

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

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

Réf :.....

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

MASTER

Thème

**Revalorisation des sous-produits de
raffinage des huiles végétales : cas des pâtes
de neutralisation**

Présenté par :

BRAHITI Sabrina

DAHMANA Zoula

Soutenu le : **25 Juin 2018**

Devant le jury composé de :

Mme SMAIL Leila

Melle MEKHOUKHE Aida

Mme BERKATI Salima

MAA

MAA

MAA

Président

Encadreur

Examineur

Année universitaire : 2017 / 2018

Dédicaces

Je dédie ce travail

- *A mon cher mari REDA que j'aime beaucoup et qui ma toujours soutenu durant tout mon cycle ;*
- *A mes deux anges qui ma mené à ce monde maman et papa que j'aime beaucoup et pour toujours ;*
- *A mes frères*
 - 🇩🇿 *Rabah et sa femme Bahia et ses adorables petits enfants Zineb, Ryma et ayoub,*
 - 🇩🇿 *Yacine et sa femme Fatiha et leurs trois enfants lamis, yanil, Jugurtha*
 - 🇩🇿 *Et Chafaà qui va bientôt ce marier ;*
- *A mes sœurs*
 - 🇩🇿 *Warda et ses petites filles kahina , Melissa, Sylia, Sarah ;*
 - 🇩🇿 *Hassiba et Roza ;*
- *A toute ma famille petite et grande ;*
- *A ma belle mère Hasina et mon beau père Nadir et mes belles sœurs et leurs enfants et mon beau frère Ghiles ;*
- *A ma binôme Zoula qui ma supporté durant notre travail*
- *A toutes mes amies*
 - *De la promotion en science des corps gras*
 - *A mes copines de chambre G404*
 - *Hanane , Amel ,Sabrina ,Tinhinane , Djida , Thiziri , Sylia*



SABRINA

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

A mes très chers Parents en premier lieu

La mémoire de mon grand père que dieu l'accueille dans son vaste paradis ;

Mes frères : Fayçal et Abdel Lali

Ma sœur : Lamia et son mari Idriss

Mes nièces, mes deux anges Alice et Dassine

Ma binôme : Sabrina et sa famille

Mes cousins et leurs enfants et ma petite cousine Lina

Mes oncles et leurs familles

Mes copines surtout Fatma, Nabila, Sonia, Farida, Lylia, Katia, Kahina, Yasmine, la famille

Kouachi , Ait Amara et Ameza .

Enfin, à toute personne qui m'aime.



ZOULA

Remerciements

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

*On tien à témoigner notre reconnaissance à notre promotrice **Melle MEKHOUKHE** .A pour son aide précieux et pour avoir dirigé ce travail, ainsi que pour ses conseils et sa disponibilité.*

*Nos vifs remerciements vont aux membres de jury, **Mme SMAIL .L** et **Mme BERKATI**. S pour le très grand honneur qu'ils nous font de vouloir juger ce modeste travail.*

*Nos considérations les plus sincères vont à l'ensemble du personnel du complexe CEVITAL, spécialement : **Mr ZAIDI.L**, **Mr ZERARI.I** sans oublier **Mr HARFIS** et **Mme TERKI.DJ** notre encadreur.*

Merci à tous ceux qui ont participé de près ou de loin à l'aboutissement de ce mémoire.

SOMMAIRE

Liste des tableaux	
Liste des tableaux en annexe	
Listes des figures	
Liste des figures en annexe	
Introduction.....	1

Partie théorique

I Généralités sur les corps gras

I.1.Composition d'un corps gras.....	3
I.2.Propriétés des corps gras.....	4
I.2.1.Propriétés physiques.....	4
I.2.2.Propriétés chimiques.....	4
I.3.Constituants des corps gras.....	6
I.4. Huiles végétales.....	6
I.5 Exemple d'huiles végétales alimentaires.....	7
I.6 Valorisation des pâtes de neutralisation.....	8

II Raffinage des huiles végétales

II.1.Types de raffinage.....	9
II.1.1.Raffinage chimique.....	9
II.1.2.Raffinage physique.....	9
II.1.3.Raffinage enzymatique.....	9
II.2.Étapes du raffinage chimique.....	10
II.2.1.Matière première.....	10
II.2.2.Démucilagination.....	10
II.2.3.Neutralisation.....	10
II.2.4.Décoloration.....	11
II.2.5.Décirage.....	11
II.2.6.Désodorisation.....	11

Partie pratique

I Présentation du complexe CEVITAL

I.1. Implantation.....	13
I.2. Activités.....	13
I.3. Présentation de la raffinerie	14
I.4. Conditionnement.....	14
I.5. Traitement des déchets	15
I.6. Contrôle de la qualité.....	15

II Matériel et méthodes

II.1. Échantillonnage et prélèvement.....	16
II.2. Matériel utilisé.....	16
II.3. Processus de décomposition des pâtes de neutralisation au niveau de CEVITAL	16
II.4. Description générale sur le produit fini (huile acide)	20
II.5. Étude physico-chimique	20
II.5.1. Acidité	21
II.5.2. Humidités	21
II.5.3. Indice de saponification.....	22
II.5.4. Densité.....	23
II.5.5. pH	23

III Résultats et discussion

III.1. Détermination de l'acidité des pâtes de neutralisation et de l'huile acide	24
III.2. Détermination de l'humidité des pâtes de neutralisation et de l'huile acide	25
III.3. Détermination de la densité de l'huile acide.....	26
III.4. Détermination de pH de l'huile acide	27
III.5. Détermination de l'indice de saponification de l'huile acide	28

Conclusion.....	29
-----------------	----

Références bibliographiques

Annexes

Résumé

Liste des figures

Numéro	Titres	Pages
1	Composition d'un corps gras	3
2	Réaction d'intra estérification	5
3	Réaction d'inter estérification	5
4	Réaction de saponification	5
5	Huile de tournesol	7
6	Graines de soja	8
7	Diagramme des étapes de décomposition des pâtes de neutralisation	19
8	Produit fini (huile acide) (A)	20
8	Acides gras libres purs (B)	20
9	Suivi de l'acidité des échantillons testés au cours du temps	24
10	Suivi de l'humidité des échantillons testés	25
11	Suivi de la densité de l'huile acide testée	26
12	Suivi du pH de l'huile acide	27
13	Suivi de l'indice de saponification d'huile acide au cours du temps	28

Liste des figures en annexe

Numéro	Titres
14	Étapes du raffinage
15	Démucilagination et neutralisation
16	Lavage et séchage
17	Procédé de décoloration
18	Procédé de désodorisation
19	Organigramme du complexe CEVITAL

Liste des tableaux

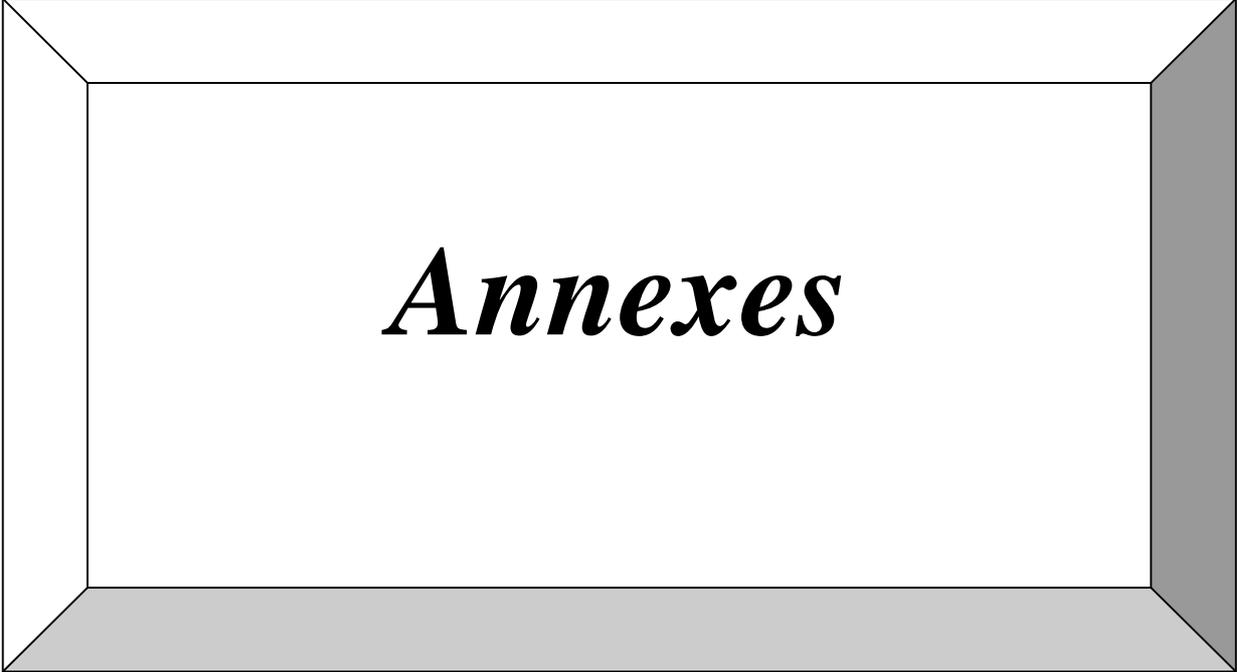
Numéros	Titres	Pages
I	Représentation de différentes propriétés d'un corps gras	6
II	Composition de l'huile brute de soja	8
III	Tableau comparatif entre le raffinage de l'huile de soja et de l'huile de tournesol	12
IV	Types de laboratoires du complexe CEVITAL	15
V	Information sur les échantillons et prélèvements	16
VI	Analyses effectuées sur les différents échantillons	20

Liste des tableaux en annexe

VII	Différents appareillages et réactifs utilisées
VIII	Résultats de l'acidité des trois échantillons
VIII	Résultats de l'humidité des trois échantillons
X	Résultats de la densité de l'huile acide
XI	Résultats obtenus de pH de l'huile acide lors d'un suivi selon la période indiquée
XII	Résultats obtenus de l'indice de saponification de l'huile acide lors d'un suivi selon la période indiquée
XIII	Les résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile acide
XIV	Résultats d'analyses des pâtes de neutralisation de tournesol
XV	Résultats d'analyses des pâtes de neutralisation de soja



***Raffinage des
huiles végétales***



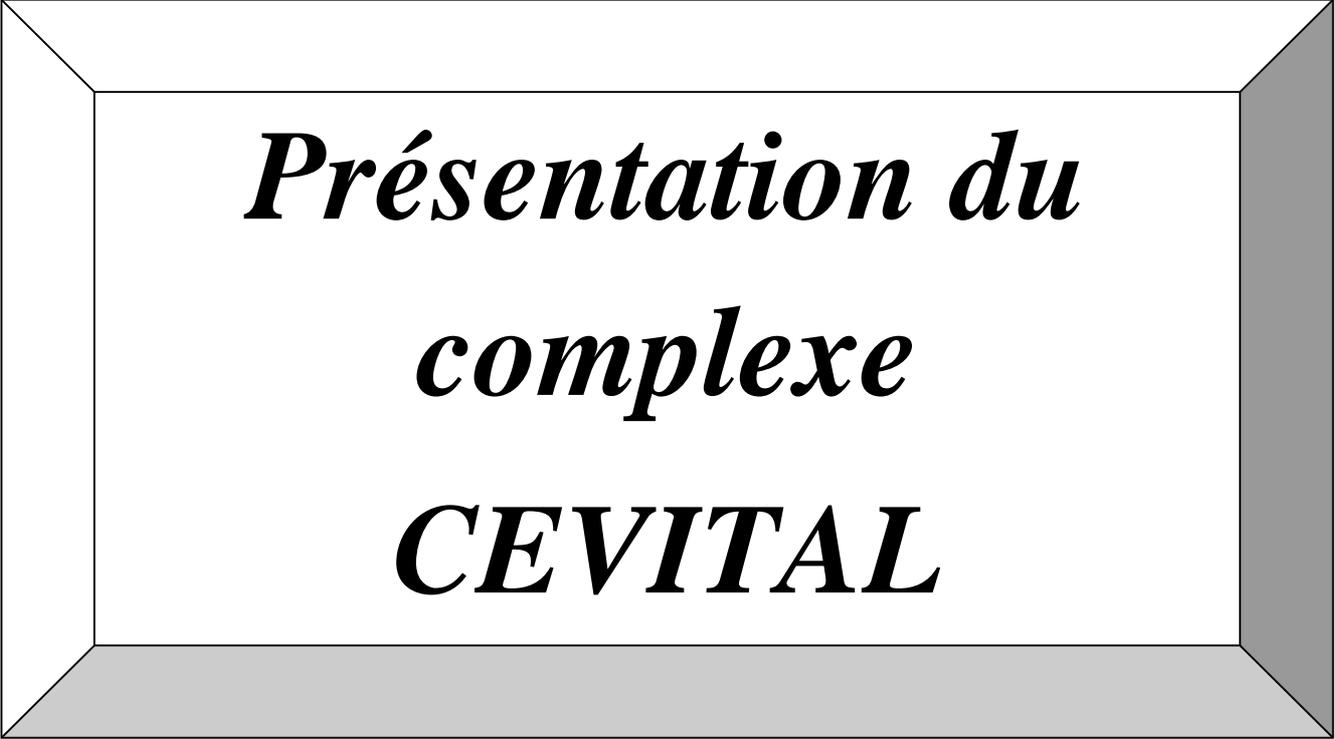
Annexes



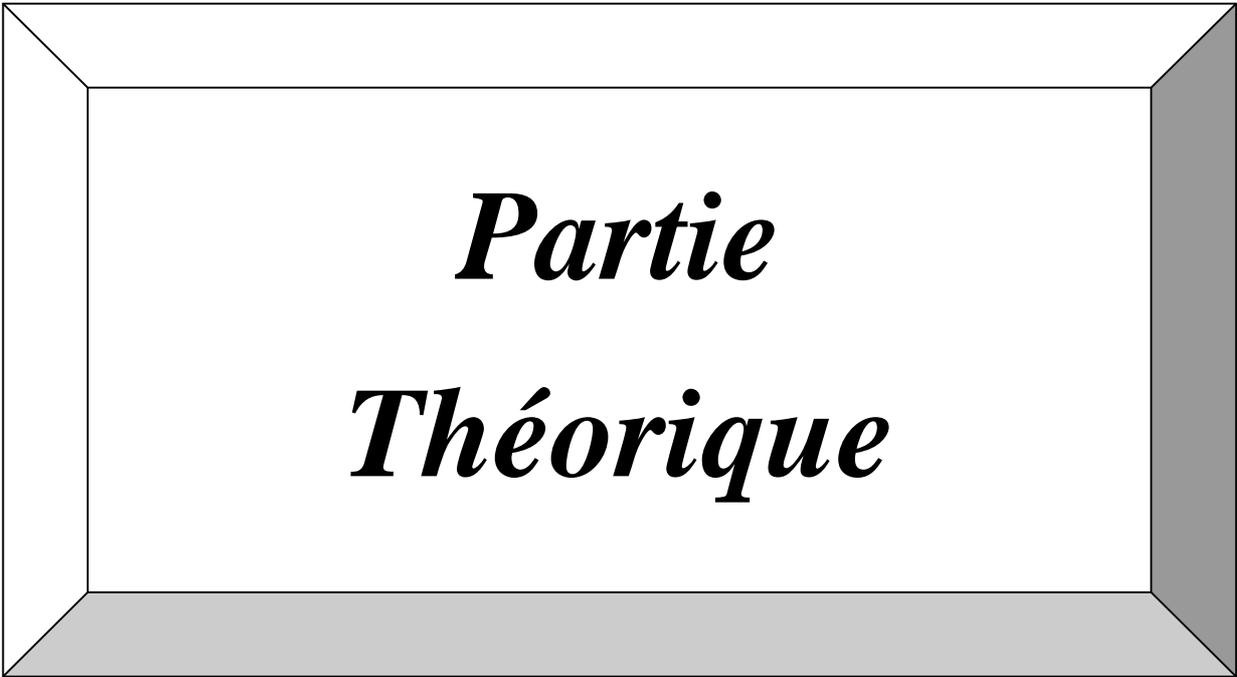
Introduction



***Généralités sur les
corps gras***



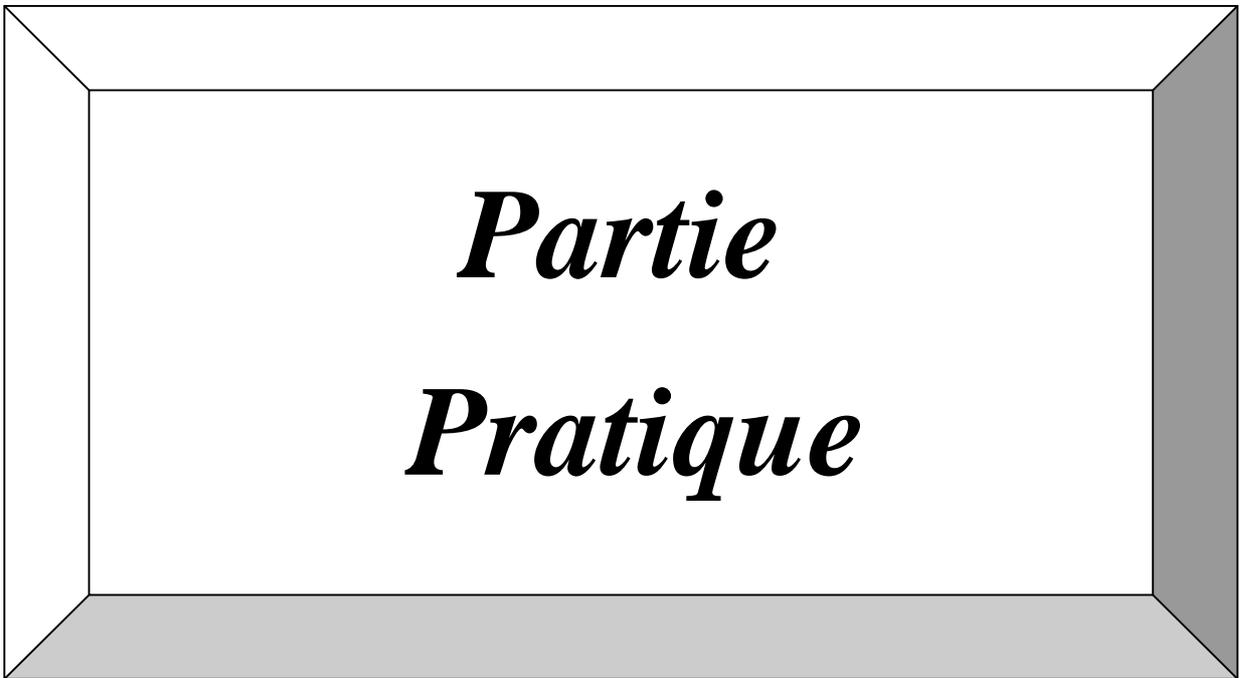
*Présentation du
complexe
CEVITAL*



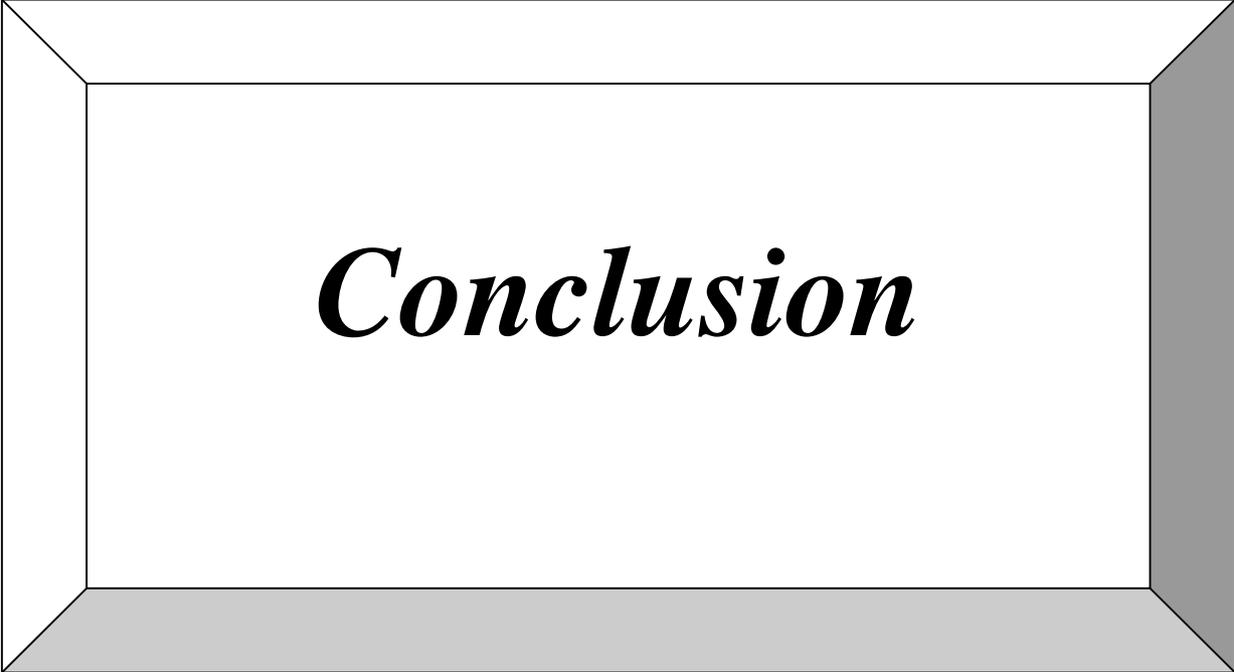
Partie
Théorique



***Matériel et
méthodes***



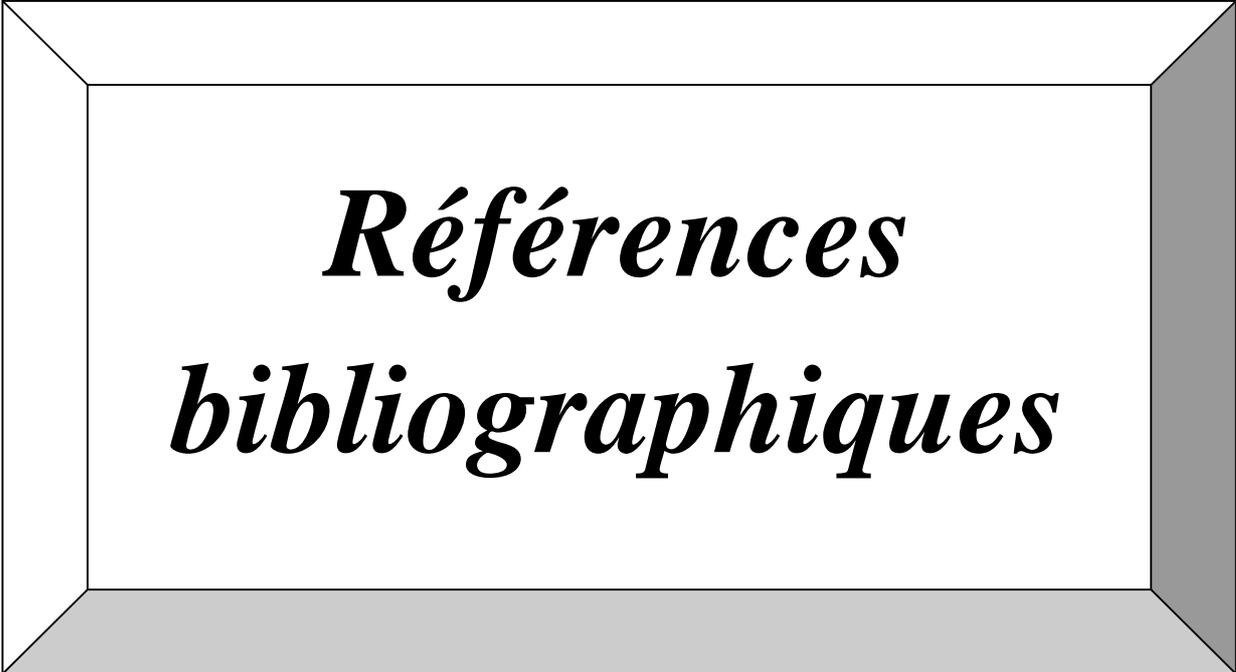
Partie
Pratique



Conclusion



***Résultats et
discussion***



***Références
bibliographiques***

Si les égyptiens savaient isoler les huiles et les graisses et les utiliser à diverses fins, on ne peut oublier que déjà l'homme préhistorique savait s'éclairer en brûlant des graisses. L'étude de ces textes nous apprend les usages que les hommes de ces temps faisaient des lipides, notamment en cosmétologie et en médecine (**Karleskind, 1992**).

Les matières grasses constituent, en effet l'une des ressources énergétiques principale en alimentation humaine. A côté de l'aspect énergétique, les graisses sont aussi vectrices de vitamines liposolubles, d'acides gras essentiels et autres constituants mineurs, bénéfiques pour notre santé (**De Kock et al., 2005**).

Les activités d'améliorations et ou de fabrications, sont strictement orientées dans ce sens (**kaynak, 2004**). Dans le but de conférer aux huiles une saveur douce, une couleur appréciable et un aspect limpide pour qu'elles soient prêtes à être consommées, ces huiles sont soumises à différentes opérations (dégommage, neutralisation, décoloration, et désodorisation) qui font partie du processus du raffinage (**kaynak, 2004**).

La neutralisation est une étape essentielle du raffinage de l'huile dont le but principale est d'éliminer les acides gras libres aux même temps, génèrent les coproduits ayant des caractéristiques et des filières de valorisation différentes (**Badey et al., 2012**).

Dans ce cas le raffinage a pour but, d'éliminer les acides gras libres, les produits d'oxydation, les arômes désagréables, les colorants, les produits toxiques (tels que pesticides, glycosides) mais également les phospholipides ainsi que les métaux (tels que fer et cuivre) présents à l'état de traces et généralement liés à des composés organiques (**Mohtadji-Lamballais, 1989 ; Jamil et al., 1998**).

Après élimination de ces coproduits issues de raffinage, ces derniers sont traités sur le site industriel-même, par « Co produit » : Dans la catégorie non toxiques : les gommages ; les pâtes de neutralisation ; les terres décolorantes. Et dans la catégorie toxiques : les adsorbants : charbon actif ; les distillats d'acides gras ; les terres décolorantes Nickel. L'objectif est de récupérer le potentiel énergétique énorme contenu dans les coproduits du raffinage (**Lambert, 2006**).

L'objet de ce présent travail est de valoriser certains des coproduits à l'instar les pâtes de neutralisation de quelques huiles végétales : huile de tournesol et de soja produites au niveau du complexe CEVITAL spa Algérie.

Notre travail est scindé en deux parties : Une partie théorique qui comprend une étude bibliographique qui portant sur des généralités sur les corps gras et le raffinage des huiles végétales. Une partie pratique fragmenté en deux sections ; section matériels et méthodes qui décrit l'entreprise CEVITAL et les méthodes suivies dans cette étude, la deuxième section sur les résultats et interprétation.

I. Généralités sur les corps gras

Les corps gras, qui correspondent à la partie « graisses neutres » de la fraction lipidique totale sous forme de microgouttelettes dans certains tissus animaux et végétaux, ont surtout un rôle nutritionnel sur les plans énergétique et métabolique. La partie grasse des aliments est également appelée lipides (du grec lipos, « gras »).

Les corps gras alimentaires comprennent les huiles et les graisses d'origine végétale ou animale, les beurres et les margarines. Les huiles se différencient des graisses par leur point de fusion. C'est des corps gras liquides à la température de 15°C, tandis que les graisses sont plus ou moins solides à cette température (on dit aussi « concrètes ») (Gornay, 2006).

I.1. Composition d'un corps gras

Un corps gras brut tel qu'on le rencontre à l'état naturel est constitué essentiellement de lipides environ 95- 99%, de phosphatides (figure 1) et des insaponifiables (François, 1974).

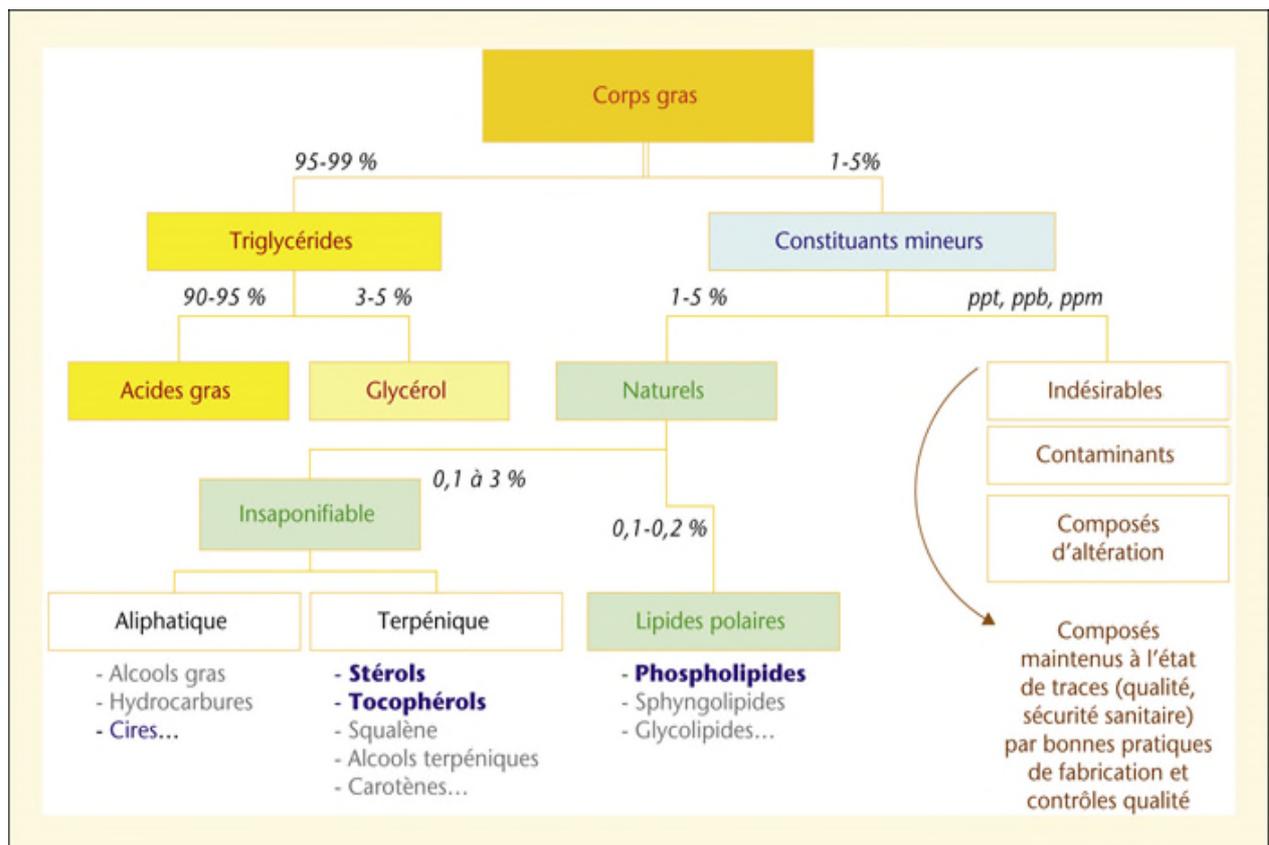


Figure 1 : Composition d'un corps gras (Morin, 2012)

I.2. Propriétés des corps gras

I.2.1. Propriétés physiques

Densité

Elle est définie comme étant la masse de l'unité de volume en g/m³ à une température T

- Densité des huiles végétales varie de 0.915 à 0.964 g /m³
- Densité des huiles des corps gras animaux varie de 0.866 à 0.933 g /m³

Point de fusion

Le point de fusion des triglycérides est lié à la nature des acides gras qui les Constituent, il augmente avec la longueur de la chaîne, l'absence de doubles liaisons et l'homogénéité des acides gras (Alais et Linden, 1997).

Les huiles à l'état naturel ne présentent pas un point de fusion, mais une zone de fusion (Linden et Lorient, 1994).

Solubilité

Tous les acides gras dont le nombre de carbone est supérieur à 8 sont insolubles dans l'eau, et sont généralement solubles dans les solvants organiques tels que l'éther, le chloroforme et le benzène (Frenot et Vierling, 2001).

I.2.2 Propriétés chimiques

- **Hydrogénation**

C'est l'une des modifications principales effectuées sur les huiles. Au cours de cette opération, l'hydrogène s'additionne aux doubles liaisons des acides gras en présence de catalyseurs cela augmente le point de fusion convertissant une huile liquide en une graisse semi solide qui résiste à l'oxydation (Priore, 2003).

- **Trans-estérification**

C'est la technique la plus utilisée par la mise en présence de plusieurs acyl dérivés selon le protocole suivant :

- * Coupure des liaisons ester entre acide gras et glycérol ;
- * Constitution d'un pool d'acides gras et re-estérification aléatoire soit sur le même glycérol (intra estérification) soit sur un autre glycérol (inter estérification) comme le montre les figures suivantes.

I.3 Constituants des corps gras

Les corps gras sont constitués d'une panoplie de constituants représentés dans le tableau ci-après

Tableau I : Représentation de différentes propriétés d'un corps gras

Composition	Propriétés	Référence
Triglycérides	Non polaire, insoluble dans l'eau	(Voel and Voel, 2005)
Acides gras	Leur fonction carboxylique réagit avec les alcools et les amines pour former des esters et des amides, c'est sous cette forme qu'il existe dans les aliments.	(Frenot et Vierling, 2001).
Phospholipides	Dérivés de glycérols dont deux fonctions alcools sont estérifiées par deux acides gras et la troisième par l'acide phosphorique.	(Burgess, 1981)
Colorants	Ce sont des tétra-terpènes, ils sont à l'origine de la teinte brillante, jaune, orange et rouge, ils comprennent les carotènes et les xanthophylles.	(Soulier et farines, 1992 ; Linden et Lorient, 1994)
Insaponifiables	Sont très peu soluble dans l'eau et soluble dans les solvants organique, ils résistent au rancissement des huiles végétales.	(Poison et Narce, 2003; Jammes, 2007).

I.4 Huiles végétales

L'huile est une matière grasse, onctueuse et épaisse, souvent liquide à température ambiante. Une huile végétale renferme en général plus de 99 % de lipides, ni glucides, ni protides et très peu ou pas de cholestérol. Quelques vitamines et antioxydants liposolubles complètent le pourcentage restant (1%). Elles sont indispensables pour les papilles mais également pour la santé car elles apportent les acides gras nécessaires au bon fonctionnement de l'organisme. De plus que leur goût et leur prix, les huiles végétales diffèrent par leur composition, d'où l'importance de bien choisir ses produits, surtout pour un usage quotidien **(Debruyne, 2001)**.

I.5 Exemple d'huiles végétales alimentaires

Exemple d'huiles qu'on n'a utilisées

- **Huile de tournesol**

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 (**Cossut, 2002**).

À l'image des autres huiles végétales, elle se compose essentiellement de triglycérides (98 - 99%) (**Kartika, 2005**) dont les teneurs en acides gras varient selon le climat : aux conditions tempérées, on trouve jusqu'à 70% d'acide linoléique et 20% d'acide oléique tandis que sous climat plus chaud, il y a jusqu'à 80% d'acide oléique et seulement 13% d'acide gras polyinsaturés, elles contiennent peu d'acide linoléique qui devient amer quand il est trop chauffé., cette composition permet de distinguer deux types d'huiles de tournesol :huile de tournesol classique et huile de tournesol oléique , elle est utilisée par l'industrie de la lipochimie pour multiples applications :cosmétique, pharmacie ,plastifiants et lubrifiants et l'huile de tournesol classique est le plus souvent utilisée pour l'alimentation humaine (**Vander Vossen et al., 2007**).



Figure 5 : Huile de tournesol (Roche, 2005)

- **Huile de soja**

Est l'une des huiles les plus pauvres en acide gras saturé, elle est riche en acide gras insaturé ,elle est riche en acide linoléique (50 à 60%) et oléique (20 à30%) ainsi qu'au tocophérols (10 à 170mg pour 100g).Toutefois, elle contient aussi une proportion non négligeable d'acide linoléique (5 à 9%) ce qui provoque une certaine fragilité à chaud et elle ne contient pas de cholestérol (**Roussel, 2006 ; Dupin,1992 ;Roussel ,2006**).



Figure 6 : Graines de soja (Boiseleve, 2010)

La composition chimique de l'huile de soja est présentée dans le tableau II.

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

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

Une panoplie d'huiles alimentaires est commercialisée à l'instar l'huile d'olive, l'huile de colza, de palme d'arachide etc (Fife, 2007).

1.6 Valorisation des pâtes de neutralisation

Les différentes exploitations industrielles sur les plantes entraînent la formation de considérables déchets nommés pâtes de neutralisation. La présente étude a pour but la valorisation de cette pâte en produisant de l'huile acide (Eloutassi *et al.*, 2014).

II. Raffinage des huiles végétales

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 efficaces des éventuels contaminants chimiques (solvants organiques, métaux lourds, hydrocarbures polycycliques, résidus phytosanitaires ; dioxines, toxines...), et microbiologiques pouvant être présents dans les corps gras brutes (**Ressagnol-Castera, 2003**).

Le processus du raffinage comprend une série d'étapes distinctes qui peuvent s'opérer de trois manières différents ; le raffinage physique, le raffinage chimique et le raffinage enzymatique.

II.1 Types de raffinage

II.1.1 Raffinage chimique

Le raffinage chimique est un traitement qui permet l'élimination des acides gras libres, phospholipides et d'autres impuretés, utilisé pour les huiles douces à l'instar l'huile de soja et de tournesol (**Bauer et al., 2010**), il comporte quatre étapes principales

- ✓ Démucilagination ;
- ✓ Neutralisation;
- ✓ Décoloration;
- ✓ Désodorisation ;

II.1.2 Raffinage physique

Suit les mêmes étapes que le raffinage chimique, la différence fondamentale entre les deux processus est l'élimination des acides gras libres par un entrainement à la vapeur dans l'étape de neutralisation (**Lence et Agarwal, 2003**).

II.1.3 Raffinage enzymatique

Il est nouvellement appliqué par rapport aux deux autres. Il diffère par le non utilisation de produits chimiques mais une enzyme telle que la «Lecitase ultra» qui est responsable d'éliminé de la lécithine (**OCDE,2001**)

II.2 Étapes du raffinage chimique

II.2.1 Matières premières

Les huiles brutes obtenues par trituration renferment un certain nombre d'impuretés indésirables, responsables du goût et de l'odeur désagréables et de leur mauvaise conservation et ils sont composés de :

- Triglycérides : 70% à 98% ;
- Produits d'oxydation ;
- Phosphatides : Traces ~ 2% ;
- Humidité max 0.15% ;
- Pigments colorés : Chlorophylle (vert), Carotène (rouge), Xanthophylle (jaune), Gossypol (jaune-rouge) ;
- Métaux : Ca, Mg, Fe (traces) ;
- Vitamines: D, E et K ;
- Herbicides et Pesticides ;
- Cires ;
- Autres constituants : Stérols, Hydrocarbures...etc.

II.2.2 Démucilagination

Elle repose sur l'adjonction de l'eau acidulée à l'huile brute provoquant la précipitation des phospholipides avec formation de mucilages (substances présentes chez de nombreux végétaux qui gonflent au contact de l'eau donnant une solution visqueuse plus lourde que l'huile), une centrifugation est réalisée pour éliminer les mucilages formés (**Cossut *et al.* 2001**).

II.2.3 Neutralisation (désacidification)

Elle consiste à ajouter à l'huile une solution de soude pour transformer les acides gras libres en savons (**Campbell, 1983**). Elle 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 (**Campbell, 1983**).

- **Principe**

La neutralisation par les bases (soude caustique) élimine les acides gras libres sous forme de savons appelés communément « pâtes de neutralisation » ou « Soap-stocks » selon la réaction

(figure 4). Les pâtes contiennent les savons de sodium, de l'eau, des phosphates de sodium, des mucilages, de l'huile entraînée, des colorants et des contaminations divers (**Denise, 1992**). Industriellement, les procédés de neutralisation les plus utilisés sont les procédés continus connus sous le nom de *Long-mix* qui augmente les temps de contact avec la solution de soude (16 à 18° Baumé). Le *Short-mix* permet de minimiser les pertes (**Kartika, 2005**), la soude est additionnée à une température légèrement inférieure à 90°C, une fois le mélange bien homogénéisé on procède à une centrifugation et à la séparation des phases.

Avec le procédé « long mix », la température ne doit jamais atteindre 38°-40°C lors de l'adjonction de la soude pendant certain temps de contacte (minimum 15 min) (**Graciani Canstante, 1999**). Un lavage à l'eau chaude et séchage par pulvérisation sous vide à environ 90°C est effectué pour éliminer les substances alcalines (savon et soude en excès) présentes dans l'huile à la sortie de la turbine de neutralisation, ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides et autres impuretés (**Denise, 1992 ; Cossut et al., 2001**).

II.2.4 Décoloration

Elle a pour objectif d'éliminer les pigments colorés (chlorophylles et caroténoïdes), on utilise généralement des matières absorbantes comme certaines terres activées ou charbon actif (**François, 1974**), outre l'élimination des colorants, la décoloration permet également l'exclusion d'autres impuretés résiduelles tels les phosphatides, les produits d'oxydation, les glycolipides, les traces de métaux, savon, pesticides, contaminants et hydrocarbures polycycliques aromatiques (**Zsachau, 2001**).

II.2.4 Décirage

C'est une opération de purification complémentaire qui a pour but d'éliminer les cires naturelles (huile de tournesol), solubles à 40°C, mais très peu solubles à température ambiante (**Cossut et al, 2001**). Dans le raffinage chimique, un prédécirage est associé à la neutralisation afin d'éliminer la majorité des cires présentes dans l'huile, par contre dans le raffinage physique, il est combiné à la démulcination (**Kovari, 2000**).

II.2.5 Désodorisation

Dernière phase du raffinage, elle consiste à l'élimination par distillation au moyen de vapeur d'eau, sous vide, des composants volatiles de saveurs indésirables, pigments et odeur

persistants dans l'huile (**Platon, 2009**), elle est effectuée à haute température et doit être conduite avec le plus grand soin. Pour éliminer les traces d'acides gras libres, les produits oxydés. L'huile désodorisée doit être exempte de toutes les odeurs et goût désagréable et doit, présenter des caractéristiques physiques et chimiques qui lui garantissent une stabilité suffisante dans le temps (**Karleskind, 1992**).

Un tableau résumant les principales différences entre le raffinage de l'huile de soja et tournesol est présenté ci après

Tableau III: Tableau comparatif entre le raffinage de l'huile de soja et de l'huile de tournesol.

	Huile de soja	Huile de tournesol
Types de raffinage	à chaud	à froid
Température de l'huile brute	Chauffée à une température 85°C à 90°C	Température ambiante (20°C à 25°C)
Démucilagination	-Dosage H ₃ PO ₄ (0,12 à 0,13%) 15 à 20min	- Dosage H ₃ PO ₄ (0,06 à 0,08%) 15 à 20min
Neutralisation	-Ajout de NaOH - Vers les séparateurs (90°C)	-Refroidissement (8°C à 10°C et ajout de NaOH. -Vers les cristalliseurs (5°C à 8°C). -Préchauffage de 16°C à 18°C. -Séparation.
Lavage	-l'ajout d'acide citrique. -Élimination des savons.	
Séchage	Sous vides	
Décoloration	Injection de la terre décolorante selon la teneur de l'huile en pigments colorés	
Désodorisation	Élimination des pigments odorants et les AGL par hautes pressions et à températures 220 à 240°C.	

I. Présentation du complexe CEVITAL

CEVITAL (abréviation de l'expression : C'est vital) est la première société privée dans l'industrie du raffinage des huiles sur le marché algérien, créée en 1998 (début des travaux de réalisation : 08 Mai 1998) avec une raison sociale « Société Par Actions » au capital privé de 68,760 milliards de DA.

I.1 Implantation

À l'arrière port à 200 ML du quai. Terrain à l'origine marécageux et inconstructible récupéré en partie d'une décharge publique, viabilisé avec la dernière technologie de consolidation des sols par le système de colonnes ballastées (337 KM de colonnes ballastées de 18 ML chacune ont été réalisées) ainsi qu'une partie à gagner sur la mer.

- **A Bejaia** : Nous avons entrepris la construction des installations suivantes :
 - Raffinerie d'huile ;
 - Margarinerie ;
 - Raffinerie de sucre ;
- **A El-kseur**
- - Réhabilitation de l'unité de production de jus de fruits Cojek.
- **A AgouniGeghrane** : Au cœur du massif montagneux du Djurdjura qui culmine à plus de 2300 mètres :
 - L'unité d'Eau Minérale LallaKhedidja.

Aujourd'hui, CEVITAL SPA. Offre des produits d'une qualité supérieure à des prix compétitifs, grâce à son savoir-faire, ses unités de production ultramodernes, son contrôle strict de qualité et son réseau de distribution performant. La raffinerie d'huile de Cevital couvre les besoins nationaux et il a permis à l'Algérie de passer d'importateur à exportateur d'huiles végétales raffinées. (CEVITAL, 2010).

I.2 Activités

Le Complexe Agro-alimentaire est composé de plusieurs unités de production :

- **Huiles végétales**
- **Margarinerie et Graisses végétales**
- **Sucre blanc**
- **Sucre liquide**
- **Boissons** : Eau minérale, Jus de fruits, sodas

I. 3 Présentation de la raffinerie

La raffinerie du complexe CEVITAL est entièrement automatisée. C'est l'une des plus modernes, elle est composée de deux chaînes de raffinage A et B de marque ALFA LAVAL (Suède) d'une capacité de plus de 400 tonnes chacune (800 tonnes /jour) et d'une ligne C de 1.000 tonnes/jour, de marque DE SMET(Belgique).

❖ Approvisionnement en matières premières

CEVITAL s'approvisionne essentiellement en huiles brutes en fonction du marché demandeur / fournisseur. Les huiles les plus connues et plus consommées en Algérie sont l'huile de tournesol, soja et de colza. Elles sont importées, par bateaux de gros tonnages, de certains pays producteurs tels que: Ukraine, Malaisie, Argentine, USA, Russie.L'huile est déchargée dans des cargos par les pipelines directement reliés aux cuves de stockage. Un bateau peut être vidé de sa cargaison en quelques heures.

La capacité de stockage dont dispose la raffinerie (47.000 tonnes d'huile brute), permet une production d'une durée de 3 mois.

Les différentes huiles brutes traitées sont:

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

> **Les huiles hydrogénées** : Subissent uniquement un raffinage physique:

HBO : Huile de soja hydrogénée.

HPO : Huile de palme hydrogénée.

CPO : Huile brute de palme.

ODF: Oléine Doublement Fractionnée.

STEARINE : Huile destinée à la production de la margarine, provenant du fractionnement de l'huile de palme par cristallisation à sec à 28°C.

I.4 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.

Quatre chaînes de conditionnement sont disponibles:

- Deux pour 5 litres (2×5L).
- Une pour 2 litres (2L).
- Une pour 1 litre (1L).

La matière utilisée pour les emballages est le P.E.T (Poly Ethylène Téréphtalate)

I.5 Traitement des déchets

✓ Décomposition de la pâte de neutralisation

Le traitement du soap stocks a pour but de récupérer les huiles acides et d'évaluer les pertes en huile.

Quant aux déchets qualifiés d'huile acides ou d'acides gras libre, ils sont revendus aux producteurs de savons, de peinture, de mastic... etc.

✓ Épuration des eaux

Elle a pour but le traitement des eaux de lavage du raffinage avant de les déverser dans la nature, ainsi que celles destinées à la chaudière.

I.6. Contrôle de la qualité

Le complexe CEVITAL est doté de cinq laboratoires (Tableau IV)

Tableau IV : Types de laboratoires du complexe CEVITAL.

Deux laboratoires pour les huiles	Laboratoire de la raffinerie : Il a pour tâche le suivi permanent du procès de raffinage par des analyses physico-chimiques ;
	Laboratoire de conditionnement : Il est destiné au contrôle physico-chimique de la matière première (huile brute) à son arrivée au port et des produits finis. En réalité le contrôle se fait aux différents stades, de l'arrivée de l'huile brute jusqu'à la commercialisation de l'huile raffinée.
Un laboratoire pour la margarine	Conçu pour le contrôle physico-chimique de la margarine ;
Un laboratoire pour le sucre	Il est destiné au suivi des différents paramètres physico-chimique du sucre ;
Un laboratoire de microbiologie	Conçu pour l'analyse du sucre, margarine, et produits laitiers destinés à sa fabrication (crème, lait...).

II. Matériels et méthodes

II.1 Échantillonnage et prélèvement

Cette étude a été effectuée au niveau du complexe industriel agroalimentaire « CEVITAL » Bejaia. Elle consiste à suivre l'évolution des paramètres physico-chimique de trois échantillons (pâte de soja, pâte de tournesol et l'huile acide). Des prélèvements sont effectués (tableau V) au niveau des séparateurs de la neutralisation dans la raffinerie d'huile et au niveau de la section (S) 24 pour le produit fini.

Tableau V : Informations sur les échantillons et prélèvements

Échantillons	Lieu des prélèvements	Dates des prélèvements
Pâte de neutralisation de soja	Raffinerie d'huile végétale, au niveau des séparateurs.	Du 18 au 27 mars 2018
Pâte de neutralisation de tournesol	Raffinerie d'huile végétale, au niveau des séparateurs.	
Produit fini (huile acide)	S 24 décomposition des pâtes, au niveau des décanteurs.	

II.2 Matériel utilisés

II.3 Processus de décomposition des pâtes de neutralisation au niveau de CEVITAL

Le processus de décomposition des pâtes a été effectué au niveau d'une section dite (S24) situé à proximité de la raffinerie du complexe CEVITAL comme suit :

➤ Neutralisation

La neutralisation à la soude des huiles végétales brutes fournit comme sous-produit une pâte de raffinage appelée « SOAPSTOCK » qui se compose principalement d'un mélange de savon sodique, d'huile neutre entraînée, d'eau et d'impureté telle que les mucilages, phospholipides et des composants organiques divers. Il se présente comme une pâte à peu près fluide à la température ambiante et sa couleur varie entre un brun foncé et un jaune verdâtre suivant l'huile dont il provient

.

Le soap stock est soumis à un traitement qui le rend stable, non fermentant et facile à manier. Dans ce but il est traité avec un acide inorganique (H_2SO_4) qui transforme les

savons sodiques en acides gras et carbonise une partie des impuretés. Le produit ainsi obtenu est une huile acide composée d'acide gras, d'huile neutre, de substances colorantes et d'une petite quantité d'impuretés. L'acidité de cette huile variera selon la proportion d'huile neutre et d'impuretés qu'elle contient.

➤ **Homogénéisation et saponification**

La pâte de raffinage (neutralisation) à environ 90°C est pompée à partir de la neutralisation continue ou discontinue vers un bac homogénéiseur de la section de décomposition des Soap stocks. Il s'agit d'une cuve cylindrique équipé d'un serpentín de chauffage; d'injection de vapeur vive, d'un agitateur d'huile et d'un indicateur de températures. La température de l'appareil est maintenue à l'aide d'une vanne thermostatisée. La saponification utilisé après homogénéisation qui permet la saponification totale d l'huile neutre et les plus important les phospholipides

➤ **Décomposition**

Le Soap stock est mélangé intimement dans un mélangeur statique avec de l'eau et de l'acide sulfurique concentré, afin d'accélérer l'attaque des savons sodiques par l'acide inorganique. On utilise souvent le H₂SO₄ et en excès car en même temps il est plus économique pour cette application.

- Le fonctionnement de la scission pâte est toujours fortement perturbé par la présence des phosphatides. Lorsque la concentration des pâtes provient à la sortie de séparateur de neutralisation est plus élevés que 30 -40%, l'eau du premier lavage est ajoutées aux pâtes pour le rendre plus fluide et leurs assurer une bonne «pompabilité».
- Il faut éviter de travailler toujours en dosant des excès d'acide sulfurique, car ce dernier fait réduire la durée de vie des appareils et perturbe le traitement des eaux résiduares.

➤ **Décantation**

Le mélange quitte le réacteur à agitation par gravité et s'écoule vers un des trois décanteurs. Dans ces derniers, la réaction entre l'acide et le soap stock est complétée par une légère injection de vapeur vive pendant 4 heures. Le mélange se sépare en deux phases : de l'huile acide et de l'eau acide.

- **Décanteur 1**

Dès que l'huile acide déborde vers le second décanteur, l'eau acide constituant la couche inférieure dans le premier décanteur, peut être évacuée par la pompe pour être mélangée au soap stocks entrant. Tout excès d'eau s'écoule vers un bac séparateur.

- **Décanteur 2**

Dans le deuxième séparateur, l'huile acide est soumise à un lavage à l'eau chaude à environ 90°C pour éliminer les dernières traces de H₂SO₄. Le mélange est décanté et la couche inférieure d'eau légèrement acide est dirigée vers un bac séparateur.

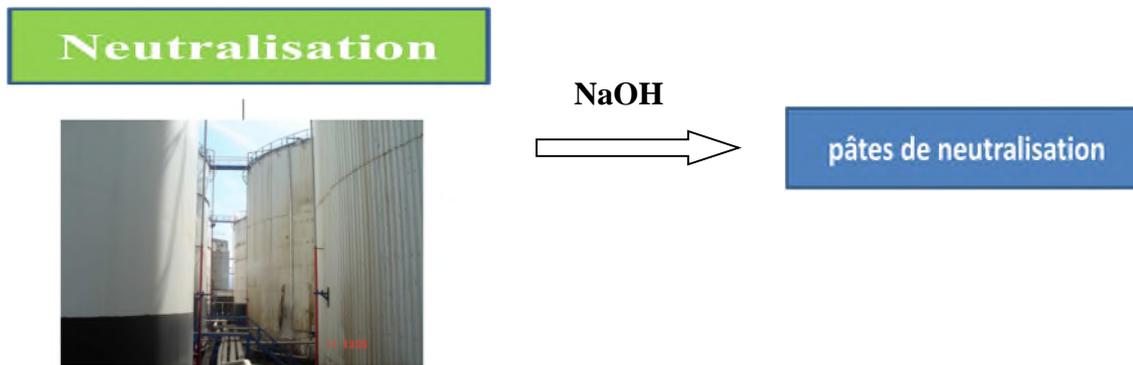
Le mélangeur à agitation et les deux décanteurs 2 et 3 sont raccordés à un système de ventilation forcée pour éliminer les vapeurs résultantes de la réaction entre le soapstock et l'acide sulfurique.

➤ **Stockage**

L'huile acide est acheminée vers des réservoirs de stockage final par la pompe ou éventuellement recyclés vers un des décanteurs 1,2 ou 3. L'excès d'eau acide est envoyé au bac séparateur ou les matières grasses entraînées peuvent être décanté. Avant d'être évacué, les eaux acides passent à travers un dernier décanteur. Un robinet sur la tuyauterie de liaisons permet la récupération des huiles acides décantées par débordement et aspiration par une pompe.

Les étapes du processus de décomposition des pâtes de neutralisation sont résumées ci-dessous

La 1ère étape est la neutralisation ce fait au niveau de la raffinerie afin de récupérer les pâtes de neutralisation



Les étapes qui viennent sont réalisées au niveau de la section (S24)

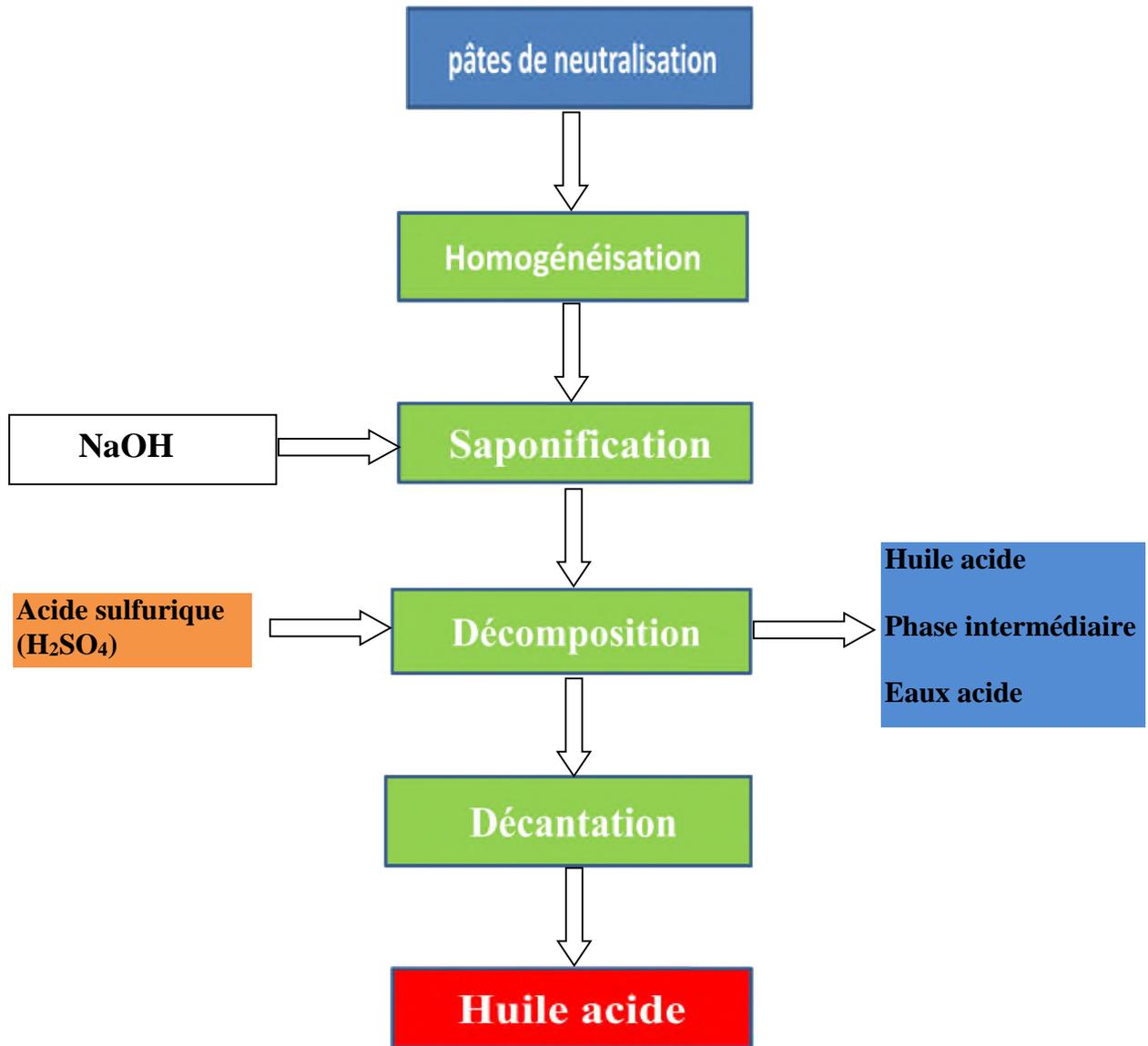


Figure 7 : Diagramme des étapes de décomposition des pâtes de neutralisation (ISO 22000, 2010)

II.4 Description générale du produit fini (huile acide)

L'huile acide produite par CEVITAL Agro-industrie, présente sous une forme liquide, de couleur brune noirâtre et d'odeur caractéristique aux acides gras (figure 8 A et B), elle est issue de la décomposition des pâtes de neutralisation des huiles brutes de Tournesol, Soja et des acides gras récupérés au cours de la Désodorisation des huiles.



A)

B)

Figure 8: (A) Produit fini (huile acide), (B) Acides gras libres purs

II.5 Étude physico-chimique

Les types d'analyses physicochimiques réalisées au niveau de l'industrie sont résumés dans le tableau suivant :

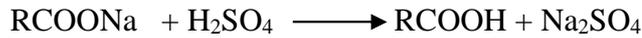
Tableau VI : Analyses effectuées sur les différents échantillons.

Échantillons	Types d'analyses
Les pâtes de neutralisation de soja	Acidité, humidité
Les pâtes de neutralisation de tournesol	Acidité, humidité
Huile acide (produit fini)	Acidité, humidité, indice de saponification, pH, densité

II.5.1. Acidité (ISO 660 15-05-1996)

Principe

Consiste la décomposition des savons par un acide fort (H₂SO₄ ou HCl), lavage de la matière sèche, centrifugation et titrage des acides gras libres par une solution de NaOH à 1N :



Mode opératoire

- **Décomposition**

Peser 50 à 80g de pâtes de neutralisation dans un bécher de 1L puis ajouter 400ml d'eau distillé et 100ml d'éthanol ,chauffer et agiter jusqu'à dissolution complète et décomposition jusqu'au virage rouge puis on ajoutant du méthyle orange puis on utilisant du H₂SO₄ (20%) et mettre le mélange à décanter, laver avec de l'eau salée chaude jusqu'à neutralisation du pH puis centrifugé et récupéré la phase grasse.

- **Acidité**

Principe

Récupérer la matière grasse et centrifuger pendant 5mn à 3000 tr/mn puis peser 3 à 5g de matière grasse Chauffer et agiter puis titrer avec du NaOH à 1 N en présence de phénolphtaléine jusqu'à apparition d'une teinte rose persistante pendant 10 sec.

Expression des résultats

$$\text{Acidité} = \frac{N \cdot V \cdot 282}{10P} \quad (\text{unité en pourcentage \%})$$

N: Normalité de NaOH (1 N)

V: Volume dépensé pour le titrage ml

P: Prise d'essai en g

II.5.2 Humidités (ISO 662 15-09-1998)

Principe

Homogénéisation de l'échantillon, pesage, étuvage et expression de la perte de poids en pourcentage

Mode opératoire

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

Expression des résultats

$$\text{Humidité} = \frac{(P_1 - P_0)M}{100} \quad (\text{unité en pourcentage \%})$$

P 0 : est le poids du cristallisoir avec la matière grasse avant étuvage

P 1 : est le poids du cristallisoir avec la matière grasse après étuvage

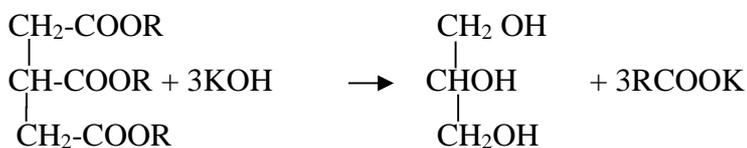
M : est la masse de la prise d'essai.

II.5.3 Indice de saponification (ISO 3657 2002-06-01)

Principe

L'indice de saponification est la quantité d'hydroxyde de potassium en mg nécessaire pour saponifier les acides gras libres et liés de 1 gramme de corps gras.

Le principe consiste à la saponification de la prise d'essai et titrage de l'excès de KOH par une solution titrée d'acide chlorhydrique



Mode opératoire

Peser 2g près de matière grasse préalablement filtrée ajouter 25ml de KOH éthanolique à l'aide d'une burette et mettre en ébullition sous réfrigérant à reflux pendant une heure. Prolonger l'ébullition pour les graisses à point de fusion élevée puis titrer la solution savonneuse avec la solution titrée d'acide chlorhydrique. Préparer un essai à blanc dans les mêmes conditions sans corps gras.

Expression des résultats

$$\text{Indice de saponification} = \frac{N(V_0 - V_1)56,1}{M} \quad (\text{mg KOH / g huile})$$

N : normalité de l'acide chlorhydrique

V 0 : volume de l'acide chlorhydrique dépensé pour le blanc ml

V 1 : volume de l'acide chlorhydrique dépensé pour l'essai ml

M : masse en grammes de la prise d'essai.

II.5.4 Densité (ISO 6883 2007-05-01)

Principe

La densité relative à 20°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 graisse à la température de 20 °C par la masse du même volume à la même température.

Mode opératoire

Mettre environ 400 ml d'huile préalablement filtrée sur sulfate de sodium, plonger le densimètre approprié dans l'éprouvette et lire la densité sur le densimètre une fois stabilisé. Prendre la température d'huile au moment de la lecture

Expression des résultats

$$Dt' = Dt + 0,00069 (t - t')$$

Dt est la densité lu sur le densimètre à la température de mesure

Dt' est la densité du produit à 20 ° C.

II.5.5 pH (ISO 660 2009)

Principe

Le pH mesure l'acidité ou la basicité d'une solution, ainsi dans un milieu aqueux à 20°C.

Mode opératoire

Étalonner le pH mètre avec les solutions étalons, ramener la température de l'échantillon à température de laboratoire (20 °C) et prendre environ 100 ml d'huile dans un bêcher .Introduire l'électrode du pH mètre dans le bêcher, agiter légèrement l'huile à analyser à l'aide d'agitateur magnétique et lire le résultat après stabilité.

III Résultats et discussion

III.1 Détermination de l'acidité des pâtes de neutralisations et de l'huile acide

Les résultats du suivi de l'acidité des pâtes de neutralisations et de l'huile acide sont représentés dans le graphe ci-dessous

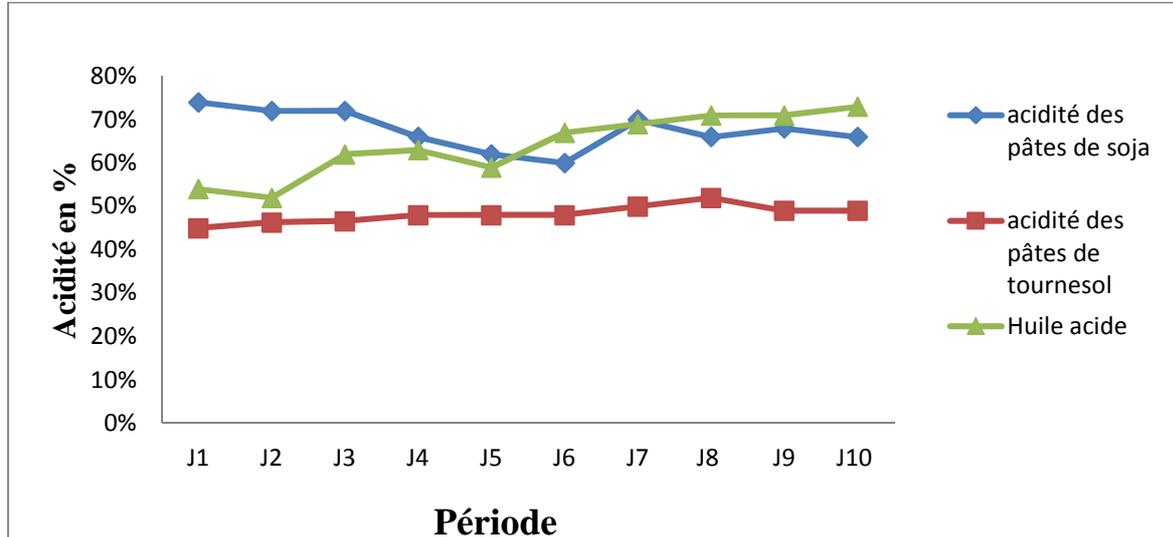


Figure 9 : Suivi de l'acidité des échantillons testés au cours du temps

D'après le graphe, on remarque une variation de l'acidité des pâtes dans les échantillons analysés pâtes de neutralisation de soja, l'huile acide et pâtes de neutralisation de tournesol ou elle varie entre 60 à 70 %, 50 à 70 % et 45% respectivement.

Les résultats obtenus indiquent que l'acidité des pâtes de neutralisation de soja diminue avec le temps de 74 % jusqu'à 60%, en revanche pour l'huile acide il y'a une augmentation avec le temps de 50% jusqu'à 66%, alors qu'on observe une stabilité au cours du temps, pour les pâtes de tournesol. En dépit de cette fluctuation ces valeurs sont conformes aux normes de l'entreprise qui est de 50% minimum ce qui explique un bon déroulement de ces étapes de la décomposition des pâtes de neutralisation.

Sachant que le raffinage de l'huile de soja s'effectue à chaud or que celui de tournesol est réalisé à froid. En effet lors de l'étape de neutralisation, à chaud ou à froid, les acides gras libres seront neutralisés ou éliminés sous forme de savon ou soap stock.

L'acidité des pâtes de neutralisation de tournesol obtenue est stable au cours du temps et c'est l'acidité la plus faible par rapport à celle de soja ou de l'huile acide sont principalement des mélanges obtenus à partir des pâtes de neutralisation des huiles brutes ou des acides gras issus de la distillation neutralisante (Rossignol-castera et al., 2005)

Cette différence est plausiblement dû au procédé de raffinage de l'huile de tournesol qui est réalisé à froid. En effet cette huile à la particularité de contenir des cires qui sont des esters d'acides gras et d'alcools gras à longues chaînes de carbones C44 à C54, le décirage (appelé également wintérisation) est effectué en refroidissant lentement l'huile à 7-15 ° C puis en filtrant les solides précipités. L'huile est maintenue dans une cuve spécialement isolée avec un agitateur mécanique spécial à vitesse lente pendant 6 heures à cette température pour permettre la cristallisation des cires et faciliter ainsi leurs séparations ce qui génère des pertes, en huile neutre (triglycérides), entrainer avec les soaps stocks, ce qui affecte indirectement la acidité.

En revanche l'acidité de l'huile acide obtenue est élevée par rapport aux deux pâtes des deux huiles ceci est probablement tributaire à la prévenance de cette dernière par homogénéisation des deux pâtes et les acides gras libres purs qui sont issu de l'étape de désodorisation (ISO 22000, 2010).

III.2 Détermination de l'humidité des pâtes de neutralisations et de l'huile acide

Les résultats du suivi de l'humidité des pâtes de neutralisations et de l'huile acide sont représentés dans le graphe ci après

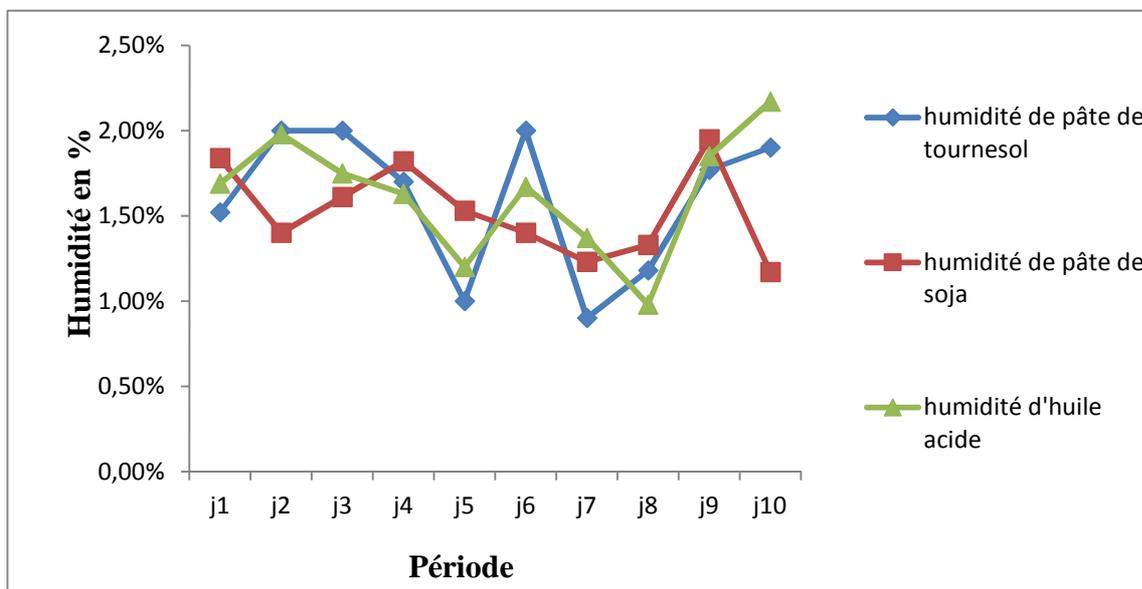


Figure 10 : Suivi de l'humidité des échantillons testés.

Les résultats obtenus montrent une variation de l'humidité au cours du temps pour les trois échantillons. Cette humidité varie de 0,98 à 2,17 % pour l'huile acide, elle est 1,17 à 1,95% pour les pâtes de soja et enfin de 0,90 à 1,90% pour les pâtes de tournesol.

Les résultats obtenus lors d'un suivi sur le taux d'humidités de ses trois échantillons expliquent des bonnes conditions de stockages aux niveaux des bacs, on permit d'avoir des teneurs en humidité qui est en accord ou bien conformes aux normes de l'entreprise qui est de 2 maximums

La diminution de la teneur en humidité des pâtes de neutralisation au cours de temps est peut-être liée à l'étape de séchage réalisée à une température élevée. d'après **Karleskind (1992)**, cette étape est très importante car l'humidité présente dans l'huile, désactive la terre décolorante ce qui provoque un colmatage des filtres qui peut entravé les opérations ultérieures.

III.3 Détermination de la densité de l'huile acide

Les résultats obtenus d'un suivi de densité de l'huile acide sont représentés dans le graphe ci-dessous

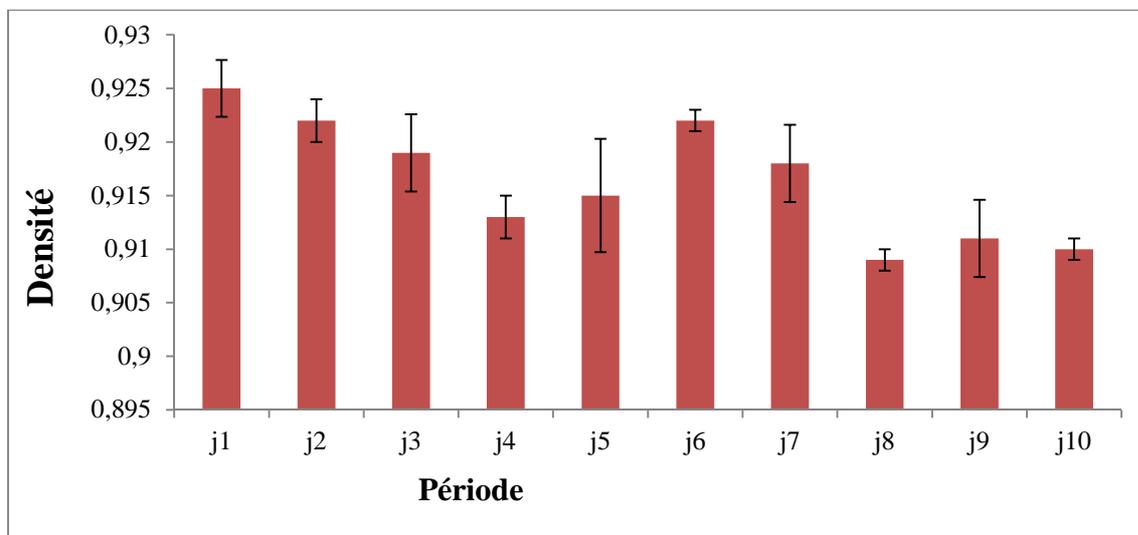


Figure 11 : Suivi de la densité de l'huile acide testée

*chaque valeur représente la moyenne \pm l'écart type (n=3)

Les résultats indiquent une variation de la densité de l'huile acide, en effet la plus élevée est obtenue à j1 avec 0,925 alors que la plus faible à j8 avec 0.909. En dépit de cette fluctuation, les résultats sont conformes aux normes de l'entreprise qui est de [0.910-0.920], ce qui explique les bonnes conditions de stockage.

Par définition, la densité est la masse par unité de volume exprimée en g/cm^3 à une température donnée, elle augmente au fur et à mesure que le poids des acides gras constitutifs diminue et que leur insaturations augmente.

III.4 Détermination de pH de l'huile acide

Les résultats obtenus de densité de l'huile acide sont représentés dans le graphe ci-dessous

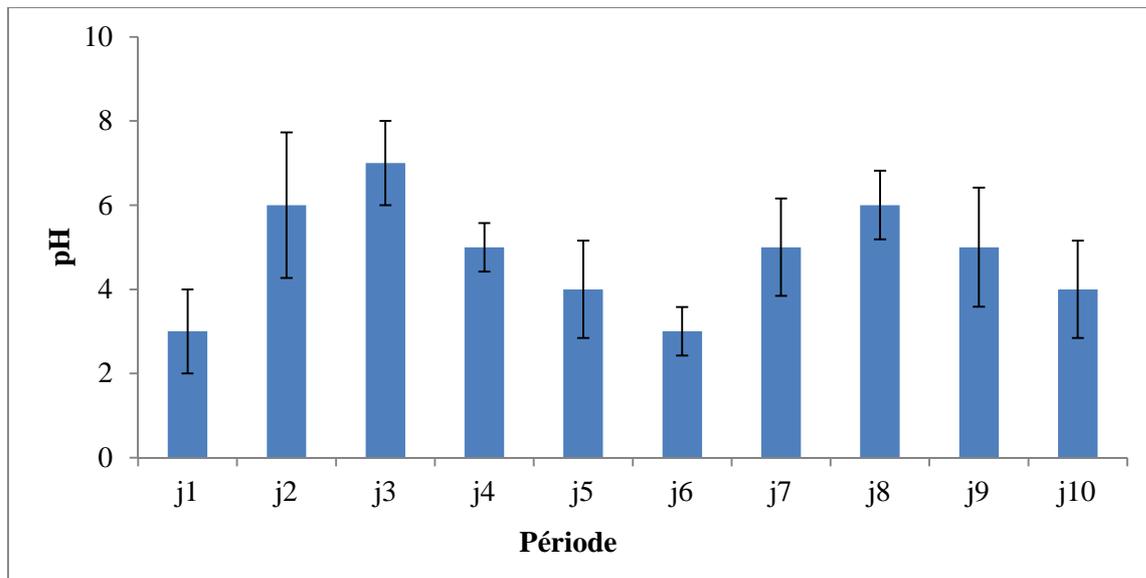


Figure 12 : Suivi du pH de d'huile acide

*chaque valeur représente la moyenne \pm l'écart type (n =3)

D'après ce graphe, on remarque une variation dans le pH de l'huile acide testée de 3 à 7. Les résultats obtenus indiquent que le pH de l'huile acide le plus important est observé à J3 avec 7 et le plus faible à J6 avec 3. L'analyse indique que l'ensemble des résultats sont conformes aux normes de l'entreprise qui est de [4-8].

Le pH et l'humidité sont en général proportionnels au procédé lui-même lors du traitement avec l'acide sulfurique concentré. Le pH varie considérablement ainsi que le taux d'humidité liée aux eaux de solubilisation des soaps stocks.

III.5 Détermination de l'indice de saponification de l'huile acide

Les teneurs de l'indice de saponification de l'huile acide sont illustrés dans l'histogramme suivant

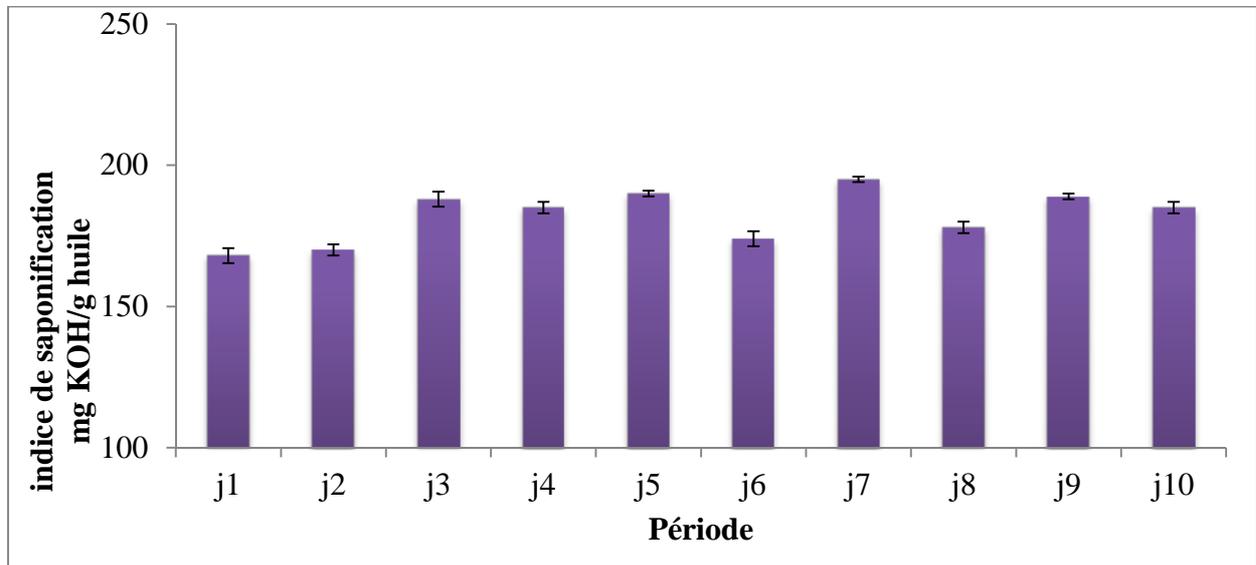


Figure 13 : Suivi de l'indice de saponification d'huile acide au cours du temps

*chaque valeur représente la moyenne \pm l'écart type (n=3)

Les résultats montrent une variation dans la teneur de l'indice de saponification au cours du temps, en effet la valeur la plus haute est observée au niveau de J7 avec 195 mg KOH /g huile alors que la plus faible au niveau de J1 et J2 avec respectivement 168 et 170 mg KOH/g huile. Les teneurs de l'indice de saponification obtenues sont conformes aux normes de l'entreprise qui est de [175-200 mg KOH/g huile].

L'indice de saponification est peut être lié au pourcentage des acides gras, aussi à la quantité de la soude ou bien de KOH qui saponifié les acides gras.

De nos jours, l'industrie des corps gras est un investissement très important vu la diversité des produits qu'il en ressort et la matière première utilisée. Le raffinage permet d'éliminer les composés indésirables des huiles brutes, à savoir les phospholipides (démucilagination), les acides gras libres et pigments (neutralisation et décoloration), et les composés odorants (désodorisation).

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. Le complexe CEVITAL vise à revaloriser leurs sous-produits cas des pâtes de neutralisation, ces dernières sont constituées des substances que le raffinage vise à éliminer, de résidus de matières de traitements et de matière grasse perdue.

Cette étude a pour objectif le suivi de quelques paramètres physicochimiques des sous produits du raffinage de l'huile de soja et tournesol (acidité, humidité, indice de saponification, densité, pH).

Les résultats de la détermination de l'acidité indiquent que le taux le plus important est observé au niveau du soja (60- 70%) et le plus faible est obtenu dans l'huile de tournesol avec 45%. L'humidité la plus forte est observée au niveau de l'huile brute (0.98 à 2.17%) et la plus basse dans le tournesol avec (0.90 à 1.90%). Ces résultats sont conformes aux normes de l'entreprise.

Les résultats du suivi de la densité de l'huile brute indiquent une variation de la teneur dans le temps avec la plus élevée en j1 avec 0.925 et la plus faible j8 avec 0.909. Le suivi du pH de l'huile brute indique une variation entre 3 à 7. Les résultats du suivi l'indice de saponification de l'huile brute montrent que la valeur la plus haute est observée au niveau de j7 avec 195 mg KOH /g huile alors que la plus faible au niveau de j1 et j2 avec respectivement 168 et 170 mg KOH/g huile. L'ensemble des résultats indiquent leurs conformités aux normes.

Notre stage au sein du laboratoire de la raffinerie des huiles du complexe CEVITAL, nous à permis de mettre en pratique nos connaissances théoriques acquises le long de notre cursus universitaire, d'initier et côtoyer le milieu professionnel et d'acquérir de nouvelles connaissances au près d'un remarquable personnel très bien expérimentés et très qualifiés.

En perspectives il serait intéressant de compléter ce travail par :

- ✓ S'intéresser à la revalorisation des sous-produits cas des terres décolorantes
- ✓ Construire plusieurs laboratoires au sein de l'unité, afin de recevoir les stagiaires tout au long de l'année, permettant ainsi qu'une collaboration entre l'université et l'entreprise surtout dans le cadre de la recherche scientifique.

Références bibliographiques

A

Alais, G., Linden, L. 1997 : Lipides In Abrégé de biochimie alimentaire. Ed : Masson Paris: 55-71.

Adrian J., Potus J., Poifait A. 1998 : méthode physicochimiques générale. In : Introduction a l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaires. Paris : Tec.Doc Lavoisier : 47-51.

B

Burgess, J. K. 1981 : Lipide et nutrition humaine. Ed Masson, Paris. 192p.

Bouquelet, S. 2008. La matière grasse alimentaire (Biochimie Agroalimentaire). SEMM, Université des Sciences et Technologies de Lille.

Bauer, w. J., Badoud, R., Loliger, J., and Etournaud, A. 2010. Science technologie des aliments ; Principes de chimie des constituants et de technologie des procédés. PPUR, édition.720p .

Boiseleve, J.B. 2010. Le soja. HOLOSYS ; Conseils et formation, Santé- Relations humaines. France. 21 p.

Badey,L ,Dauguet ,S., Ben Aoun ,W., Bosque ,F , 2012 : Compte rendu de la 8e conference international relative aux analyses de cycle de vie dans le secteur agroalimentaire :LCA Food .

C

Campbell A. E.J. 1983. Sunflower oil. Journal of American Oil chemist's Society. 60:387-392

Couet, C. 1998: Biology of the Neonate ,74:416-429

Cossut J., Defrenne B., Desmedt C., Ferroul S., Garnet S., Humbert S.,Roelstra Oelstraete L., Vanuxeem M., D. 2001. Les corps gras: Etre tradition et modernité. Projet réalisé dans le cadre de dess en qualimapa. Université des sciences et technologie de Lille-institut agroalimentaire de Lille.111p

CEVITAL. 2010. Constructeur ALFA LAVAL. Process de fabrication d'huile acide.

D

Dupin, H. 1992. Alimentation et nutrition humaines" ESF éditeur. Refining.

Debryune, I.2001. Soybean: Processing and industrial aspects.Technique de l'Ingénieur Agroalimentaire.

Denis, J. 1992. Raffinage des corps gras. In : Manuel des corps gras. Tome 2.Ed : Technique et documentation .Paris : Lavoisier. 787-1580.

Denise, J. 1982 le raffinage des corps gras, westhoek édition les éditions des beffrois. Dunkerque, France.204-206

Denis, J.1998. Manuel des corps gras.in:raffinage des corps gras. Tome 2éme Ed .Paris. Ed : Lavoisier. 88.

Dowd, M. K. 1998. Gas chromatographic characterization of soapstocks from vegetable oil. Journal of chromatography A. 816(2): 185-193.

E

Erickson., Wiedermann L.H. 1989. Huile de soja : Méthodes de traitement et utilisation Actuelles. 21.

Eloutassi,N., louaste,B.,boudine,L.,Remmal,A.2014 revue des énergies renouvelables 17(4),600-609.

F

François, R .1974. Les industries des corps gras : biochimie-extraction-raffinage- nuisances et réglementation .paris : Lavoisier. 431p

Frenot, M., Vierling E. 2001. Les lipides .In : biochimie des aliments : diététique du sujet bien portant.2éme Ed. France: CRDP d'aquitaine. 88p

FRAISSE, A .2003 Les dioxines et les PBC type-dioxine dans les aliments gras(.le schémas de raffinage OCL ,10 :280-286).

Fife, B. 2007. The palm oil miracle. Piccadilly Books, Ltd, USA. 179.

G

Gornay, J .2006: Transformation par voie thermique et triglycerides et d'acides gras .Application à la valorization chimique des déchets lipidiques .

H

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

I

ISO 660 Deuxième édition 1996-05-15 ; Corps gras d'origine animale et végétale – Détermination de l'indice d'acide et de l'acidité.

ISO 662 Deuxième édition 1998-09-15; Corps gras d'origine animale et végétale – Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles.

ISO 3657 Troisième édition 2002-06-01 ; Corps gras d'origine animale et végétale – Détermination de l'indice de saponification.

ISO 6883 Quatrième édition 2007-05-01 ; Corps gras d'origine animale et végétale – Détermination de la densité apparente à 20 °C

ISO 22000 ; Planification et réalisation produits sûrs/Etapes initiales /Huile/Huile acide/Diagramme de flux et étapes processus /F-QHSE-259 Diag.des opérations huile acide docx

ISO 660 :2009 Corps gras d'origine animale et végétale –Détermination de l'indice d'acide et de l'acidité.

J

Jammes, C. 2007. Co-valorisation d'effluents gras et de résidus ligno cellulosiques : Déshydratation mécanique. : 7-19

K

Karleskind, A. 1992. Propriétés des corps gras. In : Manuel des corps gras. Tome1. Technique et documentation_ Lavoisier Paris.318p

Kovari, K. 2000 .Physical refining of sunflower oil.OCL.07:305-308.

Kaynak G., Ersoz M., Kara H. 2004. Investigation of the properties of oil at the bleaching unit of on oil refinery. Journal of Colloid and Interface Science.280:131-138.

Kovari, K. 2004. Recent developments. New trends in seed crushing and oil refining.OCL.11:381-387.

Kartika, I. A. 2005. Nouveau Procédé de fractionnements des graines de tournesol : Expression et Extraction en extrudeur bi-vis, purification par ultrafiltration de l'huile de tournesol. Thèse de doctorat. 339p

L

Linder G., Lorient D. 1994. Huiles et graisses végétales. In: biochimie agroindustriels. Ed Masson. Paris. Milan. Barcelone. 287-338.

Lence S.H., Agarwal S. 2003; Assessing the feasibility of processing and marketing niche soy oil.

Lambert, J. 2006. Les huiles végétales:2000 plantes oléagineuses répertoriées .institut français des huiles végétales pures.

M

Moustafa A., Stauffer C. 2006. Les matières grasses destine aux produits de boulangeries. Adapté par Ignace debruyne, ASA et USB.

O

Organisation de coopération et de développement économique (OCDE), 2001. *La biotechnologie au service de la durabilité industrielle.* France.

P

Pryde, E. H. 1980. Composition of soybean oil. *Handbook of soy oil processing and utilization*, 13-31.

Platon J. F. 1998. Raffinage de l'huile de soja, ASA, USB. 30p

Prior, E. 2003. Usage des corps gras alimentaires. In : *Lipides et corps gras alimentaires.* Paris:Tec. Doc. Lavoisier,:171-172

Poison J-P., Narce M. 2003. Corps gras alimentaires : aspects chimiques, biochimiques et Nutritionnels .In : *Lipides et cors gras alimentaires.* Ed Tec. Doc. Lavoisier. : 4-17

R

Russel, J. 1996. Technique paper: The refining of soybean oil to optimum quality. *Grassas y aceites.* 47:275-283.

Rossignol-Castera, A., Coustille, J.-L., Mazette, S. et Bouvarel, I. 2003. Raffinage physique. *Journal of American Oil Chemist's Society.*71:38-39.

Roussel, M. 2006. Les miracles de soja : Manger un peu de soja tous les jours éloigne les maladies pour toujours : Alpen Editions Sam.

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 doctorat Sciences des Procédés Spécialité : Sciences des Agroressources. Institut National Polytechnique de Toulouse. Toulouse. 305. P

U

Uciani, E et Debal, A. 1992 . Propriétés chimiques des corps gras. In: *Manuel des corps gras.* Tome 1. Ed Technique et Documentation Paris, Lavoisier. 330-373.

V

Vander Vossen GS., Mkamilo, G, & Corbière, H. 2007. Oléagineux. (pp202-205), Flavonoids and pharmacological of varnonia galamensis .

Voel, D., and Voel, J. D. 2005. Contrôle des paramètres physico-chimiques des deux huiles soja et tournesol chimiquement raffinées.

Z

Zschau ,W. 2001. Bleaching of fats and oils. *European Journal of Lipid Science and Technology.*103:505-551 .

Annexe I

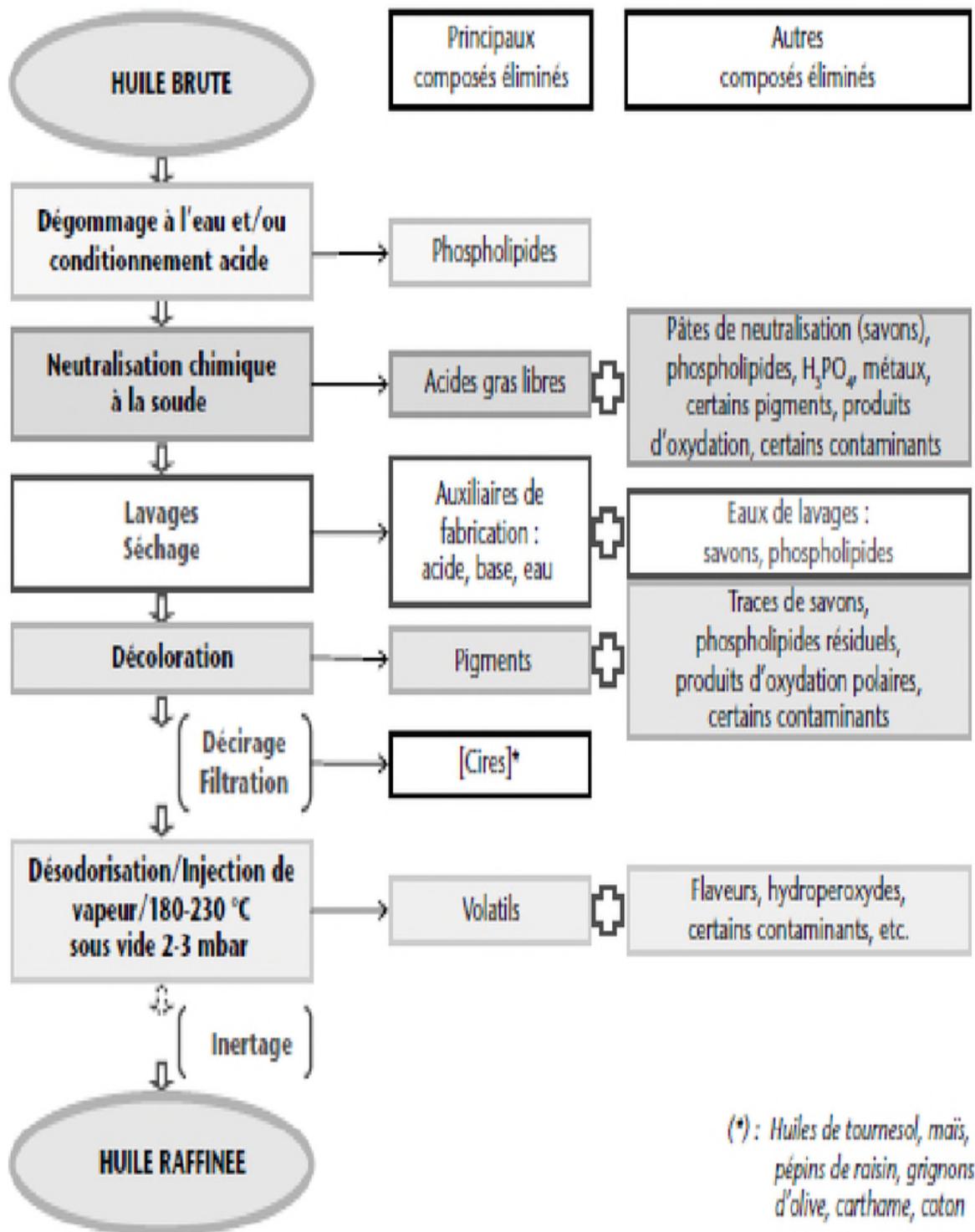


Figure 14: Étapes du raffinage (Fraisie, 2003)

Annexe 2

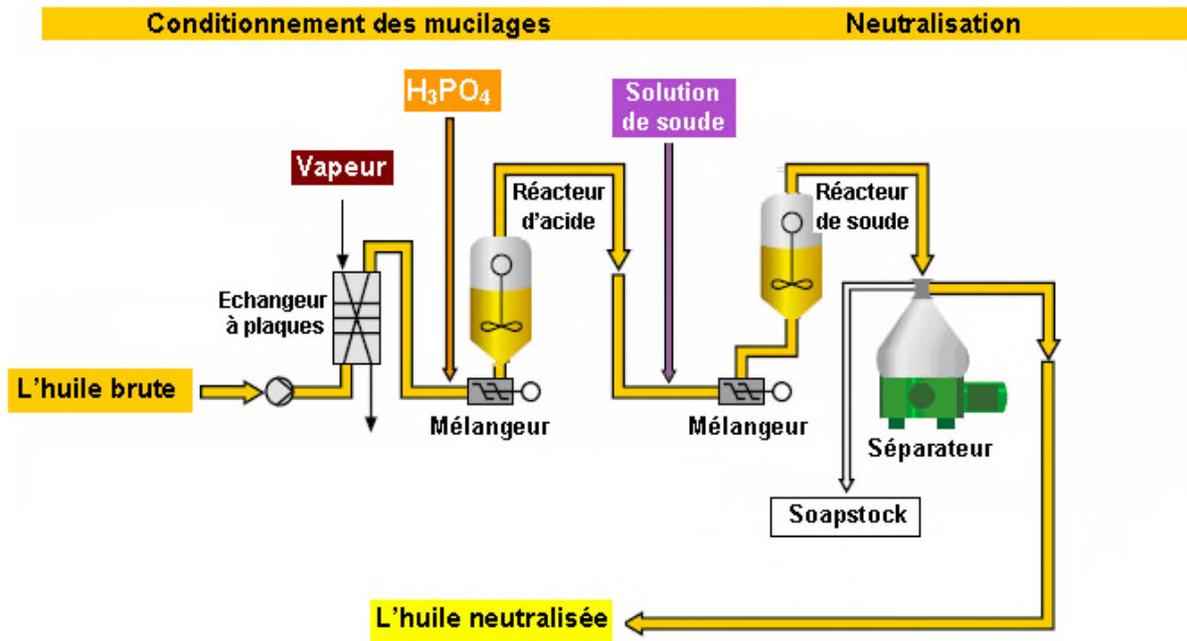


Figure 15 : Démucilination et neutralisation (CEVITAL, 2010)

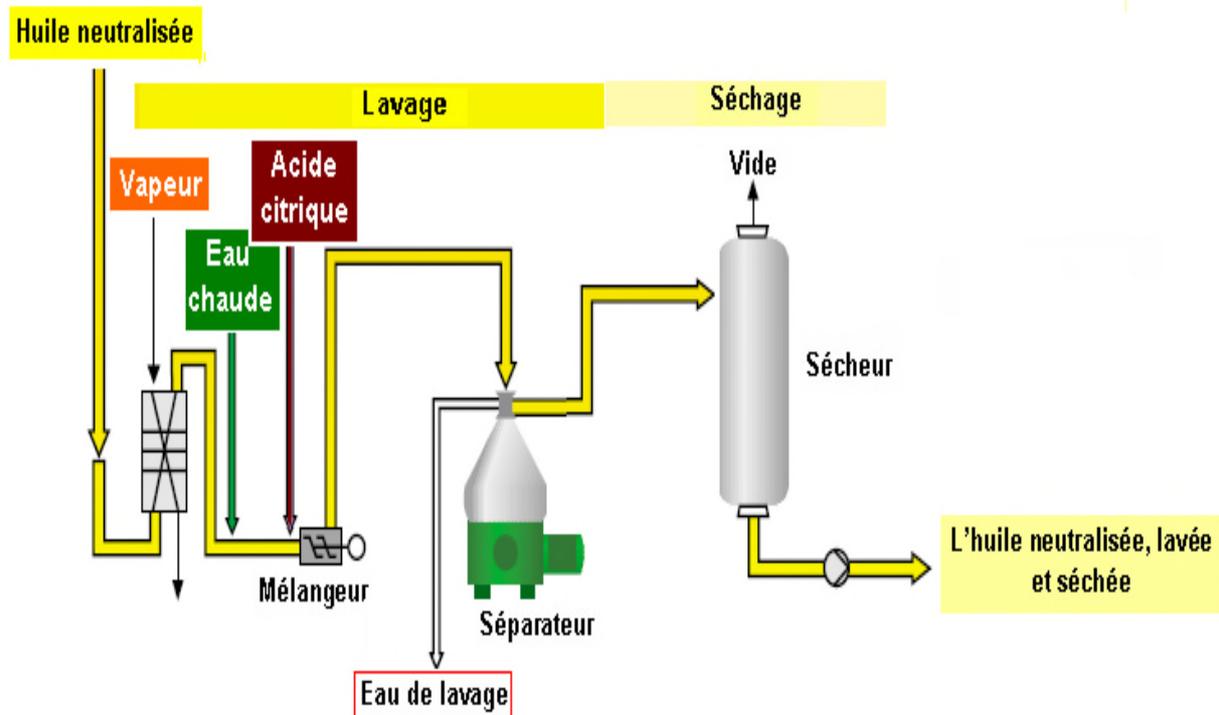


Figure 16: Lavage et séchage (CEVITAL, 2010)

Annexe 3

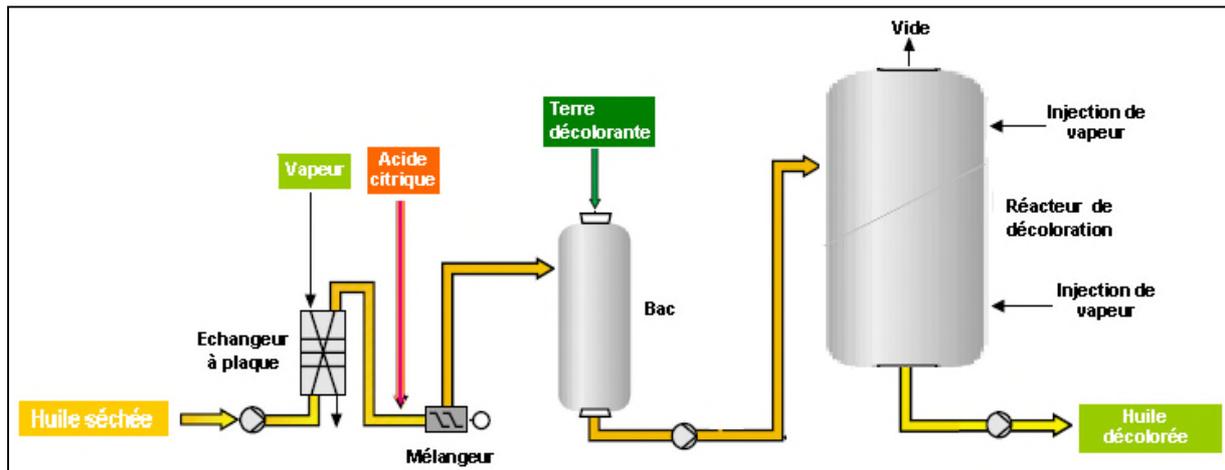


Figure 17: Procédé de Décoloration (CEVITAL, 2010)

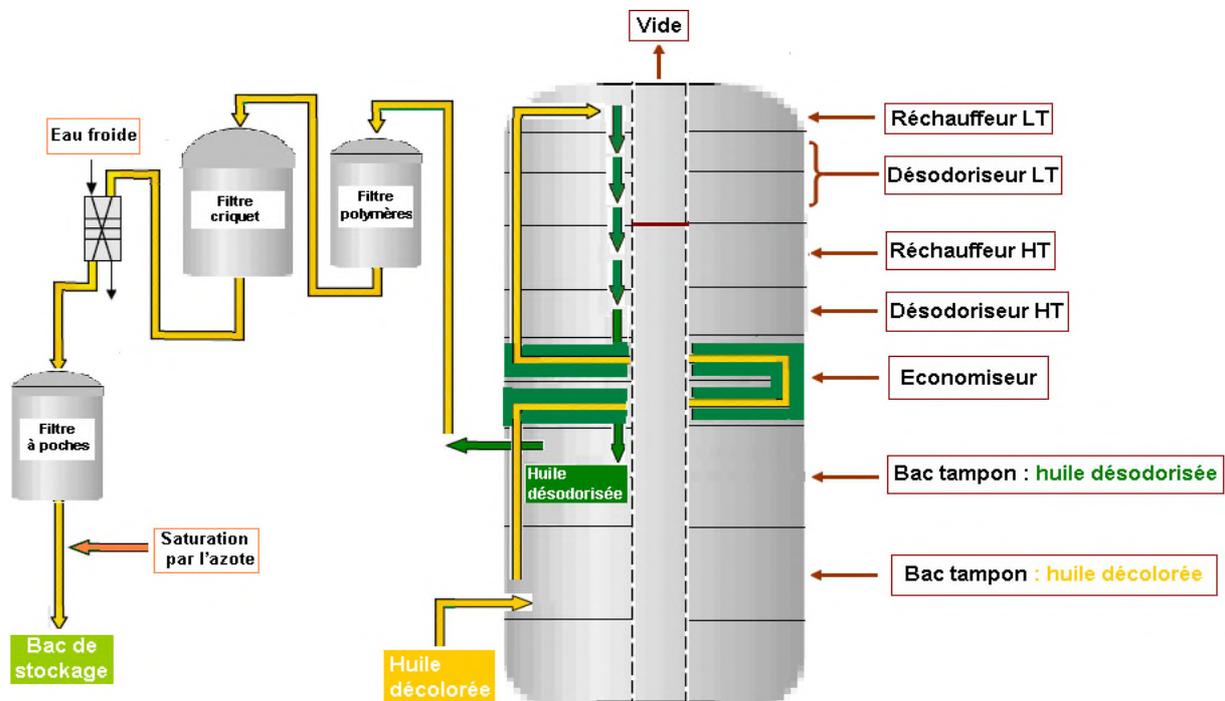


Figure 18: Procédé de Désodorisation (CEVITAL, 2010)

Annexe 4

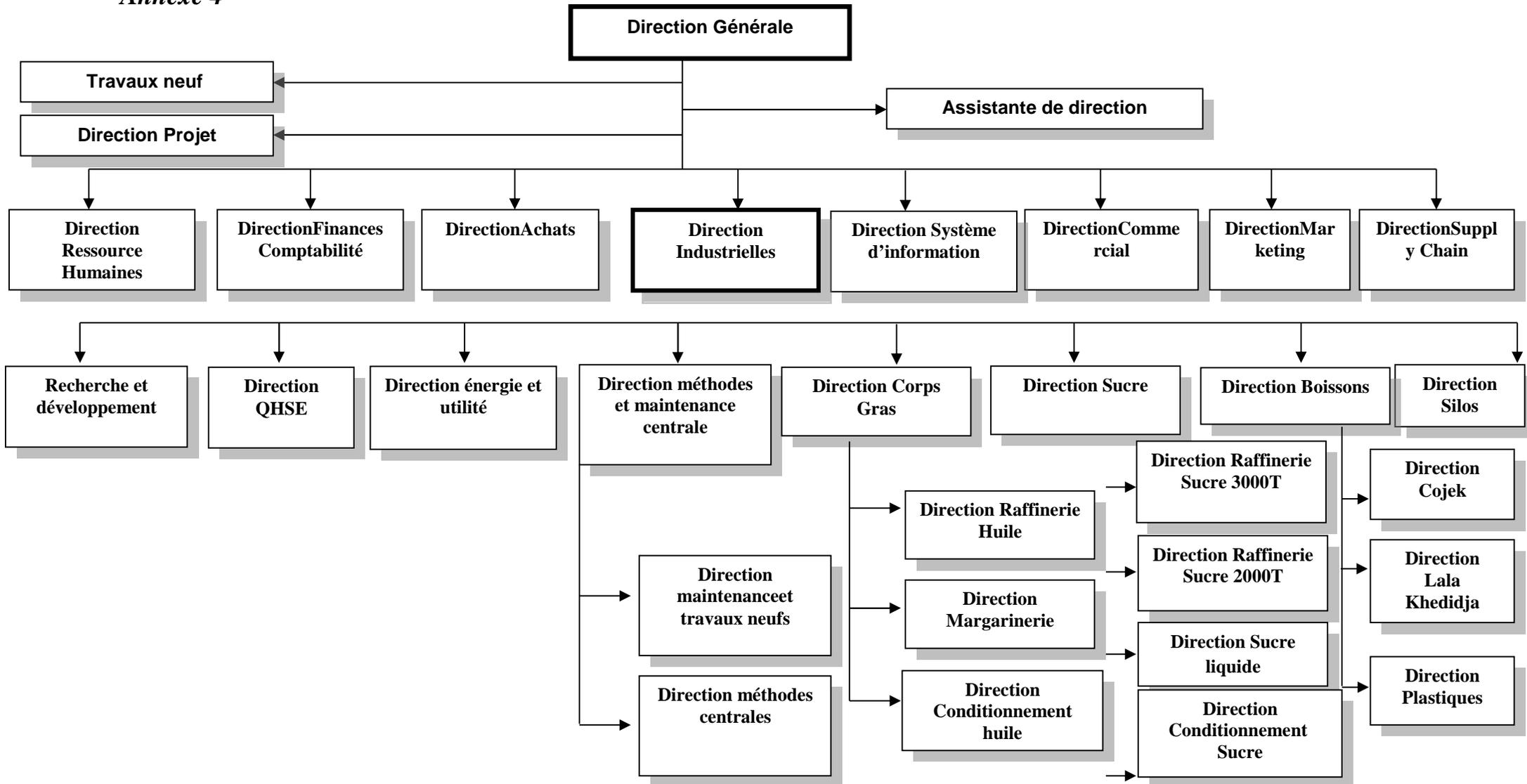


Figure 19 : Organigramme du complexe CEVITAL

Annexe 5

Tableau VII : Différents appareillages et réactifs utilisés

Matériel	Réactifs
Ampoule a décanter	Phénolphtaléine en solution a 1% dans l'alcool Ethylique
Burette graduées	
BALANCE ANALYTIQUEDE PRECISION (QUINTIX® 1 MG PORTEE 210 A 610 G)	Acide chlorhydrique à 0.01 N et 0.5 N
Béchers en verre	Acide sulfurique à 20%
Ballon à fond plat	Méthyle orange
Chauffe ballon	Eau salé chaude
Cristallisoir en verre de 70mm de diamètre	Hydroxyde de potassium a 0.5 N
Centrifugeuse (Ohaus - Frontier 5000 Multi)	Phénolphtaléine
Dessiccateur	Soude à 0.1 N et 1N
DENSIMETRE PORTABLE	Thiosulfate de sodium à 0.01 N et 0.1 N
ERLENMEYER 500ML (PYREX®)	
ÉTUVE REGLEE (LANH MEMMERT)	
Éprouvette de 500 ml ou de 250ml	
PLAQUE CHAUFFANTE (STUART)	
Papier filtre	
Réfrigérant a reflux	
Papier pH Whatman	

Annexe 6

Tableau VIII : Résultats obtenus de l'acidité des trois échantillons

Dates	acidité des pâtes de soja	acidité des pâtes de tournesol	Huile acide
18-mars	74%	45%	54%
19-mars	72%	46%	52%
20-mars	72%	47%	62%
21-mars	66%	48%	63%
22-mars	62%	48%	59%
23-mars	60%	48%	67%
24-mars	70%	50%	69%
25-mars	66%	52%	71%
26-mars	68%	49%	71%
27-mars	66%	49%	73%

Tableau VIII : Résultats obtenus de l'humidité des trois échantillons

Dates	humidité de pâte de tournesol	humidité de pâte de soja	humidité d'huile acide
18/03/2018	1,52%	1,84%	1,69%
19/03/2018	2%	1,40%	1,98%
20/03/2018	2%	1,61%	1,75%
21/03/2018	1,70%	1,82%	1,63%
22/03/2018	1,0%	1,53%	1,20%
23/03/2018	2%	1,40%	1,67%
24/03/2018	0,90%	1,23%	1,37%
25/03/2018	1,18%	1,33%	0,98%
26/03/2018	1,77%	1,95%	1,85%
27/03/2018	1,90%	1,17%	2,17%

Tableau X : Résultats de la densité de l'huile acide

Dates	densité d'huile acide
18/03/2018	0,925
19/03/2018	0,922
20/03/2018	0,919
21/03/2018	0,913
22/03/2018	0,915
23/03/2018	0,922
24/03/2018	0,918
25/03/2018	0,909
26/03/2018	0,911
27/03/2018	0,91

Annexe 7

Tableau XI : Résultats obtenus de pH de l'huile acide lors d'un suivi selon la période indiquée sur le tableau suivant

Dates	pH de l'huile acide
18/03/2018	3
19/03/2018	6
20/03/2018	7
21/03/2018	5
22/03/2018	4
23/03/2018	3
24/03/2018	5
25/03/2018	6
26/03/2018	5
27/03/2018	4

Tableau XII : Résultats obtenus de l'indice de saponification de l'huile acide lors d'un suivi selon la période indiquée sur le tableau suivant

Dates	Indice saponification de l'huile acide
18/03/2018	168
19/03/2018	170
20/03/2018	188
21/03/2018	185
22/03/2018	190
23/03/2018	174
24/03/2018	195
25/03/2018	178
26/03/2018	189
27/03/2018	185

Annexe 8

Tableau XIII : Les Résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile acide

Analyses	Unités	résultat	Norme	Méthodes d'essai
Acidité	% d'acide oléique	J ₁ =54, J ₂ =52 J ₃ =62, J ₄ =63 J ₅ =59, J ₆ =67 J ₇ =69, J ₈ =71 J ₉ =71, J ₁₀ =73	50 Minimum	ISO 660 Deuxième édition 1996-05-15
Matière volatiles à 105°C	%	J ₁ =1,69, J ₂ =1,98 J ₃ =1,75, J ₄ =1,63 J ₅ =1,20, J ₆ =1,67 J ₇ = 1,37, J ₈ = 0,98 J ₉ =1,85, J ₁₀ =2,17	2 maximums	ISO 662 Deuxième édition 1998-09-15
pH	–	J ₁ =3, J ₂ =6 J ₃ =7, J ₄ =5 J ₅ =4, J ₆ =3 J ₇ =5, J ₈ =6 J ₉ =5, J ₁₀ =4	4-8	pH mètre
Indice de saponification	mg KOH/g huile	J ₁ =168, J ₂ =170 J ₃ =188, J ₄ =185 J ₅ =190, J ₆ =174 J ₇ =195, J ₈ =178 J ₉ =189, J ₁₀ =185	175-200	ISO 3657 Troisième édition 2002-06-01
Densité apparente à 20°C	–	J ₁ =0,925, J ₂ =0,922 J ₃ = 0,919, J ₄ =0,913 J ₅ =0,915, J ₆ =0,922 J ₇ =0,918, J ₈ =0,909 J ₉ =0,911, J ₁₀ =0,910	0.910 - 0.920	ISO 6883 Quatrième édition 2007-05-01

Annexe 9

Tableau XIV: Résultats d'analyses des pâtes de tournesol

Analyses	unités	Résultats	Norme	Méthodes d'essai
Acidité	% d'acide oléique	J₁=45, J₂=46 J₃=47, J₄=48 J₅=48, J₆=48 J₇=50, J₈=52 J₉=49, J₁₀=49	50 Minimum	ISO 660 Deuxième édition 1996-05-15
Matière volatiles à 105°C	%	J₁=1,52%, J₂=2% J₃=2%, J₄=1.70% J₅=1%, J₆=2% J₇= 0.90%, J₈=1.18% J₉=1.77%, J₁₀=1.90%	2 maximums	ISO 662 Deuxième édition 1998-09-15

Annexe 10

Tableau XV : Résultats d'analyses des pâtes de neutralisation de soja

Analyses	Unités	Résultat	Norme	Méthodes d'essai
Acidité	% d'acide Oléique	J ₁ =74%, J ₂ =72% J ₃ =72%, J ₄ =66% J ₅ =62%, J ₆ =60% J ₇ =70%, J ₈ =66% J ₉ =68%, J ₁₀ =66%	50 Minimum	ISO 660 Deuxième édition 1996-05-15
Matière volatiles à 105°C	%	J₁ = 1,84%, J₂ =1,4% J₃ =1,61%, J₄ =1,82% J₅ =1,53%, J₆ = 1,4% J₇ = 1,23%, J₈ = 1,33% J₉ = 1,95%, J₁₀ =1,17%	2 maximums	ISO 662 Deuxième édition 1998-09-15

Résumé

L'huile brute de soja et de tournesol contient des substances indésirables, d'où la nécessité de les éliminer par un raffinage qui se déroule en plusieurs étapes et parmi les quelles on cite : la neutralisation. Dans cette présente étude un ensemble d'analyses physicochimiques (humidité, pH, acidité, densité et indice de saponification) ont été réalisés au sein du complexe CEVITAL sur les pates de neutralisation de soja et de tournesol et sur l'huile acide. Les résultats obtenus, indiquent que l'huile acide présente l'acidité et l'humidité les plus élevés, par rapport aux pates de neutralisation de soja ou de tournesol. Les résultats du suivi du pH, de la densité et de l'indice de saponification de l'huile acide montrent qu'ils sont conformes aux normes de l'entreprise.

Mots clés : Huile acide ; soja ; raffinage ; neutralisation, soap stock.

Abstract

The crude soybean and sunflower oil contains undesirable substances, which makes it necessary to eliminate them by refining which takes place in several stages and among which we mention: the neutralization. In this present study, a series of physicochemical analyzes (moisture, pH, acidity, density and saponification number) were carried out in the CEVITAL complex on the neutralization heads of soya and sunflower and on the acidic oil. The results obtained indicate that the acidic oil has the highest acidity and moisture, compared with soy or sunflower neutralization pastes. The results of the pH, density and saponification index monitoring of the acidic oil show that they comply with the company's standards.

Keys words: Acid oil; soybean; refining; neutralization, soap stock.