

République algérienne démocratique et populaire
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique
Université a. Mira de Bejaia



Faculté de Technologie
Département de Génie des procédés
Laboratoire des huile CO.G.B La Belle de Bejaia

Mémoire EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE Master

Domaine : Science et Technologie Filière : Génie des Procédés
Spécialité : Génie des procédés de l'environnement

Présenté par

- Melle ZEROUKLANE Sabiha
- Melle HAMICHE Sihem

Thème

Huile alimentaire des graines de soja, Extraction et caractérisations physique-chimiques

Soutenue le 04/07/2022 Devant le jury composé de :

Nom et Prénom	Grade		
M ^{me} BOURAS Kahina	MCA	Université de Bjaia	Présidente
M ^{me} HATTOU Aziza	MCA	Université de Béjaia	Examinatrice
M ^{me} BELAID Taous	MCA	Université de Béjaia	Encadrant
M ^r ADDAR Meziane		CO.G.B la belle	Co. Encadrant

Année Universitaire : 2021/2022

REMERCIEMENTS

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

Mes remerciements vont aussi à ma promotrice Mme BELAID Taous, pour avoir accepté de m'encadrer et de me diriger, et pour m'avoir permis de bénéficier de ses conseils éclairés tout au long du développement de mon travail.

Je tiens aussi à remercier toute l'équipe du laboratoire de CO.G.B la belle de Bejaia en particulier Mme HAMMICHE Djamilia, Mr ADDAR Meziane, je n'omettrais pas de remercier le directeur de l'entreprise pour m'avoir ouvert les portes de son entreprise afin de pouvoir finaliser mon travail.

Je remercie les membres du jury, d'avoir accepté d'évaluer mon travail, que je dédie a toute la promotion 2émeannée master génie des procédés de l'environnement.

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

DEDICACE

Je dédie ce modeste travail Celle qui m'a comblé d'amour, de soutien et de tendresse. A vous mon signe de douceur, de joie et de bonheur, à vous ma volonté, ma fierté et mon honneur : Ma Mère A celui qui a consacré toute sa vie pour me guider et m'assister : Mon Père Je souhaite qu'ils trouvent à travers ce mémoire le faible témoignage de leurs efforts et de leurs sacrifices. A mes frères Aziz, Karim, Mourad, Mustapha et mes sœurs Saida, Karima, Nacira, Hassiba. A toute la famille ZEROUKLANE.

A tous mes amis que j'aime en particule « Mohand », merci pour tous ce que vous faites pour moi.

A mon binôme Sihem ainsi qu'à toute la promotion master 2 génie des procédés de l'environnement.

Sabiha

DEDICACE

Je dédie ce modeste travail Celle qui m'a comblé d'amour, de soutien et de tendresse. A vous mon signe de douceur, de joie et de bonheur, à vous ma volonté, ma fierté et mon honneur : Ma Mère A celui qui a consacré toute sa vie pour me guider et m'assister : Mon Père Je souhaite qu'ils trouvent à travers ce mémoire le faible témoignage de leurs efforts et de leurs sacrifices.

A mes frères et sœurs.

A toute la famille HAMICHE .

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

Sihem

Liste des abréviations

Up7 : Unité de Production Numéro 07.

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

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

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

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

Spa : Société par action.

PE : Prise d'essai.

pH : Potentiel en hydrogène.

MTD : Matière totale.

ISO : International System Organisation.

PEHD : le polyéthylène Haute densité.

PEBD : le polyéthylène basse densité.

PET : le polyéthylène téréphtalate.

LMR : Limite maximale de résidus.

AGL : Acide gras libre.

Liste des figures

Figure I.1: la plante de soja et les graine de soja.....	[1]
Figure I.2□: Description macroscopique de la graine de soja	[1]
Figure I.3: Composants de la graine de soja.....	[2]
Figure I.4: Procède d'extraction de l'huile de soja	[6]
Figure II.1: Composition de l'huile de soja en acides gras	[9]
Figure II. 2 : Indicateur de colmatage.....	[12]
Figure II.3: Terre décolorante utilisée (Tonsil).....	[13]
Figure II.4 : Raffinage chimique des huile.....	[15]
Figure II.5 : les étapes du raffinage au niveau de CO.G.B.....	[16]
Figure III.1 : Un colorimètre visuel permettant la mesure de couleur des liquides.....	[23]

Liste des tableaux

Tableau I-1 : Composition de la graine de soja en acide gras.....	[2]
Tableau I-2 : Profil des acides gras contenus dans les fractions de graines de soja.....	[3]
Tableau I-3 : Composition chimique et physique de l'huile de soja	[7]
Tableau I-4 : Composition de l'huile de soja en acides gras	[7]
Tableau II-1 : L'opération élémentaire du raffinage et leurs effets sur les constituants mineurs et les contaminants.....	[14]
Tableau III-1 : Analyses effectuées aux différents types des huiles.....	[18]
Tableau IV-1 : résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile brute de soja.....	[25]
Tableau IV-2 : résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile de premier lavage	[26]
Tableau IV-3 : résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile décolorée.....	[27]
Tableau IV-4: résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile désodorisée.....	[29]
Tableau IV-5 : résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile conditionnée.....	[30]

Introduction générale

Introduction générale

Les huiles et les graisses ont toujours constitué une part importante de l'alimentation Humaine [1]. Les huiles végétales offrent un large choix tant au niveau du goût, de l'utilisation, du prix, que de la qualité. Quelle que soit l'huile, la teneur lipidique reste identique : environ 100 %, soit près de 900 kcal/100 ml. La différence entre les diverses huiles réside dans la qualité des acides gras qui les composent. Selon leur nature, elles sont plus ou moins riches en certains acides gras polyinsaturés qui sont dits "essentiels" car notre organisme ne peut pas les synthétiser. Elles constituent également la meilleure source de vitamine E connue pour ses propriétés anti oxydantes [2].

Cependant, de plus en plus soucieux de leur ligne et de leur équilibre alimentaire, les consommateurs (surtout les jeunes générations) tendent à réduire leur consommation de matières grasses. Face à cette crise, les industriels font preuve d'originalité en proposant des produits de plus en plus axés d'une part sur la praticité d'utilisation, et d'autre part, sur le côté naturel et authentique [3].

Parmi ces produits, l'huile de soja qui provient d'une huile brute et qui nécessite, pour obtenir une huile comestible, le passage obligatoire par le traitement de raffinage [4]. Ce traitement doit garantir au consommateur un produit d'aspect engageant, neutre de goût, résistant à l'oxydation, adapté à l'emploi désiré et débarrassé de ses substances toxiques ou nocives. Il doit respecter au mieux un certain nombre de composés qu'il est souhaitable de conserver dans le produit final [5].

Afin d'assurer cette qualité, il est essentiel de comprendre comment les propriétés des corps gras influencent les procédés de fabrication et les caractéristiques du produit fini [1].

Dans l'objectif de faire un suivi et contrôle des paramètres physico-chimiques de huile végétale « soja », raffinée par le procédé chimique à différents niveaux « l'huile brute, dégommée, décolorée et désodorisée » en vue d'un meilleur contrôle de la qualité, nous avons effectué un stage pratique au niveau du complexe CO.G.B (la belle) de Bejaïa.

Ce mémoire est organisé en deux parties : Une partie bibliographique consacrée à la description de la matière première et à l'extraction de l'huile de soja ainsi que le procédé de raffinage chimique. 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 en comparaison aux normes d'entreprise.

Partie théorique

Chapitre I : Etude de la matière première et Extraction de l'huile de soja

Chapitre I : Etude de la matière première et Extraction de l'huile de soja

I- Définition :

Le soja, *Glycine max* (L) Mer, est une plante de la famille des légumineuses, sous famille des papilonoideae, tribu des phaseoleae, largement cultivée pour ces graines oléagineuses qui fournissent la principale huile alimentaire consommée dans le monde [6].

I-1- La plante :

Elle est annuelle, herbacée, dressée, et peut atteindre une hauteur de 1,5m. La gousse est droite ou légèrement courbée, d'une longueur de deux à sept centimètres. Elle est formée par les deux moitiés du carpelle, soudées le long de leur bord dorsal et ventral.



Figure I-1 : La plante de soja et ses graines

I-2-La graine :

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



Figure I-2 : Description macroscopique de la graine de soja.

Les graines de soja constituent une excellente source de protéines de haute valeur nutritive et d'acide aminés. De plus le soja contient 20% en masse de lipides avec l'huile de soja, la figure I-3 montre les valeurs des pourcentages des constituants de la graine de soja [7].

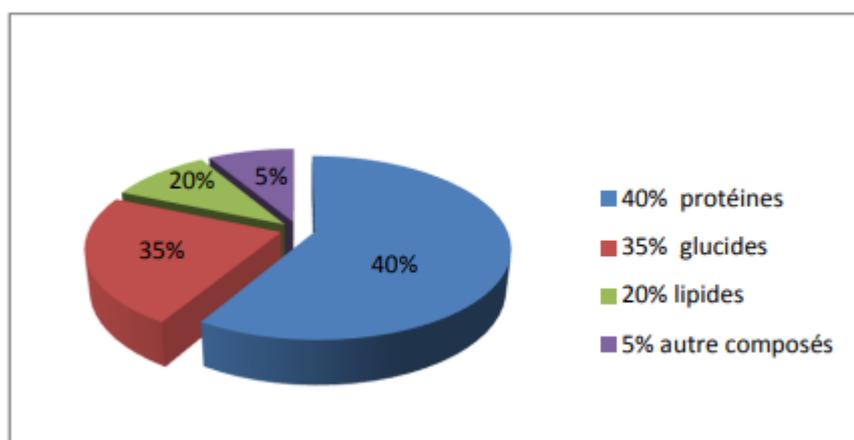


Figure I-3 : Composants de la graine de soja

I-2-1- Protéines

Les protéines de soja sont solubles dans l'eau et donc constituées surtout de globulines (80 à 90%), en moindre part d'albumines (10 à 20%) et d'une fraction de glutines.

Tableau I-1: Composition de la graine de soja en acides aminés essentiels.

Acides aminés essentiels	Protéine de soja (mg /g de protéines)	Protéine de référence FAO/OMS
Histidine	28	19
Isoleucine	50	28
Leucine	85	77
Lysine	70	58
Méthionine + cystéine	28	19
Phénylalanine + tyrosine	88	63
Thréonine	42	34
Tryptophane	14	11
Valine	53	35

I-2-2 Lipides :

La teneur en huile est définie par le pourcentage de lipides contenus dans la graine, généralement déterminé après extraction à l'hexane sous reflux. La teneur en huile de la graine de soja est relativement faible (20,5 %) par rapport à d'autres oléagineux, bien que l'huile de soja soit l'une des plus produites au monde. La graine de soja, en comparaison avec les autres graines huileuses, est parmi les plus riches en acides gras poly insaturés (63,6% par rapport au pourcentage des acides gras totaux). Sa teneur est très variable en fonction de la variété, des conditions de cultures [8] et de la fraction de la graine (Tableau I-2).

Tableau I-2 : Profil des acides gras contenus dans les fractions de graines de soja.

Acides gras	Graines de soja en pourcentage (%)
Acide palmitique	15 – 20
Acide stéarique	2 – 5
Acide oléique	5 – 10
Acide linoléique	40 – 50
Acide α -linoléique	20 – 25

I-2-3- Glucides :

Les glucides sont des polysaccharides qui peuvent être classés en deux Catégories : les sucres solubles et les sucres insolubles.

La graine de soja contient de 30 à 35% de sucres dont les sucres solubles, ne représentent que 10% des sucres totaux : 5% de Saccharose, 1% de raffinose et 4% de stachyose.

La majorité des sucres (21 à 25%) dans la graine de soja, sont des sucres insolubles (cellulose, hémicellulose, lignine).

I-2-4- Autres composés mineurs :

D'autres composés mineurs sont présents dans la graine de soja, certains peuvent avoir un effet bénéfique sur la santé, d'autres sont considérés comme indésirables car ils altèrent la qualité nutritionnelle des dérivés de la graine. Ils comprennent :

Des minéraux dont les quantités dépendent des conditions de culture et du sol.

De l'azote non protéique comprenant des acides aminés libres, des peptides, des polyamines.

Des vitamines et des caroténoïdes.

I-3-Traitement des graines de soja :

Le traitement des graines de soja est constitué de nettoyage, séchage des graine, maturation, décorticage, aplatissage [9].

I-3-1-Nettoyage :

Les graines doivent être bien nettoyées, elles subissent d'abord un dépoussiérage par un courant d'air. Puis le nettoyage se poursuit par un tamisage et un passage sur des électroaimants [10].

I-3-2-Séchage :

Il est indispensable que la partie non grasse ne comporte pas une humidité atteignant 15%. Un séchage est aussi nécessaire pour le décorticage. Pour le soja, on sèche à niveau de 10 % puis la graine séchée est stockée dans un silo où elle séjourne 1 à 3 jours. Sans cette maturation qui permet l'équilibrage de l'humidité, les coques se séparent mal au décorticage [9].

I-3-3-Décortilage :

L'intérêt du décortilage est d'éliminer les matières sans valeur pour l'alimentation animale, mais surtout de faciliter les traitements ultérieurs. Le décortilage sera réalisé en fonction de la matière protéique et de l'huile contenue dans la graine pour arriver à avoir un tourteau à 44, 48 ou 50 % de matières PROFAT (Protein Fat, Protéines + matières grasses). Pour le soja, la coque se sépare facilement, l'amande et la coque constituent des mélanges qu'il faut dissocier avec des tamis. Le concassage grossier se fait sur des concasseurs à 4 cylindres cannelés [9].

I-3-4- Aplatissage :

Le concassage est suivi d'un aplatissage sur cylindres lisses. Une température de 65°C est nécessaire pour avoir l'état thermoplastique indispensable pour fournir des flocons qui ne s'effritent pas. Cette température servira d'ailleurs de source de chaleur pour l'extracteur qui, doit travailler à plus de 52°C pour des raisons de sécurité mais aussi parce que l'extraction est meilleure à chaud qu'à froid [9].

I-4-L'huile de soja :

I-4-1- Définition :

L'huile de soja est fluide d'une couleur jaune plus ou moins foncé suivant la nature des graines et les procédés d'extraction. Fraîche, elle a une saveur assez prononcée d'haricot qui s'atténue peu à peu. Elle est riche en acides gras poly-insaturés et notamment en acide gras essentiel alpha-linoléiques. Elle est recommandée pour les assaisonnements. Sa richesse en lécithine la rend précieuse pour la reconstitution des cellules nerveuses et cérébrales, sa bonne digestibilité en fait une bonne remplaçante de l'huile d'olive pour ceux qui ne peuvent pas la tolérer.

I-4-2-Extraction de l'huile de soja :

L'exaction de l'huile est effectuée par deux méthodes d'extraction par pression à froid ou à chaud (extraction physique) et par solvant (extraction chimique).

I-4-2-1-Extraction de l'huile par pression (extraction physique) :

Dans des unités à une capacité limitée, par exemple pour la récupération de l'huile de soja conforme au système de production biologique locale, une simple pression à froid est utilisée pour récupérer l'huile. Le pressage à froid supprime l'échauffement, la cuisson ou

l'évaporation du produit à presser d'où la conservation sans endommagement des substances vitales précieuses. La quantité d'huile extraite du soja par pression à froid reste limitée de 8 à 9% (pourcentage massique). Par conséquent, la pression à froid de soja est peu rentable, surtout parce qu'il reste difficile de valoriser les tourteaux semi-déshuilés [11].

I-4-2-2-Extraction par solvant (extraction chimique) :

Les écaillés de presse contiennent 12 à 15 % d'huile. Elles sont appelées « tourteau gras » ou « ex peller ». La récupération de cette huile résiduelle contenue dans le tourteau se fait par extraction chimique. Les industries utilisent un solvant de qualité alimentaire (hexane), celui-ci est pulvérisé sur le tourteau qui se déplace à contre-courant sur un tapis au cours de ce déplacement, le solvant percole dans le tourteau puis il est recyclé plusieurs fois. Il s'enrichit progressivement en huile tandis que le tourteau s'appauvrit en matières grasses [11].

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

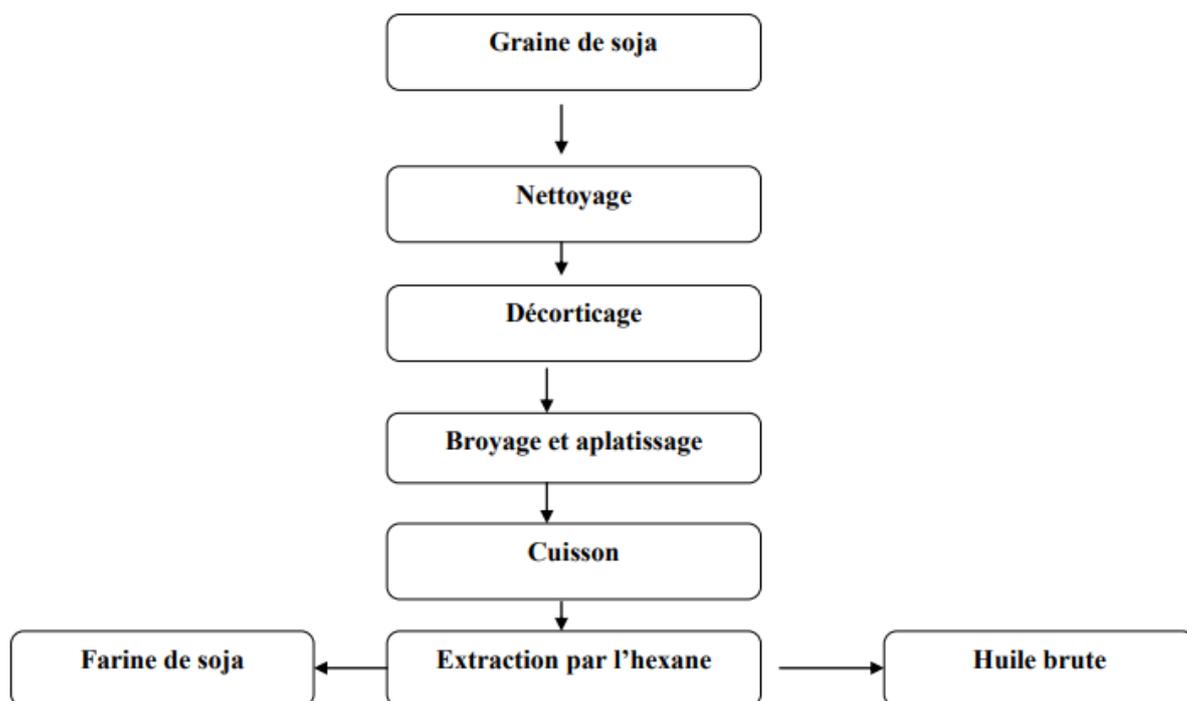


Figure I-4 : Procède d'extraction de l'huile brute de soja [6].

I-5-Séchage de l'huile :

Il est souhaitable de sécher l'huile pour avoir moins de 0,1 % d'humidité, il se fait toujours par pulvérisation de l'huile chauffée à 80 - 90°C dans une enceinte sous un vide de

l'ordre de 50mm de mercure [4]. Les moyens employés pour le séchage et le stockage des graines, ainsi que les procédés de trituration sont susceptibles d'introduire dans les corps gras bruts des substances contaminantes qu'il faut éliminer pour livrer à la consommation humaine un aliment parfaitement conforme à la réglementation relative aux produits alimentaires [12].

I-6- Composition de l'huile de soja :

I.6.1. Paramètres physiques et chimiques :

Les principales constantes de l'huile de soja sont données dans le Tableau I-3.

Tableau I-3 : Composition chimique et physique de l'huile de soja [13-14].

Paramètres physiques et chimiques	Les unités des paramètres
- Densité à 20°C	- 0,921-0,924
- Viscosité à 20°C	- 53-58 (c.p)
- Indice de réfraction à 20°C	- 1,473-1,477
- Indice d'iode	- 125-128 (g d'I2 / 100g d'huile)
- Indice de saponification	- 188-195(mg de KOH/g de corps gras)

I-6-2- Compositions en acides gras :

L'huile de soja est riche en acide linoléique (50%) et en acide oléique (24%) et comprend 15 % d'acides gras saturés. La présence de 7% d'acide linoléique la rend très fragile à la chaleur et on doit l'utiliser uniquement que pour les assaisonnements (à froid) [8-9].

Tableau I-4 : Composition de l'huile de soja en acide gras [13-14].

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

I-7-Les valeurs nutritionnelles de l'huile de soja :

L'huile de soja est une huile 100 % végétale, riche en acides gras essentiels et pauvres en cholestérol. C'est une huile de table excellente par sa teneur en acide linoléique qui la rend fragile à la chaleur. C'est une bonne source de vitamines, elle est naturellement protégée à l'oxydation par la vitamine E qu'elle contient [15].

Partie expérimentale

Chapitre II : Raffinage d'huile de soja

Chapitre II : Raffinage d'huile de soja

II- Introduction :

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

L'huile de soja contient un fort taux d'acides gras polyinsaturés, d'acides linoléiques et α -linoléiques qui sont indispensables à l'organisme humain. Par ailleurs, l'huile de soja contient des acides gras saturés, monoinsaturés, vitamine E, minérauxetc.

Il joue un rôle nutritionnel important dans l'alimentation humaine. D'ailleurs, ils nous apportent des lipides très riches en calories, en vitamines liposolubles et en sels minéraux [16].

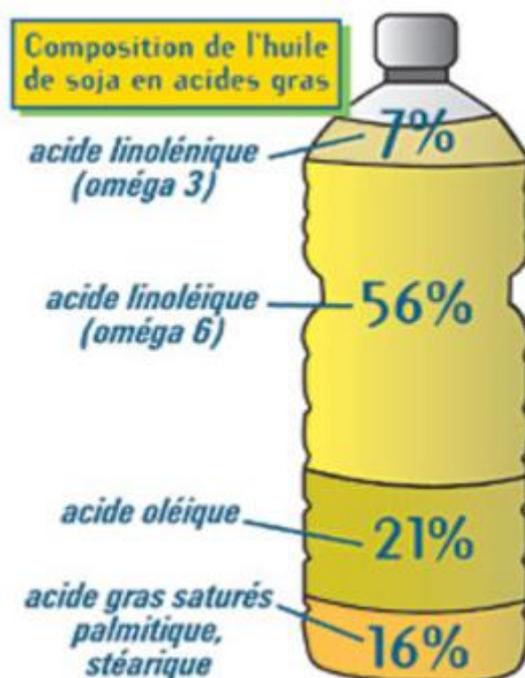


Figure II-1 : Composition de l'huile de soja en acides gras

II-2- Définition :

Le raffinage constitue une étape clé de la technologie de production des huiles végétales. Il permet, en effet, l'obtention d'huiles neutres non peroxydées, peu colorées, désodorisées, et une garantie d'innocuité avec l'élimination efficace des éventuels contaminants chimiques (solvants organiques, métaux lourds, hydrocarbures polycycliques, résidus phytosanitaires).

dioxines, toxines...) et microbiologiques pouvant être présents dans les corps gras brutes [17]. Le raffinage est donc une garantie de pureté, de stabilité et le maintien des qualités nutritionnelles de l'huile.

II-3- But de raffinage

Le raffinage a pour but de maintenir ou d'améliorer les caractères organoleptiques (goût et odeur neutres, limpidité, couleur jaune clair), nutritionnels et la stabilité des corps gras. Pour ce faire, il met en œuvre plusieurs étapes pour éliminer les composés indésirables (gommes, cires, acides gras libres, pigments, traces métalliques, composés odorants volatils) et les contaminants potentiellement présents dans les matières premières, tout en maîtrisant la formation de nouveaux composés indésirables par hydrolyse, oxydation ou isomérisation.

La conduite du procédé peut au besoin s'adapter aux usages ultérieurs qui seront faits des huiles raffinées produites: un usage alimentaire (ou cosmétique/pharmaceutique) conduira le raffineur à optimiser son procédé afin de conserver les constituants d'intérêt nutritionnel (acides gras polyinsaturés, vitamine E) ; pour un usage technique, le procédé s'adaptera aux emplois visés (par exemple, dans le cas d'un procédé ultérieur de transestérification pour la production d'esters méthyliques d'huiles végétales, biocarburant) [14].

II-3-1- Raffinage chimique (conventionnel) :

Le raffinage est constitué par une série d'opérations que doit subir une huile brute dont les principales étapes sont : la démucilagination, la neutralisation, le lavage, la décoloration et la désodorisation [18].

II-3-1-1- Démucilagination ou dégomme :

Cette opération consiste à éliminer une faible quantité de produits dont l'ensemble est désigné sous le nom « mucilage » et comprend surtout des phospholipides (phosphatides) [19]. L'huile brute est lavée à 60- 70°C, pendant 35 min avec de l'eau déminéralisée acidifiée par l'acide phosphorique (dégomme à l'acide), en donnant naissance à des précipités gommes, qui seront éliminés par centrifugation continue ou décantation.

- La présence de phospholipides dans l'huile provoque certains inconvénients et qui ont une action nuisible, tant au cours du raffinage que pour la conservation de l'huile ou son utilisation.
- Il est prouvé qu'une huile mal dégommée s'acidifie, s'oxyde et prend rapidement une saveur forte et amère [19].

- L'élimination incomplète de composés phosphorés provoque toute une série de difficultés tout au long du processus de raffinage :
- Emulsion avec des pertes de l'huile dans le lavage.
- Formation des mousses au séchage.
- Colmatage rapide des filtres.
- Désactivation de la terre décolorante [20].

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

Dans le cas du soja, il est préférable de procéder à une première démulcination pour récupérer la lécithine qui constitue un sous-produit [10].

II-3-1-2- Neutralisation:

C'est l'étape la plus importante du raffinage, elle sert à l'élimination des acides gras libres (qui sont des catalyseurs d'oxydation), les phospholipides ainsi que les traces métalliques par des solutions alcalines ou par distillation sous vide.

L'huile est portée à 80-90°C puis agitée avec la soude (NaOH). Les acides gras libres responsables de l'acidité et l'oxydabilité de l'huile, passent dans la phase aqueuse sous forme de savons, et sont éliminés lors de la centrifugation qui suit. D'autres impuretés (phospholipides



La solution de la soude est ajoutée avec précaution pour ne pas exercer la saponification des triglycérides (saponification parasite) [10].

La réaction dégomme-neutralisation donne un mélange de savon et de gommes qu'on appelle soap stock ou pates de neutralisation.

A la fin de la neutralisation, l'huile récupérée est bien lavée avec de l'eau chaude (90°C) pour s'assurer que toutes les traces de savons seront disparues, ainsi que les dernières traces de métaux, et d'impuretés.

L'huile lavée est séchée par pulvérisation sous vide à environ 90°C, pour éliminer l'humidité présente avant l'opération de décoloration car elle peut provoquer un colmatage rapide des filtres et inhibe la terre décolorante [14].



Figure II-2 : Indicateur de colmatage

II-3-1-3-Lavage :

Cette opération permet d'éliminer les savons résiduels et la soude en excès présents dans l'huile sortant de la centrifugeuse, ainsi que les traces de métaux et des phospholipides. Le lavage est plus efficace lorsqu'il est effectué en deux stades, il est préférable d'utiliser de l'eau décalcifiée et la plus chaude possible à 90°C pour éviter l'encrassement des bols par dépôt de savon et phosphate de calcium [20].

L'élimination des savons doit être la plus complète possible afin de ne pas diminuer le pouvoir décolorant des terres de décoloration. La teneur en savons de l'huile neutralisée ne doit pas dépasser 1200mg/kg. Elle se situe en général entre 700 et 1200 mg/kg.

II-3-1-4- Séchage :

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

L'huile neutralisée sortant du lavage à une température de l'ordre de 90°C est pulvérisée dans une tour vertical maintenue sous une pression de 30 à 60 bars. La vapeur aspirée par le vide passe par un séparateur de gouttelettes pour récupérer les acides gras à faible poids moléculaire [20].

II-3-1-5- Décoloration :

Les huiles déémucilaginées, neutralisées ont également acquis une teinte plus ou moins foncée due à la présence de pigments colorés qui peuvent accentuer cette teinte au cours du stockage ultérieur [19].

La décoloration vise à éliminer les pigments colorés contenus dans l'huile. Elle fait intervenir un agent d'adsorption (terres décolorantes, silice, avec ou sans charbon actif), mettant en jeu

des phénomènes de nature physique, même si certaines modifications chimiques peuvent y être associées [21].

Cet agent ne joue pas uniquement un rôle décolorant par fixation des pigments colorés mais présente également un effet « nettoyant » par adsorption de divers composés indésirables présents dans l'huile.

La terre est introduite (de 0,2 à 2 %) dans le décorateur. L'huile chauffée vers 90°C à 110°C est agitée vigoureusement sous vide; le temps de contact terre / huile est de l'ordre de 30 minutes. Après traitement le mélange est séparé par filtration est réalisée par des filtres automatiques de type NIAGARA [22].



Figure II-3 : Terre décolorante utilisée (Tonsil).

II-3-1-6- Décirage (Wintérisation) :

Opération appliquée à certaines huiles végétales (de maïs, de tournesol) qui consiste à un refroidissement lent suivi d'une filtration à basses températures, pour retirer les cires qui rendront les huiles troubles pendant le stockage réfrigéré. Sur le plan commercial, les huiles winterisées présentent l'avantage de ne pas figer en hiver [23].

II-3-1-7- Désodorisation :

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

La désodorisation consiste à envoyer un courant de vapeur sèche au travers de l'huile portée à environ 200°C et maintenue sous vide afin que les produits volatils comme aldéhydes, cétones

responsables du goût et d'odeurs désagréables de l'huile soient entraînés par la vapeur, après désodorisation l'huile doit être refroidie [24]. A la fin de cette opération, on ajoute un anti-oxydant tel que l'acide citrique qui a le rôle de complexant des traces de métaux [25].

Les paramètres qui conditionnent l'efficacité de la désodorisation sont la température et la durée de l'opération.

Tableau II-1: Les opérations élémentaires du raffinage et leurs effets sur les constituants mineurs et les contaminants [19].

Opération	Condition	Constituants éliminés
Démucilagination ou Dégommage	-Traitement par l'eau à 70-80°C + H ₃ PO ₄ -Centrifugation.	« Mucilages », Phospholipides, Glycolipides, Fraction protidique.
Neutralisation	Voie chimique : addition de la soude (NaOH). Voie physique : entraînement à la vapeur	Acides gras libres, Phospholipides résiduels, Composés de dégradation oxydatifs, Gossypol, Pesticides, pigments (partiellement), Composés métalliques.
Décoloration	Adsorption des pigments sur des terres décolorantes, du charbon actif, des silices spéciales ou des combinaisons de ses substances.	Pigments caroténoïdes et chlorophylliens, Savons, Hydrocarbures, Composés métalliques.
Décirage	Décirage par filtration ou Centrifugation, Cristallisation fractionnée.	Cires et substances insolubles à basses températures
Désodorisation	injection de vapeur sèche dans l'huile maintenue sous vide à haute température (200-230°C) pendant 90-180 mn ou (240-250°C) pendant 30 mn.	Acides gras libres, Composés volatils responsables de l'odeur et du goût, Peroxydes et produits de dégradations, Stérols, Tocophérols réduits, Résidus de pesticides.

II-3-2- Raffinage physique :

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

Le raffinage physique suit les mêmes étapes que le raffinage chimique, mise à part la

neutralisation. La différence fondamentale entre les deux processus est l'élimination des AGL par la soude caustique dans le cas du raffinage chimique et par entraînement à la vapeur au cours du raffinage physique [18].

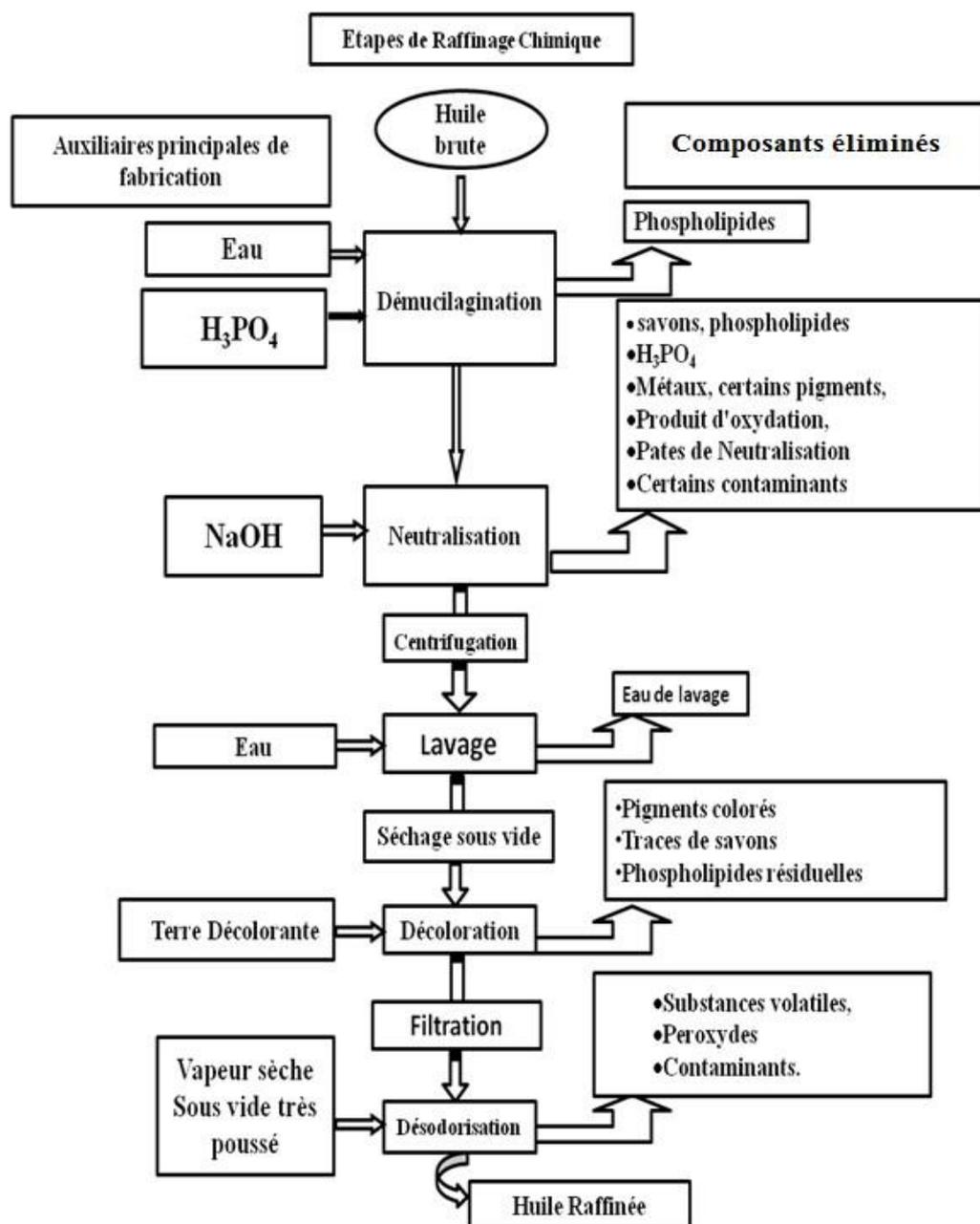


Figure II-4 : Raffinage chimique des huiles

II-4- Effets de raffinage sur les huiles :

- Le raffinage permet d'éliminer les constituants gênants et les impuretés (voir Tableau II-1) et conduit aux huiles commerciales ayant de bonnes qualités organoleptiques [13].

- Destruction partielle de l' α -tocophérol au cours du raffinage surtout à la désodorisation [21].
- Une perte de l'huile par entraînement dans les pâtes de neutralisation, dans les eaux de lavage et dans les terres décolorantes [19].
- Saturation d'une partie des acides gras insaturés, qui deviennent inactifs sur le plan biologique [26].
- Inversion de configuration spatiale de la molécule autour de la double liaison (forme cis et trans), la majorité des acides gras insaturés naturels sont de configuration « Cis», les études épidémiologiques font suspecter les graisses « trans » de favoriser certains cancers [26].

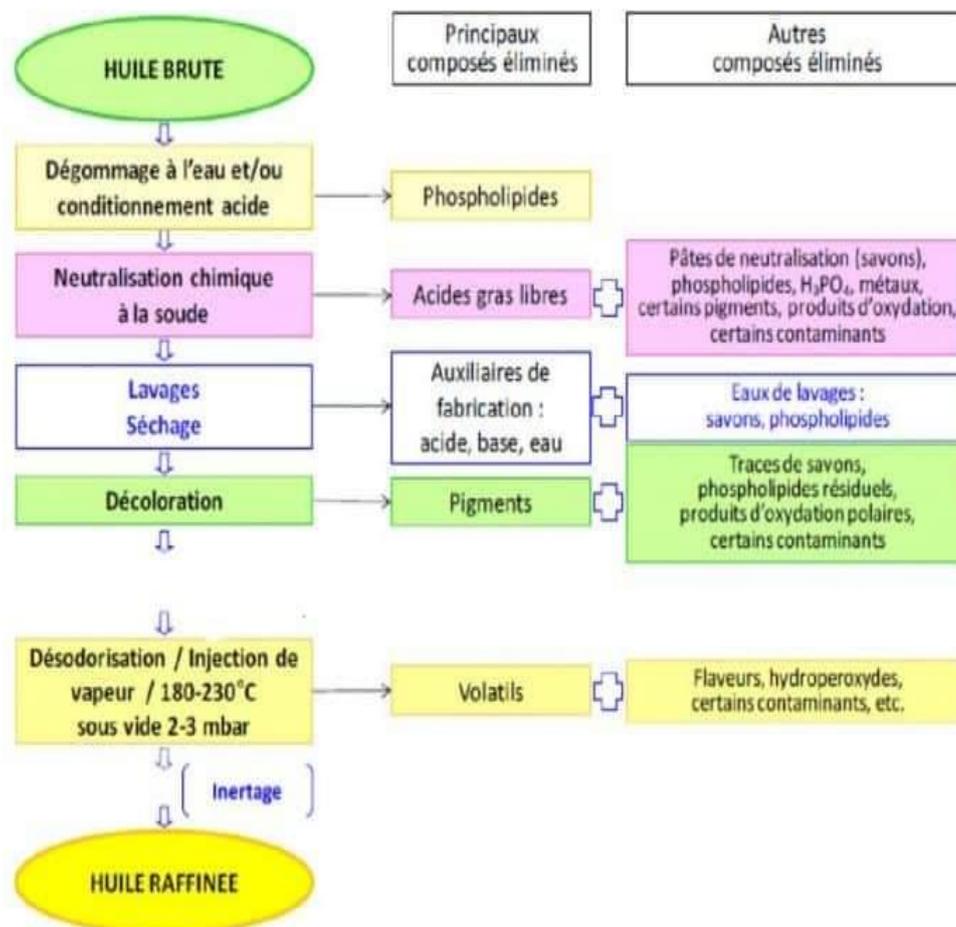


Figure II-5 : Les étapes du raffinage au niveau de CO.G.B.

Chapitre III :
Analyses physico-chimiques
De l'huile de soja

Chapitre III : Analyses physico-chimiques de l'huile de Soja

III-1 : Présentation de l'entreprise COGB-La Belle :

L'unité CO.G.B la belle est une société qui travaille sur des corps gras d'origine végétale. Elle est constituée de deux centres de production (dotés de toutes les structures nécessaires à la réalisation des objectifs qui leur sont alloués) et d'un siège chargé du suivi, de l'orientation et de la coordination des activités des centres de production.

III-1-1- Historique :

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

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

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

III-1-2- Domaine d'activité :

La CO.G.B est spécialisée dans la fabrication des corps gras suivants :

- ✓ Pour usage alimentaire : huiles de table, produit végétale aromatisé (PVA), margarine de table, margarine pâtisseries et la margarine feuilletage.
- ✓ Pour usage industriel : savon industriel type lubrification et acides gras distillés pour peinture, détergents, ...etc.
- ✓ Pour usage domestique : savons de ménages (dit de Marseille), savonnette,
- ✓ Pour usage pharmaceutique : Glycérine codex.

III-1-3- La production de l'unité (tonne /jour) :

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

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

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

III-2- Matériels et méthodes

Afin d'assurer un bon déroulement des étapes de raffinage et une bonne qualité d'huile raffinée, des prélèvements d'échantillons d'huile ont été régulièrement effectués à l'atelier de raffinage de CO.G.B La belle au cours du process, ainsi que sur, la pâte de neutralisation, les eaux de lavage et l'huile acide. Le prélèvement d'un échantillon adéquat et représentatif est capital afin de donner un sens à l'étude analytique ultérieure et à son interprétation.

III-2-1- Echantillonnage :

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

- L'huile brute de soja dans le bac de stockage
- L'huile lavée
- L'huile décolorée et la terre usée
- L'huile désodorisée

Tableau III-1 : Analyses effectuées aux différents types des huiles.

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

III-3- Analyses physico-chimiques :

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

III-3-1- Analyses chimiques :

III.3.1.1 Détermination de l'acidité :

Définition : C'est le pourcentage d'acides gras libres exprimés conventionnellement selon la matière du corps gras : en acide oléique, acide palmitique et en acide uréique.

Principe : Neutraliser les acides gras libres présent dans l'huile par une solution de soude en présence d'un indicateur coloré phénolphtaleine selon la réaction suivante :



Mode opératoire : Introduire 75ml d'alcool éthylique neutralisé en présence de phénolphtaléine, puis on pèse 10g d'huile, chauffer et agiter le mélange pendant une minute jusqu'à dissolution de l'huile, titrer par une solution de NaOH à 0,0365N jusqu'à une coloration rose permanente. Après, le volume de la chute de la burette est noté.

Expression des résultats : pour calculer l'acidité, la formule suivante est utilisée :

$$A(\%) = \frac{(N \times V \times M)}{10 \times m} \quad (\text{III} - 1)$$

Où :

A (%) : L'acidité en pourcentage

N : Normalité de NaOH

V : Volume de NaOH nécessaire pour la neutralisation en ml

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

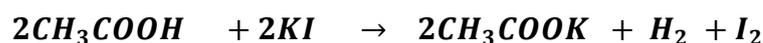
M : La masse molaire d'acide adapté pour l'expression utilisée (M=282g/mol pour l'acide oléique).

III-3-1-2- Détermination de l'indice de peroxyde :

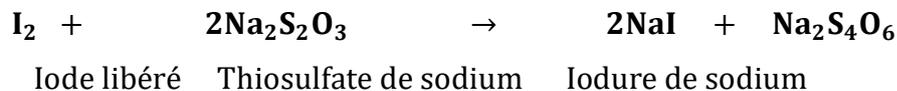
Définition : C'est la quantité de produit présent dans l'échantillon exprimée en milliéquivalent gramme d'oxygène actif fixé par kilogramme de la matière grasse dans les conditions opératoires décrites. Il nous renseigne sur le degré d'oxydation.

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

- Réaction de formation de peroxyde :



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



Mode opératoire : Peser 2g d'huile dans une fiole conique, ajouter 10ml de chloroforme et 15ml d'acide acétique puis 1ml de la solution d'iodure de potassium (iodure de potassium saturé). Boucher aussitôt le flacon, l'agiter durant une minute et le laisser à l'abri de la lumière, à une température comprise entre 15 et 25°C.

Ajouter 75ml d'eau distillée. En agitant vigoureusement et en présence de quelques gouttes d'empois d'amidon comme indicateur coloré, titrer l'iode libéré avec la solution de thiosulfate de sodium 0,002N jusqu'à décoloration complète

Expression des résultats

L'indice de peroxyde, exprimé en milliéquivalents d'oxygènes actif par kilogramme d'échantillon, est donné par :

$$I_p = \frac{(V_E - V_B) \times N}{m} 1000 \quad (\text{III} - 2)$$

Où:

I_p: Indice de peroxyde.

V_E : Volume en ml de la solution de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilisée pour l'échantillon.

V_B : Volume en ml, de la solution de thiosulfate de sodium utilisée pour l'essai à blanc.

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

N : Normalité de la solution de thiosulfate de sodium ($Na_2S_2O_3$) utilisée.

III-3-1-3- Détermination de l'indice de saponification :

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



Mode opératoire :

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

Expression des résultats :

$$I_S = \frac{(V_B - V_E) \times N \times 56,1}{m} \quad (III - 3)$$

Où :

I_S : Indice de saponification en mg KOH/g d'huile

N : Normalité de la solution HCl.

V_E : Volume en ml de HCl utilisé pour l'échantillon.

V_B : Volume en ml de HCl utilisé pour l'essai à blanc.

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

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

III-3-1-4- Détermination des Traces de savons (alcalinité de savon) :

Définition : C'est la teneur en oléate de sodium présente dans l'huile exprimée en partie par million (ppm).

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

Mode opératoire : Dans une éprouvette on met 48,5ml d'acétone ajustée à 50ml avec de l'eau distillée, on lui ajoute quelques gouttes du bleu de bromophénol. La solution obtenue doit être de couleur jaune, dans le cas où elle est bleue ou verte on titre avec HCl acétonique à 0,01N jusqu'à coloration jaune.

On pèse 40g d'huile à analyser dans cette solution, agiter puis laisser décanter dans une ampoule

à décantation pendant quelques secondes jusqu'à ce que l'émulsion se sépare en deux couches. On récupère la couche supérieure qui sera colorée en bleu en présence de savon. On titre avec HCl acétonique 0,01N jusqu'à virage de couleur jaune.

Expression des résultats :

$$T_s = \frac{(E_q \times V \times N)}{m} \times 1000 \quad (III - 4)$$

Où :

T_s : Traces de savon (ppm).

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

m : La masse de la prise d'essai en (g).

N : normalité de HCl.

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

III-3-1-5- Détermination des phospholipides (phospholipides) :

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

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

Mode opératoire:

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

Expression des résultats :

$$\% \text{phospholipides} = \frac{(m_2 - m_1) \times 100}{m} \quad (III - 5)$$

D'où :

m₁: Masse de filtre avant filtration.

m₂: Masse de filtre après filtration.

m: Masse de la prise d'essai.

III-3-2- Analyses physiques :

III-3-2-1- Détermination de la couleur :

Définition : La couleur joue un rôle dans la détermination de la qualité d'une huile, d'un aliment. Les chlorophylles et les caroténoïdes sont les principaux pigments rencontrés dans l'huile, et qui peuvent être affectés par de mauvaises conditions d'entreposage et aussi par le processus d'oxydation. La couleur d'une huile se diffère d'une huile à une autre, cela est dû aux différentes réactions des étapes du raffinage.

Principe : L'appareil de mesure de la couleur des huiles, est appelé Lovibond. La couleur est déterminée en comparant la lumière transmise à travers l'échantillon et celle transmise à travers les standards de couleur Lovibond, une série de verres colorés calibrés dans lequel chacune des couleurs de base Jaune (J), Rouge(R) et Bleu (B) en partant de teintes très pales jusqu'à des teintes très sombres.

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

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



Figure III-1 : Un colorimètre visuel permettant la mesure de couleur des liquides.

III-3-2-2- Détermination de l'humidité :

Définition : C'est la perte en masse subie par l'échantillon après chauffage à $103 \pm 2^\circ\text{C}$ exprimée en pourcentage de masse. Il consiste à provoquer le départ d'eau par chauffage d'une

quantité connue d'huile jusqu'à élimination complète de l'eau.

Principe : L'eau et les matières volatiles sont déterminées par la perte de poids de l'échantillon chauffé à 103°C environ, pendant un temps suffisamment court pour éviter l'oxydation, mais suffisamment long pour permettre l'élimination de l'eau et des matières volatiles.

Mode opératoire : On pèse 20g d'huile dans un bêcher préalablement séché à l'étuve, refroidi dans un dessiccateur et taré. Introduire le bêcher contenant l'huile dans l'étuve réglée à 103±2°C l'y maintenir pendant une heure et demie à deux heures, peser après refroidissement jusqu'à poids constant.

Expression des résultats :

$$H(\%) = \frac{m - (m_f - m_0)}{m} \times 100 \quad (III - 6)$$

Où :

H (%) : L'humidité en pourcentage.

m : Masse de la prise d'essai.

m₀ : Masse du cristalliseur vide.

m_f : Masse final du cristalliseur.

III-3-2-3- Détermination de la teneur en impuretés :

Définition : Ce sont des substances autres que l'eau et solvants ne correspondant pas aux glycérides, acides gras et les insaponifiables constitutifs des huiles, ce sont des matières insolubles dans n-hexane ou l'éther du pétrole.

Ces impuretés peuvent être mécaniques, minérale, des acides gras, des oxydes des savons alcoolisés des hydroxydes d'acides et des glycérides.

Principe : Traitement du produit par excès de solvant, filtration de la solution, lavage du résidu avec le même solvant et séchage à 103± 2°C jusqu'à masse constante.

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

réglée à $103 \pm 2^\circ\text{C}$ pendant 30min, retirer de l'étuve, fermer le vase, laisser refroidir dans le dessiccateur et peser.

Expression des résultats :

La teneur en impuretés insolubles en % masse du produit est égale à :

$$\text{Impuretés}(\%) = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \quad (\text{III} - 7)$$

Où :

m₀ : Masse de la prise d'essai en g.

m₁ : Masse du vase, de son couvercle et du papier filtre en g.

m₂ : Masse du vase, de son couvercle et du papier filtre contenant du résidu sec en g

Chapitre IV :

Résultats et discussions

IV-1- Huile brute :

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

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

Paramètres	Essais		Moyenne	Normes
Acidité (%)	Essai1	1,28	1,25	<1,5
	Essai2	1,18		
	Essai3	1,31		
Indice de peroxyde (meq/kg)	Essai1	7	7	10 Max
	Essai2	6,8		
	Essai3	7,2		
Humidité (%)	Essai1	0,66	0,49	<0,5
	Essai2	0,30		
	Essai3	0,52		
Couleur (R, J)	Essai1	(R=1,3 et J=70)	R=1,3 et J=70	R=1,5- 3 J=70
	Essai2	(R=1,3 et J=70)		
Impuretés(%)	Essai1	0,59	0,59	0,1 - 0,5
Indice de saponification (mg/KOH)	Essai1	203,3	188,6	189-192
	Essai2	173,9		
Phosphatides(%)	Essai1	0,14	0,14	0,5
Les chlorophilles (ppm)	Essai1	1,273	1,29	2 /4
	Essai2	1,299		
	Essai3	1,298		
B-Carotène	Essai1	27,83	26,16	<40
	Essai2	26,33		
	Essai3	24,28		

:

Les résultats obtenus à partir de cette analyse effectuée sur l'huile brute de soja, sont conformes aux normes d'entreprise, ce qui nous laisse montrer que le déroulement des opérations d'extraction et de stockage de l'huile brute de soja est bon. Donc on se basant sur

ces résultats révélés par l'étude physico-chimique nous pouvons conclure que l'homogénéité des huiles brutes de soja employées à l'évaluation de l'efficacité du procédé de raffinage, ainsi que leur conformité aux normes exigées sont vérifiées. De ce fait, les résultats subséquents que nous avons obtenu au cours des différentes étapes de raffinage, exprimerons de façon exclusive, les influences qui seront dues uniquement aux différentes étapes de raffinage appliqués et non à l'état initiale des huiles brutes.

IV-2- Huile lavée :

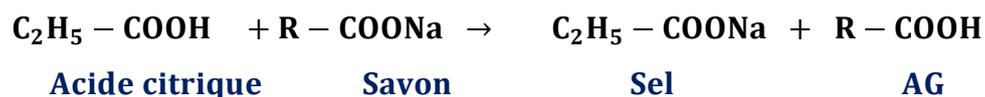
Le but du lavage est d'éliminer les traces de savon et de la soude résultant de la neutralisation.

L'huile subite deux lavages successifs et les résultats des analyses obtenus sur l'huile lavée sont résumés dans les tableaux ci-dessous.

Tableau IV-2: Résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile de premier lavage.

Paramètres	Essais		Moyenne	Normes
Acidité (%)	Essai1	0,092	0,085	0,10
	Essai2	0,092		
	Essai3	0,072		
Trace de savon (ppm)	Essai1	10	10	30 /50
	Essai2	9		
	Essai3	11		

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



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

IV-3- Huile décolorée :

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

Tableau IV-3 : Résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile décolorée.

Paramètres	Essais	Moyenne	Normes
Acidité (%)	Essai1	0,072	0,075 0,12
	Essai2	0,082	
	Essai3	0,072	
Indice de peroxyde (meq/kg)	Essai 1	0	0
Humidité (%)	Essai1	0	0
Couleur (R, J)	Essai1	(R=0,5 et J=8,8)	R=0,5 J=10,4
	Essai2	(R=0,5 et J=12)	
Impuretés	Essai1		0
Chlorophylles	Essai1	0,013	0,0126 0,02
	Essai2	0,013	
	Essai3	0,012	
B-Carotène	Essai1	16,8	16,8 10/20
	Essai2	16,8	
	Essai3	16,8	

D'après les résultats obtenus :

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

Une grande diminution de la couleur de l'huile (de 70 à 10,4) pour le jaune, et de (1,3 à 0,5) pour le rouge, grâce à l'effet d'adsorption de la terre décolorante.

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

L'absence de l'humidité peut s'expliquer par le fait qu'elle est retenue par la terre décolorante

est le reste est évaporé à 150°C sous un vide de 80mbar.

IV-4. Huile désodorisée :

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

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

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

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

Tableau.IV-4 : Résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile désodorisée.

Paramètres	Essais		Moyenne	Normes
Acidité (%)	Essai1	0,051	0,06	0,12
	Essai2	0,07		
	Essai3	0,061		
Indice de peroxyde (meq/kg)	Essai 1	0,0	0,0	0
	Essai2	0,0		
	Essai3	0,0		
Couleur (J, R)	Essai1	(R=0 et J=0,4)	R=0 J=0,4	R=0,1 J=0,4
	Essai2	(R=0 et J=0,4)		
	Essai3	(R=0 et J=0,4)		
Impuretés(%)	Essai1	0,0	0,0	0
	Essai2	0,0		
	Essai3	0,0		
Odeur/goût	Essai1	Caractéristique	/	Caractéristique
	Essai2	Caractéristique	/	
	Essai3	Caractéristique	/	
Aspect	Essai1	Bon	/	Limpide
	Essai2	Bon	/	
	Essai3	Bon	/	

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

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

IV-5- Huile conditionnée :

Après la désodorisation, les huiles vont passer directement vers l'atelier de

Chapitre IV : Résultats et discussions

Conditionnement et la mise en bouteille du produit les résultats de l'analyse effectuée sur l'huile conditionnée sont présentés dans ci-dessous :

Tableau IV-5 : Résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile conditionnée.

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

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

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

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

Conclusion générale

Conclusion générale

Ce travail est consacré à l'étude du procédé de raffinage (par voie chimique et physique) de l'huile de soja brute, en tant que matière première présentant des composés indésirables, détériorant ainsi la qualité du produit fini.

Le raffinage permet d'éliminer les composés indésirables de l'huile de soja brute, à savoir les phospholipides (démucilagination), les acides gras libres et pigments (neutralisation et décoloration), et les composés odorants (désodorisation).

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

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

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

Ce stage nous a également permis de constater la prise de conscience des entreprises du concept qualité, vu la conformité de la plupart des produits analysés. Ce concept doit devenir l'une de leurs principales préoccupations afin de faire face à la concurrence à laquelle elles sont confrontées.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] : (Prior, 2003)
- [2] : (Alais et Linden, 1997; Frénot et Vierling, 2001).
- [3] : (Cossut et al., 2002).
- [4] : (Platon, 1988).
- [5] : (Denise, 1992).
- [6] : A. Pouzet « Raffinage des corps gras » Manuel des corps gras. Tome 1, éd tec doc Paris, Lavoisier (1992) 131-136.
- [7] : L. Debruyne « Transformation et aspects industriels », technique de l'ingénieur, traité agroalimentaire (2001) 1-12.
- [8] : C. A. Rasolohery « Etude de la variation de la teneur en isoflavons et de leur composition dans le germe et le cotyledon de la graine de soja ». Thèse de doctorat de l'institut National Polytechnique de Toulouse, France. (2007).
- [9] : J. Laisney « Obtention des corps gras. In Manuel des corps gras ». Ed. Tec et doc. Lavoisier. (1992) 695-768.
- [10] : A. Mustapha, C. Stauffer « Les matières grasses destinées aux produits de boulangerie ». American Soybean Association. 23(2002) 4-20.
- [11] : Mohtadji, Lambillais « Les aliments » Ed Maloine, Paris. (1989) P87-103.
- [12] : R. Sdriban, « L'industrie des corps gras (Faur L) in Les industries agricoles et alimentaires ». Ed Tec & Doc Lavoisier (1988) 265-266.
- [13] : H.Lamballais. Les aliments. Ed. Maloine. (1989) 94-102.
- [14] : I.Debruyne.Soja : transformation et aspects industriels. Techniques d'ingénieur. (2001)1-6.
- [15] : <https://informationsnutritionnelles.fr/huile-de-soja>.
- [16] : https://docplayer.fr/docs-images:432130/image/page_2.jpg
- [17] K. Kovari.physicalrefining of sunflower oil,7 (2000)305-306.
- [18] Article de journal,OCL VOL. 17 N° 2 MARS-AVRIL 2010
- [19] R. François. Les industries des corps gras, biochimie, extraction, raffinage, nuisances etréglementations. Ed : Tec et Doc. Lavoisier, paris, (1974) 36-51.

- [20] J. Denise. Raffinage des corps gras. Ed. Lavoisiner. Paris, (1992).
- [21] J.P. Helme. Soybean oil refining. Ed. ASA. USB. Paris, (1984) 37.
- [22] J. Adrian, J. Potus. Méthodes physicochimiques générales. In : Introduction a l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaires. Paris. (1998).
- [23] J. Graille. Les corps gras alimentaires : aspects chimiques, biochimiques et Nutritionnelles. In : les lipides et gras alimentaires. Ed. Lavoisiner. Paris, (2003) 225.
- [24] Mohtadji, Lamballais : les corps gras. In : les aliments paris : moloine, (1989)93.
- [25] Ruiz Mendez MV, de la Rosa IP, Jiménez Márquez A, et al. Elimination of pesticides in olive oil by refining using bleaching and deodorization. Food Addit Contam 2005 ; 22 : 23-30
- [26] F. Poisson et L. Nacre. Corps gras alimentaires, aspects chimiques, biochimique et nutritionnels. In lipides et corps gras alimentaires. Ed .Tec et Doc ,Lavoisiner, (2003).
- [27] Détermination de l'acidité [NE 1.2-43-1985].
- [28] Détermination de l'indice de peroxyde [NE 1.2-50-1985].
- [29] Détermination de l'indice de saponification [NE 1.2-49 1985].
- [30] Traces de savons (alcalinité de savon) [NE.1.2.365.1989].
- [31] Détermination des phospholipides (phospholipides) [N.E :8242-11-8-Edition : 22- 1204].
- [32] Détermination de la couleur [NE1.2-364-1989].
- [33] Détermination de l'humidité [NE 1.2-47-1985].
- [34] Détermination de la teneur impuretés [NE-1.2-461-1].

Les normes

Les normes

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

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

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

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

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

Détermination de la couleur [NE1.2-364-1989].

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

Détermination de la teneur impuretés [NE-1.2461-1].

Résumé

L'étude a porté sur le processus de fabrication d'huile de soja et leur analyse physicochimique. Cette étude a été réalisée au complexe CO.G.B La Belle(UP07) de Bejaia. Le processus de raffinage de l'huile de soja a pour l'objectif final l'obtention d'une huile pure de qualité l'interprétation des résultats, a montré leurs conformités aux normes fixées par l'entreprise donc, cette étude justifie le bon déroulement du raffinage. Enfin, on déduit que l'huile produite par CO.G.B La Belle Bejaia est de bonne qualité.

Mots clés : Huiles de soja, raffinage, décoloration, analyses physico-chimiques.

Abstract:

The study focused on the manufacturing process of soybean oil and their physic chemical analysis. This study wa scurred out at the CO.G.B La Belle (UP07) complex in Bejaia. The process of refining so y bean oil has the ultimate goal of obtaining pure quality oil. The interpretation of the results showed their compliance with the standards set by the company. There fore, this study justifies the good progress of the refining. Finally, we deduce that the oil produced by CO.G.B La Belle de Bejaia is of good quality.

Key words: Soybean oils, refining, discoloration, physico-chemical analyses.