

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université A. MIRA - Bejaïa

Faculté des Sciences Exactes



جامعة بجاية
Tasdawit n Bgayet
Université de Béjaïa

Mémoire de Master

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

Spécialité : Chimie analytique

Thème :

Etude des paramètres physico-chimiques permettant l'élimination des phospholipides non hydratables dans l'huile brute de soja au cours de la démucilagination au niveau de CO.G.B.la belle.

Présenté par :

- M^{lle} Aberbour Nassima
- M^{lle} Boughanem Sara

Soutenu le : 28/09/2022

Devant le jury composé de :

Nom&Prénom	Département d'affiliation	Qualité
Isaadi Hamida	Chimie	Président
Sifaoui Hocine	Chimie	Examineur
Imloul Tayakout	Chimie	Encadrant

2021-2022

REMERCIEMENTS

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

Mes remerciements vont aussi à ma promotrice M^{me} Imloul Tayakout, pour avoir accepté de m'encadrer et de me diriger, et pour m'avoir permis de bénéficier de ses conseils éclairés tout au long du développement de mon travail.

Je tiens aussi à remercier toute l'équipe du laboratoire de CO.G.B la belle de Bejaia en particulier M^{me} Djamila, Mr Addar, je n'omettrais pas de remercier le directeur de l'entreprise pour m'avoir ouvert les portes de son entreprise afin de pouvoir finaliser mon travail.

Je remercie les membres du jury, d'avoir accepté d'évaluer mon travail, que je dédie à toute la promotion 2^{ème} année master chimie d'analytique.

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

DEDICACES

Je dédie ce travail à mes très chers parents pour leur amour, leur soutien et tous les sacrifices qu'ils ont fait pour moi, c'est grâce à eux que je suis là aujourd'hui. Je pris le bon dieu de leur offrir la bonne santé et une longue vie.

A mes sœurs adorées Louiza ,Farida et hiba, ainsi que leurs petites familles, à mes précieux frères : Yacine, Saadi et Amar.

A tous le reste de la famille Aberbrouer que j'aime tendrement, que dieu nous garde unis et soudés.

A mes chères copines : Nouara, Lili, Mélissa, Thiziri, Katia, Chanez, Sarah, et tous mes amis que j'ai connus durant ma carrière d'étude.

A ces êtres qui ont illuminé ma vie avec beaucoup de joie, d'amour et loyauté depuis que le hasard m'a offert la chance de les croiser sur mon chemin. Je pris dieu de nous gardé pour la vie réunis.

A notre professeure madame Imloul Tayakout et tous les enseignants de département chimie à l'université de Bejaia sans oublier mon premier enseignant du primaire que je respect beaucoup monsieur Maali Mahmoud.

Nassima

DEDICACES

Pour tous ceux que j'aime, je dédie ce mémoire, ce fruit de plusieurs semaines :

A ma très chère mère qui ma soutenue et encouragé pour arriver à ce niveau universitaire

A mon père, mes sœurs et mes frères

A mon cher mari Ferhat qui ma encouragé

A toute ma famille Boughanem et ma deuxième famille auzzene

A tous mes amies : Nassima, Ouarda, Nihade, Sarah, Chanez

Je vous adresse mes sincères remerciements et me sympathie a tous.

Sarah

Liste des abréviations

AGL : Acide gras libre.

AGMI : Acide gras mono-insaturation.

ALP : Acide lyso-phosphatidique.

PC : Phosphatidyl choline.

PE : Phosphatidyl éthanolamine.

PS: Phosphatidylsérine.

NAPE: N-acylphosphatidéthanolamine.

PI: Phosphatidyl inositols.

PG: Phosphatidyl glycérols.

LDPI: Lysodiphospho-inositide.

DPI: Diphospho inositide.

PEHD: Polyéthylène haute densité.

PEBD: Polyéthylène basse densité.

PET: Polyéthylène téréphtalate.

CO.G.B: Corps gras de Bejaia.

SI.A.N: Société de l'Afrique du nord.

E.N.C.G: Entreprise nationale des corps gras.

SO.GE.D.IA: Société de gestion et des projets de développement des industries alimentaires.

Liste des tableaux

N°	Titre du tableau	Page
I.1	Exemple d'acide gras saturé	5
I.2	Exemple d'acide gras mono-insaturé	6
I.3	Exemple d'acide gras poly- insaturé	6
I.4	Phosphatidyl aminoalcools et polyols	7
I.5	Propriétés physico-chimiques des corps gras et leurs caractéristiques	13
I.6	Sources végétales des corps gras	14
I.7	Rôles nutritionnel sensoriel et technologique des lipides	15
I.8	Les différentes compositions des huiles alimentaires fabriquées en Algérie	18
I.9	Composition d'huile de soja en acide gras	20
I.10	Constituants mineurs de l'huile de soja	21
II.1	Les composés éliminés durant le raffinage	28
II.2	La composition de l'huile de soja (brute et raffinée).	42
III.1	Les différents échantillons représentatifs prélevés.	48
IV.1	Résultats des analyses effectuées sur huile brute de soja.	58
IV.2	Variation de l'acidité de l'huile de soja déémucilaginée en fonction d'acide phosphorique	59
IV.3	Les différents teneurs en phosphore en fonction d'acide phosphorique ajouté au bout de la déémucilagination	61
IV.4	Variation de l'acidité en fonction de la température	63
IV.5	Les différents teneurs en phosphore en fonction de la température	64
IV.6	Variation de l'acidité en fonction de temps de séjour	66
IV.7	Les différents teneurs en phosphore en fonction du temps de séjour	67
IV.8	Variation des paramètres physico-chimiques de l'huile brute et l'huile déémucilaginée	68

Liste des figures

N°	Titre de la figure	Page
I.1	La réaction chimique de la formation de triglycéride.	4
I.2	Exemple des formules des acides gras saturés et insaturés.	5
I.3	Composition panoramique des corps gras et importance relative des principales classes de composés.	6
I.4	Structure générale de phosphatidyl choline	8
I.5	Phosphotidyl éthanolamine groupement phosphate estérifié par l'éthanolamine).	8
I.6	Structure générale de phosphatidyl sérine.	9
I.7	Structure générale de phosphatidyl inositol.	9
I.8	Différentes huiles commercialisées en Algérie.	18
I.9	Photographie du soja, a-plante, b-grouse, c-graines.	19
I.10	Description macroscopique de la graine de soja.	20
I.11	Schéma du procédé général de l'extraction de l'huile brute.	22
II.1	La section de démulagination et neutralisation au niveau de C.O.G.B La Belle.	37
II.2	La section de décoloration et désodorisation au niveau de C.O.G.B La Belle.	38
III.1	Organigramme des départements de CO.G.B La Belle/UP7.	47
IV.1	Variation de l'acidité en fonction de l'acide phosphorique.	60
IV.2	Variation de phosphore en % en fonction d'acide Phosphorique.	61
IV.3	Variation de l'acidité en fonction de la température	63
IV.4	Variation de la teneur en phosphore en fonction de la température.	65
IV.5	Variation de l'acidité en fonction du temps de séjour.	66
IV.6	Variation de phosphore en % en fonction de temps de séjour.	68

Remerciements

Dédicaces

Liste des abréviations

Liste des tableaux

Liste des figures

Sommaire :

Introduction générale.....	1
Chapitre I : Revue bibliographique	3
I.1. Généralités sur les corps gras.....	4
I.1.1 Définition des corps gras	4
I.1.2. Composition des corps gras.....	4
I.1.2.1. Les constituants majeurs	4
I.1.2.1.1. Triglycérides.....	4
I.1.2.1.2. Les acides gras	4
I.1.2.2. Les constituants mineurs des corps gras.....	7
I.1.2.2.1. Phospholipides	7
I.1.2.2.2. Cérides.....	10
I.1.2.2.3. Insaponifiable	11
I.1.2.2.4. Chlorophylles et dérivés	12
I.1.3. Propriétés physico-chimiques des corps gras	12
I.1.4. Classification des corps gras	14
I.1.5. Rôle des corps gras dans l'alimentation	14
I.1.6. Altération des corps gras.....	15
I.1.6.1. Altération chimique	15
I.1.6.1.1. Acidification	15
I.1.6.1.2. Oxydation	16
I.2. Les huiles végétales	16
I.2.1. Définition.....	16
I.2.2 Huiles de consommation humaine	17

I.2.2.1. Huile végétale comestibles	17
I.2.2.2. Huiles vierges	17
I.2.2.3. Huiles pressées à froid	17
I.2.3. Différentes huiles commercialisées en Algérie et leurs compositions	17
I.3. Etude de l'huile de soja	19
I.3.1. Définition de l'huile de soja	19
I.3.2. Origine de l'huile de soja	19
I.3.2.1. La plante.....	19
I.3.2.2. La graine	19
I.3.3. Composition de l'huile de soja	20
I.3.4. Les valeurs nutritionnelles de l'huile de soja.....	21
Technologie de l'obtention de l'huile brute	22
Chapitre II : Raffinage des huiles végétales.....	23
II.1. Extraction de l'huile par pression	24
II.2.Extraction par solvant	24
II.3 Raffinage des huiles	25
II.3.1. Définition du raffinage	25
II.3.2. But de raffinage	25
II.3.3. Les constituants éliminés au cours du raffinage	26
II.3.4. Effets de raffinage sur les huiles	29
II.3.5. Types du raffinage.....	29
II.3.5.1. Raffinage enzymatique.....	29
II.3.5.2. Raffinage physique	29
II.3.5.3. Raffinage chimique.....	30
II.3.6. Avantages et inconvénients du raffinage chimique.....	30
II.3.7. Les différentes étapes du raffinage chimique.....	30
II.3.7.1. Démucilagination ou dégommege	30
II.3.7.2. Neutralisation	32
II.3.7.3. Lavage.....	32
II.3.7.4. Séchage	33
II.3.7.5. Décoloration.....	33

II.3.7.6. Wintérisation ou décirage	34
II.3.7.7. Désodorisation	34
II.3.7.8. Conditionnement	35
II.4. Démucilagination	38
II.4.1. Démucilagination chimique	38
II.4.1.1. Principe de la démucilagination chimique	38
II.4.1.2. Différents types de démucilagination	38
II.4.1.2.1. Démucilagination à l'eau.....	38
II.4.1.2.2. Démucilagination acide	39
II.4.1.2.3. Démucilagination enzymatique.....	39
II.4.1.3. Facteurs influençant la démucilagination	39
II.4.1.3.1. Quantité d'eau	39
II.4.1.3.2. Température	39
II.4.1.3.3. Durée d'hydratation	40
II.5. Composition de l'huile brute et l'huile raffinée de soja.....	40
Chapitre III : Méthodes et matériels.....	41
III.1. Présentation du complexe COGB LABELLE.	42
III.2. Historique	42
III.3. Position Géographique	42
III.4. La production de l'unité (tonne /jour)	42
III.5. Présentation du laboratoire.....	43
III.5.1. Laboratoire des huiles	43
III.5.2. Laboratoire du traitement des eaux.....	43
III.5.3. Laboratoire des caristes.....	43
III.5.4. Laboratoire de margarinerie.....	44
III.6. Organigramme de l'unité UP/07	45
III.7.1. Echantillonnage	46
III.8. Analyses effectuées sur l'huile brute et démucilaginée de Soja	47
III.8.1. Détermination de l'indice d'acidité	47
III.8.2. Teneur en phosphore	48

III.8.3. Indice de peroxyde	49
III.8.4. Indice de saponification	51
III.8.5. Détermination de la couleur	52
III.8.6. Détermination de l'humidité	53
Chapitre IV : Résultats et discussion	54
IV.1. Les paramètres physico-chimiques effectuées sur l'huile brute du soja	55
IV.2. Analyses effectuées sur l'huile déémucilaginée de soja.....	56
IV.2.1. L'impact d'acide phosphorique au cours de la déémucilagination sur l'élimination des phospholipides non hydratable	56
IV.2.1.1.Variation de l'acidité en fonction d'acide phosphorique sur l'huile de soja déémucilaginée	56
IV.2.1.2.Variation de taux de phosphore en fonction d'acide phosphorique sur l'huile de soja déémucilaginée	57
IV.2.2.L'impact de la température au cours de la déémucilagination sur l'élimination des phospholipides non hydratable	59
IV.2.2.1: Variation de l'acidité en fonction de la température sur l'huile de soja déémucilaginée.....	59
IV.2.2.2. Variation de phosphore en fonction de la température sur l'huile de soja déémucilaginée.....	61
IV.2.3. L'impact de temps de séjour au cours de la déémucilagination sur l'élimination des phospholipides non hydratable	62
IV.2.3.1. Variation d'acidité en fonction du temps de séjour sur l'huile de soja déémucilaginée.....	62
IV.2.3.2.Variation du taux de phosphore en fonction du temps de séjour sur l'huile de soja déémucilaginée.....	64
IV.3. Etude comparative des paramètres physico-chimiques de l'huile brute et l'huile déémucilaginée	65
Conclusion	67

Introduction générale

Les huiles végétales constituent une denrée irremplaçable dont la consommation augmente pour cause de croissance démographique mondiale. Elles ont des applications tant industrielles qu'alimentaires, ce qui met en lumière un besoin d'optimisation des procédés actuels de production. Comme pour tous procédés industriels ayant à faire face à cette problématique, leur amélioration est orientée vers une augmentation du rendement d'extraction, de la qualité des produits obtenus ainsi que vers la diminution des coûts de production [01].

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 [02]. La production majoritaire se trouve aux Etats-Unis avec 42%, puis 24% en Brésil, 16% en Algérie et 9% en Chine [02].

Les huiles brutes obtenues par pression ou par extraction ou bien par combinaison des deux systèmes sont généralement inconsommable à l'exception des huiles de pression à froid telles que l'huile d'olive et l'huile de noix. A côté des lipides qui sont les constituants essentiels, les huiles à l'état brut contiennent de nombreux composés en faible quantité de l'ordre de 1% de mucilages et comprend surtout des phospholipides, ces substances affectent la qualité du produit.

Une huile de qualité doit être, neutre de goût, résistant à l'oxydation, adapté à l'emploi désiré et débarrassé de ses substances toxiques ou nocives. De ce fait, La plupart des huiles brutes subissent plusieurs étapes de raffinage [02].

Dans cette optique, nous avons effectué un stage au complexe COGB LABELLE de Bejaia qui consiste à optimiser, lors la déémucilagination de l'huile de soja, quelques paramètres tels que la quantité en acide phosphorique, la température et le temps de séjour, qui permettent une élimination optimale des phosphatides dans l'huile.

Notre travail se présente en quatre chapitres:

Le premier chapitre est consacré aux généralités sur les corps gras et notamment sur l'huile de soja.

Le deuxième chapitre est attribué au raffinage des huiles.

Le troisième chapitre est dédié à la présentation de l'entreprise (CO.G.B LA BELLE) ainsi qu'au matériel et aux méthodes d'études utilisées.

Le dernier chapitre illustre les différents résultats obtenus en comparaison avec les normes de l'entreprise, on terminera par une conclusion.

Chapitre I :

Revue bibliographique

I.1. Généralités sur les corps gras

I.1.1 Définition des corps gras

On désigne ordinairement par le nom de corps gras toutes substances neutre, insoluble dans l'eau, onctueuse au toucher, tachant le papier, inflammable à une température élevée et susceptible de se saponifier [01]. Scientifiquement, les corps gras à l'état naturel sont constitués des triglycérides, des phospholipides, des acides gras libres et de l'eau.

I.1.2. Composition des corps gras

I.1.2.1. Les constituants majeurs

I.1.2.1.1. Triglycérides

Les triglycérides sont très largement majoritaires [03]. Ce sont des triples esters d'acides gras et de glycérol. Il s'agit de molécules très hydrophobes: formées d'un glycérol qui est un trio, par estérification avec des acides gras peut donner des mono esters, des diester ou encore, des triesters (mono-, di-, ou triglycérides) [03].

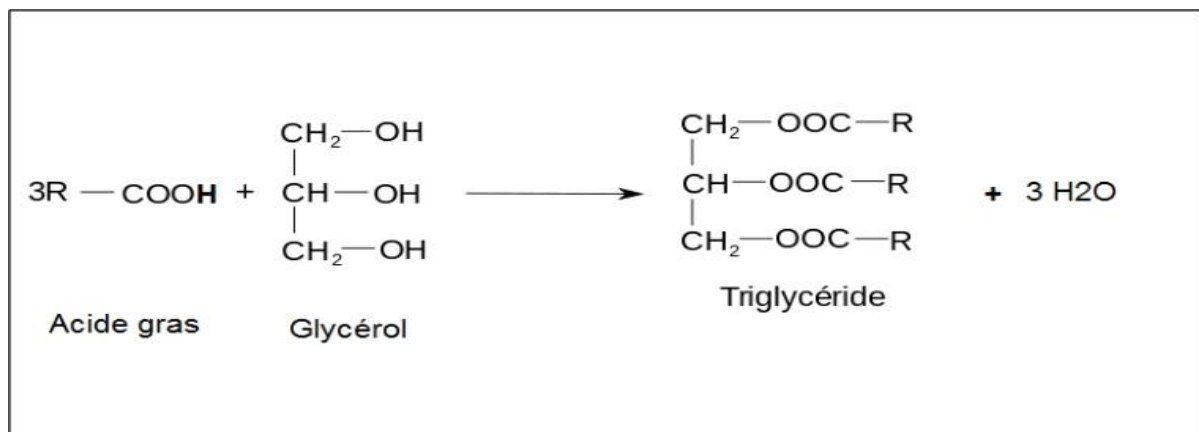


Figure I.1: Réaction chimique de la formation de triglycéride

I.1.2.1.2. Les acides gras

Les acides gras sont les constituants de base des triglycérides, les principaux lipides. Ce sont des acides carboxyliques aliphatiques ou ramifiés, constitué de chaînes d'au moins de quatre carbones, saturé ou insaturé. Les acides gras se distinguent selon la longueur de leur chaîne d'atomes de carbone (de 4 à 32) et le nombre de doubles liaisons entre les atomes de carbone qu'ils contiennent [01].

• Les acides gras saturés

Dans un acide gras saturé, chaque atome de carbone a ces quatre valences engagées dans des liaisons avec d'autres atomes de carbone ou d'hydrogène (et d'oxygène pour le carbone carboxylique). Le tableau I.1, présente quelques exemples d'acides gras saturés [01].

Tableau I.1: Acides gras saturé

Nombre d'atomes de carbone	Nom commun	Symbole	Structure
12	Acide l'aurique	C ₁₂ :0	CH ₃ (CH ₂) ₁₀ COOH
14	Acide myristique	C ₁₄ :0	CH ₃ (CH ₂) ₁₂ COOH
16	Acide palmitique	C ₁₆ :0	CH ₃ (CH ₂) ₁₄ COOH
18	Acide stéarique	C ₁₈ :0	CH ₃ (CH ₂) ₁₆ COOH

• Les acides gras insaturés

Les acides gras insaturés sont des acides qui portent au minimum une double liaison. Suivant le nombre d'insaturation (figure I.2), on a :

- Acides gras mono-insaturés.
- Acides gras polyinsaturés.

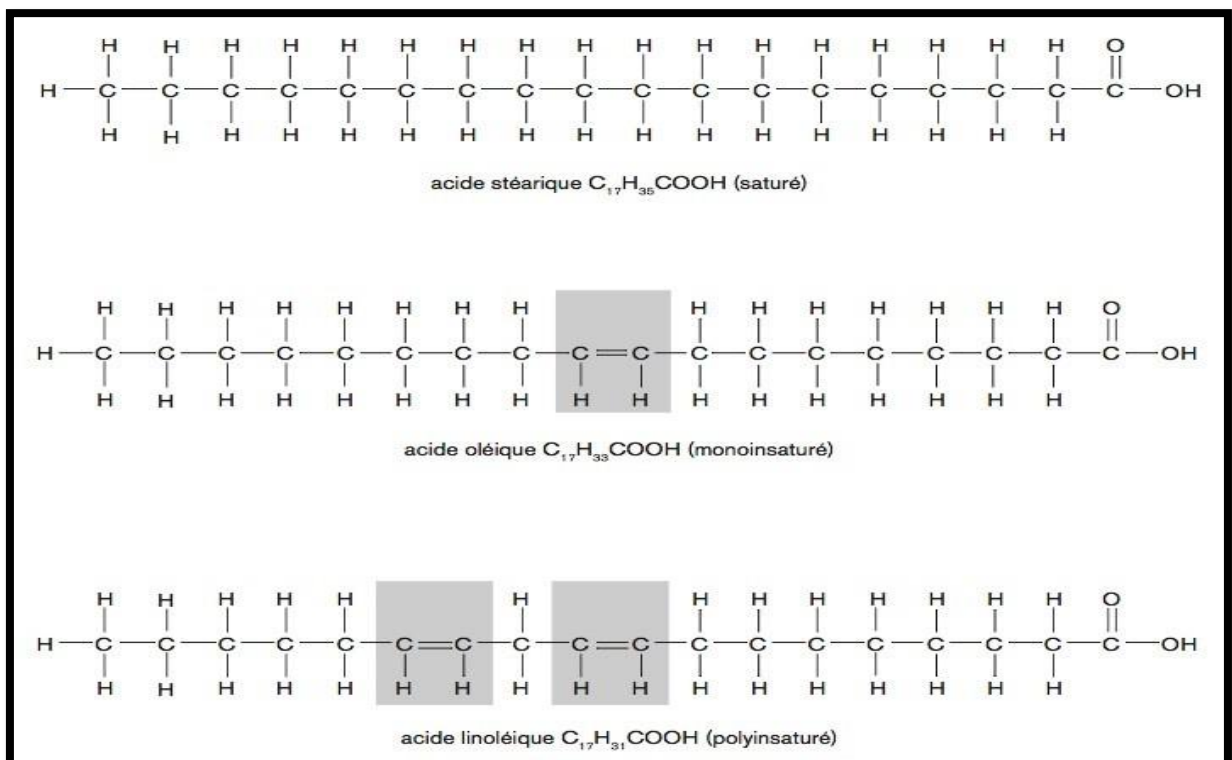


Figure I.2: Exemple des formules des acides gras saturés et insaturés [04].

Tableau I.2: Acides gras mono-insaturés (AGMI)

Nombre d'atome de carbone	Nom commun	Symbole	Structure
16	Acide palmitoleique	C16 :1(9)	CH ₃ (CH ₂) ₅ CH=CH(CH ₂) ₇ COOH
18	Acide oléique	C18 :1(9)	CH ₃ (CH ₂) ₇ CH=CH(CH ₂) ₇ COOH
24	Acide nervonique	C24 :1(15)	CH ₃ (CH ₂) ₇ CH=CH(CH ₂) ₁₃ COOH

Tableau I.3 : Acides gras poly-insaturés

Nombre d'atome de carbone	Nom commun	Symbole	Structure
18	Acide Linoléique	C ₁₈ : 1(9)	CH ₃ (CH ₂) ₄ (CH=CHCH ₂) ₂ (CH ₂) ₆ COOH
18	Acide Gamma-linoléique	C ₁₈ : 1(9)	CH ₃ (CH ₂) ₂ (CH=CHCH ₂) ₃ (CH ₂) ₆ COOH
20	Acide Arachidonique	C ₂₀ : 1(15)	CH ₃ (CH ₂) ₄ (CH=CHCH ₂) ₄ (CH ₂) ₂ COOH

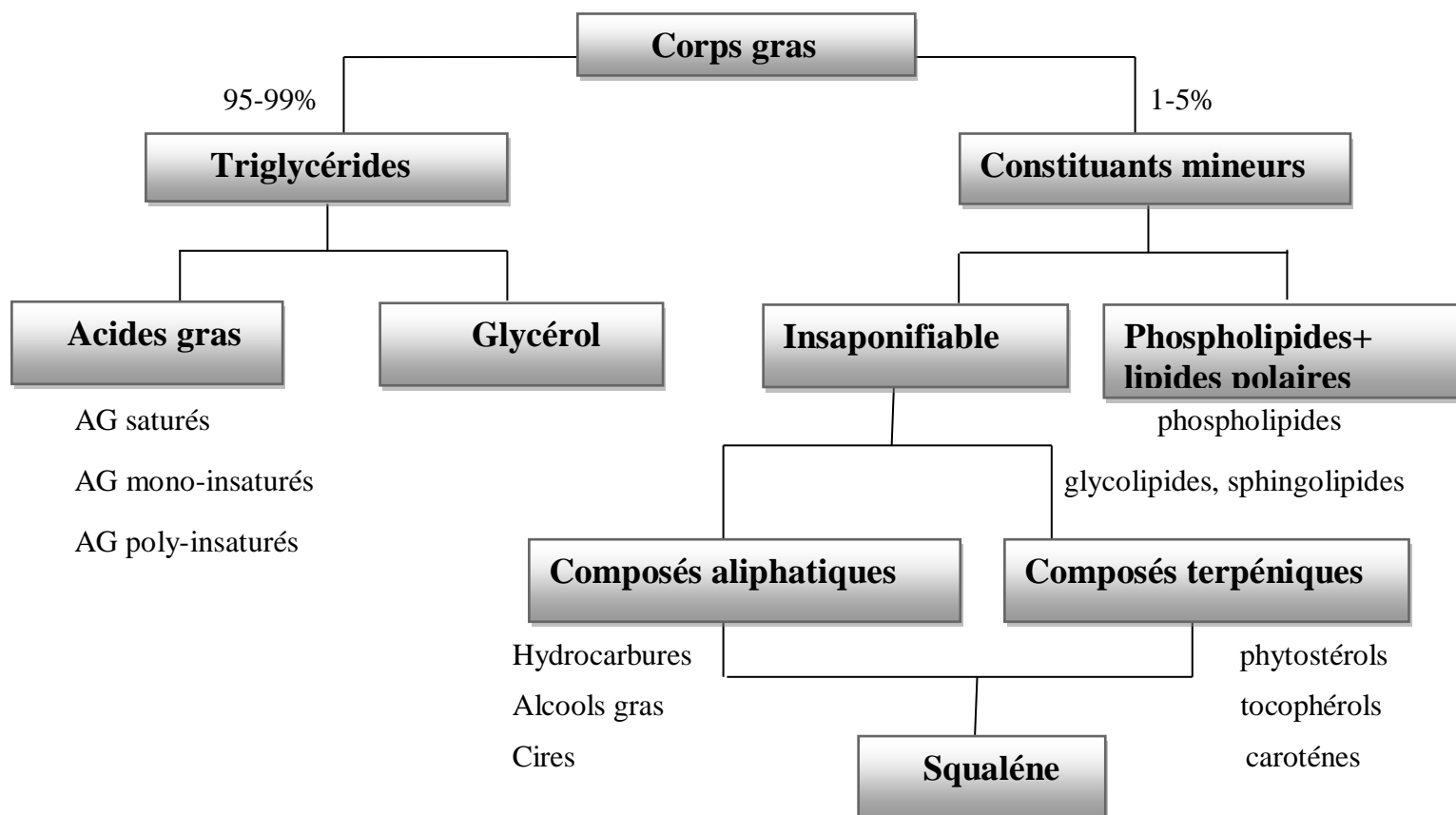


Figure I.3: Composition panoramique des corps gras et importance relative des principales classes de composés [05].

I.1.2.2. Les constituants mineurs des corps gras

Parmi les constituants, on distingue les phospholipides, les cérides, l'insaponifiable, les chlorophylles et les produits d'altération.

I.1.2.2.1. Phospholipides

Ils sont présents dans les corps gras bruts, ce sont essentiellement des phosphoglycérides, c'est-à-dire des dérivés du phosphoryl-3-glycérol [06].

➤ Acides phosphatidiques

L'acylation du phosphoryl-3-glycérol par deux molécules d'acides gras conduit aux acides phosphatidiques, qui peuvent occasionnellement être présents dans les huiles brutes, conséquence d'une hydrolyse enzymatique des phosphoglycérides dans la graine. L'hydrolyse d'une seule liaison ester aboutit à la formation des acides lyso-phosphatidique (ALP).

Les acides phosphatidiques, par l'intermédiaire de la seconde fonction acide de leur reste 32 orthophosphorique, forment des esters soit avec des aminoalcools (phosphatidyl-aminoalcools), soit avec des polyols (phosphatidyl-polyols), qui sont les constituants principaux des phosphatides présents dans les corps gras bruts (**Tableau I.4**).

➤ Phosphatidyl-aminoalcools

Trois aminoalcools sont rencontrés dans les phosphatides: la choline, l'éthanol amine et la sérine

Tableau I.4: Phosphatidyl-aminoalcools et –polyols

Phosphatidates	Nom de groupe
Choline	Phosphatidyl choline (léchitine)
éthanolamine	Phosphatidyl éthanolamine
Sérine	Phosphatidyl sérine
Inositol	Phosphatidyl inositol

Les **phosphatidylcholines (PC)** sont les plus abondants et les plus répandues. Leur caractère amphotère leur confère une polarité nette qui s'oppose à la polarité des deux acides gras dans une molécule amphiphile à activité interfaciale et massique très marquée. Les lécithines sont les phosphatidylcholines les plus connues. Très abondantes dans le jaune d'œuf, elles sont solubles à la fois dans les solvants organiques et dans les solutions aqueuses de sels biliaires. Ce sont des émulsifiants.

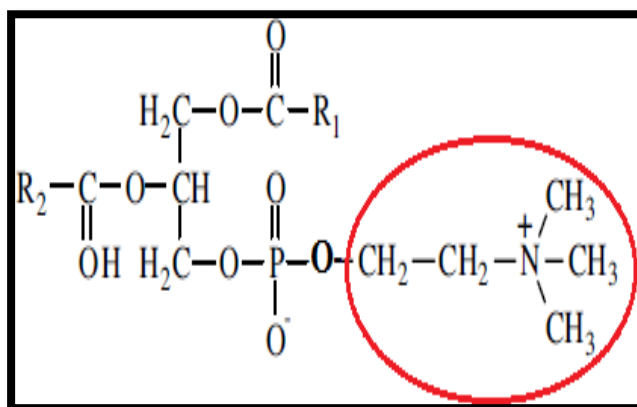


Figure. I.4: Structure générale de phosphatidyl choline [07].

Les **phosphatidyléthanolamines (PE)**, bien que moins abondantes que les PC, sont cependant très répandus. Leur caractère polaire est moins marqué que celui des PC, en raison du caractère basique plus faible de leur fonction amine non substituée. Comme elles sont amphiphiles, leur activité interfaciale et massique reste importante.

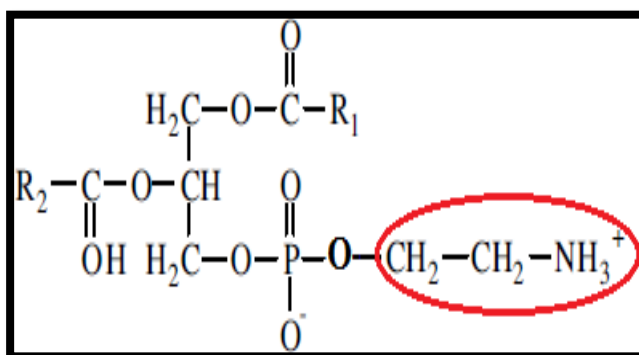


Figure. I.5: Phosphatidyl éthanolamine (groupe phosphate estérifié par l'éthanolamine) [07].

Les **phosphatidylsérines (PS)** ont un caractère acide en raison de la présence d'un carboxyle libre supplémentaire. Toujours amphiphile, la molécule est moins active que les PC et les PE. Dérivées des phosphatidyléthanolamines, les N-acylphosphatidyléthanolamines (NAPE), dans lesquelles le troisième acide gras est lié par une liaison amide à la fonction amine de l'aminoéthanol, peuvent être présentes dans les phospholipides extraits de tissus animaux.

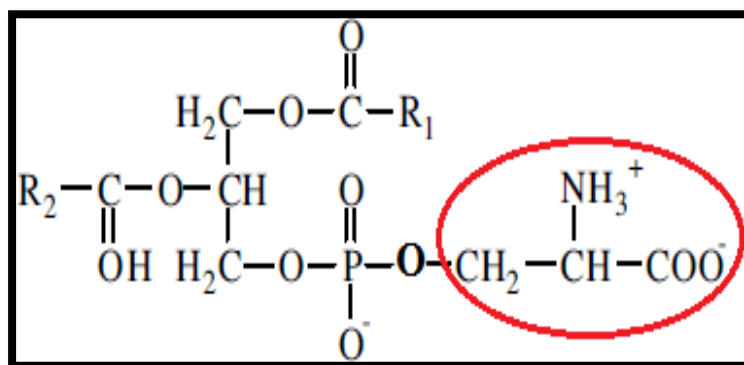


Figure I.6 : Structure générale de phosphatidyl sérine [07]

- Phosphatidylpolyols:

Les acides phosphatidiques peuvent aussi être estérifiés par deux polyols: le myoinositol et le glycérol.

Les **phosphatidylinositols (PI)** n'ont plus, en dehors de la troisième fonction acide du groupe phosphorique, de groupement ionisable: Les cinq hydroxyles libres de l'inositol confèrent néanmoins à cette molécule un caractère polaire suffisant pour que son caractère amphiphile soit net [03].

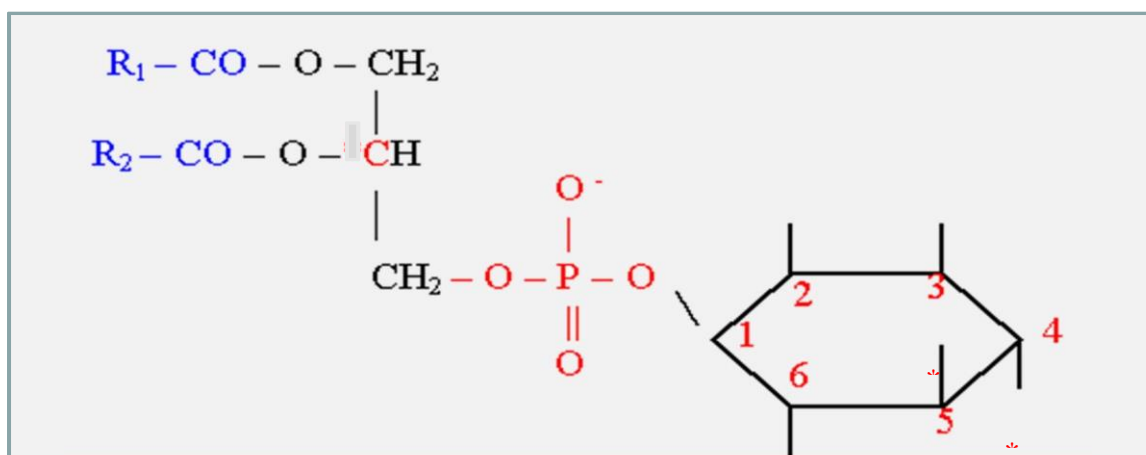


Figure I.7: Structure générale de phosphatidyl inositol [04].

On peut rencontrer dans les tissus animaux un dérivé monophosphorylé des **phosphatidyl inositols (PI)**, le diphospho-inositide (DPI, phosphatidylinositolphosphate). Ce nouveau groupement phosphorique peut conduire, par déplacement de l'acide gras en position 1, à la formation d'un dérivé cyclique, le lysodiphospho-inositide (LDPI).

L'estérification du groupement orthophosphorique par une seconde molécule de glycérol, liée au reste de la molécule par son carbone, permet l'obtention de phosphatidylglycérols (PG) dont l'activité est cependant réduite. L'estérification par deux acides gras de ses fonctions alcool libres à un cardiolipides [03].

➤ **Acides gras des phosphoglycérides**

La composition en acides gras des phosphoglycérides semble moins variable que celle des triacylglycérols correspondants, ces acides étant similaires à ceux des triglycérides de même origine. Toutefois, les phosphoglycérides contiennent en position 2 des acides polyéniques supérieurs absents des triglycérides correspondants [03].

➤ **Sphingolipides**

L'ester phosphorique d'une base hydroxyaminée à longue chaîne du règne animal, la sphingosine et la phytosphingosine (hydroxysphingosine) du règne végétal remplacent chez certains phospholipides le phosphoryl-3-glycérol.

Les sphingomyélines sont des dérivés de ces bases dans lesquels un acide gras, lié par une liaison amide, est fixé sur la fonction amine, tandis que le reste orthophosphorique est porté par la fonction alcool primaire, lui-même estérifié par la choline [03].

➤ **Glucolipides**

Il s'agit surtout d'éthers de diglycérides avec un mono- ou un di-saccharide. Les cérébrosides sont des céramides ou des phytocéramides (amides d'acides gras avec la sphingosine ou la phytosphingosine) liées, dans le règne animal, à du galactose et dans le règne végétal à du glucose [03].

I.1.2.2.2. Cérides

Il s'agit d'ester d'acides gras et de mono- (ou di-) alcools insolubles dans l'eau en raison de leur masses moléculaires élevées [03].

Les cires naturelles sont présents chez :

- Les animaux, surtout marins supérieurs (Cétacés), ou elles peuvent prendre la forme de véritables dépôts et les poissons.
- Les végétaux, contribuant à la formation de couches protectrices des graines et des fruits, s'accumulant parfois dans certains tissus.

Les stérides (ester de stérols ou de molécules assimilées, méthylstérols et alcools triterpéniques), dont les esters de cholestérol, sont les seuls à être très répandus dans les tissus

animaux. En revanche, les tissus végétaux sont plus riches en esters de stérols différents, cholestérol compris.

Les caroténocérides (lipochromes) à alcools colorés, différents des esters de chlorophylle, dans lesquels l'acide est le chromophore, sont des esters d'acides gras et d'hydroxycaroténoïdes, ou xanthophylles, synthétisés uniquement par les végétaux et éventuellement présents dans les corps gras animaux du fait de leur alimentation. Les esters de vitamine A des huiles de foie de poissons sont associés à ce groupe.

I.1.2.2.3. Insaponifiable

Ce sont l'ensemble des composés qui ne sont pas des esters mais tous autres produits de constitution plus ou moins complexe [05]. La fraction insaponifiable de l'extrait lipidique est constituée essentiellement par les vitamines liposolubles et les stérols. La teneur des corps gras en ces produits est généralement très faible, inférieure à 1%.

- **Hydrocarbures**

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

- **Les stérols**

Ce sont des alcools tétra cycliques, ils constituent une fraction importante de l'insaponifiable. Les divers stérols présents dans les corps gras dérivent du cholestérol (C₂₇H₄₆O). Le stérol le plus abondant dans le règne végétal est le sitostérol, suivi du campé stérol et du stigmastérol.

- **Vitamine liposolubles**

- **Vitamine A**

Le rétinol ou vitamine A, est un alcool polyéthylénique conjugué provenant biosynthétiquement du clivage du B carotène (provitamine A), on la trouve principalement sous forme de palmitate, dans les corps gras d'origine animale: beurre (6 mg / kg), huile de foie de morue (300 mg/ kg) [08].

- **Vitamine D**

Le calciférol ou vitamine D provient de la photolyse ultraviolette des stérols [08].

- **Vitamine E**

Les tocophérols ou vitamine E sont relativement abondants dans les huiles végétales brutes dont ils sont des protecteurs naturels. Les teneurs généralement observées varient de

200 à 1400 ppm (sauf pour les huiles de coprah et palmiste qui n'en contiennent que des traces).

Il existe des diverses variétés: α , β , γ , δ qui diffèrent entre elles par le nombre et la localisation de groupes méthyle en position 5 et 7. Les trois atomes de carbones asymétrique des tocophérols naturels, dextrogyre, ont une configuration absolue R [08].

- **Vitamine K**

C'est un dérivé, naturel liposoluble de la naphthoquinone à activité antihémorragique. Chez l'homme les cas de carence sont dus à un défaut d'absorption des lipides, à un traitement aux anticoagulants ou encore à un traitement aux antibiotiques qui détruisent la flore digestive.

• **Les Cires**

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

I.1.2.2.4. Chlorophylles et dérivés

Les chlorophylles, qui sont des pigments verts des végétaux, jouent un rôle fondamental dans la photosynthèse. Elles sont liposolubles, notamment du fait de la présence de la chaîne phytyle. La perte du cation magnésium, qui intervient lors du chauffage en milieu légèrement acide (comme lors du traitement des huiles végétales), les transforme en phéophytines, également en lipophiles. La perte du phytol par hydrolyse conduit aux phéophorbides si l'ion magnésium est absent et s'il est conservé, aux chlorophyllides, classes de composés hydrophiles [03].

I.1.3. Propriétés physico-chimiques des corps gras

Les propriétés physico-chimiques attribuées aux corps gras sont illustrées dans le tableau ci-après :

Tableau I.5: Propriétés physico-chimiques des corps gras et leurs caractéristiques [03]

Paramètres physico-chimiques	Caractéristiques
Etat naturel et aspect	- Solide ou liquide, cela dépend du nombre de carbone et d'insaturation qu'il contient
Solubilité	- Diminue avec la longueur de la chaîne hydrocarbonée et augmente avec l'insaturation pour une température donnée.
Point de fusion (point de solidification)	- Permet d'apprécier le degré de pureté. - S'élève avec la longueur de la chaîne hydrocarbonée dans le cas d'acide gras saturé et s'abaisse avec le nombre de doubles liaisons pour l'acide gras insaturé.
Densité	- Dépend de la composition chimique, et de la température - Augmente avec l'augmentation de l'indice d'iode et l'indice de saponification.
Viscosité	- Dépend de la composition chimique et de la température. - Augmente avec l'augmentation du poids moléculaire et diminue avec l'augmentation de la température.
Indice d'iode	- Permet de calculer l'insaturation totale de la graisse.
Indice de peroxyde	- Renseigne sur le degré d'oxydation et le nombre d'acide gras constituant le corps gras à analyser.
Indice d'acide	- Permet la neutralisation des corps gras
Insaponifiable	-Caractérise un corps gras grâce à sa constitution (colorants caroténoïdes, chlorophylle, stérols, tocophérols et divers alcools aliphatiques ou cycliques).

I.1.4. Classification des corps gras

Les corps gras proviennent de deux grandes sources: végétale et animale

- **Origine végétale**

Ils sont extraits des graines oléagineuses (tournesol, soja, colza, arachide.....) ou ils sont extraits de pulpe de certains fruits (olive et palme) [01]. Les plus importants sont présentés en tableau ci-dessous:

Tableau I.6: Source végétale des corps gras

Fruits oléagineux	Graines oléagineuses
Le palme	Le tournesol
L'olive	Le soja
La noix	Le coton, le maïs
L'amande	L'arachide, le colza

- **Origine animal**

Les corps gras d'origine animal proviennent des tissus adipeux des animaux, en particulier:

- Du porc (saindoux)
- Du bœuf (suif)
- Du cheval (huile de cheval)
- Des poissons et mammifère marins (huile de foie de morue)
- De la vache (beurre)

Les corps gras se présentent sous trois états

- Etat fluide: Les huiles (soja, tournesol, colza, olive).
- Etat solide: Les graisses (huile de coco, palmiste
- Etat cireux: Les cires

I.1.5. Rôle des corps gras dans l'alimentation

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

Tableau I.7: Rôles des lipides [01]

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

I.1.6. Altération des corps gras

Les caractéristiques organoleptiques des graisses en fonction du temps peuvent subir des altérations conduisant dans certains cas jusqu'à l'apparition d'un goût et d'une odeur désagréable [05].

I.1.6.1. Altération chimique

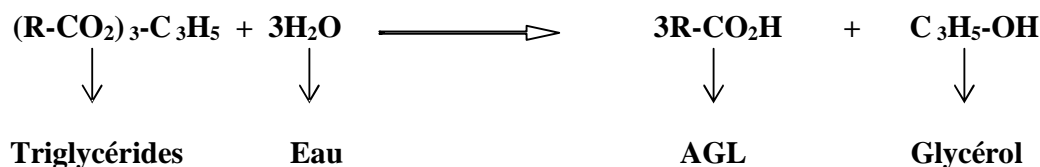
Les principales formes d'altérations des corps gras alimentaires sont l'acidification et l'oxydation.

I.1.6.1.1. Acidification

Elle résulte de l'hydrolyse d'une ou deux des trois liaisons esters des triglycérides, cette hydrolyse conduit à la formation d'acides gras libres préjudiciables à la qualité du corps gras. Ce phénomène qui nécessite la présence d'eau ou tout simplement d'humidité ne s'observe pratiquement jamais sur les corps raffinés, il peut cependant intervenir sur les corps gras bruts, et ceci explique l'acidité libre des huiles brutes vierges. Le phénomène d'hydrolyse

est de nature chimique ou enzymatique (action de lipases), l'inconvénient des acides gras libérés tient au fait qu'ils s'oxydent plus vite que les triglycérides, mais aussi que ces acides gras ont un goût désagréable de savon (cas de palmiste) [09].

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



I.1.6.1.2.Oxydation

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

La réaction est auto-catalytique et nécessite des quantités infimes d'oxygène pour se déclencher [09].

I.2. Les huiles végétales

I.2.1. Définition

L'huile est une matière grasse, onctueuse et épaisse, souvent liquide à température ambiante.

Une huile végétale renferme en général plus de 99 % de lipides, ni glucides, ni protides et très peu ou pas de cholestérol. Quelques vitamines et antioxydants liposolubles complètent le pourcentage restant (1%).

Elles sont indispensables pour les papilles mais également pour la santé car elles apportent les acides gras nécessaires au bon fonctionnement de l'organisme. De plus que leur goût et leur prix, les huiles végétales diffèrent par leur composition, d'où l'importance de bien choisir ses produits, surtout pour un usage quotidien.

Les huiles végétales sont principalement des esters d'acides gras et de glycérol, et sont ainsi insolubles dans l'eau mais solubles dans les solvants organiques. Les huiles végétales comestibles contiennent rarement des acides gras à chaînes ramifiées, avec un nombre impair de carbones, ou des acides gras insaturés dont le nombre de carbone est inférieur à seize ou supérieur à vingt atomes de carbone.

I.2.2 Huiles de consommation humaine**I.2.2.1. Huile végétale comestibles**

Ils sont des denrées alimentaires qui se composent essentiellement de glycérides d'acides gras exclusivement d'origine végétale. Elles peuvent contenir en faible quantité d'autres lipides comme les phosphatides, des constituants insaponifiables et les acides gras libres naturellement présents dans la graisse ou l'huile [01].

I.2.2.2. Huiles vierges

Elles sont obtenues exclusivement au moyen des procédés mécaniques, notamment des traitements thermiques. Elles peuvent avoir été purifiées uniquement par lavage à l'eau décantation, filtrage et centrifugation [01].

I.2.2.3. Huiles pressées à froid

Elles sont obtenues, sans modification de l'huile, exclusivement par des procédés mécaniques, sans utilisation de procédés thermiques. Elles peuvent avoir été purifiées uniquement par lavage à l'eau, décantation, filtrage et centrifugation.

Les huiles et les graisses alimentaires sont préparées à partir de graines ou de fruits oléagineux, germes ou pépins de production végétale diverse et de tissus adipeux d'animaux terrestres ou marins. Ils se sont utilisés en cuisine comme huiles de cuisson ou pour des fritures. Pour chaque huile, il existe température critique (ou point de fumage) au-dessus de laquelle il ne faut pas la chauffer. Quand l'huile atteint la température critique, ses composants huiles se dégradent, forment des composés toxiques et l'huile fume. C'est pour cela certaines huiles comme huiles de noix dont la température critique est faible sont déconseillées pour la cuisson [01].

I.2.3. Différentes huiles commercialisées en Algérie et leurs compositions

Il existe sur le marché Algérien différentes marques d'huiles végétales alimentaires, qu'elles soient pures (huile de soja et de tournesol) ou mélangées, celles-ci sont utilisées pour l'assaisonnement, la cuisson ou la friture.



Figure I.8: Différentes huiles commercialisées en Algérie.

Les différentes compositions des huiles alimentaires fabriquées en Algérie sont représentées dans le tableau I.7 ci-dessous [01]

Tableau I.8: Compositions des huiles alimentaires

Marque	Composition
Huile ELIO	80% Soja, 20% Tournesol
Huile FLEURIAL	100% Tournesol
Huile AFIA	95% Soja, 5% Maïs
Huile HUILOR	100% Soja
Huile BONAL	100% Soja
Huile LYNOR	90% Soja, 10% Palme
Huile SAFIA	100% Soja
Huile LABELLE	100% Soja

I.3. Etude de l'huile de soja

I.3.1. Définition de l'huile de soja

L'huile de soja est fluide et d'une couleur jaune plus ou moins foncé suivant la nature des graines et les procédés d'extraction. Fraîche, elle a une saveur assez prononcée d'haricot qui s'atténue peu à peu. Elle est riche en acides gras polyinsaturés et notamment en acide gras essentiel alpha linoléique. Elle est recommandée pour les assaisonnements [01].

I.3.2. Origine de l'huile de soja

I.3.2.1. La plante

La plante de soja est annuelle, herbacée dressée, et peut atteindre une hauteur de 1,5 m. La gousse est droite ou légèrement courbée, d'une longueur de deux à sept cm. Elle est formée par les deux moitiés du carpelle, soudées le long de leurs dorsal et ventral [09].



Figure I.9: Photographies du soja: a- Plante, b- Gousse verte, c- Graines

I.3.2.2. La graine

A l'issue de la floraison et de la nouaison, se développe une gousse contenant, selon les cas, entre 1 et 4 grains. Comme chez les autres légumineuses, la graine se compose essentiellement d'une enveloppe lisse (la coque) et d'un embryon. Sa taille varie généralement entre 5 et 10 mm de diamètre et son poids (selon les variétés) oscille entre 50 et 400 mg (figure I.8) La forme de la graine varie selon les cultivars [09].



Figure I.10: Description macroscopique de la graine de soja

La qualité des protéines est idéale en termes de profil d'acides aminés et de digestibilité. Elles sont constituées principalement de globuline (90% des protéines et 36% du poids de la graine) [16]. La graine de soja contient aussi des glucides non structurels, pour environ 10% du poids de la graine, avec principalement des sucres solubles, et peu d'amidon (moins de 3% du poids des graines) [09].

I.3.3. Composition de l'huile de soja

- **Composition majeur**

L'huile de soja est riche en acide linoléique (50%) et en acide oléique (24%) et comprend 15 % d'acides gras saturés. La présence de 7% d'acide linoléique la rend très fragile à la chaleur et on doit l'utiliser à froid uniquement que pour les assaisonnements [01 ; 09].

Tableau I.9: Composition de l'huile de soja en acide gras.

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

- **Les constituants mineurs**

Les constituants mineurs de l'huile de soja, dont certains doivent être obligatoirement éliminé durant le raffinage, sont regroupés dans le tableau ci-après [01] :

Tableau I.10: Constituants mineurs de l'huile de soja [01]

Nature	Composé
Lipidique	Phosphatides hydratables et non hydratables -Glycérides Partiels
	Acides gras libres
Glucidique	Sucres libres et glycol lipides
Ions métalliques	Fer, Cuivre, Calcium, Magnésium
Pigments	Caroténoïdes, chlorophylle et autres pigments
Produits oxydés	Aldéhydes, cétones, peroxydes
Autres	Composés odorants
	Matières insaponifiables (hydrocarbonées, alcools tri terpéniques, stérols)
	Tocophérols.

I.3.4. Les valeurs nutritionnelles de l'huile de soja

L'huile de soja est une huile 100 % végétale, riche en acides gras essentiels et pauvres en cholestérol. C'est une huile de table excellente par sa teneur en acide linoléique qui la rend fragile à la chaleur. C'est une bonne source de vitamines, elle est naturellement protégée à l'oxydation par la vitamine E qu'elle contient [09].

Technologie de l'obtention de l'huile brute

Le procédé d'extraction de l'huile brute est résumé dans la figure suivante [09]:

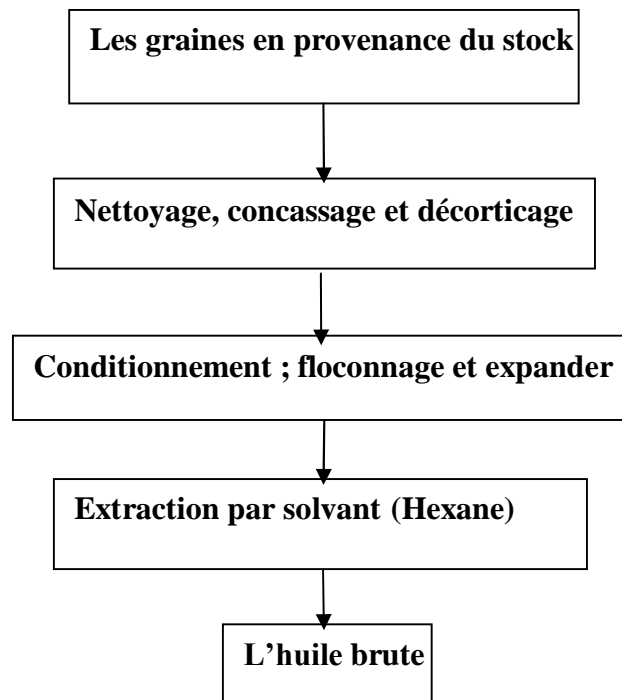


Figure I.11: Schéma du procédé général de l'extraction de l'huile brute.

Chapitre II :

Raffinage des huiles végétales

II.1. Extraction de l'huile par pression

La première étape de l'extraction proprement dite consiste à nettoyer et à décortiquer la matière oléagineuse. On procède ensuite au broyage qui transforme la substance en pâte qui subira alors une extraction mécanique par pressage à froid ou à chaud [09].

➤ **Aplatissage**

Les graines passent entre deux cylindres lisses et ressortent sous forme de flocons.

➤ **Pressage à froid**

Il s'effectue à l'aide de presses hydrauliques à une température maximale de 60°C.

➤ **Cuisson**

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

➤ **Le pressage à chaud**

Il s'effectue uniquement par le passage de la pâte dans des presses à une température de 80 à 120 °C. Les flocons séchés passent dans les presses. L'huile s'écoule tandis que les écailles de presse sont recueillies à la sortie.

L'huile obtenue « l'huile de pression) est tamisée et séchée par pulvérisation sous vide pour conserver ses qualités au cours du stockage [09].

II.2.Extraction par solvant

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

➤ **La distillation du miscella**

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

➤ **La désolvantisation**

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

II.3 Raffinage des huiles

II.3.1. Définition du raffinage

Le raffinage est l'ensemble des opérations qui servent à transformer l'huile brute en un produit comestible en éliminant les impuretés qui le rendent impropres à la consommation en l'état. En effet, les huiles contiennent de nombreux composés: certains sont très utiles (vitamines, insaponifiables, ...), d'autres sont nuisibles à leur qualité (gommes, acides gras libres, pigments, agents-odorants, ...).

Quel que soit le mode d'extraction employé, les huiles obtenues ont rarement le degré de pureté pour les usages auxquels elles sont destinées. Le raffinage des corps gras bruts doit garantir aux consommateurs un produit d'aspect engageant avec un goût neutre, résistant à l'oxydation, adapté à l'emploi désiré et débarrassé de ses substances toxiques ou nocives [08], le produit final doit être stable et ne former ni trouble ni dépôt au cours de la conservation. Pour qu'une huile soit saine, loyale et marchande, elle doit subir les opérations du raffinage chimique: démulcination, neutralisation, lavage, séchage et désodorisation.

II.3.2. But de raffinage

Le raffinage a pour but, d'éliminer les acides gras libres, les produits d'oxydation, les arômes désagréables, les colorants, les produits toxiques tels que les pesticides, les glycosides mais également les phospholipides ainsi que les métaux tels que le fer et le cuivre présents à l'état de traces et généralement liés à des composés organiques [09].

II.3.3. Les constituants éliminés au cours du raffinage

Les différents constituants éliminés au cours de raffinage sont illustrés dans le tableau II.1, parmi eux on cite :

- **Les acides gras libres**

Ils proviennent de réaction d'hydrolyse enzymatique qui se produit dans les huiles brutes soit au cours de leur obtention, soit au cours de leur stockage. L'élimination des acides gras libres s'effectue soit par voie chimique, soit par voie physique. C'est l'opération la plus importante du raffinage [10].

- **Les glycérides partielles**

Ils sont considérés comme des agents émulsifiants gênants pouvant entraîner des pertes importantes lors de centrifugation. Ils entraînent la formation de mousse au cours des fritures, et ils sont éliminés au cours de la neutralisation.

- **Les phospholipides**

Ils ont des propriétés tensioactives et émulsifiantes qui gênent les étapes du raffinage. Ils sont éliminés au cours du démucilagination et du lavage avec l'eau.

- **Les colorants**

Les colorants d'origine oxydative sont responsables de la couleur brune de certaines huiles, ils sont éliminés au cours de la neutralisation et de la décoloration.

- **Hydrocarbures**

Les huiles brutes contiennent généralement des traces d'hexane qui sont issues des solvants utilisés pour l'extraction. Ces traces d'hexane sont éliminées lors de la désodorisation.

- **Stérols**

Il s'agit de molécules complexes à plusieurs cycles avec une fonction alcool, dont le principal représentant est le cholestérol. Ils sont retrouvés soit à l'état libre ou combiné avec un acide gras. Une partie de ces stérols est entraînée à la vapeur lors de la désodorisation.

- **Tocophérols**

Ce sont des antioxygènes. La teneur en tocophérols dans une huile de soja brute est de l'ordre de 150 à 280 mg pour 100 g d'huile. Après raffinage, la teneur se situe à 90 à 150 mg pour 100 g d'huile avec une répartition de: Alpha tocophérol 10 %, beta tocophérol 3 %, gamma tocophérol 63 %, delta tocophérol 24 %. Une partie des tocophérols disparaît au cours du raffinage surtout lors de la désodorisation.

- **Cires**

Ils sont présents naturellement dans les huiles de tournesol, coton, et maïs. Elles sont éliminées à la winterisation.

- **Composés métalliques**

Les plus gênants sont le fer et surtout le cuivre, puissants catalyseurs d'oxydation. Leur élimination s'effectue au cours de la neutralisation à la soude.

Tableau II.1. Les composés éliminés durant le raffinage

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

II.3.4. Effets de raffinage sur les huiles

- Le raffinage permet d'éliminer les constituants gênants et les impuretés et conduit aux huiles commerciales ayant de bonnes qualités organoleptiques [10].
- Destruction partielle de l' α -tocophérol au cours du raffinage surtout à la désodorisation.
- Une perte de l'huile par entraînement dans les pâtes de neutralisation, dans les eaux de lavage et dans les terres décolorantes.
- Saturation d'une partie des acides gras insaturés, qui deviennent inactifs sur le plan biologique.
- Inversion de configuration spatiale de la molécule autour de la double liaison (forme cis et trans), la majorité des acides gras insaturés naturels sont de configuration « Cis », les études épidémiologiques font suspecter les graisses « trans » de favoriser certains cancers.

II.3.5. Types du raffinage.

Il existe trois types de raffinage qui sont:

II.3.5.1. Raffinage enzymatique

Ce type de raffinage consiste à utiliser l'enzyme au cours de la neutralisation, qui joue un rôle d'un catalyseur qui favorise la transformation des phospholipides non hydratés en phospholipides hydratés en lyso-phospholipides, insolubles dans l'huile, peuvent être éliminés par centrifugation. Les étapes du raffinage enzymatique sont: Neutralisation, Décoloration et désodorisation [10].

II.3.5.2. Raffinage physique

Il consiste en un entraînement à la vapeur d'eau et une distillation sous vide des acides gras libres. Cette opération est généralement conduite sur huile brute dégommée à l'eau, prétraitée à l'acide phosphorique ou citrique, traitée sur terre décolorantes. Il suit les mêmes étapes du raffinage chimique, à part la neutralisation [11]. La différence fondamentale entre les deux processus chimique et physique est l'élimination des acides gras libres par la soude caustique dans le cas du raffinage chimique et par entraînement à la vapeur au cours du raffinage physique. Le type de raffinage appliqué sur une huile brute est choisi selon l'origine, la qualité et la composition de l'huile brute.

II.3.5.3. Raffinage chimique

Les acides gras libres, la plupart des phospholipides et d'autres impuretés sont éliminés à l'étape de neutralisation avec des solutions de bases, le plus souvent de la soude. Il comporte quatre étapes qui sont: Démucilagination, Neutralisation, Décoloration, Désodorisation et il se divise à deux types:

- Raffinage chimique à chaud.
- Raffinage chimique à froid.

II.3.6. Avantages et inconvénients du raffinage chimique

➤ Les avantages

- Permet de raffiner les huiles même si elles subissent un début de dégradation.
- La neutralisation à la soude facilite la décoloration et la désodorisation et consomme donc moins de terre décolorante.
- Possibilité de récupérer l'huile acide à partir de la distillation des pates neutralisée.

➤ Les inconvénients

- Une quantité de soude caustique excessive peut causer une saponification et des pertes d'huile supplémentaires.
- Le procédé chimique utilise d'importantes quantités de produits chimiques agressives qui peuvent avoir un impact négatif sur l'environnement.
- Les eaux de lavages entraînent avec elles une quantité notable d'huile neutralisation.
- Saturation d'une partie des acides gras insaturés, qui deviennent inactifs sur le plan biologique (perte de l'activité vitaminique E), et favorise les maladies métaboliques de surcharge (maladies cardio-vasculaires) [11].

II.3.7. Les différentes étapes du raffinage chimique

II.3.7.1. Démucilagination ou dégomme

Cette opération consiste à éliminer une faible quantité de produits dont l'ensemble est désigné sous le nom « mucilage » et comprend surtout des phospholipides [11]. L'huile brute est portée à une température de 80 °C avec de l'eau (2 à 3%) additionnée de l'acide phosphorique (0,1 à 0,3%). Les deux phases ainsi obtenues sont séparées par centrifugation.

- La présence de phospholipides dans l'huile provoque certains inconvénients et qui ont une action nuisible, tant au cours du raffinage que pour la conservation de l'huile ou son utilisation.
- Il est prouvé qu'une huile mal dégommee s'acidifie, s'oxyde et prend rapidement une saveur forte et amère [11].
- L'élimination incomplète de composés phosphorés provoque toute une série de difficultés tout au long du processus de raffinage:
 - Emulsion avec des pertes de l'huile dans le lavage
 - Formation des mousses au séchage
 - Colmatage rapide des filtres
 - Désactivation de la terre décolorante [11].

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

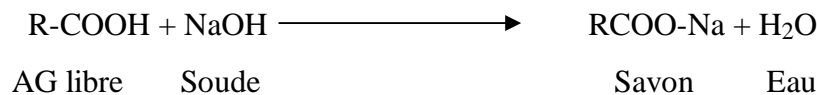
Dans le cas du soja, il est préférable de procéder à une première déémucilagination pour récupérer la lécithine qui constitue un sous-produit [11].

➤ **Processus technologique de déémucilagination au niveau de CO.G.B. Labelle**

L'huile brute est aspirée vers une cuve de stockage au moyen d'une pompe permettant le réglage du débit. Cette pompe est protégée à l'alimentation par un filtre à changement de position, elle est liée à un compteur indiquant le débit instantané et le cumul; à ce niveau, il est procédé au chauffage de l'huile à une température de 80°C à 90°C au moyen d'un réchauffeur. La température est régulée par un automate, ensuite à l'aide d'une pompe, l'acide phosphorique est injecté de 0, 1% à 3 % du débit de l'huile, le tout est mélangé au moyen d'un mélangeur centrifuge. Le mélange huile-acide passe par un second mélangeur centrifuge avec une addition d'eau afin d'obtenir un rapport de 2 % dans l'huile. Ce mix est transféré dans la cuve de contact avant d'être envoyé vers un séparateur centrifuge qui assure la séparation de l'huile et des mucilages en réglant la contre pression à 1,5 à 2 bars. Ce type de séparateur est équipé d'une vanne permettant l'injection de l'eau chaude directement dans le bol au niveau de l'assiette séparateur, le débit d'eau est de 200 l/h [11].

II.3.7.2. Neutralisation

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



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

L'huile est ensuite lavée à l'eau pour éliminer les résidus d'alcali et de savon, puis déshydraté sous vide [11].

➤ Processus technologique de neutralisation au niveau de CO.G.B. Labelle

L'huile démulcinée est chauffée à une température de 80 à 90°C puis mélangée à une solution de soude caustique d'une concentration de 18 à 20 %, baumé à l'aide d'un mélangeur centrifuge et passe directement vers le séparateur auto-déboureur assurant la séparation de l'huile et des pâtes de neutralisation en réglant la contre pression de 1,5 à 2 bars. Le séparateur permet, grâce à son système de débouillage, d'évacuer le solide contenu dans le bol sans arrêt du séparateur et sans perte d'huile [11].

II.3.7.3. Lavage

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

Le lavage est plus efficace lorsqu'il est effectué en deux stades, il est préférable d'utiliser de l'eau décalcifiée et la plus chaude possible à 90°C pour éviter l'encrassement des bols par dépôt de savon et phosphate de calcium [11].

➤ Processus technologique de lavage au niveau de CO.G. B. La belle

L'huile neutralisée est chauffée à une température de 80 °C à 90 °C sur un échangeur de chaleur, donc on injecte de l'eau chaude à une température de 85 °C à 95 °C à un rapport de 6% à 8% du débit d'huile puis il est procédé au mélange des deux composants au moyen d'un mélangeur statique afin d'assurer le lavage de l'huile. Le mélange est envoyé dans un

séparateur assurant la séparation des deux phases (huile, eau) en réglant la contre pression 1,5 bars à 2 bars. L'huile sortante du premier lavage est de nouveau chauffée à une température de 80°C-90°C et mélangée à l'eau chaude d'une température de 85°C-95°C et d'une quantité d'eau à un rapport de 4 à 7% du débit d'huile au moyen d'un mélangeur centrifuge afin d'effectuer un second lavage. De l'acide citrique à 0,1% est aussi ajouté pour réduire la teneur résiduelle en savon puis envoyé dans un séparateur assurant la séparation des deux phases en réglant la contre pression 1,5 à 2 bars [11].

II.3.7.4. 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 [11].

➤ **Processus technologique de séchage au niveau de CO.G.B la belle :**
L'huile sortant du séparateur de deuxième lavage est envoyée dans un bac sous vide de 20 à 30mm Hg par pulvérisation où l'humidité de l'huile sera évaporée est aspirée par le vide et l'huile devient ainsi sèche [11].

II.3.7.5. Décoloration

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

La décoloration vise à éliminer ces pigments que la neutralisation n'a que très partiellement détruit, elle fait intervenir un phénomène physique d'adsorption sur la terre décolorante ou sur le charbon actif. La terre est additionnée à l'huile, le mélange est chauffé à 90°C sous pression réduite après contact de quelques minutes, le mélange est séparé par filtration est réalisée par des filtres automatiques de type NIAGARA [11].

➤ **Processus technologique de décoloration et filtration au niveau de CO.G.B.LaBelle**

Les étapes de la décoloration et filtration peuvent être résumés comme suit :
Environ 80% du débit d'huile séchée est pompé vers le décolorateur sous un vide de 20 à 30 mm Hg en passant par un échangeur de chaleur où l'huile est chauffée à une température de 90 à 95°C; les 20% restant passent par un refroidisseur à une température de 40 à 45°C puis mélangé dans le bac mélangeur avec de la terre décolorante par une vis-doseuse vers le décolorateur. Le mélange 80% et 20% est répondu dans le décolorateur par un disperseur

rotatif qui permet la désaération de la terre et d'avoir un contact parfait huile-terre; une injection de vapeur directe est assurée par un diaphragme afin d'éviter les dépôts de terre et de parfaire le contact entre les deux composants huile-terre décolorante.

La filtration de l'huile chargée de terre de décoloration est réalisée dans des filtres hermétiques appelés: filtres Niagara où la couche de terre se forme graduellement sur la face filtrante; La pression de filtration maximale est de 4 bars ce qui détermine le changement d'un filtre à un autre. La durée du cycle pour un filtre est de 4h environ; l'huile filtrée est recueillie dans un réservoir. Lorsque le niveau de fonctionnement niveau haut est atteint, mettre la pompe qui alimente les filtres de sécurité appelés filtres presse en marche, l'huile arrive dans un bac pour la désodorisation [11].

II.3.7.6. Wintérisation ou décirage

Cette opération est appliquée à certaines huiles végétales (de maïs, de tournesol). Elle consiste à un refroidissement lent suivi d'une filtration à basses températures, pour retirer les cires qui rendront les huiles troubles pendant le stockage réfrigéré sur le plan commercial, les huiles wintérisées présentent l'avantage de ne pas figer en hiver [11].

II.3.7.7. Désodorisation

Elle est destinée à éliminer les produits odorants présents dans les huiles brutes. La désodorisation consiste à envoyer un courant de vapeur sèche au travers de l'huile portée à environ 200 °C et maintenue sous vide afin que les produits volatils comme aldéhydes, cétones responsables du goût et d'odeurs désagréables de l'huile soient entraînés par la vapeur, après désodorisation l'huile doit être refroidie [11].

A la fin de cette opération, on ajoute un antioxydant tel que l'acide citrique qui a le rôle de complexant des traces de métaux [11].

➤ Processus technologique de désodorisation au niveau de CO.G.B La Belle :

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

fait à l'aide d'une chaudière à une température de 220 à 250°C. L'huile désodorisée passe dans le premier compartiment du bac où elle subit, un premier refroidissement, ensuite l'huile refroidie passe dans l'échangeur où il fait réchauffer l'huile entrante dans le désaérateur.

Finalement, l'huile est refroidie dans le bac équipé de serpentins où circule de l'eau froide. L'huile est ensuite pompée avec une injection d'acide citrique à 0,1 % vers les filtres à tamis à l'aide de la pompe avant de passer à la dernière phase de refroidissement.

Dans le refroidisseur, l'huile atteint une température de 40 à 45°C avant de passer par des filtres à poches afin de lui donner un dernier brillant et également éliminer les impuretés résiduelles. Les vapeurs qui viennent du désodoriseur sont aspirées par le vide et refroidies à 50-60°C par un refroidisseur de façon à condenser les acides gras qui sont récupérés dans un bac puis à l'aide d'une pompe vers la section d'hydrolyse [11].

II.3.7.8. Conditionnement

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

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

Le complexe des corps gras de Bejaia conditionne les huiles dans des bouteilles en plastique de 1L, 2L et 5L.

Les emballages plastiques les plus employés sont :

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

Ces matières plastiques réunissent les qualités suivantes :

- Etanchéité et imperméabilité ;
- Bonne résistance mécanique ;
- Non toxicité ;
- Non miscibilité des constituants de ces matières avec le produit (corps gras) à conserver [11].

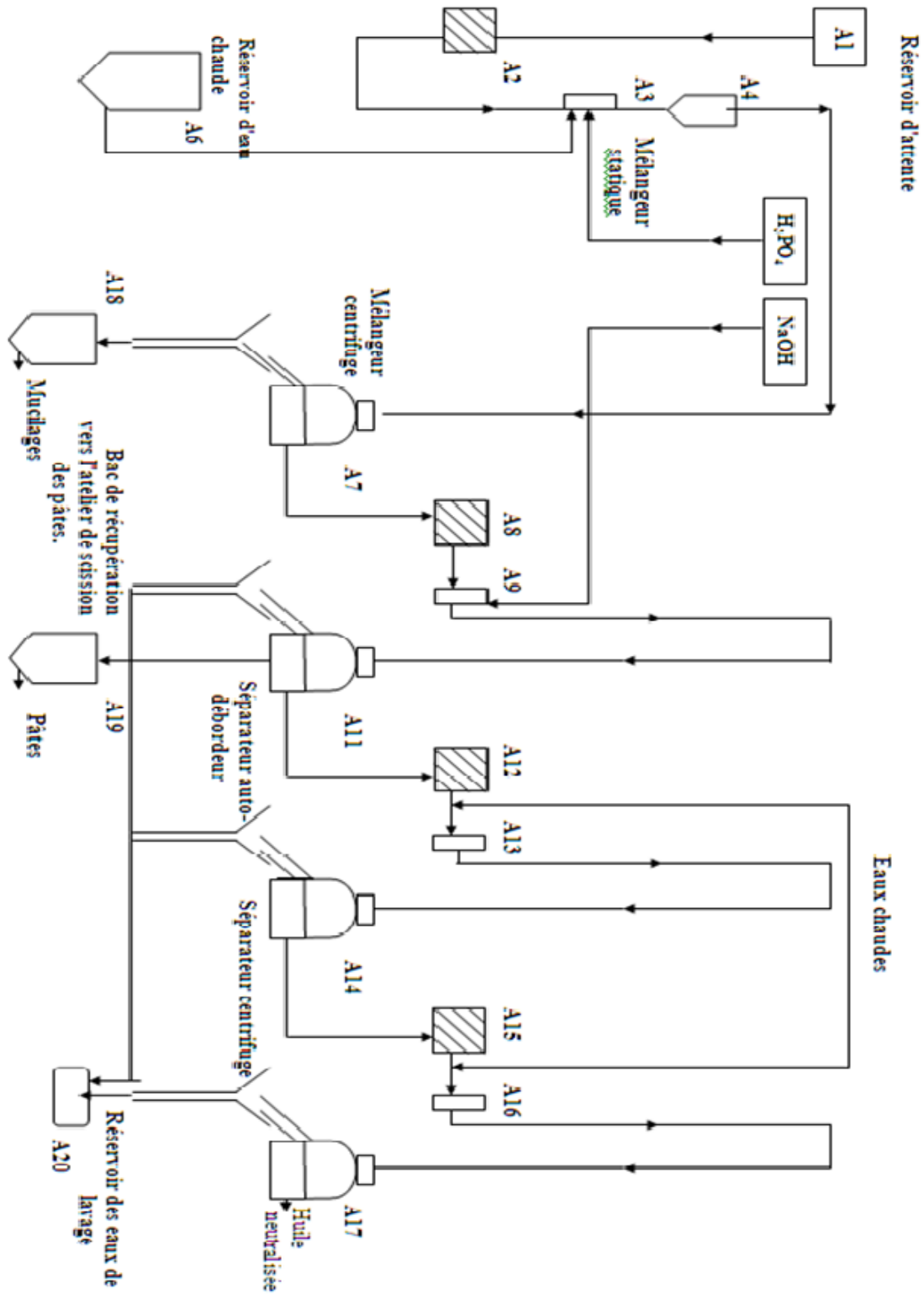


Figure II .1: Section de démulagination et neutralisation en niveau du CO.G.B la Belle

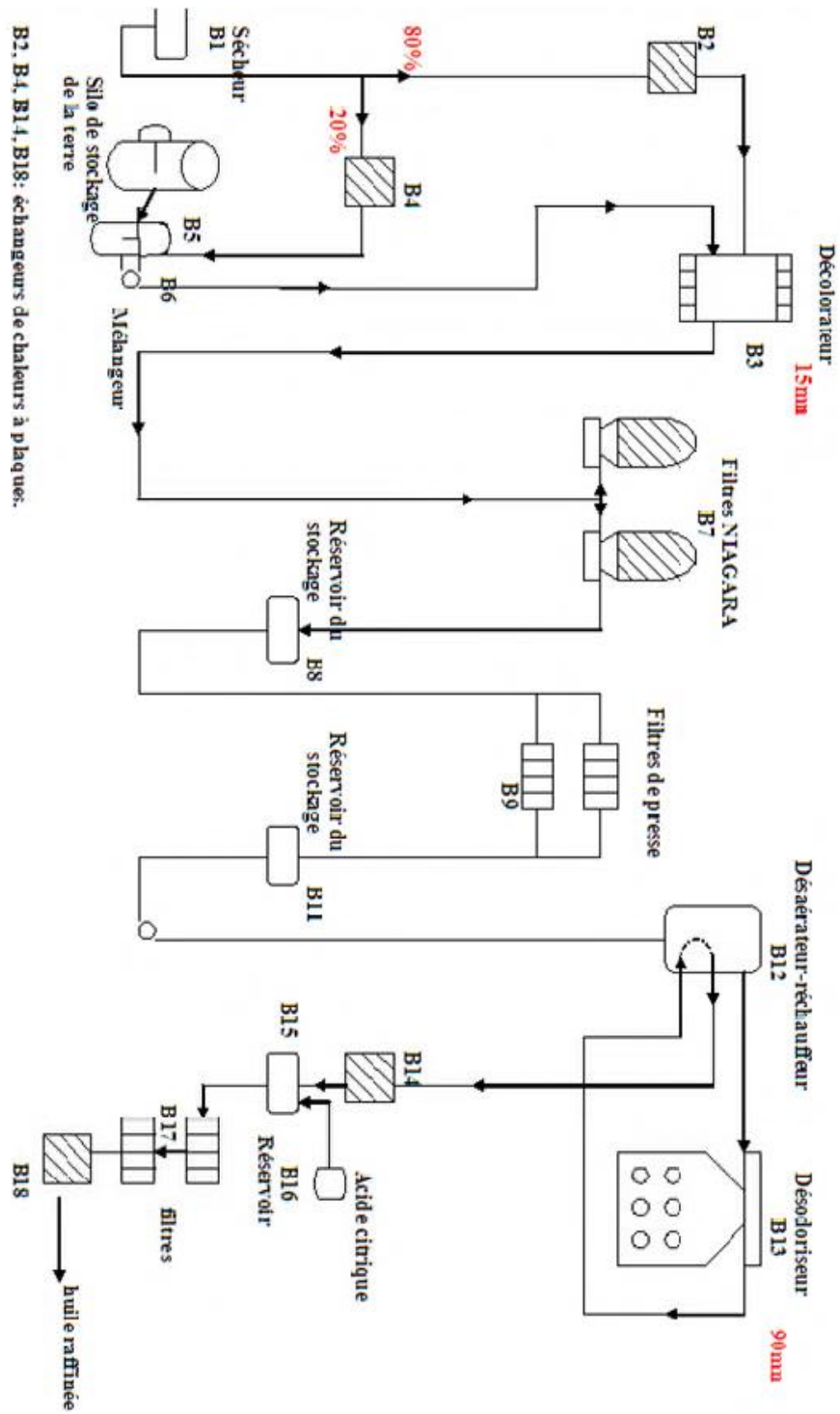


Figure II.2: Section de décoloration et désodorisation au niveau du CO.G.B la Belle

II.4. Démucilagination

Ce processus est généralement considéré comme la première étape du raffinage de l'huile. L'objectif de cette étape, aussi appelée dépuration ou dégomme, est d'éliminer les phospholipides ou gommes. L'élimination du phosphore, est toujours importante et indispensable à réaliser, que ce soit par un raffinage physique ou chimique, puisque d'importants contenus de phosphore dans une huile raffinée la rend inesthétique (des valeurs supérieures à 5 ppm seraient inacceptables) [10]. Au cours du raffinage des huiles végétales, deux procédés de démucilagination sont fréquemment utilisés; la démucilagination chimique et la démucilagination enzymatique.

II.4.1. Démucilagination chimique

II.4.1.1. Principe de la démucilagination chimique

La démucilagination chimique consiste à éliminer les phosphatides présents dans les huiles. Ces phosphatides peuvent être hydratables ou non hydratables.

- **Les phosphatides hydratables** en contact avec l'eau forment des hydrates qui sont insolubles dans l'huile [31]. L'ajout de l'eau à une huile brute contenant des phosphatides hydratables, induit la formation progressive d'un trouble à l'interface huile-eau qui sédimente. L'apparition de cette nouvelle phase est due à la formation de feuillettes moléculaires provenant de l'association des groupements polaires des phosphatides avec l'eau.

- **Les phosphatides non hydratables** sont composés en majeure partie de sels de calcium et de magnésium des acides phosphatidiques. ces derniers réagissent avec l'acide phosphorique, produisant ainsi des précipités de phosphate de calcium ou de magnésium et la libération d'acide phosphatidique [11].

II.4.1.2. Différents types de démucilagination

Durant le raffinage chimique des huiles végétales, plusieurs mécanismes de démucilagination sont utilisés pour éliminer les lécithines et les phosphatides. Les plus importants sont:

II.4.1.2.1. Démucilagination à l'eau

Dans le dégomme à l'eau, l'huile brute est chauffée aux alentours de 90°C puis additionnée d'eau chaude, le mélange sera bien agité, après un temps de contact de 5 minutes, les phosphatides hydratables sont alors séparées de l'huile par centrifugation.

II.4.1.2.2. Démucilagination acide

Ce procédé permet d'éliminer les cations métalliques et d'extraire rapidement les phospholipides, en utilisant l'acide citrique, l'acide acétique ou l'acide phosphorique qu'est le plus largement utilisé. Deux différents procédés de dégommeage avec l'acide peuvent être utilisés:

- **Le procédé long mix** qui est basé sur un long contact à 30-33°C, entre l'acide phosphorique concentré (concentration de 75%) et l'huile. Le temps minimum est de quatre heures.
- **Le procédé short mix** qu'est basé sur un contact plus court (1-2mn), mais à température élevée (80-90°C), entre l'acide phosphorique concentré (0.05 à 0.2%) et l'huile. La réaction transforme les sels des ions phosphatides en phosphatides hydratables qui flocculeront et pourront être éliminés par centrifugation [09].

II.4.1.2.3. Démucilagination enzymatique

La méthode la plus récente pour dégommeage les huiles végétales est le dégommeage enzymatique. Sous l'action de la phospholipase, les phospholipides non hydratables sont convertis en lysophospholipides, insolubles dans l'huile, et séparés par centrifugation continue.

II.4.1.3. Facteurs influençant la démucilagination

II.4.1.3.1. Quantité d'eau

Si on ajoute trop d'eau lors de l'hydratation, au moment de centrifuger, il y aura une phase d'eau et une phase de gommages de couleur jaune brunâtre, due au contenu excessif en huile neutre. Si on ajoute peu d'eau, l'unique phase aqueuse (gommages) est plus sombre et l'huile contient plus de phosphore que l'exige sa commercialisation, ainsi la quantité et la qualité d'eau sont des facteurs très importants pour le dégommeage de l'huile de soja, l'utilisation d'une eau contenant des minéraux bivalents (calcium et magnésium) augmente le risque de formation des phosphatides non hydratables [09].

II.4.1.3.2. Température

Le mélange doit être fait à basse température pour obtenir un bon contact entre l'huile et le réactif et éviter la formation d'émulsion. Si la température augmente de façon progressive, la précipitation augmente jusqu'à un maximum. Si la température du mélange de l'huile et des phosphatides hydratés est inférieure à 40°C,

les phosphatides précipités ont une structure semi cristalline qui permet leur élimination facile, et la diminution de la perte d'huile neutre.

Quand la température est supérieure à 60°C, même si la séparation est bonne, les gommages sont d'habitude brunes ou noires. Cependant dans les systèmes continus, où les phosphatides sont éliminés avec les savons à l'étape de neutralisation alcaline, on obtient de très bons résultats en réalisant le dégommage aux alentours de 80°C [01].

II.4.1.3.3. Durée d'hydratation

La précipitation de mucilages n'est pas instantanée. Elle tend, cependant, à s'annuler au-delà de 20- 30 min. Après 15 min, le rendement est d'environ 80% au-delà d'une heure, les entrainements d'huile augmentent [10].

II.5. Composition de l'huile brute et l'huile raffinée de soja

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

Tableau II.2: Composition d'huile de soja

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

Chapitre III :

Méthodes et matériels

III.1. Présentation du complexe COGB LABELLE.

Le complexe des corps gras de Bejaïa (CO.G.B) la belle ex CO.G.B est une société qui travaille sur des corps gras d'origine végétale.

L'unité CO.G.B la belle est constituée de deux centres de production (dotés de toutes les structures nécessaires à la réalisation des objectifs qui leur sont alloués) et d'un siège chargé du suivi, de l'orientation et de la coordination des activités des centres de production [09].

III.2. Historique

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

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

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

III.3. Position Géographique

Le complexe des corps gras CO.G.B de Bejaïa occupe une superficie de 108800 m² dans la zone industrielle de Bejaïa dont 56500 m² sont couverts.

L'emplacement de l'UP07 est hautement stratégique, car il est situé à proximité du port. Ce qui a pour effet, de minimiser les frais de transport que ce soit pour la matière première importée ou pour les produits finis destinés à l'exportation.

III.4. La production de l'unité (tonne /jour)

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

- La raffinerie de l'huile alimentaire «goute d'or»: 500 T /jour
- La fabrication de la margarine «palme d'or»: 80 T/jour
- La fabrication de savon de ménage «la caille»: 150 T/jour
- Fabrication de savon de toilette «Doucelin»: 50 T/jour
- Production d'acide gras distillé: 20 T/jour

- Production de glycérine pharmaceutique: 20 T/jour
- Production des graisses par hydrogénation: 64 T/jour
- Production d'hydrogène: 150 N/H
- Le conditionnement des huiles alimentaires 500 T /jour.

III.5. Présentation du laboratoire

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

III.5.1. Laboratoire des huiles

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

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

III.5.2. Laboratoire du traitement des eaux

Les analyses effectuées dans ce laboratoire sont les suivants:

- Analyse de l'eau adoucie
- Analyse de l'eau de la bêche alimentaire
- Analyse de l'eau de chaudière
- Analyse de l'eau procédée
- Analyse des eaux usées
- Analyse des eaux l'atelier margarinerie

III.5.3. Laboratoire des caristes

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

Les analyses qui s'effectuent dans ce laboratoire sont:

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

III.5.4. Laboratoire de margarinerie

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

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

III.6. Organigramme de l'unité UP/07

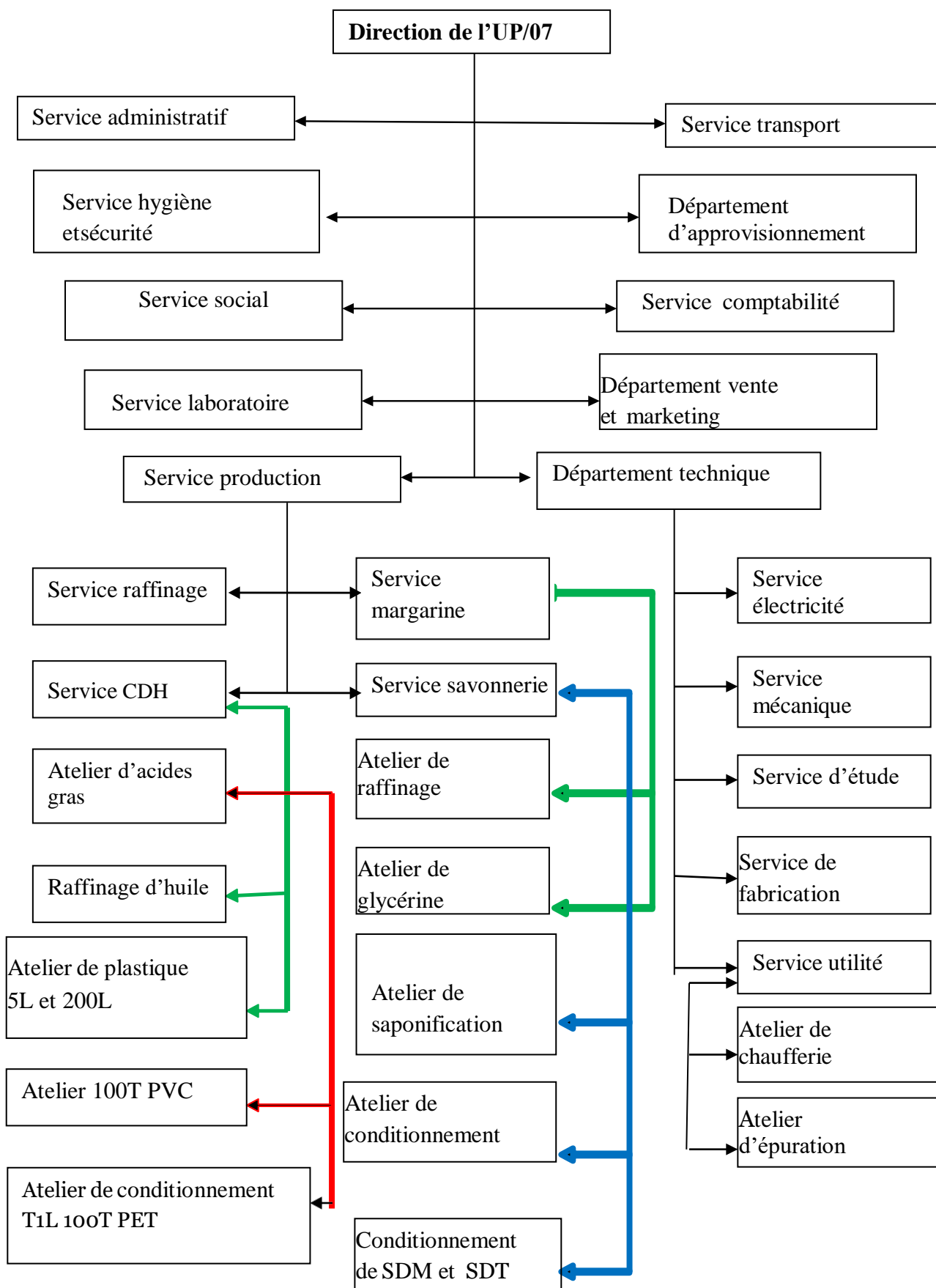


Figure III.1 : Organigramme des départements de CO.G.B La belle /UP7

III.7. Analyses physico-chimiques de l'huile de Soja

La capacité d'une méthode analytique pour caractériser une huile végétale est basée sur l'identification et la quantification de ses composés qui sont attendus pour être en liaison avec leurs attributs d'origine et de qualité.

III.7.1. Echantillonnage

Lors de notre étude, les échantillons utilisés sont constitués de l'huile de soja à l'atelier de raffinage de C.O.G.B. Le prélèvement des spécimens a été effectuée avec l'amabilité de coopération des laborantins et des opérateurs de la raffinerie, à partir des bacs de stockage pour l'huile brute et pour les huiles démulcinées sont préparées à partir de l'huile brute comme suite :

- ❖ Introduire 100 ml de l'huile brute dans un bécher, chauffer et agiter jusqu'à une température 80°C, ajouter l'acide phosphorique (0.100, 0.125, 0.150) ml, laisser chauffer pendant 7 minutes, puis ajouter 2ml de l'eau de procédé chauffé à 85°C. filtrer le mélange sur le papier filtre.
- ❖ Introduire 100ml de l'huile à analyser dans un bécher, chauffer avec l'agitation jusqu'à une température 80°C, laisser chauffer pendant (5, 7, 9) minutes, puis ajouter 2 ml d'eau de procédé chauffé à 85°C .filtrer le mélange avec le papier filtre.
- ❖ Introduire 100ml de l'huile à analyser dans un bécher, chauffer avec l'agitation jusqu'à une température (75, 80, 85) °C, laisser chauffer pendant 7 minutes, puis ajouter 2 ml d'eau de procédé chauffé à 85°C .filtrer le mélange avec le papier filtre.

III.8. Analyses effectuées sur l'huile brute et démulcinée de Soja

Les indices physico-chimiques sont des critères essentiels pour la caractérisation des corps gras car, malgré les progrès des techniques analytiques, certains de ces critères sont toujours considérés pour une évaluation rapide et fiable de leur qualité. On peut considérer grossièrement que l'indice d'acide définit la qualité de la graine, l'indice de peroxyde caractérise l'âge de l'huile, l'indice de saponification offre des informations sur la longueur de la chaîne des acides gras. D'autre part la différence entre l'indice de saponification et l'indice d'acide permet de déduire la teneur en glycérol, la valeur obtenue correspond à l'indice d'ester [11].

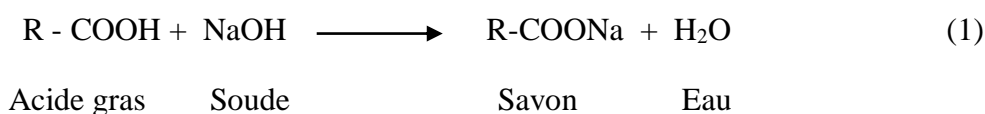
III.8.1. Détermination de l'indice d'acidité [12].

a. Définition

L'indice d'acide (I_a) d'un lipide est la masse d'hydroxyde de potassium (KOH), exprimée en milligrammes, nécessaire pour neutraliser l'acidité libre contenue dans un gramme de corps gras. La teneur en acides libres des corps gras augmente avec le temps: l'indice d'acide permet donc de juger de leur état de détérioration. Cet indice, contrairement à l'indice de saponification, est déterminé à froid. L'acidité est un paramètre important pour estimer l'efficacité de la démulcination effectuée pour l'huile brute et démulcinée.

b. Principe de la méthode

Cette méthode consiste en une neutralisation des acides gras libres présents dans l'huile par une base (solution de soude NaOH) en présence d'un indicateur coloré phénolphtaléine selon la réaction suivante:



c. Mode opératoire.

On a pesé 10g d'huile à analyser dans un erlenmayer puis on a ajouté 75 ml d'alcool éthylique neutralisé par la soude (0.036N) en présence de phénolphtaléine. Ce mélange a été ensuite titré avec une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) (0.036N) jusqu'à l'apparition d'une coloration rose persistante durant environs une dizaine de secondes. Le volume de NaOH utilisé pour la neutralisation a été noté.

Le taux d'acidité a été déterminé selon la formule suivante:

$$A(\%) = (M.N.V)/(m.10)$$

E.q 1

Où :

A% : Acidité exprimée en pourcentage

M : Masse molaire d'acide oléique (M=282g /mol).

N : Normalité de NaOH (0.365N).

V : Volume de NaOH nécessaire pour la neutralisation (ml)

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

III.8.2. Teneur en phosphore [13]

a. Définition

Les phosphatides forment des mélanges complexes de plusieurs classes de composés où entrent les acides gras, le glycérol, l'acide phosphorique et, dans certains cas, des bases alcooliques azotées ou des acides aminés.

b. Principe de la méthode

Cette méthode a pour objet de déterminer le taux des phosphatides dans l'huile à traiter. Cette technique ne peut être appliqués aux huiles concrètes car les triglycérides saturés sont solubles dans l'acétone et sont de ce fait entraînés avec les phosphatides.

c. Mode opératoire.

- Peser un papier filtre vide (Po),
- Dissoudre 25g d'huile dans 200 ml d'acétone,
- Laisser reposer 2 heure au moins à 4°C au réfrigérateur,
- Filtrer sur filtre taré,
- Laver à l'acétone jusqu'à l'élimination totale du gras sur les parois du filtre,
- Sécher à 100-105°C,
- Peser le filtre après séchage, soit P₁ ce poids.

La teneur en phosphatides exprimée en pourcentage est donnée par la formule suivante:

$$\text{phosphatides\%} = (P_0/P_1) \times 100$$

Eq.2

Avec:

P_1 : poids final du papier filtre.

P_0 : poids du papier filtre vide.

III.8.3. Indice de peroxyde [14]

a. Définition

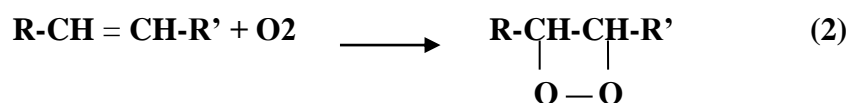
L'indice de peroxyde d'un corps gras est le nombre de milliéquivalents d'oxygène actif de peroxyde contenu dans un kilogramme de produit et oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode. L'indice de peroxyde renseigne sur le degré de l'oxydation de l'huile, il est exprimé en meq d'O₂/Kg d'huile. En présence de certains facteurs (lumière, eau, chaleur, trace de métaux ...), les huiles peuvent s'oxyder. Cette oxydation conduit à la formation de peroxydes (ou hydro peroxydes) par fixation d'une mole d'oxygène sur le carbone situé en position α par rapport à une liaison éthylénique des acides gras insaturés constitutifs des glycérides.

L'indice de peroxyde est une mesure permettant d'estimer la qualité de peroxydes présents dans une matière grasse. Les peroxydes sont déterminés en se basant sur leur propriété de libérer l'iode de l'iodure de potassium dans les milieux acides.

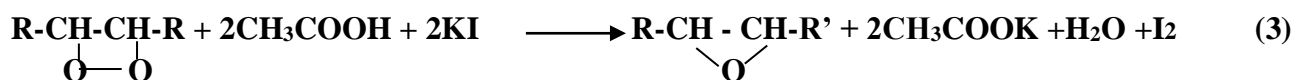
b. Principe

L'huile est traitée en solution dans de l'acide acétique et du chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI). L'iode libéré est titré par une solution de thiosulfate de sodium (Na₂S₂O₃) à (0.01N) en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré selon la réaction suivante:

- Réaction de formation de peroxyde



- Réaction d'iodure de potassium en milieu acide:



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



d. Mode opératoire

Dans un erlenmeyer, un mélange a été préparé contenant 5g d'huile de soja, 10 mL de chloroforme 15mL d'acide acétique et 1 ml d'iodure de potassium (KI saturé). Après agitation pendant une minute et repos à l'abri de la lumière pendant 5 minutes, 75 ml d'eau distillée et quelques gouttes d'empois d'amidon ont été additionnés au mélange précédent La coloration bleu noirâtre apparaît. Après homogénéisation de ce dernier, nous avons procédé a un titrage par une solution de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) (0,02 N) jusqu'à ce qu'elle soit transparente. Parallèlement, un essai à blanc (sans huile) a été effectué.

La valeur de l'indice de peroxyde a été calculée selon la formule suivante:

$$I_p (\text{meqO}_2/\text{Kg}) = \frac{N(V_1 - V_0)}{P} \times 1000$$

Eq.3

Avec:

I_p: Indice de peroxyde exprimé en milliéquivalent gramme d'oxygène par kilogramme matière grasse

N: Normalité de la solution de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) (0.02N).

V₁: Volume de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) utilisé (ml)

V₀: Volume de la solution de thiosulfate de sodium pour l'essai à blanc (ml).

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

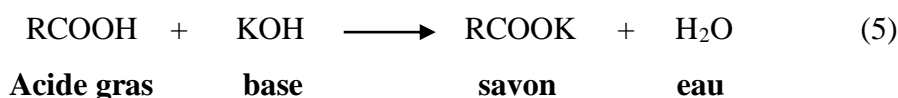
III.8.4. Indice de saponification [15].

a. Définition

L'indice de saponification (IS) d'un corps gras est le nombre de milligramme d'hydroxyde de potassium nécessaire pour saponifier un gramme de corps gras. Contrairement à l'indice d'acide, l'indice de saponification est déterminé à chaud.

b. Principe

Le principe consiste à saponifier une prise d'essai par KOH alcoolique sous réfrigérant à flux pendant une heure. L'excès de KOH est ensuite titré avec une solution aqueuse d'acide chlorhydrique HCl (0.52N) en présence de la phénophtaléine (indicateur coloré), comme l'indique les réactions suivantes:



c. Mode opératoire

On a pesé 2 g d'huile à analyser (P) et mis dans un ballon de 250 mL puis on a ajouté 25 ml de hydroxyde de potasse (KOH) à 0,5 N. Le ballon est porté à ébullition sur montage à reflux pendant 1 heure en agitant de temps en temps ensuite nous avons procédé à un titrage par une solution de acide chlorhydrique à 0,52 N en présence de phénolphtaléine.

L'indice de saponification est exprimé par la relation suivante :

$$Is(\text{mg KOH/g d'huile}) = \frac{(V_0 - V) \cdot N \cdot Eg}{P}$$

E.q4

Où :

IS: indice de saponification exprimée en mg /g ;

V₀: Volume en ml de HCl utilisé pour l'essai à blanc;

V: Volume en ml de HCl utilisé pour l'échantillon à analyser;

P: Poids en gramme de la prise d'essai;

N: Normalité de l'acide chlorhydrique HCl 0.5N.

III.8.5. Détermination de la couleur [16].**a. Définition:**

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

b. Principe

Le principe de la détermination de la couleur consiste à faire une comparaison entre la couleur de la lumière transmise à travers une couche de graisse liquide et la couleur de la lumière provenant toujours de la même source transmise à travers les lames colorées standardisés, les lames colorées standardisées sont constituées de trois couleur, qui sont : Jaune (J), Rouge(R) et Bleu (B).

c. Mode opératoire

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

d. Expression des résultats

La détermination de la couleur de l'échantillon consiste en la lecture de la planche, de nombre d'unités jaune et rouge nécessaires pour l'obtention de la couleur correspondante.

Les valeurs de la couleur sont données comme suit : **X J, Y R.**

Avec,

J : la couleur jaune.

R : la couleur rouge.

X, Y : les valeurs déterminées par le colorimètre LOVIBOND.

III.8.6. Détermination de l'humidité [17].**a. Définition**

C'est la perte de masse subite par le produit après chauffage à 103 ± 2 °C dans l'étuve, exprimé en pourcentage.

b. Principe

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

c. Mode opératoire

Un cristalliseur séché à l'étuve et refroidit dans un dessiccateur est pesé (soit P_1 le poids correspondant). Puis, nous avons pesé 20 g d'huile dans ce cristalliseur, en notant le poids de cette huile P_2 . Ce dernier est introduit dans une étuve réglée à 103 °C pendant 2 heures, ensuite, il est pesé après refroidissement dans un dessiccateur, cette opération est répétée jusqu'à la stabilisation du poids (P_3). Le taux d'humidité exprimée en pourcentage est déterminé par la relation suivante:

$$\text{L'humidité \%} = [(P_1 + P_2 - P_3) \times 100] / P_2$$

Avec:

Eq.5

P₁: Poids du bécher vide

P₂: Poids d'huile à sécher

P₃: Poids de l'échantillon après séchage

Chapitre IV :

Résultats et discussion

Pendant notre stage au niveau du complexe de CO.G.B de Bejaia, de multiples prélèvements ont été effectués sur l'huile brute et l'huile démulcinée de soja.

IV.1. Les paramètres physico-chimiques effectuées sur l'huile brute du soja

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

Tableau IV.1 : Résultats des analyses effectuées sur l'huile brute du soja

Analyse	Résultats	Norme de l'entreprise (max)
Acidité %	1.28	2
L'indice de peroxyde (meq/kg)	5.4	10
L'indice de saponification (Mg/KOH)	193.95	189-195
L'humidité %	0.33	0.5
La couleur (R/J)	R=1.1 J=70	R=2.5 J=70
Teneur en phosphore (ppm)	160	200

Les résultats obtenus à partir de ces analyses effectuées sur l'huile brute de soja, sont conformes aux normes d'entreprise, ce qui nous laisse montrer que le déroulement des opérations d'extraction et de stockage de l'huile brute de soja est bon. En se basant sur ces résultats révélés par l'étude physico-chimique, nous pouvons conclure que l'homogénéité des huiles brutes de soja employées à l'évaluation de l'efficacité du procédé de raffinage ainsi que leur conformité aux normes exigées sont vérifiées. De ce fait, les résultats subséquents que nous avons obtenus au cours des différentes étapes de raffinage, exprimerons de façon exclusive, les influences qui seront dues uniquement aux différentes étapes de raffinage appliqués et non à l'état initiale des huiles brutes [07].

IV.2. Analyses effectuées sur l'huile déémucilaginée de soja

D'après les normes de l'entreprise, la teneur en phosphore ne dépasse pas 10 ppm et 200 ppm dans l'huile déémucilaginée et l'huile brute de soja respectivement.

De ce fait, nous avons essayé de suivre la variation du pourcentage d'élimination des phospholipides non hydratés au niveau de la déémucilagation, en variant les paramètres les plus influents à savoir: la température, la quantité d'acide phosphorique, et le temps de séjour et ce afin de trouver les conditions optimales d'éliminer les phospholipides non hydratable et pour avoir un taux de phosphore très faibles.

Les résultats obtenus des différents tests effectués, lors de la déémucilagation de l'huile de soja, sont rassemblés dans les tableaux (IV.2; IV.3; IV.4; IV.5; IV.6 et IV.7).

IV.2.1. L'impact d'acide phosphorique au cours de la déémucilagation sur l'élimination des phospholipides non hydratable

La déémucilagation est faite aux différentes quantités d'acides phosphoriques (0.100; 0.125; 0.150) ml en fixant la température à 80°C et le temps de séjour à 7 minutes.

IV.2.1.1. Variation de l'acidité en fonction d'acide phosphorique sur l'huile de soja déémucilaginée

Les résultats des analyses effectués sur l'huile déémucilaginée de soja sont résumés dans le tableau IV.2

Tableau IV.2. Variation de l'acidité de l'huile de soja déémucilaginée en fonction d'acide phosphorique

Paramètre	Essais N°	Volume (ml)	Taux d'acidité (%)
Acide phosphorique	1	0.100	1.44
	2	0.125	1.60
	3	0.150	1.64

D'après les résultats illustrés dans le tableau IV.2, l'acidité de l'huile déémucilaginée est supérieure à celle de l'huile brute. Ces valeurs sont conformes aux normes d'entreprise (2% pour huile déémucilaginée).

La représentation graphique de ces résultats (figure IV.1), montre que le taux d'acidité augmente. En effet, il passe de 1.28% de l'huile brute jusqu'à 1.64% pour l'huile déémucilaginée. Cet accroissement est dû à la présence d'acide phosphorique H_3PO_4 qui est nécessaire à la réalisation de la déémucilagination. Ainsi, on peut conclure que l'acide phosphorique est un facteur qui participe à l'augmentation de l'acidité d'une huile.

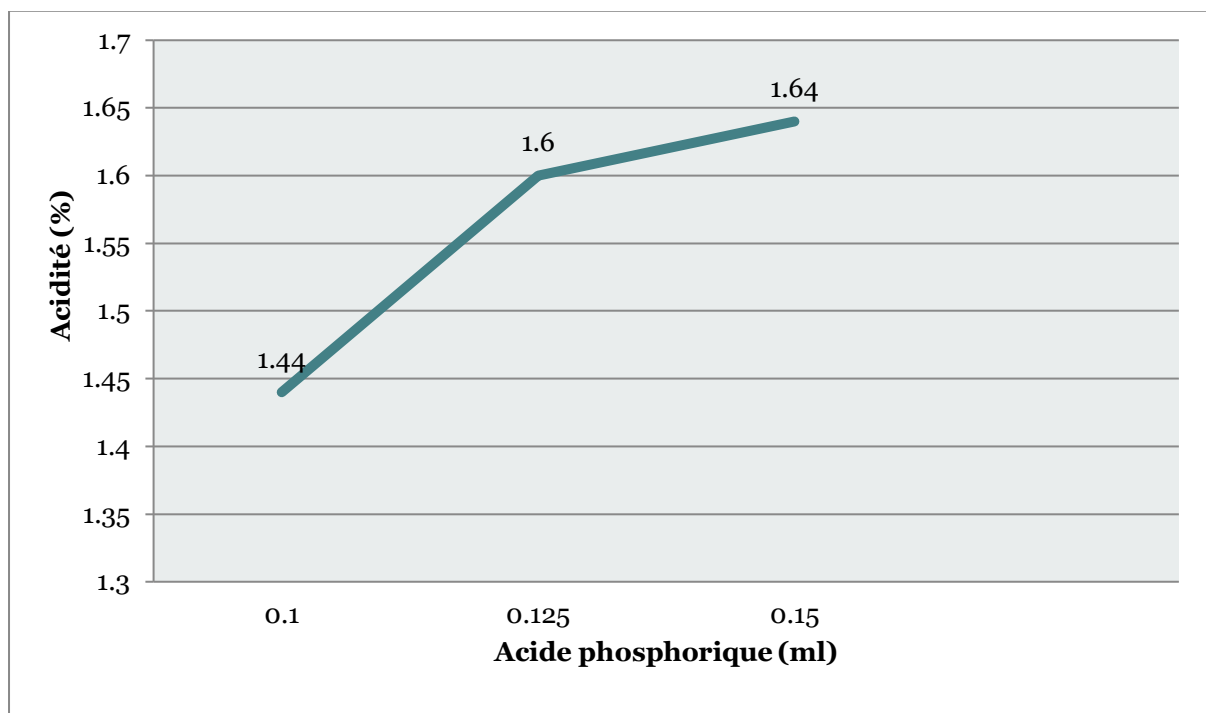


Figure IV.1 : Variation de l'acidité en fonction de l'acide phosphorique

IV.2.1.2. Variation de taux de phosphore en fonction d'acide phosphorique sur l'huile de soja déémucilaginée

L'acide phosphorique est un facteur nécessaire à la réalisation de la déémucilagination, à l'élimination des phospholipides non hydratés.

La quantité d'acide phosphorique ajoutée dépend de la teneur de l'huile en phospholipides.

Le tableau IV.3, relate les différents pourcentages du taux de phosphore dans l'huile déémucilaginée de soja en fonction d'acide phosphorique.

Tableau IV.3: Les différentes teneurs en phosphore en fonction d'acide phosphorique ajouté au bout de la démucilagination

Paramètre Acide phosphorique (ml)		Taux de phosphore en (ppm)	Taux de Phosphore en (%)
Essai 1	0.100	60	0.06
Essai 2	0.125	23	0.023
Essai 3	0.150	32	0.032
Température = 80°C, temps de séjour = 7 min			
Huile brute contient 160 ppm de phosphore			

D'après les résultats obtenus (Tableau IV.3), on constate que:

- La démucilagination peut être faite aux différents volumes d'acide phosphorique ajoutés.
- Après la démucilagination, les teneurs du phosphore sont inférieures à celle de l'huile brute (160 ppm), ce qui explique la réaction de l'acide phosphorique avec les mucilages présents dans l'huile brute.

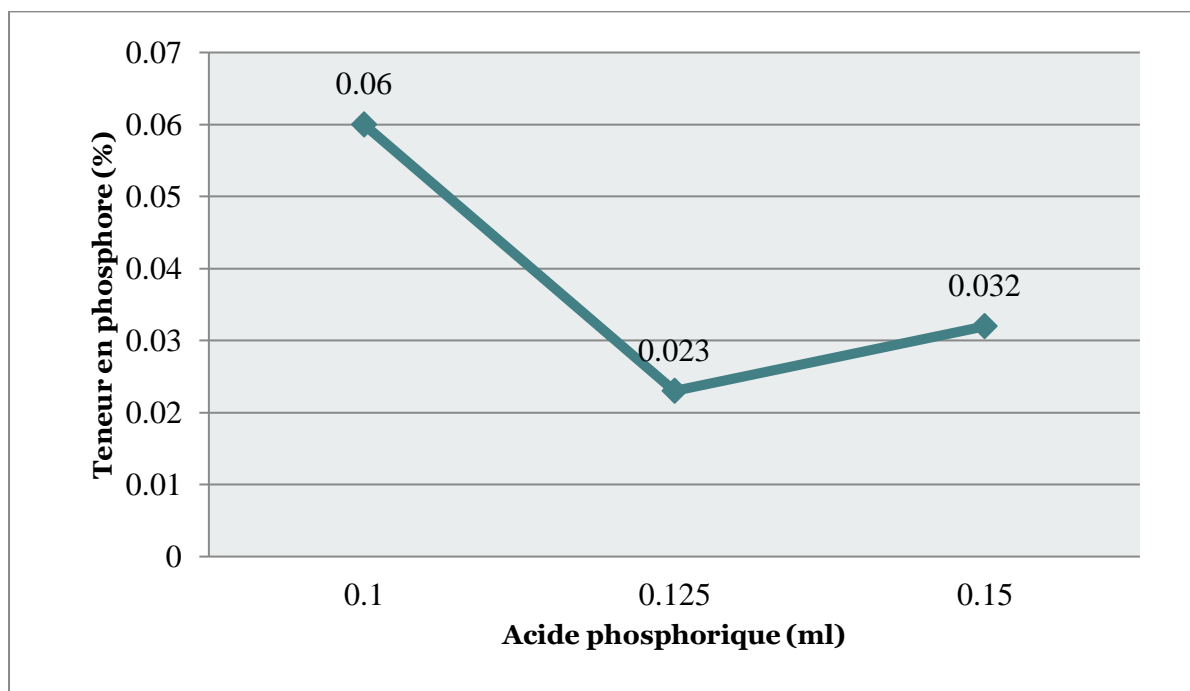


Figure IV.2: Variation de phosphore en % en fonction d'acide phosphorique

La figure IV.2 présente la variation de la teneur en phosphore en fonction d'acide phosphorique obtenu à un temps de séjour de 7 min et à une température de 80°C.

Les résultats montrent que:

- Les différentes quantités d'acide phosphorique utilisées (0.100 ml), (0.125 ml), (0.150 ml) permettent une élimination en phospholipides plus ou moins importante et assurent l'aspect qualitatif.
- Une diminution importante du taux de phosphore allant jusqu'à 0.023% (23 ppm), cela s'explique par l'élimination d'une teneur importante en phospholipides, mais reste au-dessus de la norme (10ppm) pour 0.125ml d'acide phosphorique.
- Lorsqu'on ajoute une quantité d'acide phosphorique de 0.150 ml, le taux de phosphore augmente et atteint 0.032%. Cette augmentation est due à la quantité d'acide ajouté et qui dépasse les normes.
- L'acide phosphorique est un agent chimique qui joue deux rôles en parallèle:
 - Une élimination de taux de phosphore en éliminant les phospholipides non hydratés.
 - Une élévation du phosphore lorsqu'on ajoute des quantités d'acide en excès.

IV.2.2.L'impact de la température au cours de la démucilagination sur l'élimination des phospholipides non hydratés

Dans ce qui suit, nous présentons les résultats issus de l'effet de la température sur la démucilagination de l'huile de soja, en fixant le volume d'acide phosphorique à 0.125ml et le temps de séjour à 7 minutes.

IV.2.2.1: Variation de l'acidité en fonction de la température sur l'huile de soja démucilaginée

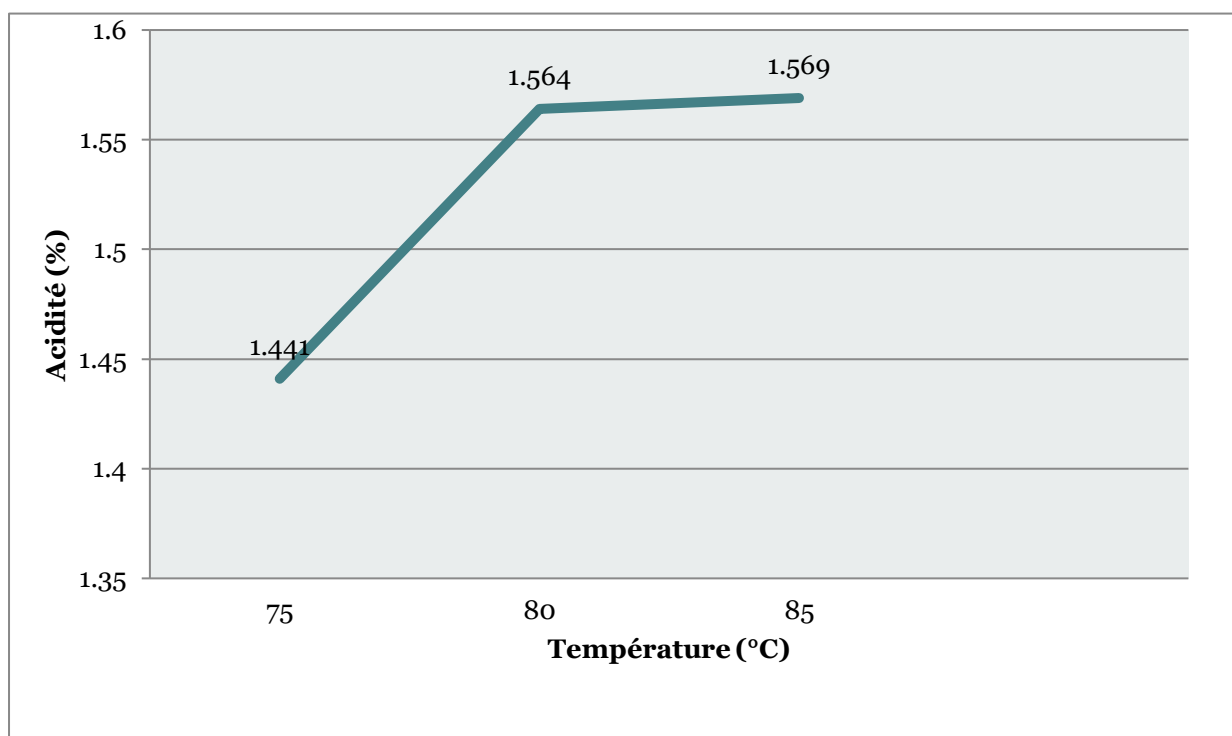
L'acidité d'une huile est un paramètre qualitatif important dans l'industrie, étant donné que l'excès en acide phosphorique a un effet direct sur la stabilité de l'huile végétale. L'acidification réduit la qualité et la valeur marchande de l'huile ainsi ceci engendre une baisse de productivité.

La température est un facteur qui influe sur la variation de l'acidité d'une huile, le tableau ci-dessous, montre la variation de l'acidité en fonction de la température.

Tableau IV.4. Variation de l'acidité en fonction de la température

Echantillons	Température (°C)	Acidité (%)
Essai 1	75	1.4
Essai 2	80	1.56
Essai 3	85	1.57

Après la démulagination, on constate que, les résultats obtenus après l'analyse de l'huile démulaginée sont au-dessous des normes. Les pourcentages d'acidité de l'huile démulaginée de soja sont comprise entre 1.44 % et 1.57 %, sont supérieures à ce de l'huile brute de soja qu'est de 1.28 %.

**Figure IV.3 :** Variation de l'acidité en fonction de la température

La figure IV.3 montre la variation de l'acidité en fonction de la température durant l'étape de la démulagination, les valeurs d'acidité obtenue sont comprises entre 1.411% et 1.57% à des températures qui varient entre 75°C et 85°C. On note une augmentation de l'acidité de l'huile démulaginée de soja en fonction de la température.

On a enregistré une élévation de l'acidité de 1.57% pour une température de 85°C, cela revient à une quantité d'acide phosphorique en excès qui n'a pas réagit avec les phospholipides.

IV.2.2.2. Variation de phosphore en fonction de la température sur l'huile de soja déémucilaginée

Le mélange doit être fait à une température optimale pour obtenir un bon contact entre l'huile et le réactif et éviter la formation d'émulsion.

Le tableau IV.5 représente la variation de phosphore en fonction de la température avec la quantité d'acide phosphorique et le temps de séjour fixes. Les résultats montrent une diminution de la teneur en phosphore, ce qui explique l'obtention d'un contact entre l'huile et le réactif.

Tableau IV.5 : Les différentes teneurs en phosphore en fonction de la température

Température	Echantillons	Taux de phosphore en (ppm)	Taux de phosphore en (%)
75 °C	essai 1	28	0.028
80 °C	essai 2	23	0.023
85 °C	essai 3	26	0.026
Temps de séjour =7 min, Volume d'acide phosphorique = 0.125 ml			
Huile brute contient 160 ppm de phosphore			

La reproduction graphique de ces résultats (figure IV.4), montre que quand la température augmente de 75 °C à 80 °C, la teneur en phosphore dans l'huile de soja déémucilaginée diminue. Ce paramètre permet de réduire la teneur de phosphore dans l'huile brute de 160 ppm jusqu'à 23 ppm et qui est au-dessus de la norme 10 ppm. On a enregistré ensuite une élévation du taux de phosphore jusqu'à 26 ppm, à une température 85°C, cela signifie que la séparation n'est pas bonne.

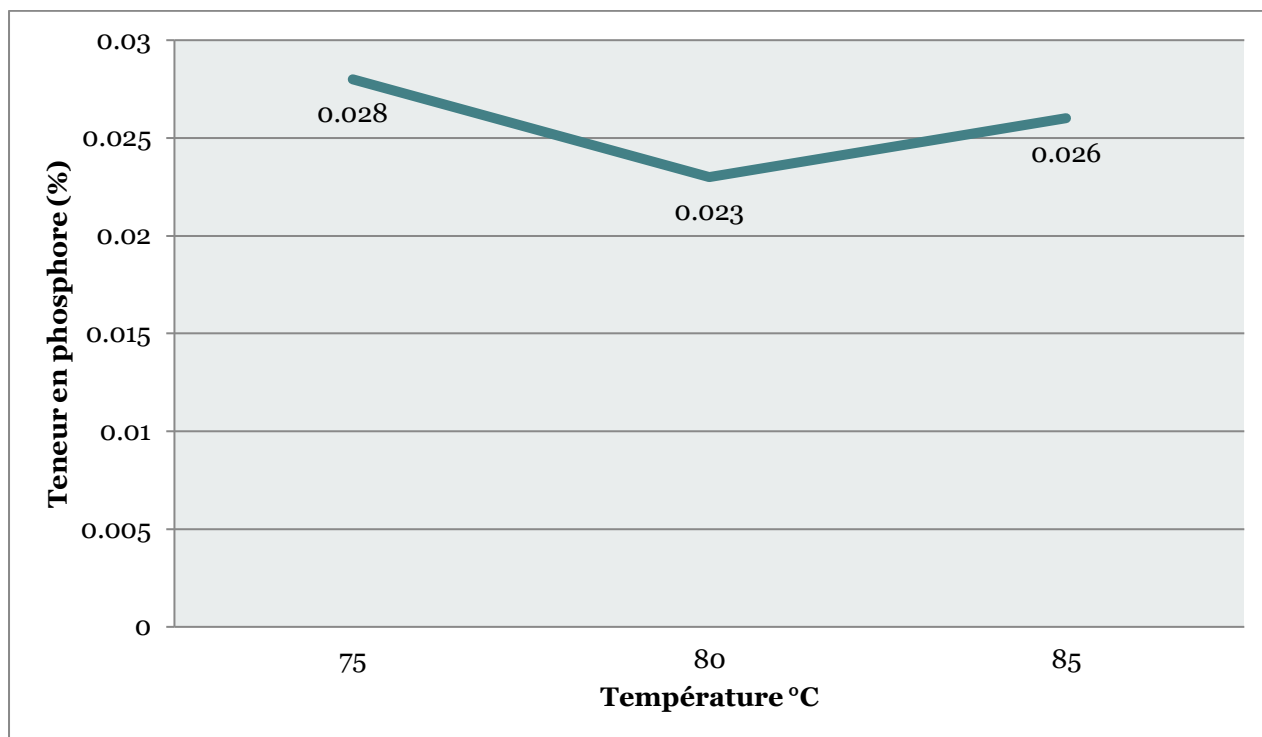


Figure IV.4: Variation de la teneur en phosphore en fonction de la température.

IV.2.3. L'impact de temps de séjour au cours de la démulcination sur l'élimination des phospholipides non hydratés

La démulcination est faite aux différents temps de séjour (5 ; 7 ; 9) minutes, en fixant la température à 80 °C et le volume d'acide phosphorique à 0.125 ml.

IV.2.3.1. Variation d'acidité en fonction du temps de séjour sur l'huile de soja démulcinée

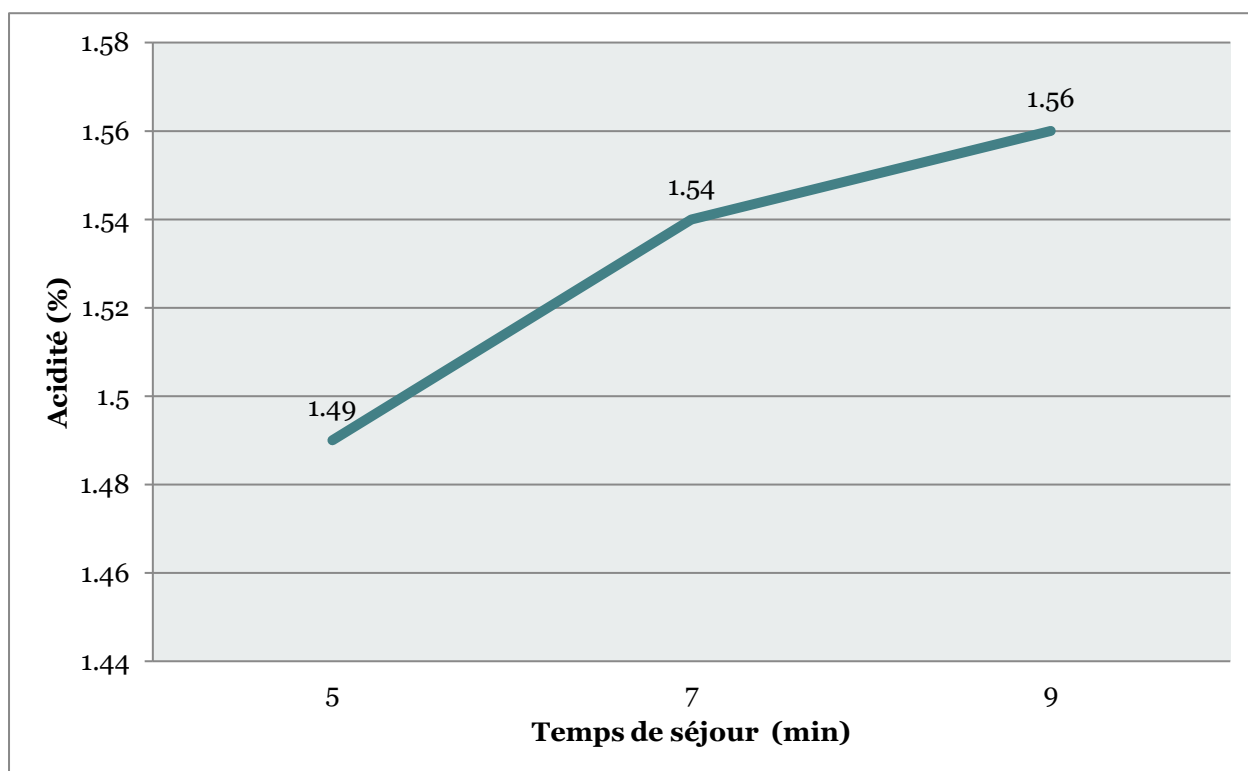
Le temps de séjour est un facteur important qui influe sur la qualité d'une huile végétale. Le tableau IV.6 montre l'influence du temps de séjour sur l'acidité de l'huile démulcinée de soja.

D'après les résultats obtenus, on remarque que les valeurs sont au-dessous des normes. L'acidité de l'huile démulcinée est comprise entre 1.49 % et 1.56 %, sont supérieures à celle de l'huile brute de soja.

Tableau IV.6. Variation de l'acidité en fonction de temps de séjour

Echantillons	Temps de séjour (min)	Acidité (%)
Essai 1	5	1.49
Essai 2	7	1.54
Essai 3	9	1.56

La figure IV.5, montre la variation d'acidité en fonction de temps de séjour durant l'étape de la démucilagination, les valeurs sont comprise entre 1.49% et 1.56% aux temps de séjour qui varient entre 5 min et 9 min. On note une augmentation d'acidité jusqu'à un pourcentage 1.56% pour un temps de séjour de 9 minutes, ce qui explique, qu'il n'ya pas un bon contact entre l'huile et le réactif, l'élévation d'acidité est due à la quantité d'acide phosphorique ajoutée au cours de la démucilagination qui n'a pas réagit avec les phospholipides.

**Figure IV.5 :** Variation de l'acidité en fonction du temps de séjour

IV.2.3.2. Variation du taux de phosphore en fonction du temps de séjour sur l'huile de soja déémucilaginée

Le temps de séjour est un facteur très important pour avoir un faible taux de phosphore, il permet la décantation des phospholipides, et par conséquent la faciliter leur élimination dans la mesure où ils sont gonflés.

Les résultats des analyses effectués sur l'huile déémucilaginée de soja sont rassemblés dans le tableau IV.7, on remarque:

- La déémucilagination est faite aux différents temps de séjour, en fixant les deux autres paramètres : la température et le dosage d'acide phosphorique.
- Après la déémucilagination, les teneurs en phosphore sont inférieures à celle de l'huile brute (160 ppm), ce qui explique la réaction entre l'huile brute et l'acide phosphorique.

Tableau IV.7: Les différentes teneurs en phosphore en fonction du temps de séjour

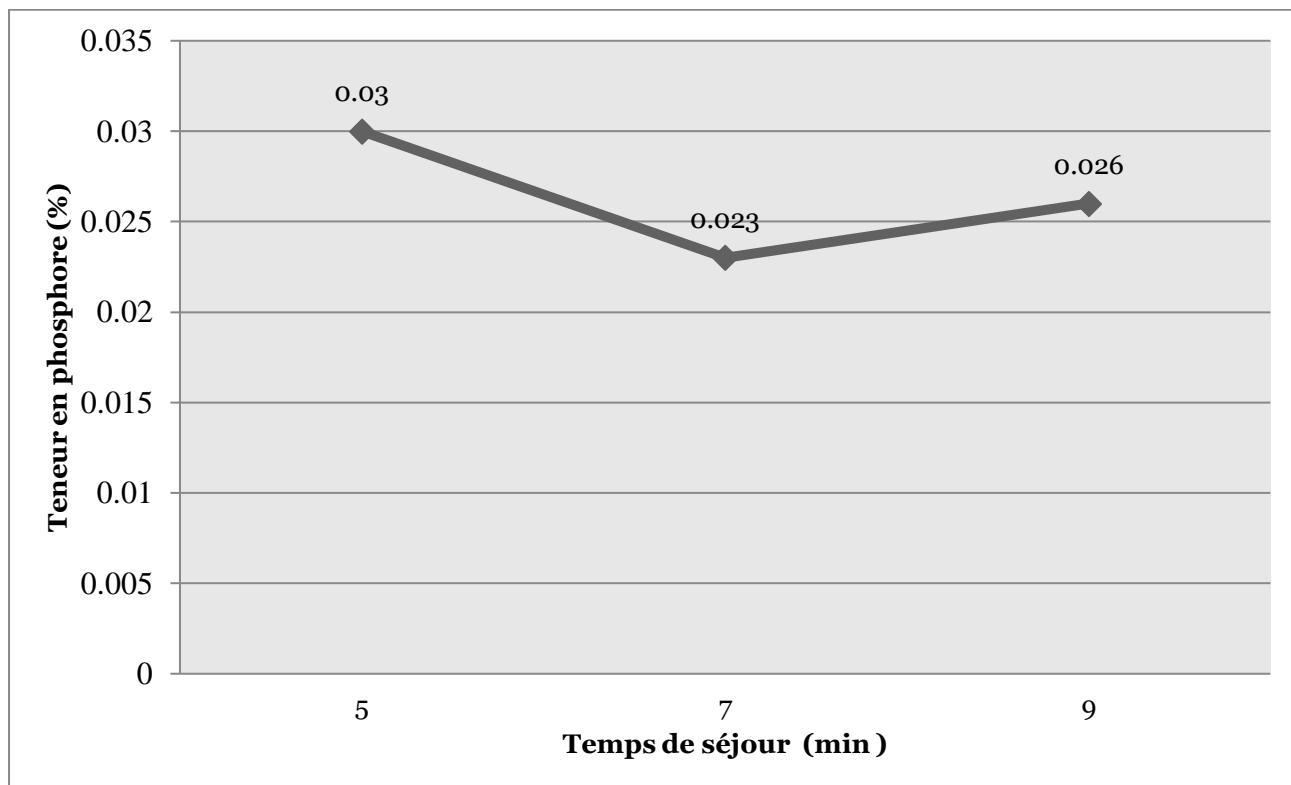
Temps de séjours	Echantillons	Taux de phosphore en (ppm)	Taux de phosphore en (%)
5 min	essai 1	30	0.030
7 min	essai 2	23	0.023
9 min	essai 3	26	0.026
Température = 80 °C, Volume d'acide phosphorique = 0.125 ml			
huile brute contient 160 ppm en phosphore			

D'après les résultats illustrés dans la figure IV.6, après tous les essais et ces analyses, on a pu diminuer le taux de phosphore jusqu'à 23 ppm pour le temps de séjour 7 minutes, c'est-à-dire qu'on n'est pas arrivé à un taux de phosphore dans les normes (10 ppm).

Comme bilan globale de notre étude, on constate que le temps de séjour est un facteur très important pour avoir un faible taux de phosphore. Il permet la décantation des phospholipides et par conséquence ça facilité leur élimination:

- Soit il baisse le taux de phosphore par l'élimination des phospholipides non hydratés.
- Soit il participe à l'augmentation du taux de phosphore, si son ajout est réalisé par des quantités hors normes.

Si le temps de séjour est inférieure au norme, il ne y' aura pas de bon contact entre l'huile et le réactif, et s'il est supérieure au norme, ça provoque la réaction de l'acide phosphorique avec les vitamines, les métaux Il s'agit d'une réaction parasite.



La figure IV.6 : Variation de phosphore en % en fonction de temps de séjour.

IV.3. Etude comparative des paramètres physico-chimiques de l'huile brute et l'huile déémucilaginée

Le tableau IV.8, montre la variation de l'acidité et le taux de phosphore de l'huile de soja avant et après la déémucilagination.

Le tableau IV.8 rassemble les résultats obtenus d'une déémucilagination faite avec une quantité d'acide phosphorique de 0.125ml, à une température de 80 °C et un temps de séjour 7 minutes.

Tableau IV.8. Variation des paramètres physico-chimiques de l'huile brute et l'huile démucilaginée

Huile	Huile brute (HB)	Huile démucilaginée (HD)
Paramètres		
Acidité (%)	1.28	1.56
Taux de phosphore (ppm)	160	23

D'après ces résultats, on déduit que:

- L'huile brute a une teneur de 160 ppm en phosphore, une élimination importante a eu lieu pendant l'étape de démucilagination (23ppm), c'est-à-dire qu'on n'est pas arrivée à un taux de phosphore dans les normes (<10ppm).
- L'acidité augmente pendant la démucilagination de 1.28 % allant jusqu'à 1.56 %, et ça diminue pendant l'étape de neutralisation car l'excès de l'acide phosphorique sera neutralisé par la soude.

Selon Rodriguez [18], l'élimination du phosphore pendant la démucilagination est toujours incomplète. Cette élimination se poursuit au cours des étapes ultérieures du raffinage.

Conclusion

Conclusion

Durant notre stage effectué au niveau du complexe « C.O.G.B.La Belle », nous avons pu voir de plus près le processus de production des huiles végétales dans une entreprise agroalimentaire locale et suivi des paramètres physico-chimiques des huiles obtenus au niveau de chaque étape de raffinage.

La démulcination de l'huile de soja, est une étape clef du raffinage, qui vise à éliminer les mucilages dont font partie les phospholipides. Leur présence engendre des difficultés dans les étapes ultérieures et donnent à l'huile un aspect peu engageant.

En utilisant une gamme de quantité d'acide phosphorique de (0.100, 0.125, 0.150) ml, on a obtenu une diminution remarquable de la teneur en phosphore dans l'huile brute de 160 ppm à (60, 23, 32) ppm. Pour la température (75, 80, 85) °C, le taux de phosphore se diminue jusqu'à (28, 23, 26) ppm, ainsi que pour le temps de séjour de (5, 7, 9) minutes, jusqu'à (30, 23, 26) ppm, dans une huile démulcinée.

Une importante teneur en phospholipides (137 ppm) est éliminée en utilisant une quantité d'acide phosphorique 0.125 ml, une température 80 °C et un temps de séjour de 7 min, c'est-à-dire qu'on n'est pas arrivé à un taux de phosphore dans les normes (<10ppm) pour l'huile démulcinée.

Ceci peut trouver une explication :

- La méthode approuvée pour mesurer le taux de phosphore n'est pas efficace (manque de produits et de matériels).
- Le manque du temps, la durée de stage (15jours) est insuffisante pour traiter ce genre de sujet.
- Actuellement, il n'existe aucune méthode pour différencier entre les phospholipides hydratable et non hydratable, ce qui rend difficile la détermination d'acide phosphorique ajouté au cours de la démulcination.

Enfin, comme bilan de tout ce qu'on a fait, le temps de séjour, la température, et l'acide phosphorique sont des facteurs très importants au cours de la démulcination, pour avoir un faible taux de phosphore, et par conséquent la facilité de leurs éliminations.

Ce stage pratique a été pour nous d'un grand bénéfice car d'une part, il nous a permis d'acquérir des connaissances approfondies sur le raffinage de l'unité, ainsi que de suivre les différentes analyses qui peuvent être effectuées, et d'autres part d'avoir une vue sur la vie professionnelle.

Références bibliographiques

- [01]: K. Sara. « Raffinage des huiles végétales de soja et de tournesol », mémoire de master, université Akli mouhend oulhadj Bouira, 2017 /2018.
- [02]: M. Kahina, « Influence des phospholipides sur huile de soja », mémoire de master, université Abderrahmane Mira Bejaïa, 2013.
- [03] : H. Ikram. B. Ramzi « Contrôle de qualité de deux huiles alimentaire tournesol et soja au cours de raffinage », mémoire de master université frères Mentouri Constantine 1 2020.
- [04] : Dir Jean Graille. Vladimir Tolstoguzov-Paris ,« Lipides et corps gras alimentaire, livre, 2003.
- [05] : Isabel hininger favrier « Les lipides complexe », livre. Université Fourier de Grenoble 2011/2012.
- [06] : B. Amel. B. Nadine. « Etude de l'impact de la qualité de la terre décolorante sur la qualité de l'huile, mémoire de master université Abderrahmane Mira, Bejaia, 2019.
- [07] : H. Taklilily. H. Lynda. «Raffinage des huiles végétales de soja et de tournesol » .mémoire de master, université Akli Mouhand oulhadj Bouira 2017.
- [08]:H. Sabiha « Production de huile de soja et ces analyses physico-chimique », mémoire de master, université Abderrahmane Mira, Bejaia 2016.
- [09] :S. Safia. B. Fatiha « Amélioration du rendement pratique au niveau de la démulcination d'huile de soja », mémoire de master, université Abderrahmane Mira, Bejaia, 2007.
- [10] : Dr. Madoui ,Dr.Khither « Les lipides » ,livre , Université Ferhat Sétif 1 , 2021/2022.
- [11] : Adrian J., Dan villier P. et Potus J. Introduction à l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaire. Edition : Tec. (1998).
- [12] : NF. EN. ISO 660, Corps gras d'origine animale et végétale – détermination d'acide et l'indice d'acidité, 1996.
- [13] : NF EN ISO 3657, Corps gras d'origine animale et végétale – détermination de taux de phosphore.

[14] : ISO 3960, édition 4, Corps gras d'origine animale et végétale – détermination de l'indice de peroxyde, 2007.

[15] : NE 1.2-49, Corps gras d'origine animale et végétale – détermination de l'indice de saponification, 1985.

[16] : ISO 15305, Corps gras d'origine animale et végétale – détermination de la couleur, lovibond, 1998.

[17] : ISO 8573- 3, Polluants et classes de qualité- détermination le taux d'humidité, 1999.

[18] : G. Rodriguez, J.R. Décoloration, institut Grasy y Aceites, Tec, 1999.

Résumé

La déémucilagination est une étape cruciale du raffinage des huiles qui vise à éliminer les phosphatides. L'huile brute de soja a été soumise à une déémucilagination à différentes: quantités d'acides phosphorique (0.100 ; 0.125 ; 0.150) ml, températures (75 ; 80; 85) °C et différent temps de séjour (5 ; 7 ; 9) minutes. A la lecture des résultats obtenus, on a constaté que, l'acide phosphorique, la température, et le temps de séjour sont des facteurs très importants qui influencent sur l'efficacité de dégommege.

Mots clefs: Huile de soja, déémucilagination, paramètres physico-chimiques, phosphatides, acide phosphorique,

Abstract

Degumming is a crucial step in oil refining that aims to remove phosphatides. Crude soybean oil was subjected to degumming at different: amounts of phosphoric acids (0.100; 0.125; 0.150) ml, temperatures (75; 80; 85) °C and different residence times (5; 7; 9) minutes. After reading the results obtained, it was found that the phosphoric acid, the temperature, and the residence time are very important factors that influence the degumming efficiency.

Keywords: Soybean oil, degumming, physico-chemical parameters, phosphatides, phosphoric acid,