

Université Abderrahmane MIRA de Béjaïa

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie

Département des Sciences Alimentaires

Mémoire de Fin de Cycle

En vue de l'obtention du Diplôme d'ingénieur d'Etat

En

« Contrôle de qualité et analyses »

Thème

**Suivi de répétabilité de processus
du raffinage de l'huile de soja**

Présenté par

M^r HAMMADOU Toufik

M^r KORICHE Said

Membres de Jury

Président : M^r BOUKHALFA. F

Promoteur : M^r MADANI. K

Examinatrice : M^{me} SMAIL.L

Examinatrice : M^{me} FELLA. S

Année universitaire : 2013/2014

Remerciements

L'honnêteté scientifique exige de nous des remerciements car ce travail n'aura pas pu voir le jour sans la fédération de plusieurs efforts,

Nous tenons à remercier notre promoteur monsieur **MADANI Khoudir** d'avoir accepté de nous encadrer et l'attention qui a accordé à notre travail

Nous remercions également monsieur **BOUKHALFA Farid** pour avoir accepté de présider notre jury, madame **SMAIL** et madame **FELLAd** avoir accepté de juger notre travail, et monsieur **DAHMOUNE Farid**, pour ses conseils et son assistance

Nous tenons également à remercier tout le personnel de l'entreprise **CEVITAL SPA**, agents de sécurité, agents d'entretien, laborantins (**ZAIDI Lyes, SYFAX, MUSTAPHA, SAID, DJELLOUL, LAMINE, ACHOUR, RABAH, FATEH**) sans oublier monsieur **DJEMAOUNE Lounis** qui n'a ménagé aucun effort pour nous aider et nous orienter, ainsi que tous les travailleurs de la raffinerie de l'huile

Nos remerciements vont également pour tous ceux et toutes celles qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce modeste travail

Dédicace

Je dédie ce travail à :

A mes grands-parents symbole de courage et source de sagesse en leur souhaitant longue vie

A mes parents qui ont été toujours à mon chevet, et qui ont su se sacrifier pour que leurs enfants trouvent le chemin de bonheur et de réussite

A mes frères **LYES** et **SALAH** qui ont été toujours mon soutien et qui m'ont accompagné tout au long de mon parcours

A mon unique et adorable sœur **LINDA** qui a été toujours à mes côtés

A mes amis et amies : **MOHAND**, **MOKHTAR**, **ABDEL HAK**, **AZEM** mon petit chouchou

A toute la promotion contrôle de qualité 2014

TOUFIK

Dédicace

A la mémoire de mes grands-parents et celle de mon cousin

A mes parents qui ont tant soufferts pour nous offrir toutes les conditions favorables à notre épanouissement et à notre réussite

A mes frères **KACI**, sa femme **SOUAD** et leur petite princesse **ALLAA**, **MADJID**, **OUALID** et **BILLAL** pour tout leur soutien indéfectible durant tout au long de mon cursus

A mes sœurs **FATMA**, **NABILA** et **ZAHIRA** qui me sont très chères et qui ont été toujours mon soutien et mon assistance

A mes cousins, **HAMID** à qui je serai reconnaissant toute ma vie, **SADEK**, **BOB**, **LAKHDAR**, **CHERIF**, qui n'ont ménagé aucun effort pour ma réussite

A tous les membres, adhérents et sympathisants de l'association socio-culturelle Adrar n Takouchetet à tous les acteurs du mouvement associatif des deux communes Taskriout et Ait Smail

A tous mes amis et amies

A toute la promotion de contrôle de qualité 2014

SAID

Liste des abréviations

AGL: acides gras libres

AOCS: American Oil Chemical Society ou la société Américaine des huiles chimique

CPO : Crude palm oil (huile de palme brute)

FAO : food and alimentation orgaization ou l'organisation mondiale de l'alimentation

HBO : Hydrogenbeanoil (huile de soja hydrogénée)

HPO : Hydrogen palm oil (huile de palme hydrogénée)

ISO : inetrnationalsadarizationorganization ou l'organisation internationale de standardisation

M2 : mélangeur 2

S1, S2 et S3 : séparateur 1,2 et 3

SPA : société par actions

ODF : Oléine doublement fractionnée.

Liste des tableaux

Tableau I : Composition en acides gras de l'huile de soja.....	5
Tableau II : Constituants mineurs de l'huile de soja.....	6
Tableau III : Production en tonne de l'huile de soja.....	7
Tableau IV : production en tonne du grain de soja.....	7
Tableau V : les principaux constituants mineurs contenus dans les huiles brutes.....	10
Tableau VI : Les différentes activités du complexe Cevital.....	16
Tableau VII : Les points de prélèvement et les analyses physico-chimiques effectuées sur les huiles de soja.....	21
Annexe 01	
Tableau N° VIII : résultats des analyses de l'huile brute	
Tableau N° IX : résultats des analyses de l'huile au niveau de mélangeur (M2)	
Tableau N° X : résultats des analyses de l'huile lors de lavage	
Tableau N° XI : résultats des analyses lors de la décoloration	
Tableau N° XII : tableau des résultats des analyses lors de la désodorisation	
Tableau N° XIII : tableau des résultats des analyses lors de la séparation	

Liste des figures

Figure N°01 :Graines et plante de Soja	1
Figure N°02 : Composition de la graine de soja.....	2
Figure N°03 : Étapes de l'extraction de l'huile de soja.....	4
Figure N°04 : Section de neutralisation (Cevital2014).....	12
Figure N°05 : Section de décoloration (Cevital 2014).....	14
Figure N°06 : Section de désodorisation (Cevital 2014).....	15
Figure N°07 :Organigramme de la direction industrielle (Cevital2014).....	18
Figure N°08 : Organigramme de Cevital SPA 2014.....	19
Figure N°09 : l'évolution de l'acidité de l'huile brute ainsi que son erreur standard.....	35
Figure N°10 : l'évolution de la chlorophylle de l'huile brute ainsi que son erreur standard.....	36
Figure N°11 : l'évolution des phosphores de l'huile brute ainsi que son erreur standard.....	36
Figure N°12 : l'évolution de l'acidité de mélangeur (M2) et son erreur standard.....	37
Figure N°13 : l'évolution des traces de savons dans les séparateurs S1 et leur erreur standard.....	38
Figure N°14 : l'évolution des traces de savons dans le séparateur S2 et leur erreur standard.....	39
Figure N°15 : l'évolution des traces de savons dans le séparateur S3 (lavage) et leur erreur standard	40
Figure N°16 : l'évolution des traces de savon dans le sécheur et leur erreur standard.....	41
Figure N°17 : l'évolution des phosphores dans le sécheur et leur erreur standard.....	42
Figure N°18 : l'évolution de taux d'humidité dans le sécheur ainsi que son erreur standard.....	43
Figure N°19 : l'évolution des chlorophylles dans la phase de décoloration ainsi leur erreur standard.....	44

Figure N°20 :l'évolution des phosphores dans la phase de décoloration ainsi leur erreur standard.....	45
Figure N°21 :l'évolution de l'acidité dans la phase de désodorisation ainsi leur erreur standard.....	46
Figure N°22 :l'évolution de la couleur jaune dans la phase de désodorisation ainsi leur erreur standard.....	47
Figure N°23 :l'évolution de la couleur rouge dans la phase de désodorisation ainsi leur erreur standard.....	48
Figure N°24 :l'évolution de l'indice de peroxyde dans la phase de désodorisation ainsi leur erreur standard.....	49

Annexe 02

Figure N°25 :analyses de corrélation entre la chlorophylle et les phosphores de l'huile brute

Figure N°26 :analyse de corrélation entre l'acidité et la chlorophylle de l'huile brute

Figure N°27 : analyse de corrélation entre l'acidité et les phosphores de l'huile brute

Figure N°28 : analyses de corrélation entre les savons de S1 et les savons de S2

Figure N°29 : analyse de corrélation entre l'humidité et les phosphores de l'huile séchée

Figure N°30 : analyse de corrélation entre les phosphores et les savons de l'huile séchée

Figure N°31: analyses de corrélation entre l'humidité et les savons de l'huile séchée

Figure N°32 : analyses de corrélation entre la chlorophylle et les phosphores de la décoloration

Figure N°33 : analyses de corrélation entre la couleur rouge et jaune de la désodorisation

Figure N°34 : analyse de corrélation entre la couleur rouge et l'acidité de la désodorisation

Figure N°35 : analyse de corrélation entre l'acidité et l'indice de peroxyde de la désodorisation

Figure N°37 : analyse de corrélation entre la couleur jaune et l'indice de peroxyde de la désodorisation

Sommaire

Introduction

Partie théorique

Chapitre I La matière première

I Le Soja	1
I.1 Définition de Soja.....	1
I.2 Composition de la graine	1
I.3 Le caractère écologique de Soja	2
I.4 L'effet préventif de Soja.....	2
I.4.1 Prévention des affections cardio-vasculaire	2
I.4.2 Prévention des cancers	3
I.4.3 Apport énergétique	3
I.5 Huile de Soja.....	3
I.5.1 Extraction de l'huile de Soja	3
I.5.2 Composition de l'huile de Soja.....	6
I.5.2.1 Composition en acides gras	6
I.5.2.2 Autres constituants	7
I.5.3 Production mondiale de l'huile de Soja	8
I.5.4 Valeur nutritionnelle de l'huile de Soja	9

Chapitre II Raffinage de l'huile de Soja

II.1 Définition de raffinage.....	10
II.2 But de raffinage.....	10
II.3 Différents procédés de raffinage	11
II.3.1 Raffinage chimique	11
II.3.1.1 Démucilagination.....	11
II.3.1.2 Neutralisation	12
II.3.1.3 Lavage	12
II.3.1.4 Séchage.....	13
II.3.1.5 Décoloration	13
II.3.1.6 Filtration	14
II.3.1.7 Désodorisation	15

Partie expérimentale

Chapitre III Organisme d'accueil

III Présentation de complexe Cevital SPA Bejaia.....	15
III.1 Présentation de l'unité	15
III.2 les différentes activités de complexe Cevital SPA.....	15
III.3 La raffinerie de l'huile	15
III.4 Les différentes huiles brutes raffinées	16
III.5 Quelques huiles produites par Cevital SPA	16

Chapitre IV Matériels et méthodes

IV Matériels et méthodes	19
IV.1 Échantillonnage	19
IV.2 Analyses physiques	20
IV.2.1 Détermination de la densité.....	20
IV.2.2 Détermination de la couleur	21
IV.2.3 Détermination de l'humidité	22
IV.2.4 Détermination des impuretés.....	22
IV.2.5 Indice de réfraction	23
IV.3 Analyses chimiques	24
IV.3.1 Détermination de l'acidité	24
IV.3.2 Détermination des traces de savons	25
IV.3.3 Détermination de l'indice de peroxyde.....	26
IV.3.4 Détermination de l'indice de saponification	27
IV.3.5 Détermination de l'indice d'iode	27
IV.3.6 Détermination des chlorophylles	28
IV.3.7 Détermination des insaponifiables	29
IV.3.8 Détermination des phosphatides	30
IV.3.9 Détermination de pH.....	31
IV.4 Analyses statistiques	31
IV.4.1 Définition d'utilitaire d'analyses	31
IV.4.2 Les différents types d'analyse fournis par l'utilitaire d'analyses	32
IV.4.2.1 L'analyse descriptive	32
IV.4.2.2 L'analyse de corrélation	32

IV.4.2.3 Le coefficient de corrélation de Bravais-Pearson	32
IV.4.3 L'analyse par l'erreur standard	33
IV.4.3.1 Définition	33
IV.4.3.2 Erreur aléatoire	33
IV.4.3.3 Erreur systématique	33
IV.5 Le calcul de l'erreur standard	34
V Résultats et discussion	35
V.1 Huile brute	35
V.1.1 L'acidité	35
V.1.2 La chlorophylle	36
V.1.3 Le phosphore	36
V.2 Le mélangeur	37
V.2.1 L'acidité	37
V.3 Les séparateurs S1 et S2	38
V.3.1 Les savons de premier séparateur S1.....	38
V.3.2 Les savons de deuxième séparateur S2	39
V.4 Le lavage	40
V.4.1 Les savons	40
V.5 L'huile séchée	41
V.5.1 Les savons	41
V.5.2 Le phosphore	42
V.5.3 L'humidité	43
V.6 La décoloration	44
V.6.1 La chlorophylle	44
V.6.2 Le phosphore	45
V.7 La désodorisation	46
V.7.1 L'acidité	46
V.7.2 La couleur jaune	47
V.7.3 La couleur rouge	48
V.7.4 L'indice de peroxyde	49
Conclusion	

Introduction

La graine de soja est, du point de vue du tonnage, l'oléagineux le plus utilisé au monde et les produits qui sont dérivés de sa transformation appartiennent aujourd'hui sans conteste à la gamme des produits agroalimentaires les plus internationalisés. En effet, bien que le commerce du soja ne tienne qu'une place discrète dans les médias, le soja et ses coproduits occupent une position importante dans le développement de l'élevage et l'approvisionnement de multiples entreprises **(Vanuxeem, M. et Vidal, D 2002)**.

A l'heure actuelle, l'huile de soja vient en première position mondiale parmi les huiles végétales, tant en termes de production que de consommation. Bien que l'utilisation de l'huile de soja remonte à l'antiquité, son ascension au premier rang mondial est relativement récente, **(Erickson, D.R., Jaocs 1983)**.

De la graine à l'huile raffinée et transformée, les technologies d'obtention et de transformation des huiles se doivent de garantir parfaitement la qualité du produit et de fournir en final un produit répondant à des spécifications très complètes ; ces technologies ont su évoluer pour répondre à cette problématique et intégrer les contraintes actuelles de l'industrie de rentabilité et de respect de l'environnement **(Xavier Pagès-Xatart-Parès, 2008)**.

Ces dernières années, la pression s'est particulièrement renforcée en matière de sécurité alimentaire et les huiles végétales n'échappent pas à cette contrainte.

Cevital SPA s'est inscrit dans cette optique de garantir aux consommateurs un produit de bonne qualité avec des prix compétitifs en utilisant les procédés de raffinage les plus performants, et de répondre aussi aux besoins de marché local et régional (Afrique et Moyen Orient).

Dans notre travail nous avons essayé de suivre les différentes analyses physico-chimiques effectuées au sein de la raffinerie de l'huile de Soja à Cevital SPA, leur faire une analyse statistique en terme de répétabilité afin de pouvoir se prononcer sur la validité ou non des différentes méthodes d'analyses ainsi que leurs incidences sur le produit et sur le procédé lui-même.

I. Le soja**I.1. Définition**

Le soja ou « soya » est une plante grimpante de la famille des fabacées du genre *Glycine* proche du haricot. Elle est largement cultivée pour ses graines oléagineuses qui fournissent la principale huile alimentaire consommée dans le monde. Ces graines constituent des aliments naturels les plus riches.

Le soja est originaire des régions chaudes du sud-est de l'Asie, mais 45 % des surfaces cultivées se trouvent aux Etats-Unis et 55 % de la production mondiale provient du Brésil, l'Argentine, la Chine et l'Inde **(Julien, 2005)**.

Ce n'est qu'au cours de ce dernier siècle que le soja s'est développé comme culture en Europe et en Amérique du Sud **(Pouzet, 1992)**.



Figure N°01 : Graines et plante de Soja

I.2. Composition de la graine

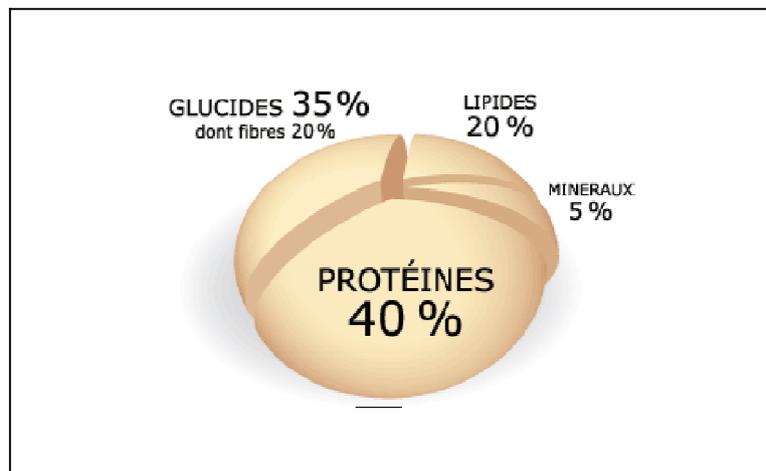
Les graines de soja constituent une excellente source de protéines de haute valeur nutritive et d'acides aminés.

De plus le soja contient presque 20% en masse de lipides avec l'huile de soja **(Debruyn, 2001)**.

Les graines de soja sont également riches en calcium, fer, zinc, phosphate, magnésium, vitamines B et folate et vu leur abondance, la biodisponibilité ne pose aucun problème **(Mattalah, 2008)**.

La composition des graines de soja peut varier légèrement selon les variétés et les conditions de culture. Grâce à la sélection, il a été possible d'obtenir des variétés ayant des teneurs en protéines comprises entre 40 et 45% et des teneurs en lipides entre 18 et 20%.

Une augmentation de la teneur en protéines de 1% est accompagnée en général d'une baisse de la teneur en lipides de 0,5% (Berk,



1993).

Figure N° 02 : Composition de la graine de soja

I.3. Le caractère écologique de Soja

Le soja possède également des qualités écologiques remarquables qui peuvent être exploitées par les agriculteurs. Le soja, présente en effet de nombreux atouts pour la gestion de la rotation des cultures et pour la préservation de l'environnement. Dans la mesure où il fixe l'azote atmosphérique et absorbe l'azote minéral présent dans le sol, le soja ne demande pas de compléments sous forme d'engrais azotés. D'autre part, sa résistance aux parasites et aux maladies permet de le cultiver aisément sans pesticides et autres renforts de traitements chimiques. Ajoutons également à ces qualités, la moindre consommation d'eau exigée pour la culture du soja par rapport à celle d'une céréale, dans la même zone agricole : 25 % de moins que pour le maïs, par exemple. Cet avantage quantitatif se cumule à un avantage qualitatif lié à une moindre pollution des eaux souterraines en raison des particularités de la nutrition azotée de la plante(Allain et al, 1999).

I.4. L'effet préventif de Soja

I.4.1. Prévention des affections cardio-vasculaires

L'hypercholestérolémie est un important facteur de risque des maladies Cardio-vasculaires, Selon **Collomb et Mayor, (2007)** une réduction de 10% du taux de cholestérol réduirait ce risque de 20%.

Des études *in vivo* soulignent que la consommation de soja et de produits à base de soja peut améliorer le statut antioxydant de l'organisme (ce qui permet une diminution de l'oxydabilité du cholestérol) (**Paul, 2001**).

I.4.2. Prévention des cancers

L'alimentation joue certainement un rôle majeur dans la prévention de certains cancers. Une série d'études évaluent de 30 à 70% la réduction d'incidence de certains types de cancer par une modification du régime alimentaire. On tend actuellement à rechercher les facteurs protecteurs présents dans les végétaux et capables de cette protection. Les isoflavones, molécules essentiellement présentes dans le soja (phyto-oestrogènes légers), sont capables de diminuer le risque de déclenchement du processus de division cellulaire (des études préliminaires montrent que le soja empêcherait ou retarderait la croissance de tumeurs cancéreuses) (**Asa, 1999**).

I.4.3. Apport énergétique

Le soja est sans cholestérol et comporte un apport énergétique modéré. Avec ses protéines de bonne qualité nutritionnelle, le soja représente un allié idéal pour le sportif (**Matallah, 2008**).

Le faible apport calorique du soja le rend particulièrement intéressant dans l'alimentation d'aujourd'hui : moins de calories et plus de protéines. De plus, la présence des fibres alimentaires permet de réduire la densité énergétique du repas (**Matallah, 2008**).

I.5. Huile de soja

L'huile de soja est fluide et d'un jaune plus ou moins foncés 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 α -linoléique. Elle est recommandée pour les assaisonnements.

Sa richesse en lécithine la rend précieuse pour la reconstitution des cellules nerveuses et cérébrales.

En effet, les lécithines participent au transport des esters de cholestérol, des sels biliaires et des lipoprotéines.

Les huiles de soja sont recommandées aux personnes nerveuses et aux diabétiques. Sa bonne digestibilité en fait une bonne remplaçante de l'huile d'olive pour ceux qui ne peuvent la tolérer (**Cossut et al, 2002**).

I.5.1.Extraction de l'huile de soja

Toutes les cellules et graines végétales contiennent une certaine quantité de lipides, en plus des glucides et protéines, pour leur garantir une bonne croissance dans des conditions parfaites. Cependant, les graisses et huiles se trouveront en quantités suffisantes pour assurer leur germination et croissance au cours des premiers jours de leur plantation (**Mustapha et Stauffer, 2002**).

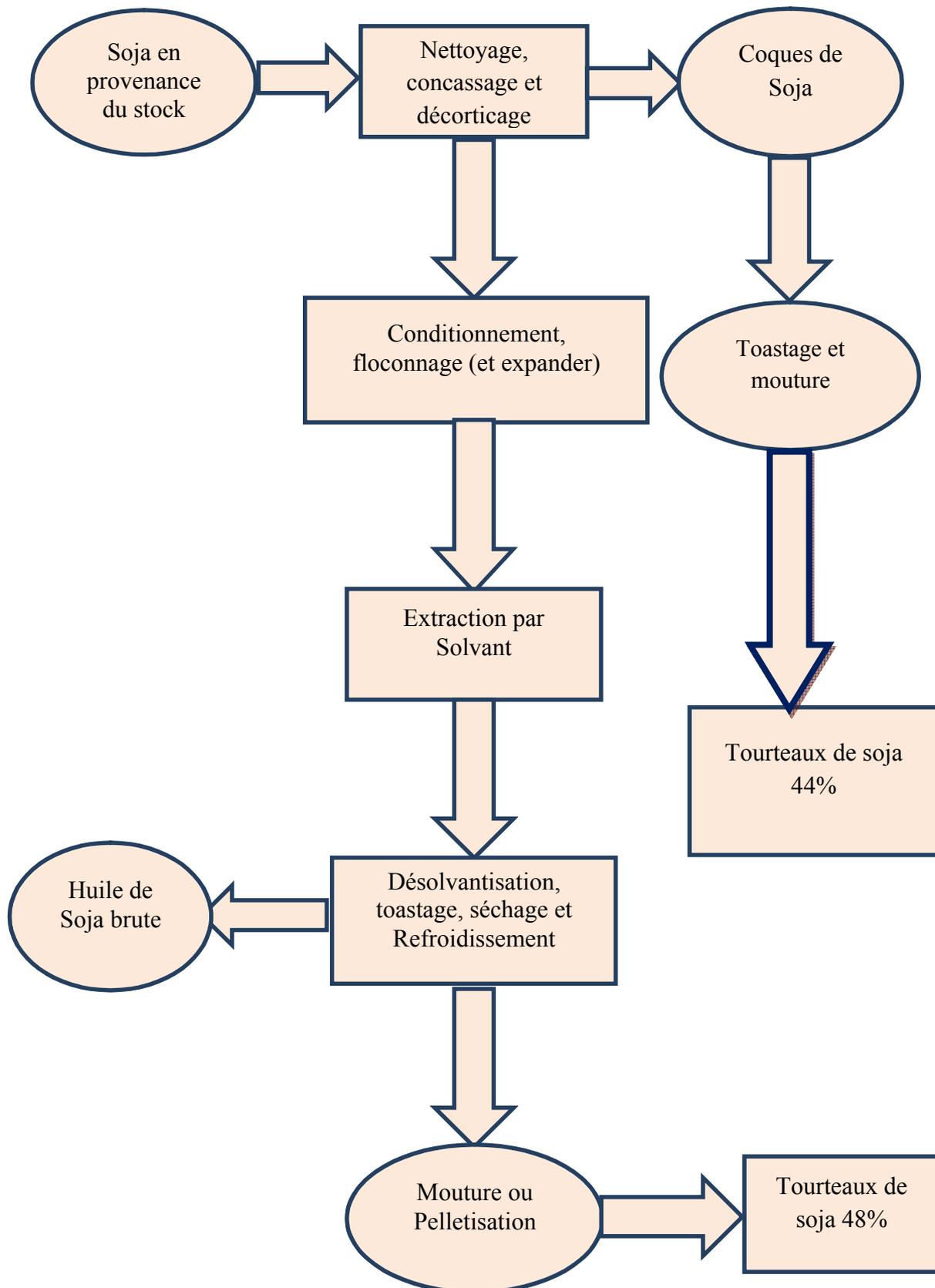


Figure N°03: Étapes de l'extraction de l'huile de soja (Mustapha et Stauffer, 2002).

I.5.2. Composition de l'huile de soja**I.5.2.1. Composition en acides gras**

La teneur en acides gras dans l'huile de soja est présentée dans le tableau I

Tableau I : Composition en acides gras de l'huile de soja (**Wahnon et al, 1988**)

Acides gras	Symbole	Pourcentage en poids (%)
Laurique	12 :0	4.5 %
Mirystique	14 :0	4.5 %
Palmitique	16 :0	11.6 %
Stéarique	18 :0	2.5 %
Oléique	18 :1	21.1 %
Linoléique	18 :2	52.4 %
Linoléique	18 :3	7.1 %

I.5.2.2. Autres constituants

En plus des acides gras l'huile de soja contient des constituants mineurs qui sont cités dans le tableau II.

Tableau II : Constituants mineurs de l'huile de soja (Platon, 1988 ; RohaniBinti).

Nature	Composé
Lipides	Phosphatides hydratables et non hydratables Glycérides partiels Acides gras libres
Glucidique	Sucres libres et glycolipides
Ions métalliques	fer(Fe), cuivre(Cu), Calcium, Magnésium
Pigments colorants	Caroténoïdes, chlorophylle et autres pigments
Produits oxydés	Aldéhydes, cétones, peroxyde
Autres	Composés odorants Matières insaponifiables (hydrocarbures, alcools triterpéniques, stérols) Tocophérols.

I.5.3. Production mondiale de l'huile de Soja

La production mondiale en huile et en graines de Soja est présentée dans les deux (02) tableaux ci-dessous selon l'organisation mondiale de l'alimentation (FAO)

Tableau III : Production mondiale en tonne de l'huile de soja (FAO, 2012)

Pays	Quantité produite annuellement (tonne)	Pourcentage de la production mondiale (%)
 Chine	9 069 800	22,8 %
 États-Unis	8 771 500	22,1 %
 Argentine	7 000 080	17,6 %
 Brésil	6 928 000	17,4 %
 Inde	1 349 300	3,4 %
 Japon	467 707	1,2 %
 UE	2 408 450	6,1 %
 Allemagne	594 770	1,5 %
 Espagne	563 300	1,4 %
 Pays-Bas	462 300	1,2 %
 Italie	306 900	0,77 %
 France	91 300	0,23 %
Total	39 761 852	100%

Tableau IV : production en tonne du grain de soja(FAO, 2012)

Pays	Quantité produite annuellement (tonne)	Pourcentage de la production mondiale (%)
 États-Unis	90 609 800	34,6 %
 Brésil	68 518 700	26,2 %
 Argentine	52 677 400	20,1 %
 Chine	15 083 204	5,8 %
 Inde	9 810 000	3,8 %
 Paraguay	7 460 440	2,9 %
 Canada	4 345 300	1,7 %
 Uruguay	1 816 800	0,7 %
 Ukraine	1 680 200	0,6 %
 Bolivie	1 637 000	0,6 %
 Russie	1 222 370	0,5 %
Total Monde	261 578 498	100 %

I.5.4. Valeur nutritionnelle de l'huile de soja

Le soja est une légumineuse riche en de nombreux nutriments qui sont extrêmement intéressants pour la santé. Cette légumineuse apporte des protéines de bonne qualité (38%). Elle apporte également davantage de fibres (15%) que toutes les autres légumineuses. Le rôle des fibres a été largement démontré au niveau de la prévention de certaines maladies (certains cancers, les troubles intestinaux, les maladies cardio-vasculaires, ...) (**Collomb et Mayor, 2007**).

Le soja contient des isoflavones et des phytostérols qui pourraient jouer un rôle favorable dans la réduction du cholestérol sanguin. Le soja est également riche en nutriments tels que les minéraux (4%) comme le calcium et le fer.

La lécithine de soja est très riche en acides gras essentiels OMEGA 3, intervient efficacement pour prévenir ou lutter contre l'hyper cholestérolémie. La lécithine de soja contient de la vitamine E, puissant antioxydant et hypolipémiante(**Joyce, 1983**).

II.1. Définition du raffinage

Le raffinage des huiles brutes de Soja est obligatoire pour fournir 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 (**Karleskind et Wolff, 1992; Gibon et Tirtiaux, 1998**).

Comme toutes les graisses et huiles, la qualité d'une huile de soja raffinée dépend de la qualité de l'huile à son état brut initial et de la qualité des fèves de soja dont elle a été extraite (**Wiedermann et Jaocs, 1981**).

II.2. But du raffinage

Le raffinage a pour objectif d'éliminer les produits indésirables pour avoir un produit d'un bon niveau de pureté et de stabilité tels que :

- ✓ Produits d'oxydation et de décomposition (les phospholipides, les métaux, les résidus d'herbicides et de pesticides, autres produits mineurs) ;
- ✓ Modifier la structure des triglycérides nécessaires ;
- ✓ Réduire le niveau de la couleur ;
- ✓ Préserver le contenu en vitamines ;
- ✓ Minimiser les pertes en triglycérides ;

Protéger les triglycérides de la dégradation au cours du processus(**François, 1974**).

Le tableau V : les principaux constituants mineurs contenus dans les huiles brutes (François, 1974).

Classification de substance	Représentation typique	Effet de détérioration
Produits d'hydrolyse	Acides gras libres, glycérides partiels	Oxydation, pertes des huiles neutres
Composés phosphorés	Lécithine, céphaline, phosphatidylinositols, acides phosphatiques	Apparence et goût, oxydation
Produits d'oxydation	Aldéhydes volatiles, cétones, hydrocarbures	Odeur et goût
Colorants	Carotène, chlorophylle	Couleur et oxydation
Antioxydants Esters d'acide/d'alcool gras	Tocophérols, stérols	Antioxydation Apparition de suspension
Composés métalliques	Fer, cuivre	Oxydation

II.3. Différents procédés du raffinage

L'huile de soja brute extraite des graines de soja nécessite, pour obtenir une huile comestible, le passage obligatoire par le traitement de raffinage.

Différents procédés peuvent être utilisés pour ce traitement. Le procédé le plus pratique et classique est le raffinage chimique, mais récemment un nouveau procédé a pris place en utilisant des enzymes « le procédé enzymatique ».

II.3.1. Raffinage chimique

II.3.1.1. Démucilagination

Le dégomme ou la démucilagination consiste à éliminer de l'huile brute les composés susceptibles de devenir insolubles par hydratation (phospholipides, lipoprotéines, etc.) ou d'être éliminés avec la phase aqueuse (Glucides).

Généralement, seules les huiles d'extraction qui contiennent normalement 2 à 4 fois plus de phospholipides qui sont dégommees que les huiles de pression (**Denise, 1992**).

Que le procédé utilisé soit physique ou chimique, les trois principes de base du processus de dégommeage sont résumés comme suit:

- ✓ Élimination de phospholipides par la formation de micelles;
- ✓ Hydratation rapide des phospholipides;
- ✓ Élimination des phospholipides non hydratables par un traitement avec des acides (**Ruiz-Mendez, 1999**).

II.3.1.2. Neutralisation

C'est l'étape la plus importante et la plus délicate où s'effectue l'élimination des acides gras libres, qui risquent de donner à l'huile un goût désagréable. La neutralisation s'effectue le plus souvent par addition de soude qui transforme les acides gras libres en savon (Réaction ci-dessous) que l'on sépare ensuite par centrifugation en même temps que les autres impuretés.

La soude joue également un rôle de décoloration partielle (**Denise, 1992**).



Il est possible de coupler démulcination et neutralisation. Dans ce cas, phospholipides et savons sont séparés en une seule étape de centrifugation. Les deux opérations sont effectuées en continu à 80°C environ (**Cossur et al, 2002**).

II.3.1.3. Lavage

Le lavage est l'opération qui permet d'éliminer les substances alcalines (savon et soude en excès) présentes dans l'huile à la sortie du séparateur, ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides et autres impuretés (**Denise, 1992**).

Le lavage est plus efficace lorsqu'il est effectué en deux stades. Il est préférable d'utiliser de l'eau adoucie et chauffée à (90°C). L'eau de lavage doit représenter 7 à 10% de l'huile traitée (**Platon, 1988**).

II.3.1.4. Séchage

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

L'huile neutralisée sortant du lavage à une température de 90°C est séchée sous vide par pulvérisation dans une tour verticale (Denise, 1992).

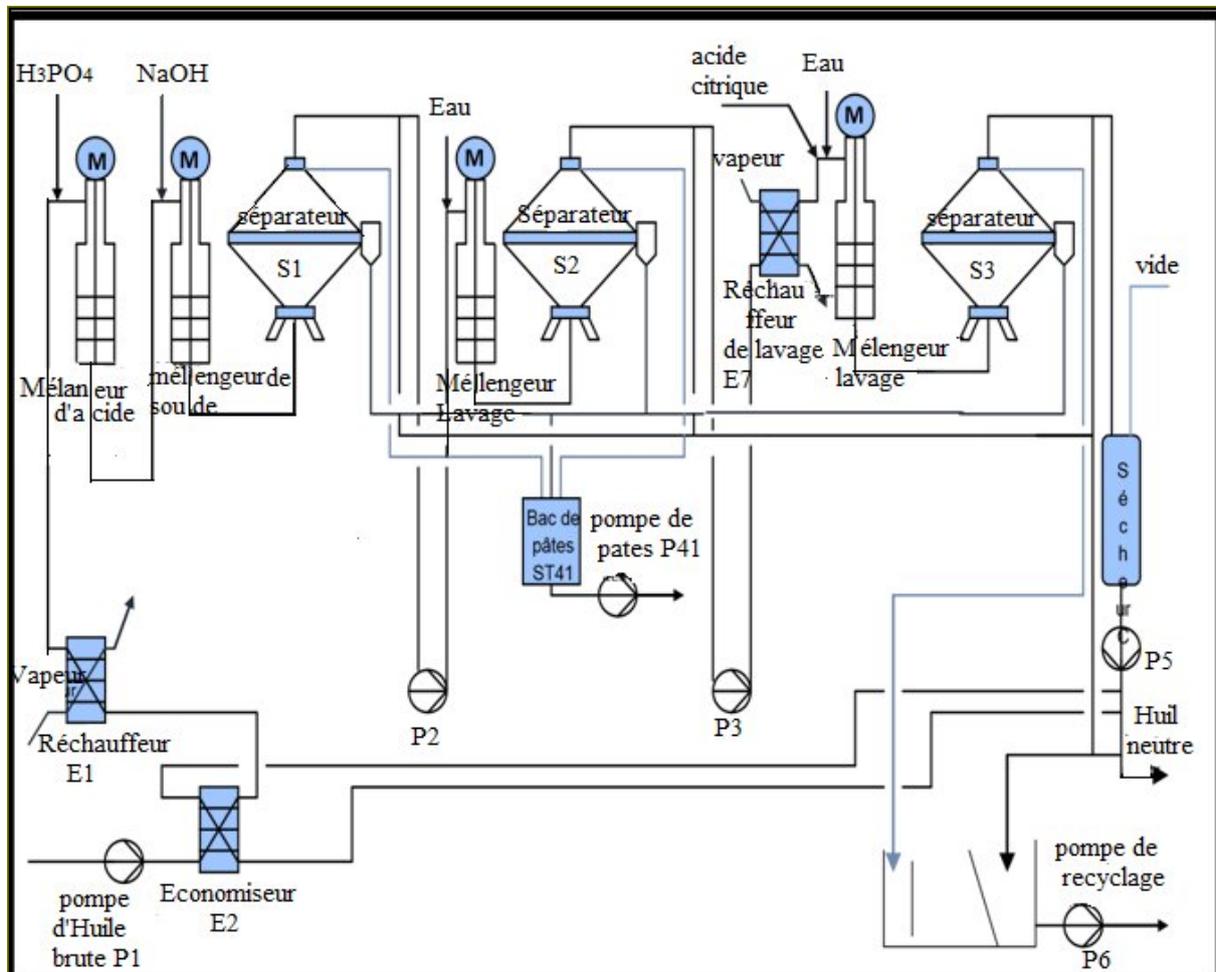


Figure N°04 : Section de neutralisation (Cevital, 2014)

II.3.1.5. Décoloration

Cette opération vise à éliminer les pigments de l'huile (chlorophylle et pigments caroténoïdes), nuisibles à sa couleur et à sa conservation, que la neutralisation n'a que très partiellement détruits (Mohtadji et Lamballais, 1989 ; Denise, 1992).

Pendant cette étape, sont aussi adsorbés des produits primaires et secondaires d'oxydation, des métaux, des savons, des composés phosphatidiques et polyaromatiques ainsi que certains composés moins profitables, comme les tocophérols (Ruiz-Mendez, 1999).

II.3.1.6. Filtration

L'enlèvement total de la terre décolorante de l'huile par filtration est très important car le résidu d'argile agit en tant que pro-oxydant puissant et salit le matériel à l'aval (**Mustapha et Stauffer, 2002**).

Dans l'industrie du raffinage des huiles végétales, les filtres habituellement utilisés après décoloration mettent en œuvre des surfaces filtrantes constituées le plus souvent de toiles métalliques (exemple : filtre Niagara lorsqu'il s'agit d'installation continue).

Les filtres Niagara sont équipés d'une série d'éléments filtrants toujours verticaux constituant la partie la plus importante du matériel. Les éléments filtrants sont montés individuellement sur une rampe centrale (**Denise, 1992**).

L'huile décolorée doit être protégée contre les excès thermiques et l'oxydation étant donné que l'huile à ce niveau du processus de raffinage est dans son état le moins stable (**Mustapha et Stauffer, 2002**).

Les deux étapes de décoloration et de filtration sont représentées dans la figure 05

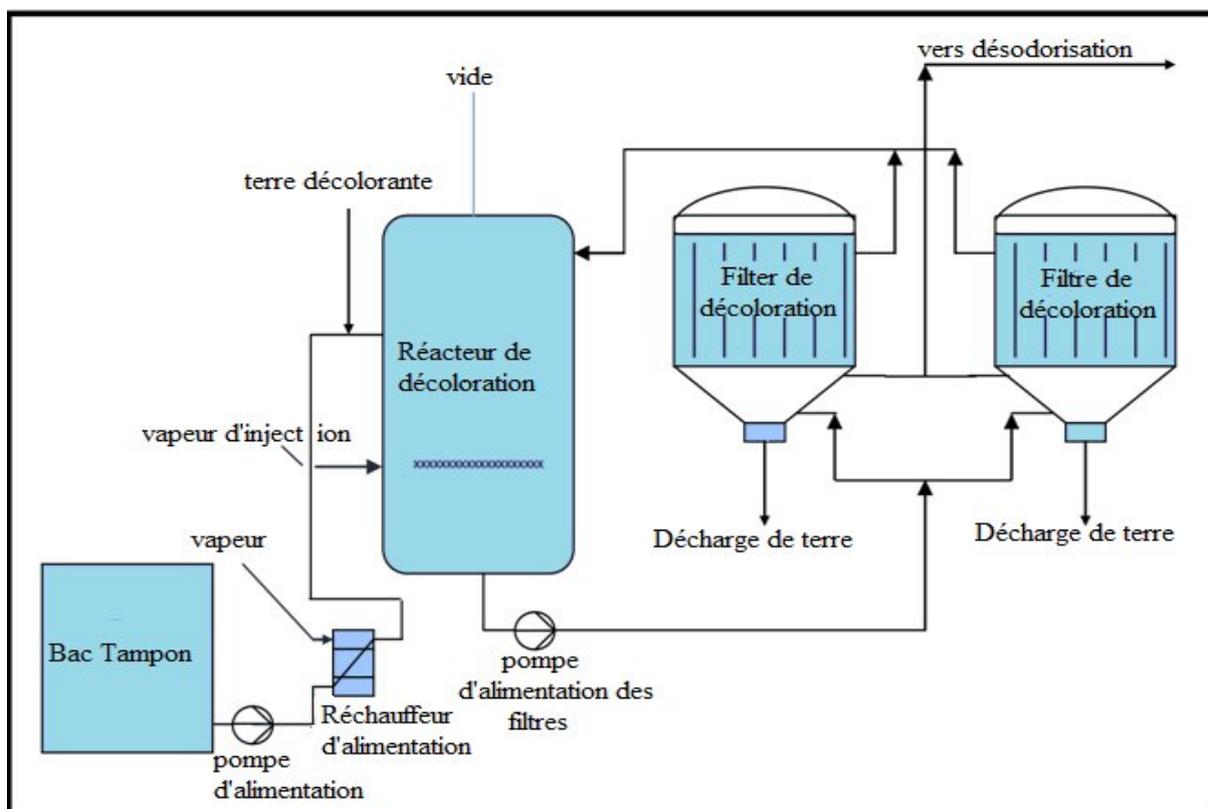


Figure N°05 : Section de décoloration (Cevital, 2014)

II.3.1.7. Désodorisation

La désodorisation est obtenue en éliminant par distillation sous vide (2 à 9 torrs) avec un léger entraînement par la vapeur d'eau, des substances comme les aldéhydes et les cétones, souvent responsables d'odeurs désagréables. Ainsi que les acides gras libres encore présents dont certains sont très sensibles à l'oxydation.

La désodorisation est nécessaire surtout pour les huiles de graines oléagineuses. Elle s'opère à une température comprise entre (160 – 260°C) (Cheftellet Cheftell, 1977). (figure N°06)

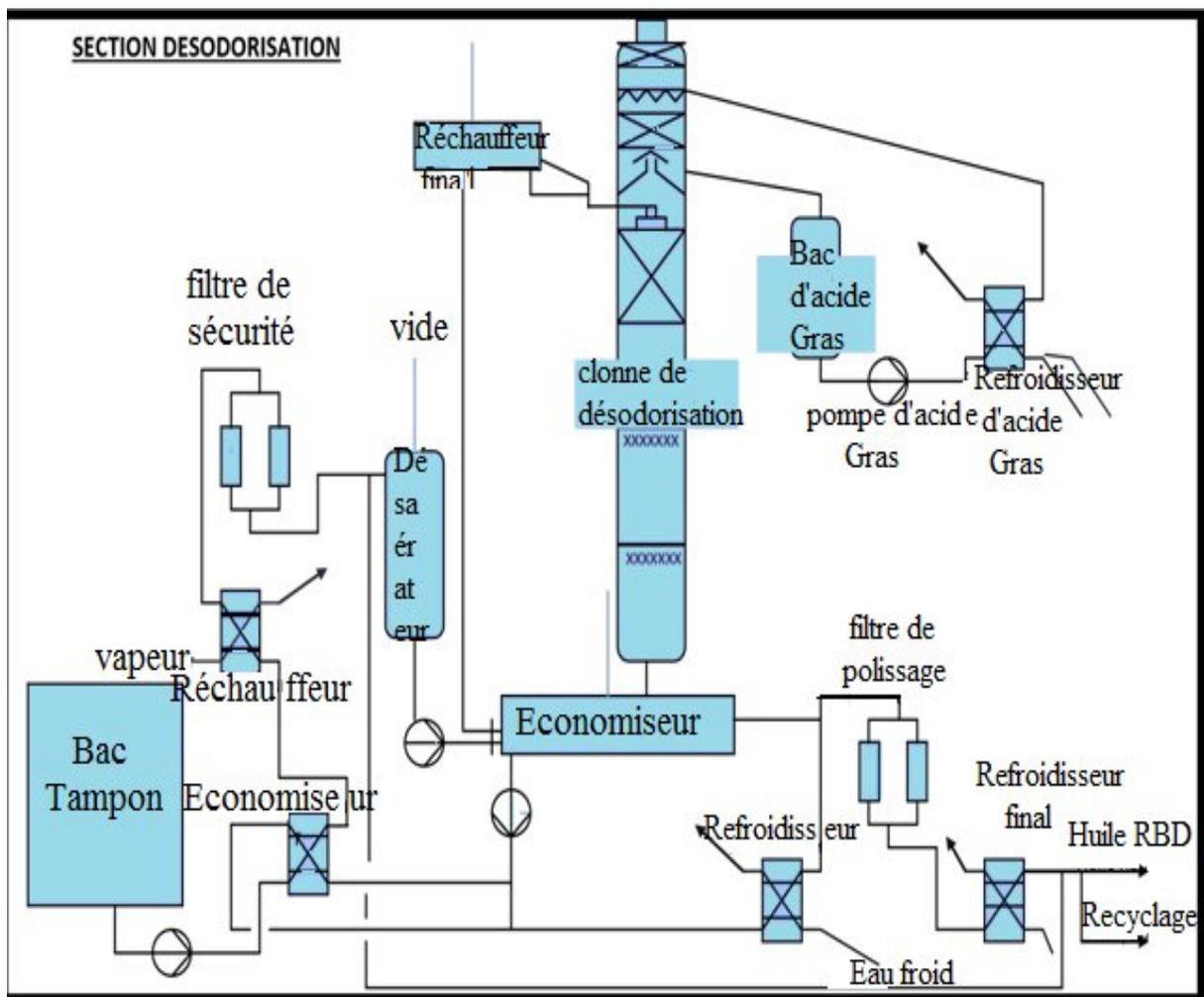


Figure N°06 : Section de désodorisation (Cevital, 2014).

III. Présentation du complexe Cevital SPA Béjaia

III.1. Présentation de l'unité

Cevital SPA est la première société privée dans l'industrie du raffinage des huiles sur le marché

Algérien, crée en Mai 1998 d'un capital totalement privé d'un montant de 970 000 000 00 DA. Le 14 Octobre 1998 l'unité a commencé la fabrication d'emballage à partir des préformes qu'elle importe. Le 14 février de l'année 1999, le complexe CevitalSPA a commencé la mise en bouteilles et conditionnement de l'huile raffinée importée. Le 17 Février de la même année marque le lancement de la raffinerie qui est devenue fonctionnelle le 12 Août 1999.

Le complexe de production se situe au niveau du port de Bejaia et s'étend sur une superficie de 45000 m² et comporte un complexe de raffinage, une margarinerie et une unité de conditionnement.

III.2. Les différentes activités du complexe Cevital SPA

Les diverses activités de Cevital SPA sont regroupées dans le tableau VI.

Tableau VI : Les différentes activités du complexe Cevital (Cevital SPA, 2014).

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.3. La Raffinerie des huiles

La raffinerie du complexe Cevital SPA est entièrement automatisée. C'est l'une des plus modernes au monde, 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/jour, de marque DE SMET (Belgique).

III.4. Les différentes huiles brutes raffinées

Les différentes huiles brutes traitées par Cevital sont :

- **Les huiles fluides** : nécessitant un raffinage physique et chimique (soja, tournesol,colza, maïs).
- **Les huiles hydrogénées** : subissent uniquement un raffinage physique :

HBO : Hydrogen bean oil (huile de soja hydrogénée)

HPO : Hydrogen palm oil (huile de palme hydrogénée)

CPO : Crude palm oil (huile de palme brute)

ODF : Oléine doublement fractionnée.

STEARINE : Huile destinée à la margarine.

III.5. Quelques 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 .

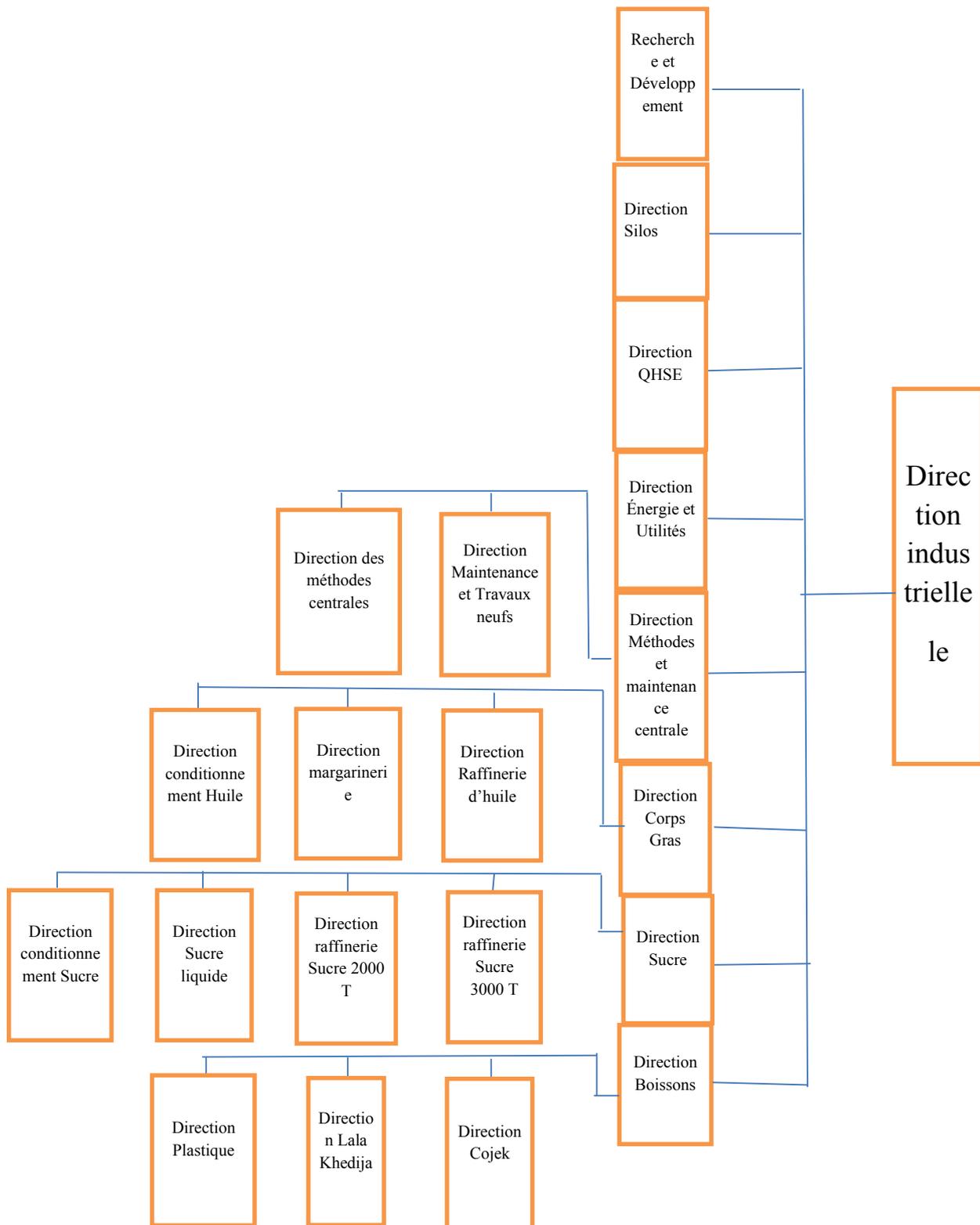
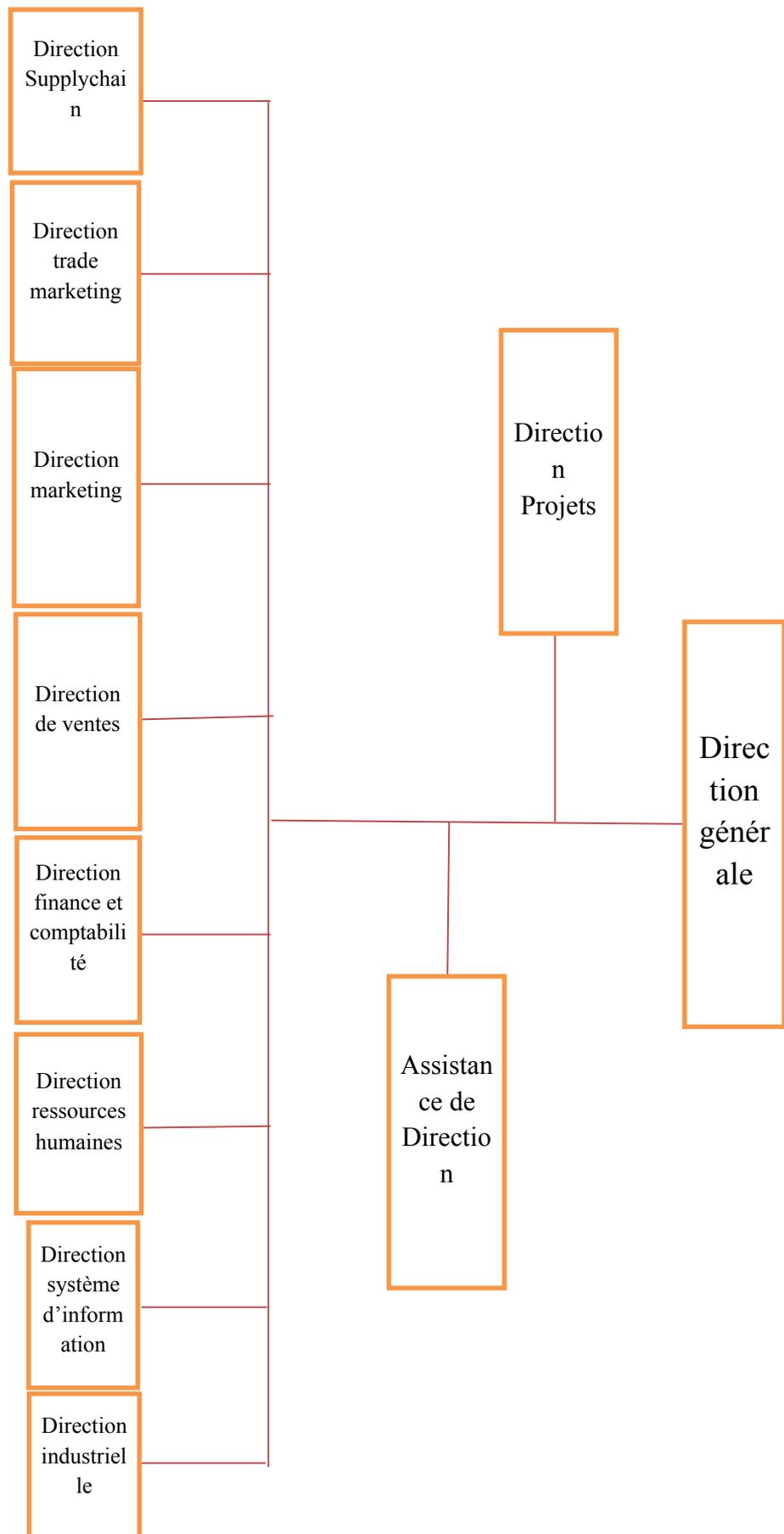


Figure 07 : Organigramme de la direction industrielle 2014

Figure 08: Organigramme de Cevital SPA 2014



IV. Matériel et méthodes**IV.1. Échantillonnage**

L'échantillonnage consiste à faire des prélèvements de l'huile de Soja à l'atelier de raffinage « Cevital » au niveau des différentes étapes du procédé de raffinage chimique avec l'aimable coopération des laborantins. Les échantillons ont été prélevés sur une ligne de raffinage qui fonctionne suivant le mode chimique « C 1000 tonnes »

Pour la détermination des paramètres physico-chimiques cette huile, trois échantillons ont été prélevés au niveau de chaque étape du raffinage chimique pendant 21 jours (du 23/02/2014 au 13/03/2014).

Les différents échantillons représentatifs prélevés sont :

- L'huile brute
- L'huile dégommée (mélangeur, séparateur)
- L'huile séchée
- L'huile décolorée
- L'huile désodorisée

Tableau VII: Les points de prélèvement et les analyses physico-chimiques effectuées sur les huiles de soja.

Échantillon	Points de prélèvement	Analyses
Huile brute	Sortie de la pompe « P1 »	Acidité, la chlorophylle, les phosphores, l'aspect visuel, les impuretés insolubles
Huile au niveau de mélangeur (M2)	Sortie du Mélangeur	Acidité, les traces de savon,
Huile séparée	Sortie du Séparateur (S ₁ ,S ₂ ,S ₃)	L'acidité, les traces de savon, l'acidité des pâtes, quantité de matière grasse au niveau des eaux de lavage
Huile séchée	Sortie du sécheur	Les traces de savon, la chlorophylle, les phosphores, l'humidité, l'aspect visuel
Huile décolorée	Sortie de la décoloration	Acidité, humidité, impuretés, la couleur, la chlorophylle, les phosphores, aspect visuel
Huile désodorisée	Sortie de la désodorisation	Acidité, humidité, impuretés, indice de peroxyde, chlorophylles, les phosphores, l'aspect visuel, odeur et saveur

IV.2. Analyses physiques

IV.2.1. Détermination de la densité

La densité relative d'une huile à 20°C est le quotient de la masse dans l'atmosphère d'un certain volume de cette huile à T°C par la masse de même volume à 20°C.

➤ Principe

Les huiles fortement acides ont une densité inférieure à celle des huiles neutres correspondantes, aussi les acides gras ont une densité inférieure à celle de leurs glycérides.

➤ **Mode opératoire**

Mettre environ 200 ml d'huile à analyser dans une éprouvette de 250 ml trempé le densimètre la dans et attendre qu'il se stabilise, lire la valeur sur le densimètre.

➤ **Expression des résultats**

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

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

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

T_1 : température lue sur le thermomètre ;

T_2 : 20°C .

IV.2.2. Détermination de la couleur (ISO 15305, 1998)

La mesure de la couleur de l'huile se fait par l'utilisation d'un «calorimètre Lovibond » qui est composé de deux séries de verres de couleur jaune et rouge.

➤ **Principe**

Il consiste à comparer la couleur de la lumière transmise à travers l'huile dans une cuve à face parallèle, à la lumière provenant toujours de la même source transmise à travers des lames colorées standardisées. A l'aide d'une monoculaire les verres et l'échantillon sont éclairés par la réflexion sur un bloc de carbonate de magnésium d'une lampe de 6W.

➤ **Mode opératoire**

On verse l'échantillon à analyser dans une cellule de (5 pouces et 1/4) puis on détermine la couleur on faisant la comparaison avec les lames de la cellule standard.

➤ **Expression des résultats**

Les valeurs de la couleur sont données comme suit : X_J , Y_R .

Où : J : la couleur jaune ;

R : la couleur rouge ;

X, Y : les valeurs déterminés par Lovibond.

IV.2.3. Détermination de l'humidité(ISO 662, 1998)

C'est la perte en masse que subira un échantillon de l'huile après chauffage à 103°C exprimée en pourcentage de masse.

➤ **Principe**

Est basé sur la détermination de poids d'une prise d'essai avant et après séchage à l'étuve à une température de 103°C pour une durée de deux heures de temps.

➤ **Mode opératoire**

Peser environ 20g de l'échantillon dans une capsule préalablement séchée P_1 , ensuite mettre à l'étuve pour chauffer à $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ pendant une durée de deux heures, refroidir dans un dessiccateur puis peser P_2

➤ **Expression des résultats**

$$\text{Humidité (\%)} = [(P_1 - P_2)] \times 100$$

P_1 : le poids de la capsule et la prise d'essai avant chauffage ;

P_2 : le poids de la capsule et la prise d'essai après chauffage ;

P : la prise d'essai en gramme (20g).

IV.2.4. Détermination des impuretés(ISO 663, 2007)

Ce sont des substances autres que l'eau et les solvants, ne correspondent pas aux glycérides, aux acides gras et aux insaponifiables constituant des huiles, ce sont des matières insolubles dans l'eau mais solubles dans les solvants organiques tel que l'hexane.

➤ **Principe**

Il consiste à traiter le produit par un excès de solvant puis filtrer la solution et laver les résidus avec le même solvant (hexane), ensuite sécher à 103°C plus au moins 2°C jusqu'à une masse constante.

➤ **Mode opératoire**

Peser à 0.001g près environ 20g d'échantillon dans une fiole de 250 ml additionnée de 200 ml d'hexane, boucher la fiole, agiter, laisser porter à 20°C pendant 30 mn à 1 heure, à la fin sécher à une température de 103°C plus au moins 2°C et refroidir dans un dessiccateur. Peser le papier filtre et placer le dans un entonnoir, verser le contenu de la fiole et laver le filtre avec 50 ml d'hexane jusqu'à ce qu'il soit exempt de corps gras, après l'égouttage, le filtre est mis à l'étuve jusqu'au séchage puis peser.

➤ **Expression des résultats**

$$\text{Impureté (\%)} = [(M_1 - M_0) / E] \times 100.$$

E : masse en gramme de la prise d'essai ;

M₀ : masse en gramme du filtre séché ;

M₁ : masse en gramme du filtrer, et d'impuretés.

IV.2.5. Indice de réfraction(ISO 6320, 2000)

On entend par indice de réfraction d'une substance le rapport entre la vitesse d'une lumière de longueur d'onde déterminée dans l'air et la vitesse de cette même lumière dans cette substance.

➤ **Principe**

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

➤ **Mode opératoire**

Filtrer sur papier filtre une quantité d'huile à analyser disposer quelques gouttes entre prisme d'un réfractomètre de façon à remplir complètement l'espace entre ces prismes, attendre quelques minutes pour permettre à la matière grasse d'atteindre la température des prismes. Effectuer la mesure.

➤ **Expression des résultats**

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

D'où : $t' = 40^\circ\text{C}$;

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

N_D^t : indice de réfraction à la température t ;

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

IV.3. Analyses chimiques

IV.3.1. Détermination de l'acidité(ISO 660, 1996)

L'acidité est le pourcentage d'acide gras libre dans la matière grasse (huile), elle est exprimée en pourcentage d'acide oléique.

➤ **Principe**

En premier lieu on effectue la neutralisation de la solution qui peut présenter un caractère acide.

En deuxième lieu on effectue la neutralisation uniquement des acides gras libres par une solution de NaOH à chaud en présence de phénolphtaléine ces derniers se caractérisent par le virage de la couleur.

➤ **Mode opératoire**

Préparer dans un Erlenmeyer une solution de 75 ml d'alcool neutralisée (éthanol+quelques gouttes de phénolphtaléine qui est un indicateur coloré, titrer le NaOH jusqu'à apparition d'une coloration rose). Ajouter 10g de l'huile à analyser, qu'on fait dissoudre en portant sur une plaque chauffante, puis procéder à un deuxième titrage des AGL par NaOH à 0.1N jusqu'à apparition de la couleur rose persistante (10 secondes) et noter la chute de la burette.

➤ **Expression des résultats**

$$\text{Acidité \%} = M \times N \times V/p \times 10$$

M : masse molaire d'acide oléique = 282g/mol ;

N : normalité de NaOH à 0.1N ;

P : poids de la prise d'essai ;

V : volume de NaOH utilisé pour le titrage ;

Donc on aura :

$$\text{Acidité \%} = 0,282 \times V$$

$$\text{Indice d'acidité} = \text{acidité (\%)} \times 2$$

IV.3.2. Détermination des traces de savon(AOCS, 1982)

C'est la teneur en oléate de sodium dans l'huile qui est soluble dans l'acétone avec 3 à 4 % d'eau exprimée en partie par million (ppm) et elle est déterminée pour apprécier l'efficacité des séparateurs.

➤ **Principe**

On procède à une séparation d'huile à analyser en deux fractions, une supérieure dite légère (R-COONa) et une inférieure qui est l'huile.

➤ **Mode opératoire**

Préparer dans une éprouvette graduée 48,5 ml d'acétone, compléter jusqu'à 50ml avec de l'eau distillée, verser la solution dans un ballon à fond plat puis ajouter 1 à 2 gouttes de bromophénol, qui est un indicateur coloré et on rajoute quelques gouttes de NaOH , suite au changement de la couleur (devient bleu), on neutralise le tout avec de l'HCl acétonique jusqu'au virage de la couleur au jaune. On pèse 10 g de matière grasse et on mélange.

On attend l'apparition des deux phases, on récupère la partie supérieure et on titre avec de l'HCl acétonique.

➤ **Expression des résultats**

$$\text{Traces de savons (ppm)} = (N.V.M / P) \times 1000$$

Tel que : N : normalité de HCl cétonique = 0,01N ;

M : masse molaire de l'acétate de sodium = 281+23 = 304g/mol ;

P : poids de la prise d'essai en gramme.

IV.3.3. Détermination de l'indice de peroxyde(ISO 3960, 2007)

C'est la quantité de produit présente dans l'échantillon exprimée en milliéquivalent gramme d'oxygène actif par kilogramme de corps gras oxydant l'iodure de potassium.

➤ **Principe**

Consiste à un traitement d'une quantité d'huile en solution dans l'acide acétique et le chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI), le titrage d'iode libéré se fait par une solution de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré selon la réaction suivante :



➤ **Mode opératoire**

Peser 5g d'huile à 0.01g près dans un erlenmeyer, ajouter 12ml de chloroforme et 18ml d'acide acétique puis incorporer à cette solution 1ml d'iodure de potassium (KI). Agiter la solution et mettre à l'abri de la lumière pendant une minute puis ajouter 75ml d'eau distillée et agiter vigoureusement en présence d'empois d'amidon. Titrer avec le thiosulfate de sodium ($Na_2S_2O_3$) à 0,01N et parallèlement effectuer un essai à blanc (sans huile) jusqu'à décoloration totale de la solution.

➤ **Expression des résultats**

L'indice de peroxyde est donné par la relation suivante :

$$I_p \text{ (meqg / kg)} = N \times (V_1 - V_0) \times 1000/P$$

I_p : indice de peroxyde exprimé en milliéquivalent gramme par kilogramme.

V_0 : volume de la solution de thiosulfate de sodium pour l'essai à blanc en ml.

V_1 : volume de thiosulfate de sodium utilisé en ml ;

N : normalité de la solution de thiosulfate de sodium 0,01N ;

P : prise d'essai en gramme.

IV.3.4. Détermination de l'indice de saponification(ISO 3657, 2002)

C'est la quantité d'hydroxyde de potassium (potasse caustique KOH) en mg nécessaire pour saponifier les acides gras libres qui nous renseignent sur la longueur de la chaîne et nous permet de déterminer la masse moléculaire moyenne de l'acide gras.

➤ Principe

C'est une réaction lente et incomplète, pour l'accélérer on l'apporte à une température élevée d'excès d'alcalin.

➤ Mode opératoire

Peser dans un ballon de 100ml, 2g d'huile puis ajouter 25ml de potasse alcoolique (KOH) à 0,5N, laisser saponifier pendant une heure à froid, ajouter quelques gouttes de phénolphtaléine et faire un essai à blanc, effectuer un titrage avec HCl à 0.5N pour l'échantillon ainsi que l'essai à blanc.

➤ Expression des résultats

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

D'où : I_s : indice de saponification exprimée en milligramme par gramme.

V_0 : volume d'HCl pour l'essai à blanc en ml ;

V_1 : volume d'HCl pour l'échantillon pris en ml ;

P : prise d'essai en gramme.

IV.3.5. Détermination de l'indice d'iode

L'indice d'iode est le nombre en gramme d'iode fixé par 100g de corps gras.

➤ Principe

Cette réaction d'addition est utilisée pour déterminer qualitativement l'insaturation des corps gras.

➤ **Mode opératoire**

Introduire la prise d'essai exactement pesée dans un flacon de 300 à 500ml bouché à l'émeri préalablement lavé et séché, faire dissoudre dans 15ml de tétrachlorure de carbone, puis ajouter 25ml de réactif de Wijs, agiter légèrement et placer le flacon à l'obscurité pendant une heure. Au bout de ce temps ajouter 20ml d'iodure de potassium à 10% avec 150 ml d'eau, enfin agiter et titrer l'iode libéré avec le thiosulfate de sodium à 0,1N en présence de quelques gouttes d'empois d'amidon. Faire en parallèle un essai à blanc dans les mêmes conditions.

➤ **Expression des résultats**

$$I_i = N (V_0 - V) \times 12,69/P$$

Tel que : I_i : indice d'iode.

V_0 : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc en ml ;

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

N : normalité de thiosulfate de sodium ;

12,69 : masse d'iode correspondant à 1ml de thiosulfate de sodium pour 100g de corps gras.

IV.3.6. Détermination des chlorophylles (AOCS, 1989)

Cette méthode est applicable aux huiles neutralisées et blanchies, mais ne l'est pas aux huiles hydrogénées, désodorisées ainsi qu'aux produits finis.

➤ **Mode opératoire**

Remplir la cuve d'huile chauffée au voisinage de 30°C, lire l'absorbance d'huile par rapport au tétrachlorure de carbone dans la cuve témoin à 630, 670 et 710 nm.

➤ **Expression des résultats**

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

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

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

L : la longueur de la cuve en centimètre.

IV.3.7. Détermination des insaponifiables (ISO 18609, 2000)

L'insaponifiable comprend les substances insaponifiables naturelles des matières grasses ainsi que les substances organiques non volatiles à 100°C (huile minérales) étrangères aux matières grasses, mais qu'elles peuvent éventuellement contenir.

➤ Mode opératoire

Mettre la prise d'essai « 5g » dans le ballon muni du réfrigérant ascendant, ajouter 50ml de la solution alcoolique de potasse et porter à légère ébullition.

Maintenir l'ébullition pendant 1 heure et prolonger jusqu'à 2 heures pour les produits à haut point de fusion, spécialement les cires, ajouter alors 50ml d'eau distillée, agiter, laisser refroidir et transverse le contenu du ballon dans une ampoule à décantation, rincer le ballon en opérant en plusieurs fois avec au total 50ml d'hexane, qui est ensuite transverse dans l'ampoule à décantation, agiter pendant 1 mn pour assurer le contact intime entre l'hexane et la solution savonneuse

Laisser au repos et quand les deux phases sont complètement séparées soutirer dans une deuxième ampoule à décantation, la solution savonneuse qu'on épuise de nouveau avec 50ml d'hexane, décanter et faire un troisième épuisement de la solution savonneuse par 50ml d'hexane.

Les trois portions d'hexane sont alors réunies dans une même ampoule et lavées trois fois de suite avec 50ml d'alcool à chaque fois. Transverse la solution d'hexane dans le ballon, chasser le solvant par distillation et porter dans une étuve réglée à 100°C-105°C le ballon maintenu en position horizontale, après 1/4 heure minimum de séjour à l'étuve, laisser refroidir puis faire des pesées consécutives soit inférieur à 2mg.

➤ Expression des résultats

Le pourcentage d'insaponifiable est donné par la relation suivante :

$$\text{Le pourcentage d'insaponifiable (\%)} = m \times 100/M$$

IV.3.8. Détermination des phosphatides (AOCS, 1992)

L'huile et les phosphatides qu'elle contient sont calcinées en présence de zinc, le phosphore organique est transformé en phosphate de zinc qui est ensuite dosé par la technique de la chimie minérale.

Dosage colorimétrique du phosphomolybdate (colorimétrie bleue) c'est la méthode la plus sensible qui convient particulièrement bien au dosage de phosphore dans les huiles raffinées.

➤ Mode opératoire

Peser 3g d'huile dans une capsule, ajouter 0,5g d'oxyde de zinc calciner à 600°C pendant 24 heures, après refroidissement ajouter 5ml de HCl concentré plus 5ml d'eau distillée, chauffer jusqu'à ébullition, laisser refroidir, filtrer la solution dans une fiole de 100ml, neutraliser par la solution 50% de KOH, il y'aura un précipité qui va se former, ajouter quelques millilitres d'HCl concentré jusqu'à obtention d'une solution limpide et amener à 100ml par l'eau distillée. Mettre au bain marie bouillant pendant 15mn, laisser refroidir, faire un essai à blanc exactement dans les mêmes conditions, lire l'absorption à 650nm.

➤ Courbe d'étalonnage

Construire la courbe d'étalonnage de la teneur en phosphore à l'aide d'une solution mère (1,0967 g de potassium de sodium d'hydrogène dans 250ml d'eau distillée, cette solution comprend 1mg de phosphore par ml) à partir de cette solution on prélève 5ml dans une fiole de 500ml qu'on ajuste avec l'eau distillée c'est la solution fille, cette solution est à 0,01 mg de phosphore par ml.

➤ Préparation des solutions standards

Pipeter 1, 2, 4, 6, 8, 10 ml de la solution fille dans des fioles de 50ml, ajouter 8ml de sulfate d'hydrazine et 2ml de molybdate de sodium, amener à 50ml avec de l'eau distillée. Mettre au bain marie bouillant pendant 15mn, laissé refroidir, lire l'absorption à 600nm et tracer la courbe.

➤ Expression des résultats

Déduire de la courbe d'étalonnage la teneur en phosphore de la solution étudiée puis la teneur en phosphore de l'huile compte tenu du poids d'huile mis en œuvre.

$$\text{Phosphorus \%} = 10 \times (A - B)/W \times V$$

Tel que : A : quantité de phosphore de l'échantillon en mg.

B : quantité de phosphore de la solution de l'essai à blanc ;

W : quantité de la prise d'essai ;

V : volume de la solution final (10ml).

$$\text{Phosphatides (\%)} = \% \text{ phosphorus} \times 30$$

IV.3.9. Détermination de pH (AOCS, 1990)

Le but de la détermination du pH est de vérifier l'acidité du milieu

➤ Mode opératoire

Prendre 200 ml d'huile à analyser dans un bêcher, émerger le bout de papier pH dans cette huile, sortir le papier pH du bêcher faire la lecture.

➤ Expression des résultats

La lecture se fait en comparant la couleur obtenue après émergence de papier pH dans l'huile et une série de couleur qui se présente sur la boîte de papier pH.

IV.4. Analyses statistiques

IV.4.1. Définition de l'utilitaire d'analyses

Est un moyen d'analyses intégré dans le Microsoft offices (Excel 2013), il permet d'effectuer et de développer des analyses statistiques ou techniques des analyses de données complexes

IV.4.2. Les différents types d'analyses fournis par l'utilitaire d'analyses

IV.4.2.1. L'analyse descriptive

L'outil d'analyse statistique descriptive génère un rapport de statistiques univariées (moyenne, écart type, variance, mode, erreur type, covarianceetc.) pour les données dans la plage d'entrée, fournissant des informations sur la tendance centrale et de variabilité de vos données.

IV.4.2.2. L'analyse de corrélation

C'est une technique qui permet d'étudier la relation qui pourrait exister entre deux variables quantitatives X et Y:

- ✓ Corrélation positive, c'est-à-dire à toute augmentation au niveau de X correspond une augmentation au niveau de Y. Les deux variables varient dans le même sens et avec une intensité similaire. Exemple: la taille et le poids
- ✓ Corrélation négative, c'est-à-dire à toute augmentation au niveau de X correspond une diminution au niveau de Y. Les deux variables varient dans deux sens opposés et avec une intensité similaire.

IV.4.2.3. Le coefficient de corrélation de Bravais-Pearson

Le coefficient de corrélation de Bravais-Pearson est un indice statistique qui exprime l'intensité et le sens (positif ou négatif) de la relation linéaire entre deux variables quantitatives. C'est une mesure de la liaison linéaire, c'est à dire de la capacité de prédire une variable x par une autre y à l'aide d'un modèle linéaire.

Il permet de mesurer l'intensité de la liaison entre deux caractères quantitatifs. C'est donc un paramètre important dans l'analyse des régressions linéaires (simples ou multiples). En revanche, ce coefficient est nul ($r = 0$) lorsqu'il n'y a pas de relation linéaire entre les variables (ce qui n'exclut pas l'existence d'une relation autre que linéaire). Par ailleurs, le coefficient est de signe positif si la relation est positive (directe, croissante) et de signe négatif si la relation est négative (inverse, décroissante)(Zarrouk Fayçal,2011-2012).

Ce coefficient varie entre -1 et +1 ; l'intensité de la relation linéaire sera donc d'autant plus forte que la valeur du coefficient est proche de +1 ou de - 1, et d'autant plus faible qu'elle est proche de 0.

- ❖ une valeur proche de +1 montre une forte liaison entre les deux caractères. La relation linéaire est ici croissante (c'est-à-dire que les variables varient dans le même sens);

- ❖ une valeur proche de -1 montre également une forte liaison mais la relation linéaire entre les deux caractères est décroissante (les variables varient dans le sens contraire);
- ❖ une valeur proche de 0 montre une absence de relation linéaire entre les deux caractères (**Zarrouk Fayçal, 2011-2012**)

IV.4.3. L'analyse par l'erreur standard

IV.4.3.1. Définition

A chaque étape du processus analyse, des écarts par rapport à la « valeur vraie » apparaissent. Le terme erreur standard exprime cet écart à la perfection. Il est nécessaire de la quantifier pour une bonne interprétation d'un résultat notamment lors de la prise de décisions par rapport à des seuils limites

L'erreur standard est :

- ✓ une indication qui ne nuit pas au résultat.
- ✓ nécessaire pour comparer les résultats obtenus par une analyse
- ✓ une partie intégrante de l'expression du résultat de l'analyse.
- ✓ inhérente à tout processus de mesure qui se trouve entaché d'une erreur.

L'incertitude de mesure est un indicateur de la qualité d'un résultat d'analyse et de la fiabilité qu'on peut lui accorder, elle est associée à tout résultat de mesure (**Christian Ducauze, Arlette Baillet-Guffroy; 2002**).

IV.4.3.2. Erreur aléatoire

Une erreur est aléatoire lorsque, d'une mesure à l'autre, la valeur obtenue peut être surévaluée ou sous-évaluée par rapport à la valeur réelle.

IV.4.3.3. Erreur systématique

Une erreur est systématique lorsqu'elle contribue à toujours surévaluer (ou toujours sous-évaluer) la valeur réelle.

IV.5. Le calcul de l'erreur standard

L'erreur standard est évaluée selon l'équation ci-dessous

$$\text{L'erreur standard} = \frac{\text{La valeur mesurée} - \text{la valeur de la norme}}{\text{La valeur mesurée}}$$

(Christian Ducauze, Arlette Baillet-Guffroy; 2002).

V. Résultats et discussion

Durant les quinze (15) jours d'observation, nous avons réalisé treize (13) analyses physico-chimiques quotidiennement ce que fait 195 analyses au total. Ces analyses ont été suivies d'une étude statistique

La discussion se fait suivant les résultats obtenus pendant chaque étape de raffinage

V.1. Huile brute: les résultats obtenus sont résumés dans le tableau N°01(voire annexe N°01)

V.1.1. L'acidité

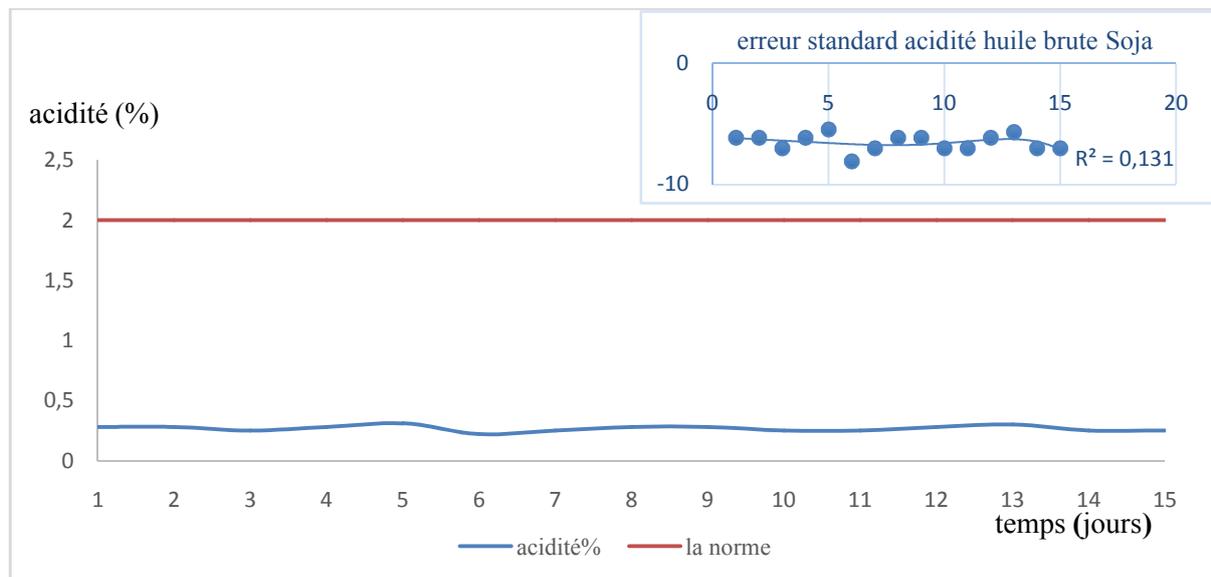


Figure N°09 : l'évolution de l'acidité de l'huile brute ainsi que son erreur standard

L'analyse descriptive montre que les résultats obtenus durant la période d'observation sont au-dessous de la norme exigée et l'analyse de la tendance polynomiale (à la puissance 5) pour l'erreur standard, indique un coefficient de détermination R^2 très faible ($R^2=0,131$) montrant que l'erreur standard n'a pas de tendance, par conséquent l'erreur est aléatoire, expliquant ainsi une répétabilité du processus au niveau de cette première étape du raffinage ; juste avant la neutralisation.

V.1.2 La chlorophylle

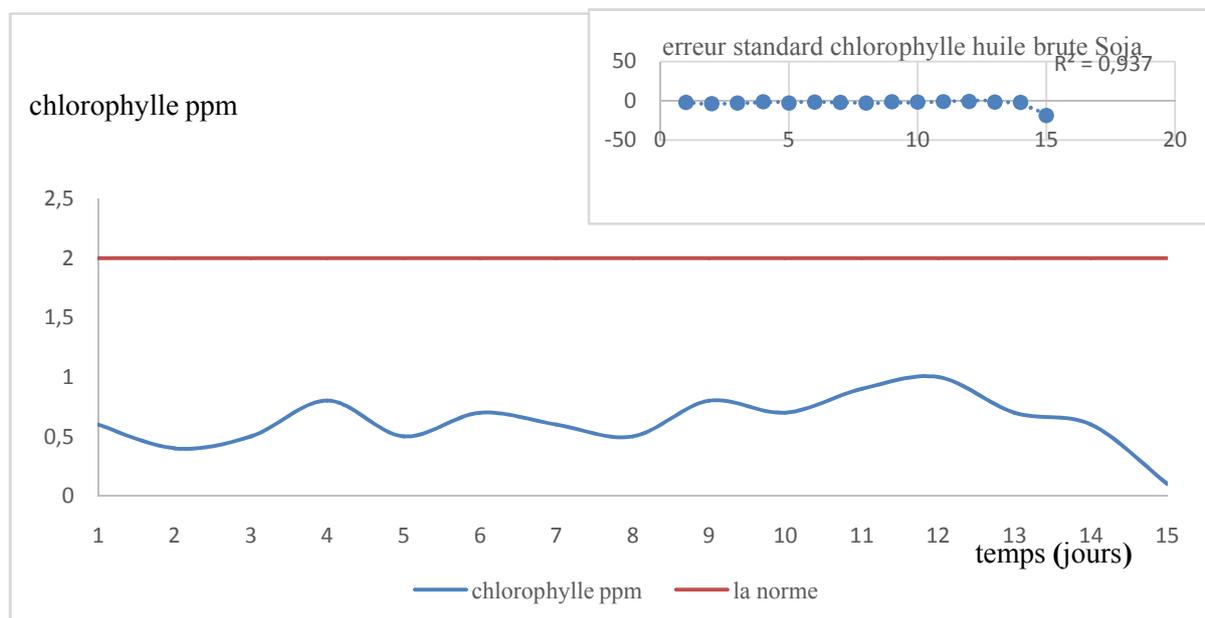


Figure N°10 : l'évolution de la chlorophylle de l'huile brute ainsi que son erreur standard

L'analyse descriptive montre que les résultats obtenus sont au-dessous de la norme exigée et l'analyse de la tendance polynomiale (à la puissance 5) pour l'erreur standard, indique un coefficient de détermination R^2 très élevé ($R^2=0,937$) et la courbe a une tendance donc l'erreur n'est pas aléatoire mais elle n'a heureusement aucune incidence sur la répétabilité de processus.

V.1.3. Lephosphore

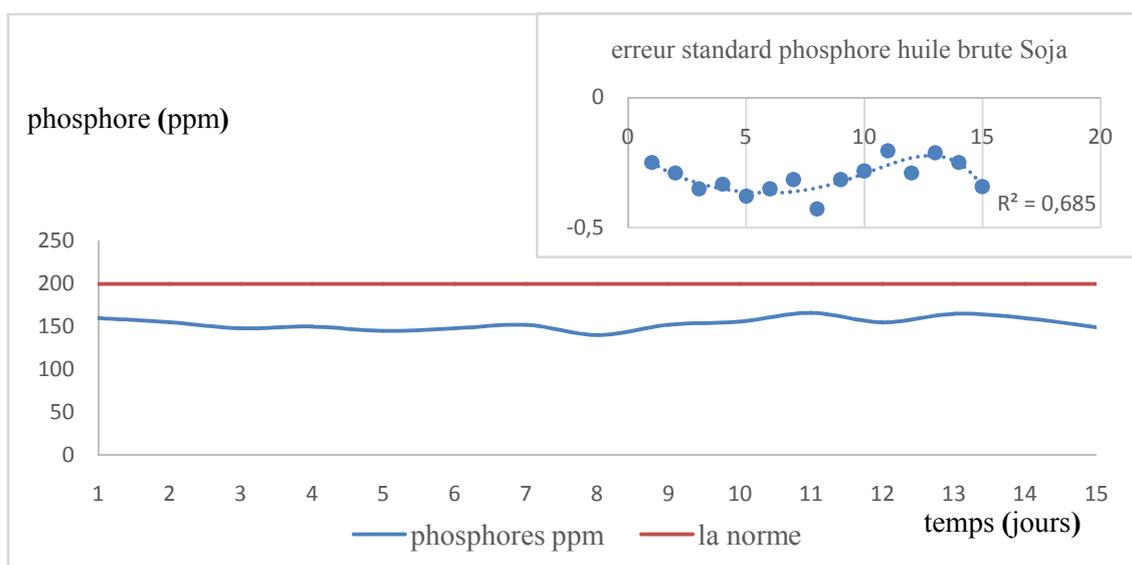


Figure N°11 : l'évolution des phosphores de l'huile brute ainsi que son erreur standard

L'analyse descriptive des résultats montre qu'ils sont au-dessous de la norme exigée, mais et l'analyse de la tendance polynomiale (à la puissance 5) pour l'erreur standard, indique un une légère élévation de coefficient de détermination sur le graphique ($R^2=0,685$) et la courbe a une certaine tendance donc l'erreur n'est pas aléatoire mais répétée et elle n'a pas d'incidence sur la répétabilité de processus au niveau de cette étape

Tous les paramètres analysés durant cette phase sont au-dessous de la norme, ce qui est synonyme de la bonne qualité de l'huile brute et par conséquent, elle facilitera la tâche durant les étapes du raffinage

L'analyse de corrélation inter journalière des différents paramètres analysés durant cette étape de production (acidité, chlorophylle et phosphores) (voir annexe N°02) indique que y a une parfaite répétabilité de processus de production ($R^2=1$).

V.2. Le mélangeur (M2) : les résultats obtenus sont dans le tableau N°02 (voir annexe N°01)

V.2.1. L'acidité

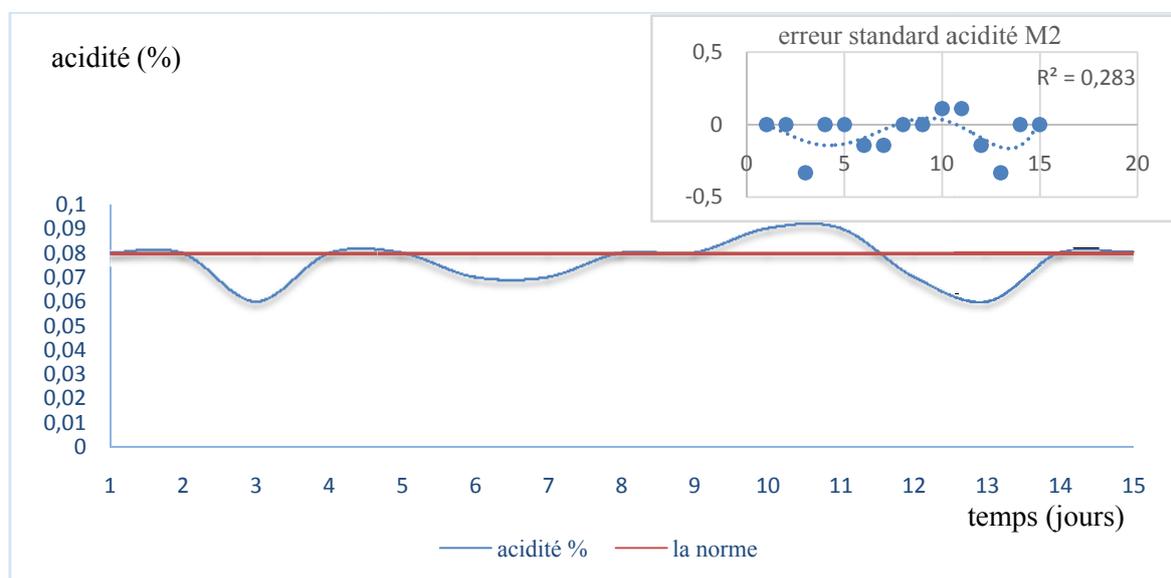


Figure N°12 : l'évolution de l'acidité de mélangeur (M2) et son erreur standard

L'analyse descriptive nous indique des résultats qui sont conformes à la norme exigée tout au long de la période d'observation sauf dans le neuvième et le dixième jour ce que nous indique une bonne neutralisation de l'huile pendant cette étape de production et l'analyse de la tendance polynomiale (à la puissance 5) pour l'erreur standard montre un coefficient de

détermination ($R^2=0,28$) faible et la courbe de l'erreur standard n'a pas une tendance donc cette erreur est aléatoire et par conséquent y a une bonne répétabilité de processus au niveau de cette étape de production.

V.3.Les séparateurs S1 et S2

Les résultats sont représentés dans le tableau N°XIII (Annexe 01)

V.3.1.Les savons du premier séparateur S1

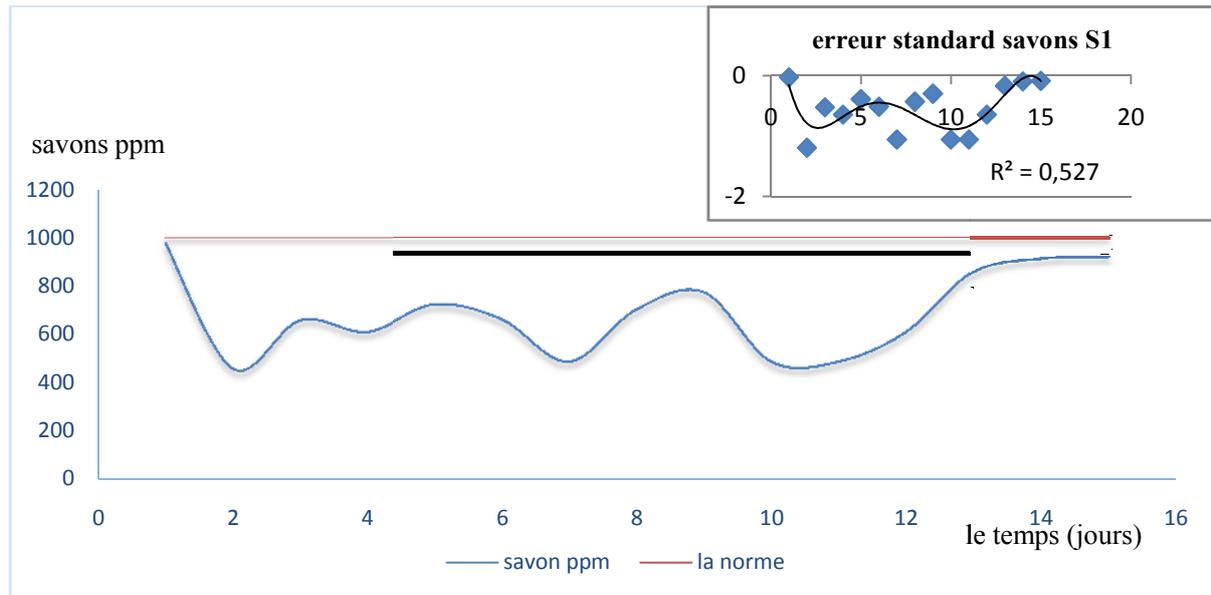


Figure N°13 : l'évolution des traces de savons dans le séparateur S1 et son erreur standard

L'analyse descriptive montre que les résultats d'analyses obtenus lors de cette étape de processus sont au-dessous de la norme exigée, synonyme d'une bonne séparation de la matière grasse au niveau de premier séparateur. L'analyse de la tendance polynomiale (à la puissance 5) pour l'erreur standard montre un coefficient de détermination moyen ($R^2=0,52$) et la courbe de l'erreur standard n'a pas vraiment une tendance donc l'erreur est aléatoire ce qui va conduire à déduire que y a une bonne répétabilité de processus.

V.3.2. Les savons de deuxième séparateur S2

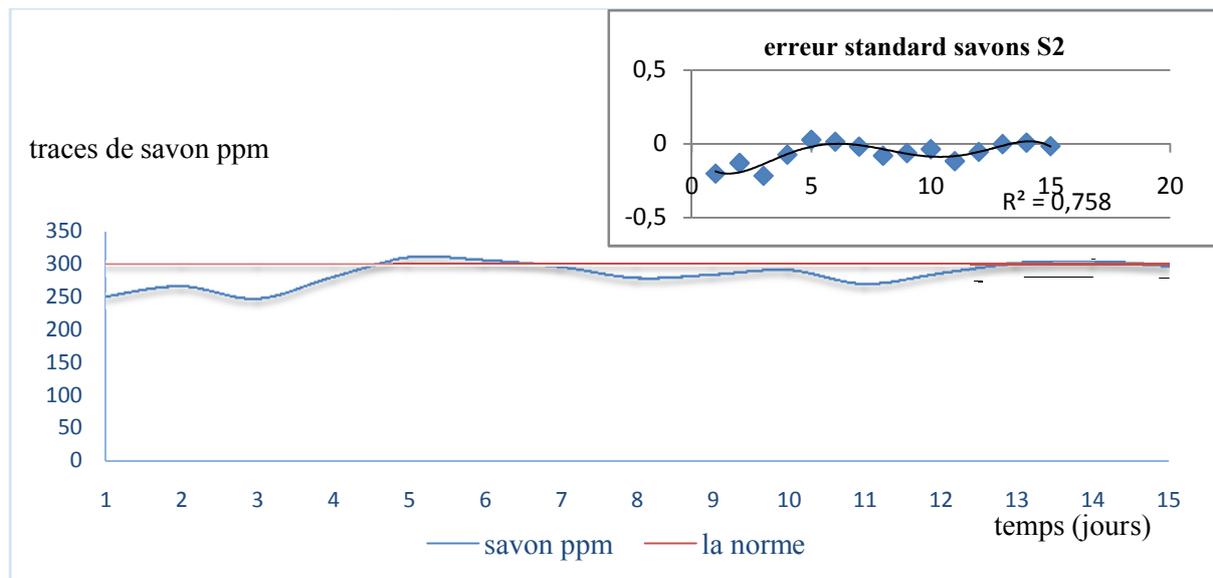


Figure N°14 : l'évolution des traces de savons dans le séparateur S2 et leur erreur standard

L'analyse descriptive montre que les résultats obtenus sont en général conformes aux normes exigées le long de la période d'observation ce que démontre une bonne séparation aussi au niveau de deuxième séparateur, et l'analyse de la tendance polynomiale (à la puissance 5) pour l'erreur standard montre un coefficient de détermination ($R^2=0,758$) qui est élevé donc l'erreur n'est pas aléatoire mais elle n'a pas d'incidence sur la répétabilité de processus.

L'analyse de corrélation inter journalière des différents paramètres analysés durant cette étape de production (savons de premier séparateur et de deuxième séparateur) montre que y a une parfaite répétabilité de processus de production durant cette phase de production ($R^2=1$) (voir annexe 02).

V.4. Le lavage (séparateur S3) : les résultats d'analyses sont résumés dans le tableau N°X (voir annexe N°01)

V.4.1. Les savons

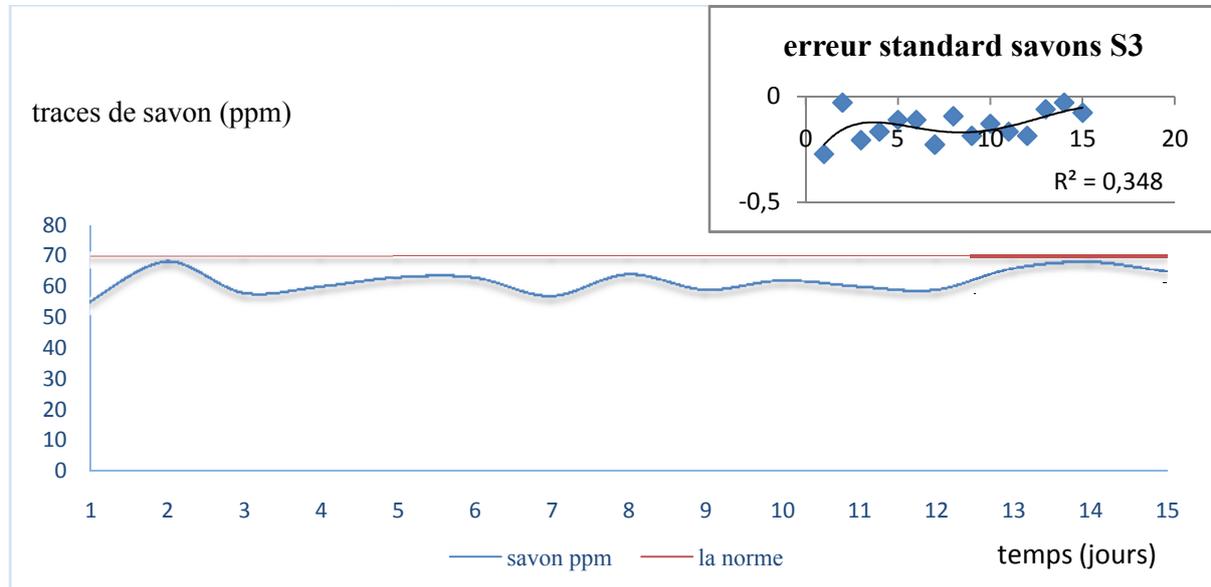


Figure N°15 : l'évolution des traces de savons dans le séparateur S3 (lavage) et leur erreur standard

L'analyse descriptive montre des résultats qui sont au-dessous de la norme exigée durant toute la période d'observation, cela est une suite logique de la bonne séparation dans les deux séparateurs, tandis que l'analyse de la tendance polynomiale (à la puissance 5) pour l'erreur standard montre un coefficient de détermination ($R^2=0,348$) qui est très faible donc l'erreur est aléatoire.

V.5.L'huile séchée : les résultats obtenus lors de cette phase de production sont résumés dans le tableau N°XIV (voir annexe N°01)

V.5.1.Les savons

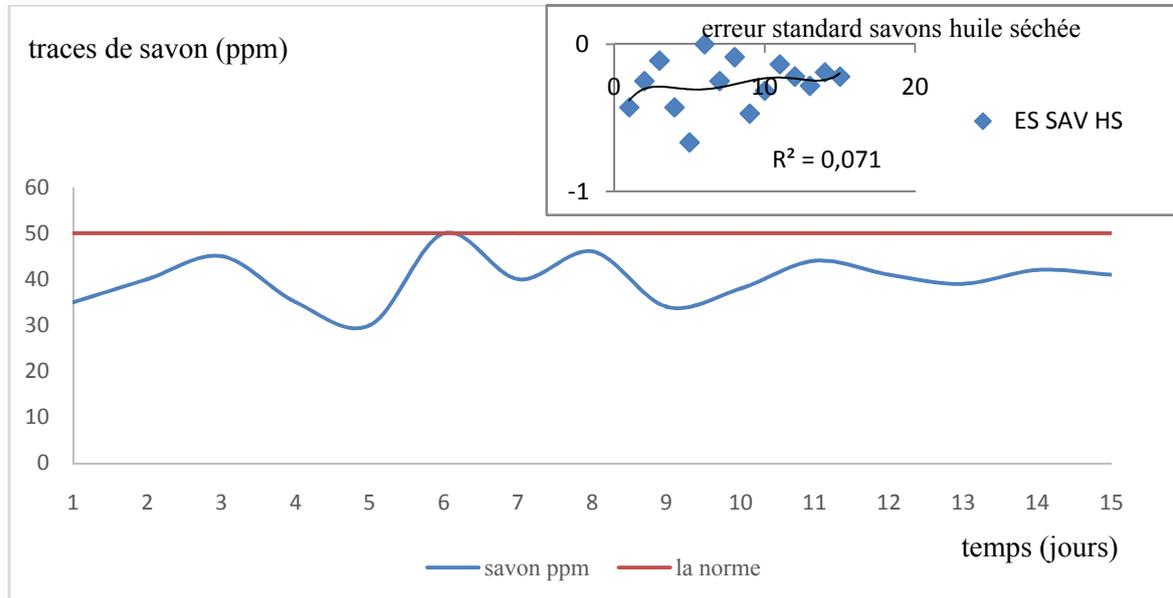


Figure N°16 : l'évolution des traces de savon dans le sécheur et leur erreur standard

L'analyse descriptive donne des résultats qui sont au-dessous de la norme tout au long de la période d'observation, la matière grasse est très bien séparée jusqu'à cette étape de production, l'analyse de la tendance polynomiale (à la puissance 5) pour l'erreur standard montre un coefficient de détermination très faible ($R^2=0,071$) donc l'erreur est aléatoire et la courbe n'a aucune tendance ce qui implique répétabilité de processus

V.5.2. Lephosphore

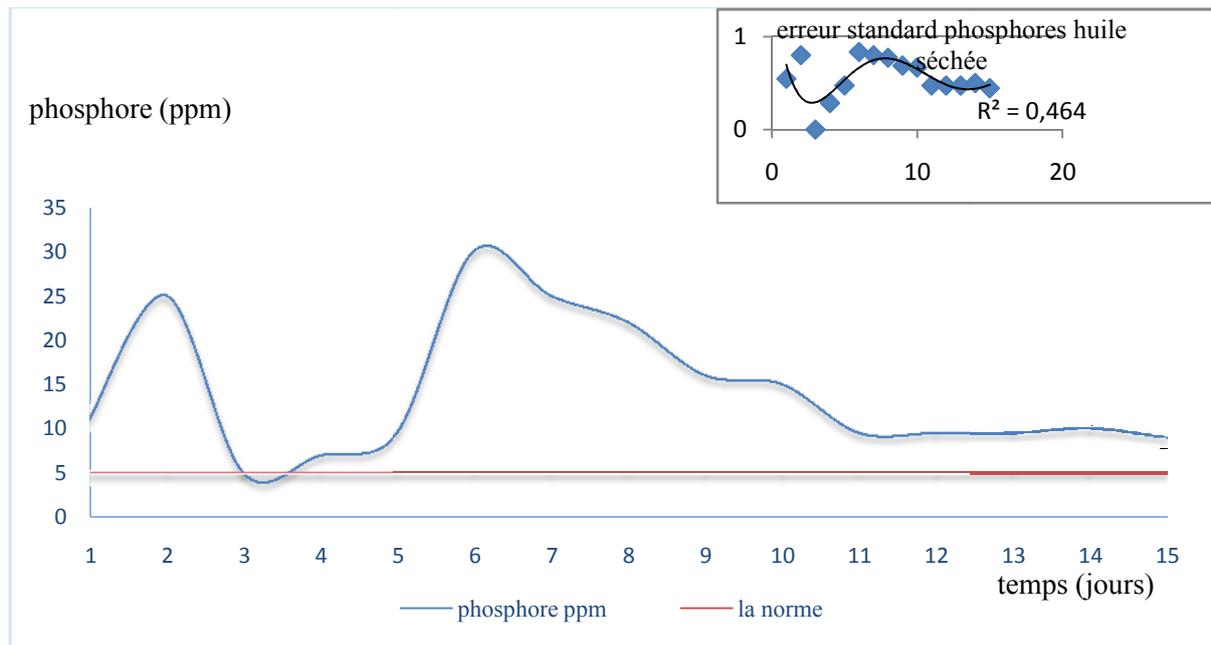


Figure N°17: l'évolution des phosphores dans le sécheur et leur erreur standard

L'analyse descriptive donne des résultats qui sont au-dessus de la norme excepté le cinquième jour où les résultats sont conformes à la norme, mais à partir de sixième jour les valeurs ont tendance à s'élever au-dessus de la norme. Cela peut être expliqué par le raclage des fonds des bacs durant les opérations de pompage, sachant que les huiles sont décantés leurs phospholipides et que les opérations de nettoyage se font selon les nécessités de service et avec une périodicité ne tenant pas compte des charges en phospholipides. Ou bien par l'arrivée d'une autre huile brute et c'est le mélange entre deux huiles brutes qui va engendrer une hausse sensible de taux de phosphores.

L'analyse de la tendance polynomiale (à la puissance 5) pour l'erreur standard montre un coefficient de détermination ($R^2=0,464$) et la courbe n'a pas de tendance donc l'erreur est aléatoire.

V.5.3. L'humidité

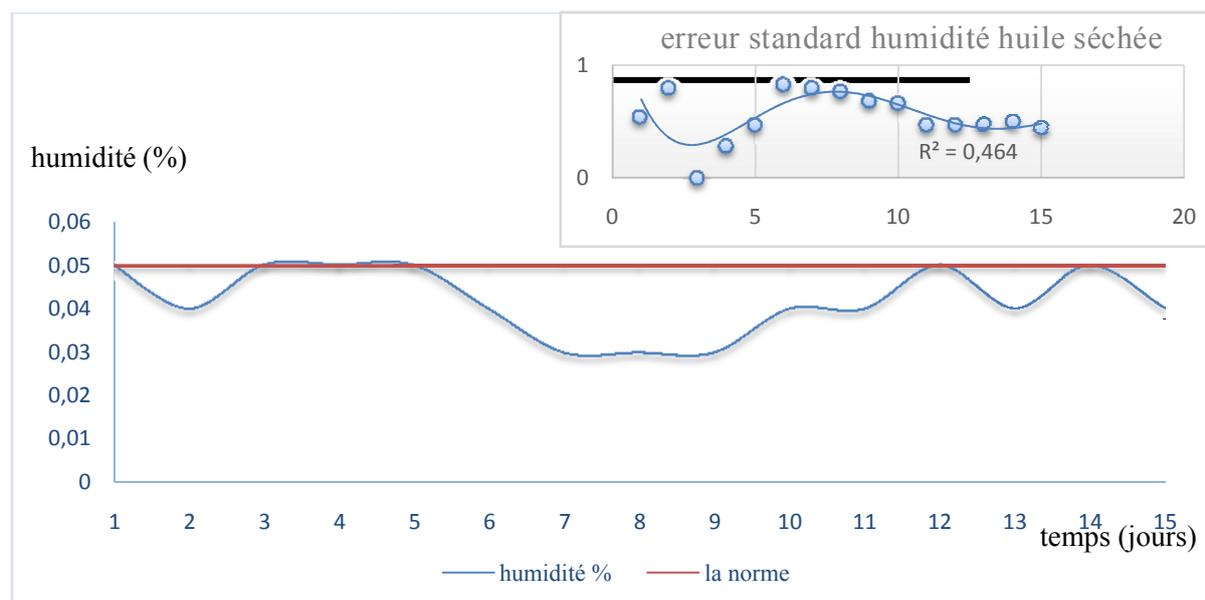


Figure N°18 : l'évolution de taux d'humidité dans le sécheur ainsi que son erreur standard

L'analyse descriptive montre des résultats au-dessous de la norme exigée durant toute la période d'observation, synonyme d'une très bonne séparation entre l'huile et les eaux de lavage et l'analyse de la tendance polynomiale (à la puissance 5) pour l'erreur standard, indique un coefficient de détermination R^2 ($R^2=0,464$) et la courbe de n'a pas vraiment une tendance donc l'erreur est aléatoire

L'analyse de corrélation inter journalière des différents paramètres analysés (les savons, les phosphores et l'humidité) durant cette phase de production nous montre une parfaite répétabilité de processus ($R^2=1$) (voir annexe N°02)

Les étapes précédemment citées forment une seule étape qui est la neutralisation. Les résultats obtenus sont satisfaisants et conformes, à l'exception du paramètre phosphores dans l'huile séchée. En conclusion, le procédé de neutralisation permet de débarrasser l'huile de ses acides gras libre, et une élimination partielle des pigments colorés ainsi que les composés colorés d'origines oxydatives qui peuvent être des catalyseurs d'oxydation et nuire ainsi à l'huile durant les autres étapes de raffinage.

V.6. La décoloration : les résultats obtenus lors de cette étape de production sont résumés dans le tableau N°XI (voir annexe N°01)

V.6.1. La chlorophylle

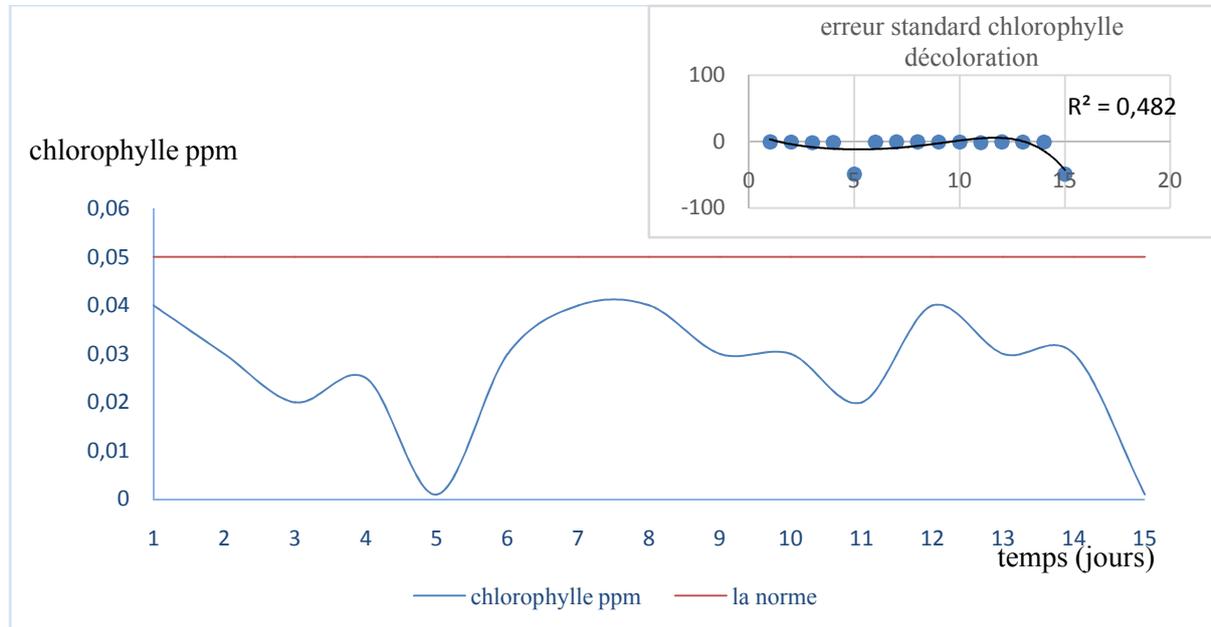


Figure N°19 : l'évolution des chlorophylles dans la phase de décoloration ainsi leur erreur standard

L'analyse descriptive montre des résultats qui sont au-dessous de la norme tout au long de la période d'observation, cela s'explique par l'efficacité de la terre décolorante utilisée durant cette phase et qui joue le rôle d'absorbant de la chlorophylle et donner un ainsi une huile d'aspect clair et limpide, et l'analyse de la tendance polynomiale (à la puissance 5) pour l'erreur standard, indique un coefficient de détermination $R^2 (R^2=0,460)$ qui est relativement faible et la courbe n'a pas de tendance ce que nous laisse déduire que l'erreur est aléatoire

V.6.2. Le phosphore

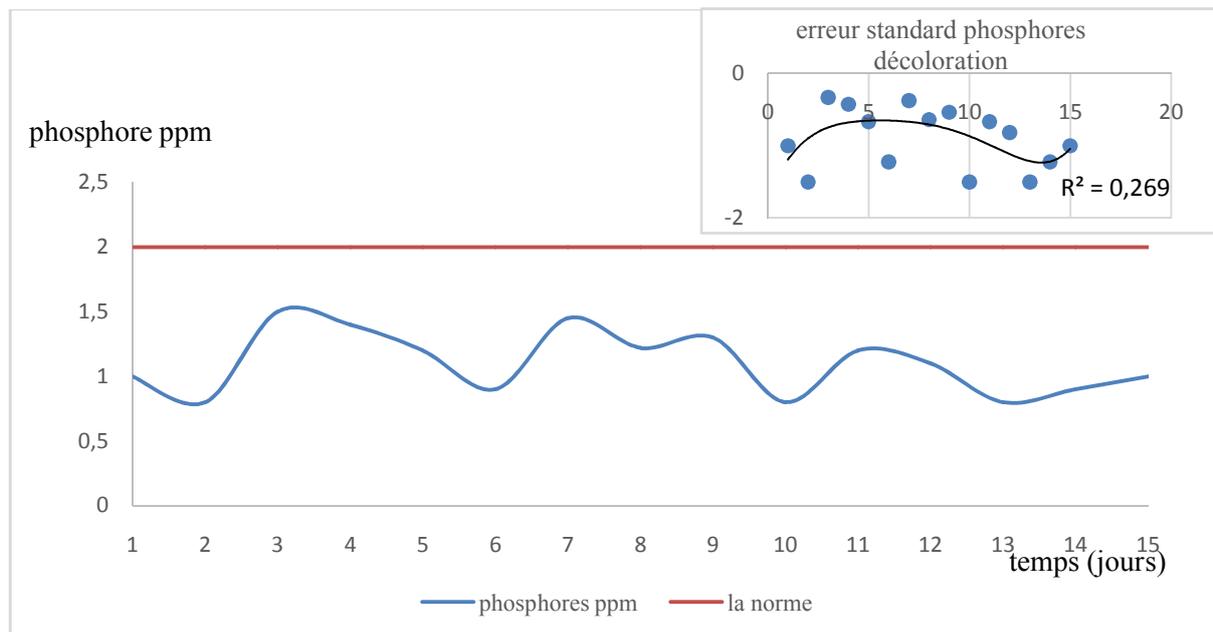


Figure N°20 : l'évolution des phosphores dans la phase de décoloration ainsi leur erreur standard

L'analyse descriptive montre des résultats qui sont au-dessous de la norme exigée durant toute la période de notre observation, ce qui va conférer à l'huile une protection vis-à-vis l'oxydation et l'analyse de la tendance polynomiale (à la puissance 5) pour l'erreur standard montre un coefficient de détermination ($R^2=0,269$) très faible et la courbe n'a pas de tendance ce qui indique que l'erreur est aléatoire.

L'analyse de corrélation inter journalière des différents paramètres analysés durant cette étape de production (chlorophylle et les phosphores) nous indique qu'il y a une parfaite répétabilité du processus durant cette étape de production (voir annexe 02).

Les différents résultats de cette phase de décoloration, renseignent sur l'efficacité de la terre décolorante utilisée, la terre 'SEPIGEL', en éliminant la quasi-totalité des pigments colorants pour donner un aspect clair et limpide à l'huile, ainsi que l'élimination de certains éléments secondaires tels que ; les savons, les métaux et phospholipides.

V.7 La désodorisation : les résultats des analyses sont résumés dans le tableau N°XII (voir annexe N°01)

V.7.1 L'acidité

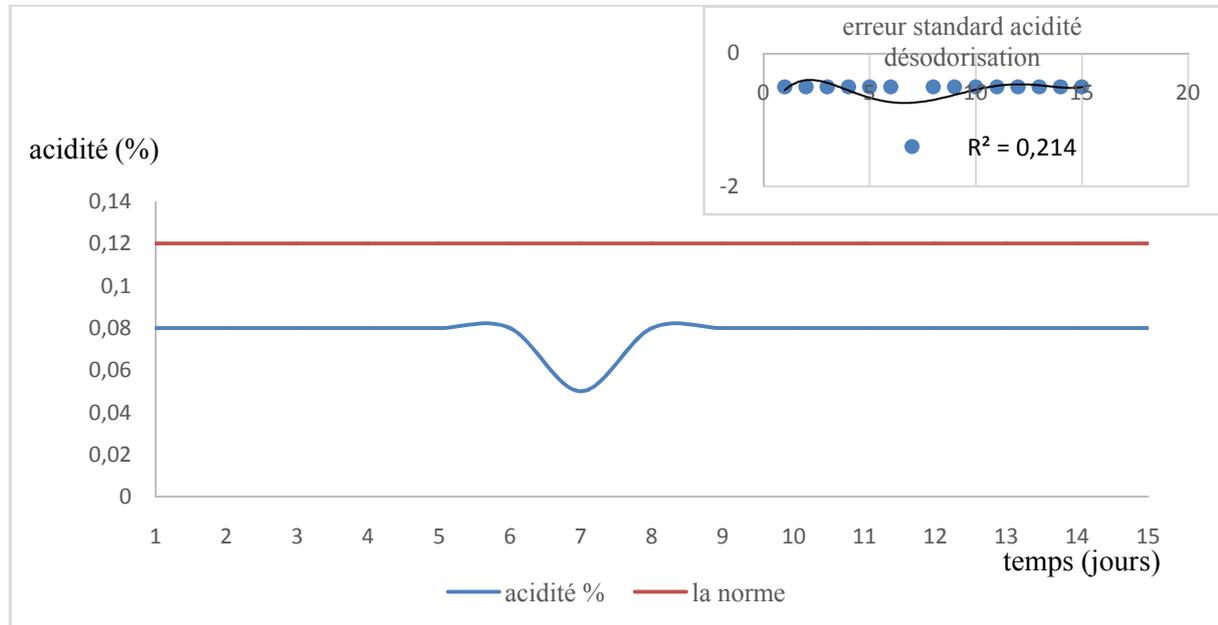


Figure N°21 : l'évolution de l'acidité dans la phase de désodorisation ainsi leur erreur standard

L'analyse descriptive montre des résultats qui sont au-dessous de la norme exigée durant toute la période de observation, ce que peut être expliqué par la bonne neutralisation de l'huile le long de tout le processus de production, l'analyse de la tendance polynomiale (à la puissance 5) pour l'erreur standard montre un coefficient de détermination ($R^2=0,214$) très faible et la courbe n'a pas de tendance ce qui indique que l'erreur est aléatoire

V.7.2. La couleur jaune

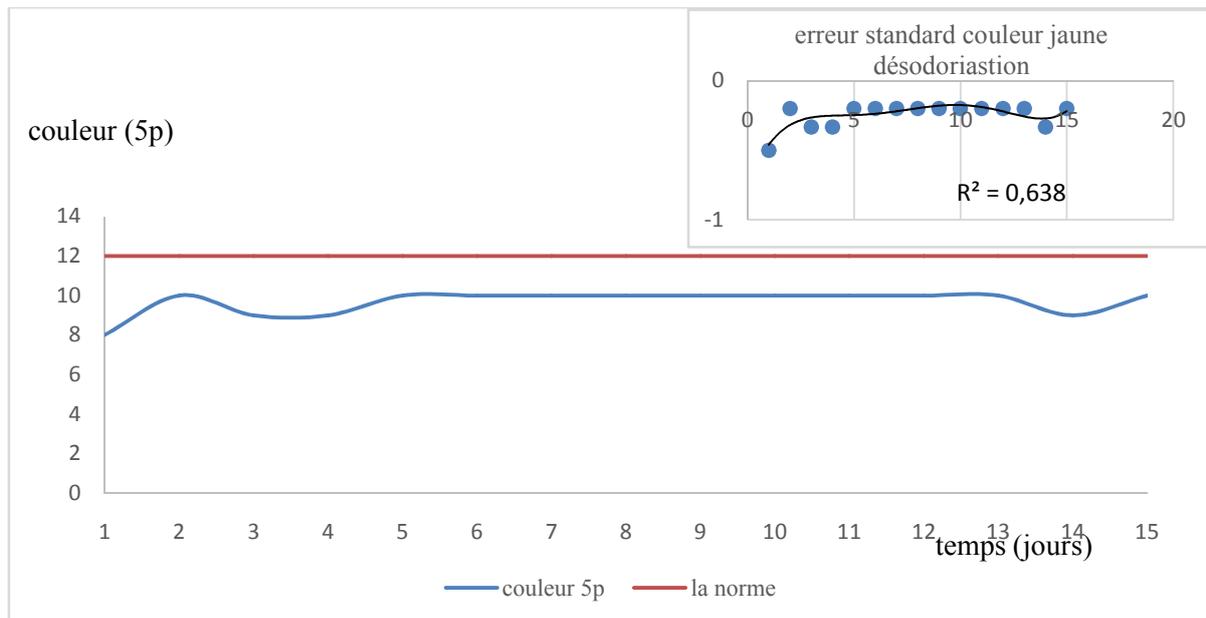


Figure N°22: l'évolution de la couleur jaune dans la phase de désodorisation ainsi leur erreur standard

L'analyse descriptive a donné des résultats qui sont au-dessous de la norme exigée durant toute la période d'observation, l'analyse de la tendance polynomiale (à la puissance 5) pour l'erreur standard montre un coefficient de détermination ($R^2=0,638$) qui est légèrement élevé mais la courbe n'a pas vraiment une tendance ce que laisse à déduire que l'erreur est aléatoire

V.7.3. La couleur rouge

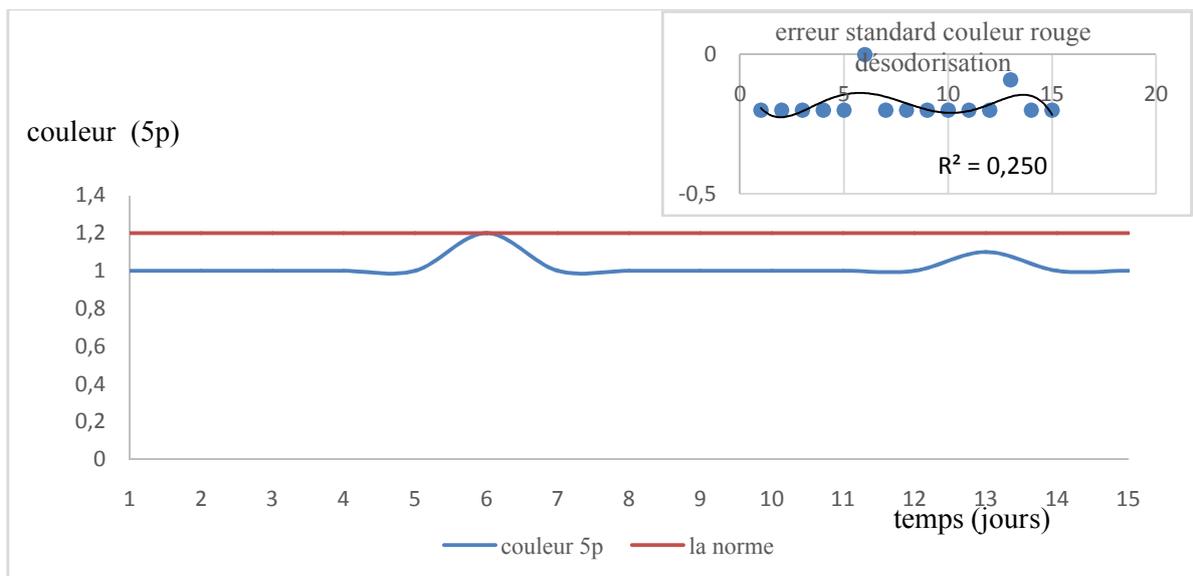


Figure N°23 : l'évolution de la couleur rouge dans la phase de désodorisation ainsi leur erreur standard

L'analyse descriptive donne des résultats qui sont conformes à la norme exigée, l'analyse de la tendance polynomiale (à la puissance 5) pour l'erreur standard montre un coefficient de détermination ($R^2=0,250$) qui est très faible et la courbe de l'erreur n'a pas de tendance donc l'erreur est aléatoire.

V.7.4. L'indice de peroxyde

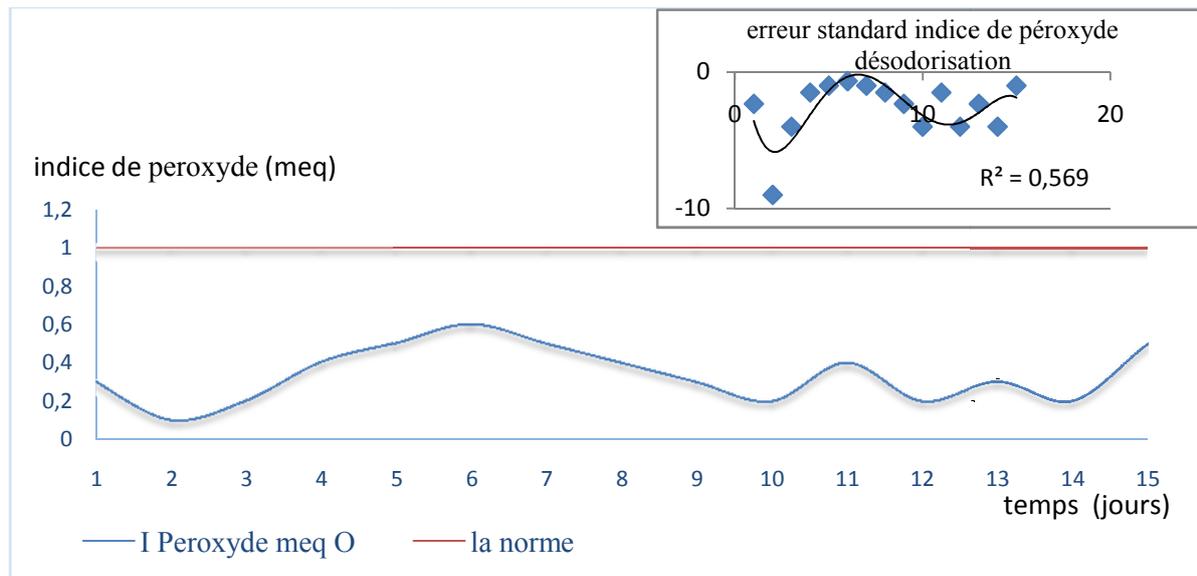


Figure N°24 : l'évolution de l'indice de peroxyde dans la phase de désodorisation ainsi que leur erreur standard

L'analyse descriptive donne des résultats qui sont au-dessous de la norme exigée tout au long de la période d'observation, ce qui indique l'élimination de la quasi-totalité de l'oxygène actif présent dans l'huile, lui assurant ainsi une très bonne protection contre l'oxydation. L'analyse de la tendance polynomiale (à la puissance 5) pour l'erreur standard montre un coefficient de détermination ($R^2=0,569$) qui est moyen et la courbe n'a pas de tendance donc l'erreur est aléatoire.

L'analyse de corrélation inter journalière des différents paramètres analysés durant cette étape de production (acidité, la couleur rouge et jaune, l'indice de peroxyde) montre qu'il y a une parfaite répétabilité du processus durant cette phase de production ($R^2=1$) (voir l'annexe N°02).

La conformité des résultats obtenus durant cette dernière étape de raffinage pour tous les paramètres analysés, montre que le processus de désodorisation est plus que satisfaisant, vu l'élimination de tous les produits odorants et le reste des acides gras libres (AGL).

Conclusion

Ce stage pratique effectué au complexe Cevital, nous a permis de franchir cette passerelle université-entreprise et de mettre en œuvre nos connaissances théoriques acquises durant notre cursus universitaire

Nous avons pu suivre de près l'évolution des différents paramètres liés au raffinage chimique de l'huile de Soja (de l'huile brute jusqu'à l'huile désodorisée).

Durant cette période d'études et d'observations, nous avons eu des résultats d'analyses qui sont satisfaisants et conformes, ce qui est synonyme de l'efficacité de procédé de raffinage chimique, afin de produire une huile de bonne qualité répondant aux attentes des consommateurs et à ses exigences en matière de qualité.

L'étude statistique réalisée sur les résultats des analyses physico-chimiques obtenus, nous a permis de constater que les méthodes d'analyses sont valides, et témoigne aussi de l'intérêt accordé par l'entreprise à l'étalonnage périodique de matériel pour avoir des résultats fiables et proches de l'exactitude.

Néanmoins, en perspective, il sera profitable à l'entreprise de donner plus d'attention aux analyses statistiques afin de prévoir et de parer à d'éventuelles anomalies, il est aussi intéressant à l'entreprise de faire face au phénomène de précipitation des phospholipides dans les fonds des bacs pour mieux stabiliser les paramètres pendant cette phase de raffinage.

Références bibliographiques

A

Alain Karlskind ; 1992 : Manuel des corps gras, Paris : Tec et Doc.

Allain et al, 1999 :le Soja

B

Berk, 1993 :Technologie de production de farines alimentaires et de produits protéiques à base de soja

C

Cévital, (2014) Les différentes sections de raffinage

Christian Ducauze, Arlette Baillet-Guffroy(2002) Choix et validation d'une méthode d'analyse

Cossut,Juliette & al.Les corps gras : Entre tradition et modernité

Cheftel J.C 1976 : Introduction à la biochimie des aliments Paris : Tec et Doc Lavoisier.

Christian J. Ducauze : 2003 : Fraudes Alimentaires, Approche réglementaire et méthodologie analytique, Tec et Doc Lavoisier.

Collomb V et Mayor M. (2007). Le soja, la reine des légumineuses. Haute école de santé Genève filière diététique.

D

Denise, Jean. Raffinage des corps gras. In : Manuel des corps gras. Tome 2. éd tec doc. Paris : Lavoisier, 1992, 787 – 1580 p.

Debryune, Ignace. Soybean oil processing: quality criteria and flavour reversion. Oil mill gazetter, 2004, vol110.

E

Erikson, & Wiedermann, LH. Huile de soja: méthodes de traitement et utilisation actuelles, 1989.

F

François R. (1974). Les industries des corps gras : biochimie - extraction –raffinage nuisances et réglementation. Edition : Tec et Doc- Lavoisier.

(FAO, 2012)Food and agriculture organization édition 2012

G

Gibon V et Tirtiaux A. (1998). Un raffinage S.O.F.T. Oléagineux, corps gras, lipides.

J

Julien, 2005 :Biographie de Soja

Joyce, 1983 : Synergie et acides gras – XXI^e siècle : une ère nouvelle pour les lipides

M

Mohtadji et Lamballais ; 1989 : Les Aliments, Edition Maloine.

Mustapha et Stauffer, 2002 : Les matières grasses destinées aux produits de boulangerie.
American Soybean Association

P

Pouzet, A.(1992) Raffinage des corps gras. In : manuel des corps gras. Tome

Platon, J.F. Raffinage de l'huile de soja, ASA,

Paul, 2001 :Toute la vérité sur les "phyto-oestrogènes"

R

Ruiz Mendez, Victoria. Raffinage physique. Grasas y aceites, 1999, p 1 – 15.

V

Vanuxeem,M. et Vidal, D (2002).Les Corps Gras: Entre Tradition et Modernité. Gestion de la Qualité Nutritionnelle et Marketing des Produits Alimentaires

W

Wahnon et al, 1988technology of production of edible flours and protein products from soybeans

X

Xavier Pagès-Xatart-Parès, 2008 Technologies des corps gras (huiles et graisses végétales)

Z

Zarrouk Fayçal, ISSEP Ksar-Said, 2011-2012

Normes et références réglementaires

AOCS. (1989). Méthodes d'analyse des corps gras. Détermination des traces de savon.

Méthode off 1.2-365.

AOCS. (1989). Méthodes d'analyse des corps gras. Dosage des cires. Méthode off Ca 11-53.

AOCS. (1989). Méthodes d'analyse des corps gras. Détermination de la teneur en chlorophylle. Méthode off Cc 13d-55.

AOCS. (1992). Méthodes d'analyse des corps gras. Détermination de la teneur en phosphore. Méthode off Ca 12.55.

ISO 660. (1996). Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination de l'acidité. 2ème édition.

ISO 662. (1998). Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination de l'humidité. 2ème édition.

ISO 15305. (1998). Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination de l'acouleur. 1ème édition.

ISO 6320. (2000). Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination de l'indice de réfraction. 4ème édition.

ISO 3657. (2002). Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination de l'indice de saponification. 3ème édition.

ISO 18609. (2000). Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination des insaponifiables. 1ème édition.

ISO 3960. (2007). Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination de l'indice de peroxyde. 4ème édition.

ISO 663. (2007). Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination des impuretés insolubles. 4ème édition.

Annexe 01

Huile Brute Soja									
jours	acidité %	la norme	chlorophylle ppm	la norme	phosphores ppm	la norme	Erreur standard acidité huile brute	Erreur standard phosphore huile brute	Erreur standard chlorophylle huile brute
1	0,28	2	0,6	2	160	200	-6,154	-0,25	-2,3333
2	0,28	2	0,4	2	155	200	-6,14	-0,29	-4
3	0,25	2	0,5	2	148	200	-7	-0,351	-3
4	0,28	2	0,8	2	150	200	-6,142	-0,333	-1,5
5	0,31	2	0,5	2	145	200	-5,454	-0,379	-3
6	0,22	2	0,7	2	148	200	-8,090	-0,351	-1,857
7	0,25	2	0,6	2	152	200	-7	-0,315	-2,333
8	0,28	2	0,5	2	140	200	-6,142	-0,428	-3
9	0,28	2	0,8	2	152	200	-6,142	-0,315	-1,5
10	0,25	2	0,7	2	156	200	-7	-0,282	-1,857
11	0,25	2	0,9	2	166	200	-7	-0,204	-1,222
12	0,28	2	1	2	155	200	-6,142	-0,290	-1
13	0,3	2	0,7	2	165	200	-5,666	-0,212	-1,857
14	0,25	2	0,6	2	160	200	-7	-0,25	-2,333
15	0,25	2	0,1	2	149	200	-7	-0,342	-19

M2			
jours	acidité %	la norme	Erreur standard M2
1	0,08	0,08	0
2	0,08	0,08	0
3	0,06	0,08	-0,333
4	0,08	0,08	0
5	0,08	0,08	0
6	0,07	0,08	-0,142
7	0,07	0,08	-0,142
8	0,08	0,08	0
9	0,08	0,08	0
10	0,09	0,08	0,111
11	0,09	0,08	0,111
12	0,07	0,08	-0,142
13	0,06	0,08	-0,333
14	0,08	0,08	0
15	0,08	0,08	0

Tableau N°IX : résultats des analyses de l'huile au niveau de mélangeur (M2)

Tableau N°VIII : résultats des analyses de l'huile brute

jours	LAVAGE		
	savon ppm	la norme	Erreur standard savons S3
1	98	70	0,285
2	78	70	0,102
3	75	70	0,066
4	96	70	0,270
5	98	70	0,285
6	96	70	0,270
7	91	70	0,230
8	98	70	0,285
9	78	70	0,102
10	98	70	0,285
11	96	70	0,270
12	91	70	0,230
13	98	70	0,285
14	120	70	0,416
15	98	70	0,285

Décoloration						
jours	chlorophylle ppm	la norme	Erreur standard chlorophylle	phosphores ppm	la norme	Erreur standard phosphore
1	0,04	0,05	-0,25	1	2	-1
2	0,03	0,05	-0,666	0,8	2	-1,5
3	0,02	0,05	-1,5	1,5	2	-0,333
4	0,025	0,05	-1	1,4	2	-0,428
5	0,001	0,05	-49	1,2	2	-0,666
6	0,03	0,05	-0,666	0,9	2	-1,222
7	0,04	0,05	-0,25	1,45	2	-0,394
8	0,04	0,05	-0,25	1,22	2	-0,636
9	0,03	0,05	-0,666	1,3	2	-0,554
10	0,03	0,05	-0,666	0,8	2	-1,5
11	0,02	0,05	-1,5	1,2	2	-0,667
12	0,04	0,05	-0,25	1,1	2	-0,882
13	0,03	0,05	-0,667	0,8	2	-1,5
14	0,03	0,05	-0,667	9	2	0,778
15	0,001	0,05	-49	1	2	-1

Tableau N°X : résultats des analyses de l'huile lors de lavage

Tableau N°XI : résultats des analyses lors de la décoloration

Désodorisation												
jours	acidité %	la norme	couleur 5p	la norme	couleur 5p	la norme	I Peroxyde meq O	la norme	Erreur standard indice de peroxyde	Erreur standard couleur rouge	Erreur standard couleur jaune	Erreur standard acidité
			R	R	J	J						
1	0,08	0,12	1	1,2	8	12	0,3	1	-2,33	-0,2	-0,5	-0,5
2	0,08	0,12	1	1,2	10	12	0,1	1	-9	-0,2	-0,2	-0,5
3	0,08	0,12	1	1,2	9	12	0,2	1	-4	-0,2	-0,333	-0,5
4	0,08	0,12	1	1,2	9	12	0,4	1	-1,5	-0,2	-0,333	-0,5
5	0,08	0,12	1	1,2	10	12	0,5	1	-1	-0,2	-0,2	-0,5
6	0,08	0,12	1,2	1,2	10	12	0,6	1	-0,66	0	-0,2	-0,5
7	0,05	0,12	1	1,2	10	12	0,5	1	-1	-0,2	-0,2	-1,4
8	0,08	0,12	1	1,2	10	12	0,4	1	-1,5	-0,2	-0,2	-0,5
9	0,08	0,12	1	1,2	10	12	0,3	1	-2,33	-0,2	-0,2	-0,5
10	0,08	0,12	1	1,2	10	12	0,2	1	-4	-0,2	-0,2	-0,5
11	0,08	0,12	1	1,2	10	12	0,4	1	-1,5	-0,2	-0,2	-0,5
12	0,08	0,12	1	1,2	10	12	0,2	1	-4	-0,2	-0,2	-0,5
13	0,08	0,12	1,1	1,2	10	12	0,3	1	-2,333	-0,0909	-0,2	-0,5
14	0,08	0,12	1	1,2	9	12	0,2	1	-4	-0,2	-0,333	-0,5
15	0,08	0,12	1	1,2	10	12	0,5	1	-1	-0,2	-0,2	-0,5

Tableau N XII : tableau des résultats des analyses lors de la désodorisation

jours	SEPARATEURS					
	S 1			S2		
	savon ppm	la norme	ES sav S1	savon ppm	la norme	ES sav S2
1	972	1000	-0,029	250	300	-0,2
2	456	1000	-1,193	266	300	-0,128
3	656	1000	-0,524	247	300	-0,215
4	608	1000	-0,645	280	300	-0,071
5	720	1000	-0,389	309	300	0,029
6	660	1000	-0,515	305	300	0,016
7	486	1000	-1,058	295	300	-0,017
8	699	1000	-0,431	278	300	-0,079
9	770	1000	-0,299	283	300	-0,06
10	486	1000	-1,058	290	300	-0,034
11	486	1000	-1,058	269	300	-0,115
12	608	1000	-0,645	285	300	-0,053
13	856	1000	-0,168	300	300	0
14	912	1000	-0,096	303	300	0,01
15	920	1000	-0,087	296	300	-0,014

Tableau N XIII: tableau des résultats des analyses lors de la séparation

Annexe 02

analyses de corrélation entre la chlorophylle et les phosphores de l'huile brute															
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
1	1														
2	1	1													
3	1	1	1												
4	1	1	1	1											
5	1	1	1	1	1										
6	1	1	1	1	1	1									
7	1	1	1	1	1	1	1								
8	1	1	1	1	1	1	1	1							
9	1	1	1	1	1	1	1	1	1						
10	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1					
11	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1				
12	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1			
13	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1		
14	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	
15	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1

analyse de corrélation entre l'acidité et la chlorophylle de l'huile brute															
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
1	1														
2	1	1													
3	1	1	1												
4	1	1	1	1											
5	1	1	1	1	1										
6	1	1	1	1	1	1									
7	1	1	1	1	1	1	1								
8	1	1	1	1	1	1	1	1							
9	1	1	1	1	1	1	1	1	1						
10	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1					
11	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1				
12	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1			
13	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1		
14	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	
15	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	1

Figure N°25:analyses de corrélation entre la chlorophylle et les phosphores de l'huile brute
Figure N°26:analyse de corrélation entre l'acidité et la chlorophylle de l'huile brute

analyse de corrélation entre l'acidité et les phosphores de l'huile brute															
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
1	1														
2	1	1													
3	1	1	1												
4	1	1	1	1											
5	1	1	1	1	1										
6	1	1	1	1	1	1									
7	1	1	1	1	1	1	1								
8	1	1	1	1	1	1	1	1							
9	1	1	1	1	1	1	1	1	1						
10	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1					
11	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1				
12	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1			
13	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1		
14	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	
15	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1

analyses de corrélation entre les savons de S1 et les savons de S2															
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
1	1														
2	1	1													
3	1	1	1												
4	1	1	1	1											
5	1	1	1	1	1										
6	1	1	1	1	1	1									
7	1	1	1	1	1	1	1								
8	1	1	1	1	1	1	1	1							
9	1	1	1	1	1	1	1	1	1						
10	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1					
11	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1				
12	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1			
13	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1		
14	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	
15	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1

Figure N°27:analyse de corrélation entre l'acidité et les phosphores de l'huile brute
Figure N°28:analyses de corrélation entre les savons de S1 et les savons de S2

analyse de corrélation entre l'humidité et les phosphores de l'huile séchée															
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
1	1														
2	1	1													
3	1	1	1												
4	1	1	1	1											
5	1	1	1	1	1										
6	1	1	1	1	1	1									
7	1	1	1	1	1	1	1								
8	1	1	1	1	1	1	1	1							
9	1	1	1	1	1	1	1	1	1						
10	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1					
11	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1				
12	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1			
13	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1		
14	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	
15	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1

Figure N°29 : analyse de corrélation entre l'humidité et les phosphores de l'huile séchée

analyse de corrélation entre les phosphores et les savons de l'huile séchée															
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
1	1														
2	1	1													
3	1	1	1												
4	1	1	1	1											
5	1	1	1	1	1										
6	1	1	1	1	1	1									
7	1	1	1	1	1	1	1								
8	1	1	1	1	1	1	1	1							
9	1	1	1	1	1	1	1	1	1						
10	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1					
11	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1				
12	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1			
13	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1		
14	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	
15	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1

Figure N°30 :analyse de corrélation entre les phosphores et les savons de l'huile séchée

analyses de corrélation entre l'humidité et les savons de l'huile séchée															
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
1	1														
2	1	1													
3	1	1	1												
4	1	1	1	1											
5	1	1	1	1	1										
6	1	1	1	1	1	1									
7	1	1	1	1	1	1	1								
8	1	1	1	1	1	1	1	1							
9	1	1	1	1	1	1	1	1	1						
10	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1					
11	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1				
12	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1			
13	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1		
14	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	
15	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1

Figure N°31:analyses de corrélation entre l'humidité et les savons de l'huile séchée

analyses de corrélation entre la chlorophylle et les phosphores de la décoloration															
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
1	1														
2	1	1													
3	1	1	1												
4	1	1	1	1											
5	1	1	1	1	1										
6	1	1	1	1	1	1									
7	1	1	1	1	1	1	1								
8	1	1	1	1	1	1	1	1							
9	1	1	1	1	1	1	1	1	1						
10	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1					
11	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1				
12	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1			
13	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1		
14	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	
15	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1

Figure N°32 :analyses de corrélation entre la chlorophylle et les phosphores de la décoloration

analyses de corrélation entre la couleur rouge et jaune de la désodorisation															
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
1	1														
2	1	1													
3	1	1	1												
4	1	1	1	1											
5	1	1	1	1	1										
6	1	1	1	1	1	1									
7	1	1	1	1	1	1	1								
8	1	1	1	1	1	1	1	1							
9	1	1	1	1	1	1	1	1	1						
10	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1					
11	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1				
12	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1			
13	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1		
14	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	
15	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1

analyse de corrélation entre la couleur rouge et l'acidité de la désodorisation															
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
1	1														
2	1	1													
3	1	1	1												
4	1	1	1	1											
5	1	1	1	1	1										
6	1	1	1	1	1	1									
7	1	1	1	1	1	1	1								
8	1	1	1	1	1	1	1	1							
9	1	1	1	1	1	1	1	1	1						
10	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1					
11	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1				
12	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1			
13	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1		
14	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	
15	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1

Figure N°33 : analyses de corrélation entre la couleur rouge et jaune de la désodorisation **Figure N°34** :analyse de corrélation entre la couleur rouge et l'acidité de la désodorisation

analyse de corrélation entre l'acidité et l'indice de peroxyde de la désodorisation															
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
1	1														
2	1	1													
3	1	1	1												
4	1	1	1	1											
5	1	1	1	1	1										
6	1	1	1	1	1	1									
7	1	1	1	1	1	1	1								
8	1	1	1	1	1	1	1	1							
9	1	1	1	1	1	1	1	1	1						
10	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1					
11	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1				
12	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1			
13	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1		
14	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	
15	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1

analyse de corrélation entre l'acidité et la couleur jaune de la désodorisation															
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
1	1														
2	1	1													
3	1	1	1												
4	1	1	1	1											
5	1	1	1	1	1										
6	1	1	1	1	1	1									
7	1	1	1	1	1	1	1								
8	1	1	1	1	1	1	1	1							
9	1	1	1	1	1	1	1	1	1						
10	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1					
11	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1				
12	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1			
13	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1		
14	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	
15	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1

Figure N°35 :analyse de corrélation entre l'acidité et l'indice de peroxyde de la désodorisation **Figure N°36** :analyse de corrélation entre l'acidité et la couleur jaune de la désodorisation

analyse de corrélation entre la couleur jaune et l'indice de peroxyde de la désodorisation															
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
1	1														
2	1	1													
3	1	1	1												
4	1	1	1	1											
5	1	1	1	1	1										
6	1	1	1	1	1	1									
7	1	1	1	1	1	1	1								
8	1	1	1	1	1	1	1	1							
9	1	1	1	1	1	1	1	1	1						
10	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1					
11	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1				
12	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1			
13	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1		
14	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	
15	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1

Figure N°37 :analyse de corrélation entre la couleur jaune et l'indice de peroxyde de la désodorisation

Résumé

Ce présent travail effectué au complexe Cevital de Bejaia, a pour objectif d'évaluer les analyses physico-chimiques de l'huile de Soja et de réaliser une étude statistique afin de se prononcer sur la validité des méthodes d'analyses suivies

Nous avons réalisé plusieurs analyses physico-chimiques à savoir : l'acidité, la couleur, l'humidité, le taux des phosphores, les traces de savons, le taux de chlorophylle, l'indice de peroxyde, dans le but d'évaluer la qualité de l'huile

Nous avons réalisé une évaluation statistique par l'analyse de l'erreur standard et l'analyse de corrélation dans l'optique de vérifier la validité des méthodes d'analyses utilisées par l'entreprise

Les résultats obtenus sont conformes aux normes internationales, ce qui est synonyme d'un bon suivi et l'efficacité des traitements appliqués à différentes étapes de raffinage

Mots clés : Soja, raffinage chimique, analyses physico-chimiques, analyses statistiques, erreur standard, analyse de corrélation

Abstract

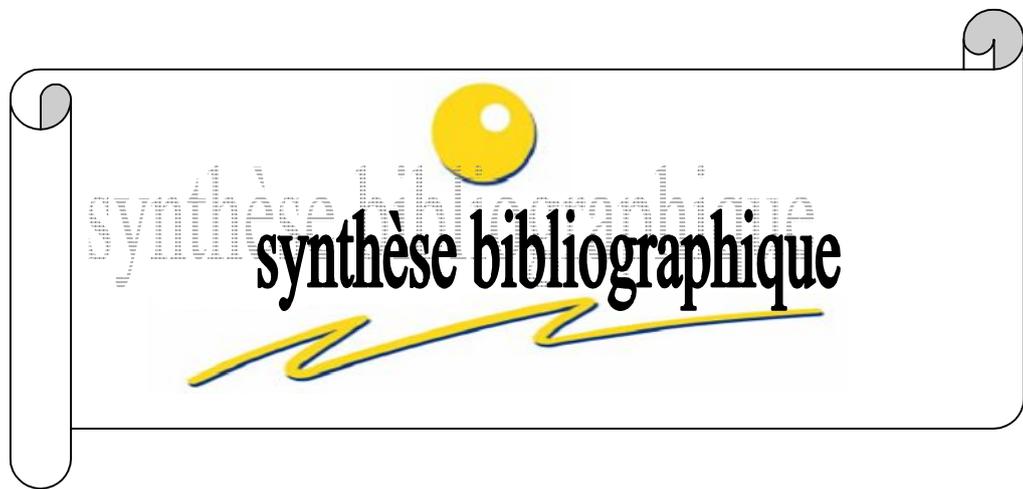
This present work has been effected in Cevitalgroup (Bejaia) , aims to assess the physico-chemicals analyzes of oil Soy and a statistical study to rule on the validity of the methods of analysis

We made several physico- chemicals analyzes are: acidity, color, moisture, the rate of phosphorus, traces of soap, the rate of chlorophyll, peroxide value, in order to assess the oil quality

We conducted a statistical evaluation by analyzing the standard error and correlation analysis with a view to verifying the validity of the analytical methods used by the company

The results are consistent with international standards, which is synonymous with good monitoring and effectiveness of applied at different stages of refining treatments

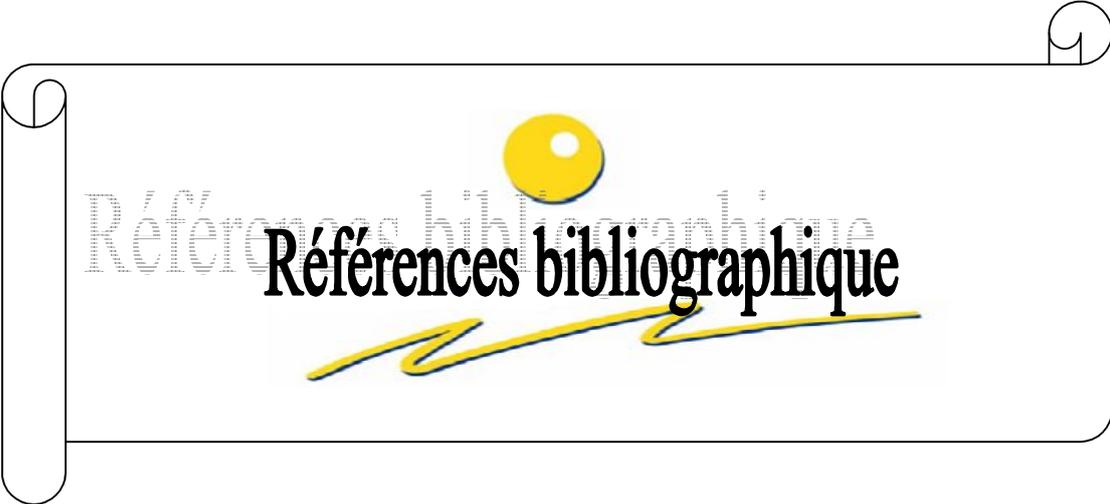
Keywords:Soybean, chemical refining, physico- chemicalsanalysis, statistical analysis, standard error, correlation analysis





Introduction





Références bibliographiques

Références bibliographiques





