



## Mémoire de Master

Présenté par :

- M<sup>elle</sup> Halouane Sabiha

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

*Spécialité :*

**Thème :**

Production de l'huile de Soja et ces analyses  
physico-chimiques

Soutenu le : 29/06/2016

Devant le jury composé de :

Nom&Prénom	Département d'affiliation	Qualité
M <sup>r</sup> HENACHE Zahir	Chimie	Président
M <sup>r</sup> CHEKNOUN Salem	Chimie	Examineur
M <sup>me</sup> AIT AHMED Nadia	Chimie	Encadreur

2015-2016

## REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier Allah le tout puissant et miséricordieux, qui m'a donné la force et la patience d'accomplir ce modeste travail.

Mes remerciements vont aussi à ma promotrice M<sup>me</sup> Ait Ahmed Nadia, pour avoir accepté de m'encadrer et de me diriger, et pour m'avoir permis de bénéficier de ses conseils éclairés tout au long du développement de mon travail.

Je tiens aussi à remercier toute l'équipe du laboratoire de CO.G.B la belle de Bejaia en particulier M<sup>me</sup> Djamila, M<sup>me</sup> K.Djafri, je n'omettrais pas de remercier le directeur de l'entreprise Mrs Manipour m'avoir ouvert les portes de son entreprise afin de pouvoir finaliser mon travail.

Je remercie les membres du jury, d'avoir accepté d'évaluer mon travail, que je dédie à toute la promotion 2<sup>ème</sup> année master chimie d'analyse.

Enfin, j'adresse mes remerciements les plus sincères à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la concrétisation de ce travail.

## **DEDICACES**

Je dédie ce modeste travail

Celle qui m'a comblé d'amour, de soutien et de tendresse. A vous mon signe de douceur, de joie et de bonheur, à vous ma volonté, ma fierté et mon honneur : Ma Mère

A celui qui a consacré toute sa vie pour me guider et m'assister : Mon Père

Je souhaite qu'ils trouvent à travers ce mémoire le faible témoignage de leurs efforts et de leurs sacrifices.

A mes frères Rabah, Yacine, Salem et mes sœurs Naima, Samira.

A toute la famille Halouane.

A tous mes amie que j'aime et chacun par son nom.

A toute la promotion 2016 chimie analyse et chimie des matériaux.

**Sabiha**

## Sommaire

Introduction.....	1
Partie I : Généralités sur les corps gras	
I.1. Définition des corps gras.....	2
I.2. Classification des corps gras.....	2
I.2.1. Les corps gras d'origine végétale.....	2
I.2.2. Les corps gras d'origine animale.....	2
I.3.Composition des corps gras.....	2
I.3.1. Triglycérides.....	2
I.3.2. Glycérophosphatides.....	3
I.3.2.1. Esters glycérophosphoriques.....	3
I.3.2.2. Phosphatides proprement dits non azotés.....	3
I.3.2.3. Phosphoglycérides azotés.....	4
I.3.3. Insaponifiables.....	4
I.3.3.1. Stérols.....	4
I.3.3.2. Tocophérols (vitamine E).....	4
I.3.3.3. Hydrocarbures.....	4
I.3.3.4. Vitamines liposolubles.....	4
I.3.3.5. Cires.....	4
I.3.3.6. Pigments.....	4
I.4. Propriétés des corps gras.....	5
I.4.1. propriétés physiques.....	5
I.4.1.1. Etat naturel et aspect.....	5
I.4.1.2. Densité.....	5
I.4.1.3. Point de fusion.....	5
I.4.1.4. Viscosité.....	5
I.4.1.5. Indice de réfraction.....	5
I.4.1.6. Solubilité.....	5
I.4.2. Propriétés chimiques.....	5
I.4.2.1. Indice d'acide.....	5
I.4.2.2.Indice de saponification.....	5

I.4.2.3. Indice d'iode.....	5
I.4.2.4. Indice de peroxyde.....	6
I.4.2.5. Insaponifiables.....	6
I.5.Rôle des corps gras dans l'alimentation.....	6
I.6. Altérations des corps gras.....	6
I.6.1.Altérations chimiques.....	7
I.6.1.1. Acidification.....	7
I.6.1.2. Oxydation.....	7
Partie II : Etude de l'huile de soja et leur processus	
II.1.Définition de l'huile de soja.....	8
II.2.Origine de l'huile de Soja.....	8
II.2 .1.La plante.....	8
II.2.2.La graine.....	8
II.3. Composition de l'huile de soja.....	9
II.4. Les valeurs nutritionnelles de l'huile de soja.....	10
II.5.Technologie de l'obtention de l'huile brute.....	10
II.5.1. Extraction de l'huile par pression (extraction physique).....	11
II.5.1.1. Aplatissage.....	11
II.5.1.2. Pressage à froid.....	11
II.5.1.3. Cuisson.....	11
II.5.1.4. Le pressage à chaud.....	11
II.5.2. Extraction par solvant (extraction chimique).....	11
II.5.3. La distillation du miscella.....	11
II.5.4. La désolvantisation.....	12
Partie III : Raffinage de l'huile de Soja	
III.1. Raffinage.....	13
III.2.But de raffinage.....	13
III.3. Les étapes de raffinage.....	14
III.3.1. Démucilagination ou dégomme.....	14
III.3.1.1.Processus technologique de démucilagination au niveau de CO.G.B. La belle.....	15
III.3.2.Neutralisation.....	15

III.3.2.1.Processus technologique de neutralisation au niveau de CO.G.B. La belle.....	16
III.3.3.Lavage.....	16
III.3.3.1. Processus technologique de lavage au niveau de CO.G. B. La belle.....	16
III.3.4. Séchage.....	17
III.3.4.1. Processus technologique de séchage au niveau de CO.G.B la belle.....	17
III.3.5. Décoloration.....	17
III.3.5.1.Processus technologique de décoloration et filtration au niveau de CO.G.B.LaBelle .....	17
III.3.6. Wintérisation ou décirage.....	18
III.3.7. Désodorisation.....	18
III.3.7.1.Processus technologique de désodorisation au niveau de CO.G.B La Belle.....	18
III.3.8. Conditionnement.....	19
III.4.Effets de raffinage sur les huiles.....	23
III.4.1.Composition de l'huile brute et l'huile raffinée de soja.....	23
Chapitre II : Matériels et méthodes	
Partie I : Présentation de l'entreprise.....	24
II.1. Présentation de l'entreprise.....	24
II.2. Historique.....	24
II.3. Position Géographique.....	24
II.4. La production de l'unité (tonne /jour).....	24
II.5. Présentation du laboratoire.....	25
II.5.1.Laboratoire des huiles.....	25
II.5.2.Laboratoire du traitement des eaux.....	25
II.5.3.Laboratoire des caristes.....	25
II.5.4.Laboratoire de margarinerie.....	26
II.6. Organigramme de l'unité UP/07.....	27
Partie II : Analyses physico-chimiques de l'huile de Soja	
II.7. Echantillonnage.....	28
II.8. Analyses physico-chimique.....	29
II.8.1. Analyses chimiques.....	29
II.8.1.1 Détermination de l'acidité [NE 1.2-43-1985].....	29

II.8.1.2. Détermination de l'indice de peroxyde [NE 1.2-50-1985].....	30
II.8.1.3. Détermination de l'indice de saponification [NE 1.2-49-1985].....	31
II.8.1.4. Traces de savons (alcalinité de savon) [NE.1.2.365.1989].....	32
II.8.1.5. Détermination des phospholipides (phospholipides) [N.E :8242-11-8-Edition : 22-12-04].....	33
II.8.2. Analyses physiques.....	33
II.8.2.1. Détermination de la couleur [NE 1.2-364-1989].....	33
II.8.2.2. Détermination de l'humidité [NE 1.2-47-1985].....	34
II.8.2.3. Détermination de la teneur en impuretés [NE-1.2-461-1985].....	34
II.8.2.4. Détermination de la Densité [NE 1.2-70-1985].....	35
II.8.2. 5. Détermination de l'indice de réfraction [NE.1.2-75-1987].....	36
II.8.2. 6. La dégustation [NE].....	36
II.8.3. Détermination des pertes en matières grasses.....	36
II.8.3.1. Détermination de la matière grasse dans les pâtes de Neutralisation [NE].....	36
II.8.3.2. Détermination de la quantité de gras dans les eaux de lavages [NE 1.2-50-1985]....	37
II.8.3.3. Détermination de la matière grasse entraînée dans la terre usée [NE].....	37
Chapitre III : Résultats et discussions	
III.1. Huile brute.....	39
III.2. Huile neutralisée.....	40
III. 3. Huile lavée.....	41
III.4. Huile séchée.....	42
III.5. Huile décolorée.....	43
III.6. Huile désodorisée.....	44
III.7. Huile conditionnée.....	45
III.8. Détermination des pertes d'huile lors du raffinage.....	46
Conclusion.....	47

## Liste des figures

Figure I.1: representation schématique d'un triglycéride composé à partir d'acides gras saturés et insaturés.....	3
FigureII.1: la plante de soja et ses graines.....	8
Figure II.2: description macroscopique de la graine de soja.....	9
Figure II.3:Schéma du procédé général de l'extraction de l'huile brute.....	10
Figure III.1: les étapes du procédé de raffinage d'huile de soja au niveau de C.O.G.B.....	14
Figure III. 2 : la section de démulcination et neutralisation doc CO.G.B.....	21
Figure III.3: « la section de décoloration et désodorisation » doc CO.G.B.....	22
Figure I.1 : organigramme des départements de CO.G.B La belle /UP7.....	27



## Liste des tableaux

Tableau I.1: Rôles nutritionnel, sensoriel et technologique des lipides.....	6
Tableau II.1:Composition de l'huile de soja en acide gras.....	9
Tableau II.2: Principales constantes physiques et chimiques de l'huile de soja.....	10
Tableau III.1: Les opérations élémentaires du raffinage et leurs effets sur les constituants mineurs et les contaminants.....	20
Tableau III.2: Composition de l'huile brute et l'huile raffinée de soja.....	23
Tableau I.1: Analyses effectuées aux différentes étapes du raffinage.....	28
Tableau II.1: résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile brute de soja.....	39
Tableau II.2: résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile neutralisée de soja.....	40
Tableau II.3: résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile de premier lavage.....	41
Tableau II.4: résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile de deuxième lavage.....	41
Tableau II.5: résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile séchée.....	42
Tableau II.6: résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile décolorée.....	43
Tableau II.7: résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile désodorisée.....	44
Tableau II.8: résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile conditionnée.....	45
Tableau II.9: résultats des pertes d'huile au cours de quelques étapes de raffinage.....	46

## **Les normes**

Détermination de l'acidité [NE 1.2-43-1985].

Détermination de l'indice de peroxyde [NE 1.2-50-1985].

Détermination de l'indice de saponification [NE 1.2-49-1985].

Traces de savons (alcalinité de savon) [NE.1.2.365.1989].

Détermination des phospholipides (phospholipides) [N.E :8242-11-8-Edition : 22-12-04].

Détermination de la couleur [NE 1.2-364-1989].

Détermination de l'humidité [NE 1.2-47-1985].

Détermination de la teneur en impuretés[NE-1.2-461-1985].

Détermination de la densité [NE 1.2-70-1985].

Détermination de l'indice de réfraction [NE.1.2-75-1987].

Détermination de la quantité de gras dans les eaux de lavages [NE 1.2-50-1985].

## Liste des abréviations

---

**Up7** : Unité de Production Numéro 07

**CO.G.B.LaBelle** : Corps Gras De Bejaia La Belle

**m<sup>2</sup>** : Mètre Carré

**S.I.A.N** : Société Industrielle de l'Afrique de Nord

**SO.GE.D.IA** : Société de Gestion et de Développement des Industries Alimentaires

**E.N.C.G** : Entreprise Nationale des Corps Gras

**Spa** : Société par action

**%** : Pourcentage

**T/J** : Tonne par jour

**C°** : Degré Celsius

**M** : Masse Molaire

**m** : Masse

**N** : Normalité

**V** : Volume

**PE** : Prise d'essai

**g** : Gramme

**ml** : Millilitre

**mn** : Minute

**mol** : Molle

**L**: litre

**Meq** : Milliéquivalent

**Kg** : kilogramme

**Mm Hg** : Millimètre mercure

**pH** : Potentiel en hydrogène

**MTD** : Matière totale

**AgNO<sub>3</sub>** : Nitrate d'argent

**NaOH** : Hydroxyde de sodium

## Liste des abréviations

---

**H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>** : Acide sulfurique

**(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>OH)<sub>2</sub>** : La phénolphtaléine

**ISO** : International System Organisation

**C<sub>27</sub>H<sub>46</sub>O** : Cholestérol

**Fe** : fer

**Cu** : Cuivre

**PEHD** : le polyéthylène Haute densité

**PEBD** : le polyéthylène basse densité

**PET** : le polyéthylène téréphtalate

**Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>** : thiosulfate de sodium

**NaI** : Iodure de sodium

**I<sub>2</sub>** : Iode libéré

**KI** : Iodure de Potassium

# **Introduction générale**

## Introduction générale

Les corps gras alimentaires comprennent les huiles et les graisses d'origine animale ou végétale [1]. Ils jouent un rôle nutritionnel important dans l'alimentation humaine. D'ailleurs, ils nous apportent des lipides très riches en calories, en vitamines liposolubles et en sels minéraux [2].

L'huile de soja est l'huile alimentaire la plus consommée à travers le monde. Elle provient de l'extraction de la fève de soja, une plante légumineuse. Les principaux pays producteurs d'huile de soja sont les Etats-Unis, le Japon et la Chine. Ce dernier est le premier à planter le soja [1].

L'huile de soja contient un fort taux d'acides gras polyinsaturés, d'acides linoléiques et  $\alpha$ -linoléiques qui sont indispensables à l'organisme humain. Par ailleurs, l'huile de soja contient des acides gras saturés, monoinsaturés, vitamine E, minéraux.....etc [3].

Le laboratoire joue un rôle important dans l'évaluation de la qualité de l'huile, cette dernière est assurée par l'analyse quotidienne des échantillons, à chaque stade du raffinage.

Dans le présent travail, nous nous sommes intéressées aux analyses physico-chimiques de l'huile de soja à différentes étapes du raffinage ( l'huile brute, dé mucilaginée, neutralisée, décolorée et désodorisée) qui nous permettent de contrôler la qualité de cette huile raffinée. Toutes ces analyses sont faites au niveau du laboratoire de CO.G.B la belle.

En Algérie, la consommation de l'huile est assurée pour une part importante par les huiles importées de l'étranger, qui doivent être traitées avant l'utilisation. Elles subissent un traitement de purification et de raffinage, la qualité des produits obtenus dépend de la qualité des matières premières, du procédé de fabrication, de la qualité de l'emballage et enfin des conditions de stockage.

Ce manuscrit se présente en trois chapitres ;

- Le premier chapitre est organisé en trois parties : dont la première sera consacrée aux généralités sur les corps gras. Dans la seconde partie, nous allons étudier l'huile de soja et leur processus, la troisième partie est consacrée au raffinage de l'huile de Soja.
- La première partie du deuxième chapitre sera consacrée à la présentation de l'entreprise (CO.G.B la belle). On terminera ce chapitre par un survol de la littérature existante sur les différentes analyses physico-chimiques effectuées sur l'huile de Soja.
- Le troisième chapitre est consacré aux résultats et discussions et on terminera par une conclusion.

# **Chapitre I : Généralités sur l'huile de soja**

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



## Partie I : Généralités sur les corps gras

### I.1. Définition des corps gras:

Les corps gras font partie d'un ensemble complexe de composés organiques ; ils sont définis comme étant des huiles et des graisses d'origine végétale ou animale. Ils se caractérisent par leur insolubilité dans l'eau et leur touche onctueuse et leur solubilité dans les solvants organiques [4].

### I.2. Classification des corps gras :

#### I.2.1. Les corps gras d'origine végétale :

Les corps gras d'origine végétale, englobent les graines oléagineuses (arachide, colza, maïs, coton...) et pulpes des certains fruits oléagineux (fruits de palme et olive). Les corps gras d'origine végétale sont classés selon les deux manières [5] :

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

#### I.2.2. Les corps gras d'origine animale : citons :

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

### I.3. Composition des corps gras :

Elle dépend de [6] :

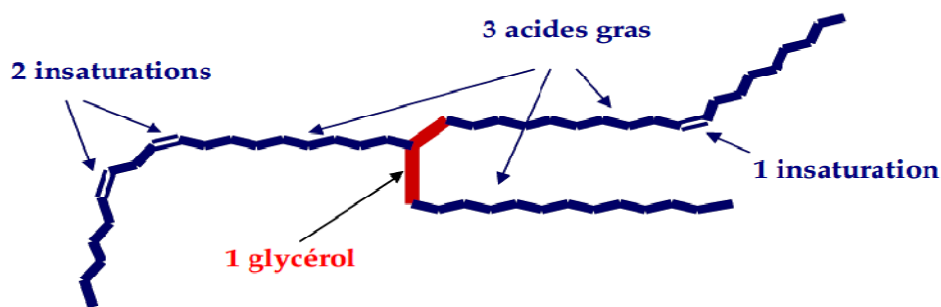
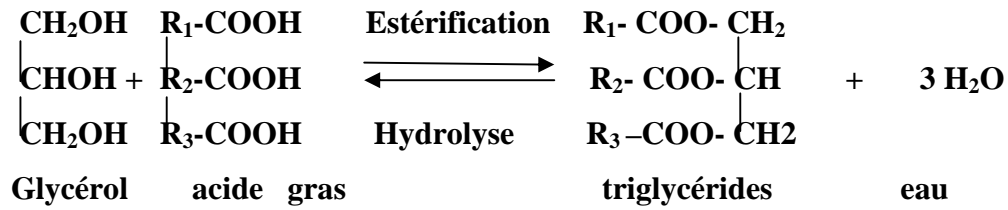
- Pour les corps gras d'origine végétale : du lieu de production, de l'année de récolte et de la variété botanique.
- Pour les corps gras d'origine animale : de l'âge, du sexe et de la nourriture des animaux.

Un corps gras brut tel qu'on le rencontre à l'état naturel est constitué de :

#### I.3.1. Triglycérides :

Ils constituent environ 99% des corps gras, ce sont des esters d'acide gras.

Leur réaction de formation est la suivante :



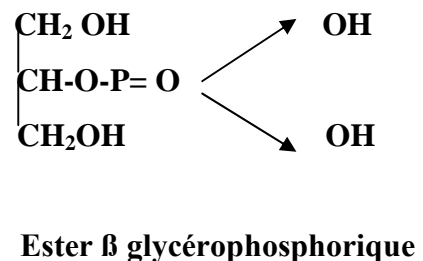
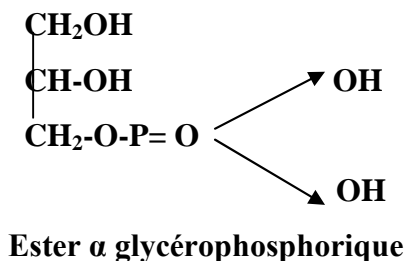
**Figure I.1:** Représentation schématique d'un triglycéride composé à partir d'acides gras saturés et insaturés.

**I.3.2. Glycérophosphatides :**

Ils constituent plusieurs classes de composés où entrent les acides gras, le triglycérol l'acide phosphorique et dans certains cas, des bases alcooliques azotées ou des acides aminés [5].

**I.3.2.1. Esters glycérophosphoriques :**

Il existe deux isomères ( $\alpha$ ,  $\beta$ ) du glycérol qui sont hydrolysables par les glycérophosphatases:



**I.3.2.2. Phosphatides proprement dits non azotés :**

Ce sont des esters mixtes d'acide gras et d'acide phosphorique.

**I.3.2.3. Phosphoglycérides azotés :**

Ce sont des phosphatides dans lesquels un hydrogène libre de l'acide phosphorique est remplacé par un groupe d' amino-alcool.

- Groupe des phosphatidyl-cholines ou lécithine.
- Groupe des phosphatidyl-éthanolamines ou céphalines [6].

**I.3.3. Insaponifiables :**

C'est l'ensemble des composés qui ne sont pas des esters, ils représentent 0,2 – 0,5% dans les corps gras alimentaires à savoir : les hydrocarbures, les stérols, les tocophérols, les alcools aliphatiques et les vitamines liposolubles (A. D. E. K) [7].

**I.3.3.1. Stérols :**

Ce sont des alcools tétra cycliques, ils constituent une fraction importante de l'insaponifiable. Les divers stérols présents dans les corps gras dérivent du cholestérol ( $C_{27}H_{46}O$ ). Le stérol le plus abondant dans le règne végétal est le sitostérol, suivi du campé stérol et du stigmastérol [7].

**I.3.3.2. Tocophérols (vitamine E) :**

Ils n'existent que dans les corps gras végétaux, ils sont des protecteurs naturels des huiles contre le rancissement [7].

**I.3.3.3. Hydrocarbures :**

Ce sont des paraffines de 11 à 35 atomes de carbone qui se trouvent à l'état de traces dans les huiles [2].

**I.3.3.4. Vitamines liposolubles :**

Les corps gras peuvent renfermer certaines vitamines telles que A, D, E et K [8].

**I.3.3.5. Cires :**

Ce sont des esters d'acide gras (20-28 atomes de carbone) et d'alcool gras à longue chaîne (22 à 30 atomes de carbone), présents naturellement dans les huiles [8].

**I.3.3.6. Pigments :**

Regroupent généralement les caroténoïdes responsables de la coloration jaune, rouge des huiles brutes et la chlorophylle qui se trouve dans les huiles en faible proportion, à l'exception d'huile d'olive et de colza. Ces pigments peuvent être éliminés par hydrogénation ou par traitement à une haute température (désodorisation à vapeur)[9].

**I.4. Propriétés des corps gras :****I.4.1. propriétés physiques :****I.4.1.1. Etat naturel et aspect :**

A une température ambiante, les corps gras sont solides ou liquides suivant leur composition chimique, ainsi les corps gras sont d'autant plus solides qu'ils sont plus saturés [10].

**I.4.1.2. Densité :**

La densité des huiles, en général, dépend de l'insaturation et de l'état d'oxydation [5].

**I.4.1.3. Point de fusion :**

C'est le point de fondation qui permet d'apprécier le degré de pureté des corps gras. Les huiles à l'état naturel ne présentent jamais un point de fusion mais une zone de fusion [11].

**I.4.1.4. Viscosité :**

Elle est liée à la longueur de la chaîne et sa saturation, elle augmente avec la longueur de la chaîne et diminue avec l'insaturation [11].

**I.4.1.5. Indice de réfraction :**

L'indice de réfraction dépend de la température et de la fréquence de la radiation incidente. Il augmente avec la longueur de la chaîne hydrocarbonée [2].

**I.4.1.6. Solubilité :**

Les huiles et les graisses sont insolubles dans les solvants polaires tels que l'eau, mais sont solubles dans les solvants organiques tel que l'hexane [2].

**I.4.2. analyses chimiques :****I.4.2.1. Indice d'acide :**

C'est le nombre de milligramme de potasse nécessaire pour neutraliser l'acidité d'un gramme de corps gras [5].

**I.4.2.2. Indice de saponification :**

C'est le nombre de mg de potasse caustique (KOH) nécessaires pour transformer en savon les acides gras libres ou combinés, d'un gramme de corps gras [5].

**I.4.2.3. Indice d'iode :**

C'est le nombre de grammes d'iode fixés par 100g de corps gras, c'est une addition pure et simple d'iode sur les doubles (ou triples) liaisons, et qui caractérise l'insaturation des corps gras [5].

**I.4.2.4. Indice de peroxyde :**

C'est le nombre de milliéquivalents grammes d'oxygène actif par kilogramme de corps gras (meq.g. d'O<sub>2</sub>/kg de corps gras) [5].

**I.4.2.5. Insaponifiables :**

C'est la matière qui ne peut pas être décomposée par la potasse et qui reste soluble dans les solvants habituels [5].

**I.5. Rôle des corps gras dans l'alimentation :**

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

**Tableau N°1: Rôles nutritionnel, sensoriel et technologique des lipides [12].**

<b>Nutritionnel</b>	Fournisseur de calories (37-38 KJ/g)
	Véhicule pour vitamines liposolubles, comme les vitamines A, E, D et K
	Source d'acides gras essentiels (acide linoléique, acide arachidonique...)
<b>Sensoriel</b>	Véhicule pour arômes liposolubles
	Texture en bouche
	Tendreté
	Lubrifiant
<b>Technologique</b>	Abriant
	Moyen de transfert de la chaleur pendant la friture
	Modification et contrôle de viscosité
	Barrière contre l'humidité, l'oxygène et les microbes
	Lubrification
Agent structurant des aliments riches en graisses, comme la mayonnaise et le beurre	

**I.6. Altérations des corps gras :**

Les caractéristiques organoleptiques des graisses en fonction du temps peuvent subir des altérations conduisant dans certains cas jusqu'à l'apparition d'un goût et d'une odeur désagréables [12].

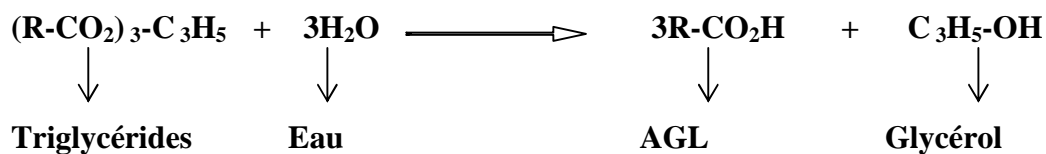
**I.6.1. Altérations chimiques :**

Les principales formes d'altérations des corps gras alimentaires sont l'acidification et l'oxydation.

**I.6.1.1. Acidification :**

Résulte de l'hydrolyse d'une ou deux des trois liaisons esters des triglycérides, cette hydrolyse conduit à la formation d'acides 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 brutes, et ceci explique l'acidité libre des huiles brutes vierges. Le phénomène d'hydrolyse est de nature chimique ou enzymatique (action de lipases), l'inconvénient des acides gras libérés tient au fait qu'ils s'oxydent plus vite que les triglycérides, mais aussi que ces acides gras ont un goût désagréable de savon (cas de palmiste) [12].

La réaction d'hydrolyse chimique peut être décrite comme suit :

**I.6.1.2. Oxydation :**

C'est la principale altération des matières grasses. Elle résulte de l'action de l'oxygène sur les doubles liaisons des acides gras insaturés.

La réaction est auto catalytique et nécessite des quantités infimes d'oxygène pour se déclencher [12].

## **Partie II: Etude de l'huile de soja : obtention et Raffinage**

## Partie II : Etude de l'huile de soja : obtention et raffinage

### II.1. Définition de l'huile de soja

L'huile de soja est fluide et d'un couleur jaune plus ou moins foncé suivant la nature des graines et les procédés d'extraction. Fraîche, elle a une saveur assez prononcée d'haricot qui s'atténue peu à peu. Elle est riche en acides gras polyinsaturés et notamment en acide gras essentiel alpha-linoléique. Elle est recommandée pour les assaisonnements) [1].

### II.2. Origine de l'huile de Soja :

#### II.2 .1. La plante :

La plante est annuelle, herbacée, dressée, et peut atteindre une hauteur de 1,5 m. La gousse est droite ou légèrement courbée, d'une longueur de deux à sept cm. Elle est formée par les deux moitiés du carpelle, soudées le long de leurs bords dorsal et ventral [13].

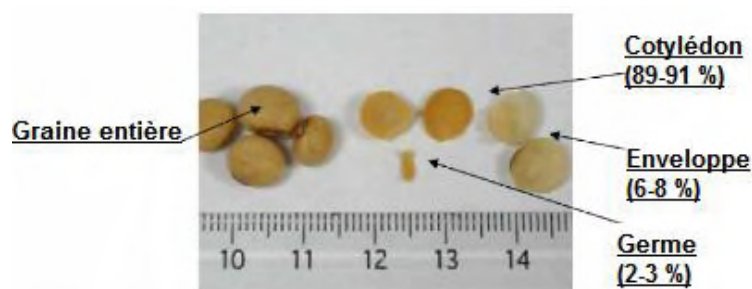


Figure II.1. La plante de soja et ses graines

#### II.2.2. La graine :

A l'issue de la floraison et de la nouaison, se développe une gousse contenant, selon les cas, entre 1 et 4 graines. Comme chez les autres légumineuses, la graine se compose essentiellement d'une enveloppe lisse (la coque) et d'un embryon. Sa taille varie généralement entre 5 et 10 mm de diamètre et son poids (selon les variétés) oscille entre 50 et 400 mg. La forme de la graine varie selon les cultivars [14].





**Figure II.2.** Description macroscopique de la graine de soja.

La qualité des protéines est idéale en termes de profil d'acides aminés et de digestibilité. Elles sont constituées principalement de globuline (90 % des protéines et 36 % du poids de la graine) [15].

La graine de soja contient aussi des glucides non structurels, pour environ 10 % du poids de la graine, avec principalement des sucres solubles, et peu d'amidon (moins de 3 % du poids des graines) [14].

### II.3. Composition de l'huile de soja

L'huile de soja est riche en acide linoléique (50%) et en acide oléique (24%) et comprend 15 % d'acides gras saturés. La présence de 7% d'acide linoléique la rend très fragile à la chaleur et on doit l'utiliser uniquement que pour les assaisonnements (à froid) [16,17].

**Tableau II.1:**Composition de l'huile de soja en acide gras.

Acides gras	symbole	acide gras (%)
Acide palmitique	C <sub>16</sub> :0	7 à 12
Acide stéarique	C <sub>18</sub> :0	2 à 5,5
Acide oléique	C <sub>18</sub> :1	20 à 50
Acide linoléique	C <sub>18</sub> :2	35 à 60
Acide arachidique	C <sub>20</sub> :1	1
Acide gadoléique	C <sub>20</sub> :1	1
Acide béhénique	C <sub>22</sub> :0	0,5

**Tableau II.3:** Principales constantes physiques et chimiques de l'huile de soja.

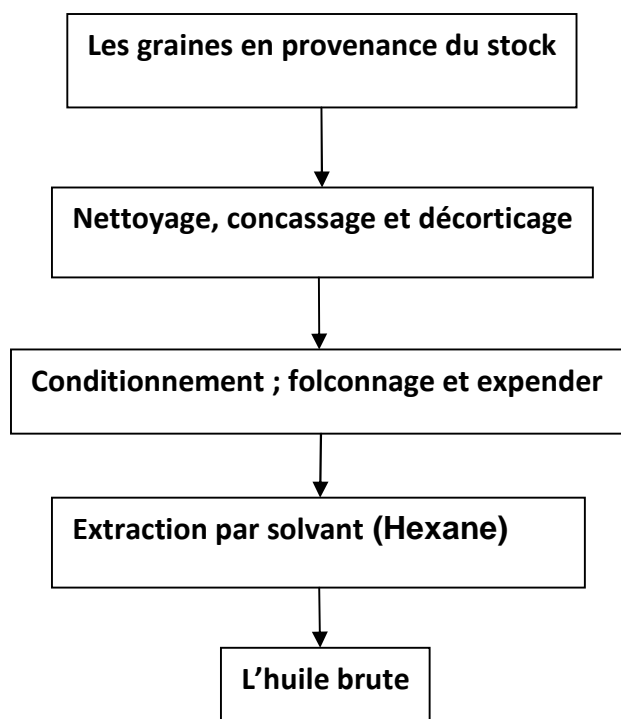
- Densité à 20°C	0,921-0,924
- Viscosité	53-58
- Indice de réfraction à 20°C	1,473-1,477
- Indice d'iode	125-128
- Indice de saponification (mg de KOH/g de corps gras)	188-195

#### II.4. Les valeurs nutritionnelles de l'huile de soja

L'huile de soja est une huile 100 % végétale, riche en acides gras essentiels et pauvres en cholestérol. C'est une huile de table excellente par sa teneur en acide linoléique qui la rend fragile à la chaleur. C'est une bonne source de vitamines, elle est naturellement protégée à l'oxydation par la vitamine E qu'elle contient [18].

#### II.5. Technologie de l'obtention de l'huile brute :

Le procédé d'extraction de l'huile brute est résumé dans la figure suivante [19]:



**Figure II.3:** Schéma du procédé général de l'extraction de l'huile brute.

L'huile brute désigne l'huile non raffinée, mais cela ne signifie pas qu'elle ne subit aucun traitement chimique. Elle peut être obtenue selon deux procédés, l'un physique (la pression), et l'autre chimique (l'extraction par solvant) [20].

### **II.5.1. Extraction de l'huile par pression (extraction physique)**

La première étape de l'extraction proprement dite consiste à nettoyer et à décortiquer la matière oléagineuse. On procède ensuite au broyage qui transforme la substance en pâte qui subira alors une extraction mécanique par pressage à froid ou à chaud [20].

#### **II.5.1.1. Aplatissage**

Les graines passent entre deux cylindres lisses et ressortent sous forme de «flacons» [20].

#### **II.5.1.2. Pressage à froid**

Il s'effectue à l'aide de presses hydrauliques à une température maximale (60°C) [20].

#### **II.5.1.3. Cuisson**

Les flocons sont chauffés à une température de 80° C. Cette cuisson a pour but de faciliter l'extraction de l'huile des flacons au cours de la pression [20].

#### **II.5.1.4. Le pressage à chaud**

Il s'effectue uniquement par le passage de la pâte dans des presses à une température (80° à 120°C).

Les flacons séchés passent dans les presses. L'huile s'écoule tandis que « les écailles de presse » sont recueillies à la sortie.

L'huile obtenue (« l'huile de pression) est tamisée et séchée par pulvérisation sous vide pour conserver ses qualités au cours du stockage [20].

### **II.5.2. Extraction par solvant (extraction chimique)**

Les écailles de presse contiennent 12 à 15 % d'huile. Elles sont appelées « tourteau gras » ou « ex peller ». La récupération de cette huile résiduelle contenue dans le tourteau se fait par extraction chimique. Les industries utilisent un solvant de qualité alimentaire (hexane), celui-ci est pulvérisé sur le tourteau qui se déplace à contre-courant sur un tapis au cours de ce déplacement, le solvant percole dans le tourteau puis il est recyclé plusieurs fois. Il s'enrichit progressivement en huile tandis que le tourteau s'appauvrit en matières grasses [20].

A la sortie de l'extracteur, le solvant qui se trouve d'une part de façon résiduelle dans le tourteau et d'autre part dans le miscella (mélange de solvant et de l'huile), doit être récupéré :

#### **II.5.3. La distillation du miscella**

Elle permet de récupérer une huile pure dite (huile d'extraction), elle consiste en une succession de chauffage sous vide suivie de condensation pour séparer les deux fluides. L'huile brute d'extraction est ensuite séchée par pulvérisation sous vide afin de conserver ses qualités [20].

**II.5.4. La désolvantisation**

Elle se fait à la vapeur dans une tour à étages appelée «désolvantateur». Le tourteau en grande partie déshuilé, il reste environs 2% de matière grasse, est généralement mis sous forme de granules ou «pellets». Le solvant est récupéré pour être réutilisé de nouveau [20].

## **Partie III : Raffinage de l'huile de soja**

## Partie III : Raffinage de l'huile de Soja

### III.1. Raffinage

Le raffinage constitue une étape clef de la technologie de production des huiles végétales Il permet, en effet l'obtention d'huiles neutres non peroxydées peu colorées et désodorisées, et une garantie d'innocuité avec l'élimination efficace des éventuels contaminants chimiques (solvants organiques, métaux lourds, hydrocarbures polycycliques, résidus phytosanitaires dioxines, toxines...) et microbiologiques pouvant être présents dans les corps gras brutes.

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

Raffinage chimique (conventionnel) ;

Raffinage physique ;

Processus de Zénith ;

Raffinage micellaire.

Le raffinage physique est utilisé dans le cas des huiles à haute teneur en AGL et à faibles teneurs en phosphatides telles que les huiles lauriques, et l'huile de palme, par contre pour les huiles douces (soja, tournesol...), un raffinage chimique est préférable pour réduire la sensibilité à l'oxydation de l'huile brute [21].

Le raffinage chimique comporte quatre étapes qui sont:

- La déémucilagination;
- La neutralisation;
- La décoloration;
- La désodorisation.

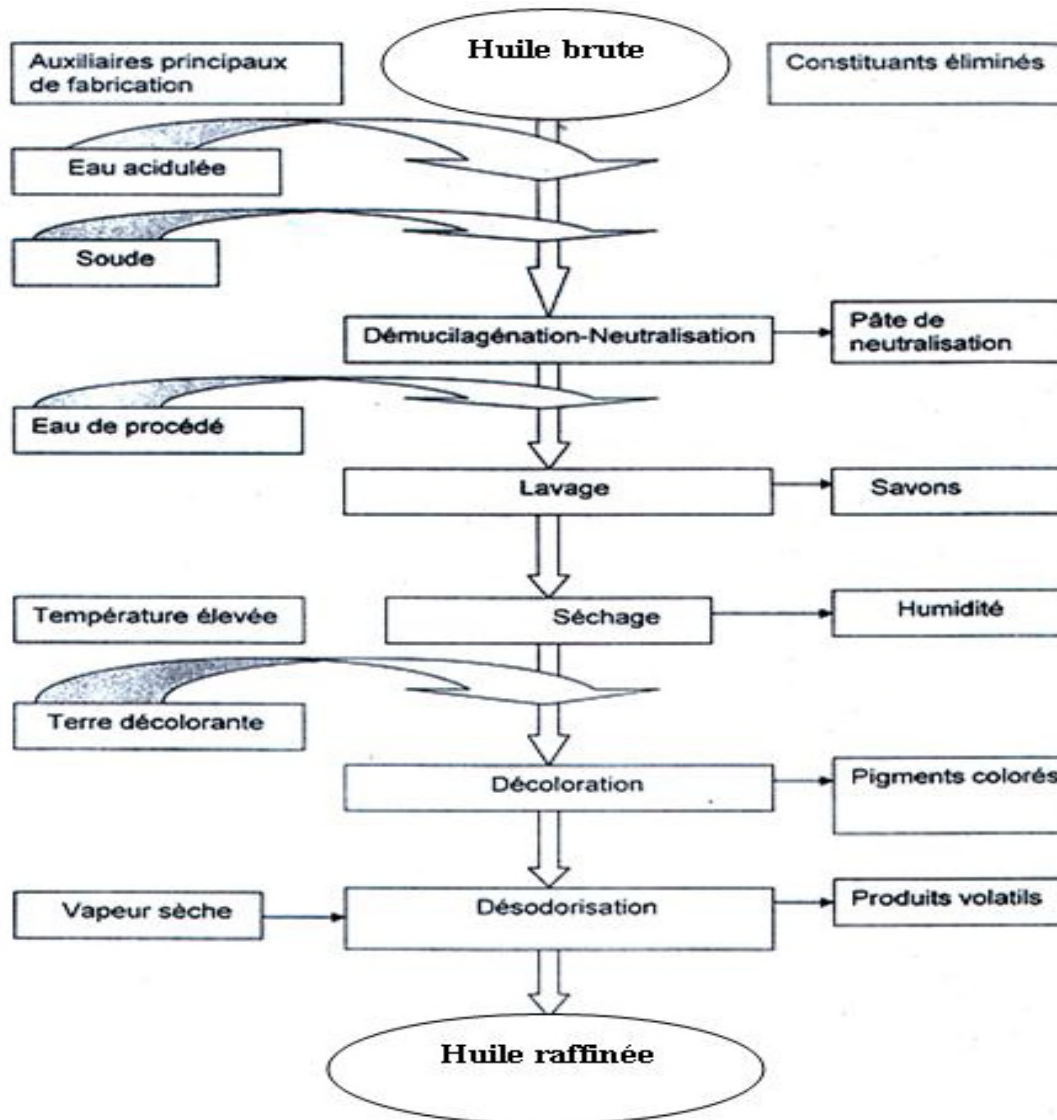
Le raffinage physique suit les mêmes étapes, mise à part la neutralisation. La différence fondamentale entre les deux processus est l'élimination des AGL par la soude caustique dans le cas du raffinage chimique et par entrainement à la vapeur au cours du raffinage physique [22,23].

### III.2. But de raffinage :

Le raffinage est l'une des méthodes qui permet une production des huiles végétales, en éliminant les acides gras libres, les produits d'oxydation, les arômes désagréables, les colorants, et les produits toxiques (tels que pesticides) mais également les phospholipides ainsi que les métaux lourds présent à l'état de traces et généralement liées à des composés organique, pouvant être présent dans l'huile brute.

Le raffinage a pour but d'éliminer tout ou une partie de ces composés plus ou moins indésirables afin d'obtenir des huiles commerciales ayant de bonnes qualités organoleptiques [3].

C'est une suite d'opérations qui comprend essentiellement les étapes schématisées dans la figure suivante:



**Figure III.1:** Les étapes du procédé de raffinage d'huile de soja au niveau de C.O.G.B.

### III.3. Les étapes de raffinage :

#### III.3.1. Démucilagenation ou dégommage :

Cette opération consiste à éliminer une faible quantité de produits dont l'ensemble est désigné sous le nom « mucilage » et comprend surtout des phospholipides (phosphatides) [5]. L'huile brute est portée à une température de 80°C avec de l'eau (2 à 3%) additionnée de l'acide phosphorique (0,1 à 0,3%). Les deux phases ainsi obtenues sont séparées par centrifugation.

- La présence de phospholipides dans l'huile provoque certains inconvénients et qui ont une action nuisible, tant au cours du raffinage que pour la conservation de l'huile ou son utilisation.
- Il est prouvé qu'une huile mal dégommée s'acidifie, s'oxyde et prend rapidement une saveur forte et amère [5].
- L'élimination incomplète de composés phosphorés provoque toute une série de difficultés tout au long du processus de raffinage :
  - Emulsion avec des pertes de l'huile dans le lavage;
  - Formation des mousses au séchage;
  - Colmatage rapide des filtres;
  - Désactivation de la terre décolorante [10].

En général, toutes les huiles contiennent à la fois des phosphatides hydratables et non Hydratables, la proportion de ces derniers est plus élevée dans le cas du soja (5 à 10%) que dans le cas du tournesol.

Dans le cas du soja, il est préférable de procéder à une première démulcination pour récupérer la lécithine qui constitue un sous-produit [5].

### **III.3.1.1.Processus technologique de démulcination au niveau de CO.G.B. La belle :**

L'huile brute est aspirée vers une cuve de stockage au moyen d'une pompe permettant le réglage du débit. Cette pompe est protégée à l'alimentation par un filtre à changement de position, elle est liée à un compteur indiquant le débit instantané et le cumul ; à ce niveau, il est procédé au chauffage de l'huile à une température de 80°C à 90°C au moyen d'un réchauffeur. La température est régulée par un automate, ensuite à l'aide d'une pompe, l'acide phosphorique est injecté de 0, 1% à 3% du débit de l'huile, le tout est mélangé au moyen d'un mélangeur centrifuge. Le mélange huile-acide passe par un second mélangeur centrifuge avec une addition d'eau afin d'obtenir un rapport de 2% dans l'huile. Ce mix est transféré dans la cuve de contact avant d'être envoyé vers un séparateur centrifuge qui assure la séparation de l'huile et des mucilages en régulant la contre pression à 1,5 à 2 bars ; Ce type de séparateur est équipé d'une vanne permettant l'injection de l'eau chaude directement dans le bol au niveau de l'assiette séparateur (dans le cas de neutralisation) le débit d'eau est de 200 l/h [24].

### **III.3.2.Neutralisation:**

L'huile est portée à 80-90°C puis agitée avec la soude (NaOH). Les acides gras libres responsables de l'acidité et l'oxydabilité de l'huile, passent dans la phase aqueuse sous forme



de savons, et sont éliminés lors de la centrifugation qui suit. D'autres impuretés (phospholipides résiduels, une partie des colorants) sont enlevées également avec la partie aqueuse alcaline.



La solution de la soude est ajoutée avec précaution pour ne pas exercer la saponification des triglycérides (saponification parasite) [5].

L'huile est ensuite lavée à l'eau pour éliminer les résidus d'alcali et de savon, puis déshydraté sous vide [9].

### **III.3.2.1. Processus technologique de neutralisation au niveau de CO.G.B. La belle :**

L'huile démulcinée est chauffée à une température de 80 à 90°C puis mélangée à une solution de soude caustique d'une concentration de 18 à 20° Baumé à l'aide d'un mélangeur centrifuge et passe directement vers le séparateur auto-déboureur assurant la séparation de l'huile et des pâtes de neutralisation en réglant la contre pression de 1,5 à 2 bars. Le séparateur permet, grâce à son système de débouillage, d'évacuer le solide contenu dans le bol sans arrêt du séparateur et sans perte d'huile [24].

### **III.3.3. Lavage :**

Cette opération permet d'éliminer les savons résiduels et la soude en excès présents dans l'huile sortant de la centrifugeuse, ainsi que les traces de métaux et des phospholipides.

Le lavage est plus efficace lorsqu'il est effectué en deux stades, il est préférable d'utiliser de l'eau décalcifiée et la plus chaude possible à 90°C pour éviter l'encrassement des bols par dépôt de savon et phosphate de calcium [10].

### **III.3.3.1. Processus technologique de lavage au niveau de CO.G. B. La belle :**

L'huile neutralisée est chauffée à une température de 80 à 90°C sur un échangeur de chaleur, donc on injecte de l'eau chaude à une température de 85°C à 95°C à un rapport de 6% à 8% du débit d'huile puis il est procédé au mélange des deux composants au moyen d'un mélangeur statique afin d'assurer le lavage de l'huile. Le mélange est envoyé dans un séparateur assurant la séparation des deux phases (huile, eau) en réglant la contre pression 1,5 bars à 2 bars. L'huile sortante du premier lavage est de nouveau chauffée à une température de 80°C-90°C et mélangée à l'eau chaude d'une température de 85°C-95°C et d'une quantité d'eau à un rapport de 4 à 7% du débit d'huile au moyen d'un mélangeur centrifuge afin

d'effectuer un second lavage . De l'acide citrique (0,1%) est aussi ajouté pour réduire la teneur résiduelle en savon puis envoyé dans un séparateur assurant la séparation des deux phases en réglant la contre pression 1,5 à 2 bars [24].

### **III.3.4. Séchage :**

L'humidité présente dans l'huile lavée est éliminée avant l'opération de décoloration car elle peut provoquer le colmatage rapide des filtres.

L'huile neutralisée sortant du lavage à une température de 90°C est séchée sous vide par pulvérisation dans une tour verticale [10].

#### **III.3.4.1. Processus technologique de séchage au niveau de CO.G.B la belle :**

L'huile sortant du séparateur de deuxième lavage est envoyée dans un bac sous vide 20 à 30 mm Hg par pulvérisation où l'humidité de l'huile sera évaporée est aspirée par le vide et l'huile devient ainsi sèche [24].

### **III.3.5. Décoloration :**

Les huiles démulcinées, neutralisées ont également acquis une teinte plus ou moins foncée due à la présence de pigments colorés qui peuvent accentuer cette teinte au cours du stockage ultérieur [5].

La décoloration vise à éliminer ces pigments que la neutralisation n'a que très partiellement détruit, elle fait intervenir un phénomène physique d'adsorption sur la terre décolorante ou sur le charbon actif [22].

La terre est additionnée à l'huile, le mélange est chauffé à 90°C sous pression réduite après contact de quelques minutes, le mélange est séparé par filtration est réalisée par des filtres automatiques de type NIAGARA [25].

#### **III.3.5.1.Processus technologique de décoloration et filtration au niveau de CO.G.B.LaBelle :**

Les étapes de la décoloration et filtration peuvent être résumés comme suit : Environ 80% du débit d'huile séchée est pompé vers le décolorateur sous un vide de 20 à 30 mm Hg en passant par un échangeur de chaleur où l'huile est chauffée à une température de 90°C à 95°C ; les 20% restant passent par un refroidisseur à une température de 40°C à 45°C puis mélangé dans le bac mélangeur avec de la terre décolorante par une vis-doseuse vers le décolorateur. Le mélange 80% et 20% est répondu dans le décolorateur par un disperseur rotatif qui permet la désaération de la terre et d'avoir un contact parfait huile-terre ; Une injection de vapeur directe est assurée par un diaphragme afin d'éviter les dépôts de terre et de parfaire le contact entre les deux composants (huile-terre décolorante) ;

La filtration de l'huile chargée de terre de décoloration est réalisée dans des filtres hermétiques appelés : filtres Niagara où la couche de terre se forme graduellement sur la face filtrante ; La pression de filtration maximale est de 4 bars ce qui détermine le changement d'un filtre à un autre. La durée du cycle pour un filtre est de 4h environ ; l'huile filtrée est recueillie dans un réservoir. Lorsque le niveau de fonctionnement niveau haut est atteint, mettre la pompe qui alimente les filtres de sécurité appelés filtres presse en marche, l'huile arrive dans un bac pour la désodorisation [24].

### **III.3.6. Wintérisation ou décirage :**

Opération appliquée à certaines huiles végétales (de maïs, de tournesol) qui consiste à un refroidissement lent suivi d'une filtration à basses températures, pour retirer les cires qui rendront les huiles troubles pendant le stockage réfrigéré Sur le plan commercial, les huiles wintérisées présentent l'avantage de ne pas figer en hiver [12].

### **III.3.7. Désodorisation :**

Elle est destinée à éliminer les produits odorants présents dans les huiles brutes. La désodorisation consiste à envoyer un courant de vapeur sèche au travers de l'huile portée à environ 200°C et maintenue sous vide afin que les produits volatils comme aldéhydes, cétones responsables du goût et d'odeurs désagréables de l'huile soient entraînés par la vapeur, après désodorisation l'huile doit être refroidie [4].

A la fin de cette opération, on ajoute un anti-oxydant tel que l'acide citrique qui a le rôle de complexant des traces de métaux [9].

#### **III.3.7.1.Processus technologique de désodorisation au niveau de CO.G.B La Belle :**

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

L'huile désodorisée passe dans le premier compartiment du bac où elle subit, un premier refroidissement, ensuite l'huile refroidie passe dans l'échangeur où il fait réchauffer l'huile entrante dans le désaérateur.

Finalement, l'huile est refroidie dans le bac équipé de serpentins où circule de l'eau froide. L'huile est ensuite pompée avec une injection d'acide citrique à 0,1 % vers les filtres à tamis à l'aide de la pompe avant de passer à la dernière phase de refroidissement. Dans le refroidisseur, l'huile atteint une température de 40 à 45°C avant de passer par des filtres à poches afin de lui donner un dernier brillant et également éliminer les impuretés résiduelles. Les vapeurs qui viennent du désodoriseur sont aspirées par le vide et refroidies à 50-60°C par un refroidisseur de façon à condenser les acides gras qui sont récupérés dans un bac puis à l'aide d'une pompe vers la section d'hydrolyse [24].

### **III.3.8. Conditionnement :**

C'est la mise sous emballage des huiles pour assurer leur conservation et leur transfert depuis l'usine de fabrication jusqu'aux consommateurs [11].

Le conditionnement doit permettre une excellente conservation jusqu'au moment de l'emploi. De plus, il doit être d'une inertie totale vis-à-vis de l'aliment.

Le complexe des corps gras de Bejaia conditionne les huiles dans des bouteilles en plastique de 1L et 5L.

Les emballages plastiques les plus employés sont :

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

Ces matières plastiques réunissent les qualités suivantes :

- Etanchéité et imperméabilité ;
- Bonne résistance mécanique ;
- Non toxicité ;
- Non miscibilité des constituants de ces matières avec le produit (corps gras) à conserver [5].

**Tableau III.1:** Les opérations élémentaires du raffinage et leurs effets sur les constituants mineurs et les contaminants [11].

<b>Opération</b>	<b>Condition</b>	<b>Constituants éliminés</b>
<b>Démucilagination ou Dégommage</b>	Traitement par l'eau à 70-80°C + H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> centrifugation.	« Mucilages », phospholipides, glycolipides, fraction protidique.
<b>Neutralisation</b>	Voie chimique : addition de la soude (NaOH). Voie physique : entraînement à la vapeur	Acides gras libres, phospholipides résiduels, composés de dégradation oxydatifs, gossypol, pesticides, pigments (partiellement), composés métalliques.
<b>Décoloration</b>	Adsorption des pigments sur des terres décolorantes, du charbon actif, des silices spéciales ou des combinaisons de ses substances.	Pigments caroténoïdes et chlorophylliens, savons, hydrocarbures, composés métalliques.
<b>Décirage</b>	Décirage par filtration ou centrifugation, cristallisation fractionnée.	Cires et substances insolubles à basses températures.
<b>Désodorisation</b>	L'injection de vapeur sèche dans l'huile maintenue sous vide à haute température (200-230 °C) pendant 90-180 mn ou (240-250 °C) pendant 30 mn.	Acides gras libres, composés volatils responsables de l'odeur et du goût, peroxydes et produits de dégradations, stérols, tocophérols réduits, résidus de pesticides.

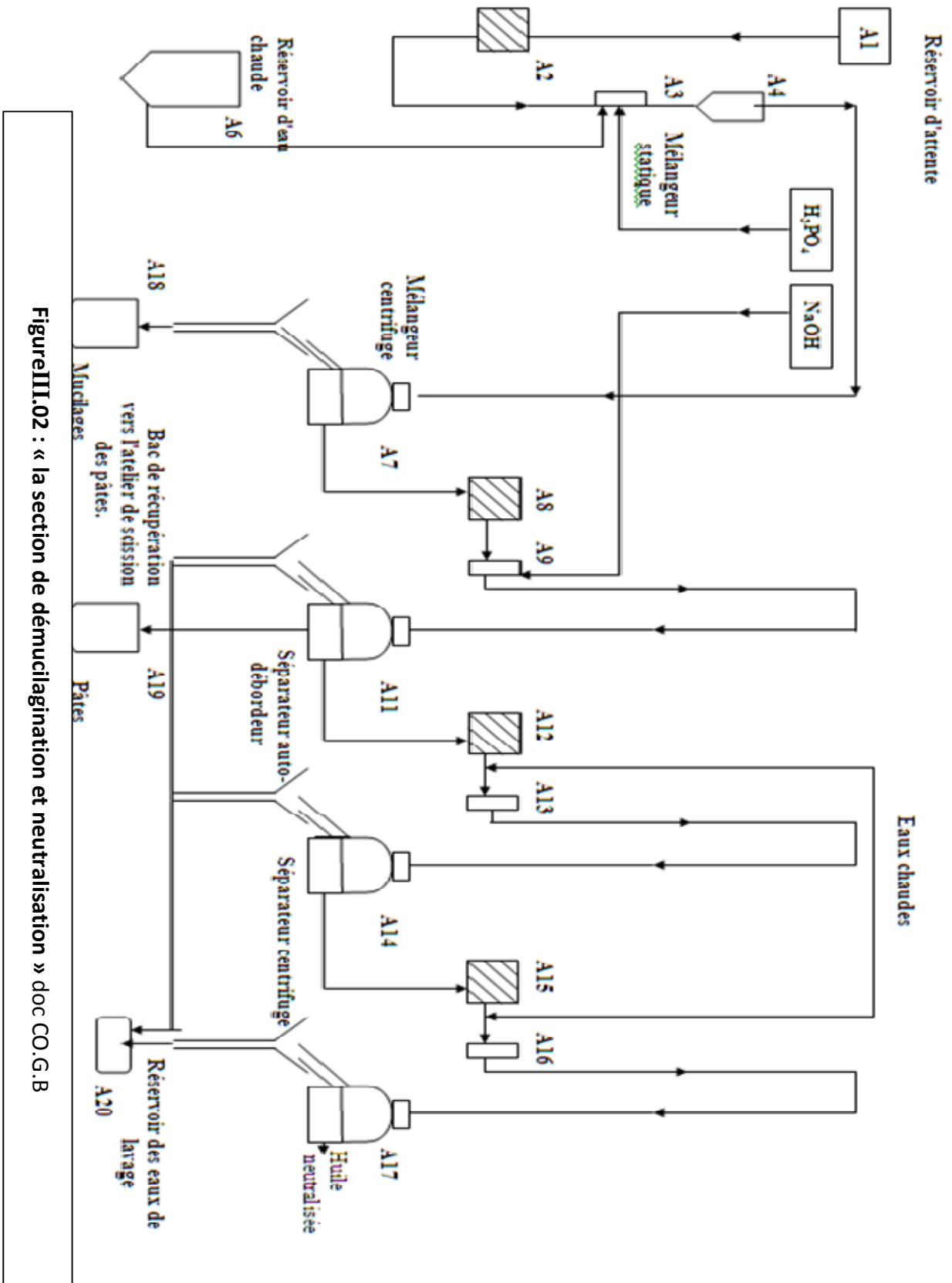
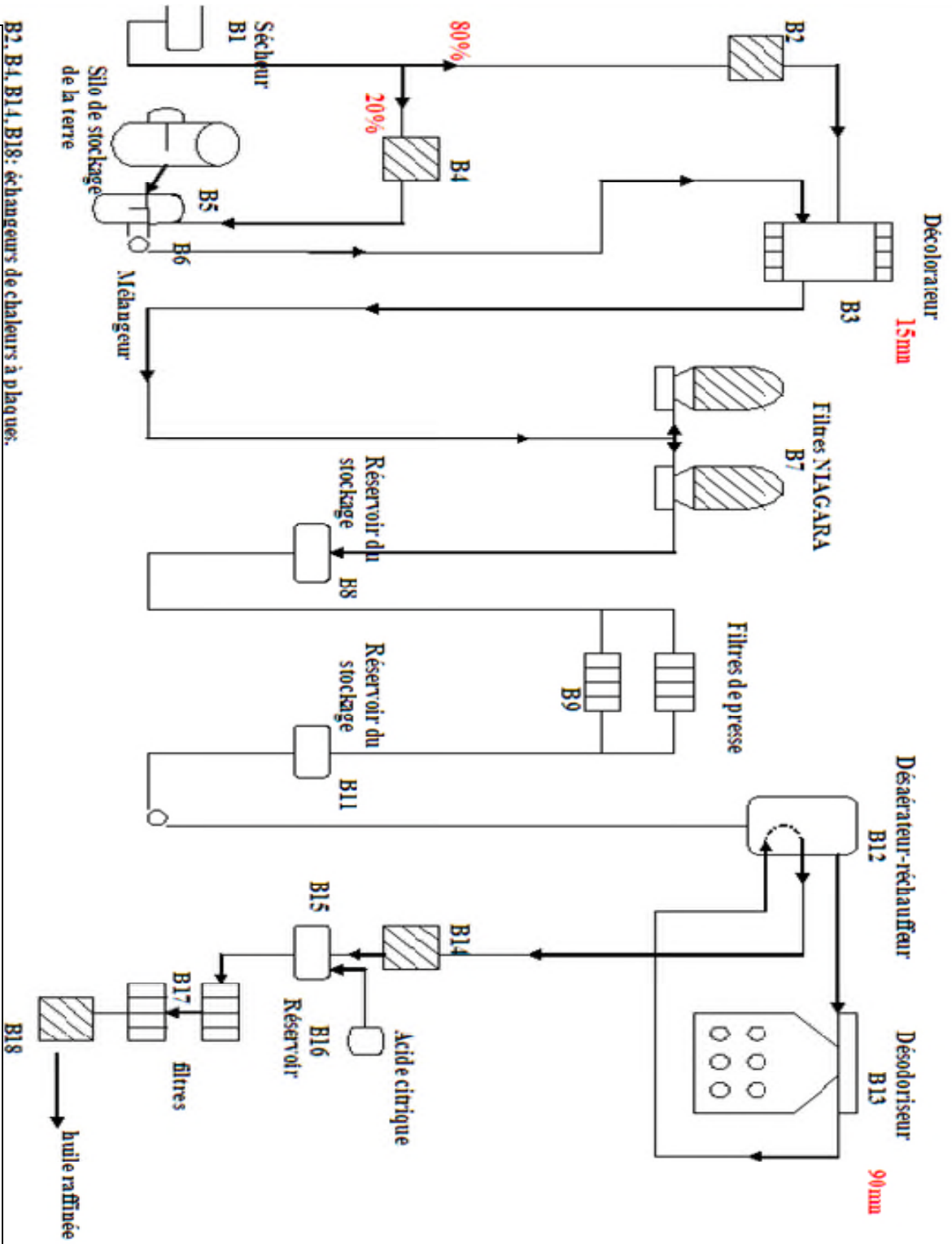


Figure III.02 : « la section de démulsiagnation et neutralisation » doc CO.G.B



B2, B4, B14, B18: échangeurs de chaleurs à plaques.

Figure III.03: « la section de décoloration et désodorisation » doc CO.G.B

**III.4.Effets de raffinage sur les huiles :**

- Le raffinage permet d'éliminer les constituants gênants et les impuretés (voir tableau N°) et conduit aux huiles commerciales ayant de bonnes qualités organoleptiques [2].
- Destruction partielle de l' $\alpha$ -tocophérol au cours du raffinage surtout à la désodorisation [22].
- Une perte de l'huile par entraînement dans les pâtes de neutralisation, dans les eaux de lavage et dans les terres décolorantes [5].
- Saturation d'une partie des acides gras insaturés, qui deviennent inactifs sur le plan biologique [18].
- Inversion de configuration spatiale de la molécule autour de la double liaison (forme cis et trans), la majorité des acides gras insaturés naturels sont de configuration « Cis», les études épidémiologiques font suspecter les graisses « trans » de favoriser certains cancers [18].

**III.4.1.Composition de l'huile brute et l'huile raffinée de soja :**

La composition de l'huile de soja (brute et raffinée) est donnée par le tableau ci-dessous :

**Tableau III.2:** Composition de l'huile brute et l'huile raffinée de soja

<b>Etat de l'huile</b> <b>Composition</b>	<b>Huile brute</b>	<b>Huile raffinée</b>
Triglycérides (%)	95-97	99
Phospholipides (%)	1.5-2.5	Néant
Insaponifiable (%)	1.6	0.3
• Stérols	0.33	0.13
• Tocophérols	0.15-0.7	0.11-0.18
Hydrocarbures (%)		
• Squalène	0.014	0.1-0.3
• Acides gras libres	0.03-0.05	0.02-0.06
Traces métallique (ppm)		
• Fer	1-3	0.1-0.3
• Cuivre	0.03-0.05	0.02-0.06



## **Chapitre II : Matériels et méthodes**

# **Partie I : présentation de l'entreprise**

## **Partie I : Présentation de l'entreprise**

### **II.1. Présentation de l'entreprise**

L'unité CO.G.B la belle ex CO.G.B est une société qui travaille sur des corps gras d'origine végétale.

CO.G.B la belle est constituée de deux centres de production (dotés de toutes les structures nécessaires à la réalisation des objectifs qui leur sont alloués) et d'un siège chargé du suivi, de l'orientation et de la coordination des activités des centres de production.

### **II.2. Historique**

Le groupe Lesieur Afrique a lancé les travaux de réalisation de la raffinerie savonnerie de Bejaia, en 1942. C'est donc en cette année qu'est née la société des corps gras de Bejaia. Suite aux effets de la seconde guerre mondiale, les travaux de cette raffinerie n'ont pu être achevés qu'en 1948, année de son entrée en activité et son rattachement à la société de l'Afrique du nord(SI.A.N).

En 1982 a été créée l'entreprise nationale des corps gras(E.N.C.G) à l'issue de la restauration organique de l'entreprise mère : société de gestion et des projets de développement des industries alimentaires (SO.G.DI.A), la création du projet du complexe revient à la décision 76 /03IH83 du 23 Mai 1976.

L'E.N.E.C.G a accédé au statut de d'entreprise autonome en 1989et, est devenue la société par action spa- E.N.E.C.G réparties en cinq filiales : Alger ; Oran ; Bejaia ; Annaba et Maghnia. Ce n'est qu'en 1998 que l'unité de Bejaia se privatise et prend le nom de CO.G.B la belle /SPA.

### **II.3. Position Géographique**

Le complexe des corps gras CO.G.B de Bejaia occupe une superficie de 108800 m<sup>2</sup> dans la zone industrielle de Bejaia dont 56500 m<sup>2</sup> sont couverts.

L'emplacement de l'up /07 est hautement stratégique, car il est situé à proximité du port. Ce qui a pour effet, de minimiser les frais de transport que ce soit pour la matière première importée ou pour les produits finis destinés à l'exportation.

### **II.4. La production de l'unité (tonne /jour)**

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

- La raffinerie de l'huile alimentaire « goutte d'or » :500 T/jour
- La Fabrication de la margarine « palme d'or » : 80 T/jour
- La Fabrication de savon de ménage « la caille » :150 T/jour

- Fabrication de savon de toilette « Doucelin » :50 T/jour
- Production d'acide gras distillé : 20 T/jour
- Production de glycérine pharmaceutique : 20 T/jour
- Production de raffinage ALFA LAVAL : 120 T/jour
- Production des graisses par hydrogénation : 64 T/jour
- Production d'hydrogène : 150N /H
- le conditionnement des huiles alimentaires 500T/jour

## **II.5. Présentation du laboratoire**

Le service laboratoire a pour objectif d'améliorer la qualité des produits fabriqués au sein de cette unité. A cet effet, des analyses sont effectuées sur les matières premières et auxiliaires, sur les produits au cours de fabrication ainsi que sur les produits finis. Le service du laboratoire est composé de quatre labos d'analyses.

### **II.5.1.Laboratoire des huiles**

Les principales analyses qui s'effectuent dans ce laboratoire sont les suivantes :

- Analyse d'huile brute
- Analyse d'huile au cours de raffinage
- Analyse d'acides gras libres bruts
- Analyse d'acides gras distillés

### **II.5.2.Laboratoire du traitement des eaux**

Les analyses effectuées dans ce laboratoire sont les suivantes :

- Analyse de l'eau adoucie
- Analyse de l'eau de la bache alimentaire
- Analyse de l'eau de chaudière
- Analyse de l'eau procédée
- Analyse des eaux usées

Analyse des eaux de l'atelier margarinerie

### **II.5.3.Laboratoire des caristes**

Ce laboratoire s'occupe des analyses de routine pour toute la production (savonnière et huilière), voir même lors du conditionnement et stockage.

Les analyses qui s'effectuent dans ce laboratoire sont :

- Analyse de l'huile au cours du raffinage
- Analyse des acides gras libres au cours de la distillation
- Analyse du savon au cours du processus de fabrication

### **II.5.4.Laboratoire de margarinerie**

Ce service occupe une place très importante dans le fonctionnement de l'unité de production, car il permet d'assurer une meilleure qualité du produit, il dispose de deux autres laboratoires qui sont :

Laboratoire d'analyse physico-chimique : analyse de l'acidité, de l'indice de peroxyde, de NaCl, de l'amidon, du point de fusion et de la consistance de la margarine. Laboratoire d'analyse microbiologique : les germes dénombrés sont les germes aérobies à 30C°, les coliformes fécaux, Staphylococcus aureus, les levures et moisissures et les salmonella.

II.6. Organigramme de l'unité UP/07

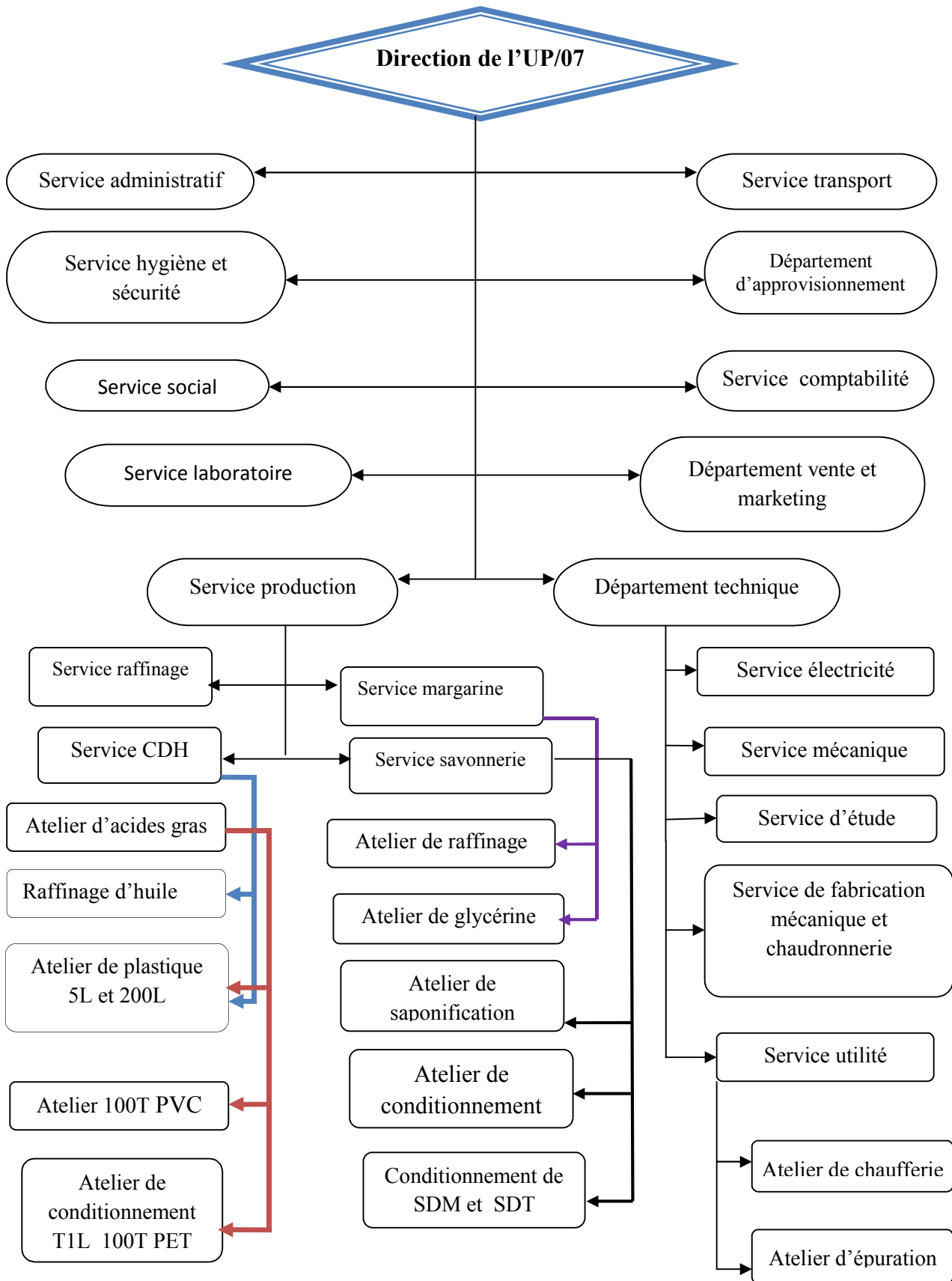


Figure I.1 : organigramme des départements de CO.G.B La belle /UP7

## **Partie II : Analyses physico-chimiques de l'huile de soja**

## Partie II : Analyses physico-chimiques de l'huile de Soja

### II.7. Echantillonnage

Les échantillons utilisés dans ce travail sont constitués de l'huile de soja. Le prélèvement des échantillons a été effectué à partir des bacs de stockage pour l'huile brute, par contre pour l'étude des différents paramètres, le prélèvement des échantillons a été effectué au niveau des différents séparateurs à savoir : la démulcination, la neutralisation, le lavage, la décoloration et la désodorisation de l'atelier raffinage du complexe. Enfin, pour l'huile finie, à partir d'une bouteille de 5 litres. Donc, les prélèvements s'effectuent sur :

- L'huile brute de soja dans le bac de stockage
- L'huile neutralisée et pâte de neutralisation
- L'huile lavée et l'eau de lavage
- L'huile séchée
- L'huile décolorée et la terre usée
- L'huile désodorisée
- L'huile conditionnée

**Tableau I.1:** Analyses effectuées aux différents types des huiles.

Les huiles	analyses chimiques
Huile brute	Acidité, indice de peroxyde, indice de Saponification, impuretés, humidité Densité, indice de réfraction, trace de savon, couleur.
Huile neutralisée	Acidité, traces de Savons
Huile lavée	Acidité, traces de Savons
Huile séchée	Acidité, humidité, couleur, densité, indice de peroxyde, indice de saponification, trace de savon, aspect.
Huile Décolorée	Acidité, traces de savons, humidité, impuretés, couleur, indice de peroxyde densité, indice de réfraction, indice de saponification, aspect.
Désodorisation (Huile finie)	Acidité, couleur, indice de peroxyde, humidité, impuretés, trace de savon Indice de saponification, aspect, gout, odeur.
conditionnée	Acidité, couleur, indice de peroxyde, humidité, impuretés, trace de savon Indice de saponification, aspect, gout, odeur.



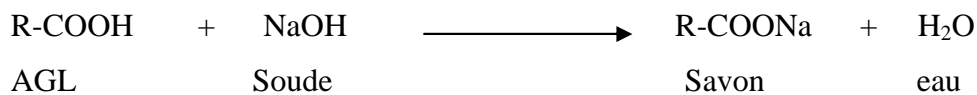
**II.8. Analyses physico-chimique**

Toutes les analyses physico-chimiques sont faites selon les normes de l'entreprise.

**II.8.1. Analyses chimiques****II.8.1.1 Détermination de l'acidité [NE 1.2-43-1985]**

**a) Définition:** C'est l'expression conventionnelle du pourcentage d'acide gras libre selon la nature du corps gras en acide oléique.

**b) Principe:** L'huile à analyser est mise en solution dans l'alcool éthylique à température voisine de l'ébullition est préalablement neutralisée par la soude en présence de phénolphtaléine qui est un indicateur coloré, le titrage est réalisé par la soude à 0,1 N. La réaction qui se produit est la suivante :



**c) Mode opératoire :** Nous avons introduit dans un bêcher de 250 ml :

- 50 ml d'alcool éthylique
- Quelques gouttes de l'indicateur coloré « phénolphtaléine » ; suivit d'une neutralisation par la soude (alcool neutralise).
- Ensuite, nous avons pesé 10 g de l'huile.
- Le mélange est chauffé et agité jusqu'à la dissolution complète de la matière grasse.
- Enfin, un titrage est effectué avec une solution de NaOH (0,1 N) jusqu'à l'obtention de la couleur rose pâle qui persiste une dizaine de secondes. Après, le volume de la chute de la burette est noté.

**d) Expression des résultats :** Pour calculer l'acidité, la formule suivante est utilisée :

$$A\% = N \cdot V \cdot E_p / 10 \cdot m$$

Où :

**A%** : L'acidité en pourcentage

**N** : Normalité de NaOH (0,1)

**V** : Volume en ml de NaOH

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

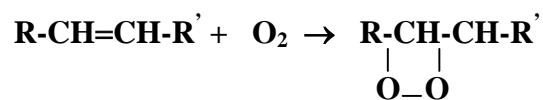
**E<sub>p</sub>**: Equivalent gramme de l'acide oléique qui égale à 282 g.

**II.8.1.2. Détermination de l'indice de peroxyde [NE 1.2-50-1985]**

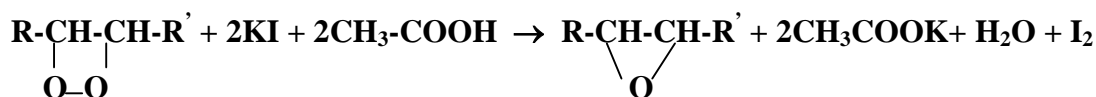
**a) Définition:** C'est la quantité de produit présent dans l'échantillon exprimée en milliéquivalent d'oxygène actif fixé par kilogramme de la matière grasse dans les conditions opératoires décrites. Il nous renseigne sur le degré d'oxydation.

**b) Principe:** Traitement d'une prise d'essai en solution dans l'acide acétique et au chloroforme par une solution d'iodure de potassium, l'iode libéré est titré par une solution de thiosulfate de sodium  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

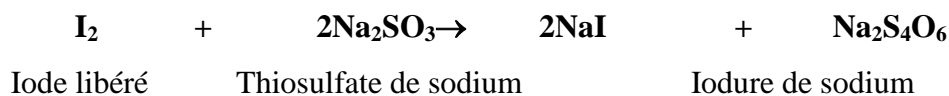
- Réaction de formation de peroxyde :



- La réaction d'iodure de potassium en milieu acide:



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



**c) Mode opératoire :** Nous avons procédé à deux essais, l'un à blanc et l'autre en présence de la matière grasse. Nous avons pesé 2 grammes d'huile dans une fiole conique, nous y avons ajouté 15 ml d'acide acétique, 10 ml de chloroforme et 1ml de KI (iodure de potassium saturé); le mélange est bien agité pendant une minute. Après incubation pendant 5 minutes à l'obscurité, on y ajoute 75 ml d'eau distillée et quelques gouttes d'empois d'amidon (indicateur coloré). Le titrage est réalisé avec la solution de thiosulfate à 0,002 N jusqu'à décoloration complète.

**d) Expression des résultats**

Pour calculer l'indice de peroxyde, la formule suivante est utilisée :

$$I_p = (V_E - V_B) \cdot N/m \quad (\text{Meq d'O}_2/\text{kg de CG})$$

Où:

**I<sub>p</sub>** : Indice de peroxyde.

**V<sub>E</sub>** : Volume en ml de la solution de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> utilisé pour l'échantillon.

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

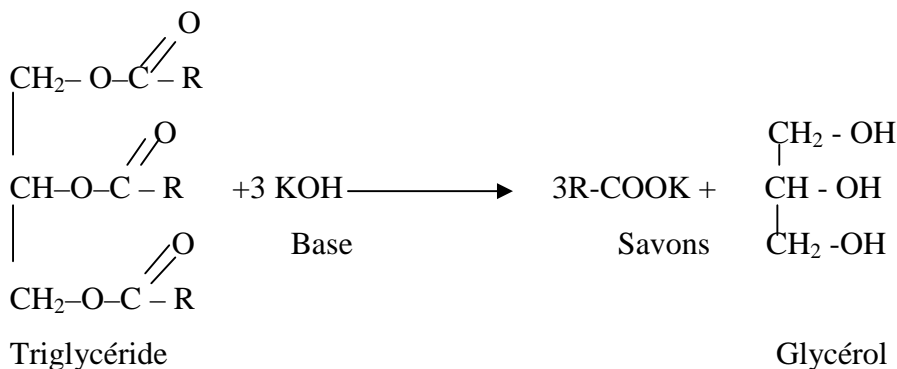
**m** : masse en g de la prise d'essai.

**N** : Normalité de la solution de thiosulfate de sodium (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) utilisée.

**II.8.1.3. Détermination de l'indice de saponification [NE 1.2-49-1985]**

**a) Définition** : C'est la quantité en mg de KOH nécessaire pour saponifier un gramme de corps gras.

**b) Principe** : Saponification de l'huile par KOH alcoolique sous réfrigèrent à reflux pendant 1 heure, l'excès de KOH est titré par une solution d'HCl à 0,52 N. La réaction est la suivante :

**c) Mode opératoire :**

- Peser 2g de l'huile à analyser dans un ballon de 250 ml ;
- Ajouter 25 ml de hydroxyde de potasse (KOH) à 0,5 N ;
- Porter à ébullition sur montage à reflux pendant 1 heure en agitant de temps en temps
- Titrer avec l'acide chlorhydrique à 0,52 N en présence de phénolphaléine.

**d) Expression des résultats :**

$$IS = (V_B - V_E) \cdot N \cdot 56,1/m \quad (\text{mg KOH /g d'huile})$$

Où :

**56,1** : Masse molaire exprimée en g/mole de KOH.

**IS** : Indice de saponification.

**N** : Normalité de la solution HCl.

**V<sub>E</sub>** : Volume en ml de HCl utilisé pour l'échantillon.

**V<sub>B</sub>** : Volume en ml de HCl utilisé pour l'essai à blanc.

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

#### **II.8.1.4. Traces de savons (alcalinité de savon) [NE.1.2.365.1989]**

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

**b) Principe** : L'alcalinité du savon est libérée directement dans l'acétone en présence de bleu de bromophénol (indicateur coloré), elle est ensuite titrée par l'acide chlorhydrique (HCl à 0,01N).

**c) Mode opératoire** : Nous avons introduit dans un ballon :

- 48,5ml d'acétone
- 1,5ml d'eau distillée
- Quelques gouttes de bleu de bromophénol, suivit d'une neutralisation par l'acide chlorhydrique à 0,01N jusqu'à la zone de virage coloré (jaune).
- Ensuite, nous avons ajouté 40g d'huile à cette solution,
- le mélange est agité, si la couleur de ce mélange reste jaune, il n'y a pas de titrage car les traces de savon sont absentes, si la couleur devient bleu verdâtre les traces de savon sont présentes donc on titre avec l'acide chlorhydrique (0,01N) jusqu'au virage de la couleur au jaune de l'indicateur.

**d) Expression des résultats** :

$$TS = V \cdot N \cdot E_{\text{savon}} \cdot 100/m$$

Où :

**Ts** : traces de savon (ppm).

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

**m** : prise d'essai en (g).

**N** : normalité de HCl.

**E<sub>q</sub> savon** : masse molaire de l'oléate de sodium (304g/mol).

#### II.8.1.4. Détermination des phospholipides (phospholipides) [N.E :8242-11-8-Édition : 22-12-04]

##### a) Définition

Cette méthode ne peut être appliquée aux huiles concrètes car les triglycérides saturés sont solubles dans l'acétone et sont de ce fait entraînés avec les phospholipides.

##### b) objet de la méthode

Déterminer le taux des phospholipides dans l'huile traitée.

##### c) principe de la méthode

Le dosage des phospholipides peut être fait par insolubilisation des phosphatides dans un solvant de huile que ne le dissout pas comme l'acétone.

##### d) mode opératoire

- Dissoudre 25g d'huile dans 200ml d'acétone.
- Laisser reposer 2 heures au moins à 4°C dans le réfrigérateur.
- Filtrer sur filtre tare.
- Laver à l'acétone jusqu'à ce que l'acétone de lavage ne contient plus de corps gras.
- Sécher à 100-105°C.
- Peser le filtre après séchage.

##### e) Expression des résultats

$$\% \text{phospholipides} = (m_2 - m_1) * 100/m$$

D'où :

**m<sub>1</sub>**: masse de filtre avant filtration.

**m<sub>2</sub>**: masse de filtre après filtration.

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

#### II.8.2. Analyses physiques

##### II.8.2.1. Détermination de la couleur [NE 1.2-364-1989]

**a) Définition:** La couleur joue un rôle important dans l'évaluation de la qualité d'un élément. En effet, la couleur d'un aliment est souvent liée à sa maturité, à la mise en œuvre appropriée ou défectueuse d'un traitement technologique ou de mauvaise condition d'entreposage ou à un début de détérioration, l'appareil utilisé pour la détermination de la couleur est appelé « LOVIBOND » ; (c'est un colorimètre).

**b) Principe :** Le principe de la détermination de la couleur consiste à faire une comparaison entre la couleur de la lumière transmise à travers une couche de graisse liquide et la couleur

de la lumière provenant toujours de la même source transmise à travers les lames colorées standardisés, les lames colorées standardisées sont constituées de trois couleur, qui sont : Jaune (J), Rouge(R) et Bleu (B).

**c) Mode opératoire :** Dans une cellule à un pouce (ou cinq pouces) ; l'échantillon à analyser est préalablement chauffé au bain marie pour qu'il devienne homogène, puis la détermination immédiate de la couleur correspondante est réalisée en faisant la comparaison avec les lames de couleur standard (réglage des deux faces observées jusqu'à l'obtention de la même couleur des deux côtés).

**d) Expression des résultats :** La détermination de la couleur de l'échantillon consiste en la lecture de la planche, des valeurs du Jaune, Rouge.

### II.8.2.2. Détermination de l'humidité [NE 1.2-47-1985]

**a) Définition :** C'est la perte de masse subite par le produit après chauffage à  $103 \pm 2$  °C dans l'étuve, exprimé en pourcentage.

**b) Principe :** Le principe de l'humidité est basé sur la détermination du poids de l'huile avant et après séchage à l'étuve, toute diminution du poids indique la présence d'humidité.

**c) Mode opératoire :** Un cristalliseur séché à l'étuve et refroidit dans un dessiccateur est pesé (soit  $P_0$  le poids correspondant). Puis, nous avons pesé 20 g d'huile dans ce cristalliseur. Ce dernier est introduit dans une étuve réglée à 110 °C pendant 30 minutes, ensuite, il est pesé après refroidissement dans un dessiccateur, cette opération est répétée jusqu' à la stabilisation du poids ( $P_F$ ).

**d) Expression des résultats :**

$$H\% = \frac{m - (m_F - m_0)}{m} \times 100$$

Où :

**H%** : l'humidité en pourcentage.

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

**$m_0$**  : masse de cristalliseur vide.

**$m_F$**  : masse final de cristalliseur.

### II.8.2.3. Détermination de la teneur en impuretés [NE-1.2-461-1985]

**a) Définition :** C'est la teneur en impuretés insolubles: poussières et autres matières étrangères qui sont insolubles dans l'hexane ou l'éther de pétrole.

**b) Principe :** Traitement d'une prise d'essai par un excès d'hexane ou d'éther de pétrole, puis filtration de la solution obtenue, lavage du filtre et du résidu avec le même solvant, séchage à  $103 \pm 2^\circ\text{C}$  et pesée.

**c) Mode opératoire :** Peser environ 20g d'échantillon dans une fiole conique, sécher le papier filtre dans l'étuve réglée à  $103 \pm 2^\circ\text{C}$ . Laisser refroidir dans le dessiccateur ainsi que le vase en verre muni d'un couvercle, ajouter 200ml de n-hexane ou d'éther de pétrole dans la fiole contenant la prise d'essai. Boucher la fiole et agiter, laisser reposer à une température de  $20^\circ\text{C}$  durant 30min, peser le papier filtre et le vase, soit  $m_1$ . Filtrer le contenu de la fiole sur le papier filtre, placé dans un entonnoir, puis laver le papier filtre en versant de petites quantités du même solvant jusqu'à ce que le filtre soit exempt de l'huile. Retirer le filtre de l'entonnoir et l'introduire dans le vase, laisser évaporer le solvant à l'air libre, terminer l'évaporation à l'étuve réglée à  $103 \pm 2^\circ\text{C}$  pendant 30min, retirer de l'étuve, fermer le vase, laisser refroidir dans le dessiccateur et peser, soit  $m_2$ .

**d) Expression des résultats :**

$$\text{Teneur en impuretés}\% = (M_2 - M_1) \cdot 100/M_0$$

Où :

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

$M_1$  : masse en gramme du vase et de son couvercle et du papier filtre.

$M_2$  : masse en gramme du vase de son couvercle et du papier filtre contenant de résidu sec.

#### II.8.2.4. Détermination de la Densité [NE 1.2-70-1985]

**a)Principe:** La densité relative à  $20^\circ\text{C}$  d'une huile ou d'une graisse est le quotient de la masse dans l'atmosphère d'un certain volume de cette huile ou de graisse à  $t^\circ\text{C}$  par la masse du même volume d'eau à  $20^\circ\text{C}$ .

**b) Mode opératoire:** Mettre environ 200 ml d'huile à analyser dans une éprouvette de 250 ml tremper le densimètre dans l'éprouvette et attendre qu'il se stabilise, lire directement sur le densimètre.

**c)Expression des résultats :**

$$\text{densitéà}20^\circ\text{C} = DT_2 = DT_1 + 0,00069 (T_1 - T_2)$$

Où :

$DT_1$  : densité lue directement sur le densimètre à une température  $T_1$

$DT_2$  : la densité à une température  $T_2$  qui est égale à  $20^\circ\text{C}$ .

$T_1$  : température lue sur le thermomètre. En  $^\circ\text{C}$ .

$T_2$ :  $20^\circ\text{C}$ .

**II.8.2. 5. Détermination de l'indice de réfraction [NE.1.2-75-1987]**

**a) Définition:** L'indice de réfraction d'une huile est le rapport entre la vitesse de la lumière à une longueur d'onde définie dans le vide et la vitesse de cette lumière dans l'huile.

**b) Principe :** Mesurage à l'aide d'un réfractomètre convenable de l'indice de réfraction de l'échantillon liquide à une température constante.

**c) Mode opératoire :**

- Verser entre les prismes 1 à 2 gouttes d'huile à analyser ;
- Attendre 3 à 5 minutes pour que l'échantillon prenne la température de l'appareille avant de déplacer alors la lunette de visée pour que la ligne de séparation de la plage claire et de la plage sombre se situer à la croisée des films de réticule ;
- Lire la valeur réfractométrique du corps étudié à température 40°C.

**d) Expression des résultats :** L'indice de réfraction est donné selon la formule suivante :

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

Où :

$t'=40^\circ\text{C}$

$t$  : température de l'échantillon pendant l'analyse ;

$N_D^t$  : Indice de réfraction à la température  $t$  ;

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

**II.8.2. 6. La dégustation [NE]**

L'huile sortant du désodoriseur, refroidie sera dégustée par un technicien de laboratoire pour déterminer son goût et son odeur, L'aspect de l'huile est vérifié à l'œil nu par simple observation.

**II.8.3. Détermination des pertes en matières grasses :****II.8.3.1. Détermination de la matière grasse dans les pâtes de Neutralisation [NE]**

**a) Définition:** C'est une méthode qui permet de déterminer la quantité de la matière grasse totale contenue dans les pâtes de neutralisation des huiles au cours du raffinage.

**b) Principe :** Traitement d'une prise d'essai avec un acide fort (acide sulfurique à 40%) suivi d'un chauffage jusqu'à la séparation des deux phases, aqueuse et organique, et cette dernière subit une centrifugation.

**c) Mode opératoire :**

- Dans un bécher nous avons une quantité de pâtes neutralisées;



- Nous avons ajouté 150 ml d'acide sulfurique à 40 %, le mélange est porté à ébullition jusqu'à séparation des deux phases ;
- La phase organique est portée à la centrifugation pendant 5 minutes (3000t/min);
- Détermination de l'acidité et du coefficient d'entraînement CE à partir d'un g de la phase organique.

**d) Expression des résultats :**

$$A\% = N \cdot V \cdot E_q/m \times 10$$

Où :

**A%** : Acidité en pourcentage.

**N** : Normalité de NaOH (1N).

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

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

**E<sub>q</sub>**: Equivalent gramme de l'acide oléique (282).

**II.8.3.2. Détermination de la quantité de gras dans les eaux de lavages [NE 1.2-50-1985]**

**a) Définition** : C'est la détermination de la quantité d'huile entraînée dans les eaux de lavage toujours au cours du raffinage.

**b) Principe** : Addition à un volume déterminé de l'eau de lavage; d'une quantité définie d'acide sulfurique, puis le laisser décanter pendant quelques heures.

**c) Mode opératoire** : 100 ml d'eau de lavage et 50 ml d'acide sulfurique à 20 % sont introduit dans une éprouvette de 500 ml, le mélange est laissé décanter pendant quelques heures jusqu'à l'apparition d'un film huileux.

**d) Expression des résultats**

$$MGEL\% = n/VE \times 100$$

Où :

**MGEL %** : Matière grasse entraînée en pourcentage dans l'eau de lavage.

**V<sub>E</sub>** : Volume en ml de la prise d'essai.

**n** : Volume en ml de la matière grasse.

**II.8.3.3. Détermination de la matière grasse entraînée dans la terre usée [NE]**

**a) Définition** : C'est une opération qui consiste à déterminer les pertes d'huile dans la terre décolorante après son utilisation dans l'étape de décoloration pendant le raffinage.

**b) Principe** : Les pertes d'huile dans la terre usée sont extraites par l'hexane dans les conditions opératoires bien décrites.

**c) Mode opératoire**

- Un ballon bien séché à l'étuve et refroidit au dessiccateur est pesé pour déterminer son poids vide (PV).
- Nous avons pesé 25g de terre usée dans une cartouche d'extraction, cette dernière est ensuite placée dans le tube d'extraction.
- Le ballon contenant 400 ml d'hexane est connecté à l'équipement d'extraction.
- Extraire pendant 4 heures.
- Récupération de l'hexane.
- Nous avons mis le ballon à l'étuve pendant 30 minutes puis au dessiccateur. Ensuite, le ballon est pesé (PF).

**d) Expression des résultats :**

$$\text{MGET}\% = \frac{\mathbf{mF} - \mathbf{mV}}{\mathbf{PE}} \times 100$$

Où :

**MGET %** : Pourcentage de la matière grasse entraînée dans la terre usée.

**P<sub>E</sub>** : Prise d'essai en g de la terre usée.

**m<sub>V</sub>** : masse vide du ballon en g.

**m<sub>F</sub>** : masse du ballon avec la matière grasse en g.

## **Chapitre III : Résultats et discussions**

**III.1.Huile brut:**

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

**Tableau III.1 :** Résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile brute de Soja.

Paramètres	essais		Moyenne	Normes
Acidité (%)	Essai 1	0,5	0,54	<2
	Essai 2	0,56		
	Essai 3	0,56		
Indice de peroxyde (meq/kg)	Essai 1	4,7	3,9	10 maximums
	Essai 2	2,5		
	Essai 3	4,5		
Humidité (%)	Essai 1	0,33	0,336	<0.5
	Essai 2	0,38		
	Essai 3	0,3		
Couleur (R, J)	Essai 1	1,4/25	R=1,467 J=25	J =25 R =2,5
	Essai 2	1,7/25		
	Essai 3	1,3/25		
Impuretés(%)	Essai 1	0,91	0,43	<1
	Essai 2	0,24		
	Essai 3	0,15		
Indice de saponification (mg/KOH)	Essai 1	192	193,95	189-195
	Essai 2	189,37		
	Essai 3	200,5		
Phosphatides(%)	Essai 1	0,25	0,15	0,23
	Essai 2	0,12		
	Essai 3	0,08		
Indice de réfraction à 40°C	Essai 1	1,4652	1,4656	1,466-1,470
	Essai 2	1,466		
Densité à 20°C	Essai 1	0,920	0,9185	0,918-0,923
	Essai 2	0,917		

Les résultats obtenus à partir de cette analyse effectuée sur l'huile brute de soja, sont conformes aux normes d'entreprise, ce qui nous laisse montrer que le déroulement des opérations d'extraction et de stockage de l'huile brute de soja est bon, Donc on se basant sur ces résultats révélés par l'étude physico-chimique nous pouvons conclure que l'homogénéité des huiles brutes de soja employées à l'évaluation de l'efficacité du procédé de raffinage, ainsi que leur conformité aux normes exigées sont vérifiées. De ce fait, les résultats subséquents que nous avons obtenu au cours des différentes étapes de raffinage, exprimerons de façon exclusive, les influences qui seront dues uniquement aux différentes étapes de raffinage appliqués et non à l'état initiale des huiles brutes.

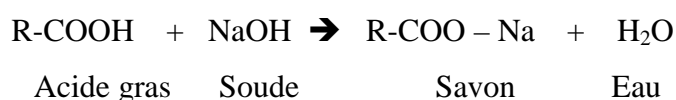
### III.2. Huile neutralisée :

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

**Tableau III.2 :** Résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile neutralisée de Soja

Paramètres	Essai		Moyenne	Normes de l'entreprise
Acidité (%)	Essai1	0,04	0,04	0,2
	Essai2	0,05		
	Essai 3	0,05		
Trace de savon (ppm)	Essai1	45,10	128,2	500
	Essai2	40,2		
	Essai3	42,90		

On remarque d'après ces résultats une diminution nette de l'acidité et d'autre part la formation considérable de savon, cela s'explique par la neutralisation des acides gras libres (AGL) par l'ajout de la soude et la formation du savon et de l'eau selon la réaction suivante :



Une élimination incomplète des traces de savon, peut s'expliquer probablement par une mauvaise séparation des deux phases (huile-savon) lors de la centrifugation.

La diminution légère de la couleur est due à la décoloration chimique par l'action de la soude sur certains pigments colorés.

### III. 3.Huile lavée :

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

Après neutralisation, l'huile subit deux lavages successifs et les résultats obtenus sur l'huile lavée sont résumés dans les tableaux ci-dessous.

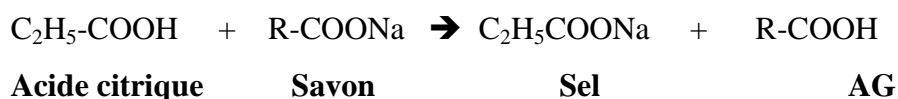
**Tableau III.3 :** Résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile de premier lavage.

Paramètres	Essai		Moyenne	Normes de l'entreprise
Acidité (%)	Essai1	0,08	0,06	0,2
	Essai2	0,05		
	Essai3	0,05		
Trace de savon (ppm)	Essai1	83,45	84,193	200
	Essai2	75,67		
	Essai3	93,46		

**Tableau III.4 :** Résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile de deuxième lavage.

Paramètres	essais		Moyenne	Normes
Acidité (%)	Essai 1	0,08	0,06	0,2
	Essai 2	0,05		
	Essai 3	0,05		
Trace de savon	Essai 1	5,10	9,40	30-50
	Essai 2	10,2		
	Essai 3	12,90		

L'acidité a légèrement augmenté par rapport à l'huile neutralisée, ceci est dû à la libération des acides gras libres sous l'effet de l'acide citrique qui a pour rôle de diminuer les savons selon la réaction.



Les traces de savons sont toujours présentes, mais à des quantités plus faibles, on peut les éliminer si on pousse le lavage, mais il y aura des pertes considérables d'huile entraînées dans les eaux de lavage.

#### III.4. Huile séchée :

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

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

**Tableau III.5** : Résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile séchée.

Paramètres	Essais		Moyenne	Normes
Acidité (%)	Essai1	0,06	0,056	0,2
	Essai2	0,05		
	Essai3	0,06		
Indice de peroxyde (meq/kg)	Essai1	1,17	1,72	10 maximums
	Essai2	2,06		
	Essai3	1,93		
Humidité (%)	Essai1	0,01	0,01	0,2maximum
	Essai2	0,02		
	Essai3	0,01		
Couleur (J, R)	Essai1	14,10/1,4	J=14,52 R=1,33	J =25 R =2,5
	Essai2	14,30/1,3		
	Essai3	15,17/1,3		
Indice de saponification (mg/g)	Essai1	189	189	189-195
	Essai2	189		
	Essai3	189		
Impuretés(%)	Essai1	0,43	0,43	<1
	Essai2	0,44		
	Essai3	0,44		
Trace de savon (ppm)	Essai1	42,1	42,16	50
	Essai2	42,2		
	Essai3	42,2		
Aspect	Essai1	bon	bon	bon
	Essai2	bon		

D'après les résultats des analyses de l'huile séchée, les caractéristiques de cette dernière sont conformes aux normes de l'entreprise.

On remarque que l'humidité est très faible de l'ordre de 0.01 (%), cela est du au séchage.

Une diminution du taux d'impureté, cette réduction peut être due en effet, à l'utilisation de la soude au niveau de la neutralisation, qui provoque la formation des savons, et qui par entrainement élimine une partie des ces impuretés lors de leur séparation.

Une réduction de la couleur de l'huile est marquée, elle est due au phénomène d'entrainement d'une quantité des pigments colorés avec les savons formés après la neutralisation.

Une diminution de l'indice de peroxyde suite à une destruction des peroxydes sous l'influence de la température.

### III.5.Huile décolorée:

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

**Tableau III.6 :** Résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile décolorée.

Paramètres	Essais		Moyenne	Normes
Acidité (%)	Essai 1	0,07	0,07	0,2
	Essai 2	0,07		
	Essai 3	0,07		
Indice de peroxyde (meq/kg)	/		/	/
Humidité (%)	/		/	/
Couleur (R, J)	Essai 1	0,5/12	J=12	J=13 R=1,5
	Essai 2	0,6/12	R=0,53	
	Essai 3	0,5 /12		
Impuretés(%)	/		/	/
Trace de savon (ppm)	Essai 1	0,00	0,00	0,00
	Essai 2	0,00		
	Essai 3	0,00		



D'après les résultats obtenus :

L'acidité de l'huile décolorée, se rapproche de celle de l'huile séchée du fait qu'aucune réaction avec les acides gras libres ne s'est produite.

Une grande diminution de la couleur de l'huile (de 14, 52 à 12) pour le jaune, et de (1,33 à 0,53 pour le rouge), grâce à l'effet d'adsorption de la terre décolorante.

Les traces de savon sont absentes dans l'huile décolorée, ce qui signifie qu'une partie d'elles est retenue par la terre décolorante et une autre partie déjà éliminée au lavage.

L'absence de l'humidité peut s'expliquer par le fait qu'elle est retenue par la terre décolorante est le reste est évaporé à 150°C sous un vide de 80mbar.

### III.6. Huile désodorisée:

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

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

**Tableau.III.7** : Résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile désodorisée.

Paramètres	Essai		Moyenne	Normes
Acidité (%)	Essai1	0,03	0,038	0,2
	Essai2	0,04		
	Essai3	0,04		
Indice de peroxyde (meq/kg)	Essai1	0,00	0,00	00
Couleur (J, R)	Essai1	R=0,0 J=0,4	R=0,0 J=0,43	J+R<5
	Essai2	R=0,0 J=0,4		
	Essai3	R=0,1 J=0,5		
Impuretés(%)	Essai1	0,00	0,00	Absence
Odeur/goût	caractéristique		/	caractéristique
Aspect	bon		/	bon

L'acidité diminue et cela par la volatilisation d'une partie des acides gras libres sous l'effet de la température.

La couleur a diminué à cause de la décomposition des pigments sous l'effet de la température et leur décomposition donne des composés volatiles qui seront par la suite aspirés par le vide de la colonne de la désodorisation.

### III.7. Huile conditionnée:

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

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

**Tableau III.8 :** Résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile conditionnée.

Paramètres	Moyenne	Normes
Acidité (%)	0,037	0,2
Indice de peroxyde (meq/kg)	0,2	10
Humidité (%)	0,00	Absence
Couleur (J, R)	J=0,4 R=00	J =4 R =1
Indice de saponification (mg/g)	193	188-194
Impuretés(%)	0,00	Néant
Trace de savon (ppm)	0,00	Néant
Aspect	Limpide	Limpide
Gout	Spécifique	Spécifique
Odeur	bon	bon

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

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

D'une manière générale, les résultats obtenus sur l'huile finie (conditionnée), sont tous au-dessous de la norme, donc cette dernière remplit toutes les conditions de conformité à la commercialisation.

### III.8.Détermination des pertes d'huile lors du raffinage

Ces pertes sont dues aux méthodes utilisées lors du raffinage, ou on perd de l'huile lors :

De la neutralisation ou la pâte entraîne les huiles, qui seront ensuite décomposées.

Du lavage ou les huiles sont entraînées par les eaux de lavage ; qui seront séchées afin de récupérer les matières grasses.

De la décoloration, dont les huiles dans cette étape sont entraînées par la terre décolorante usée qui sera ensuite séchées.

**Tableau III.9** : Résultats des pertes d'huile au cours de quelques étapes de raffinage.

<b>Les pertes en huile dans</b>	<b>Valeurs</b>	<b>Normes</b>
<b>Pâtes de neutralisation</b>	1,24	1 < CE < 1,55
<b>Les eaux de lavage</b>	0,07	Max 1,5%
<b>Terre décolorante usée</b>	12,23	Max 20%

Les résultats montrent que les pertes de la matière grasse dans les pâtes de neutralisation, l'eau de lavage et la terre usée sont tous au-dessous de la norme qui est l'objectif de l'entreprise.

En conclusion ces pertes sont négligeables et en plus récupérables.

## **Conclusion**

# Conclusion

---

## Conclusion

Le stage que nous avons effectué au niveau du complexe CO.G.B La Belle de Bejaia, nous à permis d'améliorer nos connaissances sur le fonctionnement des industries agro-alimentaires, particulièrement sur le raffinage des huiles et la production d'une huile stable, parfaitement agréable à la consommation et ne présentant aucun danger pour le consommateur.

Notre travail, qui a pour but d'effectuer un suivi de la qualité physico-chimique de l'huile de soja lors de sa production au niveau de CO.G.B La Belle, nous a montré l'importance de ces analyses pour mieux gérer le bon déroulement des étapes du raffinage et de faire en sorte qu'il n'y est pas des pertes importantes en huiles.

Les résultats que nous avons obtenus des analyses physico-chimiques de l'huile de soja sont comparables et conformes aux normes duprocédé de fabrication. L'huile produite par CO.G.B La Belle est donc de très bonne qualité.

## Références bibliographique

---

- [1] J.F. Platon. Raffinage de l'huile de soja, americanSoybean Association U.S.A, (1988).
- [2] J.Denise. Manuel des corps gras, le raffinage des corps gras, édition des beffrois. Ed. Technique et documentation. Lavoisier. Paris, 2 (1982) 795.
- [3] J.F.Platon. Raffinage de l'huile de soja, americanSoybean Association U.S.A, (1988).
- [4] Mohtadji, Lamballais: les corps gras. In : les aliments paris : moloine, (1989) 93.
- [5] R. François. Les industries des corps gras, biochimie, extraction, raffinage, nuisances et réglementations. Ed.: Tec et Doc. Lavoisier, paris, (1974) 36-51.
- [6]A.KRLESKIND. Propriétés des corps gras. In : Manuel des corps gras, 1 (1992) 802.
- [7]B. Kessous.« Biochimie structurale. Document en science médical », Ed O.D.V, (1993).
- [8]A.Karleskind et J.P. wolff. Manuel des corps gras. Ed. Technique et documentation. Lavoisiner. Paris, (1992) 435.
- [9]Ch. Henri et Ch. Jean-Claude.Graisses et huiles. In : Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. Tome 2.7<sup>ème</sup> édition. Ed. Lavoisiner, paris, (1977) 79.
- [10] J.Denise. Raffinage des corps gras. Ed. Lavoisiner. Paris, (1992).
- [11] G.Linden et D.Lorient. Biochimie agro-industrielle, valorisation alimentaire de la production agricole, 2<sup>ème</sup> édition, Technique et documentation. Lavoisiner, paris, (1994) 297-301.
- [12] J. Graille. Les corps gras alimentaires : aspects chimiques, biochimiques et nutritionnelles. In : les lipides et gras alimentaires. Ed. Lavoisiner. Paris,(2003) 225.
- [13] C. Virginie et M. Melanie. Le soja, la reine des légumineuses [PDF], (2007).
- [14] A. Pouzet. Sources et monographies des principaux corps gras. In Manuel des corps gras. Ed. Tec et Doc Lavoisiner. Paris, 1(1992) 131-136.
- [15] J. Hubert. Caractérisation biochimique et propriétés biochimiques des micronutriments du germe de soja-Etude des voies de sa valorisation en nutrition et santé humaines. Thèse de doctorat de l'institut national polytechnique. Toulouse,(2006) 150.

## Références bibliographique

---

- [16] H. Lamballais. Les aliments. Ed. Maloine. (1989) 94-102.
- [17] I. Debruyne. Soja : transformation et aspects industriels. Techniques d'ingénieur. (2001) 1-6.
- [18] F. Poisson et L. Nacre. Corps gras alimentaires, aspects chimiques, biochimique et nutritionnels. In lipides et corps gras alimentaires. Ed. Tec et Doc, Lavoisier, (2003).
- [19] A. Mustapha. Les matières grasses destinées aux produits de boulangerie. American soybean Association. U.S.A. 23 (2002) 4-20.
- [20] D. SCRIBEN. Les industries agricoles et alimentaires, TEC et DOC Lavoisier, (1988).
- [21] K. Kovari. physical refining of sunflower oil, 7 (2000) 305-306.
- [22] J.P. Helme. Soybean oil refining. Ed. ASA. USB. Paris, (1984) 37.
- [23] H. Lance et S. Agarwal. Assessing the feasibility of processing and marketing niche soy oil, (2003) 16.
- [24] Les processus technologiques de raffinage au niveau de CO.G.B la belle (N.E.MOB: 7511.1, 2003).
- [25] J. Adrian, J. Potus. Méthodes physicochimiques générales. In : Introduction à l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaires. Paris. (1998).

**Résumé :**

L'étude a porté sur le processus de fabrication d'huile de soja et leur analyse physico-chimique.

Cette étude a été réalisée au complexe CO.G.B La Belle(UP07) de Bejaia. Le processus de raffinage de l'huile de soja a pour l'objectif final l'obtention d'une huile pure de qualité.

L'interprétation des résultats, a montré leurs conformités aux normes fixées par l'entreprise. Donc, cette étude justifie le bon déroulement du raffinage.

Enfin, on déduit que l'huile produite par CO.G.B La Belle de Bejaia est de bonne qualité.