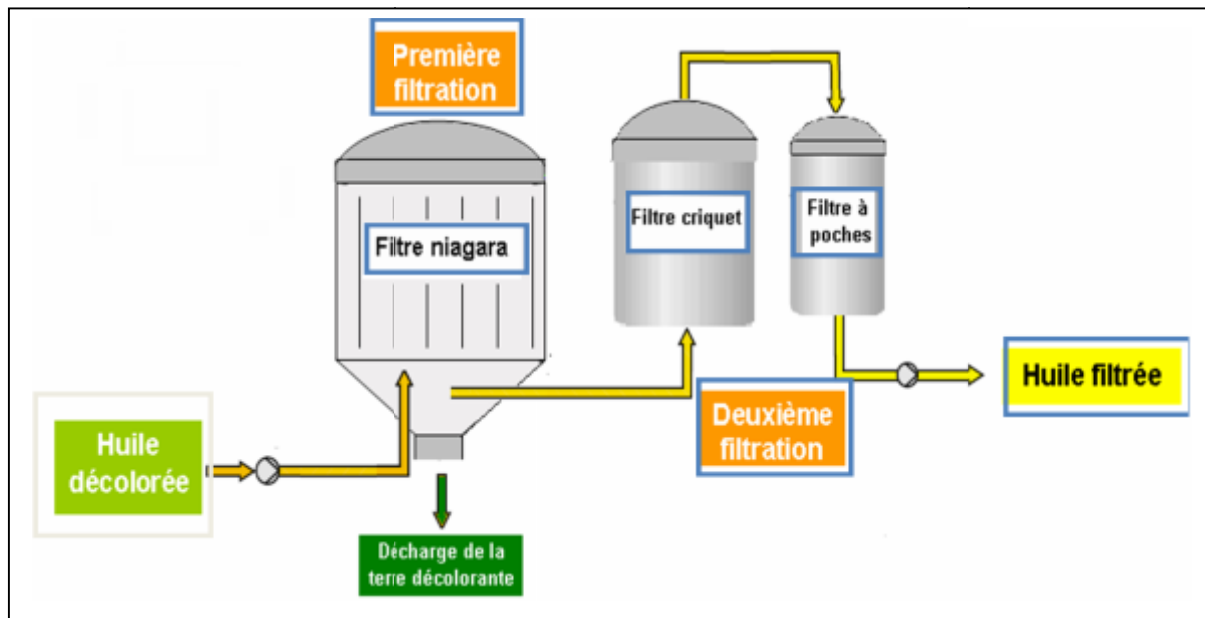


Figure A-3-6 : Schéma de la filtration (Anonyme, 2011).



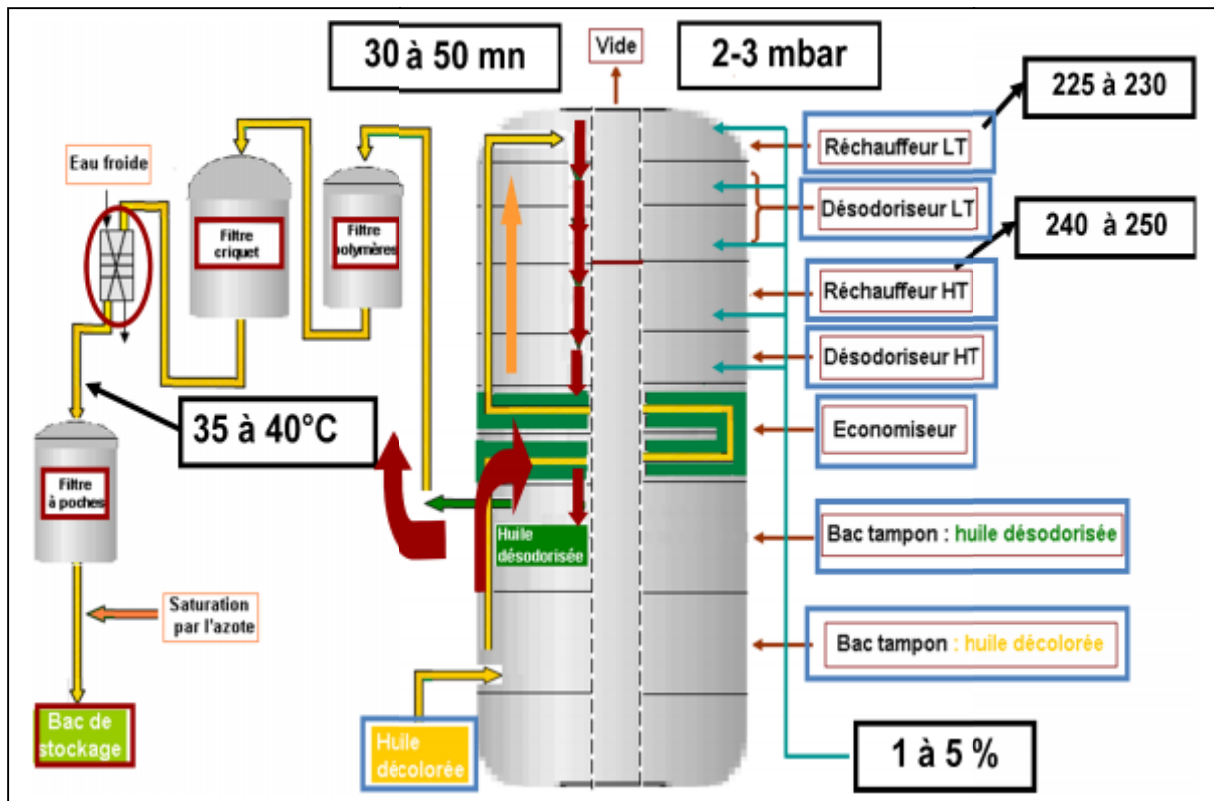


Figure A-3-7 : Schéma de la désodorisation (Anonyme, 2011).

## **Annexe 4 : Présentation du complexe agroalimentaire Cevital spa. Bejaïa**

### **1. Implantation**

Le complexe industriel agroalimentaire CEVITAL est implantée dans l'enceinte portuaire de Bejaïa en Mai 1998 et s'étend sur une superficie de 45000 m<sup>2</sup>, est le plus grand complexe privé en Algérie, et la première société privée dans l'industrie du raffinage des huiles.

Il est une société par action, d'un montant de 970 000 00 DA. Aujourd'hui il contribue largement au développement de l'industrie agroalimentaire nationale et vise à s'imposer sur le marché national, en offrant une large gamme de produits de qualité supérieure à des prix compétitifs grâce à son savoir faire, ses unités de production ultramoderne, son contrôle strict de qualité. La raffinerie d'huile de CEVITAL couvre les besoins nationaux et a permis à l'Algérie de passer d'importateur à exportateur des huiles végétales raffinées (**Anonyme, 2011**).

### **2. Activités**

Le groupe CEVITAL de Bejaïa a pour objectif l'enrichissement du marché national en huile, margarine et sucre dont le but est de satisfaire la demande nationale et d'assurer la qualité grâce à ces divers projets réalisés qui se présentent comme suit :

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

CEVITAL dispose aussi de silos de céréales, sucre blanc et sucre roux d'une capacité de 182 000 tonnes.

### **3. Raffinerie des huiles**

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 de marque ALFA LAVAL (suède) d'une capacité de production très importante (800 tonnes /jours), et une autre chaîne C, la 1000 tonnes, de marque DE SMET(Belgique).

#### 4. Les différentes huiles raffinées

- ❖ **Les huiles fluides** : nécessitent un raffinage physique et chimique (soja, tournesol, colza, maïs).
- ❖ **Les huiles hydrogénées** : subissent uniquement un raffinage physique :
  - HBO** : hydrogen bean oil (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.

#### 5. Quelques huiles produites par CEVITAL

La gamme de produit de CEVITAL, pour l'ensemble des activités existantes, se présente comme suit :

- ☞ Fleurial : 100% Tournesol commercialisé depuis Août 1999 ;
- ☞ Fridor : Tournesol + ODF selon la saison;
- ☞ Elio : soja + ODF selon la saison.
- ☞ Canola : 100% colza commercialisé depuis septembre 1999 ;
- ☞ Oléol : 60% tournesol + 40% soja, commercialisé depuis fin septembre 1999 ;
- ☞ Olivia : huile d'olive conditionnée ;
- ☞ Fleurial plus : 100% tournesol + vitamines A, D et E ;
- ☞ Soya : 100% soja commercialisé depuis septembre 1999.

## 6. Organigramme du complexe CEVITAL

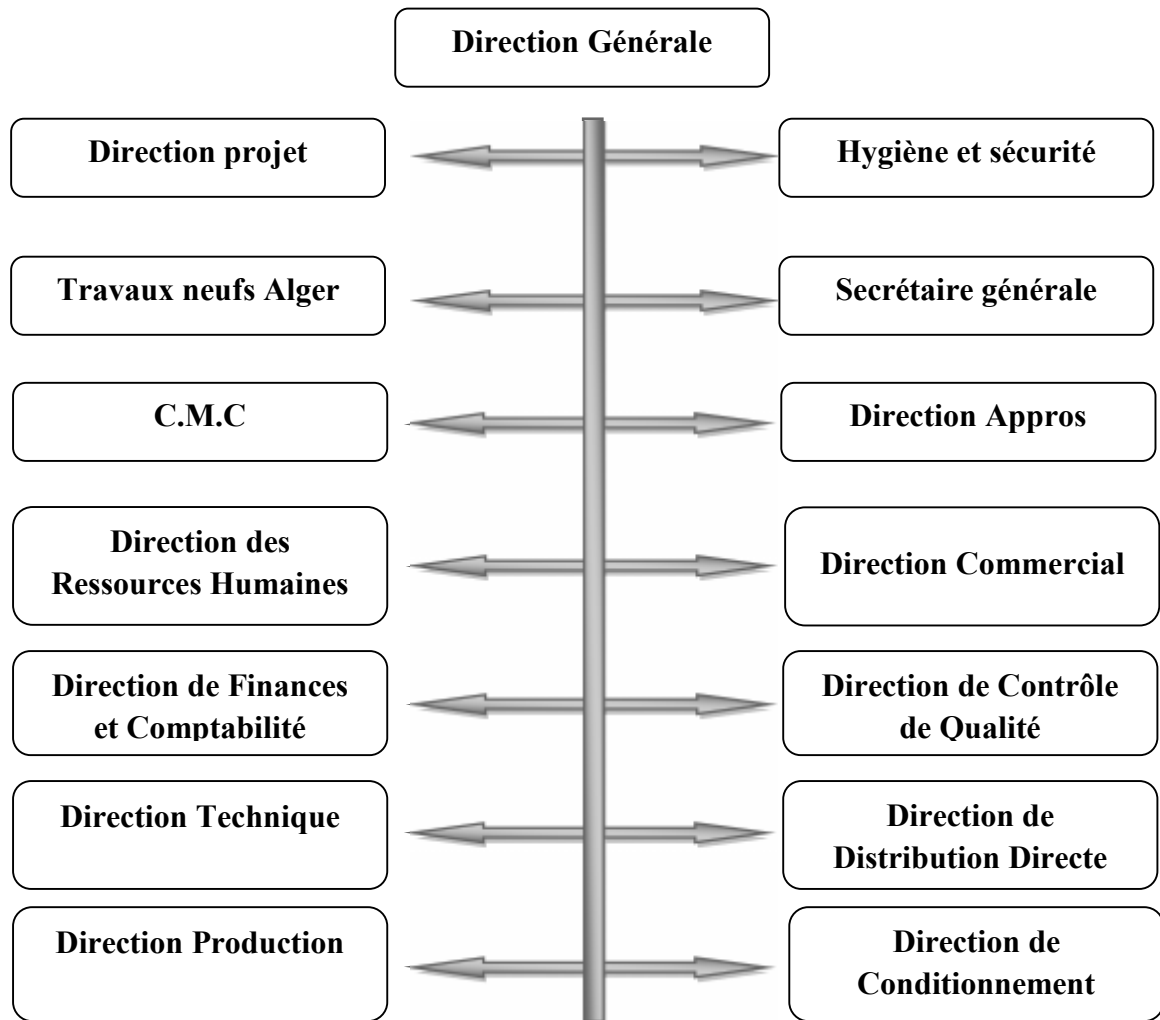


Figure A-4-1 : Organigramme du Complexe CEVITAL

## **Annexe 5 : Matériels et Méthodes**

### **1- Réactifs chimiques utilisé**

- ✓ Acétone.
- ✓ Alcool Ethylique à 96%.
- ✓ Acide acétique.
- ✓ Acide chlorhydrique à 0.01N et 0.5N.
- ✓ Acide sulfurique à 20%.
- ✓ Bromophénol.
- ✓ Chloroforme.
- ✓ Empois d'amidon.
- ✓ Hydroxyde de potassium à 0.5N.
- ✓ Hexane.
- ✓ Iodure de potassium.
- ✓ Molybdate de sodium.
- ✓ Oxyde de zinc.
- ✓ Potassium de sodium dihydrogène.
- ✓ Phénolphtaléine.
- ✓ Soude à 0.1N et 1N.
- ✓ Sulfate d'hydrazine.
- ✓ Thiosulfate de sodium à 0.01N et 0.1N.
- ✓ Tétrachlorure de carbone.

### **2- Matériels utilisé**



**Calorimètre lovibond**



**Etuve réglée**



**Dessiccateur**



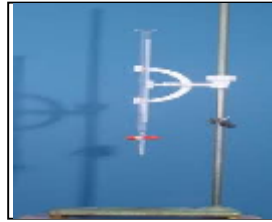
**Balances analytiques**



**Ampoule à décanter**



**Plaque chauffante**



**Burette graduée**



**Densimètre**



**Centrifugeuse**



**Four pasteur**



**Spectrophotomètre**



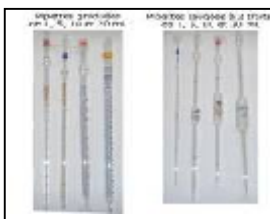
**Ballon**



**Becher**



**Eprouvette graduée**



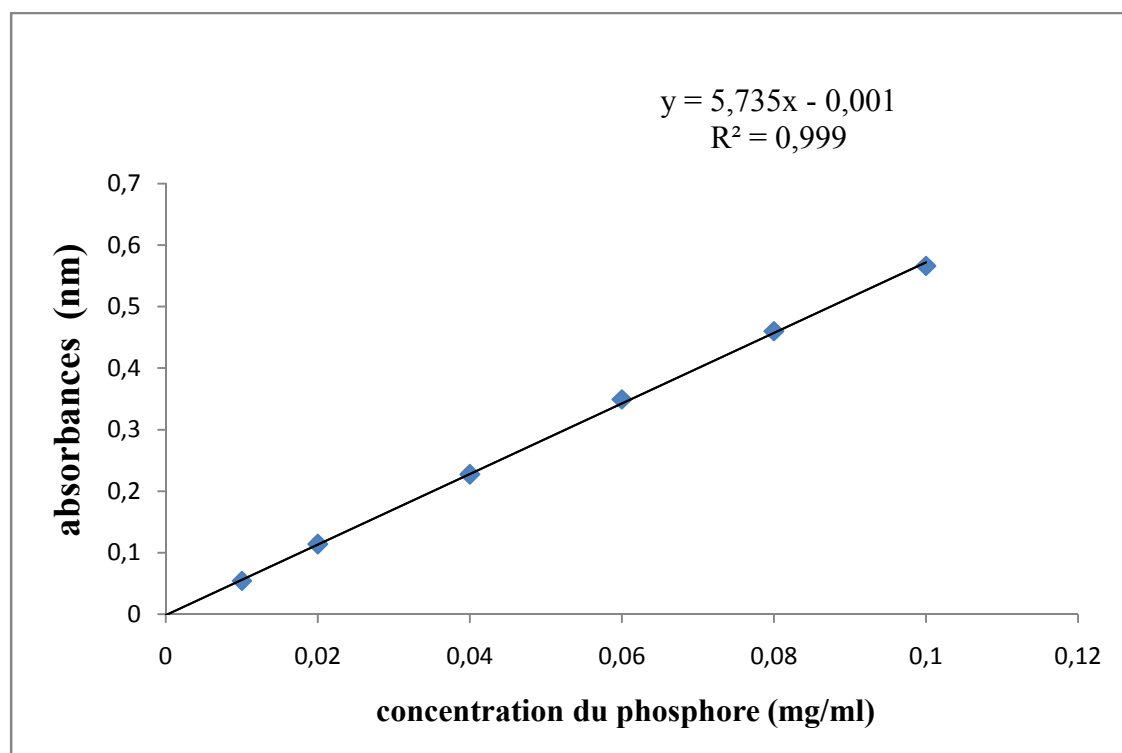
**Pipettes**



**Fioles jaugées**



**Erlen**



**Figure A-5-1** : Courbe d'étalonnage du phosphore (Anonyme, 2011).

**Annexe 6 : Résultats et discussions**

**Tableau A-6-I:** Résultats d'analyses physico-chimiques des l'huiles brutes de tournesol.

Echantillons	Résultats de 6 mois en arrière de l'huile brute de tournesol							Résultats durant le stage	Norme
	Novembre 2011	Décembre 2011	Janvier 2012	Février 2012	Mars 2012	Avril 2012	Mai 2012		
Analyses	E	E	E	E	E	E	E		
Acidité (%)	0.50	0.42	0.44	0.60	0.65	0.39	0.56	2Max	
Indice de peroxyde (meq O2/kgMG)	4.8	5.1	4.8	5.3	5.1	4.3	4.2	15Max	
Impureté insolubles (%)	0.16	0.12	0.079	0.20	0.20	0.08	0.031	0.5Max	
Humidité et Matières volatiles à 105C°	0.13	0.10	0.13	0.08	0.10	0.06	0.077	0.5Max	
Couleur Lovibond 1P (J/R)	(18/1.6)	(27/2)	(27/2)	(18/2)	(21/2)	(22/1.8)	(14/1.4)	-	
Densité à 20 C°	0.919	0.919	0.920	0.919	0.920	0.919	0.920	0.918-0.923	
Indice de réfraction à 40 C°	1.467	1.467	1.467	1.467	1.467	1.467	1.467	1.467-1.469	
Indice d'iode	133	133	134	134	133	133	128	118-141	
Indice de saponification mg KOH /g MG	190	190	190	192	190	190	189	188-194	
Insaponifiables	9.7	8	8.2	9.1	8.4	9.2	8.6	15Max	
Phosphores (ppm)	108	167	87	55	83	188	70	250Max	
Cires	1100	1125	1075	1150	1114	1072	1025	-	
Odeur et Saveur	Caractéristique de produit							-	





Suite de Tableau A-6-II : Résultats d'analyse physico-chimique de l'huile de tourmesol aux cours des étapes du raffinage (Février, Mars et Avril 2012)

Echantillons Analyses	Résultats Février 2012					Résultats Mars 2012					Résultats Avril 2012					Normes
	E1	E2	E3	Moy	Ecart	E1	E2	E3	Moy	Ecart	E1	E2	E3	Moy	Ecart	
Acidité (%) M2	0,1	0,1	0,1	0,1	0	0,07	0,1	0,08	0,08	0,015	0,1	0,07	0,07	0,08	0,02	0,03-0,08
Traces de Savon (ppm)S2	425	500	510	478	46,5	420	312	470	401	80,75	396	436	425	419	20,7	500
Traces de Savon (ppm)	68	70	70	69,3	1,15	60	64	68	64	4	70	70	62	67,3	4,62	70
Humidité (%)	0,02	0,04	0,03	0,03	0,01	0,01	0,02	0,03	0,02	0,01	0,01	0,01	0,02	0,01	0,01	0
Impureté (%)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Phosphores (ppm)	6,2	6,9	6,7	6,6	0,36	7	6	7,1	6,7	0,608	11	7,1	6	8,03	2,63	10 Max
Chlorophylle (ppm)	0,11	0,12	0,1	0,11	0,01	0,13	0,11	0,15	0,13	0,02	0,12	0,09	0,1	0,1	0,02	1 Max
Traces de Savon (ppm)	68	70	70	69,3	1,15	60	64	68	64	4	70	70	62	67,3	4,62	70
Acidité (%)	0,28	0,23	0,26	0,26	0,03	0,26	0,2	0,28	0,25	0,042	0,18	0,16	0,14	0,16	0,02	
Humidité (%)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Impureté (%)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Couleur	J	12	12	12	0	12	12	12	12	0	12	12	12	12	0	
R	1,5	1,4	1,4	1,43	0,06	1,5	1,5	1,5	1,5	0	1,4	1,5	1,5	1,47	0,06	
Chlorophylle	0,04	0,03	0,03	0,03	0,01	0,04	0,04	0,04	0,04	0	0,03	0,04	0,03	0,03	0,01	
Phosphores (ppm)	1,1	1	1,1	1,07	0,06	1	2	1,2	1,4	0,529	1,3	2	1,5	1,6	0,36	2 Max
Acidité (%)	0,09	0,09	0,09	0,09	0	0,08	0,08	0,09	0,08	0,006	0,07	0,08	0,08	0,08	0,01	0,12
Humidité (%)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Impureté (%)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Couleur	J	9	9	9	0	9	9	8	8,67	0,577	8	10	10	9,33	1,15	12
R	1	1	1	1	0	1	1	1,2	1,07	0,115	1	1,1	1,1	1,07	0,06	1,2
Indice de Peroxyde (meq O <sub>2</sub> /Kg MG)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1 Max
Chlorophylle	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Phosphores (ppm)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Aspect	Claire et Limpide					Claire et Limpide					Claire et Limpide					C/L



**Tableau A-6-IV : Résultats d'analyses physico- chimiques des pâtes de neutralisation et des eaux de lavage pour mois (Novembre, Décembre 2011 et Janvier, Mai 2012)**

Echantillons Analyses	Résultats actuels Mai 2012			Résultats Novembre 2011			Résultats Décembre 2011			Résultats Janvier 2012			Normes								
	E1	E2	E3	Moy	Ecart	E1	E2	E3	Moy	Ecart	E1	E2	E3	Moy	Ecart						
Pâtes Acidité (%)	35	41	37	37,7	3,06	39	37	41	39	2	40	38	37	38,3	1,53	38	36	53	42,3	9,29	0,50
Eaux de lavage Pertes en MG (%)	0,2	0,1	0,1	0,13	0,06	0,4	1,2	0,9	0,83	0,4	0,2	0,3	0,1	0,2	0,1	0,1	0,5	0,2	0,27	0,21	≤ 5 %

**Suite tableau A-6-IV : Résultats d'analyses physico-chimiques des pâtes de neutralisation et des eaux de lavage pour les mois (Février, Mars et Avril 2012).**

Echantillons Analyses	Résultats Février 2012			Résultats Mars 2012			Résultats Avril 2012			Normes							
	E1	E2	E3	Moy	Ecart	E1	E2	E3	Moy	Ecart	E1	E2	E3	Moy	Ecart		
Pâtes Acidité (%)	36	37	37	36,7	0,58	37	38	38	40	38,3	1,53	37	37	34	36	1,732	0,50
Eaux de lavage Pertes en MG (%)	0,4	0,5	0,2	0,37	0,15	0,1	0,6	0,3	0,3	0,33	0,25	0,4	0,4	0,1	0,3	0,173	≤ 5 %

**Tableau A-6-V: Suivi de l'acidité en fonction des étapes du raffinage à partir de l'huile brute de Tournesol jusqu'au produit fini « Fleurial »**

	Etapes Analyse		H. Brute	H. Neutralisé e M2	H. Décoloré e	H. Désodorisé e	Produit fini "Fleurial"
	Acidité (%)	Mois					
Résultat actuel	Acidité (%)	Mois Mai	0,56	0,08	0,16	0,07	0,07
Résultat de 6 Mois	Acidité (%)	Mois Novembre	0,5	0,08	0,21	0,08	0,08
		Mois Décembre	0,42	0,08	0,21	0,07	0,07
		Mois Janvier	0,44	0,09	0,18	0,08	0,08
		Mois Février	0,6	0,1	0,26	0,09	0,09
		Mois Mars	0,65	0,08	0,25	0,08	0,08
		Mois Avril	0,39	0,08	0,16	0,08	0,08
<b>Normes</b>			2 Max	0,03-0,08	sans Norme	0,12 Max	0,15 Max

**Tableau A-6-VI : Corrélation entre les six derniers mois**

	Mois Mai	Mois Novembre	Mois Décembre	Mois Janvier	Mois Février	Mois Mars	Mois Avril
Mois Mai	1						
Mois Novembre	0,990643796	1					
Mois Décembre	0,975440754	0,995903128	1				
Mois Janvier	0,995386696	0,998863924	0,992058	1			
Mois Février	0,987938744	0,99962894	0,997754887	0,998191829	1		
Mois Mars	0,992145741	0,999932582	0,994833478	0,999257105	0,999329857	1	
Mois Avril	0,996415418	0,998592126	0,989921337	0,99956142	0,997163177	0,999140745	1

**Tableau A-6-VII : Corrélation entre les étapes du raffinage**

	H. Brute	H. Neutralisé M2	H. Décoloré	H. Désodorisé	Produit fini "Fleurial "
H. Brute	1				
H. Neutralisé M2	0,246899469	1			
H. Décoloré	0,658874821	0,457419959	1		
H. Désodorisé	0,316697295	0,745499316	0,564288094	1	
Produit fini "Fleurial "	0,316697295	0,745499316	0,564288094	1	1

**Tableau A-6-VIII : Suivi des Traces de savons en fonction des étapes du raffinage à partir de l'huile brute de Tournesol jusqu'au produit fini « Fleurial »**

		Etapes	Séparateur S2	Laveur	H. Décolorée	H. Désodorisée	H. finale "Fleurial"
Analyse							
Résultat actuel	Trace de savon (ppm)		405	60	0	0	0
	Résultats de mois en arrière	Mois Novembre	426	69	0	0	0
Mois Décembre		446	70	0	0	0	
Mois Janvier		482	66	0	0	0	
Mois Février		478	69	0	0	0	
Mois Mars		401	64	0	0	0	
Mois avril		419	67	0	0	0	
Normes		500	70	0	0	0	

**Tableau A-6-IX : corrélation entre les six mois**

	Mois Mais	Mois Novembre	Mois Décembre	Mois Janvier	Mois Février	Mois Mars	Mois avril
Mois Mais	1						
Mois Novembre	0,99990002	1					
Mois Décembre	0,9999595	0,999986786	1				
Mois Janvier	0,999934501	0,999672687	0,999790998	1			
Mois Février	0,999992486	0,999837689	0,999917097	0,999971357	1		
Mois Mars	0,999931405	0,999997052	0,99999632	0,999731857	0,999878485	1	
Mois avril	0,999927717	0,999997759	0,999995429	0,999724612	0,999873592	0,999999952	1

**Tableau A-6-X: Suivi de la couleur (J, R) en fonction des étapes du raffinage à partir de l'huile de Tournesol jusqu' au produit fini « Fleurial »**

		Etapes		H. brute	H .Décolorée	H.Désodorisée	H. finie "Fleurial"		
		Analyse							
résultat actuel	Couleur	mois de mai	J	14	12	9	8		
			R	1,4	1,4	0,8	0,9		
Résultat de 6 mois en arrière	Couleur	mois Novembre	J	18	11	6	6		
			R	1,6	1,4	0,8	0,8		
		mois Décembre	J	27	11	8	7		
			R	2	1,4	0,9	0,8		
		mois Janvier	J	27	10	7	7		
			R	2	1,3	0,8	0,8		
		mois Février	J	18	12	9	9		
			R	2	1,4	1	1		
		mois Mars	J	21	12	8	7		
			R	2	1,5	1	0,9		
		mois Avril	J	22	12	9	8		
			R	1,8	1,4	1	0,9		
		Normes		J	Sans normes			12	12
				R				1,2	1,2

**Tableau A-6-XI : corrélation entre les six mois pour la couleur (J)**

	Mois Mais	mois Novembre	mois Décembre	mois Janvier	mois Février	mois Mars	mois Avril
Mois Mais	1						
mois Novembre	0,964500365	1					
mois Décembre	0,886134809	0,968004729	1				
mois Janvier	0,866439389	0,960995497	0,998582055	1			
mois Février	0,941513084	0,99611649	0,985999792	0,981613565	1		
mois Mars	0,949072498	0,994073172	0,98678058	0,979599997	0,99794872	1	
mois Avril	0,922514432	0,984149472	0,996337851	0,991523063	0,99489532	0,99694033	1

**Tableau A-6-XII : corrélation entre les six mois pour la couleur (R)**

	Mois Mai	Mois Novembre	Mois Décembre	Mois Janvier	Mois Février	Mois Mars	Mois Avril
Mois Mai	1						
Mois Novembre	0,972194324	1					
Mois Décembre	0,875519574	0,962792936	1				
Mois Janvier	0,857104092	0,946697152	0,995176327	1			
Mois Février	0,848204883	0,940892919	0,993896095	0,999845721	1		
Mois Mars	0,893966685	0,973418026	0,998890301	0,990593024	0,988497522	1	
Mois Avril	0,892315708	0,97297591	0,998315834	0,988271492	0,986080612	0,999808055	1

**Tableau A-6-XIII : corrélation entre les étapes du raffinage**

	H. brute	H. Décoloré	H. Désodorisé	H. fini
H. brute	1			
H. Décoloré	0,923488664	1		
H. Désodorisé	0,911181718	0,988458063	1	
H. fini	0,912857525	0,987821377	0,995270173	1

**Tableau A-6-XIV : Suivi de l'Humidité en fonction des étapes du raffinage à partir de l'huile brute de Tournesol jusqu'au produit fini « Fleurial »**

		Etapes Analyse	H. Brute	H. Séchée	H. Décolorée	H. Désodorisée	Produit fini "Fleurial "
Résultat actuel	Humidité (%)	Mois Mai	0,07	0,02	0,01	0	0
	Humidité (%)	Mois Novembre	0,13	0,02	0	0	0
Mois Décembre		0,1	0,03	0	0	0	
Mois Janvier		0,13	0,01	0	0	0	
Mois Février		0,08	0,03	0	0	0	
Mois Mars		0,1	0,02	0	0	0	
Mois Avril		0,06	0,01	0	0	0	
Normes			0,5 Max	0,05	0	0	0



**Tableau A-6-XV : corrélation entre les six mois**

	<i>Mois Mai</i>	<i>Mois Novembre</i>	<i>Mois Décembre</i>	<i>Mois Janvier</i>	<i>Mois Février</i>	<i>Mois Mars</i>	<i>Mois Avril</i>
Mois Mai	1						
Mois Novembre	0,985300977	1					
Mois Décembre	0,988829981	0,988684736	1				
Mois Janvier	0,97469789	0,996967161	0,97401206	1			
Mois Février	0,981998042	0,974262147	0,997052685	0,953764576	1		
Mois Mars	0,988829981	0,998877362	0,994680851	0,992161353	0,983846689	1	
Mois Avril	0,986500578	0,999913829	0,990568793	0,995859615	0,977137397	0,99941316	1

**Tableau A-6-XVI : Suivi des Impureté en fonction des étapes du raffinage à partir de l'huile brute de Tournesol jusqu'au produit fini « Fleurial »**

		Etapes		H. Brute	H. Séchée	H. Décolorée	H. Désodorisée	Produit fini "Fleurial"
		Analyse						
Résultat actuel	Impureté (%)	Mois Mai		0,031	Néant	Néant	Néant	Néant
	Impureté (%)	Mois Novembre		0,16	Néant	Néant	Néant	Néant
Mois Décembre			0,12	Néant	Néant	Néant	Néant	
Mois Janvier			0,079	Néant	Néant	Néant	Néant	
Mois Février			0,2	Néant	Néant	Néant	Néant	
Mois Mars			0,2	Néant	Néant	Néant	Néant	
Mois Avril			0,08	Néant	Néant	Néant	Néant	
Normes				0,5 Max	Néant	Néant	Néant	Néant

**Tableau A-6-XVII : corrélation entre les six mois**

	<i>Mois Mai</i>	<i>Mois Novembre</i>	<i>Mois Décembre</i>	<i>Mois Janvier</i>	<i>Mois Février</i>	<i>Mois Mars</i>	<i>Mois Avril</i>
Mois Mai	1						
Mois Novembre	1	1					
Mois Décembre	1	1	1				
Mois Janvier	1	1	1	1			
Mois Février	1	1	1	1	1		
Mois Mars	1	1	1	1	1	1	
Mois Avril	1	1	1	1	1	1	1

**Tableau A-6-XVIII : Suivi de l'indice de peroxyde en fonction des étapes du raffinage à partir de l'huile brute de Tournesol jusqu'au produit fini « Fleurial »**

	Etapes		H. Brute	H. Désodorisée	Produit fini "Fleurial "
	Analyse				
Résultat actuel	Indice de peroxyde (meq O <sub>2</sub> /kg MG)	Mois Mai	4,2	0	0,5
Résultat de 6 Mo		Mois Novembre	4,8	0	0,3
		Mois Décembre	5,1	0	0,6
		Mois Janvier	4,8	0	0,4
		Mois Février	5,3	0	0,5
		Mois Mars	5,1	0	0,4
		Mois Avril	4,3	0	0,4
Normes			15 Max	1 Max	10 Max

**Tableau A-6-XIX : corrélation entre les six mois**

	Mois Mai	Mois Novembre	Mois Décembre	Mois Janvier	Mois Février	Mois Mars	Mois Avril
Mois Mai	1						
Mois Novembre	0,998576	1					
Mois Décembre	0,99999908	0,998647333	1				
Mois Janvier	0,99942128	0,999812793	0,999466429	1			
Mois Février	0,99972031	0,999558355	0,999751424	0,99994622	1		
Mois Mars	0,99925477	0,999891015	0,999306123	0,999989484	0,999888141	1	
Mois Avril	0,99969008	0,9995946	0,999722872	0,999958364	0,999999224	0,999905998	1

Tableau A-6-XX : Suivi de Taux des phosphores en fonction des étapes du raffinage.

		Etapes Analyse	H. brute	H. séchée	H .Décolorée	H .Désodorisée
Résultat de 6 mois en arrièrè	Taux des phosphores (ppm)		70	6,67	1,17	0
		mois Novembre	108	5	1,33	0
		mois Décembre	167	6,03	1,17	0
		mois Janvier	87	7,2	1,6	0
		mois Février	55	6,6	1,07	0
		mois Mars	83	6,7	1,4	0
		mois Avril	188	8,03	1,6	0
Normes		250 Max	10Max	2 Max	0	

Tableau A-6-XXI : corrélation entre les six mois

	Mois Mai	Mois Novembre	Mois Décembre	Mois Janvier	Mois Février	Mois Mars	Mois Avril
Mois Mai	1						
Mois Novembre	0,998918568	1					
Mois Décembre	0,998521214	0,999962736	1				
Mois Janvier	0,999910931	0,999439378	0,999134085	1			
Mois Février	0,999716864	0,997529634	0,99694659	0,999316954	1		
Mois Mars	0,999893436	0,999488214	0,999198479	0,999998281	0,999264982	1	
Mois Avril	0,99882059	0,999993478	0,999982997	0,999359685	0,997383535	0,999414915	1

Tableau A-6-XXII : Suivi de Taux de la chlorophylle en fonction des étapes du raffinage.

	Etapes		H. séchée	H .Décolorée	H .Désodorisée
	Analyse				
Résultat actuel	Taux de chlorophylle (ppm)		0,07	0,03	0
Résultat de 6 mois en arrière	Taux de chlorophylle (ppm)	mois Novembre	0,18	0,02	0
		mois Décembre	0,17	0,03	0
		mois Janvier	0,15	0,02	0
		mois Février	0,11	0,03	0
		mois Mars	0,13	0,04	0
		mois Avril	0,1	0,03	0
Normes			1 Max	0,05Max	0

Tableau A-6-XXIII : corrélation entre les six mois

	Mois Mai	mois Novembre	mois Décembre	mois Janvier	mois Février	mois Mars	mois Avril
Mois Mai	1						
mois Novembre	0,942830858	1					
mois Décembre	0,96236205	0,997918081	1				
mois Janvier	0,949795721	0,999767647	0,999076436	1			
mois Février	0,9848391	0,986349424	0,994915913	0,989669743	1		
mois Mars	0,990736406	0,979354815	0,990353306	0,983484736	0,999273048	1	
mois Avril	0,989553717	0,981027761	0,991488659	0,984978779	0,999559475	0,99996431	1

## **Résumé**

L'huile brute de tournesol, extraite de la graine de tournesol nécessite, pour obtenir une huile comestible, le passage obligatoire par le traitement de raffinage.

La présente étude exécutée au sein du complexe agroalimentaire Cevital de Bejaia, s'est accentuée sur le suivi de la qualité de l'huile Fleurial durant une période de sept mois d'observation et au cours de chaque étape du raffinage chimique afin de permettre d'avancer que les conditions du raffinage aboutissent à une huile finie de qualité salubre et conforme aux normes.

Pour garantir la qualité de l'huile de Fleurial, le suivi des paramètres physico-chimiques (acidité, humidité, indice de peroxyde, couleur,.....) qui influe cette dernière est indispensable durant différentes étapes du raffinage chimique.

Les résultats obtenus révèlent que le procédé chimique est stable et facile à mettre en œuvre, ce qui traduit le bon suivi et l'efficacité des traitements appliqués à différents stades du raffinage.

**Mots clés :** huile végétale, tournesol, raffinage, dégomme chimique, analyses physico-chimiques.

## **Abstract**

The crude sunflower oil extracted from sunflower beans requires to obtain edible oil, the transition by the processing refining.

This present study executed at the agro-food complex Cevital of Bejaia, it is accentuated on the follow-up of the quality of Fleurial oil during one seven months time of observation during each stage of the chemical refining in order to make it possible to advance that the conditions of the refining lead to a finished oil of quality salubrious and in conformity with the standards.

To guarantee the quality of the oil of Fleurial, monitoring of the physicochemical parameters (acidity, moisture, index of peroxide, color.....) which influences the latter is essential lasting various stages of the chemical refining.

The results obtained reveal that the chemical process is stable and easy to implement, which translates the good follow-up and the effectiveness of the treatments applied at various stages of the refining.

**Key words:** vegetable oil, sunflower, refining, chemical degumming, physicochemical analysis.