

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



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

**Optimisation de la température de la
neutralisation et de la désodorisation de l'huile
de soja au niveau du complexe CEVITAL spa**

Présenté par :
HACHOUANE Sabiha et KOUREICHI Kahina

Soutenu le : **02/07/2019**

Devant le jury composé de :

Mme TOUATI N.	MAA	Présidente
Mme BERKATI S.	MAA	Encadreur
Mme DEFLAOU I L.	MAA	Examinatrice
Mr BEZZI Z.	Ingénieure	Invité

Remerciements

Au terme de ce travail, nos plus sincères, remerciements s'ardassent tout

D'abord au Dieu le tout puissant pour nous avoir donné le courage, la patience et la

Volonté pour mener à terme ce présent travail.

*Nous tenons à remercier notre promotrice Mme **BERKATI SALIMA** pour ses*

Conseils et son aide qui a rendu ce travail une expérience motivante et riche. Nous ne

Saurions jamais oublier sa disponibilité, sa compétence et ses recommandations

Continues pour nous, et aussi pour son encadrement ainsi que ses orientations dès le

Début jusqu'à la fin de ce travail.

Nos sincères remerciements et notre profonde reconnaissance sont a dressées à

Tous ceux qui ont contribué à la réalisation de ce travail, notamment :

*Le personnel du complexe CEVITAL, en particulier Monsieur **BEZZI ZAHIR**,*

Ainsi que tous les opérateurs de la raffinerie qui nous ont fait

Partager leur expérience.

Nous voudrions également exprimer nos vives gratitudes et nos sincères

Remercîments Aux membres du jury, d'avoir accepté d'évaluer ce travail.

Une pensée particulièrement à tous les enseignants qui ont assuré notre formation tout

Au long de notre parcours.

Dédicaces

A ceux qui m'ont tout donné sans rien en retour

*A ceux qui m'ont encouragé et soutenu dans mes moments les plus
durs*

Et à ceux qui je dois tant d'amour

A mes parents, pour leur patience et leur support affectifs.

*A mes deux frères: **AMER** et **YACINE***

*A mes chères sœurs à qui je souhaite tout le bonheur du monde :,
NAWEL, NASSIMA.*

A mes meilleures amies

Et surtout ma section sans exception, ainsi qu'à tous mes enseignants.

A

*Ma binôme **KAHINA** et sa famille*

SABIHA

DÉDICACES

J'ai l'honneur de dédier ce travail

A

Mes très chers parents pour leur sacrifice et

Soutiens tout au long de ma vie et auxquels je ne rendrai jamais assez

;

A mon mari et ma fille.

Mes frères.

Et mes sœurs.

À qui je souhaite une vie pleine de bonheur, de santé et de réussite ;

A

Ma section sans exception, ainsi qu'à tous mes enseignants ;

Avec lesquels j'ai partagé des moments inoubliables ;

A

Ma binôme SABIHA et sa famille

KAHINA

Liste des abréviations

AGL : Acide Gras Libre.

H₂SO₄ : Acide sulfurique.

HAP : Hydrocarbures aromatiques polycycliques.

HD : Huile désodorisé.

HCL : Acide chlorhydrique.

IP : Indice de peroxyde.

ISO : Organisation Internationale de Standardisation.

J/ R : Jaune /Rouge.

KI : Iodure de potassium.

KOH : Hydroxyde de potassium.

M : Mélangeur.

MG : Matière grasse.

Mbar : Millibar.

Meq: Milli-equivalent.

NaOH: Hydroxyde de sodium.

NE : Norme d'entreprise.

ppm : Partie par million.

Spa: Société par action.

S : Séparateur.

TAG : Triacycle glycérole.

Liste des figures

Figure N°	Titre	Page
01	Classement de quelques huiles végétales par catégorie d'acides gras.	02
02	Graines de soja.	03
03	Schéma représentatif de l'étape de neutralisation.	09
04	Schéma représentatif de l'étape de désodorisation.	12
05	Résumé des effets de la désodorisation sur la qualité et la composition des huiles.	15
06	Description de la colonne de désodorisation.	17
07	Variation de l'acidité de l'huile neutralisée en fonction de la température.	26
08	Variation des traces de savon dans l'huile neutralisée (S2, S3) en fonction de la température.	27
09	Variation des traces de savon dans l'huile neutralisée (S4, S5) en fonction de la température.	28
10	Variation de l'acidité des pates en fonction de la température.	29
11	Variation de l'acidité de l'huile de soja désodorisée en fonction de la température.	30
12	Variation de la couleur (J/R) de l'huile de soja désodorisée en fonction de la température.	31
13	Variation de l'acidité des condensats en fonction de la température.	33
14	Relation entre l'acidité de l'huile désodorisée et d'acidité des condensats.	34

Liste des figures en annexe

01	Organigramme du complexe Cevital .	/
02	Diagramme de fabrication du Soja.	/

Liste des tableaux

Tableau N°	Titre	Page
I	Composition de l'huile de Soja en acide gras.	04
II	Points de prélèvement et analyses physico-chimiques effectuées sur L'huile de soja.	16
III	Réglage des séparateurs.	17
VI	Concentration et dosage de l'acide citrique et de la soude.	17
V	Valeurs d'injection de vapeur.	18
VI	Résultats d'analyse de l'huile de soja.	25
VII	Variation du taux de matière grasse en fonction de la température.	30

Liste des tableaux en annexes

I	Différentes activités du complexe Cevital .	/
II	Différents types d'huiles traitées par Cevital .	/

Liste des abréviations

Liste des tableaux

Liste des figures

Sommaire

Introduction..... 01

Partie Bibliographique

I. Généralités sur les huiles végétales.....	02
I.1.Définition.....	02
I.2. Composition et classification des huiles végétales.....	02
II. Généralités sur le soja.....	03
II.1.Description de la plante et de la graine.....	03
II.2. Huile de soja.....	04
II.3.Composition de l'huile de soja.....	04
III. Raffinage des huiles.....	05
III.1. Définition.....	05
III.2. But	05
III.3. Procédée de raffinage chimique.....	05
III.3.1. Démucilagination.....	05
III.3.2. Neutralisation (Désacidification).....	06
III.3.3. Lavage et séchage.....	06
III.3.4. Décoloration (blanchiment).....	06
III.3.5. Désodorisation.....	07
IV.Neutralisation et Désodorisation.....	08
IV.1.Neutralisation.....	08
IV.1.1.But.....	08
IV.1.2.Procédé.....	08
IV.1.3. Paramètres influençant la neutralisation.....	09
IV.2. Désodorisation.....	11
IV.2.1.But.....	11
IV.2.2.Procédé.....	12
IV.2.3. Paramètres influençant la désodorisation.....	13

Partie expérimentale

Matériel et méthodes

I.Objectif.....	16
II. Suivi du procédé de raffinage de l'huile de soja.....	16
III. Méthodologie expérimentale de l'optimisation de paramètre de température au niveau de la neutralisation et de la désodorisation.....	17
III.1. Neutralisation.....	17
III.2. Désodorisation.....	17
IV. Analyses physico-chimiques d'huile de soja.....	19
IV.1. Analyses chimiques.....	18
IV.1.1. Acidité.....	18
IV.1.2. Traces de savon.....	19
IV.1.3. Teneur en phosphore.....	20
IV.1.4. Acidité des pâtes de neutralisation.....	21
IV.1.5. Taux de matière grasse dans l'eau de lavage.....	22
IV.2. Analyses physiques.....	23
IV.2.1. Couleur.....	23
IV.2.2. Teneur en humidité.....	23
IV.2.3. Teneur en chlorophylle.....	24

Résultats et discussion

I. Suivi de la qualité de l'huile de soja brute.....	25
II. Optimisation de la température de l'étape de neutralisation.....	25
II.1. Variation de l'acidité de l'huile neutralisée.....	26
II.2. Variation des traces de savon.....	26
II.3. Variation de l'acidité des pâtes de neutralisation.....	29
II.4. Variation du taux de matières grasses dans les eaux de lavage.....	29
III. Optimisation de la température au niveau l'étape de désodorisation..	30
III.1. Variation de l'acidité de l'huile désodorisée.....	30
III.2. Variation de la couleur jaune et rouge en fonction de température...31	
III.3. L'acidité des Condensats.....	32
Conclusion.....	35
Références bibliographiques	
Annexes	

INTRODUCTION

Introduction

Les corps gras sont l'un des constituants de notre ration alimentaire quotidienne (**Cossut et al ;2002**), toutes les huiles et matières grasses brutes obtenues par pressage et extraction des graines oléagineuse, contiennent inévitablement des quantités variables de composés indésirable tels que les acides gras libres, les hydrocarbures, les pigments(chlorophylle), les contaminants (pesticides, les aromatiques polycycliques), les métaux, phospholipides et matières odoriférantes qui ont un effet négatif sur la qualité et la conservation (**De Greyet.w et Kallens.M,2005 ; Kartika,2005**).

Parmi les oléagineuse de la production mondiale des huiles végétale ,on trouve l'huile de soja extraite des graines de soja (**cossut et al ;2002**), dont l'huile brute ne pouvaient pas être utilisés directement pour but comestible, donc elle doit être raffinée avant la consommation a fin d'obtenir un produit stable de bonne qualité avec un aspect engageant, neutre de goût, résistant à l'oxydation, adapté à l'emploi désiré et débarrassé de ses substance toxiques ou nocives (**Karleskind et Wolff, 1992; Gibon et Tirtiaux, 1998 ;Platon,1988**).

Le procédé le plus utilisé et le plus fiable pour obtenir une huile de soja de bonne qualité est le raffinage chimique qui comporte quarte étapes : dégommage, neutralisation, décoloration et désodorisation (**Saaed, 2012 ;Regis et al,2016**).

Plusieurs paramètres ont un impact sur la qualité de l'huile finie (pression, température, débit de vapeur...),ces derniers doivent être optimisés pour produire une huile comestible présentant les caractéristiques souhaitables(**Maza et al.,1992**).C'est dans ce contexte que s'inscrit notre étude dont l'objectif principale consiste à une essai d'optimisation de la température au niveau de l'étape de neutralisation et de désodorisation de l'huile de soja produite par le complexe alimentaire **Cevital** de Bejaia.

Pour cela notre travail est organisé en deux parties :

Une partie bibliographique consacrée à des généralités sur les huiles végétale y compris l'huile de soja ainsi que le procédé de raffinage chimique, tout en mettant l'accent sur l'étape de neutralisation et de désodorisation.

Une partie pratique consacrée à la présentation de la méthodologie adoptée pour la réalisation de ce travail et à la discussion des différents résultats obtenus.

Partie Théorique

I. Généralités sur les huiles végétales

I.1. Définition

L'huile végétale est une matière grasse onctueuse, insoluble dans l'eau et généralement liquide à la température ambiante (Lambert, 2005 ; Gornay, 2006).

On distingue deux principales classes :

- **Huiles végétales fluides** : huile d'arachide, de colza, de germe de maïs, de tournesol, de soja, d'olive...
- **Huiles végétales concrètes (graisses solides)** : coprah, huile de palme et de palmiste. (Cossut et al., 2002).

I.2. Composition et classification des huiles végétales

D'après Dubois et al., (2008), les huiles végétales se répartissent en quatre principales familles selon leurs compositions en acides gras (figure 1) :

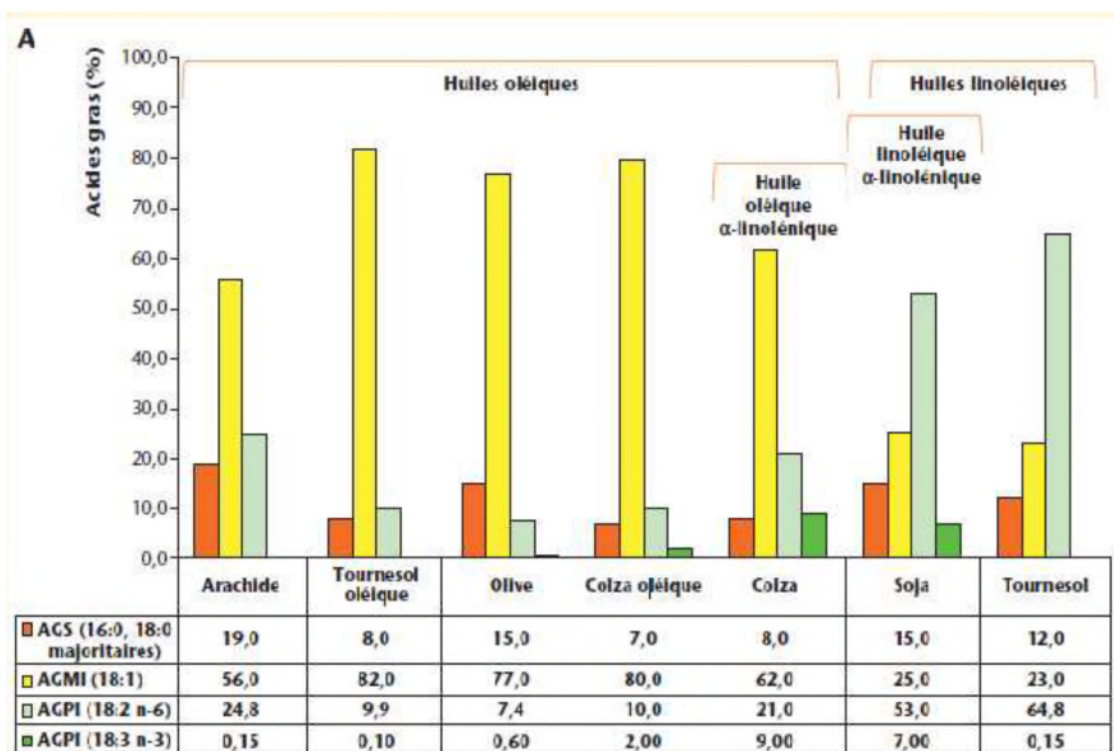


Figure N°01: Classement de quelques huiles végétales par catégorie d'acides gras (Morin et al., 2012).

- Famille oléique ou cet acide gras, principal représentant des acides gras mono-insaturés (AGMI), est majoritaire : huiles d'olive, d'arachide, de noisette, les variétés de tournesol et de colza riches en acide oléique et l'huile de colza elle-même ;
- famille linoléique ou cet acide gras (C18:2 oméga-6), polyinsaturé (AGPI), est majoritaire : huiles de soja, de tournesol, de germe de maïs et de pépins de raisin ;
- famille α -linoléique ou cet acide gras (C18:3 oméga-3/AGPI) est présent en quantité significative : huiles de colza, de soja, de noix et de lin ;
- Famille des corps gras riches en acides gras saturés (AGS) avec leurs principaux représentants (C12:0, C16:0, C18:0) présents en quantité moyenne à forte : les huiles de palme, les huiles de palmiste et de coprah riches en acide laurique (C12:0), le beurre de cacao.

II. Généralités sur le soja

II.1. Description de la plante et de la graine

Le soja est une plante herbacée, une légumineuse classée dans la catégorie des oléo protéagineux, appelée ainsi à cause de la teneur élevée de sa graine en lipides et en protéines. Elle produit des fruits qui se présentent sous forme de gousses velues contenant des graines jaunes avec quelques reflets verdâtres, arrondies, lisses au toucher et légèrement grasses (Figure 1), ce sont les fèves de soja (**Roussel, 2006**).



Figure N°02: Graines de soja (Boisleve, 2010).

Les graines de soja constituent une excellente source de protéines (en moyenne 40%, de haute valeur nutritive et 35% de sucre. De plus le soja contient presque 20% en masse

de lipides et 5% de fibres, avec l'huile de soja et les phospholipides comme composants les plus importants (Stacy et al.,2004 ;Earl et al.,2005 ; Rasolohry, 2007 ;Jacques,2010).

II.2. Huile de soja

Par définition l'huile de soja est fluide et d'un 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-linolénique. Elle est recommandée pour les assaisonnements (Cossut et al., 2002).

II.3. Composition de l'huile de soja

L'huile de Soja est une huile très polyinsaturée. Elle est exempte de tout cholestérol et très pauvre en acides gras saturés (Debruyne, 2001). Le tableau I résume la composition de l'huile de soja en acides gras:

Tableau I : Composition de l'huile de Soja en acide gras (Debruyne, 2001).

Acide gras			Teneur (% massique)
Saturés	Acide Laurique	C 12	Trace
	Acide Myristique	C 14	<0,5
	Acide Palmitique	C 16	7 à 12
	Acide Stéarique	C 18	2 à 5,5
	Acide Arachidique	C 20	1,0
	Acide Béhénique	C 22	0,5
	Total		10 à 19
Insaturés	Acide Palmitoléique	C16 :1	<0,5
	Acide Oléique	C18 :1	20 à 50
	Acide Linoléique	C18 :2	35 à 60
	Acide Linolénique	C18 :3	2 à 13
	Acide Eicosénoïque	C20 :1	1,0
	Total		81 à 90

III Raffinage des huiles

III.1 Définition

Le raffinage des corps gras est une technologie qui est progressivement mise en œuvre, pour transformer l'huile brute en un produit comestible en éliminant les impuretés qui la rendent impropres à la consommation en l'état (**Denise, 1992**). C'est une succession d'étapes distinctes qui peuvent s'opérer de deux manières différentes : le raffinage chimique et le raffinage physique dont chaque étape contribue à l'élimination d'une substance ou un ensemble de substances indésirables afin de leur conférer un goût discret et à permettre leur conservation (**Gibon et al., 2005 ; Morin et al., 2010**).

III.2 But

Le raffinage a pour but de maintenir ou d'améliorer les caractéristiques organoleptiques (goût, odeur et couleur), nutritionnels et la stabilité des corps gras, en éliminant les composés indésirables (AGL, pigments, odorants volatiles...) et les contaminants présents dans l'huile (**Morin et al., 2010**). C'est un traitement de purification qui rend l'huile utilisable et consommable, une huile de qualité et qui répond aux exigences réglementaire (**Cossut et al., 2002 ; Sarr, 2009 ; Régiset al., 2016**).

III.3. Procédé de raffinage chimique

Le raffinage chimique est un traitement de l'huile brute le plus sûr pour l'obtention d'une bonne qualité des huiles fluides en particulier l'huile de soja (**Platon, 2013**). Il se déroule en quatre étapes :

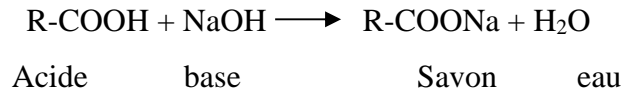
III.3.1 Démucilagination

Cette opération consiste à éliminer de l'huile brute les composés susceptibles de devenir insolubles par hydratation (phospholipides) ou d'être éliminés avec une solution aqueuse (glycérides, sucres, protéines). L'ensembles de ces produits souvent désignés sous le nom de gomme (**Denise, 1992**).

La démucilagination ou le dégommeage consiste en l'élimination des phospholipides ou mucilages qui précipitent en présence d'eau (**Ballerini, 2006**). Cette étape consiste en l'ajout d'acide et/ou d'eau aux huiles brutes, afin d'éliminer les 0,2 à 1,8% de phospholipides qu'elles contiennent. Ainsi, de 0,1 à 0,3% d'acide phosphorique à 75% sont mélangés aux huiles brutes de colza et de tournesol préalablement chauffées entre 60 et 80C°. En revanche, seul environ 3% d'eau sont ajoutés à l'huile brute de soja (**Régis et al., 2016**).

III.3.2 Neutralisation (Désacidification)

La neutralisation par les bases (soude caustique ou potasse) élimine les acides gras libres sous formes de savons appelés pates de neutralisation (**Thiery, 2006**), selon la réaction suivantes :



III.3.3. Lavage et séchage

L'huile neutralisée subit un à deux lavages permettant d'éliminer la quasi-totalité des traces de savon (**Russel, 1996 ; Cossut et al., 2002**). C'est l'opération qui permet d'éliminer les substances alcalines (savon et soude en excès), ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides et autres impuretés (**Karleskind, 1992**). L'huile lavée est séchée par pulvérisation sous vide à environ 90°C (**Cossut et al., 2002**).

III.3.4 Décoloration (blanchiment)

Cette opération vise à éliminer les pigments colorés (caroténoïdes et chlorophylles) par voie physique uniquement par intervention d'un agent d'adsorption maintenu en contact avec l'huile environ 30min, sous vide, à 105°C (**François, 1974 ; Cossut et al., 2002 ; Multon, 2002 ; Vierling, 2008**).

L'objectif de la décoloration n'est pas seulement de produire une huile de couleur conforme au cahier de charge des huiles raffinées mais aussi de la débarrasser de différents composés indésirables et de contaminants éventuels tels que : composés d'oxydation, traces de métaux, traces de savons, traces de phospholipides (**Pagés-Xatart-Parés, 2008**).

Après décoloration l'huile est envoyée vers un filtre à plaques poreuses où il y aura une séparation liquide-solide. On récupère à la fin du procédé une huile décolorée d'une part, et d'autre part une terre usée (**Cossut et al., 2002**).

III.3.5. Désodorisation

La désodorisation est la dernière étape du raffinage, elle est aussi connue sous le vocable d'entraînement à la vapeur (**Gibon et Tritiaux, 1997**). Le but est d'éliminer les substances volatiles comme les aldéhydes et les cétones, qui donnent une odeur et une saveur désagréables à l'huile, ainsi que les acides gras libres encore présents dont certains sont très sensibles à l'oxydation (**Cheftel et Cheftel, 1992 ; Casimiro-Soriguer, 1999**). Cette

opération s'effectue à haute température avec injection de vapeur sèche sous vide poussé (Verleyen et *al.*, 2002 ;Lacoste et *al.*,2005) .

IV. Neutralisation et Désodorisation

IV.1. Neutralisation

La neutralisation est également appelée désacidification et raffinage alcalin ou caustique (**Hammond et al., 2005**). elle repose essentiellement sur l'élimination des acides gras libres qui se trouvent dans l'huile, également les phospholipides résiduelles par addition d'une solution aqueuse de soude caustique, sous forme de savon appelés «pate de neutralisation» (**Casimir, 2002 ; Cossut et al., 2002 ; Werner et al., 2010**).

IV.1.1. But

- Eliminer les acides gras libre qui donne aux huiles un mauvaise gout mauvais et nuisent à sa conservation (**Cossut et al., 2002 ; Werner et al., 2010**).
- Débarrasser l'huile de la quasi-totalité des phospholipides, et éliminer les traces de savons qui sont des catalyseurs d'oxydation.
- Destruction d'un grande nombre de pigments et de composés colorés (**Froncois , 1974 ; Cossut et al., 2002**).

IV.1.2. Procédé

La désacidification est un procédé qui se base sur la transformation des acides gras libres en sels de sodium selon la réaction ci-dessous.Elle consiste à traiter l'huile brute généralement par la soude caustique, l'huile chauffée entre 75 à 95C° (**Casimir, 2002**).On agite pour favoriser le contact, mais lentement pour éviter une émulsion entre l'huile et les savons formés (soap stock) (**Froncois , 1974**).



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**),ils sont éliminé à la fin de la ligne par centrifugation afin de séparer l'huile (la phase légère) et les savons (phase lourde).Une certaine quantité d'huile neutre est perdue par entrainement dans les soap stock (**Werner et al., 2010**).Un lavage à l'eau chaude et séchage par pulvérisation sous vide à environ90°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).

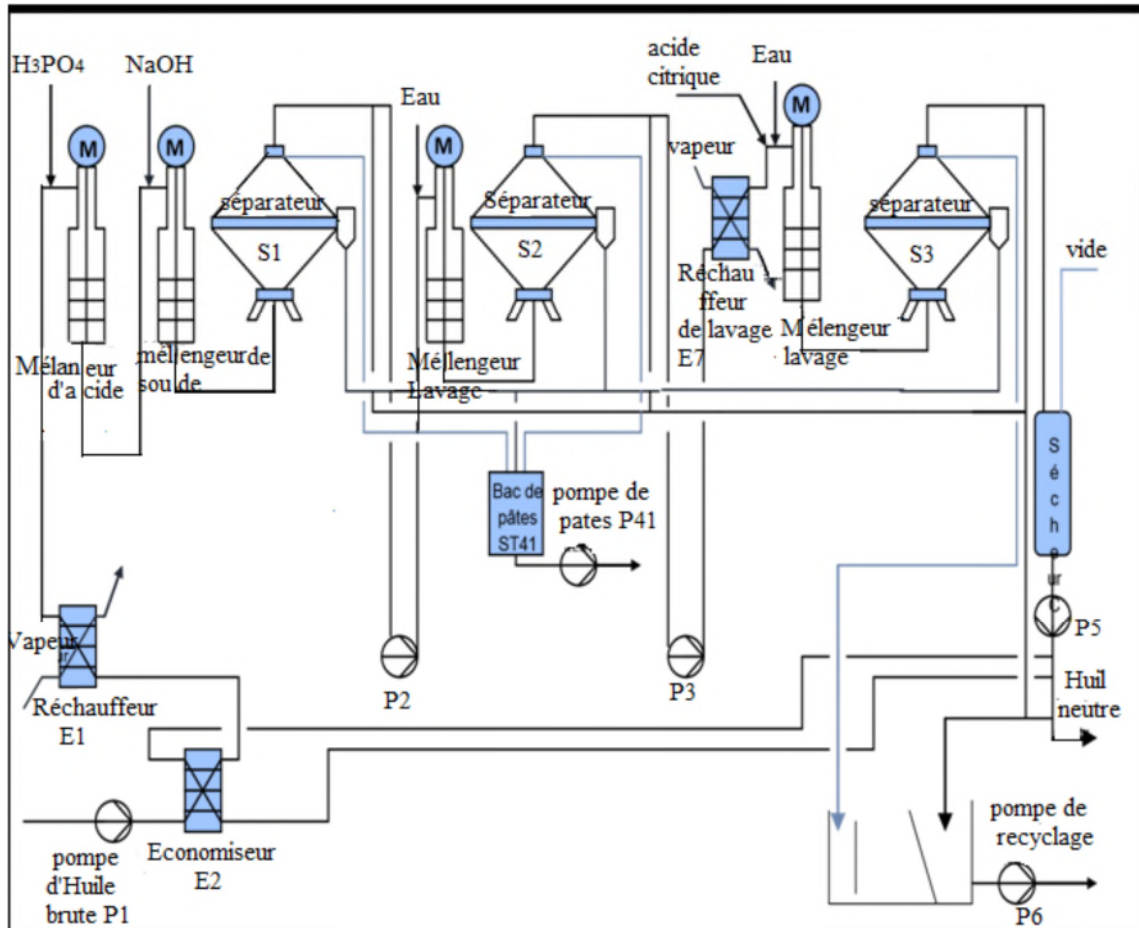


Figure N°03: Schéma représentatif de l'étape de neutralisation (Cevital, 2014)

IV.1.3. Paramètres influençant la neutralisation

Chaque étape du processus de raffinage a des conditions efficaces de déroulement, les changements des paramètres à n'importe quelle étape peuvent avoir des effets sur la qualité de l'huile finale. Parmi ces paramètres qui peuvent influencer sur la neutralisation :

➤ Température

La température est un facteur important de la neutralisation, la réaction de saponification de l'huile est caractérisée par sa lenteur ce qui peut causer la saponification de l'huile neutre et pour cela dès le début du raffinage, l'huile brute doit être portée de la

température ambiante (température de stockage) à une température qui avoisine 90°C (**Ben Hoummada ,2016**)

D'après **Richard(2004)**, une température élevée pendant l'ajout de la soude caustique peut augmenter la saponification de l'huile neutre et réduire le rendement en huile raffinée.

➤ **Concentration de la solution de soude**

La solution de soude caustique est le réactif chimique utilisé pour la neutralisation au cours du raffinage chimique (**Dijkstra, 2013**). Il n'est pas possible d'établir une relation précise entre la concentration de la soude à employer et l'acidité de l'huile (**Werner et al., 2010 ; Cossut et al., 2001**).

Lorsque la soude est ajoutée avec un trop grand excès, il risque de saponifier les TAG et diminuer en conséquence le rendement d'huile (**Werner et al., 2010**).

De plus lorsque la concentration de la soude est forte, les risques de saponification parasite augmentent, surtout lorsque l'acidité de l'huile brute à traiter est faible. Au contraire, plus la solution de soude est diluée, plus il y a le risques de pertes par émulsion. Seules les huiles à très faible acidité peuvent être neutralisées par des solutions très diluées (**Denise, 1992**)

Des études comparatives ont montré que des solutions caustiques plus diluées élimineraient davantage de phosphore; par conséquent, les huiles brutes à teneur élevée en phosphore sont mieux raffinées avec des solutions caustiques diluées, mais si elles deviennent trop diluées, des caractéristiques difficiles de séparation des émulsions se développent. Pour cette raison, des solutions caustiques diluées ou de faibles concentrations sont recommandées pour les huiles de soja (**Denise, 1992**).

➤ **Séparateur**

Le séparateur, est une centrifugeuse destinée à la séparation des savons ou des mucilages. Le mélange (huile, pâtes de neutralisation) est alimenté au centre, sous l'action de l'accélération centrifugeuse de séparateur, la phase légère qui est l'huile neutre contenant des trace de savon, d'humidité...et la phase lourde qui est la pate à savon, soude libre et des petites quantités de l'huile neutre, doit être séparées en fonction de leur densité (**Denise, 1992 ; Richard, 2004**).

Un mauvais control de la contre pression, provoque parfois le déplacement de la zone de séparation vers la phase légère ou vers la phase lourde, cela favorise d'une part, les

entraînements d'huile dans les pâtes de neutralisation, d'autre part, le passage des savons en teneur élevée dans l'huile neutralisée (**Branger et al., 2007**).

Bien que l'essentiel des pertes d'un raffinage se situe au niveau de la centrifugeuse de séparation des pâtes de neutralisation, il faut toujours conseiller de contrôler l'acidité du lot à raffiner à l'entrée de l'atelier, pour ajuster l'addition de soude (**Denise, 1992**).

La température d'eau de lavage est importante pour une séparation efficace, elle doit être comprise entre 85-90°C (**Richard, 2004**).

➤ **Temps de séparation**

C'est le temps nécessaire pour séparer les deux phases : légère qui contient l'huile et la phase lourde composée de la pâte de neutralisation, il varie d'une huile à l'autre selon sa qualité et la quantité des impuretés qu'elle contient (**O'Brien, 2009**).

➤ **Temps de contact**

Pour éviter la réaction parasite, la neutralisation en continue présente l'avantage de ne laisser l'huile et la soude en contact que pendant un temps très court (**Werner et al., 2010**).

Une courte durée de contact à température de l'huile portée à 80-90°C, permet de réduire les pertes de saponification (**Richard, 2004 ; O'Brien, 2009**).

IV.2. Désodorisation

La désodorisation est une étape finale essentielle du processus de raffinage des huiles alimentaires, pour obtenir une huile douce, ayant une stabilité organoleptique acceptable (**Géorges, 2001**). Cette opération est une distillation réalisée à haute température (200-260°C) sous vide poussé (inférieur à 5 mbar), avec injection de vapeur sèche, afin d'éliminer les composés volatils (aldéhyde et cétone) qui donneraient à l'huile un fruité désagréable et un goût rance avec injection de vapeur sèche (**Cossut et al., 2002 ; Chew et al., 2017 ; Régis et al., 2016**).

IV.2.1. But

- Eliminer les composés indésirables affectant le goût et l'odeur (**Muzal et al., 1992 ; Georges et al., 2001 ; Morine et al., 2010**).

- Eliminer les AGL, certain pesticides et contaminants de l'environnement et les composés odorants par entrainement direct à la vapeur (**Werner et al., 2010**)
- Destruction des caroténoïdes par une décoloration thermique.
- Eliminer les composés volatils contenus dans l'huile par entrainement à la vapeur d'eau sous un vide poussé sans altération des triglycérides (**Froncois, 1974 ;Regis et al.,2016**).

IV.2.2. Procédé

La désodorisation s'effectue en utilisant des colonnes à distiller, c'est-à-dire avec de nombreux plateaux de barbotage qui agissent comme une succession de désodoriseurs indépendants dans les quels l'huile passe de l'un à l'autre (**Froncois, 1974**).

La vapeur entre par le bas de l'appareil et rencontre une huile descendante à contre courant, puis ces vapeurs entraînent des quantités d'impuretés et produits odorants qui sont dégagés en haut de la colonne et leur évacuation se fait par le centre du cylindre (**Froncois, 1974**).

A la fin l'huile désodorisée est refroidie et mise à l'abri de l'air (**Platon, 1988**).

La figure ci-après résume le procédé de désodorisation

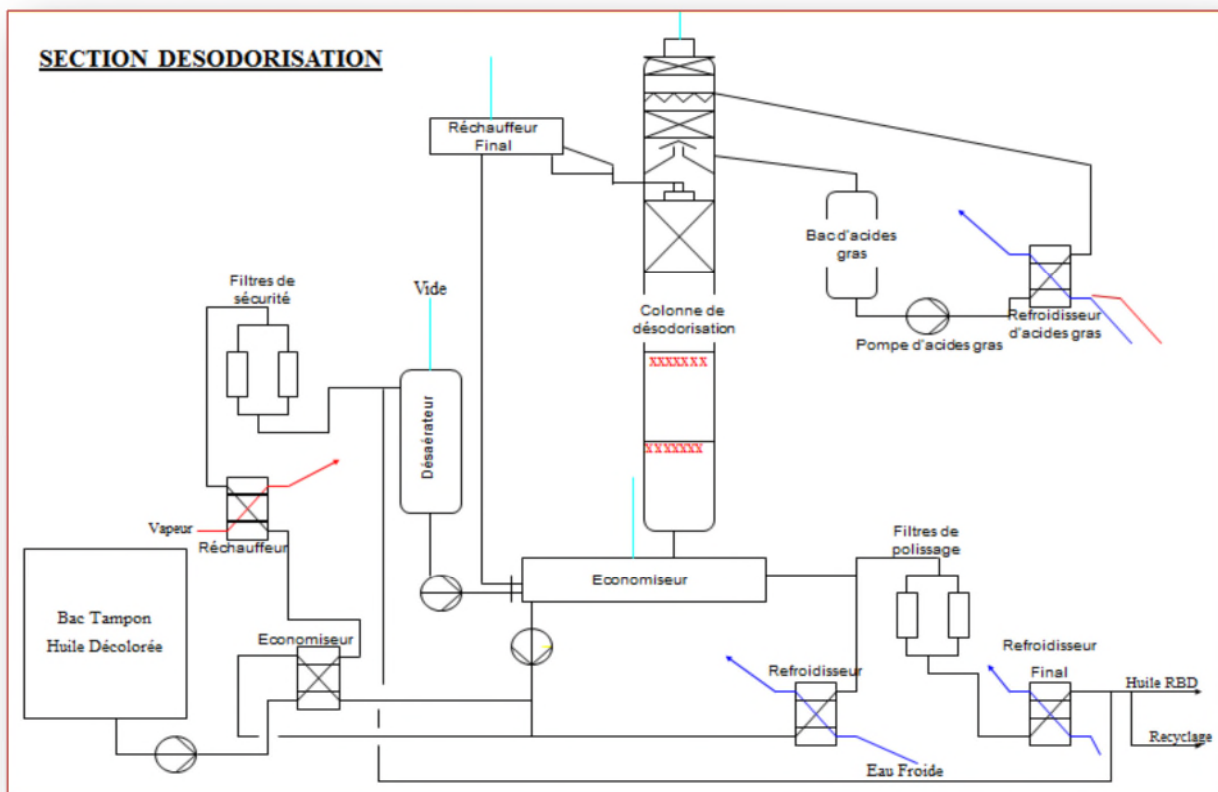


Figure N° 04: Schéma représentatif de l'étape de désodorisation (**Cevital, 2014**)

IV.2.3. Paramètres influençant la désodorisation

Plusieurs paramètres ont un impact significatif sur la qualité de l'huile finale (**Muza et al., 1992**).

La température, le temps, le débit de vapeur et la pression doivent être considérés pour produire une huile comestible qui présente des caractères souhaitable (**Chew et al., 2017**).

➤ Durée d'opération

Le temps de distillation dépend essentiellement des conditions de température, de pression et de quantité de vapeur injectée (**Werner et al., 2010**).

Le temps de séjour est réduit à des températures élevées, ce qui est considéré comme un bon choix pour éliminer les contaminants (HAP) que constitue l'huile et réduit la formation des isomères transe, sans négliger le contrôle d'entraînement des composés mineurs à haute valeur (**Gibon, 2010**).

Le temps de désodorisation est un facteur essentiel pour augmenter le taux de volatilisation (**Sherazi et al., 2016**).

➤ Température

La désodorisation à des températures élevées, augmente la volatilité des substances à éliminer (**Werner et al., 2010 ; Pages et al., 2010**). Par contre une température élevée et des durées longues entraînent des défauts de qualité, (perte de stabilité, augmentation de la viscosité) ou modification chimique (augmentation des AGL) (**Jawed, 1983**).

Pour chaque huile il existe une température optimale de désodorisation au dessous de la quelle les substances volatiles sont partiellement éliminées et au dessus de la quelle la qualité de l'huile se dégrade (formation d'isomère d'acides gras trans) (**Werner et al., 2010**).

La température de désodorisation est comprise entre 220 à 260°C° selon la qualité d'huile (**Sherazi et al., 2016**).

D'après les résultats, **Pages (2008)** confirme que la désodorisation n'a pas d'effet sur l'élimination des HAP lourds quelles que soient les conditions appliquées (température, quantité de vapeur); en revanche, cette étape est efficace pour l'élimination des HAP légers qui augmente avec la température (optimale à 220 °C).

➤ **Quantité de vapeur injectée**

A pression constante, l'augmentation du débit de vapeur injectée induit l'augmentation de la quantité de matière volatile enlevée et une diminution de temps nécessaire de traitement.

Un débit de vapeur très important, risque de causer des pertes indésirables en huile neutre et des composés mineurs par entraînement mécanique du courant de vapeur (**Denise, 1992 ; Werner *et al.*, 2010**).

Une vapeur vive excessive peut entraîner une hydrolyse et une augmentation de la consommation d'énergie du système de vide (**Richard, 2004**).

Selon **Werner *et al.*(2010)** . Une quantité de vapeur injectée varie entre 10 à 15kg par tonne d'huile à désodoriser, des pertes d'huile entre 0,2 à 0,6 % sont calculées.

La figure suivante montre les effets de la désodorisation sur la qualité et la composition d'huile.

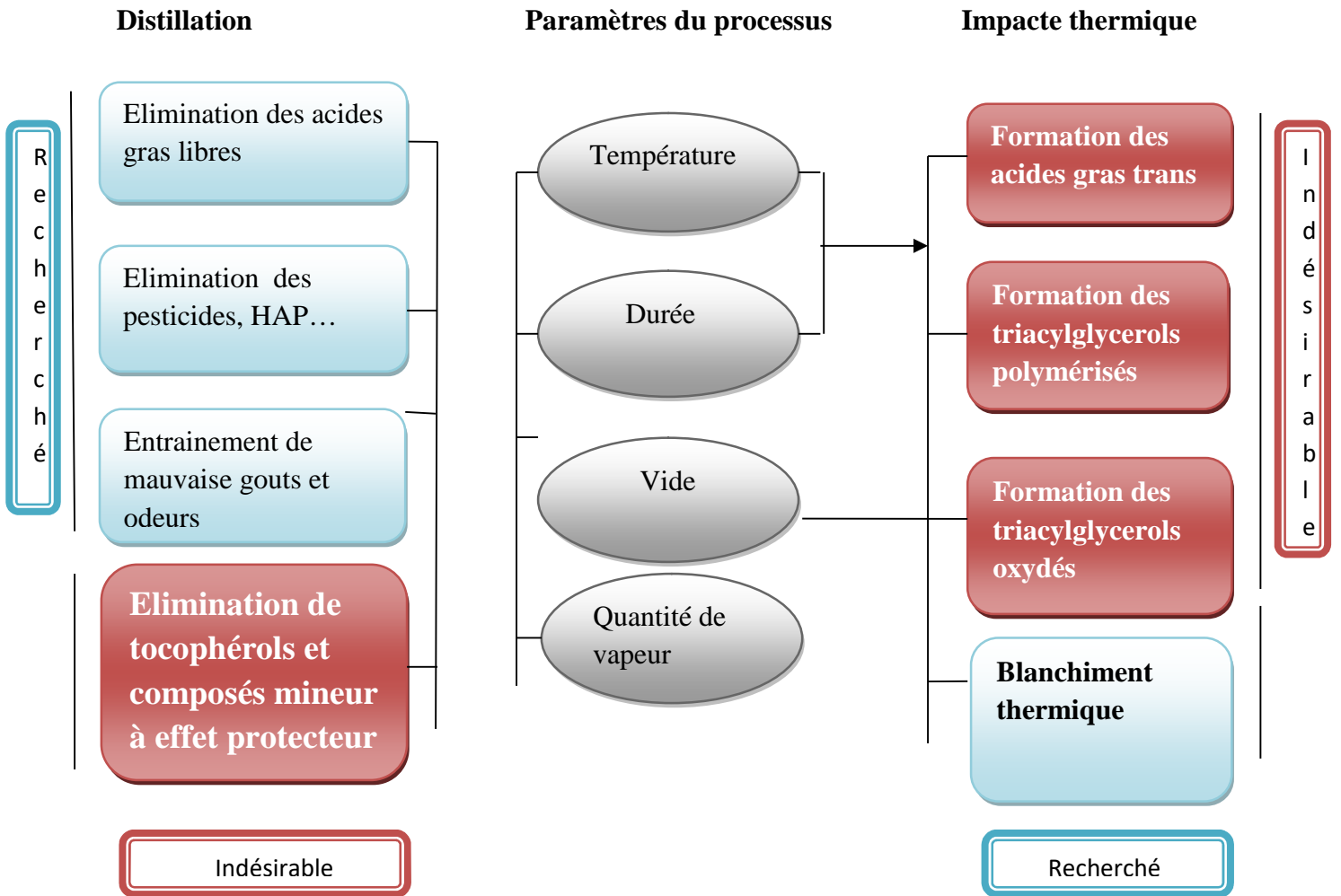


Figure N° 05 : Effets de la désodorisation sur la qualité et la composition des huiles (Werner *et al.*, 2010).

Partie Expérimentale

Matériels et Méthodes

I. Objectif

La présente étude a pour objectif le suivi du procédé de raffinage chimique de l'huile de soja et l'évaluation de l'effet de la variation de la température au niveau de la neutralisation et de la désodorisation sur la qualité de l'huile.

II. Suivi du procédé de raffinage de l'huile de soja

Durant les différentes opérations du raffinage (raffinerie d'huile de 1500 tonnes/jours), deux échantillons de l'huile de soja ont été prélevés après chaque étape pour réaliser une évaluation de la qualité physicochimique.

Le tableau II résume les points de prélèvements et les analyses Physico-chimiques effectuées sur chaque huile.

Tableau II: Points de prélèvement et analyses physico-chimiques effectuées sur l'huile de soja.

Echantillons	Points de prélèvements	Analyses
Huile brute	entrée de la ligne	Acidité, chlorophylles, humidité, phosphore.
Huile neutralisée • Mélangeur • Séparateur	M2 S2, S3 S4,S5	Acidité Trace de savon, acidité des pâte.
Huile désodorisée	Sortie désodorisation Bac de récupération des AGL	Acidité, couleur. Acidité des condensats.

III. Méthodologie expérimentale de l'optimisation de la température.

III.1. Au niveau de la Neutralisation

Durant l'étape de neutralisation d'une même huile brute de soja, le débit d'huile entrée (**60tonnes / heure**), les valeurs du dosage de l'acide citrique et de la soude, le réglage des séparateurs sont fixés comme indiqués dans les tableaux III et IV.

D'autre part, la température de chauffage de l'échangeur (E1) est variée entre 70C° et 95C°.

Tableau III: Réglage des séparateurs.

Séparateur	Débit (kg)	Centre zoom (mm)	Temps de chasse(s)
2	33000	185	450
3	27000	195	750
4	32000	173	1800
5	32000	180	1600

Tableau IV: Concentration et dosage de l'acide citrique et de la soude.

	Acide citrique	Soude
Concentration (%)	37	44
Dosage (%)	0,33	0,75

A chaque réglage, un échantillon d'huile neutralisée est prélevé pour subir une série d'analyses :

- Acidité du mélange.
- Traces de savon.
- Acidité de la pâte de neutralisation
- Taux de matière grasse dans les eaux de lavage.

III.2. Au niveau de la Désodorisation

L'huile neutralisée lavée et décolorée est envoyée vers la colonne de désodorisation (figure 06) où le vide de la colonne (2 mbar) et les vapeurs d'injection sont fixés comme

indiqué dans le tableau V, par contre, la température de chaudière est variée entre 220 et 260C°.

Tableau V: Valeurs d'injection de vapeur.

Plateau	821 (A)	822 (A1)	822 (A2)	822 (B1)	822 (B2)	880 (A)	880 (B)
Vapeur directe (bar)	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1

821(A) : Réchauffeur.

880 (A) : Refroidisseur.

880 (B) : Bac tampon

822 (A1), 822 (A2) ; 822 (B1), 822 (B2) : Désodoriseur

Les analyses effectuées chaque 3 heures, puis chaque 2 heures sont les suivantes :

- Couleur de l'huile désodorisée.
- Acidité de l'huile désodorisée.
- Acidité des condensats.

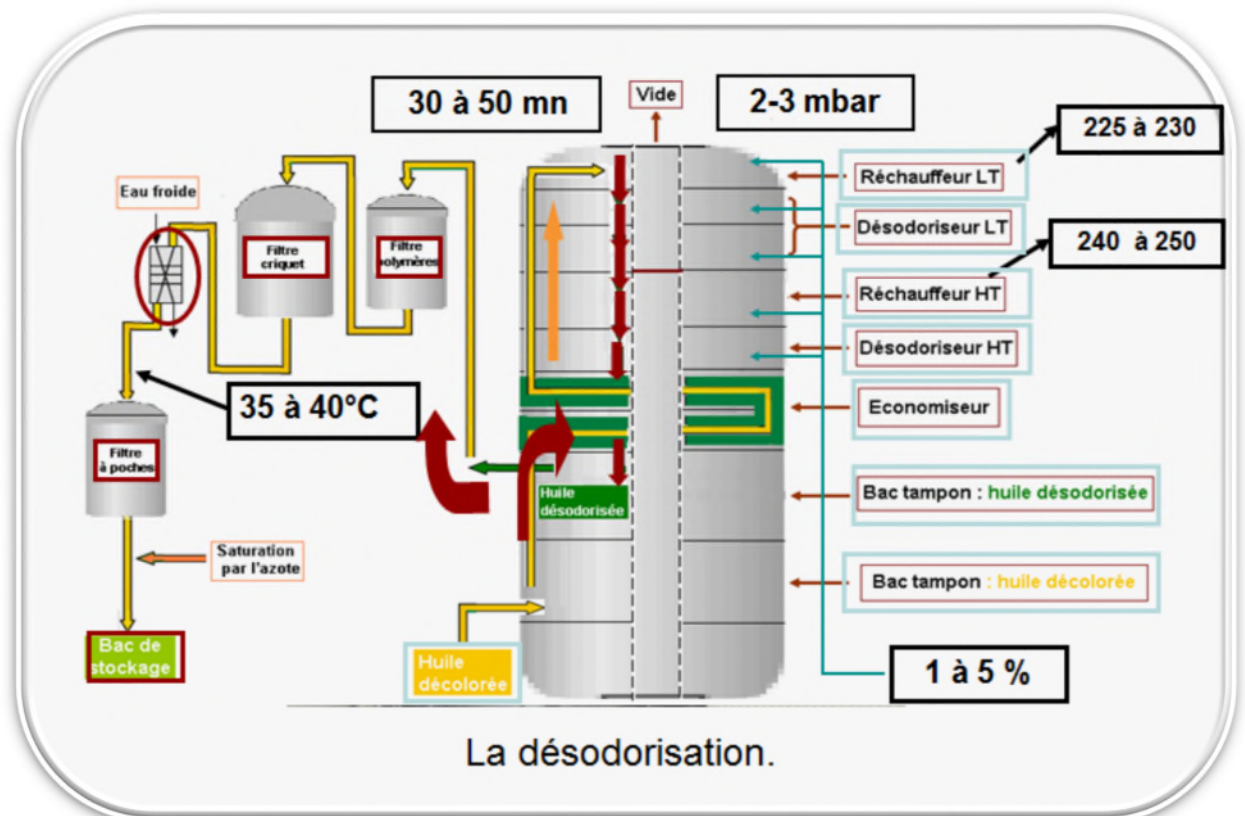


Figure N°06 : Description de la colonne de désodorisation (Cevital, 2014).

IV. Analyses physico-chimiques d'huile de soja

IV.1. Analyses chimiques

IV.1.1. Acidité (ISO 660,1996)

➤ Principe

Neutralisation des acides gras libres par une solution de soude en présence de L'indicateur coloré (phénophtaléine) selon la réaction suivante



➤ Mode opératoire

Dans un erlenmeyer, introduire 100ml d'alcool et quelques gouttes de phénophtaléine, pour neutraliser l'alcool jusqu'à l'apparition d'une couleur rose, puis ajouter 10g d'huile, chauffer la solution légèrement pour améliorer la réaction, puis titrer par une solution de NaOH à 0.1N jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante une dizaine de secondes.

L'acidité exprimée en (%) et donnée par la formule suivante :

$$A(\%) = V \times 0,282$$

Où :

V : volume de la chute de la burette (NaOH) en ml.

0.282 = $282 \times N/P$; 282g/mol : masse molaire de l'acide oléique.

N : normalité de NaOH (0.1).

P : prise d'essai (10g).

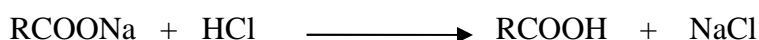
IV.1.2. Traces de savon (ISO 660,1996)

➤ Définition

C'est la teneur en oléate de sodium présente dans l'huile, elle est déterminée pour apprécier l'efficacité des séparateurs.

➤ Principe

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



➤ Mode opératoire

Dans une éprouvette, mettre 48 ml d'acétone ajustée à 50 ml avec de l'eau distillée, ajouter quelques gouttes du bleu de bromophénol. La solution obtenue doit être de couleur jaune, dans le cas où elle est bleue ou verte, titrer avec HCl acétonique à 0,01 N jusqu'à coloration jaune. Peser 10 g d'huile à analyser dans cette solution, agiter puis laisser décanter dans une ampoule à décanter pendant quelques secondes jusqu'à ce que l'émulsion se sépare en deux couches. Récupérer la couche supérieure qui sera colorée en bleu en présence de savon. Titrer avec HCl acétonique 0,01 N jusqu'au virage vers la couleur jaune.

➤ Expression des résultats

Les traces de savons exprimées en partie par million (ppm) est donnée par la formule suivante :

$$TS \text{ (ppm)} = \frac{Eq \times N \times V \times 1000}{P}$$

Où :

Ts: Traces de savon en ppm.

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

N : Normalité de HCl acétonique (0,01 N).

V : Volume de HCl acétonique en ml (chute de la burette).

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

IV.1.3. Teneur en phosphore (ISO 660, 1996)**➤ Principe**

L'huile et les phosphatides qu'elle contient sont calcinés en présence de zinc, le phosphore organique est transformé en phosphate de zinc qui sera ensuite dosé.

➤ Mode opératoire

Peser 3 g d'huile dans une capsule, ajouter 0.5 g d'oxyde de zinc. Calciner à 600°C pendant deux heures. Après refroidissement, ajouter 5 ml d'HCL concentré et 5 ml d'eau distillée, chauffer le mélange jusqu'à ébullition, laisser refroidir, filtrer la solution dans une fiole de 100 ml, neutraliser par la solution de KOH à 50%, il y'aura un précipité qui va se former, ajouter quelques millilitres d'HCL concentré jusqu'à l'obtention d'une solution limpide et amener à 100 ml avec l'eau distillée. Pipeter 10ml de cette solution dans une fiole

de 50 ml, ajouter 8 ml de sulfate d'hydrazine et 2ml de molybdate de sodium et amener à 50 ml avec l'eau distillée. Mettre au bain marie pendant 15 min, laisser refroidir. Faire un essai à blanc dans les mêmes conditions, lire l'absorbance à 650 nm et déduire de la courbe d'étalonnage la teneur en phosphore de la solution étudiée et de l'huile.

➤ **Expression des résultats**

La teneur en phosphore exprimée en pourcentage est donnée par la formule :

$$\text{Phosphore}(\%) = 10 \times (A - B) / P * V$$

A : Teneur en phosphore de l'échantillon (mg).

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

P : Poids de la prise d'essai (g).

V : Volume de la solution finale (10 ml).

IV.1.4. Acidité des pâtes de neutralisation (N E)

➤ **Principe**

Décomposition des savons par un acide fort (H₂SO₄) à 40 %, lavage de la matière sèche, centrifugation et titrage des AGL par la solution de NaOH à 1N.

➤ **Mode opératoire**

Peser 80g de la pâte de neutralisation dans un bécher de 1000ml, puis ajouter 400ml d'eau chaude, mettre sous chauffage avec agitation en même temps on ajoute graduellement 100ml d'éthanol, d'acide sulfurique(H₂SO₄) et de méthyle orange jusqu'à dissolution complète et décomposition avec précaution jusqu'à l'apparition d'un virage rouge.

Mettre le contenu du bécher dans une ampoule à décanter de 500ml et soutirer les eaux acide .A la fin, laver avec de l'eau salée chaude jusqu'à pH neutre des eaux de lavage, récupérer l'huile acide dans des tubes, puis centrifuger à 3000tours/ 5minutes .

Peser 5g d'huile dans un erlenmeyer qui contient déjà 75ml d'alcool et quelque gouttes de phénolphtaléine puis chauffer, titrer avec la soude (NaOH) à 1N jusqu'à l'apparition d'une couleur rose persistante.

➤ **Expression des résultats**

L'acidité des pâtes exprimée en pourcentage d'acide gras libre par rapport à la matière sèche est calculée par la formule suivante :

$$\text{Acidité}(\%) = \frac{N \times V \times 282}{10 \cdot P}$$

N : Normalité de NaOH.

V : La chute de burette.

P : Prise d'essai en gramme.

IV.1.5. Taux de matière grasse dans l'eau de lavage (NE)

➤ **Principe**

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

➤ **Mode opératoire**

Verser un volume d'eau de lavage, dans une éprouvette de 100 ml, ajouter quelques gouttes d'acide sulfurique qui favorise la séparation des deux phases et casser les émulsions, après lire le volume de l'anneau jaune qui représente la phase d'huile.

➤ **Expression des résultats**

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

Avec

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

VMG : Volume en ml de la matière grasse.

V Total : Volume en ml d'eau de lavage.

IV.2. Analyses physiques

IV.2.1. Couleur (ISO 15305, 1998)

➤ Principe

L'identification de la couleur de l'huile se fait avec un colorimètre (LOVIBOND) de marque PFX-i Series composé d'une série de verre, jaune et rouge sous forme de lame de couleur standard et de composition standard incolore et une cellule de verre à face parallèle.

Cette méthode, consiste à comparer la couleur de la lumière transmise à travers des lames colorées standardisées à partir des résultats de nombres d'unités rouges et jaunes nécessaires à l'obtention de la couleur convenable.

➤ Mode opératoire

Prélever un échantillon d'huile, remplir la cuve de lovibond. La couleur de l'échantillon est déterminée par une comparaison avec les lames de couleur standard.

➤ Expression des résultats

La couleur en unité (J/ R) est déterminée par la lecture des graduations.

IV.2.2. Teneur en humidité (ISO 662, 1998)

➤ Principe

C'est la perte en masse subie par l'échantillon après chauffage à 103°C ±2°C exprimée en pourcentage pendant 4 heures.

➤ Mode opératoire

Peser 20g de l'huile (M1), et peser le bécher vide (M0). Chauffer le bécher contenant (M1) dans l'étuve pendant une heure à une température de 103°C. Refroidir l'échantillon dans un dessiccateur ensuite peser le bécher (M2).

➤ Expression des résultats

La teneur en humidité exprimée en pourcentage est donnée par la formule :

$$\text{Humidité \%} = (M1 - M2) * 100 / (M1 - M0)$$

M1 : Poids du bécher et de la prise d'essai avant chauffage.

M2 : Poids du bécher et de la prise d'essai après chauffage.

M0 : Poids du bécher vide.

IV.2.3. Teneur en chlorophylle (ISO 660, 1996)

➤ **Principe**

La teneur en chlorophylle peut être mesurée par chlorométrie ou un dosage spectrométrique.

➤ **Mode opératoire**

Remplir la cuve d'huile à analyser. Lire l'absorbance de cette huile par rapport au tétrachlorure de carbone dans la cuve témoin à 630, 670 et 710 nm.

➤ **Expression des résultats**

Les teneurs en chlorophylle exprimées en ppm sont calculées comme suit :

$$\text{Chlorophylle (ppm)} = [A_{670} - (A_{630} + A_{710})/2] / 0,0964 \times L$$

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

L : la longueur de la cuve en centimètre (1.12 cm).

Résultats et discussion

I. Suivi de la qualité de l'huile de soja brute

L'analyse de l'huile brute, permet de déterminer les paramètres du raffinage à fixer pour avoir une huile stable et de bonne qualité.

Les résultats des analyses physico-chimiques de l'huile brute de soja sont résumés dans le tableau VI

Tableau VI : Résultats d'analyse de l'huile brute de soja.

Paramètre	Acidité (%)	Phosphore (ppm)	Humidité (%)	Chlorophylle (ppm)
Huile brute soja	0,96	108	traces	2
Normes	2	200	0,5	2

D'après les résultats obtenus, on constate que l'ensemble des paramètres mesurés (acidité, humidité, phosphore et chlorophylle) sont conformes aux normes de l'entreprise. Ceci peut être expliqué par les bonnes pratiques de traitement des graines de soja ainsi que l'opération d'extraction de l'huile, mais révèlent aussi l'absence d'altération au cours du stockage ou du transport, ce qui permet un bon déroulement des étapes du raffinage.

II. Optimisation de la température de l'étape de neutralisation

II.1. Variation de l'acidité de l'huile neutralisée

L'acidité d'une huile est un paramètre qualitatif important dans l'industrie, étant donné que la teneur en acides gras libres a un effet direct sur la stabilité de l'huile végétale (Sadoudi, 2014). L'acidification réduit la qualité et la valeur marchande de l'huile et engendre une baisse de productivité (Hubert et al., 2017)

La figure 07, illustre les résultats relatifs à la variation de l'acidité de l'huile neutralisée en fonction de la température.

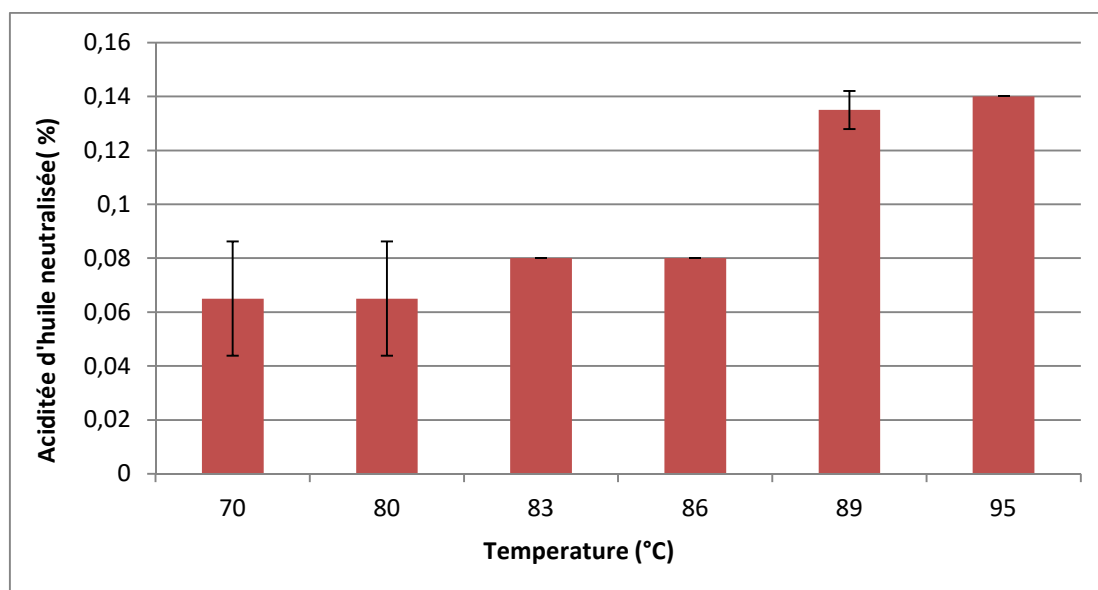


Figure N° 07: Variation de l'acidité de l'huile neutralisée en fonction de la température.

D'après les résultats obtenus, on note une diminution de l'acidité qui passe de 0,96% pour l'huile brute de soja à des valeurs comprises entre 0,06% et 0,14% pour l'huile neutralisée, ce qui explique la neutralisation et l'élimination d'une grande partie des AGL.

L'acidité la plus faible est observée à la température de 70 et 80 °C, alors que la plus élevée est enregistrée à la température de 95°C. Toutefois, l'ensemble des résultats obtenus sont conformes aux normes de l'entreprise où l'acidité de l'huile neutralisée ne doit pas dépasser 0,14%.

Donc, concernant l'acidité on peut recommander une température optimale de neutralisation qui de 70°C.

II.2. Variation des traces de savon

➤ Au niveau des Séparateurs (S2, S 3)

L'apparition des savons à la neutralisation est due à la réaction de saponification des acides gras libres par la soude (Cossut *et al.*, 2002; Werner *et al.*, 2010).

Les résultats des traces de savon dans l'huile neutralisée récupérée au niveau des séparateurs S2 et S3 sont présentés dans la figure 08

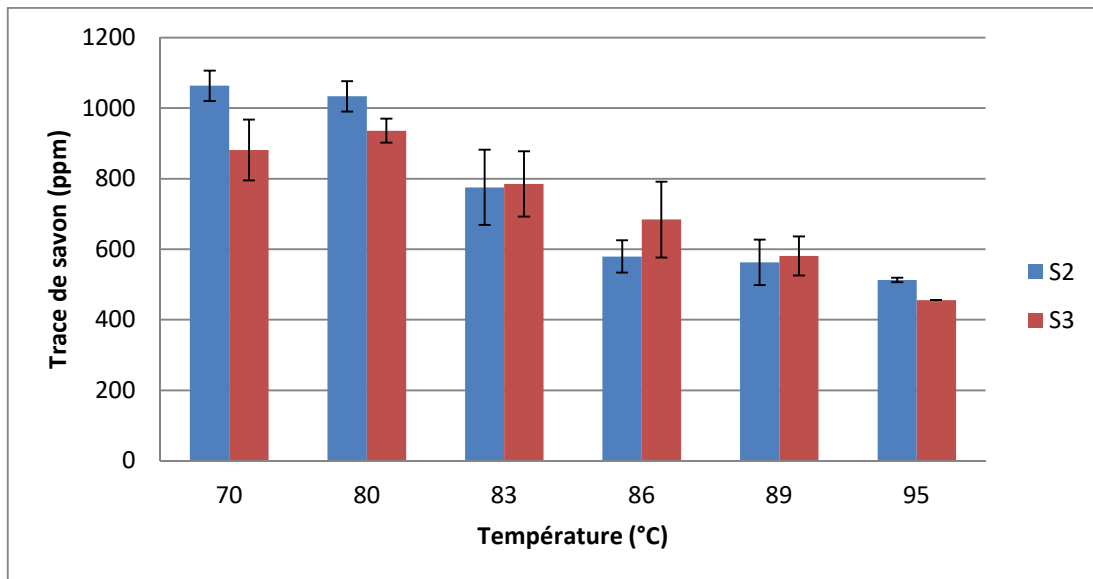


Figure N° 08: Variation des traces de savon dans l'huile neutralisée (S2, S3) en fonction de la température.

D'après la figure 08, les traces de savons dans l'huile neutralisée varient entre 512 et 1063ppm au niveau du séparateur S2 et entre 465 et 881ppm au niveau du séparateur S3.

On remarque que la variation des traces de savon est inversement proportionnelle à la température de la neutralisation; les valeurs les plus élevées sont enregistrées à la température de 70°C au niveau du séparateur S2 (1063 ppm) et à la température de 80°C au niveau du séparateur S3 (936 ppm), tandis que les teneurs les plus faibles sont obtenues à la température de 95 °C au niveau des deux séparateurs S2 et S3 avec 512 et 456 ppm respectivement.

➤ **Au niveau des Séparateur(S4,S5)**

Les résultats d'analyse des traces de savon obtenus au niveau des séparateur de lavage(S4,S5) sont illustré dans la figure(09) :

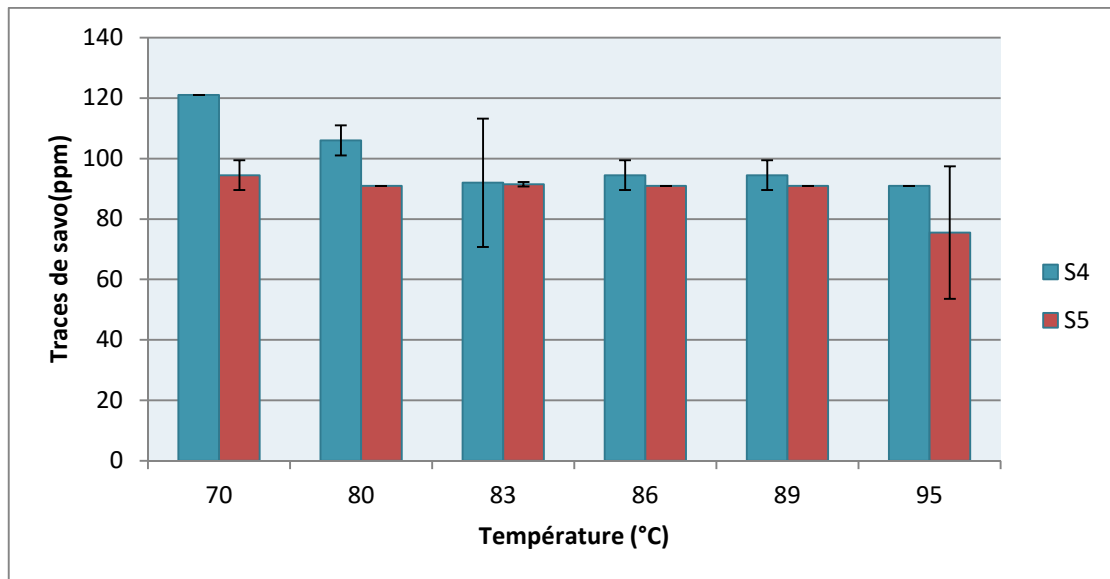


Figure N° 09: Variation des traces de savon dans l'huile neutralisée (S4, S5) en fonction de la température.

D'après les résultats représentés dans la figure 09, les traces de savon dans l'huile neutralisée varient entre 91 ppm et 121 ppm au niveau du séparateur S4 et entre 75,5 ppm et 94,5 ppm au niveau du séparateur S5.

Après séparation et lavage de l'huile neutralisée, les traces de savon sont toujours présentes mais avec des quantités plus faibles.

Un lavage à l'eau chaude (90°C) permet d'éliminer les savons mais pas totalement (Cossut, 2002 ; Werner, 2010).

Une teneur des traces de savon de 75,5 ppm, obtenue à la température de 95°C au niveau du séparateur (S5) peut être considérée comme la température de neutralisation qui permet d'avoir une huile neutralisée avec le minimum de traces de savon répondant ainsi aux normes de l'entreprise (<90 ppm).

Selon Denise, 1992. Des traces de savon importantes dans l'huile neutralisée peuvent provoquer des émulsions au cours des opérations ultérieures (lavage en particulier).

II.3. Variation de l'acidité des pâtes de neutralisation

La figure ci-dessous représente les résultats relatifs à la variation d'acidité de la pâte de neutralisation en fonction de la température :

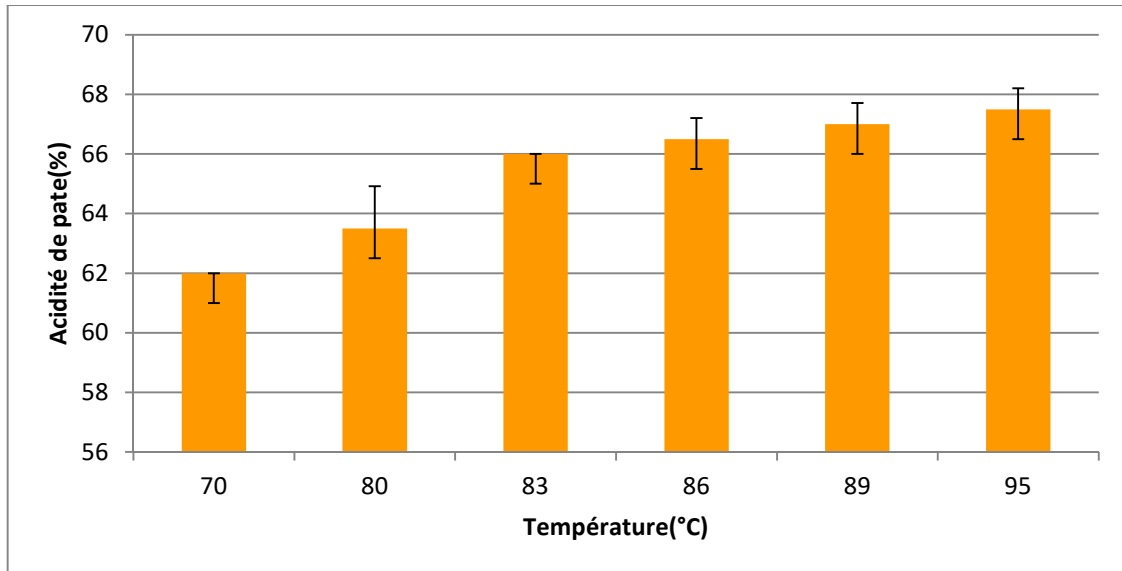


Figure N° 10: Variation de l'acidité des pâtes en fonction de la température.

D'après les résultats obtenus, on remarque que l'acidité des pâtes évolue proportionnellement avec l'augmentation de la température, l'acidité la plus faible (62%) est notée à la température de 70°C alors qu'à la température de 95°C l'acidité des pâtes atteint la valeur maximale de 68%. Ainsi la température de 95°C peut correspondre à la température optimale de neutralisation puisque le maximum des AGL sont éliminés dans les pâtes de neutralisation.

D'après **Dijkstra et Segers (2007)**, une bonne séparation du mélange (huile et pâte) s'effectue à la température 90°C.

II.4. Variation du taux de matières grasses dans les eaux de lavage

Les résultats du taux de matières grasses dans les eaux de lavage en fonction de la température sont résumés dans le tableau VII.

Tableau VII : variation du taux de matière grasse en fonction de la température.

Température (°C)	70	80	83	86	89	95
Taux de matière grasse (%)	3%	Traces	Traces	Traces	Traces	Traces

D'après les résultats du tableau (VII), on remarque que le taux de MG la plus élevé est obtenu à la température de 70°C et qui est équivalent à 3%, alors qu'aux températures comprises entre 80-95°C, le taux de MG enregistré est négligeable (traces). Par conséquent, la température de neutralisation qui permet d'avoir les plus faibles teneurs en MG dans les eaux de lavage est comprise dans l'intervalle 80-95°C.

III. Optimisation de la température de l'étape de désodorisation

III.1. Variation de l'acidité de l'huile désodorisée

Les valeurs de l'analyse d'acidité obtenue au cours de l'étape de désodorisation à des températures variables sont présentées dans la figure ci-après :

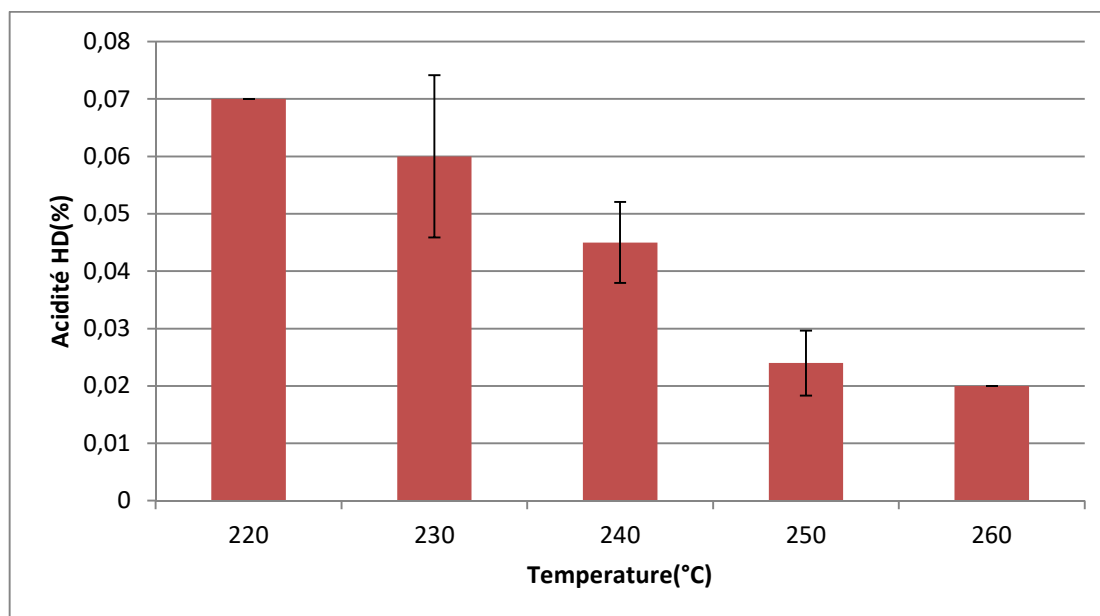


Figure N° 11: Variation de l'acidité de l'huile de soja désodorisée en fonction de la température.

La figure montre la variation de l'acidité en fonction de la température durant l'étape de désodorisation, les valeurs d'acidité obtenues sont comprises entre 0,02 % et 0,07% à des températures de désodorisation qui varient entre 220°C et 260°C. L'ensemble des résultats sont conformes aux normes de l'entreprise (≤ 0.12 %). Toutefois, il semble que la température optimale de désodorisation qui permet d'avoir la plus faible teneur en acidité est de 260° C.

On note une diminution de l'acidité de l'huile désodorisée en fonction de l'augmentation de la température. En effet, la désodorisation à haute température augmente la volatilité des substances à éliminer ce qui permet l'entraînement des acides gras libres (Platon, 1988 ; Kartika, 2005 ; Pages-xatart-pares, 2008 ; Werner et al.,2010).

III.2. Variation de la couleur jaune et rouge en fonction de la température

La variation de la couleur jaune et rouge de l'huile désodorisée en fonction de la température de désodorisation est présentée dans les figures ci-après.

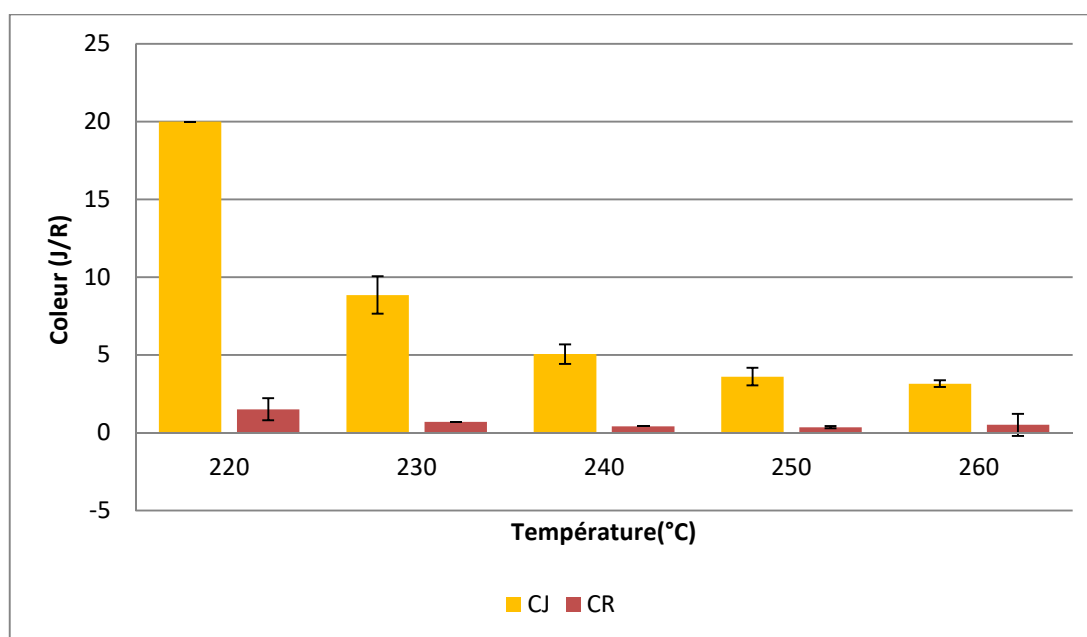


Figure N° 12: Variation de la couleur (J/R) de l'huile de soja désodorisée en fonction de la température.

D'après les résultats obtenus, on remarque une diminution de la couleur jaune et rouge en fonction de l'augmentation de la température.

- ❖ Pour la couleur jaune, une valeur maximale (20) est enregistrée à la température de 220°C, ce résultat ne répond pas aux normes de l'entreprise (12J). Probablement à cette température, l'effet thermique (Blanchiment thermique) de désodorisation n'a pas atteint la destruction des caroténoïdes puisque elle est effectuée à des températures supérieures à 200°C (**Werner et al., 2010**).

Cependant, les résultats obtenus dans l'intervalle de température compris entre 230 et 260°C, enregistrent des valeurs de la couleur jaune variant de 8,86 à 3,15, ce qui correspond aux normes de l'entreprise.

La valeur la plus faible (3,15) est obtenue à la température de 260°C.

- ❖ Pour la couleur rouge, les résultats obtenus montrent une diminution de la couleur de l'huile désodorisée qui passe de 1,5 (T° de 220°C) à 0,35 (T° de 250°C).

On note que la valeur maximale de 1,5 obtenue à la température de 220°C n'est pas conforme aux normes de l'entreprise (1,2R), contrairement aux autres valeurs obtenues dans l'intervalle de température compris entre 230-260°C. Toutefois, la valeur la plus faible (0,35) est obtenue à la température de 250°C.

D'après la comparaison entre les valeurs de la couleur (J/R) de l'huile de soja désodorisée, on constate que la décomposition des pigments exige une température de désodorisation de 250°C ou on a observé de meilleurs résultats (3,6 J/0,35 R).

III.3. Acidité des Condensats

La variation de l'acidité des condensats en fonction de la température de désodorisation est représentée dans la figure 13.

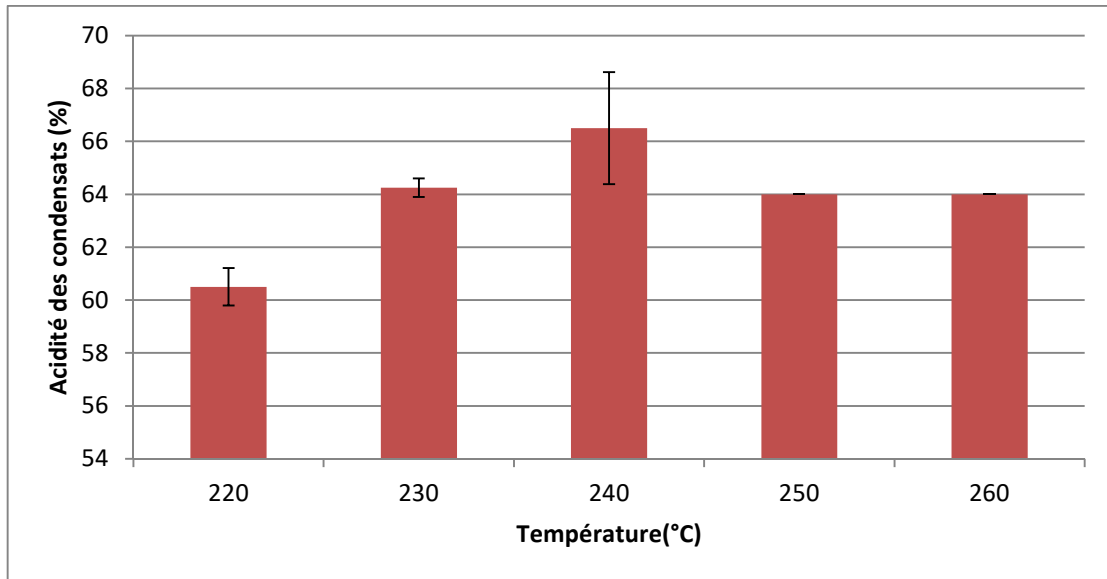


Figure N° 13 : Variation de l'acidité des condensats en fonction de la température.

D'après les résultats on remarque une augmentation d'acidité des condensats en fonction de la température jusqu'à atteindre une valeur maximale de 66,5% observée à la température de 240°C, puis une diminution d'acidité des condensats aux températures de 250°C et 260°C.

D'après **Denise(1992)**, l'huile récupérée dans les condensateurs de vapeur présente généralement une acidité de 25 à 60%.

La figure 14, démontre la relation entre l'acidité de l'huile désodorisée et celle des condensats :

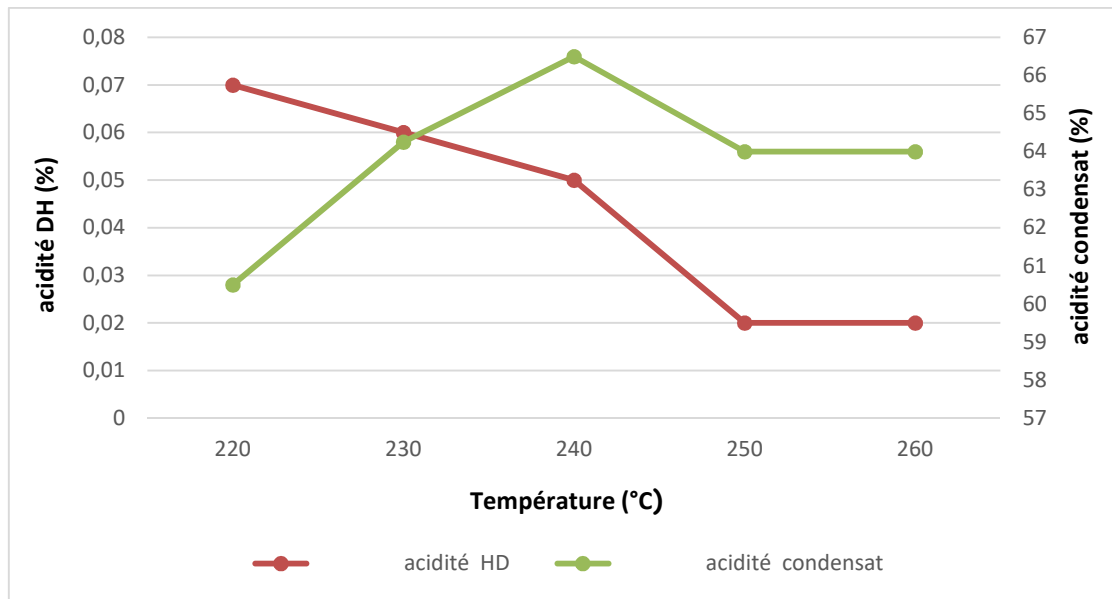


Figure 14 : Relation entre l'acidité de l'huile désodorisée et l'acidité des condensats.

D'après la figure 14, on constate une évolution inversement proportionnelle entre l'acidité de l'huile désodorisée et celle des condensats en fonction de la température.

En effet, au cours de la désodorisation, les AGL sont entraînés par le biais du vide et de la température élevée dans la colonne de désodorisation où ils sont récupérés aux niveaux des condensats.

De ce fait, l'acidité de l'huile désodorisée diminue et celle des condensats augmente.

Conclusion

Conclusion

La préparation d'une huile de soja brute en vue de sa commercialisation et sa consommation en se fait par élimination des substances indésirables au cours d'une succession d'étapes de processus du raffinage.

L'optimisation du processus de raffinage dans le pour but d'éliminer le maximum possible d'impuretés en minimisant les pertes en huile neutre, donc l'objectif de toutes les industries du raffinage est de produire une huile conforme à moindre coûts possible.

Notre étude a pour but le suivi de la qualité de l'huile de soja produit par le complexe alimentaire Cevital par l'optimisation de la température au niveau de deux étapes principale du raffinage chimique qui sont la neutralisation et la désodorisation.

L'analyse physicochimique de l'huile brute de soja (acidité, humidité, chlorophylle et phosphore) indique sa conformité aux normes de l'entreprise.

Les essais d'optimisation de la température ont donné les résultats suivants :

❖ Au niveau de la neutralisation

L'huile neutralisée présente une meilleur acidité (0,06%) à la température compris entre 70 et 80°C, alors que les plus faibles teneurs en traces de savon (75,5ppm), et le taux d'acidité des pates de neutralisation le plus élevé (67,5%) sont obtenus à la température de 95°C. Toutefois, la température optimale qui permet d'avoir les plus faibles pertes en huile dans les eaux de lavage est comprise entre 80-95°C.

❖ Au niveau de la désodorisation, l'huile désodorisée présente l'acidité et la couleur jaune la plus faibles (0,02% et 3,15J respectivement) à la température de 260°C, alors que la couleur rouge la plus petite (0,35) est enregistrée à la température de 250°C.

Grace au stage effectué au niveau de la raffinerie des huile du complexe agroalimentaire « **Cevital spa** », nous avons suivi le processus du raffinage chimique de l'huile de soja plus particulièrement au niveau de l'étape de neutralisation et désodorisation, tout en contrôlons la qualité de l'huile au niveau de laboratoire d'analyse .Ce travail nous a permis d'acquérir et d'approfondir des connaissances théoriques et pratiques dans le domaine

de la technologie des corps gras, et de comprendre la transformation des huiles alimentaire a l'échelle industrielle.

En perspective, il serait intéressant de compléter ce travail par l'essai d'optimisation d'autres paramètres tels que le temps de séjour, la pression le débit de vapeur...Ainsi que d'autres analyses peuvent être effectuées, à savoir le taux d'impuretés, les pertes en vitamine.

En plus, on suppose de réaliser plusieurs essais, avec un suivi d'autres huiles végétales (colza, tournesol...).

Références Bibliographiques

B

Ballerini D. (2006). *Les biocarburants : état des lieux, perspectives et enjeux.* Paris. (348P).

Bauer W., Badoud R., et Etournaud A. (2010). Science et technologie des aliments : Principe de chimie des constituants et de technologie des procédés. Première édition, Presses polytechnique et universitaire romandes. (216p).

Boisleve J.B. (2010). *Le soja.* HOLOSYS. Conseils & formation, Santé-Relations humaines. France.pp.1-21.

Branger A., Recher M., et Roustel S.(2007). Alimentation et processus technologiques. Educagri éducations, Dijon. France. (293P).

C

Camacho,M.L.(1999).Fats and Oil Characteristics and Composition American Soybean Association .pp.1-5.

Casamiro-Soriguer,J.L.(1999).Déodorisation des graines végétale.American Soybean Association.pp.1-49.

Cheftel J-C et Cheftel H. (1977). Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. Edition : Tec et doc. Lavoisier. Paris. 303p.

Čmolík Jiří .(2000).Physical refining of edible oils .In Lipid Science and Technology.pp.472-486.

Cossut J., Defrenne B., Desmedt C., Ferroul S., Garnet S., Roelstraete L., Vanuxeem M., et Vidal D.2002.Les corps gras : Entre tradition et modernité. pp.111.

D

Debruyne I.(2001).Transformation et aspects industriels, technique de l'ingénieur, traité agroalimentaire 6030. pp. 1 – 12.

De Greyet W,et Kallens M.(2005).Deodorisation .part5.Edible Oil Fat Products :processing technologie.(656p) .

Denise J .(1992). Raffinage Des Corps Gras .In: « Manuel Des Corps Gras ». Tome 2. éd Tec et Doc-Lavoisier. Paris.pp77.

Devillers PH ., Thébault J .,Mathellier B., et al.(2010).Huile végétales :Guide d'aide a l'application des meilleures technologies disponible (document électronique),http://iterg.com/IMG/pdf/guide_mtd_iterg_2.pdf.

Dijkstra A. J. (2013). *Edible Oil Processing from a Patent Perspective*.Ed Springer New York Heidelberg Dordrecht. London. (140P).

Dijkstra,Segers J.C.(2007).Production and refining of oils and fats.In .The Lipide Handbook with CD-ROM,pp.143-251.

Dubois V., Breton S., Linder M.2008.Proposition de classement des sources végétales d'acides gras en fonction de leur profil nutritionnel. *Oléagineux Corps gras Lipides* .pp.56-75.

E

Evrard J ., Pages- Xatart -Pares X., Argenson C., et Morin O.(2007).Procédés d'obtention et compositions nutritionnelles des huiles de tournesol, olive et colza . Cah.Nutr.Diét.42 :1S13-1S23.

F

FrenoL M et Vierling E. (2001). *Biochimie des aliments : diététique du sujet bien portant* 2^{ème} éditions. CRDP AQUITAINE. (297 P).

Froncois R. (1974). *Les industries des corps gras*. Ed Tec et Doc, Lavoisier.Paris. (431P).voisier. Paris. (1579P).

G

Géorges Hémon., Pierre Yves Vigneron .,Bernard Stoclin., et Joel Caigniez.(2001).Etude de desodorisation de l'huile de colza à l'aide de la méthodologie de la surface de réponse.Revus européenne de science et technologie des lipides.103(7).pp.467-477.

Gibon V., DE Kock J.,DE Grety W., et Kellens M.(2005) .Développement récente de raffinage et modification :élimination des contaminants dans les huiles alimentaires et réduction de taux d'acides gras trans .Vol 12 .pp.378-384.

Gibon V et Tritiaux A .(1997).Raffinage la désodorisation à la carte. Oléagineux Corps Gras Lipides. Vol.4.pp.45-51.

Gibon V et Tirtiaux, A.(1998).Un raffinage SOFT, Oléagineux Corps gras Lipides, 5.pp.371.

Gornay , J .(2006). Transformation par voie thermique de triglycérides et d'acides gras. Application a la valorisation chimique des déchets lipidiques. These de doctorat en génie des procédés et des produits. Institut National Polytechnique De Lorraine. Discipline Génie des procédés.318p.

H

Hammond E G., Johnson L A., Caiping S U., Wang t., et Pamela J. 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.pp.577-641.

Horr T. (2012). Raffinage d'huiles. 21p.

Hubert Domonhédó., David Cros., Léfi Nodichao .,et Norbert Billotte.(2017). Corneille Ahanhanzo. Centre de Recherches Agricoles Plantes Pérennes (CRAPP). Institut National des Recherches Agricoles du Bénin. BP 1 Pobè (Bénin). Enjeux et amélioration de la réduction de l'acidité dans les fruits mûrs du palmier à huile, *Elaeis guineensis* Jacq.pp.55-65.

J

Jacques B.(2010).Le soja .Conseil & Formation Santé-Relation humaines. pp.1-21.

Jawad IM.,Kochlar SP., et Hudson B.JF.(1983).Caractérisation de qualité de l'huile de soja raffinée physiquement :effet du temps et de la température de prétraitement et de traitement.18(3),pp.353-36.

K

Karleskind, A., Wolff, J.P., et Guthmann J.F. (1992).Manuel des corps gras, Lavoisier TEC & DOC, Paris.p.800-980.

Kartika.(2005). Thèse de doctorat : Nouveau procédé de fractionnement des graine de tournesol : expression et extraction en extracteur bi-vis, purification par ultrafiltration de l'huile de tournesol. Institut national polytechnique de Toulouse : 333p.

L

Lacoste F.,Lechat H., X. Pages X., J.N. Arnaud, E. Brenne, B. Soulet, B. Camisuli, C. Birot, S. Fazeuilh et J. Escabasse.(2005).Itegr, Institut des Corps Gras.Contrôle des composés indésirables dans les huiles végétales et mise en place d'observatoires. *OCL* 2005 ; 12(5-6),pp.372–377.

Lambert,J. (2006).les huiles végétales :2000 plantes oléagineuses répertoriées .institut français des huiles végétales pures.pp. 17.

M

Maza UN., Ormsbee RA., et Strecker LR.(1992).Effet des parametres de desodorisation et de raffinage a la vapeur sur la qualitée de l'huile finale.Journale de Societe American des Chimistes pétroliers 69(10).1003-1008.

Mohtadji et lambalais C (1989). Les aliments ED Maloine. pp.94-102.

Morin O., Birot C., Pages X., Gaud M., Fazeulh S.,et Gouband M.(2010). *Raffinage des huiles et des corps gras et élimination des contaminants.*

Institut des corps gras. France.

Multon J-L.(2002).Industrie des corps gras. In .Additifs et auxiliaires de fabrication dans les industries agroalimentaire.3éme édition. Tec et Doc. Lavoisier. Paris.pp.628-636.

O

O'Brien R. D.(2009). *Fat and oils, formulating and processing for applications.* Taylor & Francis Group.pp. 8-10.

P

Pages-Xatart-Pares.(2008).Technologie des corps gras (huiles et graisse végétale) .Edition T.I.pp.1-19.

Pages X.,Morin O.,Birot C.,Gaud M., Stéphane Fazeuilh S et Gouband M.(2010).Raffinage des huiles et des corps gras et élimination des contaminants Qualité et Sécurité Sanitaire, *OCL* 2010 ; 17(2).pp.86–99.

Platon J F. (1988). Raffinage de l'huile de soja. American soybean association, united soybean board. 30 p.

R

Rasolohery C .A .(2007).Etude de la variation de la teneur en isoflavons et de leur composition dans le germe et le cotyledon de la graine de soja .These de doctorat de l'institut National Polytechnique de Toulouse,France.pp.13 -43.

Régis J., Joffre F et Fine F. (2016). Impact de la trituration et du raffinage sur la teneur en Micronutriments des huiles végétales de colza, soja et tournesol. Consommations et fonctionnalité des lipides : *nouveaux horizons*. OCL, 23(3) D302, DOI: 10.1051/ocl/2016010.

Roussel M. (2006). *Les miracles du soja*. Ed Alpen. France. (95P).

Russel J.(1996). Technique paper: The refining of soybean oil to optimum quality. *Grasas y aceites*, N°4, vol 47. pp. 275-283.

S

Sadoudi R.(2014). Consequences metabolique de la consommation de l'huile de tournesol thermooxydee chez le rat blanc.These de doctorat des Sciences Agronomique.technologie alimentaire et Nutrition humain.(150p).

Sarr P. (2009). *Contrôle de conformité de la qualité des huiles végétales Conditionnées par la Suneor de Dakar aux normes internationales*. Mémoire de Master II en qualité des aliments. Ecole inter-états des sciences et médecine vétérinaire.

Scarpellini, A. (Bologna Univ. (Italy). Dipartimento di Scienze degli Alimenti)**Cerretani, L.** (Bologna Univ. (Italy). Dipartimento di Scienze degli Alimenti)**Bendini, A.** (Bologna Univ. (Italy). Dipartimento di Scienze degli Alimenti)**Gallina Toschi, T.** (Bologna Univ. (Italy). Dipartimento di Scienze degli Alimenti).**2005.** Effet de l'acidité libre sur la stabilité à l'oxydation d'une huile neutralisée .V44.N .433.pp. 22-25.

Stacey G., Vodkin L.,Parrott W.A.,et Shoemaker R.C.(2004).National Science Fondation-sponsored Workshop Report .Draft Plan For Soybean Genomics .Vol.135,Americann Society of Plant Biologists.pp59-70 .

Sook-Chin Chew a., Chin-Ping Tan b., et Kar-Lin Nyama.(2017).Separation and Purification Technology .pp.144–151.

Syed Tufail Hussain Sherazi et Sarfaraz Ahmed Mahesar and Sirajuddin.(2016).Vegetale Oil Deodorizer Distillate :A Riche Source of the Natural Bioactive Components. J.pp.957-966 .

V

Verleyn T., Sosinska U., Ioannidou S., Verhe R., Dewettinck K., Huyghebaert A., et De Greyt W. (2002). Influence of the vegetable Oil Refining Process on Free and Esterified Sterols. Department of Organic Chemistry and Food Technology and Nutrition. JAOCS. Vol. 79. pp. 947-952.

W

Werner J., Bauer., Badoud R., et Loliger J. (2010). *Science et technologie des aliments, Principe de chimie des constituants et de technologie des procédés*. Ed Lausanne : presse polytechniques et universitaire romandes. (720P).

Wolf J. P. (1992). Manuel des corps gras. Ed. Lavoisier Paris. ISBN. pp. 806-985.

;

Règles normatives

ISO 660.1996. Méthode d'analyse des corps gras. Détermination de l'acidité 2^{ème} édition.

ISO 3961.1996. Méthodes d'analyse des corps gras. Détermination de chlorophylle.

Méthode off Ce 13d-55.

ISO 662.1998. Méthodes d'analyse des corps gras. Détermination du taux d'humidité.

2^{ème} édition.

ISO 15305.1998. Méthodes d'analyse des corps gras. Détermination de la couleur. 1^{ère} édition.

ISO 660.1996. Méthodes d'analyse des corps gras. Détermination des traces de savon.

Méthode off 17-95.

ISO 660.1996. Méthodes d'analyse des corps gras. Dosage des phosphores Ca 12-55.

Annexes

I. Implantation et présentation

Cevital Agro-Industrie est le leader du secteur agroalimentaire en Algérie, créée en Mai 1998 par l'entrepreneur Issaad RABRAB, avec une raison sociale « Société Par Actions » au capital privé de 68,760 milliards de DA. Il est implanté dans l'enceinte portuaire de Bejaia et s'étend sur une superficie de 45000m².

Il est constitué de différentes directions et services qui sont présentées dans l'organigramme ci-dessous :

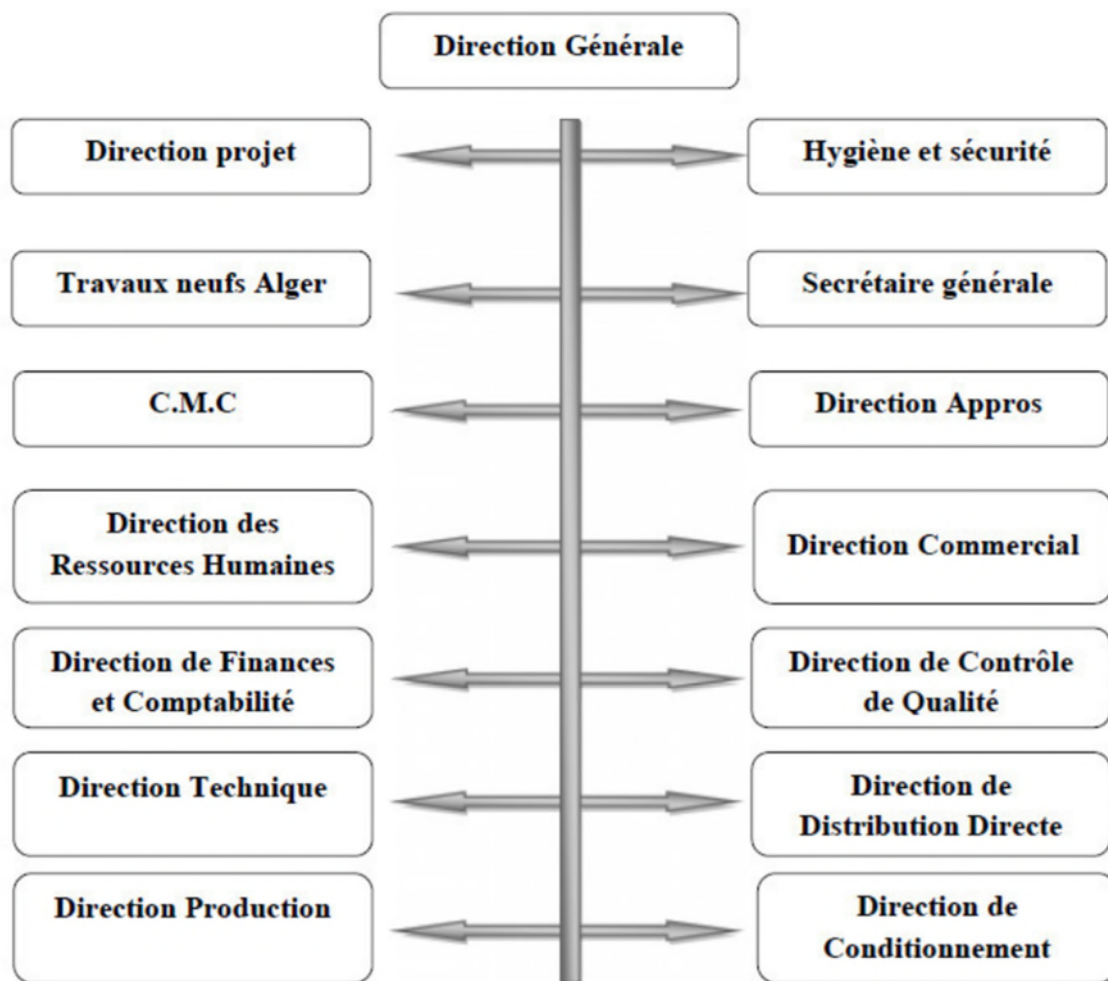


Figure N°01: Organigramme du complexe Cevital.

II. Activités

Le complexe Cevital est composé de plusieurs unités de production. Ces principales activités sont regroupées dans le tableau suivant :

Tableau I : Différentes activités du complexe **Cevital**.

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

III. 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 1000 tonnes/jours, de marque WESFALIA et DESMET(Belgique). Les différentes huiles brutes traitées par **Cevital** sont représentées dans le tableau suivant :

Tableau II: Différents types d'huiles traitées par **Cevital**.

Huile	Traitement
Huiles fluides soja, colza, tournesol	Nécessitent un raffinage physique et chimique
Huiles hydrogénées HBO : Huile de soja hydrogénée. HPO : Huile de palme hydrogénée. CPO : Huile brute de palme. ODF : Oléine Doublement Fractionnée.	Subissent uniquement un raffinage physique
Stéarine	Huile destinée à la production de la margarine, provenant du fractionnement de l'huile de palme par cristallisation à sec à 28°C.

III.1. Huiles produites par Cevital

Cevital a lancé plusieurs variétés d'huiles sous différentes appellations commerciales qui

Sont :

- FLEURIAL : 100 % tournesol commercialisée depuis août 1999.
- SOYA : 100 % soja commercialisée depuis septembre 1999.
- CANOLA : 100 % colza commercialisée depuis fin septembre 1999.
- OLIVIA : Huile d'olive conditionnée.
- OLEOL : 60 % tournesol + 40 % soja.
- FRIDOR : Fraction tournesol + Oléine doublement fractionnée selon la saison.
- ELIO 2 : Soja + Oléine doublement fractionnée selon la saison.
- FLEURIAL PLUS : 100 % tournesol + vitamines A, D et E.

III.2. 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.

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

Quatre chaînes de conditionnement sont disponibles :

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

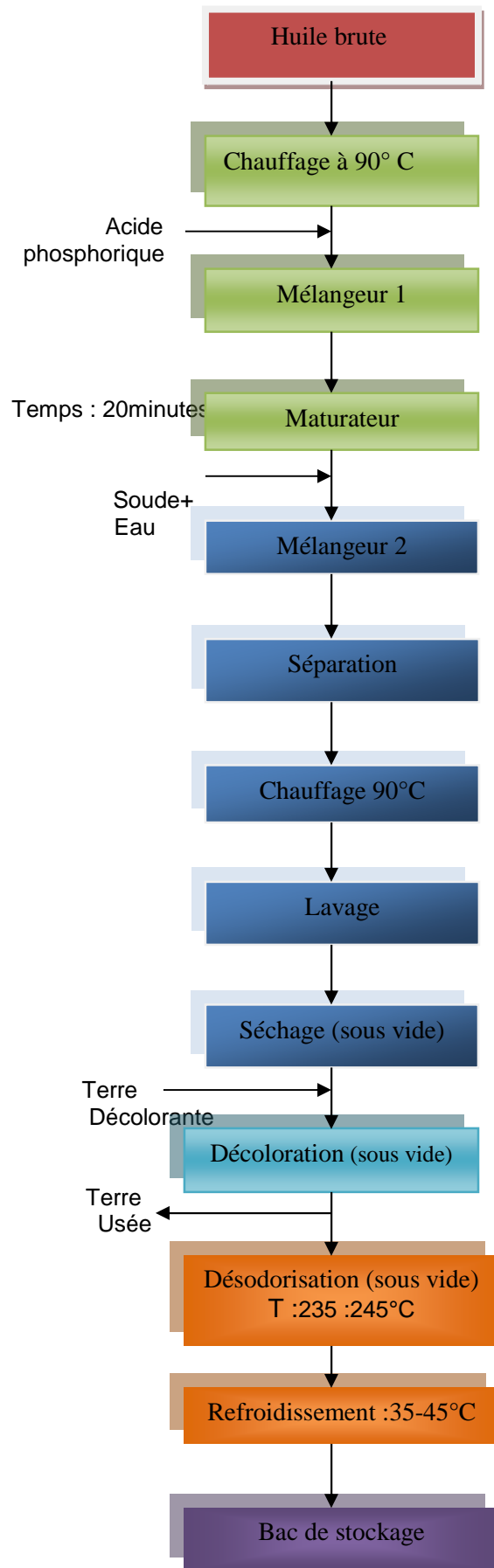


Figure N° 02 : Diagramme de fabrication du soja.

Résumé

L'huile brute de soja, extraite de la graine de soja nécessite, pour obtenir une huile comestible, le passage obligatoire par le traitement de raffinage. L'objectif de la présente étude est l'essai d'optimisation de la température de la neutralisation et de la désodorisation au cours du raffinage chimique de l'huile de soja réalisé au niveau du complexe **Cevital**.

Les résultats obtenus indiquent que la température de 95°C peut être recommandée comme température optimale de neutralisation (valeur faible en traces de savons et pertes en huile), alors qu'au niveau de la désodorisation, la température optimale est de 250 à 260°C.

Mots clés

Huile de soja, raffinage, optimisation, température, neutralisation, désodorisation.

Abstract:

The crude soybean oil extracted from soybean beans requires to obtain edible oil, the transition by the processing refining. The objective of this study is to optimize the neutralization and deodorization temperature during the chemical refining of soybean oil in the **Cevital** complex.

The results obtained indicate that the temperature of 95 ° C can be recommended as the optimal neutralization temperature (low value in soap traces and oil losses), whereas at the level of deodorization, the optimum temperature is 250 to 260 ° C.

Keywords

Soybean oil , refining, optimization, temperature, neutralization, deodorization.