



République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Abderrahmane Mira de Bejaïa

Faculté de Technologie

Département de Génie des procédés

Mémoire de Fin de Cycle

En vue de l'obtention du diplôme de Master en génie des
procédés des matériaux

Option : Génie des procédés des Matériaux

Thème

Raffinage des huiles végétales et matériaux d'emballages

Présenté Par :

BOUNAB Hafida

AKZIZ Nadia

Devant le jury composé de :

Mme ROUBA Nabila

Mr KERKOUR A/Hakim

Encadreur : Mme KERROUCHE Djamila

(MCB- Présidente).

(Professeur- Examineur).

Année universitaire 2020/2021

Remerciements

Nous tenons à remercier :

Enormément et entièrement Dieu qui nous a donné la force et le courage pour réaliser ce modeste travail.

*Notre promotrice **Mme KERROUCHE Djamila** D'avoir acceptée de diriger ce travail, sans oublier sa confiance, sa patience et ses encouragements incessants. Ainsi que nous remercions tous les membres du jury (**Mme ROUBA Nabila** , **Mr Kerkour Hakim**), qui assisteront à notre soutenance et d'examiner notre travail.*

*L'ensemble du personnel de **Cévit** pour leur soutien et leur Gentillesse particulièrement **Mr Syfax** et **Mr Bounab** et **Mr Louhab**, sans oublier les membres du laboratoire de la raffinerie des huiles et celle packaging pendant toute la période du stage.*

Enfin nos remerciements sont dressés plus particulièrement à nos familles et nos amis(es) qui ont su nous soutenir, nous encourager, nous aider tout au long des années.

Je dédie ce modeste travail à :

Mes très chers parents qu'avec leur soutien, leur amour et surtout leurs

Compréhension j'ai pu atteindre le succès, que dieu les bénissent ;

Mon cher frère Saddek ;

Mes sœurs : Fatiha, Hayat et Fahima et leurs petites familles ;

Mon future homme Abderraouf et leur famille ;

Mes chères adorables : Rania, Amel, Tinhinane ;

Ma binôme Nadia ;

A tous ceux qui se définissent par :

Paix...Amour...Bonté...Tolérance

Hafida

DÉDICACES

Je dédie ce modeste travail à toutes les personnes qui me sont chères :

Mes parents que j'aime beaucoup et pour leurs sacrifices et soutiens tout au long de ma vie et auxquels je ne rendrai jamais assez « que dieu les protèges »

Mes frères : Amar, Mustpha, Amirouche.

Mes sœurs : Zahoua, Sabrina, Nassima.

Mon âme sœur : youva.

Mes amis (es) à l'université, lesquels j'ai partagés des Moments inoubliable.

Ma camarade HAFIDA et sa famille ;

Tous ce qui me connaissent de loin ou de près et je n'ai pas pu citer

Et sans oublié ma promotrice Mme : AMIMER DJAMILA

Nadia

Sommaire

Introduction	01
--------------------	----

Partie Théorique

Chapitre I : Généralités sur les corps gras

I. Corps gras.....	03
I.1. Origine	03
II. Compositions des corps gras	03
II .1. Lipides simples	04
II.2. Lipides complexes.....	05
III. Propriétés physicochimiques des corps gras	08
III.1. Propriétés physiques.....	08
III.2. Propriétés chimiques.	10

Chapitre II : Huile végétales tournesol et soja

I. Définition des huiles végétales.....	12
I.1. Différents types d'huiles en bouteille	12
II. Historique et origine du soja	13
II .1. Morphologie et caractères généraux de La plante soja	13
II .2. Graine de soja	14
II .3. Extraction de l'huile de soja.....	15
II .4. Définition d'huile de soja.....	19
III. Historiques et origine de tournesol	20
III.1. La plante de tournesol	21
III.2. Caractéristiques des graines de tournesol	21
III.3. Procédés d'extraction d'huile de tournesol.....	22
III.4. Classification de l'huile de tournesol	24
III .5. Composition d'huile de tournesol.....	25

IV. Le raffinage.	27
IV.1. Le but de raffinage.....	27
IV.2. Types de raffinage.....	27
IV.3. Raffinage chimique d’huile de soja au niveau de Cévital spa.....	28
IV.3.1. Dégommage et neutralisation.....	28
IV.3.2. Lavage et séchage.....	29
IV.3.3. Décoloration et filtration.....	29
IV.3.4. Désodorisation.....	31
IV.4. Raffinage chimique à froid de l’huile de tournesol au niveau de Cévital spa	31
IV.4.1. Démucilagination et neutralisation... ..	31
IV.4.2. Lavage et Séchage	32
IV.4.3. Décoloration.....	33
IV.4.4. Filtration	34
IV.4.5. Désodorisation	35

Partie Pratique

Chapitre III : Partie expérimentale

I. Présentation de l’unité.....	36
I.1. La Raffinerie.....	38
II. Produits et matériels	38
III. Modes opératoires.....	39
III.1. Raffinage chimique.....	39
III.2. Méthodes d’analyses.....	42
III.2.1. Analyses chimiques.....	42
III.2.1.1. Détermination de taux d’acidité (ISO 660,1996).....	42
III.2.1.3. Détermination des traces de savon (ISO 660, 1996)	43
III.2.1.4. Détermination du taux de phosphore	44
III.2.2. Analyses physiques	44
III.2.2.1. Détermination de la couleur (15305, 1998).....	44

III.2.2.2. Détermination de la teneur en humidité (ISO 662, 1998).....	45
III.2.2.4. Détermination de la teneur en chlorophylle	46

Chapitre IV : Résultats et discussions

I. Huile de soja	47
I.1. Analyse de l'acidité.....	47
I.2. Analyse de la teneur en phosphore.....	48
I.3. Analyse des Traces de savon.....	50
I.4. Analyse de l'indice de peroxyde.....	51
I.5. Analyse du couleur.....	52
I.6. Analyse de l'humidité.....	54
I.7. Analyse de la teneur en chlorophylle.....	55
II. Analyse Pour Tournesol.....	56
II.1. Analyse de l'acidité	56
II.2. Teneur en phosphore.....	58
II.3. Analyse des traces de savon.....	59
II.4. Analyse de l'indice de peroxyde.....	61
II.5. Analyse de couleur.....	62
II.6. Analyse d'humidité.....	64
II.7. Teneur en Chlorophylle.....	65
II.8. Analyse des cires.....	66

Chapitre V : Emballages des huiles

I. Matériaux d'emballages	68
I.1. Le polyéthylène téréphtalate (PET)	68
I.2. Le polyéthylène basse densité (PEBD)	69
II. Processus de fabrication.....	69
III. Fonctionnement d'une presse a injecté	71
III.1. Structure d'un moule.....	72
IV. Résultats et méthodes de caractérisations	75
IV.1. Polariscope	75

IV.2. Poids moulées préformes	76
IV.3. Répartition épaisseur des parois des préformes.....	77
IV.4. Analyse du bouchon.....	78
IV.5. Epaisseurs des bouteilles.....	79
IV.6. Test de résistance à la compression	79
Conclusion	82

Références bibliographiques

Liste des tableaux

Numéro du tableau	Titre	Page
I.1	Point d'ébullition de certains acides gras.	09
II.1	Composition de la graine de soja.	15
II.2	Composition d'huile de soja en acides gras.	19
II.3	Autres constituants mineurs d'huile de soja.	20
II.4	Composition en acides gras de l'huile de tournesol.	25
II.5	Concentration en TG d'huile de tournesol.	26
II.6	Teneur en insaponifiables de l'huile de tournesol.	26
III.1	les différents produits et matériels utilisés	38
III.2	Types d'analyses effectuées sur les échantillons d'huile de soja et huile de tournesol.	41
IV.1	Résultats d'analyse de l'acidité des échantillons d'huile de soja.	47
IV.2	Teneur en phosphore des échantillons d'huile de soja.	49
IV.3	Teneur en traces de savon des échantillons d'huile de soja.	50
IV.4	Résultat de l'indice de peroxyde des échantillons d'huile de soja.	52
IV.5	Résultats de la couleur des différents échantillons d'huile de soja	53
IV.6	Résultats d'analyse de l'humidité de l'huile de soja.	54
IV.7	Teneur en chlorophylle des échantillons d'huile de soja.	55
IV.8	Résultats de l'acidité des échantillons d'huile de tournesol.	57
IV.9	Résultats de teneur en phosphore des échantillons d'huile de tournesol.	58
IV.10	Teneur en trace de savon des échantillons d'huile de tournesol.	59
IV.11	Résultats de l'indice de peroxyde des échantillons d'huile de tournesol	61
IV.12	Résultats de la couleur d'huile de tournesol au cours du raffinage.	62
IV.13	Résultats du taux d'humidité d'huile de tournesol au cours du raffinage	64
IV.14	Taux de chlorophylle d'huile de tournesol au cours du raffinage	65
IV.15	Résultats de la teneur en cires des échantillons d'huile de tournesol.	67
V.1	Le poids des différents empreintes des préformes de 24g.	76
V.2	Répartitions d'épaisseur d'une préforme de 24g.	77
V.3	Calcul de l'écart-type avec différentes empreintes.	79
V.4	La distance et la force de différentes empreintes.	80

Liste Des Figures

Numéro des figures	Titre	page
I.1	Réaction d'estérification des Acides Gras.	04
I.2	Structure de la chlorophylle "a" et de la chlorophylle "b", Sous l'effet de la température la chlorophylle est transformée en phéophytine.	07
I.3	Décomposition de la chlorophylle.	08
II.1	Structure de la plante et graine de soja.	14
II.2	Description macroscopique de la graine de soja.	14
II.3	Opérations unitaires du procédé de trituration de graines oléagineuses.	18
II.4	Plante de Tournesol.	21
II.5	Graine de tournesol et coupe transversale du péricarpe, du tégument séminal, de l'endosperme et des cotylédons.	22
II.6	Extraction d'huile de tournesol.	24
II.7	Démucilagination et neutralisation à chaux.	28
II.8	Lavage et séchage des huiles neutralisées.	29
II.9	Décoloration de l'huile séchée.	30
II.10	Filtration de l'huile décolorée.	30
II.11	Désodorisation de l'huile décolorée.	31
II.12	Dégommage et neutralisation de l'huile de tournesol.	32
II.13	Lavage et séchage de l'huile neutralisée.	33
II.14	Schéma de décoloration de l'huile de tournesol.	34
II.15	Filtration de l'huile décolorée.	35
II.16	Désodorisation de l'huile de tournesol.	36
IV.1	Evolution de l'acidité d'huile de soja au cours du raffinage.	48
IV.2	Evolution de la teneur en phosphore de l'huile de soja au cours de raffinage.	49
IV.3	Evolution de la teneur en traces de savon des différents échantillons d'huile de soja.	51
IV.4	Evolution de l'indice de peroxyde de l'huile de soja au cours du raffinage.	52
IV.5	Evolution de la couleur des différents échantillons d'huile de soja.	53
IV.6	Evolution de la teneur en humidité des échantillons d'huile de soja.	55
IV.7	Evolution de la chlorophylle des différents échantillons d'huile de soja.	56
IV.8	Evolution de l'acidité d'huile de tournesol au cours du raffinage.	57
IV.9	Evolution de la teneur en phosphore d'huile de tournesol au cours du raffinage.	59
IV.10	Evolution de trace de savon d'huile de tournesol au cours du raffinage.	60
IV.11	Evolution de l'indice de peroxyde d'huile de tournesol au cours du raffinage.	62
IV.12	Evolution de la couleur (Jaune et Rouge) d'huile de tournesol au cours du raffinage.	63
IV.13	Evolution de taux d'humidité d'huile de tournesol au cours du raffinage.	65
IV.14	Evolution de taux de chlorophylle d'huile de tournesol au cours du raffinage.	66
IV.15	Evolution détenteurs en cires d'huile de tournesol au cours du raffinage.	67
V.1	Motif de répétition du polyéthylène téréphtalate.	68
V.2	Les granulées de polyéthylène basse densité (PEBD).	69
V.3	Etirer et souffler.	70
V.4	Produit final d'éjection.	71

V.5	Composition d'une presse à injecter.	72
V.6	Structure détaillé d'un moule.	72
V.7	Différents points d'injection.	74
V.8	Préforme d'une bouteille de 24g.	75
V.9	Le poids des préformas 24g dans différents empreintes.	77
V.10	Les différentes répartitions d'épaisseur d'une préforme de 24g.	77
V.11	L'épaisseur moyenne des préformes avec l'écart d'erreur (Ecart-type).	78
V.12	Les épaisseurs moyennent des bouteilles 1L PET avec différentes Empreintes.	79
V.13	Graphe représentant la résistance à la compression des bouteilles 1L PET.	80

Liste des abréviations

- A** : Acidité.
- AGL** : Acides Gras Libres.
- AOCS**: American Oil Chemists Society.
- C** : Carbone.
- C** : Cristalliseur.
- CG**: Corps Gras.
- DIE** : Document interne de l'entreprise.
- IP** : Indice de peroxyde.
- ISO** : International Standards Organization.
- J** : Jaune.
- L** : Linnaeus.
- M** : Mélangeur.
- Max** : Maximum.
- Mb** : Millibars.
- Méq**: Milli-Equivalent.
- MG** : Matière Grasse.
- Mg** : Milligramme.
- Min** : Minute.
- MnHa** : Millions de tonnes par hectare.
- MnT**: Million de tonnes
- ODF** : Oléine Doublement Fractionnée.
- P** : Pompe.
- Ppm** : Partie par million.
- R** : Rouge.
- S** : Séparateur.
- Spa** : société par action.
- TG** : Triglycérides.
- Ts** : Trace de savon.
- PET** : Polytéraphthalate d'éthylène
- PEBD** : Le polyéthylène basse densité

Introduction

Introduction

Les corps gras sont consommés par l'homme depuis les temps les plus anciens. Leurs utilisations ont évolué au cours des siècles. Ils sont un des constituants de notre ration alimentaire quotidienne. On en parle souvent comme s'ils étaient tous semblables et équivalents. En fait, ils sont différents selon leur origine, leur consistance, leur composition, leur présentation et leur rôle dans l'organisme [1].

Les corps gras alimentaires sont des éléments importants de notre alimentation parce qu'ils sont riches en acides gras essentiels, en vitamines et en sels minéraux. Ces substances comprennent des huiles et des graisses d'origine végétale ou animale. Mais, les huiles d'origine végétale représentent pratiquement la moitié des corps gras utilisés dans le monde ; elles peuvent être extraites des graines ou des fruits de la plante oléagineuse [2].

Les huiles végétales brutes contiennent un certain nombre de constituants mineurs et même de contaminants qu'il faut éliminer (acide gras libre, cires, pigment, trace métalliques...). Une technologie récente appelée « raffinage » a été mise en œuvre afin de fournir au consommateur un produit d'aspect engageant, au goût neutre et résistant à l'oxydation [3].

Parmi ces huiles, on trouve celle de Tournesol et celle de Soja qui proviennent d'une huile brute et qui doivent subir un traitement de raffinage. Ce traitement a pour but d'éliminer une grande partie des composés indésirables (les mucilages, les acides gras libres, les pigments colorés...) afin de garantir aux consommateurs un produit de qualité. [4].

Les emballages sont omni présent dans la vie du consommateur, Parmi eux, les emballages en matière plastique qui sont en constante évolution, donnant lieu à une diversité d'applications. L'emballage plastique dit thermoplastique est un acteur présent dans plusieurs secteurs d'industrie et de la distribution agro-alimentaire. Il joue un rôle actif et positif dans la chaîne du produit jusqu'à l'utilisateur final [5].

Pour bien mener notre étude, nous avons opté pour un stage sur le terrain où nous nous sommes déplacées au niveau du complexe **CEVITAL**. Ainsi, notre travail se scinde en deux parties :

➤ **Partie théorique comporte :**

- Des généralités sur les corps gras.
- La description de la matière première.
- Les différentes étapes du raffinage chimique.

➤ **Partie pratique :**

- Une vue sur le matériel utilisé et les méthodes suivies.
- Englobe les résultats et l'interprétation des analyses physico-chimiques effectuées sur les deux huiles (Soja et Tournesol) chimiquement raffinées.
- Les étapes de la fabrication des bouteilles d'huile alimentaires en polyéthylène téréphtalate sont la production de la préforme (injection) est réalisée par une presse à injection qui chauffe des granulés à 250°C, et d'injectée dans un moule multi cavités et chaque préforme est définie selon les caractéristique de la bouteille à souffler. La seconde la préforme se refroidir externe. Et en passe à l'autre étape qui est soufflage concerne chargement de la préforme et le chauffage et à la fin c'est la sortie de la bouteille. La dernière manipulation c'est que le refroidissement à ($T=5^{\circ}\text{C}$). Et finalement il y aura un contrôle dans laboratoire des emballages au niveau du "CEVITAL " qui s'occupe la vérification de la bouteille.

On conclue notre travail avec une conclusion.

Partie théorique

Chapitre I

Généralités sur les corps gras

Chapitre I

Généralités sur les corps gras

I. Corps gras

Les corps gras font partie d'un ensemble complexe de composés organiques, les lipides, présents dans les tissus animaux et végétaux. Ce sont des lipides simples, caractérisés par leur insolubilité dans l'eau et leur toucher onctueux. Au point de vue chimique, les corps gras sont des composés du carbone (C), de l'hydrogène (H) et de l'oxygène (O), qui appartiennent à la catégorie des esters, combinaison d'un alcool, le glycérol, et d'acides organiques particuliers, les acides gras[6].

I.1. Origine

Il existe deux sources naturelles principales des lipides :

➤ **Animal**

Il s'agit du beurre, de la crème, du saindoux, de la graisse de bœuf ou d'oiseau...etc. La composition en acide gras, constituants fondamentaux des corps gras, varie selon les animaux (mammifères ou poissons ...) et selon leur mode de vie (domestique ou sauvage ...).

➤ **Végétal**

Il s'agit des huiles et des margarines. D'autre part, les corps gras peuvent se présenter sous deux formes : huiles liquides et graisses solides. On différencie généralement les huiles des autres graisses par leur point de fusion. Les huiles sont des corps gras liquides à la température de 15°C, tandis que les graisses sont plus ou moins solides à cette température [7].

II. Compositions des corps gras

Les corps gras alimentaires comprennent les huiles et les graisses d'origine végétales ou animales.

Un corps gras brut, à l'état naturel est constitué essentiellement de lipides environ 99%, des phosphatides et des insaponifiables.

Les lipides sont des dérivés naturels, qui résultent de l'estérification d'acide gras avec un alcool ou une amine [8,9].

II.1. Lipides simples

➤ Glycérides

Les glycérides sont des esters d'acides gras et de glycérol [9]. L'estérification des trois groupements hydroxyles du glycérol avec les acides gras forme des tri-glycérides, y'a également les di-glycérides, et les mono-glycérides, qui sont présenté dans la figure suivante [10].

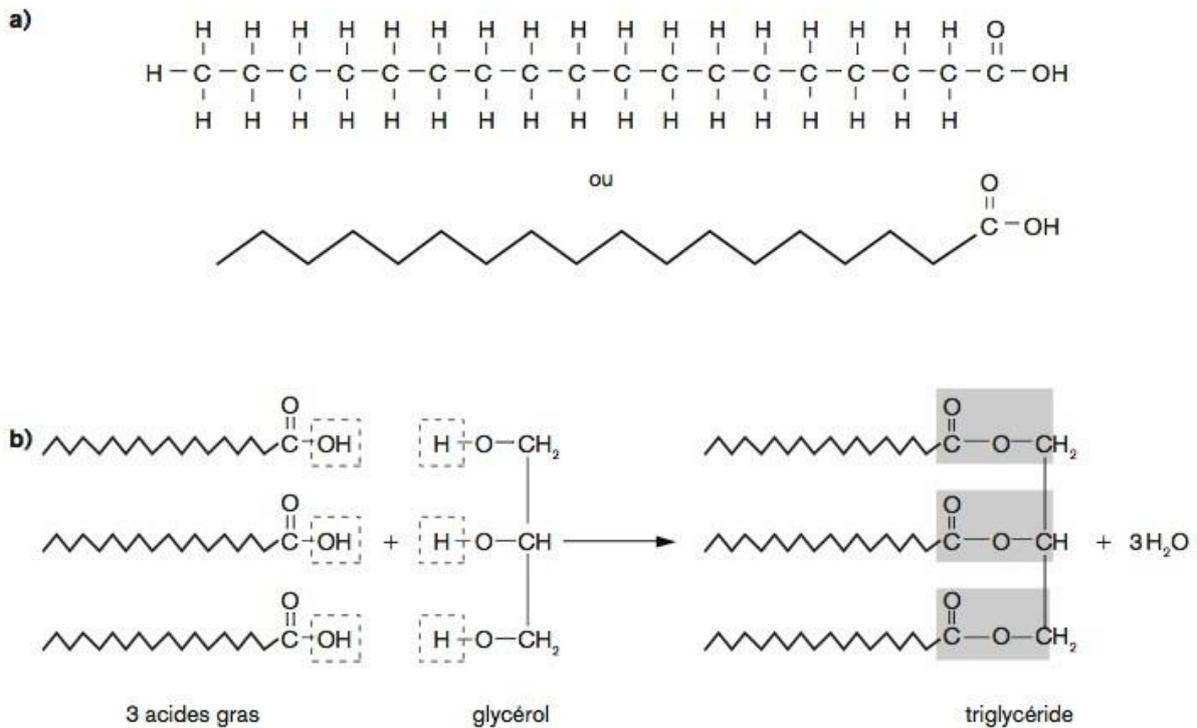


Figure I.1 : Réaction d'estérification des Acides Gras.

➤ Les acides gras

Les acides gras sont des acides carboxyliques à chaîne carbonée ; ce sont des constituants des Graisses et des lipides membranaires. Ces composés peuvent être saturés, ou insaturés, hydroxylés ou ramifiés.

La fonction acide carboxylique réagit avec les alcools et les amines pour former des esters et des amides, c'est sous cette forme combinée qu'ils existent dans les aliments.

Les acides gras sont classés selon le nombre d'atome de carbone et d'insaturation présent dans leur structure ce qui leur confère des propriétés différentes [9].

Il existe trois types d'acide gras :

- Les acides gras saturés :
 - Acide stéarique (C₁₈: 0)
 - Acide palmitique (C₁₆: 0)
- Les acides gras mono-insaturés
- Les acides gras polyinsaturés :
 - Acide linoléique (C₁₈:2)
 - Acide linoléique (C₁₈:3)

II.2. Lipides complexes

Ces lipides contiennent au moins des atomes suivants : azote, phosphore, ou soufre. Ils sont représentés par :

a. Les phospholipides

Les phospholipides sont des composés que l'on trouve dans certaines huiles brutes, ou elles proviennent des membranes cellulaires qui ont été détruites pendant l'extraction d'huile. Les phospholipides sont des molécules amphiphiles constitués d'une tête hydrophile, et une région hydrophobe non polaire, composée d'acides gras. Les phospholipides se présentent dans l'huile sous deux formes :

- **Hydratables** : qui sont représentés en particulier par la phosphatidylcholine et la phosphatidyléthanolamine.
- **Non hydratable** : qui sont des sels de calcium et de magnésium des acides phosphatidiques, et des Phosphatidylinositol.

Les phospholipides sont des diesters d'acides gras et de glycérol dont la troisième fonction alcoolique est liée à un acide phosphorique (H₃PO₄) qui lui-même peut être associé à une base alcoolique azotée ou un acide aminé. Ce sont les constituants principaux des membranes biologiques [11].

b. Cires

Les cires sont des acides gras et alcools gras. Chez les végétaux, elles contribuent à la formation de pellicules protectrices des graines et des fruits. Dans les huiles, surtout le Tournesol, leur présence est responsable de l'apparition de trouble par début de cristallisation à basse température ou à température ambiante [12].

c. Insaponifiables

L'insaponifiable est constitué de composés qui, après hydrolyse basique (saponification), sont très peu solubles dans l'eau mais solubles dans les solvants organiques (tel l'hexane) des corps gras [13].

➤ Stérols

Les stérols constituent la fraction la plus importante de l'insaponifiable de 30 à 60%. Ce sont des composés tétracycliques le plus souvent de 27 ou 28 atomes de carbones. Ils sont présents sous formes libres ou estérifiés. Les deux stérols les plus importants du règne végétal sont le β -sitostérol et le stigma-stérol [8, 14].

➤ Tocophérols

Les tocophérols sont au nombre de 4 (α , β , γ , δ -tocophérols), ils jouent le rôle d'antioxydants naturels, ce qui explique la bonne résistance des huiles végétales au phénomène de rancissement. Parmi les tocophérols, l' α -tocophérol ou vitamine E est doté de l'effet antioxydant le plus puissant [11].

d. Pigments

Les principaux pigments naturels appartiennent à trois grandes catégories :

- Pigments porphyriniques, parmi lesquels les chlorophylles.
- Les caroténoïdes, parmi lesquels le β -carotène.
- Les flavonoïdes et leurs dérivés.

Les caroténoïdes et les chlorophylles contribuent à la couleur des huiles, ces pigments naturels sont éliminés en grande partie par le raffinage [13, 15].

➤ **Caroténoïdes**

Les caroténoïdes sont des pigments naturels, largement répandus dans la nature. Ils sont à l'origine de teintes brillante, jaune, orange et rouge [15]. Ce sont des tétra-terpènes provenant de l'évolution du lycopersène, ils comprennent les carotènes et les xanthophylles [14].

➤ **β-carotène**

Le carotène est un terpène, pigment de couleur orange, important pour la photosynthèse. Le carotène est le dimère de la vitamine A et se présente sous deux formes : α et β-carotène [15].

➤ **Chlorophylles**

Les chlorophylles font partie d'un groupe de pigments tétra-pyrroliques avec des fonctions et des éléments structuraux communs. Elles sont caractérisées par un iso-cycle à cinq membres et par la présence d'un atome de magnésium complexé à leur centre. Les plus répandues et également les plus étudiées sont les chlorophylles "a" et "b" comme le montre la figure I.3. La formule de la chlorophylle "a" est $C_{55}H_{72}N_4Mg$ et celle de la chlorophylle "b" est $C_{55}H_{70}O_6Mg$, le maximum d'absorption des chlorophylles a et b se situe respectivement à 660 nm et 643 nm [16, 17].

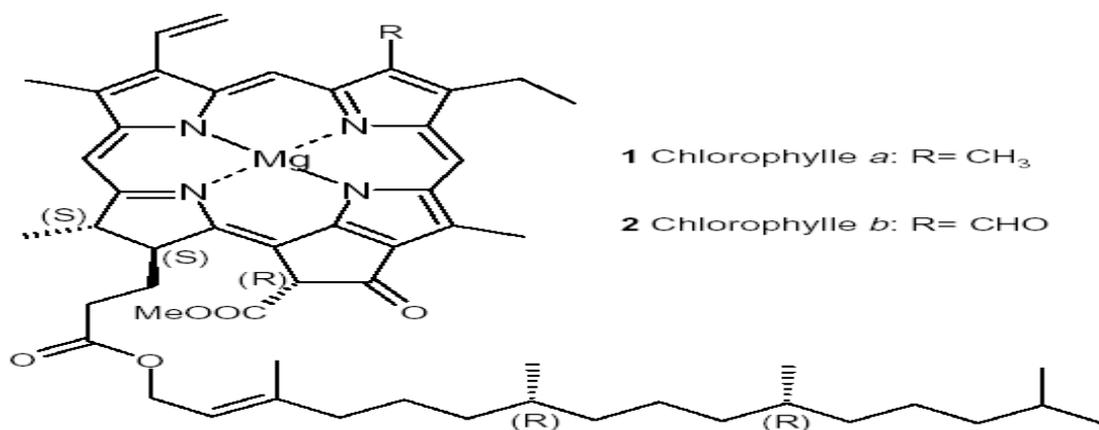


Figure I.2 : Structure de la chlorophylle "a" et de la chlorophylle "b", Sous l'effet de la température la chlorophylle est transformée en phéophytine.

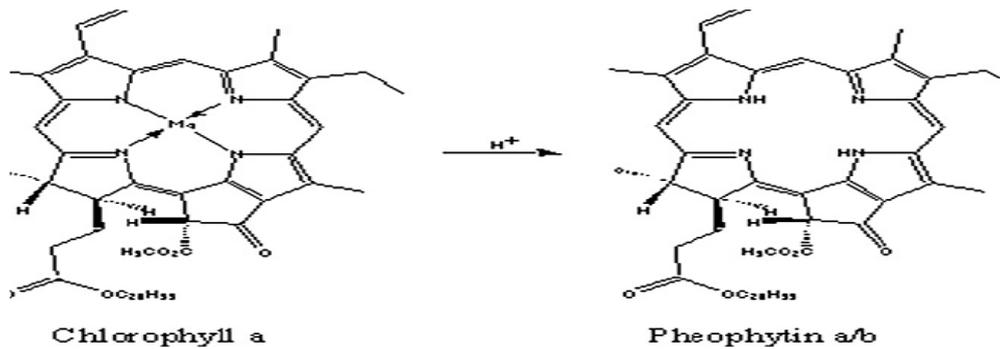


Figure I.3 : Décomposition de la chlorophylle.

La phéophytine donne une couleur foncée, contribue au mauvais goût d'huile et favorise l'oxydation de cette dernière [18].

➤ **Les flavonoïdes**

Les flavonoïdes sont des pigments végétaux de la famille des polyphénols . Ils donnent souvent une coloration jaune. Du point de vue chimique, ils possèdent deux cycles benzéniques. Les flavonoïdes ont été découverts par Albert Szent-Györgyi [19].

III. Propriétés physicochimiques des corps gras

III.1. Propriétés physiques

Les principales caractéristiques physiques des corps gras sont :

➤ **Etat physique**

Les corps gras sont solides (cas des graisses) ou liquides (cas des huiles). Suivant leurs compositions chimiques, ils sont d'autant plus solides qu'ils sont plus saturés et que leurs poids moléculaires sont élevés [20].

➤ **Solubilité**

Les lipides sont insolubles dans l'eau et solubles dans les solvants organiques tel que l'éther éthylique, tétrachlorure de Carbone, le chloroforme et l'hexane [21].

➤ **Viscosité**

La viscosité d'un corps gras augmente avec le poids moléculaire et diminue avec l'augmentation du nombre d'insaturation (double liaisons) et la température [8].

➤ **Densité**

La densité des huiles végétales varie de [0,915 à 0,964] ; en général elle dépend de nombre d'insaturation et de l'état d'oxydation des huiles [22].

➤ **Point de fusion**

Le point de fusion ne doit pas être supérieur à 43°C pour une graisse alimentaire car elle sera mal digérée [23].

➤ **Point d'ébullition**

Le point d'ébullition augmente avec la longueur de la chaîne, les doubles liaisons l'influencent peu et pour bien remarquer la différence, on cite dans le tableau I.1 le point d'ébullition de certains acides gras insaturés [24].

Tableau I.1 : Point d'ébullition de certains acides gras.

Acides gras insaturés	Point d'ébullition
Acide oléique C18 :1	165°C
Acide linoléique C18 :2	164°C
Acide linoléique C18 :3	163°C

➤ **Indice de réfraction**

L'indice de réfraction dépend de la composition chimique du corps gras et de la température qui croît avec l'insaturation ou la présence sur les chaînes grasses de fonctions secondaires. La détermination de cet indice peut être utilisée pour suivre les opérations d'hydrogénation [4].

➤ **La couleur**

La couleur des huiles peut être déterminée par une comparaison visuelle d'échantillon avec des solutions telle que le chlorure de Cobalt. Il est presque de même de la méthode spectrométrique, qui consiste à déterminer le spectre d'absorbance du corps gras entre 400 et 700nm [4].

➤ **Résistance thermique (point de fumée et point d'éclair)**

Le point de fumée est la température la plus basse à laquelle un échantillon chauffé, dans des conditions bien définies, commence à émettre de la fumée de façon nettement visible. Le point éclair est la température à laquelle une huile chauffée s'enflamme en contact d'une flamme [27, 28].

III.2. Propriétés chimiques

➤ Oxydation

Les principaux facteurs déterminant la durée de vie des lipides sont les réactions d'oxydations.

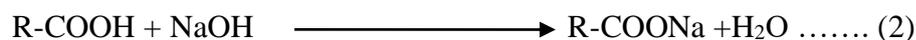
➤ Estérification

C'est la formation d'esters à partir d'acides carboxyliques et des alcools. Comme le montre la réaction (1) [29] :



➤ Saponification

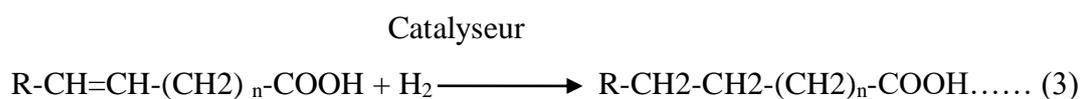
La saponification est une réaction qui permet la transformation des acides gras libres ou combinés en savon par une base caustique telle que KOH, NaOH. Selon la réaction (2) ci-dessous [30] :



Savon

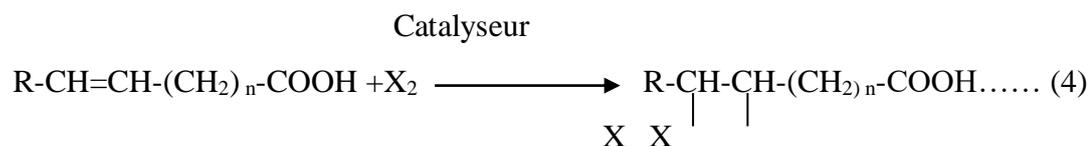
➤ Hydrogénation

L'hydrogénation consiste à saturer les doubles liaisons par des atomes d'hydrogène. Comme illustre la réaction (3) [31] :



➤ Halogénéation

Les halogènes (chlore, brome, iode) se fixent bien sur les doubles liaisons éthyléniques. Comme illustre la réaction (4) [32] :



➤ **Acidité**

L'acidité est le résultat d'une hydrolyse partielle ou totale des triglycérides qui donnent des acides gras libres.

➤ **Indice de peroxyde**

Il sert à caractériser une huile végétale, une résine. Plus l'indice est élevé, plus la matière grasse est oxyde.

➤ **Indice d'iode**

Permet de déterminer le degré de l'insaturation d'un corps gras.

Chapitre II

Huiles végétales tournesol et soja

Chapitre II

Huiles végétales tournesol et soja

I. Définition des huiles végétales

Les huiles sont des composantes des acides Gras avec des structures chimiques différentes les unes des autres ; elles sont composées principalement des Triglycérides (3Acide Gras), les acides gras sont saturés ou insaturés.

Les huiles sont liquides à températures ordinaire et insoluble dans l'eau. Les huiles sont d'origine végétales, extraits soit de graines (tournesol, arachide, colza, soja, sésame, coton), de fruits (olive, cornouille, noix) et de racines (souches : rhizomes de plantes aquatique comestible).

Les huiles majoritairement trouvées dans le commerce sont des huiles raffinées, plus stable et sans arrière-goût végétal car les mucilages, les gommes, les lécithines et d'autres composés végétaux indésirables ont été éliminés lors du raffinage [33,34].

I.1. Différents types d'huiles en bouteille

Une huile végétale sera qualifiée de vierge ou raffinée selon son mode d'extraction. Si l'extraction s'opère par pression, elle est qualifiée d'huile vierge. Si l'extraction s'opère par solvants elle est dénommée huile raffinée ce qui permet d'obtenir une huile « standardisée » par modification de ses acides gras. Alors que dans le cas d'une huile « vierge », on aboutit à une huile pure et exempt de substances étrangères, clarifiée exclusivement par des moyens physiques et qui ne peut avoir subi aucun traitement.

➤ Huiles vierges

Elles sont soit issues d'un seul fruit ou graine (mono-fruits ou mono-graines), comme est le cas de : olive, noix, noisette, amande, pistache, pignon, colza, grille, tournesol, etc. ou un mélange de plusieurs (huiles combinées).

➤ Huiles raffinées

- **Mono-graines** : colza, tournesol, tournesol oléique, soja, maïs, arachide.
- **Combinées** : mélange de différentes huiles végétales [35].

II. Historique et origine du soja

Le soja a commencé à être cultivé à l'Est de la Chine, en Mandchourie, environ 3000 ans avant JC. La plante s'y est progressivement imposée comme l'une des bases alimentaires des populations d'Extrême-Orient. Les explorateurs la ramèneront ensuite en Europe où, au XVII - ème siècle, elle fait son apparition comme plante fourragère. Puis le soja a connu une grande évolution au début du XXème siècle, sous l'influence des Etats-Unis, qui ont mené d'importantes recherches pour adapter la plante au climat et industrialiser sa culture. L'époque où le soja n'était présent qu'en Chine est définitivement révolue : la plante est aujourd'hui cultivée sur les cinq continents avec une nette domination des Amériques [36].

II.1. Morphologie et caractères généraux de La plante soja

La plante de soja est entièrement revêtue de fins poils (feuilles, tiges, gousses) comme le montre la figure II.1;

- Les feuilles sont trifoliolées (portant rarement cinq folioles) et rappellent la forme générale des haricots.
- Les folioles mesurent de 6 à 15 cm de long et 2 à 7 cm de large. Comme chez le haricot, les deux premières feuilles sont entières opposées. Les feuilles tombent avant que les gousses ne soient arrivées à maturité.
- Les fleurs, blanches ou pourpres, de petite taille, presque inaperçues, apparaissent à l'aisselle des feuilles, groupées en grappes de trois à cinq. Elles sont hermaphrodites et autogames, mais la pollinisation croisée est parfaitement possible [37].
 - Type : Plante potagère
 - Hauteur : 30 cm à 1.3 m
 - Couleurs des fleurs : Blanc, Violet, Pourpre
 - Exposition souhaitée : Ensoleillée
 - Type de sol : Sableux, Argileux
 - Période de plantation : Mai
 - Période de récolte : Octobre
 - Assainissant : Non



Figure II.1 : Structure de la plante et graine de soja.

II.2. Graine de soja

A l'issue de la floraison et de la nouaison, se développe une gousse contenant, selon les cas, entre 1 et 4 graines. Comme chez les autres légumineuses, la graine se compose essentiellement d'une enveloppe lisse (la coque) et d'un embryon. Sa taille varie généralement entre 5 et 10 mm de diamètre comme il est montré sur la figure II.2 et son poids oscille entre 50 et 400 mg. La forme de la graine varie selon les cultivars [38].



Figure II.2 : Description macroscopique de la graine de soja.

➤ Composition de la graine de soja

Le soja est une légumineuse dont les graines sont riches en protéines. Les composés les plus importants sont résumés dans le tableau (II.1)[39].

Tableau II.1 : Composition de la graine de soja.

Constituant	Pourcentage (%)
Protéines	35
Matières grasses	18
Eau	12
Cellulose	5

II.3. Extraction de l'huile de soja

L'huile contenue dans les graines de soja est extraite selon deux méthodes :

a. Extraction mécanique par pression

C'est une opération qui consiste à presser la matière première dans des presses à vis en continu. A la fin on obtient d'une part « l'huile brute » et d'autre part, un résidu solide ou « tourteau » qui contient 10 à 20 % d'huile, ses étapes sont comme suivantes et montré sur la figure (II.3)[21].

➤ Réception et nettoyage des graines

Lorsque les graines arrivent à l'usine, elles se mettent dans des fosses afin de subir un nettoyage. Les fèves sont nettoyées pour éliminer la terre, les résidus végétaux et d'insectes ainsi que d'autres contaminants. Des machines qui nettoient et séparent, comprenant une trémie de réception, un ventilateur et un groupe de tamis vibrants, éliminent les contaminants.

➤ Séchage

Il est indispensable que la partie non grasse ne comporte pas une humidité atteignant 15 %. Un séchage est aussi nécessaire pour le décortilage. Pour le soja, on sèche à niveau de 10 % puis les graines séchées sont stockées dans un silo où elles séjournent 1 à 3 jours. Sans cette maturation qui permet l'équilibrage de l'humidité, les coques se séparent mal au décortilage.

➤ Décortilage

L'intérêt du décortilage est d'éliminer les matières sans valeur pour l'alimentation animale, mais surtout de faciliter les traitements ultérieurs. Le décortilage sera réalisé en fonction de la matière protéique et de l'huile contenue dans la graine pour arriver à avoir un tourteau entre (48 à 50 %) de matières profat (protéine fat, protéines + matières grasses). Pour le soja, la coque se sépare facilement, l'amande

et la coque constituent des mélanges qu'il faut dissocier avec des tamis. Le concassage grossier se fait sur des concasseurs à 4 cylindres cannelés.

➤ **Concassage**

Les fèves sont concassées par le passage entre deux cylindres crénelés qui fragmentent chaque graine en 2 puis en 4 morceaux et détachent la coque de l'endosperme afin de déchirer les cellules qui contiennent l'huile à extraire.

➤ **Aplatissage**

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

➤ **Chauffage**

Les fragments d'endosperme sont tout d'abord soumis à une chaleur sèche de 65°C environ afin de les assouplir et de pouvoir ensuite les transformer en flocons sans créer trop de fines.

➤ **Floconnage**

Afin de faciliter l'extraction de l'huile, la chair passe à travers un groupe de cylindres rotatifs en acier et fournit des flocons d'environ 0,3 mm d'épaisseur. L'opération de floconnage produit suffisamment de pression pour que les cellules de la fève soient brisées, ce qui permet au solvant de pénétrer dans tous les morceaux de fève et d'en extraire ainsi l'huile.

➤ **Séchage**

Il est souhaitable de sécher l'huile pour avoir moins de 0,1 % d'humidité, il se fait toujours par pulvérisation de l'huile chauffée à 80 - 90°C dans une enceinte sous un vide de l'ordre de 50 mm de mercure [40].

b.Extraction chimique par solvant

Le solvant le plus utilisé est l'hexane. Le principe de cette opération consiste à faire circuler à contre-courant dans l'extracteur le tourteau avec l'hexane. Le mélange ainsi obtenu (huile-hexane) est débarrassé du solvant au moyen d'une distillation. On reprend cette opération sur le tourteau afin d'extraire le maximum d'huile. A la fin, le solvant est récupéré pour de nouvelles utilisations, alors que le tourteau est valorisé en tant que nourriture pour les animaux [41].

➤ **L'hexane (solvant privilégié pour l'extraction des graines oléagineuses)**

L'hexane est aujourd'hui le seul solvant employé industriellement pour l'extraction des huiles végétales. Il a été sélectionné depuis de nombreuses années pour ses propriétés apolaires qui lui confèrent une grande affinité pour les lipides. En outre, il présente l'avantage d'être très sélectif vis-à-vis des huiles et d'avoir une chaleur latente de vaporisation assez faible (330 kJ/kg) ce qui permet de l'évaporer facilement, de façon très poussée, et pour un coût énergétique limité. Le recours à l'hexane dans le procédé de trituration des graines oléagineuses, permet d'assurer un rendement d'extraction de l'ordre de 97 % contre seulement 89 % par recours aux seuls moyens mécaniques.

Cependant l'hexane est susceptible d'être remis en question en raison de sa toxicité sur le système nerveux et de son inflammabilité. C'est une substance dangereuse présentant plusieurs classifications : facilement inflammable, reprotoxique de catégorie 3, nocif, irritant et dangereux pour l'environnement. De fait, la toxicité de l'hexane donne obligatoirement lieu à la mise en place de précautions particulières (notamment le travail en zone à risque d'explosions) lors de sa mise en œuvre par une main-d'œuvre industrielle. En effet, une exposition à long terme à l'hexane est susceptible de causer une atteinte du système nerveux central et des troubles de la fertilité. Enfin, rappelons que son utilisation pour l'extraction des huiles et corps gras est réglementée en termes de quantité d'hexane consommé par tonne de graines triturées.

Malgré l'optimisation de ses conditions d'utilisation, la recherche d'alternatives se développe. Les nouvelles voies explorées se situent notamment dans la recherche de solvants de substitution.

En France, l'agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie (ADEME) a publié un rapport le 21 janvier 2011 analysant la situation de toutes les industries émettrices de composés organiques volatils en vue d'identifier les actions à

réaliser pour lever les freins s'opposant à leur substitution. Pour la trituration des graines oléagineuses, il a été établi qu'il n'existait pas de technologie ayant des performances comparables à celle mettant en œuvre de l'hexane et qu'il était préconisé de mettre en place des programmes de R & D en partenariat entre équipementiers, centres techniques et utilisateurs. Le recours à des solvants moins volatils que l'hexane figure parmi les pistes de recherche suggérées [42, 43].

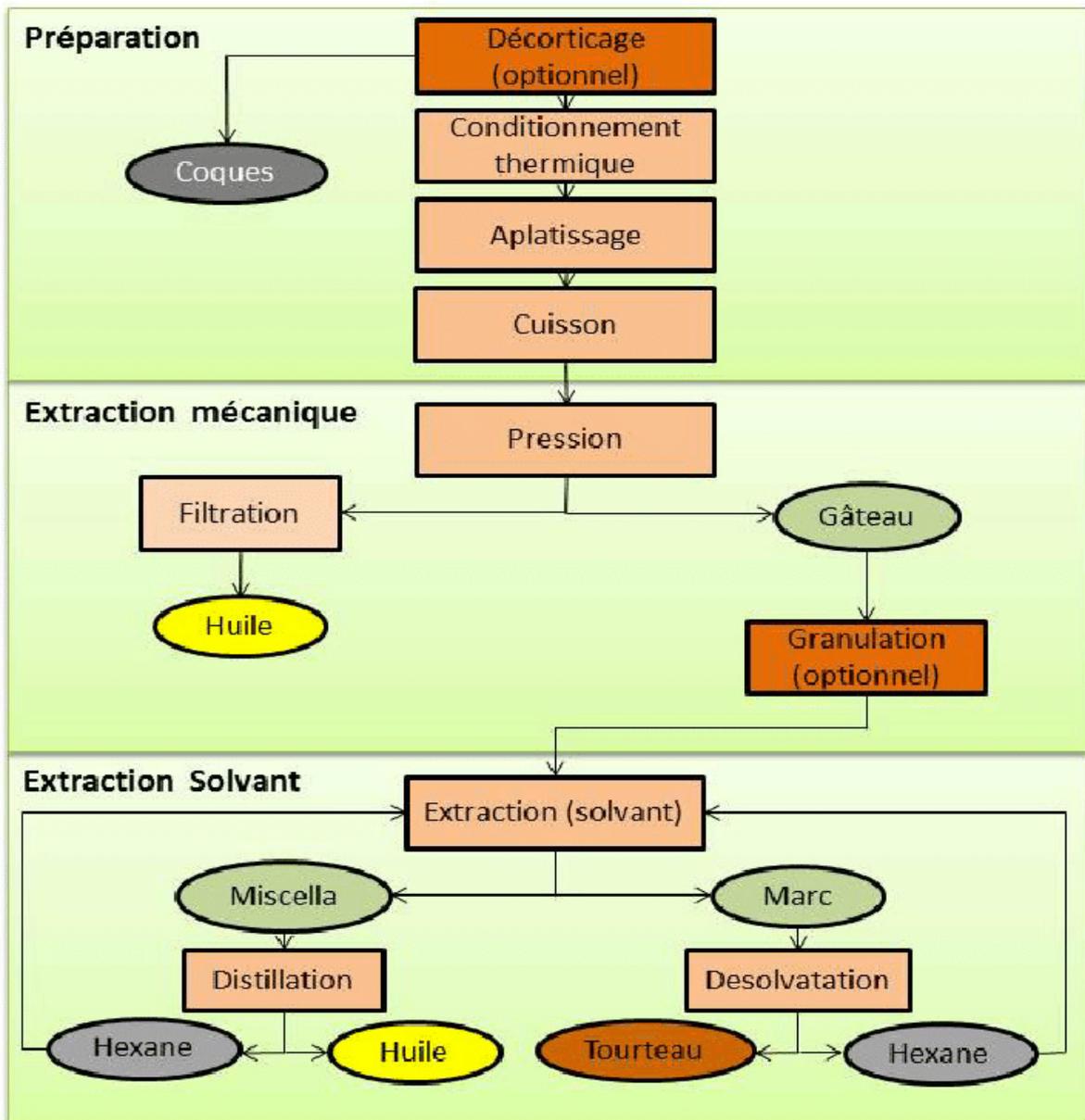


Figure II.3 : Opérations unitaires du procédé de trituration de graines oléagineuses.

II.4. Définition d'huile de soja

L'huile de soja appelée également soya oïl est l'huile alimentaire la plus consommée à travers le monde. Onctueuse, légère et de couleur jaunâtre, elle provient de l'extraction de la fève de soja.

➤ **Composition d'huile de soja**

L'huile de soja contient de la lécithine, elle comporte également un fort taux d'acides gras polyinsaturés, acide linoléique (W6) et alpha linoléique (W3) qui sont indispensables à l'organisme humain. L'huile de soja est en revanche assez pauvre en vitamine (A). Ce liquide ne présente aucun taux de cholestérol, car c'est une huile végétale [44].

a. Composition en acides gras

La teneur en acide gras insaturés d'huile de soja étant très élevé, les molécules de triglycérides contiennent au moins deux acides gras insaturés comme le montre la figure suivante.

Tableau II.2: Composition d'huile de soja en acides gras.

Acides gras saturés	% Acides gras totaux	Acides gras insaturés	% Acides gras totaux
Acide myristique	<0.2	Acide palmitoleique	<0.2
Acide palmitique	[8-13]	Acide oléique	[17-26]
Acide stéarique	[2-5]	Acide linoléique	[50-62]
Acide arachidique	<1.2	Acide linoléique	[4-10]
Acide béhénique	<0.5	Acide arachidonique	<0.4

b. Constituants mineurs

b.1. Insaponifiable

La partie insaponifiable de l'huile de soja présente 1.6 % dans l'huile brute et (0.6 % à 0.7 %) dans l'huile raffinée. Elle se compose essentiellement de stérol (250-418 mg/ 100g de corps gras) et de tocophérol (80-167 mg/ 100g de corps gras) [38]

b.2. Phosphatides

Ils se présentent dans l'huile sous deux formes :

➤ **Hydratables**

En particulier la phosphatidylcholine (30%) et la phosphatidyléthamine (30%).

➤ **Non hydratables**

Des sels de calcium de magnésium des acides phosphatiques et des phosphatidylinositols (40%).

Et d'autres constituants mineurs d'huile de soja sont donnés dans le tableau II.2 [45].

Tableau II.3 : Autres constituants mineurs d'huile de soja.

Nature	Composés
Lipidique	- Glycérides partiels - Acides gras libres
Glucidique	-Sucres libres et glycolipides
Lons métalliques	-fer (Fe), cuivre (Cu), Calcium, Magnésium
Pigments colorants	-Caroténoïdes, chlorophylle et autres pigments
Produits oxydés	Aldéhydes, cétones, peroxyde
Autres	-Composés odorants -Matières insaponifiables (hydrocarbonés, alcools triterpéniques, stérols) - Tocophérols.

III. Historiques et origine de tournesol

Le tournesol est une plante oléagineuse annuelle dont le nom scientifique est *Helianthus annuus*, appartient à la famille des astéracées. Originnaire d'Amérique du nord, cultivé par les Indiens, Ce n'est qu'au XVIII^e siècle (18^e siècle) que son intérêt en tant qu'oléagineux est mentionné en Europe (à Londres).

L'appellation tournesol provient de sa tendance à se tourner vers le soleil pendant la journée, alors que son nom scientifique fait référence à la forme caractéristique de son

inflorescence. En Algérie, sa culture n'existe même pas, mais il reste qu'un projet de plantation est en cours d'études par **Cevital** pour les années prochaines [46, 47, 48].

III.1. La plante de tournesol

C'est une plante dicotylédone, mono tige, portant un grand capital comme le montre la Figure II.4. La plante est annuelle photo tropique et peut atteindre une hauteur de 1 à 3 m, sa fleur contient plusieurs graines dont chacun de ses graines en fait un fruit sec, akène de forme allongée et légèrement aplatie. Le cœur de la fleur mature contient des milliers de petites graines riches en huile et qui sont destinées essentiellement à l'alimentation humaine [49, 50].



Figure II.4: Plante de Tournesol.

III.2. Caractéristiques des graines de tournesol

L'akène de tournesol, ce que nous nommons communément "graine", est généralement constitué d'une amande et d'une coque ou d'un péricarpe comme le montre la Figure II.5, La dimension de cette graine varie selon la variété, de 7 à 25 mm de longueur et de 4 à 13 mm de largeur, leur poids est compris entre 30 et 80 g pour 1000 graines, un akène entier contient [51] :

- **Une coque**

Qui constitue 18 à 35% du poids total de la graine rapporte que la proportion de coque dans la graine de tournesol riche en huile ($\pm 23\%$) est plus faible que dans la graine pauvre en huile ($\pm 43\%$) la proportion est d'environ 230 g de coque par kg de graine [52].

- Une amande

Qui est formée par une membrane diaphane, un endosperme et un embryon comprenant deux cotylédons, dont les cellules sont remplies de globules d'huile et de corpuscules protéiques, la graine de tournesol est ainsi essentiellement constituée de lipides, de protéines, d'une fraction ligno-cellulosique et de polysaccharides non cellulosiques [53].

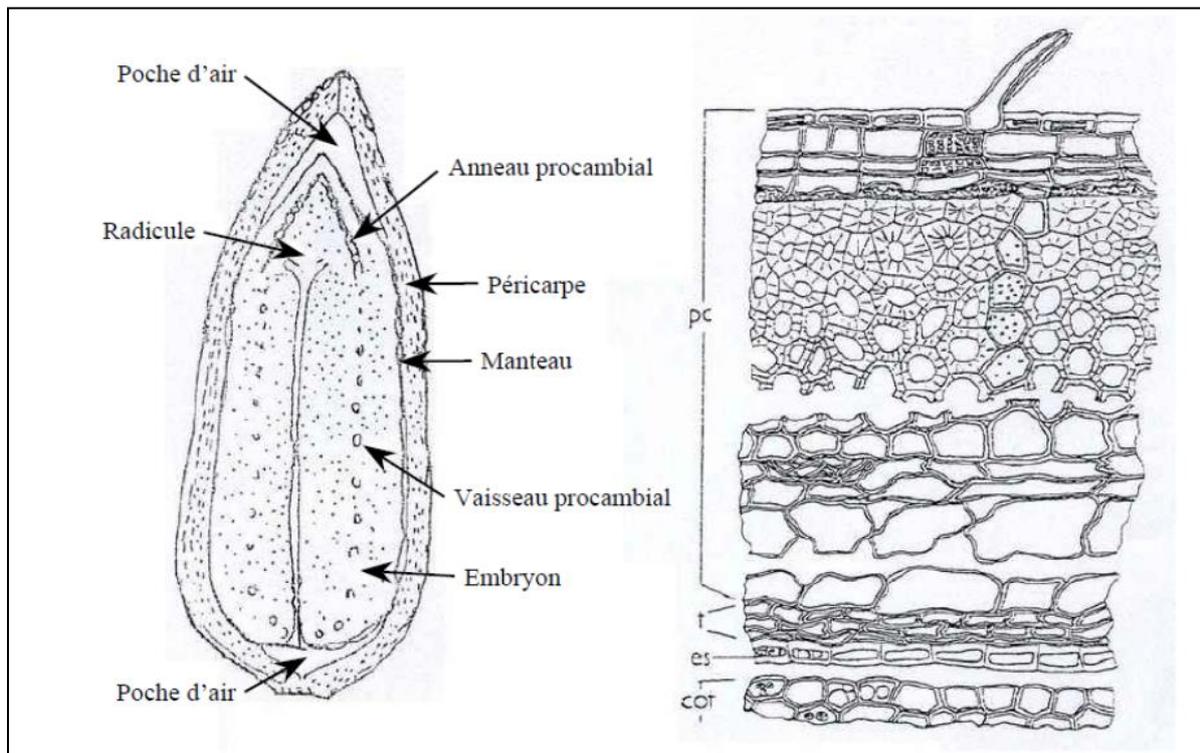


Figure II.5 : Graine de tournesol et coupe transversale du péricarpe, du tégument séminal, de l'endosperme et des cotylédons.

III.3. Procédés d'extraction d'huile de tournesol

A partir des graines de tournesol on obtient, par pression ou par extraction aux solvants, une huile fluide qui a un léger goût de noisette, Celle-ci a des propriétés diététiques intéressantes, elle contient environ 90% d'acides gras insaturés, dont 60 à 65% sont des acides gras essentiels, en particulier l'acide linoléique. L'ensemble des traitements d'obtention de l'huile de tournesol est dénommé «la trituration ». Ce dernier comprend les étapes suivante set schématisé dans la figure II.6 [54] :

➤ **Décorticage**

Les graines de tournesol nécessitent d'être décortiquées et dépelliculées (séparation de l'amande et la coque) avant d'entamer l'extraction, L'intérêt de ces opérations est éliminé les matières de faible valeur nutritionnelle pour l'alimentation animale et de faciliter éventuellement les traitements suivants. Par une série d'opération mécanique Décortiqueur à couteaux.

➤ **Nettoyage**

Les graines de tournesol décortiquées sont nettoyées par tamisage, ventilation et passage sur des électro-aimants.

➤ **Broyage et laminage**

Cette opération a pour but de réduire les graines entières en petites fractions de granulométrie optimale, elle s'effectue sur des broyeurs lamineurs à cylindres lisses ou cannelés.

➤ **Cuisson**

Cette opération assure la préparation de la pâte en vue d'en faciliter la sortie de l'huile, de plus ce traitement thermique (90 °C à 100°C) favorise la destruction de certaines substances thermolabiles qui sont dans la graine et nuisent à la qualité de l'huile et du tourteau.

➤ **Pression**

Cette pression, qui s'effectue dans des presses à vis, en continu ou des expeller permet de séparer d'une part l'huile et d'autre part un résidu solide ou tourteau.

➤ **Extraction par solvant**

Le tourteau gras expeller contient encore 10 à 25% d'huile, Il est économiquement indispensable de récupérer cette huile afin d'avoir un tourteau aussi bien déshuilé que possible. L'extraction se fait à l'aide d'un solvant volatil, le plus souvent l'hexane. Le tourteau désolant ne contient plus que 1 à 2,5 % d'huile [54].

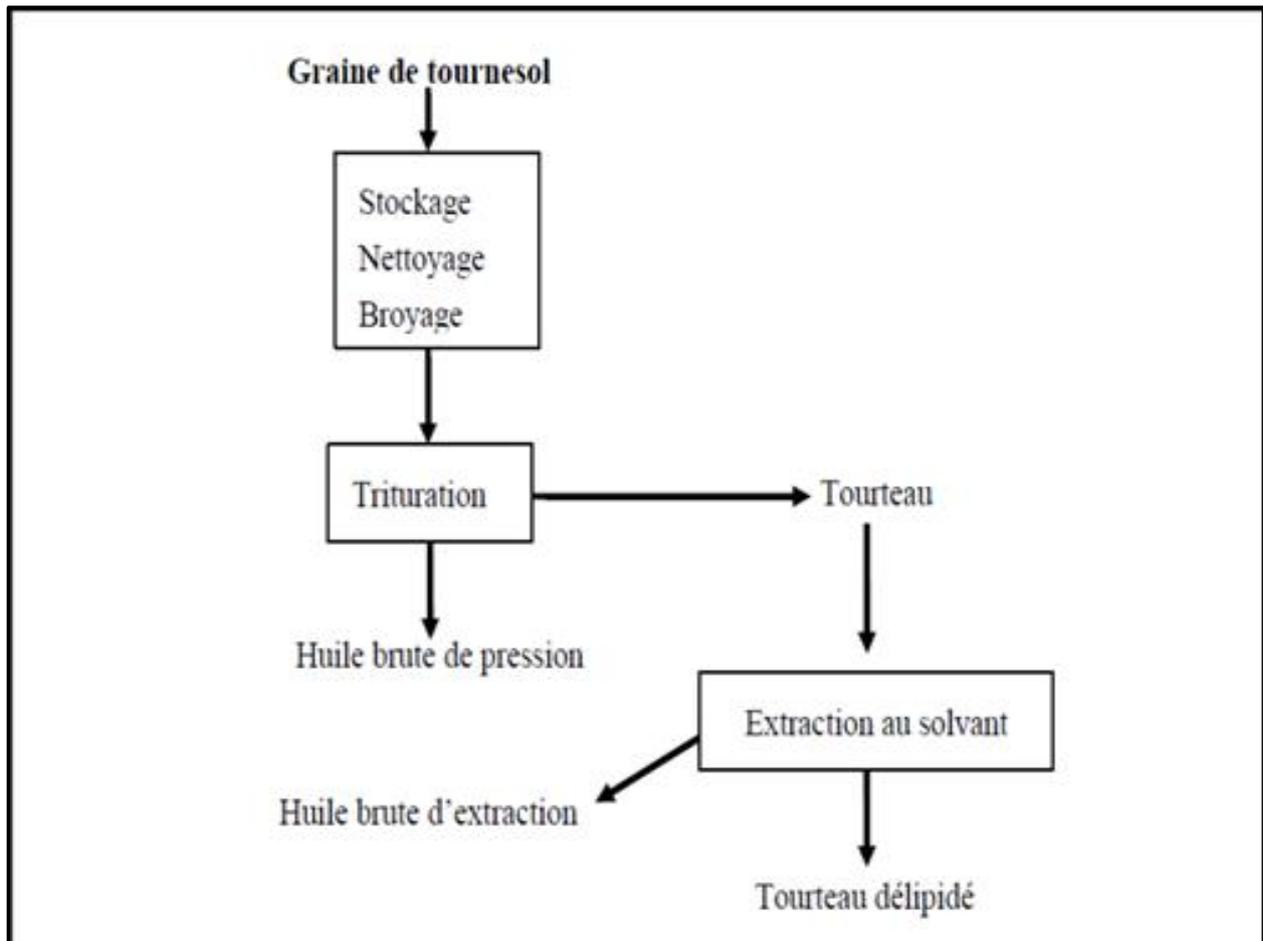


Figure II.6: Extraction d'huile de tournesol.

III.4. Classification de l'huile de tournesol

➤ Huile de tournesol classique

Il est composé essentiellement de : 12% des acides gras saturés. 21% des acides gras mono insaturés dont 19.7% d'acide oléique. 67% des acides gras polyinsaturés comprenant essentiellement d'acide linoléique [49].

➤ Huile de tournesol oléique

Des variétés de tournesol riches en acide oléique, ont fait leur apparition en culture dans les années 90, Ces variétés qui contiennent jusqu'à 90% d'acide oléique, ont une composition bien distincte de celle de l'huile de tournesol classique, l'huile de tournesol oléique comprend en effet : 9% des acides gras saturés. 75 à 90% des acides gras mono insaturés, essentiellement acide oléique. 13% des acides gras poly insaturés, essentiellement acide linoléique.

➤ **Huile de tournesol vitaminée**

Les composés mineurs de cette huile sont de nature très diverse, elles comprennent notamment des grandes quantités de tocophérols, (environ 73 mg pour 100g d'huile), Or α -tocophérol (contenu à près de 61 mg pour 100g d'huile), en plus de vitamine (E), on trouve d'autres vitamines liposolubles avec une petite quantité (vitamine A, D et K) [49].

III.5. Composition d'huile de tournesol

L'huile de tournesol comme toutes les huiles végétales se compose essentiellement de triglycérides (98-99%), d'acides gras et d'une faible proportion de substances diverses regroupées sous le terme d'insaponifiables, tels que les hydrocarbures, les alcools, et tocophérols[55].

➤ **Composition en cires**

Les teneurs en cires à chaînes courtes qui interfèrent avec les esters solubles varient comme suite:

- Cas de l'huile brute : entre 50 à plus de 1500 ppm;
- Cas de l'huile décirée: entre 20 à 30 ppm.

Tableau II.4: Composition en acides gras de l'huile de tournesol.

Acide gras	Nature	Pourcentage d'AG
Acide palmitique	C ₁₆ :0	5-7
Acide palmitoléique	C ₁₆ :1	<0,4
Acide stéarique	C ₁₈ :0	4-6
Acide oléique	C ₁₈ :2	15-25
Acide linoléique	C ₁₈ :3	62-70
Acide linoléique	C ₁₆ :3	<0,2
Acide arachidonique	C ₂₀ :0	<1
Acide gadoléique	C ₂₀ :1	<0,5
Acide behénique	C ₂₀ :2	<1

Tableau II.5 : Concentration en TG d'huile de tournesol.

Nature de TG	Teneur en (%) des TG
Triolilinoléine	36,3
Oléodilinoléine	29,1
palmitodilinoléine	11,3
Palmitolinoléine	4
Dipalmitolinoléine	0,5
Trioléine	0,6
Stéaroléolinoléine	2,1
Palmitodioléine	0,4
Dipalmitodioléine	0,7
Tripalmitine	0,5
Diléolinoléine	6,5
Stéarodilinoléine	7,5

Tableau II.6 : Teneur en insaponifiables de l'huile de tournesol.

Insaponifiables	Concentration (mg/100g de CG)
Teneur en stérols	5.5-325
teneur en tocophérols	44-120
teneur en hydrocarbures	15-20
teneur en alcools	100

IV. Le raffinage

Le raffinage constitue une étape clé de la technologie de production des huiles, il permet d'obtenir une qualité conforme aux exigences des différents utilisateurs : alimentation humaine, animale, cosmétique. Le raffinage est un processus technologique qui consiste à faire subir à l'huile brute un certain nombre de traitements pour la transformer en un produit d'aspect engageant. Il permet en effet l'obtention d'huile neutre non peroxydée, peu coloré et désodorisée et d'une garantie de pureté [56].

IV.1. Le but de raffinage

L'objectif principal du raffinage d'une huile est de réduire son contenu en éléments mineurs non triglycéridiques (phospholipides, métaux, acides gras libres, savons, pigments, produits d'oxydation...) qui ont un effet néfaste sur sa qualité en termes de stabilité oxydative. Il convient, par ailleurs, de ne pas endommager la fraction triglycéridique (polymérisation, trans-isomérisation...etc.) et de conserver un maximum de constituants reconnus comme bénéfiques (tocophérols, tocotriénols, stérols, etc.). Le raffinage des huiles brutes est donc obligatoire pour fournir un produit d'aspect engageant, neutre de goût, résistant à l'oxydation, adapté à l'emploi désiré et débarrassé de ses substances toxiques ou nocives [51].

IV.2. Types de raffinage

Il existe 3 grands types de raffinage :

- Le raffinage chimique
- Le raffinage physique
- Le raffinage enzymatique

Dans le 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 (cas de l'huile de soja). Dans le raffinage physique, les acides gras libres sont éliminés par distillation à température élevée. Dans le raffinage enzymatique c'est une nouvelle méthode qui utilise des enzymes pour transformer les phospholipides non hydratés et hydratés en lyso-phospholipides pouvant être éliminés par centrifugation [41].

IV.3 Raffinage chimique d'huile de soja au niveau de Cévital spa

IV.3.1. Dégommage et neutralisation

L'huile brute de soja est pompée du bac de stockage vers la section de neutralisation à chaud puis chauffée à une température de (90 à 95°C). Le mélange d'huile avec l'acide citrique s'effectue au niveau du mélangeur M₁, après un court contact, le mélange est introduit dans un réacteur où s'effectue le brasage pendant un temps de (20-30) min pour que l'acide citrique rentre en réaction avec les phospholipides non hydratés et les convertit en phospholipides hydratés éliminés aisément avec l'eau comme le montre la figure (II.7). Le mélange huile de soja/acide citrique ou acide phosphorique /soude passe par le premier séparateur dont le but est de séparer l'huile (phase légère) des pâtes de neutralisation (phases lourde) par centrifugation. La phase lourde est envoyée vers les bacs des pâtes puis vers la section décomposition pour la récupération des huiles acides et déterminer les pertes en huile, puis l'huile séparée subit un pré-lavage et passe au séparateur S₂ pour éliminer les traces de savon et l'eau de lavage.

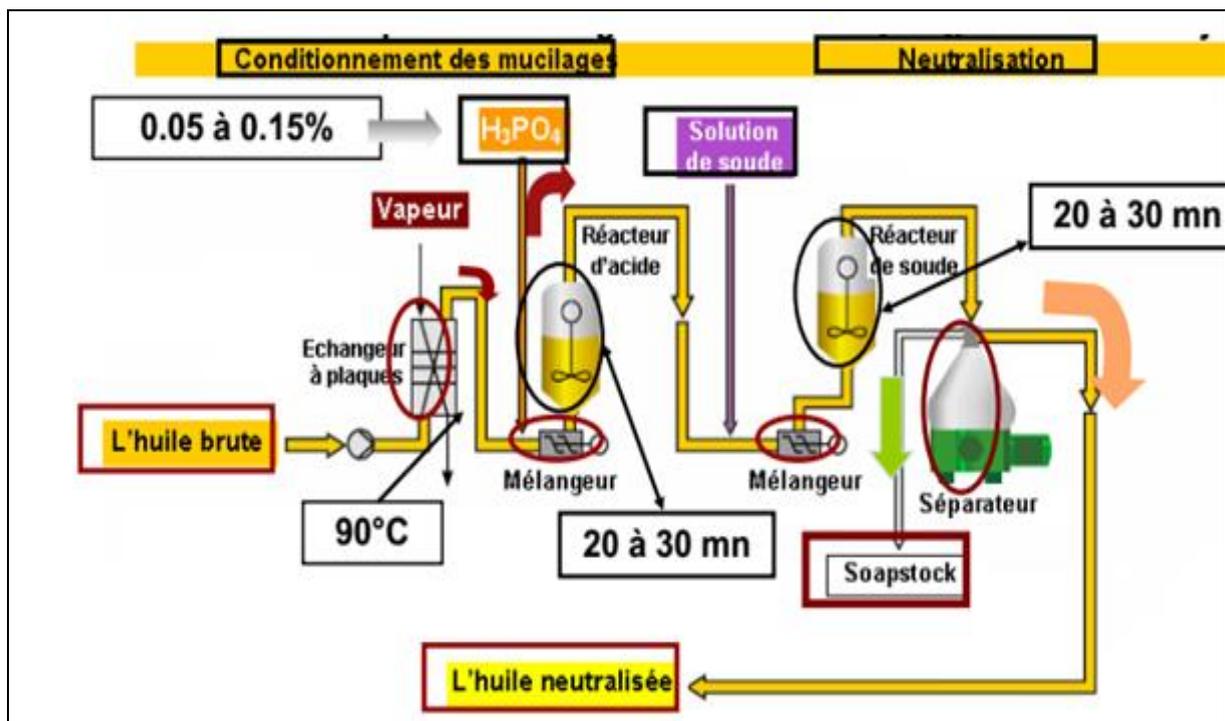


Figure II.7 : Démucilination et neutralisation à chaud.

IV.3.2. Lavage et séchage

L'huile neutralisée est acheminée vers le réchauffeur-laveur avec une température (90 à 100°C) et une pression sous un vide de (50 à 60 mbar) ou elle est réchauffée et lavée avec de l'eau et de l'acide citrique afin d'éliminer l'excès de soude. Ensuite le mélange passe par un dernier séparateur S₃ afin d'éliminer les eaux de lavage. Ensuite dans un sécheur pour éliminer l'humidité. Le séchage est effectué sous vide (62-65 mbar) et à une température de (90 à 100°C) qui est orientée vers un décanteur ou un florentin ou la quantité d'huile entraînée est récupérée tandis que les eaux de lavage seront envoyées vers la section d'épuration comme le montre la Figure (II.8).

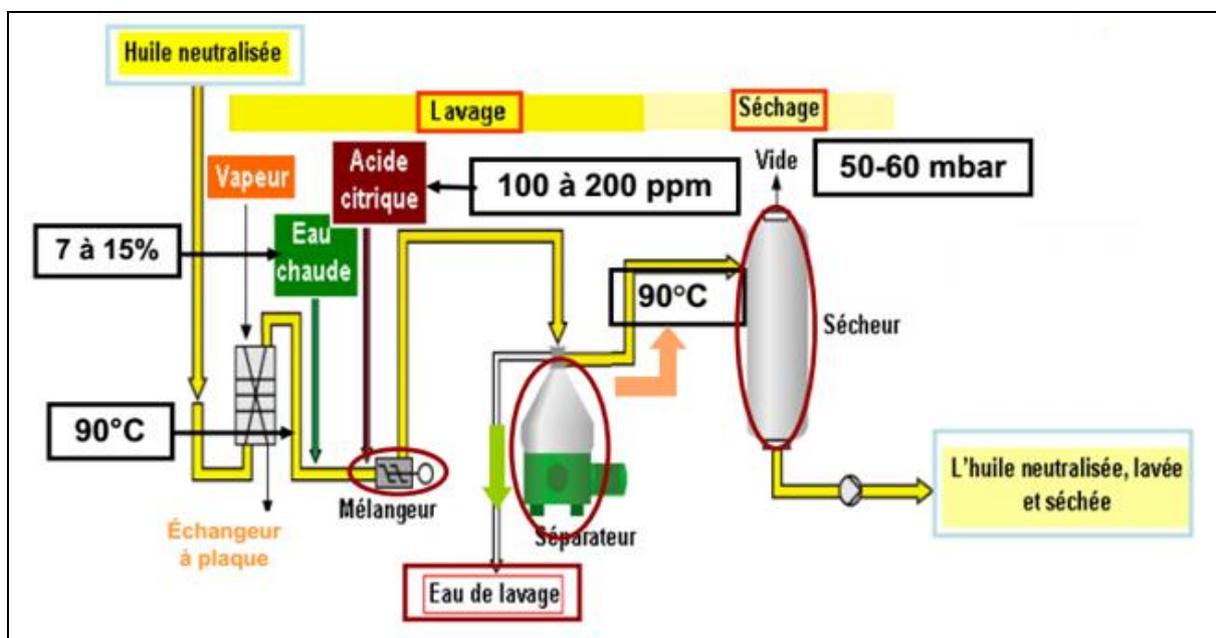


Figure II.8 : Lavage et séchage des huiles neutralisées.

II.3.3. Décoloration et filtration

L'huile sortante du lavage et séchage va subir un premier chauffage dans un économiseur (huile neutralisée /huile désodorisée) à une température de 100 °C, afin de casser les traces de savons, on injecte une solution d'acide citrique après un mélange rapide de l'huile passe dans un bac où elle sera mélangée avec la terre décolorante mesurée grâce à une pompe doseuse qui se trouve en haut de l'appareil. Le mélange ainsi homogénéisé entre dans un décolorateur (Réacteur) maintenu sous un vide de (50 à 60 mbar), et d'une température de 105°C assurée grâce à des serpentins où elle circule la vapeur comme le montre la figure II.9.

La suspension huile/terre décolorante passe dans des filtres Niagara qui fonctionnent en alternance pour la débarrasser des terres décolorantes.

L'huile sortante des filtres Niagara entre dans un bac intermédiaire grâce à une pompe : l'huile passe par des filtres à criquets puis par des filtres à poches pour capter d'éventuels grains de terres comme le montre la figure (II.10).

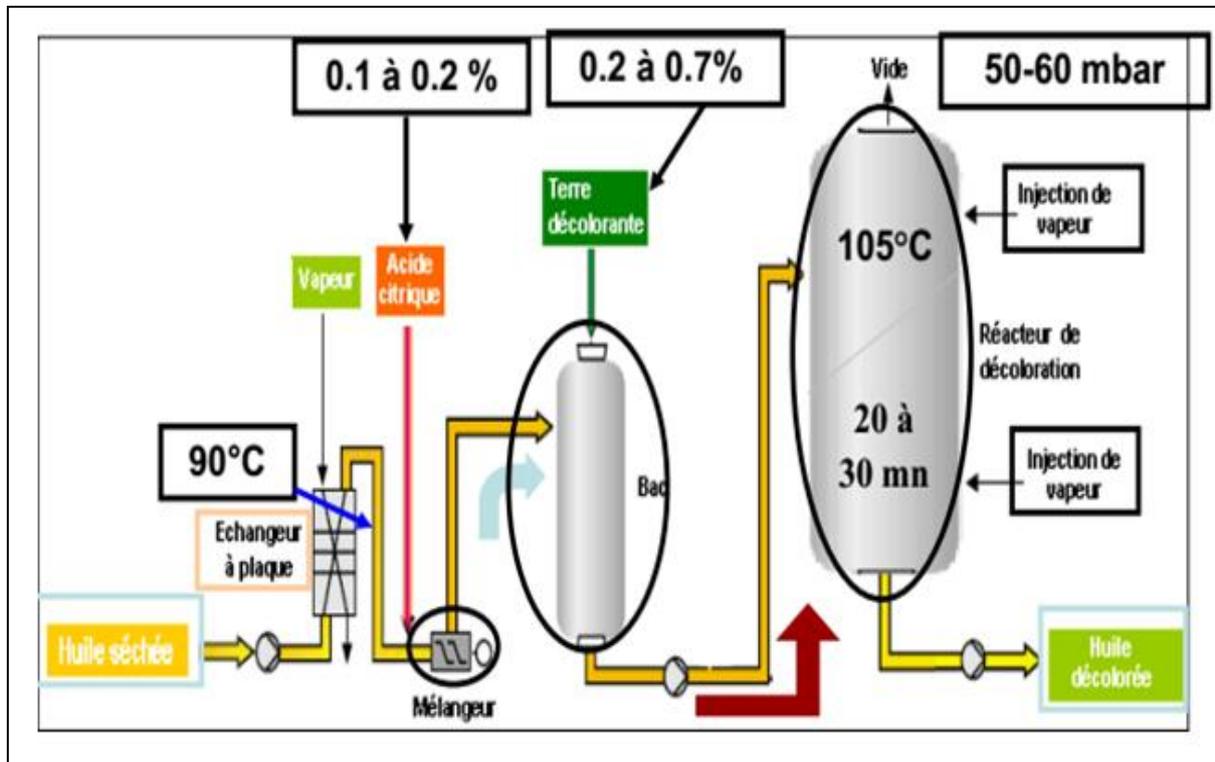


Figure II.9 : Décoloration de l'huile séchée.

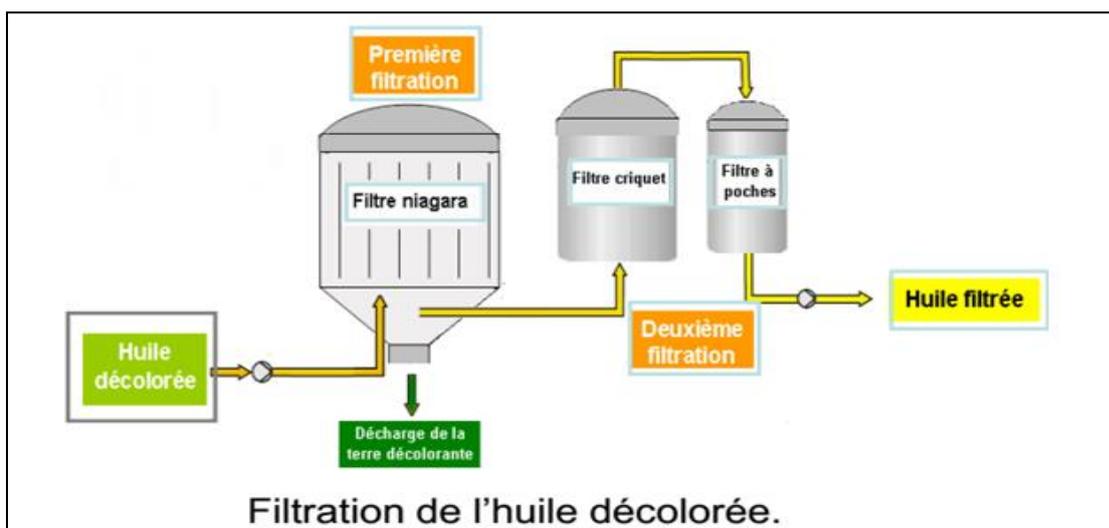


Figure II.10 : Filtration de l'huile décolorée.

IV.3.4. Désodorisation

L'huile décolorée est envoyée vers la section de désodorisation, où elle entre dans un économiseur de vapeur ou elle atteint les 190°C. Cette dernière entre ensuite dans un réchauffeur à vapeur pour atteindre cette fois les (240-245°C), l'huile ainsi chauffée rentre dans la colonne de désodorisation qui est sous un vide de (2-3 mbar) pour assurer l'évacuation des substances volatiles (aldéhydes, cétones) et des AGL qui sont récupérés par condensation en haut de la colonne grâce à un système de pulvérisation par des AG déjà refroidis. L'huile désodorisée est filtrée à poche et refroidie à (30-40°C) à l'aide d'un refroidisseur à plaque comme est montré sur la figure (II.11). Enfin l'huile raffinée est acheminée vers des bacs de stockage spécifiques puis vers l'unité de conditionnement.

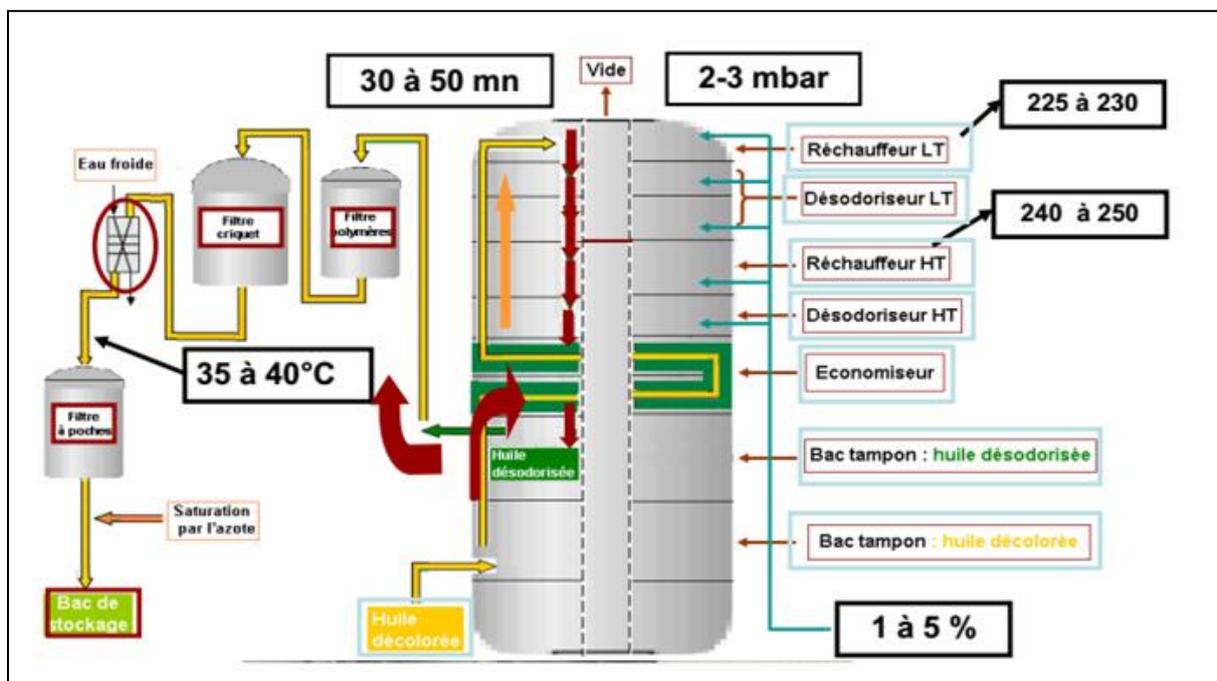


Figure II.11: Désodorisation de l'huile décolorée.

IV.4. Raffinage chimique à froid de l'huile de tournesol au niveau de Cévital spa

IV.4.1. Démucilagination et neutralisation

Au niveau de complexe **Cévital** la Neutralisation à froid, procédé spécifique d'huile de tournesol, elle s'effectue comme suite Figure II.12 :

L'huile brute est filtrée à l'aide des filtres à brosse, l'acide citrique est injecté à des doses et des concentrations voulues, la solution huile/acide est mélangée dans un homogénéisateur. Le mélange obtenu séjourne dans un réacteur à (20 à 25min) pour que

l'acide citrique rentre en réaction avec les phospholipides non hydratés, l'huile ensuite subit un refroidissement entre 7 et 9°C à l'aide d'un échangeur thermique dans lequel circule une eau glycolée, avant d'être neutralisée avec une solution de la soude caustique à des doses et concentrations voulues. Le mélange passera dans des cristalliseurs dotés d'un système de refroidissement, pour cristalliser progressivement les cires, pendant un temps de rétention de 4 à 6 heures. Puis un préchauffage de (18 à 22 °C) à l'aide d'un échangeur thermique. Enfin le mélange subit une séparation dans des centrifugeuses (séparateurs) dans le but d'obtenir une :

- Phase légère : huile neutralisée.
- Phase lourde : la pâte de neutralisation (trace de savon, phospholipides, métaux lourds, cires etc..).

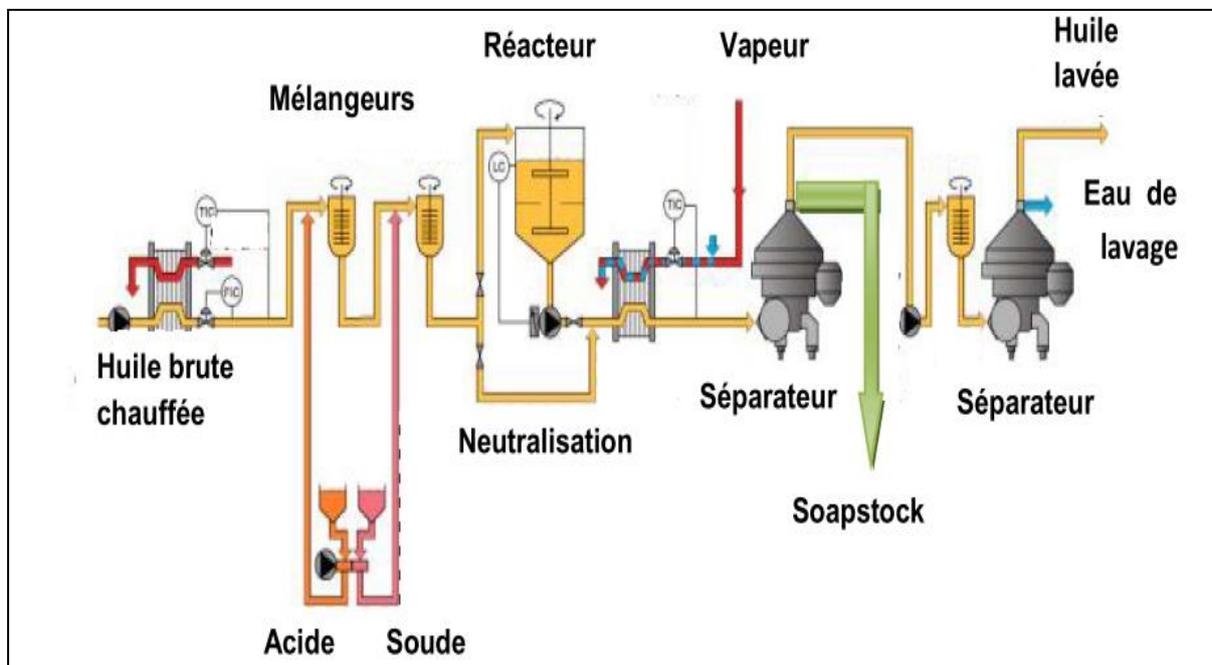


Figure II.12 : Dégomme et neutralisation de l'huile de tournesol.

IV.4.2. Lavage et Séchage

L'huile neutralisée subit un lavage pour éliminer les traces de savon et d'autres impuretés restantes. Elle s'effectue comme suit :

L'huile neutralisée est chauffée à l'aide d'un échangeur thermique à vapeur (80 à 90°C), avant de recevoir une injection d'eaux chaudes, l'huile neutralisée et l'eau sont mélangées dans un contacteur. Le mélange passe dans un séparateur à fin d'obtenir deux phases :

- Phase légère : l'huile humide.
- Phase lourde : l'eau de lavage, traces de savons.

Ensuite l'huile humide entre dans un sécheur pour éliminer l'humidité. Le séchage est effectué sous vide dans le but d'obtenir une huile neutralisée lavée et séchée (figure II.13).

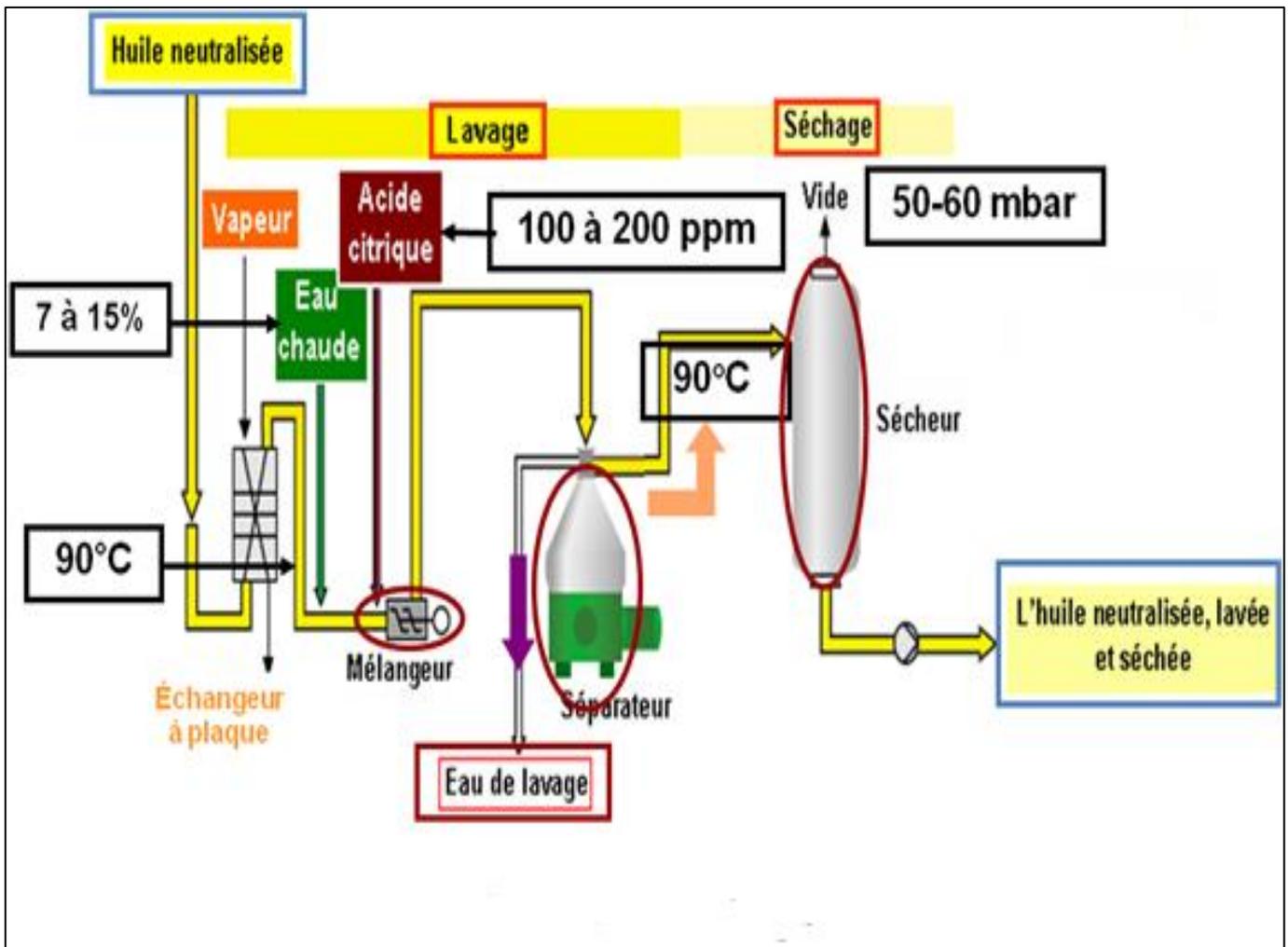


Figure II.13: Lavage et séchage de l'huile neutralisée.

IV.4.3. Décoloration

L'huile lavée et séchée, subit un premier chauffage à l'aide d'un échangeur de chaleur (90 °C à 100 °C). Puis une injection d'acide citrique à l'aide d'une pompe doseuse, Le mélange est mis en contact avec de la terre décolorante afin d'éliminer les pigments colorés où il est maintenu à une pression de (50 à 60 mbar)et une température de 105°C pendant 20 à 30 minutes pour volatiliser les pigments (figure II.14).

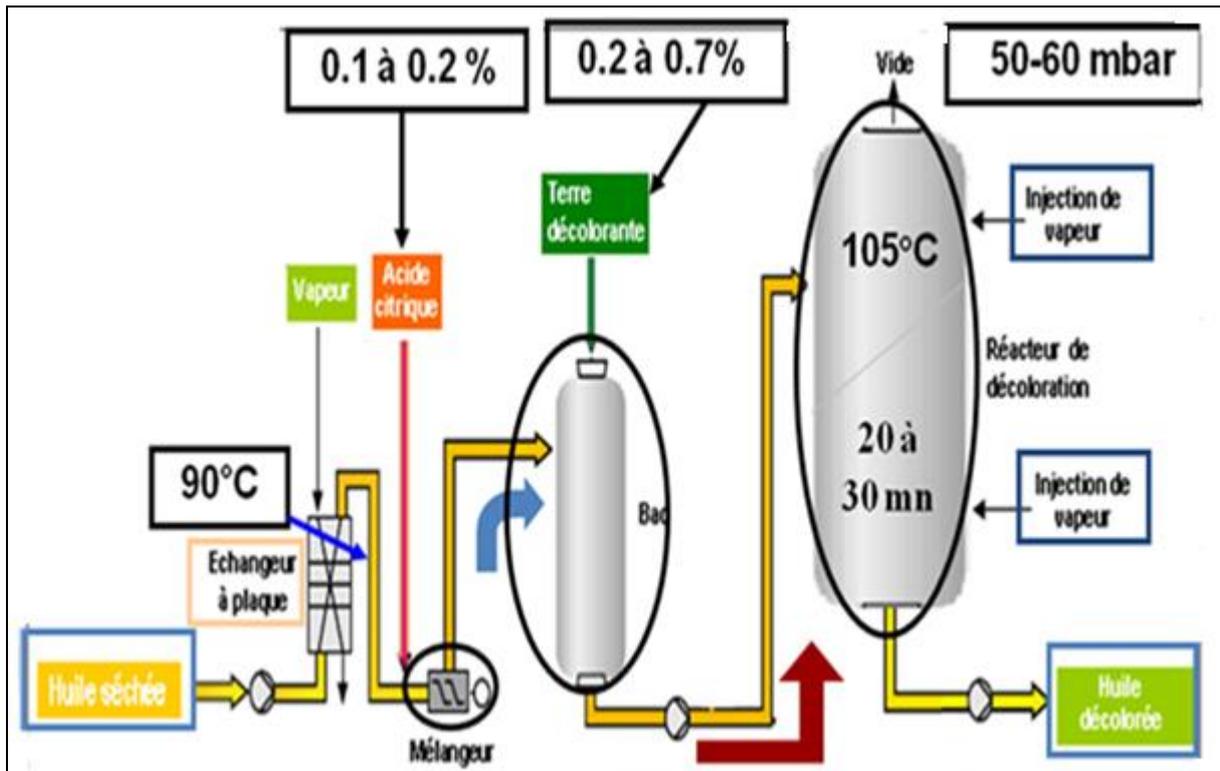


Figure II.14: Schéma de décoloration de l'huile de tournesol.

IV.4.4. Filtration

Le mélange (huile et terre décolorante) est envoyé à l'aide d'une pompe vers des filtres (NIAGARA) puis vers les filtres à (CRICKETS) et en fin vers des filtres à (POCHE), pour éliminer complètement la terre décolorante figure II.15.

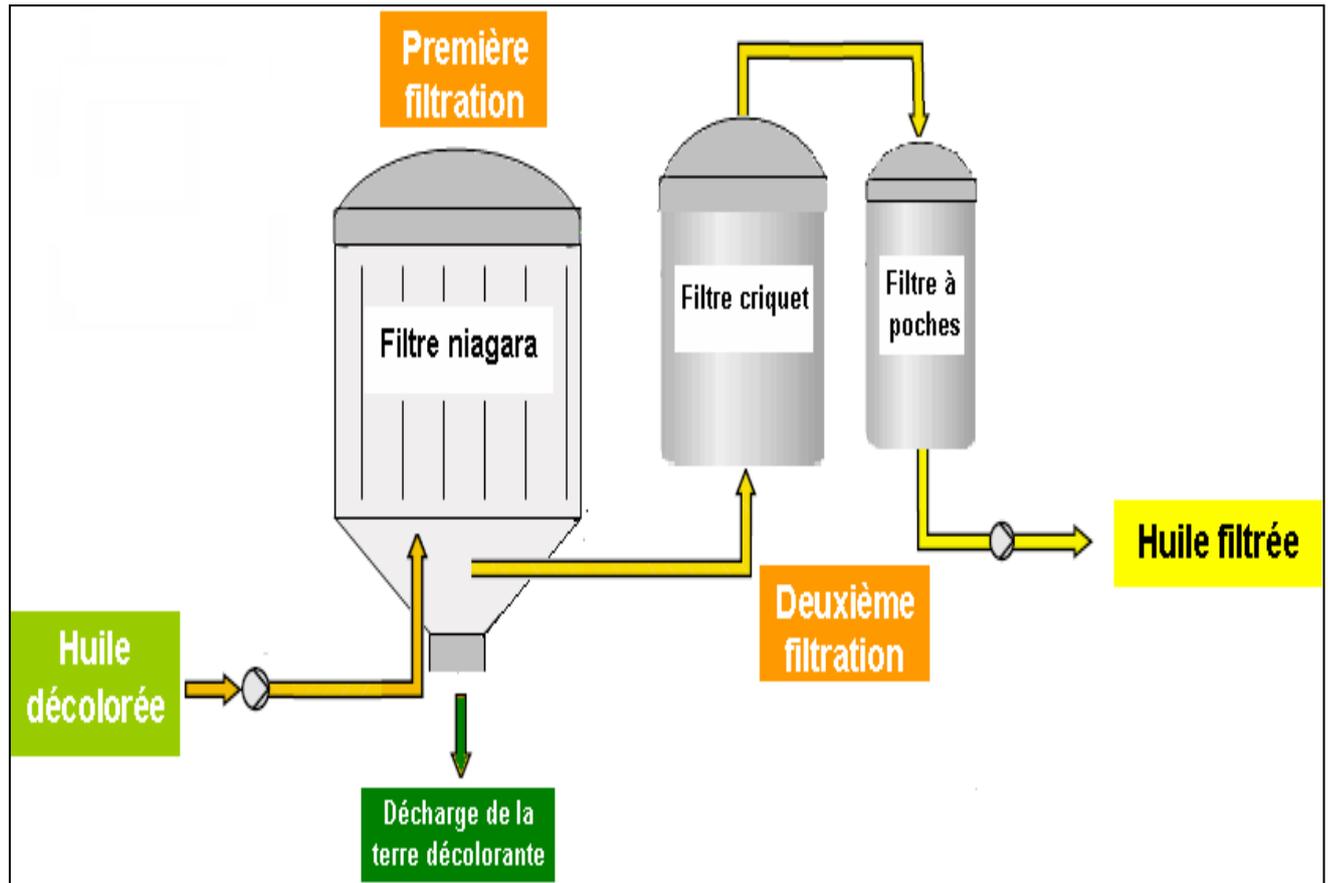


Figure II.15: Filtration de l'huile décolorée.

IV.4.5. Désodorisation

L'huile décolorée est chauffée à l'aide d'un premier économiseur (échangeur thermique où l'huile désodorisée joue le rôle du fluide de chauffage) puis un deuxième économiseur ensuit à l'aide d'un échangeur de chaleur à 190°C.

A l'aide des autres économiseurs installés au haut de la colonne de désodorisation (fonctionne sous vide de 2-3 mbar), l'huile se chauffe pour atteindre (240-260°C°).

Le mécanisme de désodorisation est réalisé avec un système de débordement pour assurer le temps nécessaire à l'opération de barbotage par l'injection de la vapeur sèche à travers des serpentins installé à l'intérieur de la colonne de désodorisations.

Les composés volatiles tels que (les cétones, les aldéhydes et les AGL...) sont condensés au haut et en bas de la colonne à l'aide d'un échangeur de chaleur doté d'un système de refroidissement. L'huile désodorisée est refroidie à l'aide d'un économiseur installé au bas de la colonne.

L'huile désodorisée est envoyée vers les filtres polymères pour éliminer les résidus, l'huile est ensuite refroidie et acheminée envers les filtres à poche puis vers les filtres à criquet. Et à l'aide d'une pompe doseuse on injecte l'azote et l'acide citrique dans l'huile désodorisée et filtrée pour éviter son altération pendant le stockage (figure II.16).

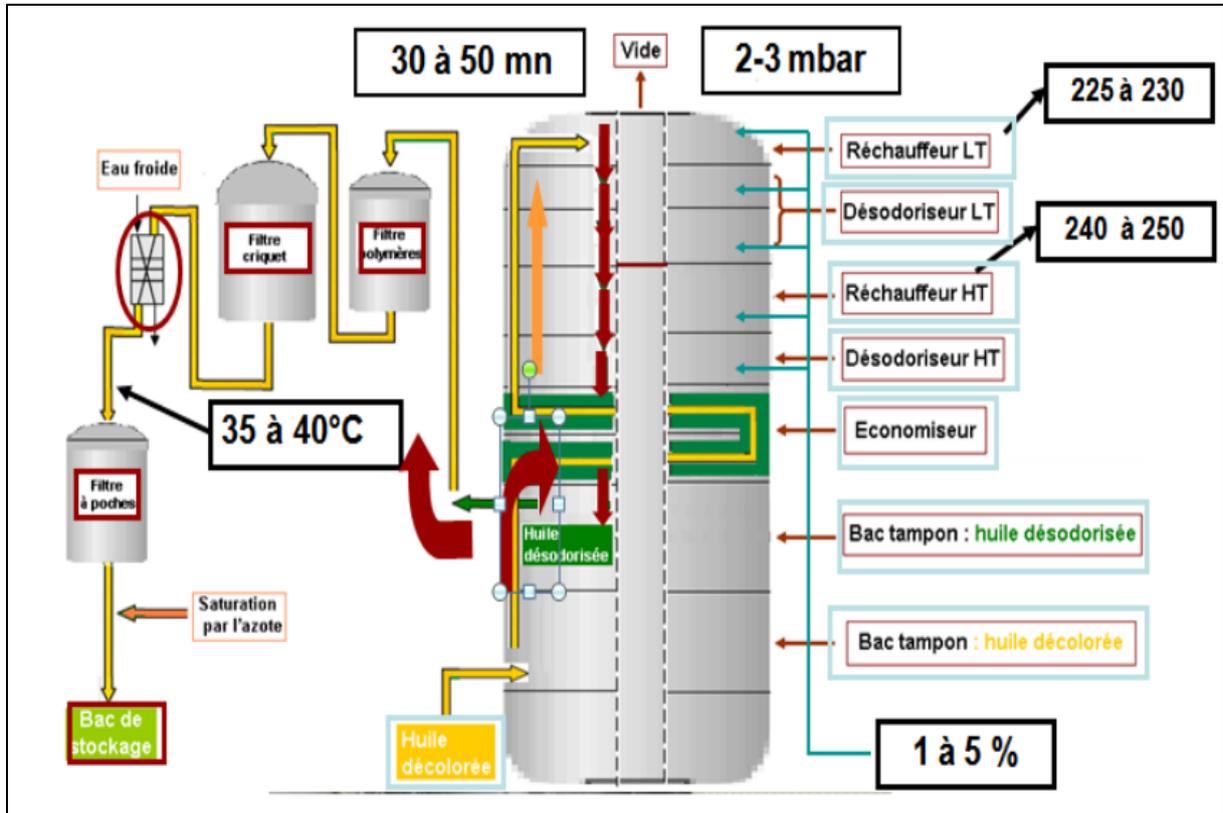


Figure II.16: Désodorisation de l'huile de tournesol.

Partie pratique

Chapitre III

Matériels et méthodes

Chapitre III

Partie expérimentale

Dans cette partie de notre travail, on va présenter l'entreprise dans la quel on effectuée un stage et en suite, matériels et méthode de raffinages chimique des huiles de soja et tournesol. En fin, les méthodes d'analyses tels que : déterminations de taux d'acidité, indice des peroxydes, humidité et la couleur des huiles...etc.

I. Présentation de l'unité

CEVITAL est parmi les entreprises agroalimentaires qui ont vu le jour dès l'entrée de notre pays en économie de marché. Elle a été créée par des fonds privés en 1998. Son complexe de production se situe au niveau du port de Bejaia et s'étend sur une superficie de 45000 m².

CEVITAL a débuté son activité par le conditionnement en décembre 1998. En février 1999, les travaux du génie civil de la raffinerie ont débuté. Cette dernière est devenue fonctionnelle en Août 1999.

L'ensemble des activités de «**CEVITAL**» est concentré sur la production des huiles végétales et de margarine et se présente comme suit :

- Raffinage d'huile.
- Conditionnement d'huile.
- Production de margarine.
- Fabrication d'emballage.
- Savonnerie en cours d'étude.

Les huiles de «**CEVITAL**» disponibles sur le marché sont :

- FLEURIAL : 100% tournesol commercialisé depuis août 1999.
- SOYA : 100% soya commercialisé depuis septembre 1999.
- CANOLA : 100% colza commercialisé depuis fin septembre 1999.
- OLEOL 2 : 60% tournesol et 40% soja.
- ELEO 3 : 55% tournesol, 40% soja et 5% olive.
- FRIDOR : fraction tournesol + ODF (Oléine Doublement Fractionnée) selon la saison.
- OLIVIA : 100% huile d'olive raffinée.

I.1. La Raffinerie

La capacité de production de la raffinerie est de 800T/j, pouvant passer après extension à 1800T/J. Cette raffinerie est conçue pour traiter toutes les qualités d'huiles comestibles tel que : le colza, le tournesol, l'olive, le soja...ets. Dans les industries alimentaires avant de faire passer les aliments au conditionnement ils doivent être traités et analysés.

Afin d'assurer un bon déroulement des étapes de «**Raffinage** » et une bonne qualité d'huile raffinée, le complexe **CEVITAL** est doté de deux laboratoires : un laboratoire d'analyses physico- chimiques qui a pour rôle d'assurer un suivi de contrôle de qualité du procédé du « raffinage », par contre le laboratoire de conditionnement pose ces analyses sur l'huile finie, conditionnée et sur la matière première (huile brute) à son arrivée.

II. Produits et matériels

Le tableaux suivant représente les différents produits et réactifs utiliser lors de raffinage chimiques :

Tableau III.1: Produits et réactifs.

Nom de produit	Formule chimique	Aspect
Acidité		
Alcool éthylique	C ₂ H ₅ OH	Liquide incolore, volatil, inflammable miscible à l'eau.
Solution du l'hydroxyde de sodium à 0,1 N	NaOH	/
Indice de peroxyde		
Chloroforme	CHCl ₃	solvant
Acide acétique	CH ₃ -CO-OH	Forme cristaux glaces
Thiosulfate de sodium à 0,01N	Na ₂ S ₂ O ₃	Instable en milieu aqueux
Iodure de potassium	KI	Solide cristallisé blanc
Solution d'empois d'amidon à 1%	(C ₆ H ₁₀ O ₅) _n	/
traces de savon		
Acétone	C ₃ H ₆ O	/
bleu de bromophénol	C ₁₉ H ₁₀ BrO ₅	/
Taux de phosphore		
molybdate de sodium	Na ₂ MoO ₄	/
sulfate d'hydrazine	N ₂ H ₆ O ₄	Poudre cristallisé blanche et incolore
Oxyde de zinc.	ZnO	/
Acide de chlorure	HCl	Solution aqueuse
Hydroxyde de potassium à 50%.	KOH	Solide blanc, déliquescent, Indore

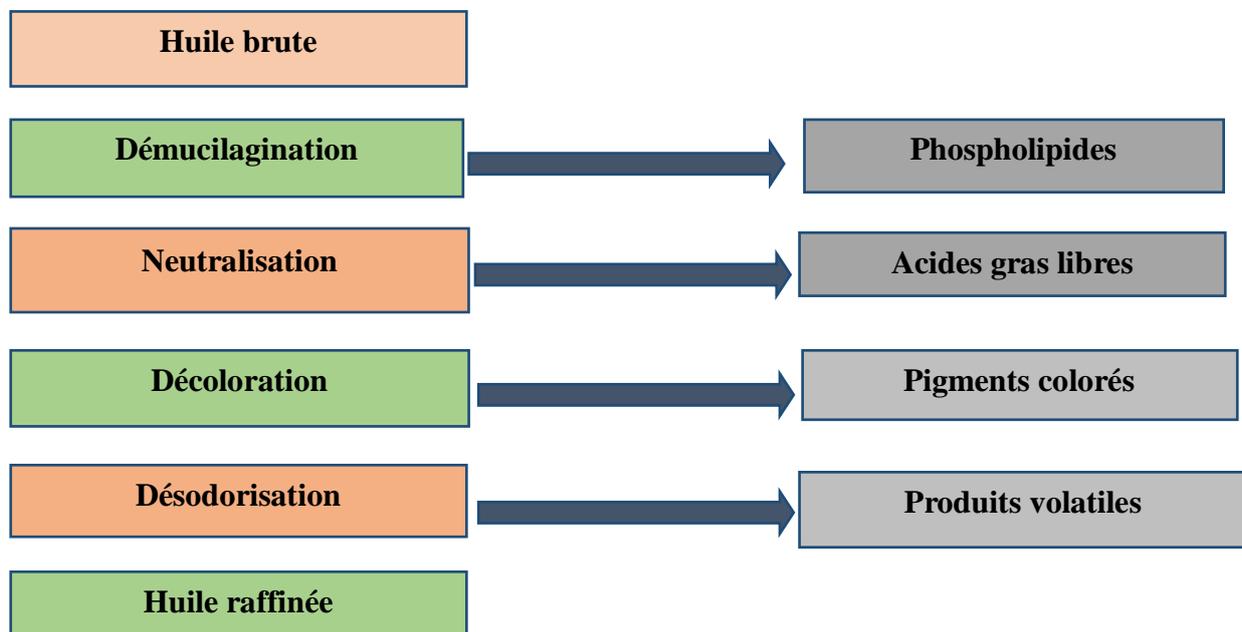
III. Modes opératoires

III.1. Raffinage chimique

Le raffinage a pour but de maintenir ou d'améliorer les caractéristiques organoleptiques et la stabilité des corps gras alimentaires. Le raffinage a pour objectif d'éliminer les produits indésirables pour avoir un produit d'un bon niveau de pureté et de stabilité tels que :

- Produits d'oxydation et de décomposition (les phospholipides, les métaux, les résidus d'herbicides et de pesticides, autres produits mineurs).
- Modifier la structure des triglycérides nécessaires.
- Réduire le niveau de la couleur.
- Préserver le contenu en vitamines.
- Minimiser les pertes en triglycérides.
- Protéger les triglycérides de la dégradation au cours du processus raffinage chimique des huiles alimentaires.

Les étapes de raffinages chimiques sont présentés dans l'organigramme suivant :

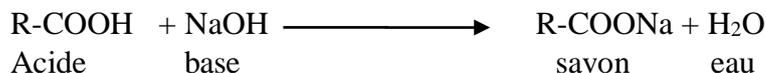


➤ Démucilagination

Les phospholipides présents dans l'huile brute, sont des substances naturelles provenant des graines végétales, qu'il est important d'enlever totalement de l'huile pour qu'elle reste limpide. De l'eau acidulée est ajoutée à l'huile brute provoquant la précipitation des phospholipides avec formation de mucilages (substances présentes chez de nombreux végétaux qui gonflent au contact de l'eau donnant une solution visqueuse plus lourde que l'huile), C'est la démucilagination. Ensuite, ces mucilages sont éliminés par centrifugation [1].

➤ Neutralisation

Lors de cette étape, les acides gras libres présents dans l'huile et qui risquent de donner un goût désagréable et d'accélérer l'oxydation de l'huile sont éliminés. La neutralisation s'effectue par addition de soude caustique qui transforme les acides gras libres en savons comme illustre la réaction suivante appelés communément pâte de neutralisation ou « soap-stocks ». Le savon qui est insoluble dans l'huile se dépose entraînant de nombreuses impuretés qui seront ensuite éliminées par centrifugation ou filtration [28].



➤ Lavage

Cette opération consiste en l'élimination de substances alcalines ainsi que certains pigments colorés et les dernières traces de métaux présents dans l'huile après neutralisation. Le lavage est plus efficace lorsqu'il est effectué en deux fois : le premier avec une solution aqueuse de NaCl entre [8-10%] chauffée à la température de 95 °C, le second avec de l'eau chaude entre [80-85°C] [28].

➤ Séchage

L'huile lavée devient humide ce qui provoque une augmentation de l'acidité. Il est donc nécessaire de procéder au séchage. Cette opération se fait dans un sécheur sous vide à une température de 85°C à 90°C [28].

➤ Décoloration

Elle sert à éliminer les pigments colorés qui confèrent à l'huile une teinte plus au moins foncée et que la neutralisation n'a que partiellement détruits. Elle fait intervenir un phénomène chimique (oxydation, réduction) ou des méthodes physiques (agents adsorbants).

Ces derniers sont généralement des terres décolorantes, charbons actifs, silices spécialisées ou une combinaison de substances [50].

➤ **Filtration**

La séparation de l'huile décolorée de la terre usée s'effectue par filtration, les parois du filtre poreuses peuvent être constituées d'empilage (filtre à sable), de feutre (papier filtre), de tissage (filtre métallique) l'essentiel est qu'il existe dans la matière des pores de diamètre suffisant pour empêcher le passage des matières solides tout en permettant l'écoulement du liquide cette étape permet d'obtenir une huile limpide aux reflets brillants [28].

➤ **Désodorisation**

Cette étape a deux objectifs. Elle débarrasse, tout d'abord, comme son nom l'indique, de l'odeur désagréable de l'huile et elle permet également d'éliminer les substances indésirables. Elle s'effectue par distillation sous vide à température élevée (180-200°C). En outre, la désodorisation est effectuée pour améliorer la qualité organoleptique de l'huile ainsi que sa stabilité à l'oxydation [2].

➤ **Refroidissement**

C'est une opération importante car elle conditionne la durée de conservation de l'huile en évitant son oxydation, il consiste de passer l'huile dans un économiseur pour baisser sa température avant le stockage.

❖ **Echantillonnage**

Tous les prélèvements ont été effectués au niveau de la raffinerie d'huile de **CEVITAL**.

Pour une analyse préliminaire, des échantillons représentatifs ont été prélevés comme suite :

- Un prélèvement d'échantillons d'huiles brutes (Soja et Tournesol) au niveau des bacs de stockage, dans le but de caractériser les deux huiles avant d'entamer les essais de décoloration.
- Un prélèvement d'huiles au niveau du sécheur (entrée de la décoloration), dans le but de réaliser les essais de décoloration ainsi que de caractériser les huiles séchées.
- Un autre prélèvement est effectué au niveau du filtre de Polissage (sortie de la décoloration) dans le but d'effectuer une comparaison par rapport à la décoloration réalisée sur chaîne pilote et la décoloration réalisée sur chaîne industrielle.

Lors de la décoloration, le dosage en terre était de 1,3 % pour les deux huiles et la température de séchage était de 100 °C pour le Soja et de 105 °C pour le Tournesol. Il est à signaler qu'avant l'étape de décoloration, les deux huiles ont subi un dégomme enzymatique, en utilisant une solution de phospholipase.

Les échantillons d'huiles séchées, ont été préservés dans des préformes à température ambiante et à l'abri de la lumière, ils ont fait l'objet de plusieurs essais de décoloration ainsi que de plusieurs analyses physico-chimiques, principalement la couleur, les chlorophylles et les carotènes.

Tableau III.2 : Types d'analyses effectuées sur les échantillons d'huile de soja et huile de tournesol.

Echantillon	Point de prélèvement	Analyse
Huile brute	La sortie de bac du stockage	Acidité, couleur, humidité, Phosphore, chlorophylles, indice de peroxyde
Huile neutralisée Mélangeur Séparateur Laveur Sécheur	M ₂ S ₁ S ₄ Sécheur	Acidité ; Trace de savon ; Trace de savon ; Humidité, phosphore, trace de savon.
Huile décolorée	Sortie de la décoloration	Couleur, chlorophylle, phosphore,
Huile désodorisée	Sortie de la désodorisation	Acidité, phosphore, couleur.

III. 2. Méthodes d'analyses

III.2.1. Analyses chimiques

III.2.1.1. Détermination de taux d'acidité (ISO 660,1996)

C'est le pourcentage d'acides gras libres dans la matière grasse (huile), elle est exprimée en pourcentage d'acide oléique. Son principe est de Neutraliser les acides gras libres présents dans l'huile par une solution de soude en présence d'un indicateur coloré (phénolphtaléine). Selon la réaction suivante :



Pour déterminer l'acidité on introduire dans un erlenmeyer 75 ml d'alcool éthylique et on ajoute quelques gouttes du l'indicateur coloré phénolphtaléine ; On pèse 10 g d'huile et le verser dans la solution précédente. Puis on chauffe le mélange pendant une minute dans une plaque chauffante afin d'améliorer la réaction. Ensuite on le Titrer par une solution du NaOH à 0,1 N jusqu'à avoir une coloration rose persistante. L'expression suivante est pour calculer le taux d'acidité d'huile :

$$A = \frac{M \times N \times V}{m \times 10}$$

Avec :

A% : Acidité d'huile en % ;

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

N : Normalité du NaOH (0,1 N) ;

V : Volume du NaOH nécessaire pour la neutralisation (chute de burette) ;

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

III.2.1.2. Détermination de l'indice de peroxyde (ISO 3960, 2007)

C'est le nombre de milliéquivalent gramme d'oxygène actif par kilogramme d'acide gras, oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode. Sa détermination renseigne sur le degré d'oxydation de l'huile. Son principe consiste en un traitement d'une prise d'essai en solution dans l'acide acétique et le Chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI), le titrage de l'iode libéré se fait Par une solution de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré. Selon la réaction suivante :



On Pèse 5 g d'huile dans un erlenmeyer, et ajoute 12 ml de chloroforme et 18 ml d'acide acétique puis 1ml de la solution d'iodure de potassium (KI) (1 ml d'eau distillée + 1,2 g d'iodure de potassium) ; on va Agiter la solution durant une minute et laisser à l'abri de la lumière à une température comprise entre 15 et 25°C et ajouter 75 ml d'eau distillée.

En agitant vigoureusement et en présence de quelques gouttes d'empois d'amidon comme indicateur coloré. Puis on titre l'iode libéré avec la solution de thiosulfate de sodium à 0,01 N. Un essai à blanc est effectué jusqu'à décoloration totale de la solution. Pour calculer l'indice de peroxyde on utilise l'expression suivante :

$$I_p = \frac{[N \times (V_1 - V_0) \times 1000]}{m}$$

Avec :

I_p : Indice de peroxyde exprimé (ppm) ;

V_0 : Volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisée pour l'essai à blanc en ml;

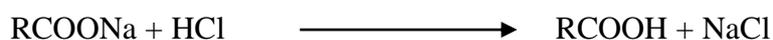
V_1 : Volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour l'échantillon en ml ;

N : Normalité de la solution de thiosulfate de sodium (0,01N) ;

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

III.2.1.3. Détermination des traces de savon (ISO 660, 1996)

C'est la teneur en oléate de sodium présente dans l'huile, exprimée en partie par Million (ppm), elle est déterminée pour apprécier l'efficacité des séparateurs.



Dans une éprouvette, on met 48,5 ml d'acétone ajustée à 50 ml avec de l'eau distillée, leur ajouter quelques gouttes du bleu de bromophénol. En suite la solution obtenue doit être de couleur jaune, dans le cas où elle est bleue ou verte, titrer avec HCl acétonique à 0,01N jusqu'à coloration jaune et peser 10 g d'huile à analyser dans cette solution.

Agiter puis laisser décanter dans une ampoule à décanter pendant quelques secondes jusqu'à ce que l'émulsion se sépare en deux couches. Après on récupère la couche supérieure qui sera colorée en bleu en présence de savon. et enfin on fait le titrage avec HCl acétonique 0,01 N jusqu'au virage vers la couleur jaune. On calcule les traces de savon par l'expression suivante :

$$T_s = \frac{E_q \times N \times V \times 100}{m}$$

Avec :

T_s : Traces de savon en ppm ;

E_q : L'équivalent gramme d'oléate de sodium = 304 g ;

N : La normalité de HCl acétonique (0,01 N) ;

V : Le volume de HCl acétonique en ml (chute de la burette) ;

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

III.2.1.4. Détermination du taux de phosphore

L'huile et les phosphatides qu'elle contient sont calcinés en présence de zinc. Le phosphore organique est transformé en phosphate de zinc qui est ensuite dosé par la technique de la chimie minérale. Pour déterminer le taux de phosphore on pèse 3 g d'huile dans une capsule, ajouter 0,5 g d'oxyde de zinc et on le chauffe dans un four à moufle à 600°C pendant 2 heures.

Après refroidissement, ajouter 5 ml d'HCl concentré plus 5 ml d'eau distillée. On le chauffe jusqu'à ébullition, laisser refroidir. Ensuite filtrer la solution dans une fiole de 100 ml. Neutraliser ensuite par une solution de KOH à 50%. Un précipité va se former, on ajoute quelques ml d'HCl concentré jusqu'à l'obtention d'une solution limpide et l'ajuster à 100 ml avec de l'eau distillée. On Pipete 10 ml de cette solution dans une fiole de 50 ml, et on ajoute 8 ml de sulfate d'hydrazine et 2 ml de molybdate de sodium et on ajuste à 50 ml avec de l'eau distillée. Après on met la solution dans un bain-marie bouillant pendant 15 mn, laisse refroidir puis lire l'absorption à 650 nm. Enfin on effectue un échantillon à blanc dans les mêmes conditions. L'expression de taux du phosphore est la suivante :

$$\text{Phosphores (\%)} = \frac{[10 \times (A \times B)]}{W \times V}$$

Avec :

A : La quantité de phosphore de l'échantillon en mg ;

B : La quantité de phosphore de la solution à blanc ;

W : La quantité de la prise d'essai ;

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

III.2.2. Analyses physiques

III.2.2.1. Détermination de la couleur (15305, 1998)

L'identification de la couleur de l'huile se fait avec un colorimètre (LOVIBOND) composé d'une série de verre, jaune et rouge sous forme de lame de couleur standard et de composition standard incolore et une cellule de verre à face parallèle. Cette méthode, consiste à comparer la couleur de la lumière transmise à travers des lames colorées standardisées à partir des résultats de nombres d'unités rouges et jaunes nécessaires à l'obtention de la couleur convenable.

Pour déterminer la couleur de l'huile on prélève un échantillon d'huile. En suite rempli le tube. Puis on règle la couleur de l'appareil de telle sorte à approcher le maximum de la couleur de l'unité. Lecture des graduations, nous déterminons la couleur en unité (J : jaune ; R : rouge).

III.2.2.2. Détermination de la teneur en humidité (ISO 662, 1998)

C'est la perte en masse subie par l'échantillon après chauffage à $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ exprimée en pourcentage pendant 4 heures. Consiste à provoquer l'élimination d'eau par l'introduction d'une quantité d'huile dans une étuve maintenue à une température 103°C pendant 4 heures.

Pour déterminer la teneur en humidité on pèse 20g de l'huile (m_1), et on pèse le bécher vide (m_0). On chauffe le bécher contenant (m_1) dans l'étuve pendant une heure à une température 103°C et on refroidi l'échantillon dans un dessiccateur ensuite peser le bécher (m_2). Pour calculer la teneur en humidité on utilise la formule suivante :

$$\text{Humidité (\%)} = \frac{(m_1 - m_2) \times 100}{(m_1 - m_0)}$$

Avec :

m_1 : Poids du bécher et de la prise d'essai avant chauffage ;

m_2 : Poids du bécher et de la prise d'essai après chauffage ;

m_0 : Poids du bécher vide.

III.2.2.3. Test des cires pour huile de tournesol

Les cires sont des mélanges complexes d'esters d'acide gras à longue chaîne et d'alcool gras (C_{18} à C_{30}) présents naturellement dans les huiles de tournesol, coton et maïs à l'état pur. Son principe consiste à cristalliser les cires à de basses températures (2°C à 3°C). On met dans le bécher une quantité d'huile désodorisée et la maintenir pendant 3 à 6 heures à une basse température.

- La présence des cires se caractérise par l'apparition d'un trouble.
- L'absence des cires donne l'aspect clair et limpide à l'huile finie.

III.2.2.4. Détermination de la teneur en chlorophylle

Cette méthode est applicable à l'huile brute, mais pas aux produits finis (désodorisés). Pour calculer la teneur en chlorophylle. On remplit la cuve d'huile à analyser ; puis on lit. L'absorbance de cette huile par rapport au tétrachlorure de carbone dans la cuve témoin à 630, 670 et 710 nm. La chlorophylle s'exprime comme suit :

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

Avec :

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

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

Chapitre IV

Discussions et résultats

Chapitre IV

Résultats et discussions

I. Analyse pour huile de soja

I.1. Analyse de l'acidité

Les analyses de l'acidité des différents échantillons d'huile de soja sont représentées dans le tableau suivant :

Tableau IV.1 : Résultats d'analyse de l'acidité des échantillons d'huile de soja.

Echantillons	Acidité (%)				Norme ISO (660, 1996)
	E1	E2	E3	Moyenne	
Huile brute	1.27	1.28	1.30	1.28	≤ 02
Huile neutralisée (M2)	0.06	0.08	0.11	0.08	≤0.12
Huile décoloré	0.22	0.18	0.16	0.18	≤0.2
Huile désodorisé	0.06	0.04	0.08	0.06	≤0.12

L'acidité de l'huile brute est de 1.28 %, elle répond à la norme de **l'ISO, 660** (≤ 02 %), cela est probablement dû au bon déroulement des opérations de trituration (extraction et stockage des graines et de l'huile).

L'acidité de l'huile neutralisée est de 0.08 %, elle est conforme à la norme de **l'ISO** (≤ 0.12 %). Concernant l'huile décolorée une légère élévation de l'acidité est notée, elle est de (0.18%). Enfin pour l'huile désodorisée l'acidité est de 0.06% conforme a la norme de **l'ISO** (0.12 %). La figure IV.1 montre l'évolution de l'acidité d'huile de soja au cours du raffinage.

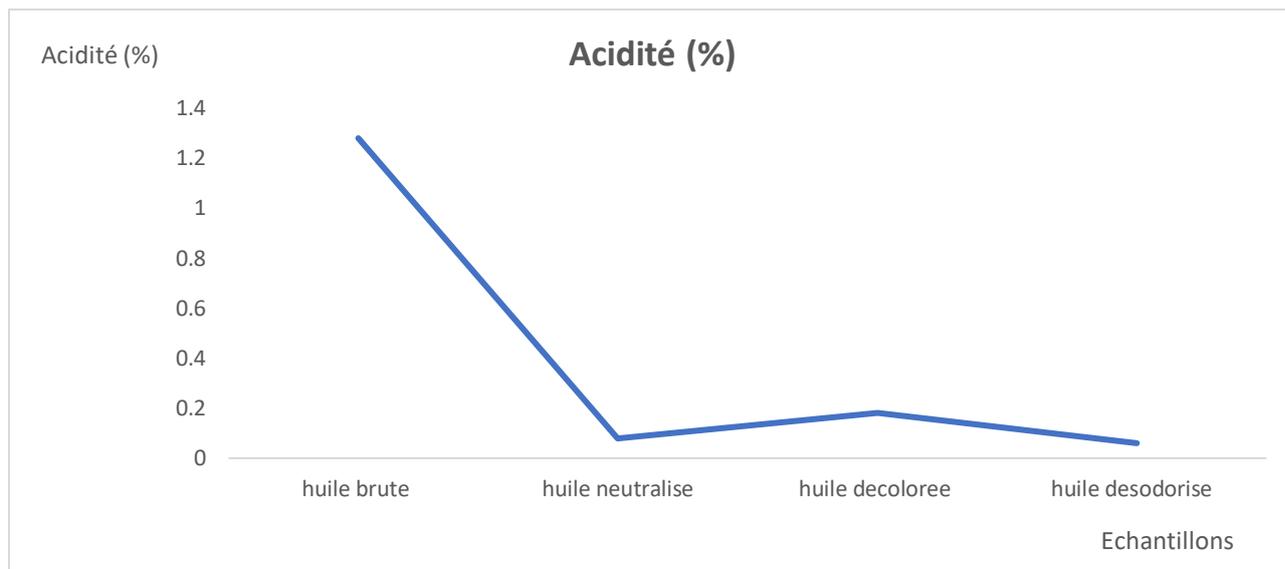


Figure IV.1: Evolution de l'acidité d'huile de soja au cours du raffinage.

D'après la figure (IV.1) on remarque une diminution de l'acidité après les différentes étapes du raffinage, une augmentation légère de l'acidité après la décoloration suivie par une diminution après la désodorisation pour atteindre la valeur de 0.06%.

L'huile brute à son origine contient une acidité élevée, ceci est dû à la présence des acides gras libres.

La diminution de l'acidité au niveau du mélangeur est due à la neutralisation d'une grande partie des acides gras libres par l'ajout de la soude caustique (phénomène de saponification).

Après la décoloration, l'acidité augmente par rapport à l'huile neutralisée, ceci est provoqué par la transformation des savons encore présents dans l'huile après lavage en AGL sous l'action de la terre décolorante. [55]

L'acidité après désodorisation a diminué à 0.06%, cela est dû probablement aux paramètres de désodorisation, cela est dû à l'entraînement des acides gras libres par la vapeur d'eau sous l'effet du vide et de la température élevée (250°C). [47]

I.2. Analyse de la teneur en phosphore

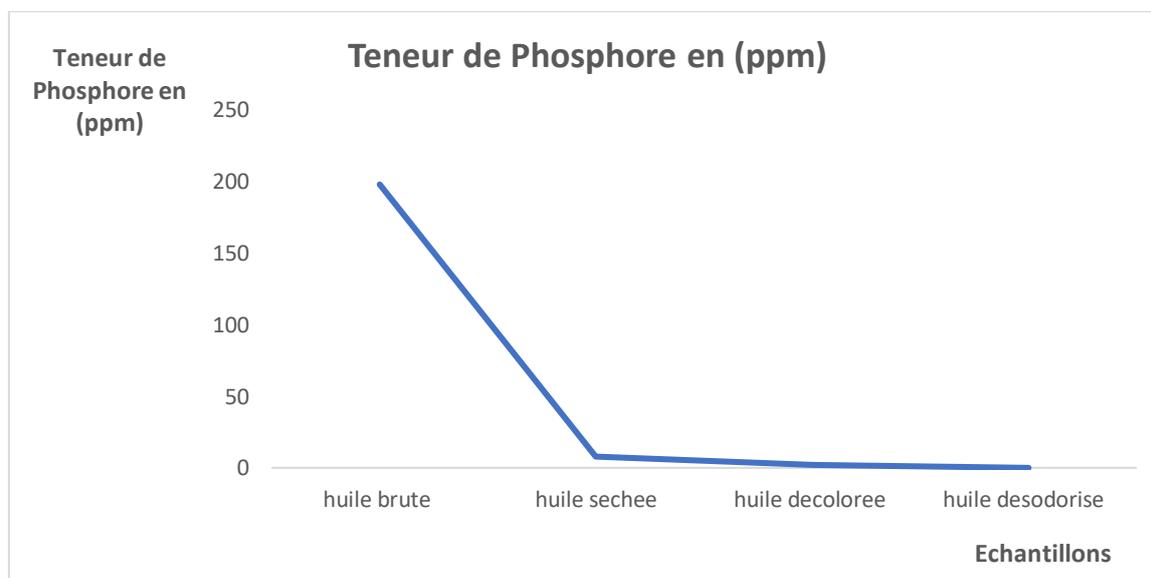
La teneur en phosphore des différents échantillons d'huile de soja est présentée dans le tableau suivant :

Tableau IV.2 : Teneur en phosphore des échantillons d'huile de soja.

Echantillons	Teneur de Phosphore en (ppm)				Norme A.O.C.S (2001)
	E1	E2	E3	Moyenne	
Huile brute	198	195	200	198	250 ppm
Huile séchée	8	9	7	8	5 ppm
Huile décoloré	2	1,7 5	3	2	2 ppm
Huile désodorisé	00	00	00	00	00 ppm

La teneur en phosphore de la majorité des échantillons d'huile est conforme à la norme, sauf pour l'huile séchée où on a remarqué une légère augmentation qui est sans conséquence majeure pour le reste du raffinage puisque on procède à un appoint en acide citrique dans cette étape.

La figure IV.2 montre l'évolution de la teneur en phosphore d'huile de soja au cours du raffinage.

**Figure IV.2** : Evolution de la teneur en phosphore de l'huile de soja au cours de raffinage.

La figure montre une diminution importante de la teneur en phosphore au cours du raffinage de l'huile brute de soja.

L'élimination d'une grande partie des phospholipides s'opère durant la déémulsionnement par l'action de l'acide citrique ou l'acide phosphorique qui transforme les

phospholipides non hydratables en phospholipides hydratables, l'acide agit comme élément chélateur pour les métaux lourds (Ca, Cu, Fe, Mg...) [56].

La réduction de la teneur en phosphore se poursuit lors de la décoloration jusqu'à 5 ppm par la fixation de la terre décolorante, l'élimination totale se poursuit à la désodorisation sous l'effet de la température élevée (245°C) responsable de la destruction thermique des phospholipides.

I.3. Analyse des Traces de savon

La teneur en traces de savon des différents échantillons d'huile de soja est représentée dans le tableau ci-dessous.

Tableau IV.3 : Teneur en traces de savon des échantillons d'huile de soja.

Echantillons	Résultat en (ppm)			Moyenne	Norme A.O.C.S (1989)
	E1	E2	E3		
Huile neutre	760	820	912	831	<1000
Huile lavée	98	98	121	106	70
Huile séchée	70	86	98	85	50
Huile décolorée	00	00	00	00	00

La teneur en traces de savon (831ppm) de l'huile neutre (avant lavage) répond à la norme (A.O.C.S).

L'huile lavée et l'huile séchée présentent des teneurs légèrement supérieures à la norme, on note une valeur nulle pour l'huile décolorée.

La figure IV.3 montre l'évolution des traces de savon des différents échantillons d'huile de soja.



Figure IV.3 : Evolution de la teneur en traces de savon des différents échantillons d’huile de soja.

D’après la figure IV.3, on remarque que la teneur en traces de savons de l’huile neutre (avant lavage et après séparation des soap stocks) est importante cela est probablement dû à la persistance d’une quantité de savon formée après saponification des acides gras libre et que le séparateur des phase lourde et légère n’a pas pu éliminer.

Une diminution de la teneur en traces de savon est notée après lavage ce qui peut être expliqué par la solubilité de ces dernières dans les eaux de lavage. Une diminution de la teneur en traces de savon au niveau du séchage suite à la température et le vide.

Les traces de savon demeurent après le séchage avec des quantités faibles qui peuvent être aisément éliminées par l’ajout de l’acide citrique qui transforme les traces de savon en sel [57].

L’absence totale des traces de savons est observée après décoloration ceci revient à l’appointe de l’acide citrique qui agit sur les savons en déliant les AGL afin d’éviter l’inhibition de la terre décolorante et le colmatage des filtres et d’autres part à l’adsorption d’une partie de ces savons par les macrospores de la terre décolorantes [58].

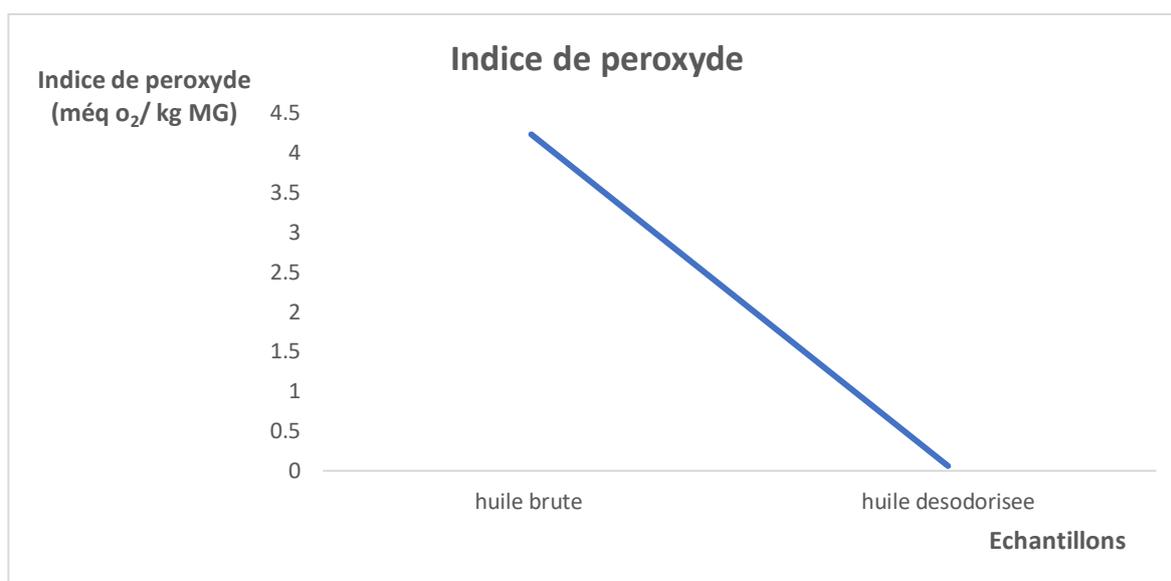
I.4. Analyse de l’indice de peroxyde

L’analyse de l’indice de peroxyde des différents échantillons d’huile de soja est représentée dans le tableau ci-dessous.

Tableau IV.4 : Résultat de l'indice de peroxyde des échantillons d'huile de soja.

Echantillons	Indice de peroxyde (még o ₂ / kg MG)				Norme ISO (396, 2007)
	E1	E2	E3	Moyenne	
Huile brute	4,2	4,4	4,1	4,23	≤ 15 Max
Huile désodorisée	0,2	00	00	0,06	≤ 01 Max

L'indice de peroxyde de l'huile brute et l'huile désodorisée répond à la norme de l'ISO. La figure IV.4 montre l'évolution de l'indice de peroxyde des échantillons d'huile de soja.

**Figure IV.4** : Evolution de l'indice de peroxyde de l'huile de soja au cours du raffinage.

D'après la figure IV.4, une diminution de l'indice de peroxyde de l'huile de soja durant le raffinage.

L'indice de peroxyde est faible au niveau de l'huile brute, l'absence d'altération de matière grasse (oxydation des acides gras libres) au niveau de l'huile brute pourrait s'expliquer par le non formation de composés peroxydés à partir des radicaux libres instable (AGL). L'indice de peroxyde est très faible après désodorisation, cela est dû à la destruction des peroxydes par la terre décolorante et sous l'effet de la haute température lors de la désodorisation [59].

I.5. Analyse du couleur

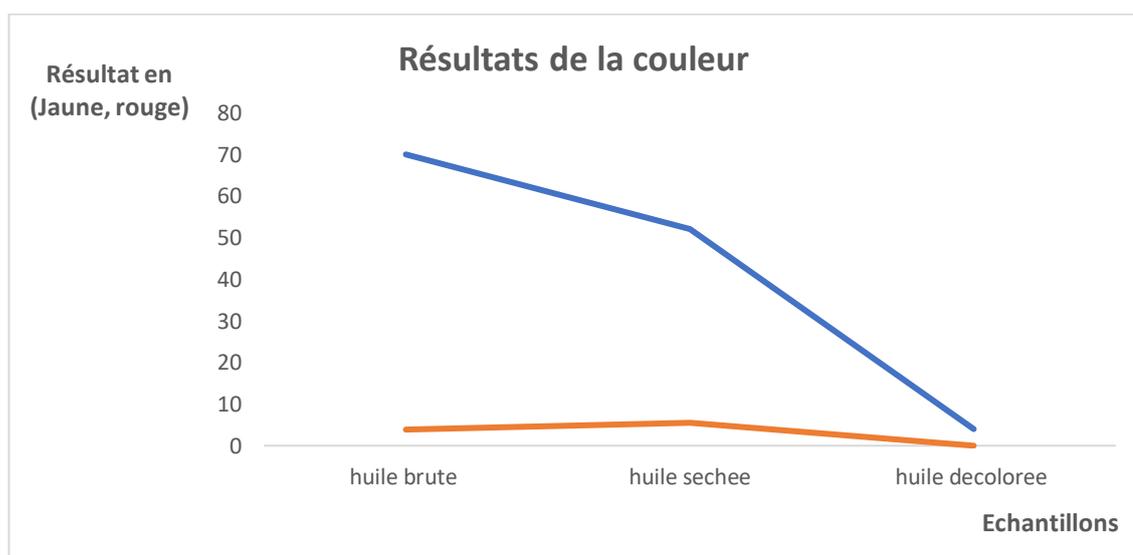
Les valeurs de la couleur des différents échantillons sont représentées dans le tableau suivant :

Tableau IV.5 : Résultats de la couleur des différents échantillons d'huile de soja.

Echantillons	Résultat en (Jaune, rouge)				Norme ISO (15305, 1998)
	E1	E2	E3	Moyenne	
Huile brute	–	–	–	Jaune =70 Rouge =3.8	Jaune =50 Rouge =5.0
Huile décolorée	Jaune=50 Rouge =5	Jaune =50 Rouge =5.5	Jaune =55 Rouge =6	Jaune =52 Rouge =5.5	– –
Huile désodorisée	Jaune =3	Jaune =4	Jaune =5	Jaune =4	Jaune =12

Les valeurs de la couleur jaune et rouge sont respectivement 70 et 3,8, elles sont non conformes à la norme de **PISO (15305)** et cela revient à sa richesse en pigment colorés.

La couleur de l'huile décolorée (jaune=52, Rouge=5,5) est plus foncée que celle de l'huile désodorisée (Jaune=4, Rouge=0,5) ces valeurs répondent aux normes de **PISO**.

**Figure IV.5** : de l'évolution de la couleur pour l'huile de soja en fonction des étapes de raffinage.

D'après la figure IV.5, la couleur rouge et jaune diminue durant le raffinage, la couleur de l'huile neutralisée diminue légèrement et cela est dû à l'effet de la soude sur certains pigments [60].

Une diminution remarquable de la couleur pour l'huile décolorée, cela est dû au phénomène d'adsorption des pigments colorés sur la terre décolorante. Une diminution importante de la couleur après désodorisation, cela est dû à la décomposition des pigments

colorés sous l'effet de la haute température qui donnent des substances volatiles qui seront aspirées avec les acides gras libres, par le vide [55, 60].

I.6. Analyse de l'humidité

Les résultats de test d'humidité de l'huile de soja des différents échantillons (l'huile brute, séchée, décolorée et désodorisée), sont élucidés dans le tableau ci-dessous.

Tableau IV.6 : Résultats d'analyse de l'humidité de l'huile de soja.

Echantillons	Résultat en %				Norme ISO, (662, 1998)
	E1	E2	E3	Moyenne	
Huile brute	0.19	0.18	0.22	0.19	≤ 0.2
Huile séchée	0.058	0.065	0.051	0.05	<0.05
Huile décolorée	00	00	00	00	N
Huile désodorisée	00	00	00	00	N

D'après les résultats obtenus dans le tableau IV.6 nous constatons que le taux d'humidité d'huile est conforme à tous les niveaux du raffinage (l'huile séchée, décolorée et désodorisée). Cela est dû probablement aux bons paramètres du raffinage et à la stabilité des conditions de production. La figure IV.6 montre l'évolution de l'humidité au cours de raffinage

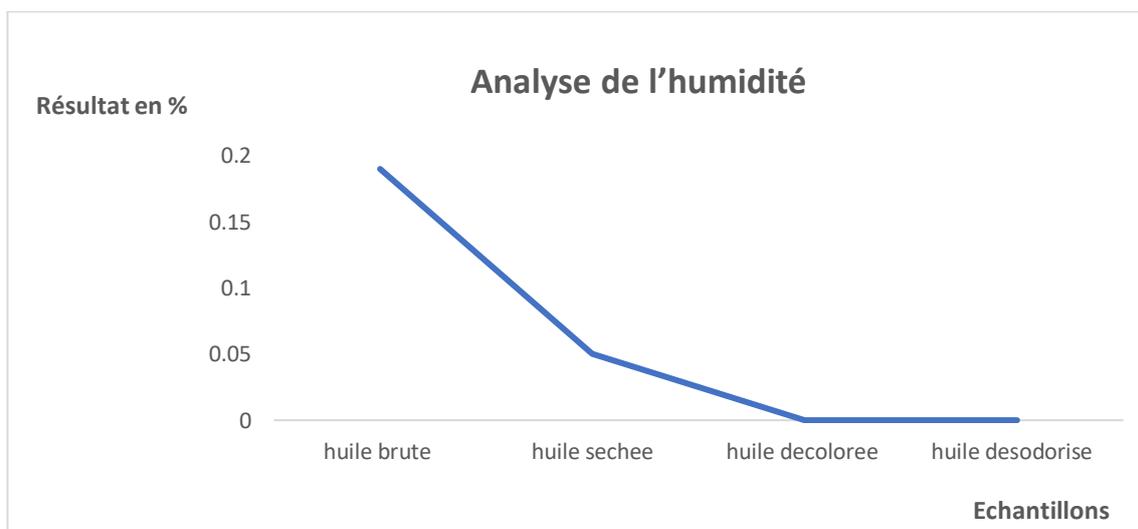


Figure IV.6 : Evolution de la teneur en humidité des échantillons d'huile de soja.

D'après la figure IV.6, on remarque une diminution de la teneur en humidité après séchage, cela est dû à l'effet de la température et le vide (90°C et 60 mbar) que l'huile subie durant toutes les étapes du raffinage, l'absence de l'humidité pour l'huile décolorée et l'huile désodorisée est probablement due à la rétention d'eau par la terre décolorante et l'aspiration des gouttelettes d'eau par le vide de la colonne de désodorisation [4].

I.7. Analyse de la teneur en chlorophylle

Les résultats de la teneur en chlorophylle durant les étapes de raffinage sont présentés dans le tableau ci-dessous.

Tableau IV.7 : Teneur en chlorophylle des échantillons d'huile de soja.

Echantillons	Teneur en chlorophylle en ppm				Norme (A. O. C. S, 1989)
	E1	E2	E3	Moyenne	
Huile brute	7,93	8,0	8,24	08	≤09
Huile séchée	6,15	6,75	7,45	07	–
Huile décolorée	0,02	0,02	0,04	0,02	< 0,05
Huile désodorisée	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00

La teneur en chlorophylles de l'huile brute (08ppm) est conforme à la norme (9 ppm). On constate une diminution légère après séchage. Une teneur en chlorophylle très faible pour l'huile décolorée (0.02 ppm) l'huile désodorisée présente une valeur nulle qui répond à la norme.

La figure ci-dessous montre l'évolution de la chlorophylle d'huile de soja au cours du raffinage.

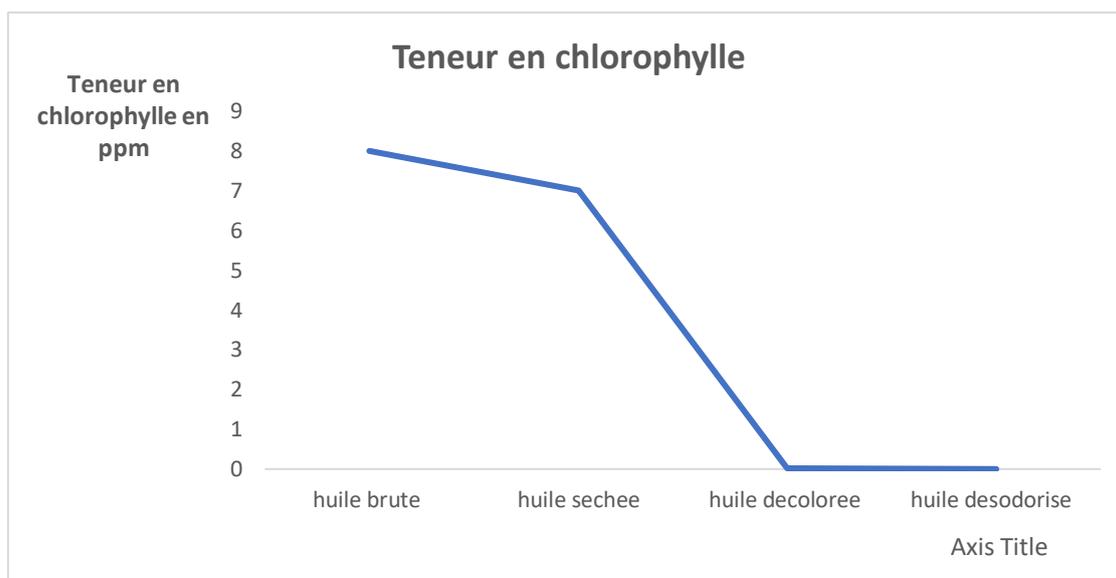


Figure IV.7 : Evolution de la chlorophylle des différents échantillons d'huile de soja.

La figure IV.7 montre une diminution de la chlorophylle au cours des étapes de raffinage.

Une diminution légère de la teneur en chlorophylle après séchage dû à l'effet de la neutralisation sur les pigments colorés.

Une diminution importante de la teneur en chlorophylle est remarquable après décoloration cela est dû au phénomène d'adsorption (adsorption de la chlorophylle par la terre décolorante). Puis une destruction totale de la chlorophylle après désodorisation suite aux paramètres cette dernière (250°C, 0.03 mb) [60].

II. Analyse pour huile tournesol

II.1. Analyse de l'acidité

Les résultats d'analyse de l'acidité des échantillons d'huile de tournesol sont représentés dans le tableau IV.8.

Tableau IV.8 : Résultats de l'acidité des échantillons d'huile de tournesol.

Echantillons	Acidité %	Normes ISO 660,1996
Huile brute	0,42	02 max
Huile neutralisée (Mélangeur)	0,08	0,1 max
Huile séchée	0,06	Sans norme
Huile décolorée	0,20	0,2 max
Huile désodorisée	0,01	0,12 max

Les résultats obtenus répondent aux normes de l'**ISO**, on constate la conformité des résultats d'acidité d'huile de tournesol, qui témoignent de la bonne qualité des huiles importées grâce aux opérations d'extraction, les conditions de stockage et le bon déroulement du processus.

L'évolution de l'acidité pour l'huile de tournesol au cours des différentes étapes de raffinage est représentée par la figure IV.8.

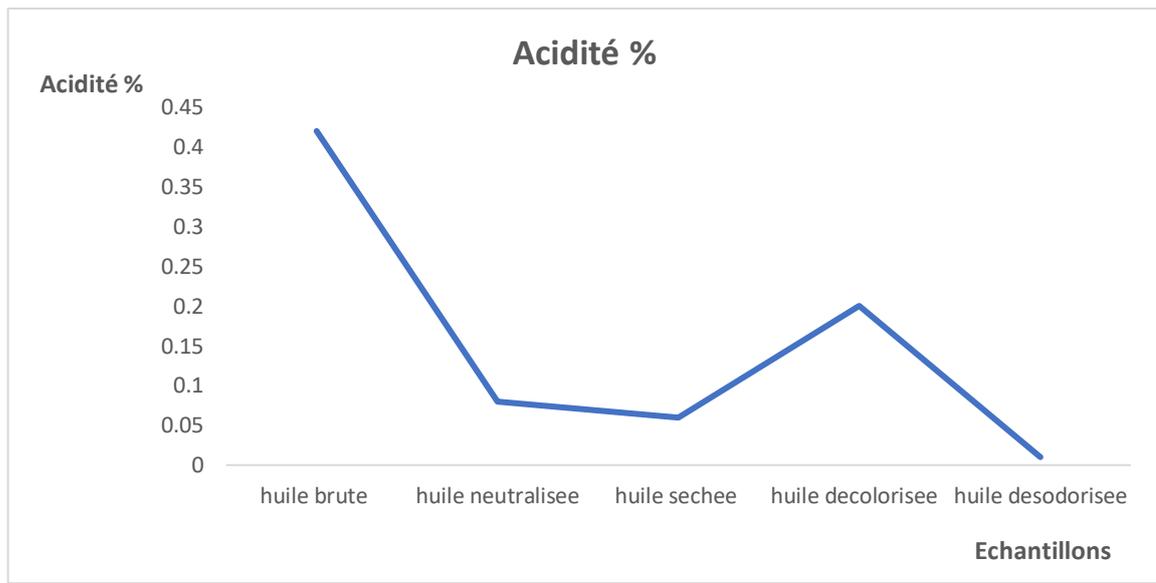


Figure IV.8 : Evolution de l'acidité d'huile de tournesol au cours du raffinage.

L'acidité en générale diminue au fur et à mesure qu'on avance dans le processus du raffinage de (0,42 % à 0,01 %).

L'acidité diminue après la neutralisation car une grande partie des acides gras libres sont neutralisés par la soude. A ce stade l'acidité de cette huile est conforme aux normes ce qui atteste le bon déroulement de la neutralisation.

L'acidité continue à augmenter au niveau de la décoloration, cela s'explique par la transformation des savons en acides gras libres par l'action de la terre décolorante.

Durant l'étape de désodorisation une diminution importante de valeur de l'acidité (0,01 %) cela est dû à l'élimination totale des AGL restant par le biais du vide et de la température élevée dans la colonne en transformant les AGL de l'état liquide à l'état volatil (entraînement à la vapeur des AGL) [28].

II.2. Teneur en phosphore

Les résultats d'analyse de phosphore des échantillons d'huile de tournesol sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau IV.9: Résultats de teneur en phosphore des échantillons d'huile de tournesol.

Echantillons	phosphore (ppm)	Normes ISO 660,1996
Huile brute	95	≤ 250
Huile séchée (huile neutre)	8,03	≤ 10
Huile décolorée	01	≤ 02

La teneur en phosphore pour l'huile brute répond aux normes de l'ISO (95ppm). On remarque une diminution importante des phosphore (8,03ppm) pour l'huile neutralisée, ce qui atteste le bon déroulement de l'étape de neutralisation (dégommage inclut) ou il y avait une élimination importante du phosphore par un traitement avec une solution de l'acide citrique qui élimine les phospholipides non hydratables.

La décoloration intervient dans l'élimination d'une grande partie de phosphore (01ppm). Une absence totale de phosphore dans huile désodorisée (0,00ppm) qui reprend à norme de l'ISO (0,00). Comme le montre la figure suivante :

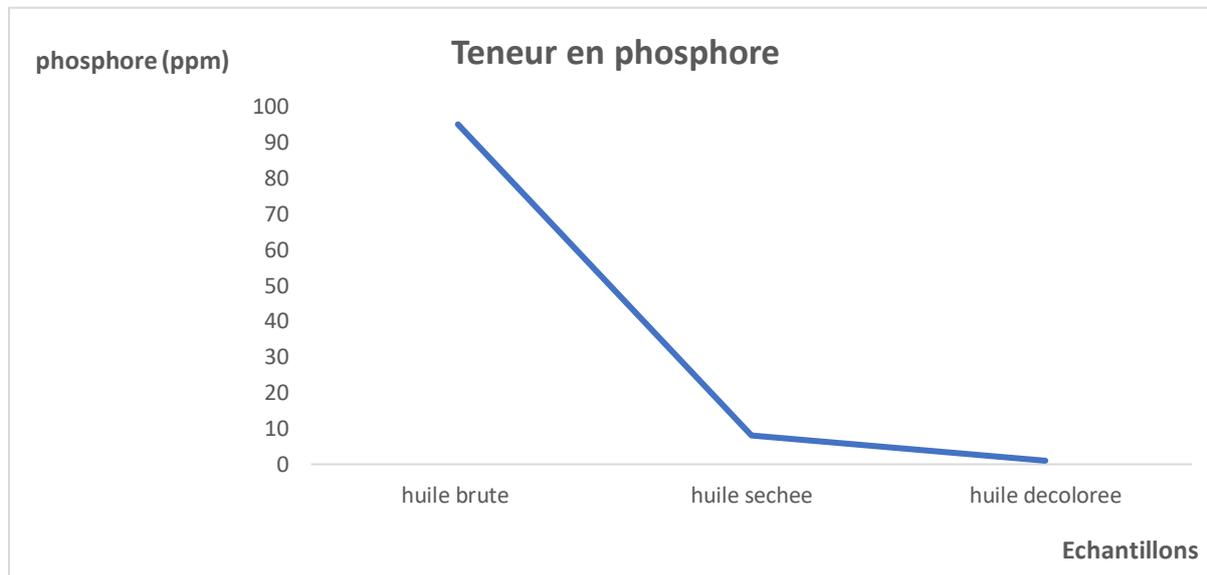


Figure IV.9 : Evolution de la teneur en phosphore d'huile de tournesol au cours du raffinage.

La figure IV.9 montre que l'huile brute a subi une élimination des phospholipides lors de la démuléination, pour atteindre une valeur de (8,03ppm) par un traitement avec une

solution de l'acide citrique qui élimine les phospholipides non hydratables, qui vont être séparés par la centrifugation (les séparateurs : phase lourde/phase légère).

La réduction du taux de phosphore se poursuit au niveau de la décoloration et elle est proportionnelle à la quantité de la terre utilisée, le mécanisme de cette réduction est l'adsorption des ions phosphore par la terre décolorante.

Enfin, cette teneur s'annule lors de la désodorisation sous l'effet de la température et le vide [61, 62].

II.3. Analyse des traces de savon

Les résultats d'analyse des traces de savon des échantillons d'huile de tournesol sont représentés dans le tableau IV.10.

Tableau IV.10 : Teneur en trace de savon des échantillons d'huile de tournesol.

Echantillons	Traces de savon (ppm)	Normes ISO 660,1996
Huile neutralisée	760	≤500
Huile lavée	456	≤70
Huile séchée	152	≤70
Huile désodorisée	0,00	0,00

D'après les résultats obtenus nous constatons la non-conformité de l'huile neutre (760 ppm, 456 ppm et 152ppm), ce qui indique le mauvais déroulement des étapes de séparation et lavage.

Après la séparation de l'huile de tournesol des pâtes de neutralisation, l'analyse a donné une teneur de 760ppm de traces de savons qui sont formées à partir des acides gras libres et de la soude caustique ajoutée, selon la réaction suivante :



Nous remarquons la présence de traces de savon au niveau du lavage et séchage (456ppm / 152ppm), qui est supérieure ou norme de l'ISO (70ppm/Max) et cela est dû au mauvais déroulement de l'étape de neutralisation.

L'absence de traces de savon au niveau de la désodorisation répond aux normes ISO (0,00).

L'évolution de trace de savon d'huile de tournesol au cours des différentes étapes du raffinage est représentée par la figure IV.10.

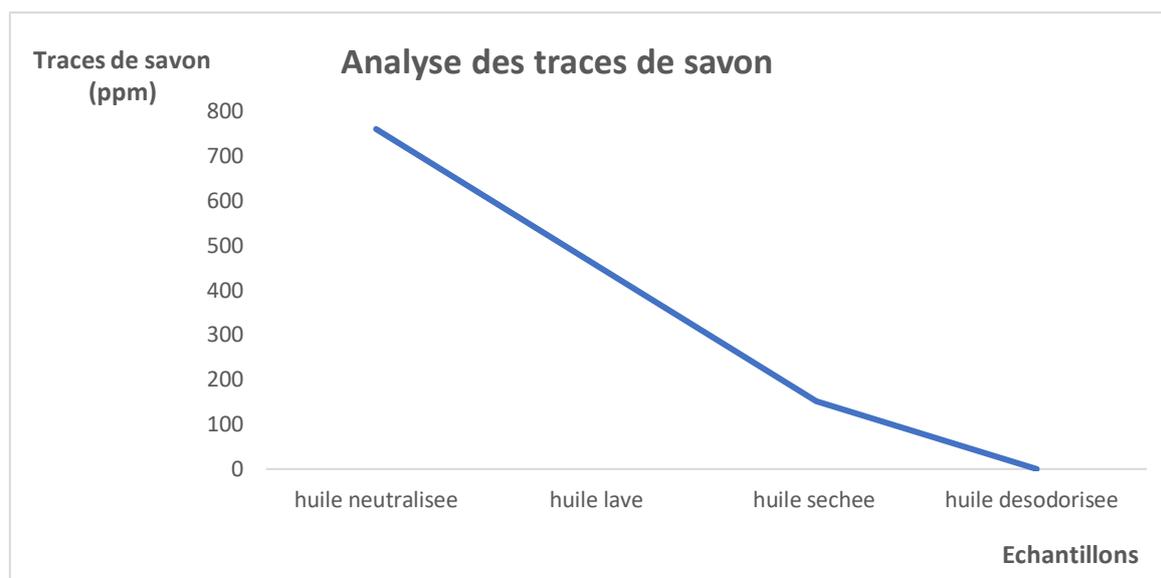


Figure IV.10 : Evolution de trace de savon d'huile de tournesol au cours du raffinage.

L'apparition des savons après la neutralisation (après séparation), est due à la saponification des aides gras libre par la soude. On remarque que les traces de savons d'huile de tournesol sont plus élevées, et cela est dû à une perturbation de la neutralisation (saponification parasite engendré par un excès de soude).

Après la séparation de l'huile de la phase lourde (pâtes de neutralisation) des quantités de savon sont entraînées dans l'huile sous forme de traces, qui doivent être éliminé par l'ajout de l'acide citrique avant la décoloration pour ne pas désactiver la terre selon la réaction suivante :



Après lavage les traces de savons diminuent, mais pas conforme en norme (70ppm). L'absence totale des traces de savon lors de la désodorisation revient à l'action de la terre décolorante qui a la capacité d'adsorber ces traces de savon, Cela est expliqué par l'ajout de l'acide citrique qui réagit avec les savons en donnant un sel facilement éliminable [9].

II.4. Analyse de l'indice de peroxyde

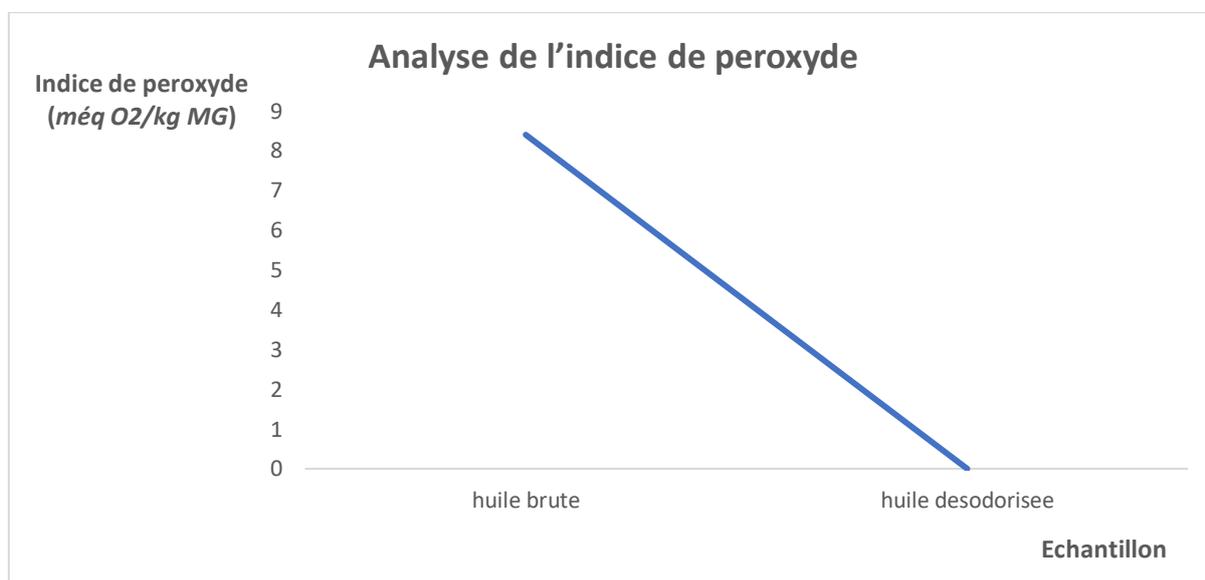
Les résultats d'analyse de l'indice de peroxyde des échantillons d'huile de tournesol sont représentés dans le tableau IV.11.

Tableau IV.11: Résultats de l'indice de peroxyde des échantillons d'huile de tournesol.

Echantillon	Indice de peroxyde (méq O ₂ /kg MG)	ISO 3960, 2007
Huile brute	8,4	≤ 15
Huile désodorisée	0,00	0,00

L'indice de peroxyde a pris une valeur inférieure aux normes **ISO** (15meq O₂/Kg), que ce soit pour l'huile brute (8,4méq O₂/Kg) et l'huile désodorisée (0,00meq O₂/Kg). Ces valeurs reflètent le degré d'oxydation de l'huile de tournesol.

Ces résultats sont nettement inférieurs à celles obtenues par **Naudet, (1988)** (13meq O₂/Kg) [63], L'évolution de l'indice de peroxyde d'huile de tournesol au cours des différentes étapes du raffinage est représentée par la figure IV.11.

**Figure IV.11 :** Evolution de l'indice de peroxyde d'huile de tournesol au cours du raffinage.

On remarque une baisse importante de l'indice de peroxyde, cela est dû à la destruction des peroxydes par la terre décolorante et sous l'effet de la haute température lors de la désodorisation.

La valeur de l'indice de peroxyde trouvée est inférieure à (15 meqO₂ /Kg), ce qui caractérise la plupart des huiles conventionnelles. Cela, peut s'expliquer par la richesse de l'huile en substances antioxydants naturelles (tocophérols, polyphénols, caroténoïdes) [64, 65].

II.5. Analyse de couleur

Les résultats d'analyse de la couleur (Jaune /Rouge), des échantillons d'huile de tournesol sont représentés dans le tableau IV.12.

Tableau IV.12: Résultats de la couleur d'huile de tournesol au cours du raffinage.

Etapas Echantillon	Couleur jaune	Couleur rouge	Limite jaune Norme ISO 15305, 1998	
			Limite jaune	Limite rouge
Huile brute	20	2,1	30	2,5
Huile décolorée	13	1.1	12	1.3
Huile désodorisée	3,1	0,3	6	1,2

D'après ces résultats l'huile brute de tournesol conforme à la norme ISO (20J / 2,1R), l'huile décolorée présente des valeurs supérieures à la norme que ce soit pour la coloration rouge ou jaune (13Jaune / 1,5 Rouge) ceci s'explique par la non-conformité aux limites fixées par les normes **ISO** (12Jaune / 1,3 Rouge).

En fin, pour l'huile désodorisée, on observe une diminution remarquable de la couleur jaune (3,1 J) et la couleur rouge (0.3R), sous l'effet de la chaleur et le vide utilisé.

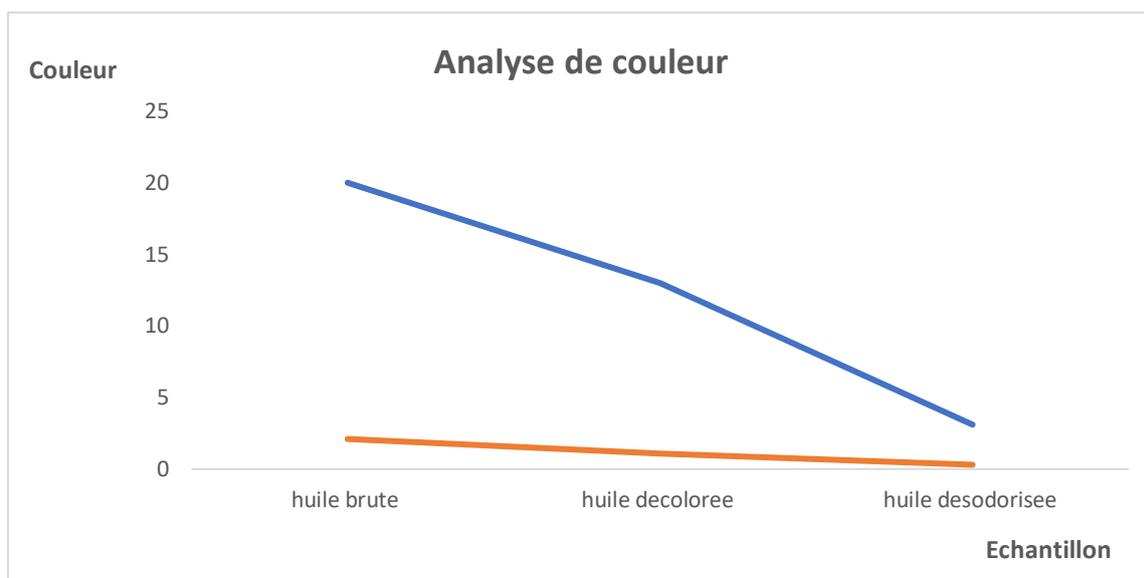


Figure IV.12: Evolution de la couleur (Jaune et Rouge) d’huile de tournesol au cours du raffinage.

D’après les résultats obtenus, nous remarquons que les valeurs de la couleur jaune et rouge pour l’huile brute sont élevées par ce que la couleur de cette dernière est d’origine foncée, ceci est vraisemblablement dû à la nature de l’huile et à la présence de différents pigments [4].

La non-conformité en niveau de la décoloration montre une perturbation de l’un des paramètres de décoloration qui sont (dosage de terre, temps de séjours, la température, le vide, et l’injection de vapeur direct). Ces résultats ne correspondent pas avec celle de **Naudet, (1988) [9]**.

La diminution de la couleur (Jaune /Rouge), due à la décomposition des pigments oxydatifs sous l’effet de la température ce qui donne des substances volatiles qui sont aspirées par le vide de la colonne de désodorisation.

Tout changement de couleur de l’huile signifie un changement de sa composition, par la formation des polymères issus des réactions de polymérisation des produits d’oxydation, la Co- oxydation des pigments (essentiellement le β -carotène) et les vitamines (particulièrement les tocophérols et les tocotriénols) et que ces réactions sont étroitement liées à la variation de température [66].

II.6. Analyse d’humidité

Les résultats du taux d’humidité de l’huile de tournesol au cours des opérations de raffinage sont représentés dans le tableau (IV.13).

Tableau IV.13: Résultats du taux d'humidité d'huile de tournesol au cours du raffinage.

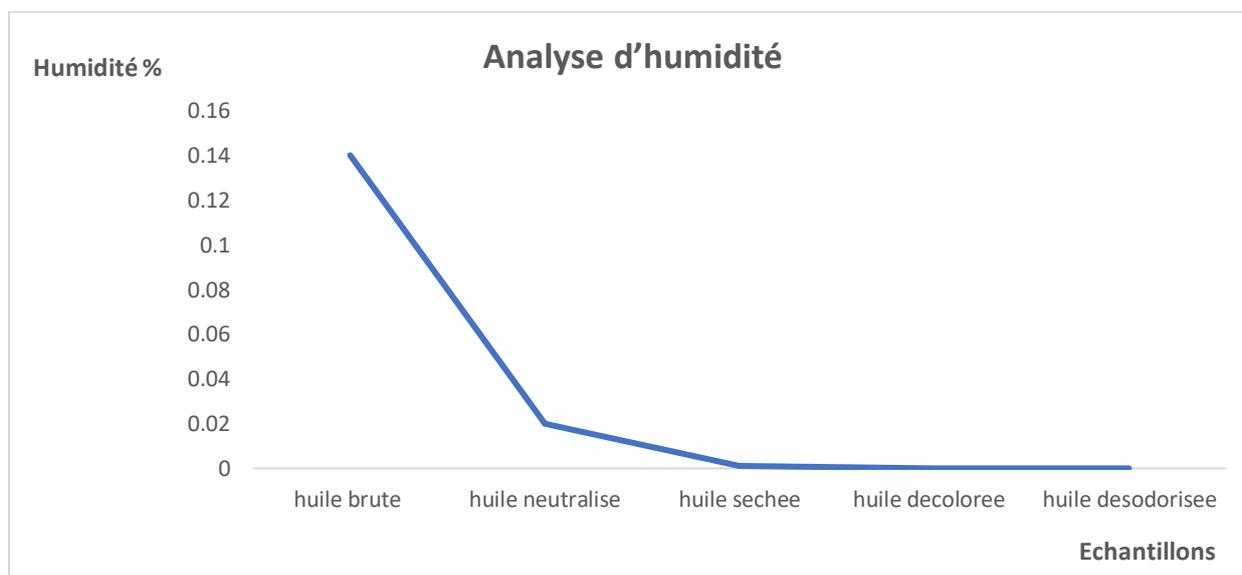
Echantillons	Humidité %	Normes ISO 662,1998
Huile brute	0,14	≤0,5
Huile neutralisée (mélangeur)	0,02	=
Huile séchée	0,001	≤0,05
Huile décolorée	0,00	=
Huile désodorisée	0,00	0,00

Les résultats obtenus, nous montre que l'humidité de l'huile de tournesol au début du raffinage (huile brute) est un peu élevée (0,14 %) mais conforme à la norme ($\leq 0,5$ %).

Après la neutralisation, le taux d'humidité a diminué jusqu'à (0,02 %), Le séchage intervient dans l'élimination d'une grande partie d'eau entraînée dans l'huile neutralisée jusqu'à une valeur de (0,001 %), ceci traduit l'efficacité du traitement de séchage par l'évaporation de l'eau sous vide et la température utilisée.

L'élimination complète de l'humidité est réalisée au niveau de la décoloration et la désodorisation (0,00 %), sous l'effet du vide et la température.

La figure IV.13 montre l'évolution de taux d'humidité d'huile de tournesol au cours des différentes étapes de raffinage.

**Figure IV.13 :** Evolution de taux d'humidité d'huile de tournesol au cours du raffinage.

L'humidité a tendance à baisser avec des valeurs proches à la norme, durant la neutralisation, et ceci est dû à l'élimination d'une partie d'eau dans les mucilages (entraînement de l'eau dans les mucilages sous l'effet des séparateurs).

Après le séchage de l'huile à une température élevée, l'humidité et les impuretés sont éliminées. Cette étape est très importante car l'humidité présente dans l'huile désactive la terre décolorante ce qui provoque un colmatage des filtres et gêne les opérations ultérieures. L'humidité s'annule lors de la décoloration et la désodorisation, car celle-ci est retenue par la terre décolorante et aspirée par le vide de la colonne de désodorisation [28].

II.7. Teneur en Chlorophylle

Les résultats d'analyse du taux de chlorophylle des échantillons d'huile de tournesol sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau VI.14 : Taux de chlorophylle d'huile de tournesol au cours du raffinage.

Echantillons	La chlorophylle (ppm)	Normes ISO 660, 1996
Huile brute	0,77	≤ 02
Huile séchée	0,67	≤ 01
Huile décolorée	0,05	≤ 0.05
Huile désodorisée	0,00	0.00

D'après les résultats d'analyses obtenus, le taux de chlorophylle d'huile de tournesol est conforme aux limites fixées par les normes **ISO** (≤ 02). Le taux de la chlorophylle baisse au niveau de la décoloration de (0,77 à 0,05ppm), L'élimination complète de la chlorophylle est réalisée au niveau de la désodorisation (0,00 ppm).

L'évolution de la chlorophylle de tournesol au cours des différentes étapes du raffinage est représentée par la figure IV.14.

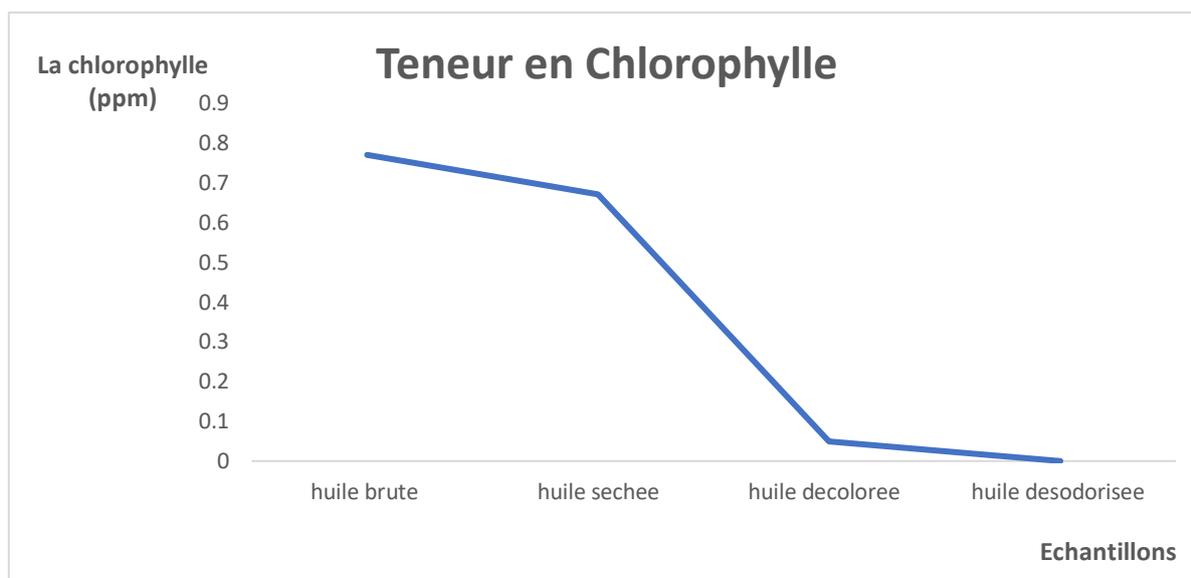


Figure IV.14 : Evolution de taux de chlorophylle d'huile de tournesol au cours du raffinage.

Selon la figure IV.14, il ressort que l'huile brute subit une légère élimination de la Chlorophylle lors du séchage à une température élevée, et diminue au fur et à mesure qu'on avance dans le processus de raffinage.

On observe en niveau de la décoloration, une élimination importante de la chlorophylle, cela est dû à leur adsorption par la terre décolorante. L'élimination totale de la chlorophylle se fait au niveau de la désodorisation sous l'effet de la chaleur et pression réduite [4, 61].

II.8. Analyse des cires

Les résultats d'analyses des cires des échantillons d'huile de tournesol sont représentés dans le tableau suivant

Tableau IV.15: Résultats de la teneur en cires des échantillons d'huile de tournesol.

Echantillons	Teneur en cires(ppm)	Normes A.O.C.S, 1987
Huile brute	1274	-
Huile séchée	0,00	0,00Max
Huile décolorée	0,00	0,00Max
Huile désodorisée	0,00	0,00Max

En remarque d'après ces résultats une teneur élevée en cire de l'huile brute (1274 ppm) et une diminution nette lors des autres étapes de raffinage (0,00ppm). Cela s'explique une neutralisation (cristallisation) et une bonne séparation.

La figure IV.15 montre l'évolution des cires d'huile de tournesol au cours des différentes étapes de raffinage.

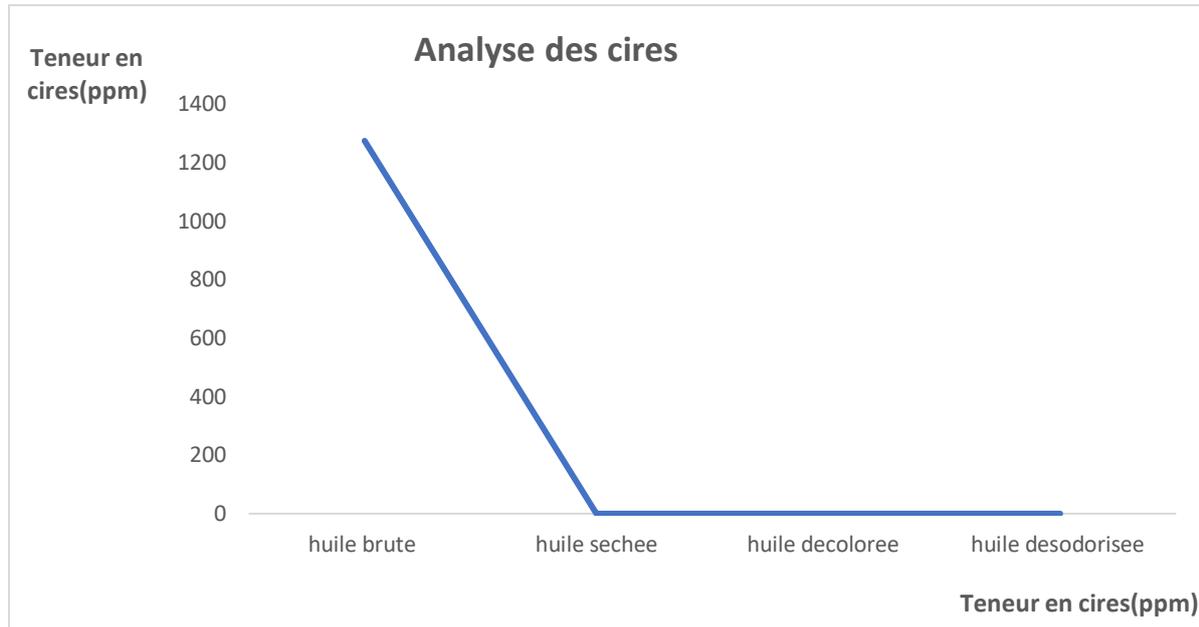


Figure IV. 15 : Evolution détenteurs en cires d'huile de tournesol au cours du raffinage.

A l'aide de teste à froid, l'échantillon apparait limpide (clair), quand la lumière le traverse (teste visuel) cela explique l'absence des cires qui sont éliminées sous l'action des cristalliser lors de l'étape de neutralisation d'où le nom du raffinage à froid de tournesol.

Chapitre V

Emballage des huiles

Chapitre V

Emballages des huiles

Dans cette partie, on a traité en premier lieu les méthodes de fabrication par injection des bouteilles d'emballages des huiles de granulé de PET ou PEBD jusqu'à la préforme, puis la forme final qui est la bouteille. En deuxième lieu les techniques de caractérisation de ces bouteilles tels que : polariscope, poids moulées préformes, test de résistance à la compression.... Dans la troisième, les résultats de chaque analyse ont été traités.

I. Matériaux d'emballages

I.1. Le polyéthylène téréphtalate (PET)

Le polyéthylène téréphtalate (PET) est une polycondensation de la famille du polyesteraromatique, sa formule chimique développée dans la figure V.1 se présente sous forme :

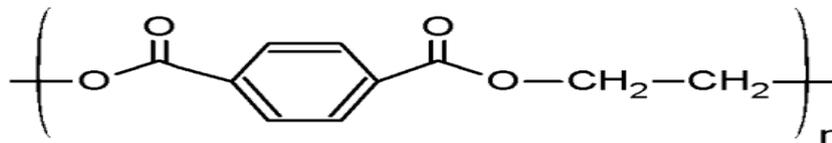


Figure V.1 : Motif de répétition du polyéthylène téréphtalate.

Le PET est un polymère qui peut être obtenu sous deux structures différentes :

- Une structure complètement amorphe lorsque le PET subit un refroidissement brutal de l'état fondu à l'état solide.
- Une structure semi-cristalline lorsque le PET est refroidi lentement, le taux de cristallinité maximum atteignant alors 50% à 60% [67].

➤ Synthèse du polyéthylène téréphtalate

Le polyéthylène est synthétisé selon 3 étapes :

1- Une poly-estérification direct de l'acide téréphtalique (PTA) avec l'éthylène glycol, cette réaction s'effectue à des températures voisines de 250 °C sous pression atmosphérique, nous formons alors le bis hydroxyéthyle téréphtalate (BHET). Cette voie de synthèse est la plus utilisée.

2- La polycondensation des extrémités de chaînes du (BHET), qui va réagir entre elles pour former les chaînes de PET et de l'éthylène glycol. Cette réaction se déroule à

des températures de l'ordre de 280 °C en présence des catalyseurs, la polycondensation amène la formation d'éthylène glycol qu'il faut éliminer en continu.

3- Une cristallisation de PET granulés pendant 20 heures à des températures entre (210 - 220 °C) à des basses pressions, la masse molaire du PET augmente qui a un taux de cristallinité entre 50 et 60% [68].

I.2. Le polyéthylène basse densité (PEBD)

Le polyéthylène est un polymère thermoplastique semi-cristallin appartient également à la famille des polyoléfines. Sa formule chimique générale est $(-CH_2-CH_2-)_n$. Il s'agit d'un polymère inerte sous forme de granulés préparés par polymérisation de monomères éthyléniques gazeux. La présence de ces ramifications dans la chaîne de polyéthylène influe sur les propriétés physiques (densité, flexibilité, viscosité, ...etc.) [69].



Figure V.2 : Les granulés de polyéthylène basse densité (PEBD).

II. Processus de fabrication

Le processus de fabrication des bouteilles en PET ou PEBD est expliqué en trois étapes, les bouteilles de PET sont fabriquées par la technique dite ISBM c'est l'abréviation que l'on traduit par Injection-Étirage-Soufflage. Une seule machine y crée à la fois la préforme et la forme définitive (le pot / la bouteille). Cette méthode convient particulièrement aux petites comme aux grandes séries. Le contrôle du processus débouchant sur le produit fini est optimal. Les trois étapes de fabrication sont expliquées en ce qui suit :

- **Étape 1 : La préforme (Technique de préforme)**

La matière brute (les granulats en PET) est séchée. Ensuite, elle passe par un cylindre en forme de vis du séchoir à la machine. Le transport s'accompagne d'un réchauffement intense des granulats, ce qui résulte en un PET liquide. À ce stade, le PET régulier acquiert sa

transparence. Pour obtenir un matériau coloré, on y ajoute à présent des colorants. Le PET liquide est ensuite injecté dans la première matrice appelée matrice de préforme. Le col de la bouteille adopte ainsi en une fois sa taille exacte et la bouteille présente le poids voulu.

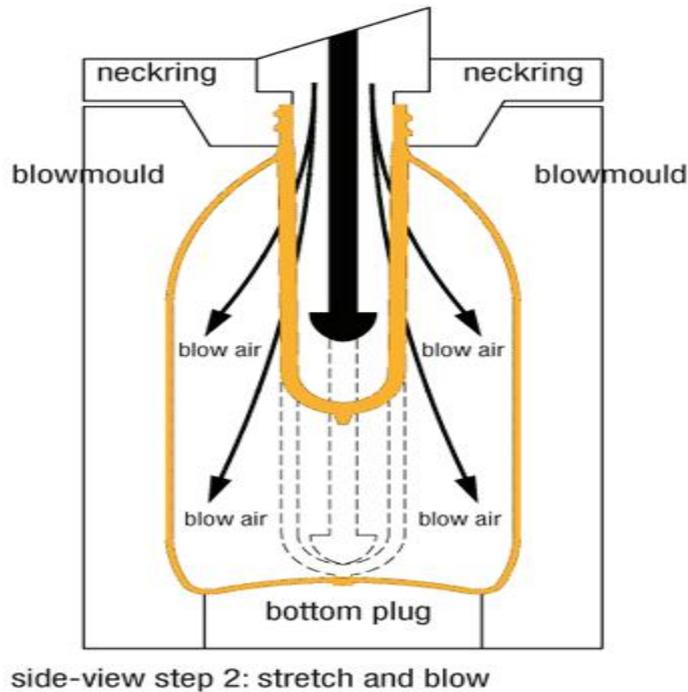
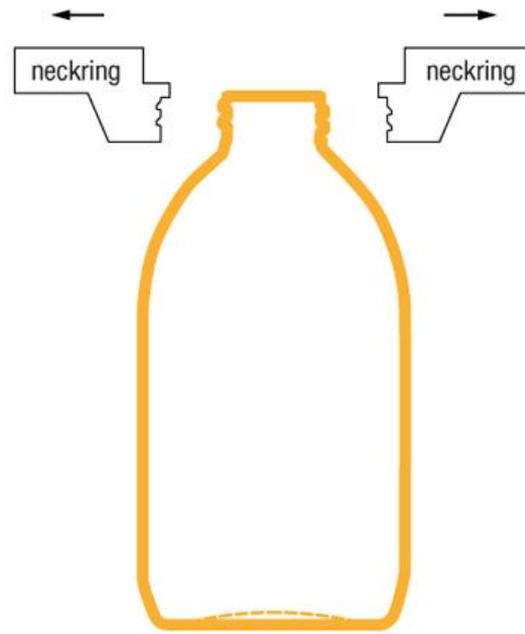


Figure V.3 : Etirer et souffler.

- **Étape 2 : la forme finale (Technique du moulage par soufflage)**

La préforme reste fixée au col qui vient d'être injecté avec précision et atteint le poste suivant par un plateau pivotant. Pour plusieurs machines, il s'agit d'un poste de conditionnement de la préforme destiné à améliorer davantage le profil de température, par exemple. Dans d'autres machines, la préforme est acheminée directement vers le poste de soufflage. La matrice de soufflage donne son aspect définitif à la préforme en étirant la partie malléable sous le col et en appliquant la technique du soufflage. L'étirage s'effectue au moyen d'une broche d'étirage amenant le matériau vers le fond. Le soufflage permet de former le PET contre la paroi de la matrice, ce qui permet de créer toutes sortes de formes et de motifs.



side-view step 3: ejection product

Figure V.4 : Produit final d'éjection.

- **Étape 3 : le produit fini**

Le produit rejoint maintenant un dernier poste sur la machine. Une unité d'extraction y positionne la bouteille sur un convoyeur où s'effectue un contrôle, le dernier avant l'étape du conditionnement. Il peut s'agir d'une inspection visuelle, d'un test anti-fuites et d'une éventuelle surveillance supplémentaire par caméra. L'approche dépend de la nature du produit. Le conditionnement a lieu ensuite conformément aux spécifications convenues. Les machines apposent alors les codes d'entreposage et d'envoi.

III. Fonctionnement d'une presse à injecté

Le fonctionnement d'une presse à injecter pour la production de pièces est relativement simple. Des granulés de 2 à 3 mm de plastique sont versés dans la trémie. Ensuite, cette matière est ramollie en étant portée à 200°C – 250°C grâce à l'action combinée de la friction de la vis et des colliers de chauffe. La matière ainsi malléable est poussée vers la buse puis injectée dans le moule grâce au vérin d'injection. La pression d'injection peut atteindre 2 500 bars. La matière se répartit de façon homogène dans la cavité de l'outillage pour prendre sa forme définitive. La pièce est ensuite refroidie en quelques secondes entre 50 °C et 80 °C afin de la solidifier. La presse ouvre l'outillage et les éventuels tiroirs, la pièce est éjectée par la

batterie d'éjection et chute dans un bac ou est saisie par un robot manipulateur. La presse se referme et le cycle recommence.

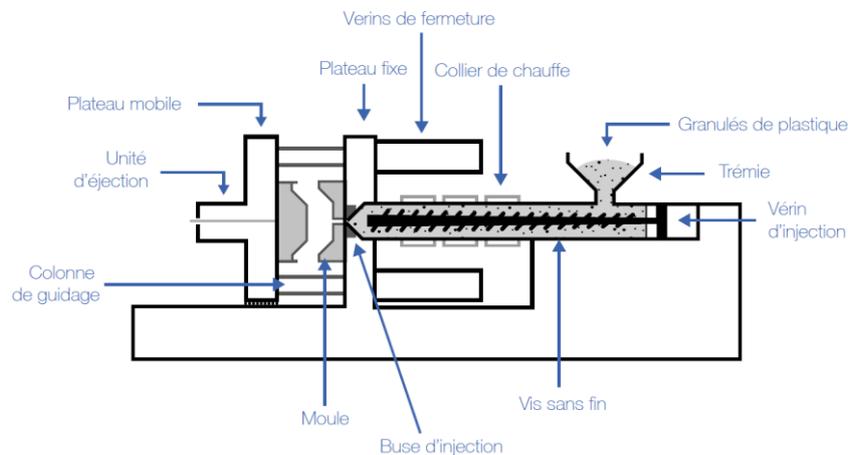


Figure V.5 : Composition d'une presse à injecter.

III.1. Structure d'un moule

Le moule, également appelé outillage, est un élément déterminant dans le processus de fabrication d'une pièce injectée. C'est lui qui va donner la forme définitive à la pièce. Généralement fabriqué en acier, il va peser de quelques dizaines de kilos à plusieurs tonnes.

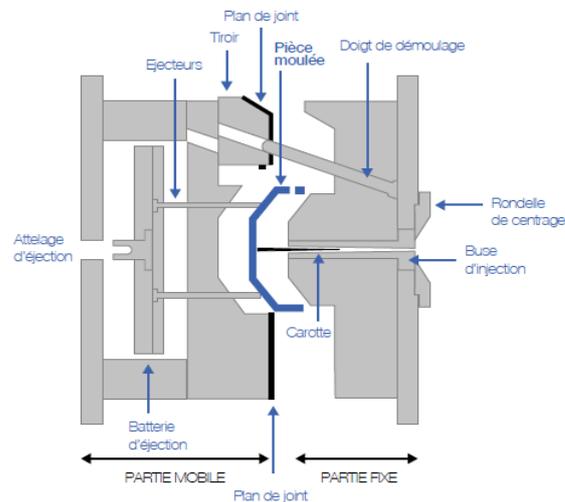


Figure V.6 : Structure détaillé d'un moule.

➤ Caractéristiques d'une pièce injectée

Les pièces fabriquées via un processus d'injection plastique vont avoir quatre caractéristiques qui vont les différencier des pièces fabriquées via un autre processus :

- Le **point d'injection** : correspondant à l'entrée de la matière dans la pièce
- Les **traces d'éjecteurs** : nécessaires pour démouler la pièce de l'outillage
- La **ligne de plan de joint** : au niveau des zones de fermeture du moule
- Les **dépouilles** : pour faciliter la sortie de la pièce de l'outillage en limitant les contraintes et sans la rayer.

a. Le point d'injection

Le point d'injection, c'est par là que la matière entre dans l'empreinte de l'outillage. Sur toute pièce en plastique injectée, il y a un point d'injection. Il se présente généralement sous forme d'un petit picot ou d'une nappe. À la conception de l'outillage, il est important de voir avec le mouliste où sera fait ce point d'injection et de quel type il sera, surtout si c'est une pièce d'aspect. Le choix du point d'injection est du ressort du mouliste. En effet, c'est lui qui dira où et comment le placer afin d'optimiser l'équilibre du moule et de bien remplir la pièce. Le point d'injection peut se trouver au centre de la pièce ou sur un bord extérieur.

- **Avec un point d'injection au centre** : les avantages sont un bon équilibrage des pressions lors de l'injection et une optimisation des dimensions de l'outillage. Ses principaux inconvénients sont la difficulté à couper la carotte d'injection pour les outillages sans buse chaude, et en cas de buse chaude, le coût de cette option qui peut s'avérer prohibitif pour des petites séries. Le point d'injection au centre avec buse chaude est donc à privilégier pour des grandes séries, à contrario, l'injection au centre avec carotte est à privilégier pour la petite série de pièces techniques.
- **Un point d'injection sur le bord a également des avantages**: Il permet notamment une coupe facilitée du canal d'injection, de faire à moindre coût des moules multi-empreintes et de mettre un point sous-marin pour un égrappage automatique. Ses principaux inconvénients sont un potentiel déséquilibre du moule et des lignes de soudure qui peuvent être plus visibles. Le point d'injection sur un bord sera donc privilégié pour les pièces d'aspects en petite et moyenne série ou dans les cas de moules multi-empreintes à coût modéré.

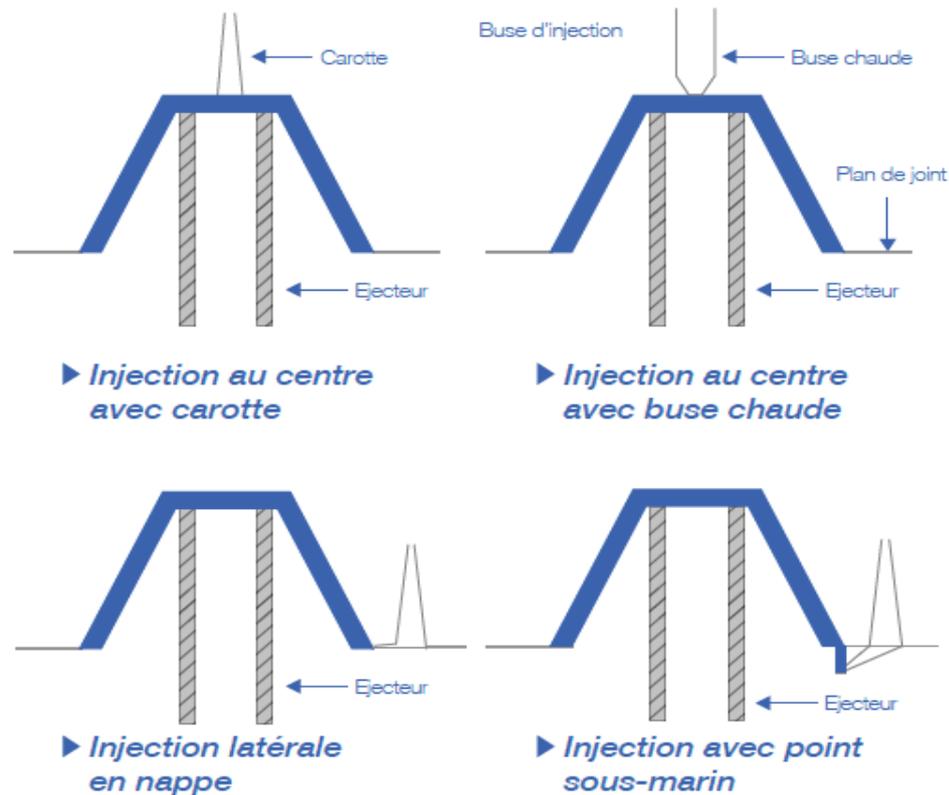


Figure V.7 : Différents points d'injection.

b. Les traces d'éjecteurs

Lors de l'injection du plastique dans l'outillage, la matière va être soumise à de très fortes pressions qui vont la compresser et cette dernière va se rétracter de 0.5% à 3.0% lors du refroidissement et serrer le noyau central. Pour démouler la pièce, il faut donc la pousser via des éjecteurs guidés par une batterie d'éjection. La force nécessaire pour éjecter la pièce peut atteindre plusieurs tonnes. Les éjecteurs vont donc laisser sur la partie intérieure de la pièce de petites traces généralement de forme ronde ou rectangulaire. Ainsi, il est important de savoir de quel côté de la pièce il est possible de laisser ces marques sans altérer l'aspect ou les propriétés techniques de l'objet fabriqué. Pour des cas spécifiques, par exemple une pièce d'aspect visible des deux côtés, il est possible d'utiliser d'autres techniques d'éjection : plaques dévétisseuses, éjection par air comprimé ou encore utilisation de tiroirs latéraux. Ces techniques, plus onéreuses, sont à réserver aux cas très spécifiques

c. Ligne de plan de joint

La ligne de plan de joint se forme sur la pièce au niveau de la rencontre des différents éléments mobiles de l'outillage. Elle forme une légère ligne continue qui fait le tour de la pièce, et au niveau de la jonction avec les tiroirs. Lors de la conception de la pièce et du moule, surtout si c'est une pièce d'aspect, il faut trouver un endroit où faire passer cette ligne ou une façon de la masquer. Ainsi, sur un boîtier elle sera souvent mise à la base qui n'est pas visible. Elle peut être également fondue entre deux états de surface différents ou posée sur une légère boursouffure décorative.

d. Les dépouilles

C'est la quatrième caractéristique d'une pièce fabriquée par la méthode de l'injection plastique. Contrairement aux trois précédentes qui sont principalement du ressort du mouliste, la pose des dépouilles est à prévoir lors de la conception de la pièce, cette partie-ci sera donc approfondie dans le chapitre « Concevoir sa pièce ». Il n'est pas possible - ou difficilement réalisable - de sortir une pièce d'un outillage avec des parois perpendiculaires au plan de joint. En effet, comme la matière se rétracte, et reste sous forte contrainte sur le noyau du moule, elle devient difficile à extraire sans déformation, casse ou rayure. Il faut donc mettre des dépouilles sur l'ensemble de ces parois avec des angles compris entre 1.0 et 5.0 degrés [70].

IV. Résultats et méthodes de caractérisations

L'essai s'est déroulé sans contraintes sur toute la ligne, à partir du transfert des préformes jusqu'à la palettisation des fardeaux.

IV.1. Polariscope



Figure V.8 : Préforme d'une bouteille de 24g.

- **Commentaire :** Bonne rhéologie et absence de déformation, Polariscope des préformes est conformées.

IV.2. Poids moulées préformes

Les résultats obtenus des différents poids sont donnée dans le tableau V.1 et la figure V.10.

Tableau V.1 : Le poids des différents empreintes des préformes de 24g.

N° empreinte	Poids(g)						
1-46	24	1-06	24	1-42	24	1-38	24.1
1-29	24	1-26	24	1-36	24	1-29	24
1-33	24	1-13	24	1-30	23.9	1-50	24
1-01	24.4	1-34	24	1-12	24	1-17	24
1-39	23.9	1-27	24.1	1-14	24.1	1-31	23.9
1-56	24	1-01	23.9	1-47	24	1-19	24.1
1-33	24	1-64	24.1	1-16	24.1	1-17	24.1
1-55	23.9	1-65	24	1-25	23.9	1-41	24
1-30	24.2	1-02	24	1-04	24	1-48	24.1
1-02	24	1-15	24	1-17	24	1-21	24
1-25	24	1-02	24	1-54	24	1-52	23.9

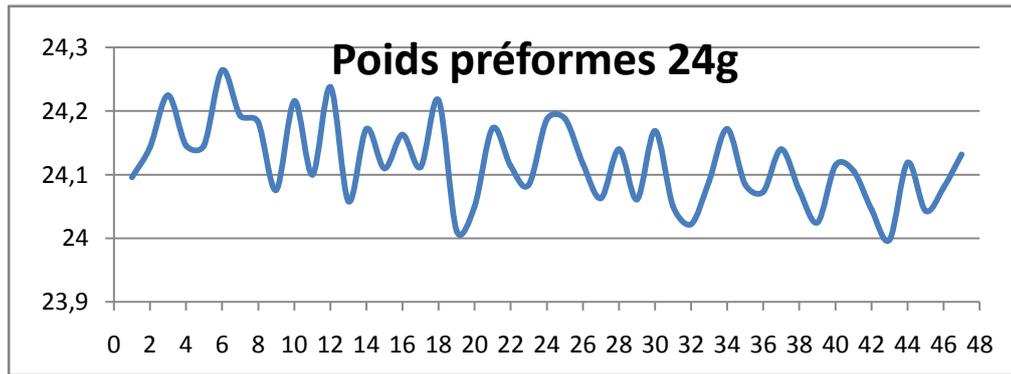


Figure V.9 : Le poids des préformas 24g dans différents empreintes.

- ✓ **Commentaire :** On remarque que pour tous les empreintes choisîtes on a un poids très proche de $m_{réf} = 24g$ pour une bouteille de 1L.

IV.3. Répartition épaisseur des parois des préformes



Figure V.10 : Les déférentes répartitions d'épaisseur d'une préforme de 24g.

Tableau V.2 : Répartitions d'épaisseur d'une préforme de 24g.

	zone	Préforme 1L	Référence 1L
Base de préforme (mm)	1	2.476	2.4
	2	2.721	2.6
Corps de la préforme (mm)	3	2.677	2.6
	4	2.456	2.6
Col de la préforme (mm)	5	1.885	1.8

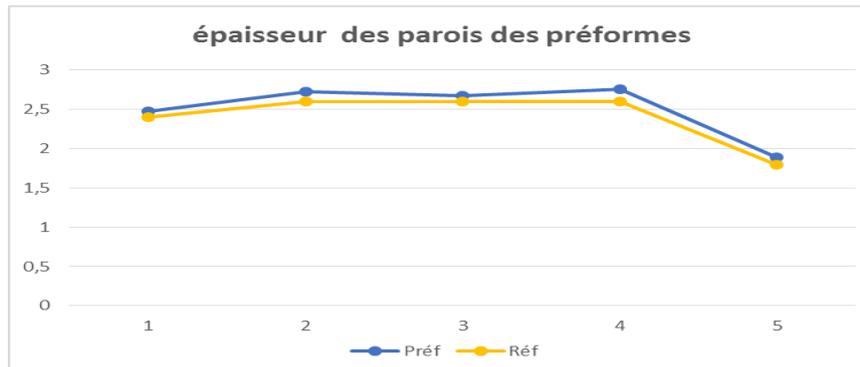


Figure V.11 : L'épaisseur moyenne des préformes avec l'écart d'erreur (Ecart-type).

✓ **Commentaire :**

- Poids homogène des préformes ;
- épaisseurs régulières sur les trois parties de la préforme (base, corps, col) ;
- bonne rhéologie des préformes ;
- Aspect physique des préformes conformes ;
- Préformes à nuance claire translucide.

IV.4. Analyse du bouchon

L'essai sur machine s'est déroulé sans contraintes (convoyage et pose bouchon) avec une cadence de 12300 bouteille/h.

- ✓ **Test d'étanchéité :** Un test d'étanchéité a été effectué à l'aide d'un compressiomètre en exerçant une force d'environ 50 Kg.

Commentaire : Les bouchons 1L ont présentés une bonne résistance à cette compression.

- ✓ **Ouverture et décapsulage bouchon :** Ouverture sans contrainte pour la bouteille référence, Décapsulage sans contrainte comme le montre la figure 14.

➤ **Soufflage**

Ce teste est effectuer sure une cadence de 11500 bouteille/min et pour les Paramètres de la souffeuse suivent : Débit de soufflage : 31bar ; Débit d'air : 7bar ; Pression d'eau entrée machine : 4.5 bar.

IV.5. Epaisseurs des bouteilles

Après les mesures des épaisseurs, les résultats sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau V.3 : Calcul de l'écart-type avec différent empreintes.

Echantillon empreinte	Epaisseurs (mm)	Corps Z1	Corps Z2	Corps Z3	Base
	Col				
3	1.148	0.254	0.200	0.185	0.165
2	1.065	0.206	0.213	0.201	0.211
5	1.062	0.188	0.191	0.188	0.196
10	1.427	0.196	0.173	0.193	0.170
Moyenne	1.175	0.211	0.194	0.191	0.185
Ecart-type	1.172	0.029	0.016	0.007	0.02

Les épaisseurs moyennent des bouteilles 1L PET avec différentes Empreintes sont présenté sur cette figure.

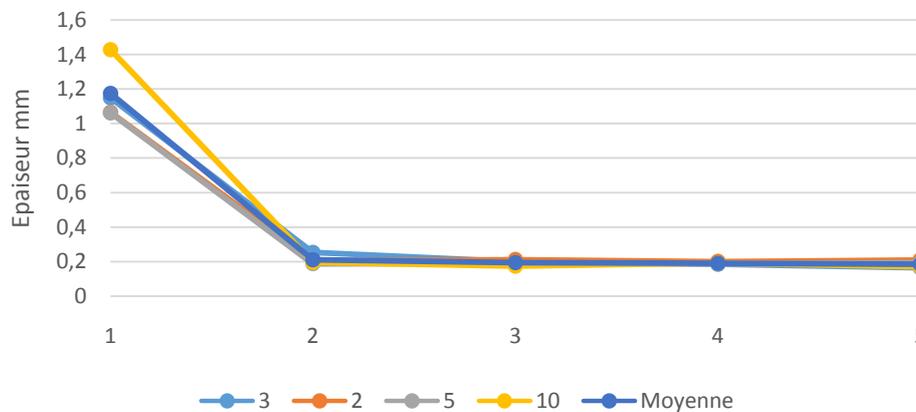


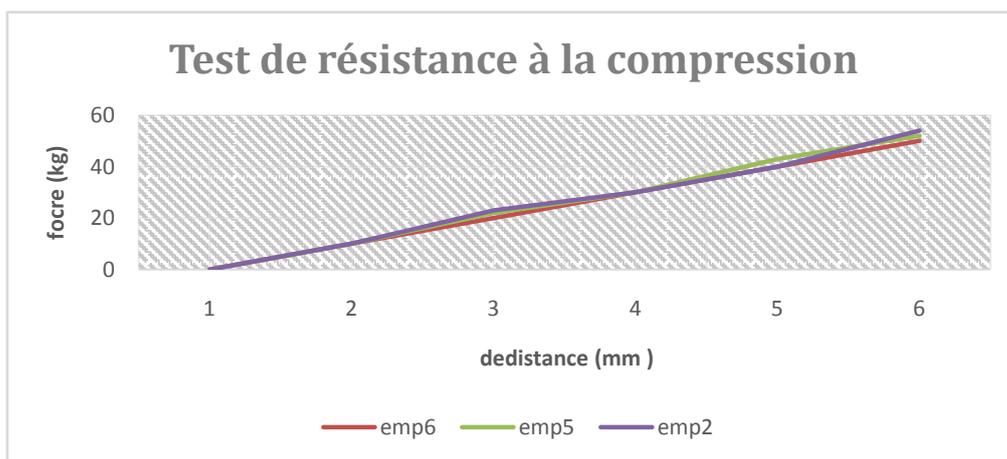
Figure V.12 : Les épaisseurs moyennent des bouteilles 1L PET avec différentes Empreintes.

IV.6. Test de résistance à la compression

Un test comparatif de la résistance à la compression, Le test a été effectué sur les bouteilles pleines avec des Paramètres du compressiomètre : Vitesse : 50 mm/min ; Distance : 30 mm. Les résultats de ce test sont présentés dans le tableau V.4 et qui sont tracé dans la figure V.13.

Tableau V.4 : La distance et la force de différentes empreintes.

Distance (mm)	Force en (kg)		
	Empreinte 6	Empreinte 5	Empreinte 2
0	0	0	0
1.6	10	10	10
3.2	20	22	23
4.7	30	30	30
5	40	43	40
6.6	50	52	54

**Figure V.13** : Graphe représentant la résistance à la compression des bouteilles 1L PET.

➤ Conclusion

- Bon déroulement de l'essai de soufflage ;
- Bonne insertion des bouchons ;
- Bon comportement des bouteilles sur toute la ligne ;
- Homogénéité des épaisseurs des bouteilles ;
- Test de résistance à la compression concluant.

➤ **Etiquetage**

Cette opération consiste à coller les étiquettes sur les bouteilles. La colle se présente sous forme de blocs solides, est d'abord fondue dans une cuve à une température pouvant atteindre 170°C. La colle fondue est pompée vers la surface d'un rouleau, qui lorsque les boîtes entrent dans l'étiqueteuse, elles entrent en contact avec le rouleau et donc la colle. Le mouvement rotatif des bouteilles continue par un frottement puis accrochage d'un bout d'une étiquette (le lot d'étiquettes est préalablement disposé dans un boîtier), l'autre bout de l'étiquette ayant elle aussi été en contact avec de la colle. L'étiquette entière est alors collée sur la bouteille. Le mouvement rotatif se termine par un passage entre deux brosses qui ont pour rôle de renforcer l'accolement de l'étiquette sur la bouteille.

➤ **Datage**

Les bouteilles passent sous un appareil appelé Dateuse qui imprime sur le bouchon de la bouteille, la date de production et d'expiration, l'heure de production et la ligne de production. Ces informations sont sous forme codée et permettent de respecter une des exigences de la traçabilité du produit. Une fois le codage réalisé les bouteilles passent sous un Compteur pour le comptage du nombre de bouteilles de boisson produites

➤ **Fardelage**

La machine réalisant cette opération est la fardeuse. A la sortie de l'étiqueteuse, le tapis roulant transportant les bouteilles PET arrive dans le convoyeur, des lots de 2 rangées de 6 bouteilles sont automatiquement pris en charge puis sont emballés par un film plastique non étirable (film rétractable). La fardeuse munie d'un four à 160°C permet de « souder » le film sur les bouteilles afin de renforcer son efficacité.

Conclusion

Conclusion

Durant le stage effectué au niveau du complexe « **CEVITAL** », nous avons suivi de plus près le processus de production des huiles végétales d'une entreprise agroalimentaire locale et le contrôle de chaque étape de raffinage.

En effet, le raffinage des deux huiles étudiées (soja et tournesol) présente une différence notable ; l'huile brute de soja subit une neutralisation à chaud par contre celle du tournesol requiert une neutralisation à froid, vu sa richesse en cires. On élimine les composés indésirables d'huile brute, grâce aux différentes étapes du processus de raffinage, à savoir la neutralisation (phospholipides, les acides gras libres), et les pigments colorés dans la décoloration, et les composés odorants (désodorisation).

Les résultats d'analyses (acidité, humidité, indice de peroxyde, phosphore, cires, chlorophylle) effectuées sur les deux huiles témoignent la conformité aux normes de l'ISO, cela est la preuve de l'application des bonnes pratiques de fabrication par l'entreprise au cours du processus grâce aux matériels sophistiqués dont qu'elle dispose, et le contrôle effectué à chaque étape du raffinage.

Mais certaines inconformités sont trouvées (traces de savons et couleur) mais elles ont été très vite corrigées. La non-conformité de certaines analyses, est due à la perturbation de certains paramètres de raffinage (temps de séjours, la température, le vide, et l'injection de vapeur direct...etc.), ou une saponification parasite engendrée par un excès de soude (pour l'analyse des traces de savons), tout ça montre que certaines opérations du raffinage n'ont pas été bien maîtrisées mais l'entreprise prend quelques corrections pour régler cette instabilité (recyclage, l'ajout de l'acide citrique).

Ce stage ne nous a pas seulement permis d'acquérir et d'approfondir nos connaissances théoriques et pratiques dans le domaine des corps gras et leurs technologies de production et de transformation, mais aussi il nous a permis d'acquérir des connaissances approfondies sur le raffinage des huiles végétales et sur les différentes analyses effectuées, et d'autres parts d'avoir une idée sur la vie professionnelle.

En perspective, d'autres analyses peuvent être effectuées, à savoir (l'indice de saponification, indice de l'iode, indice de réfraction, quantifications des acides gras Trans, la viscosité). Et cela pour mieux optimiser le processus de raffinage à fin d'avoir à bon rendement et une bonne qualité d'huile.

Enfin durant la période de cette d'étude nous avons constaté que le complexe est en voie d'évolution continue, afin d'améliorer la qualité et le rendement de production.

Afin d'approfondir ce travail, il serait souhaitable de :

- Penser à un projet sur l'implantation locale des graines de soja et de tournesol dans le but de réduire le coût.
- S'intéresser d'étudier et d'appliquer le raffinage enzymatique pour les deux huiles vue son grand intérêt économique
- Construire plusieurs laboratoires au sein de l'unité, afin de recevoir les stagiaires tout au long de l'année, permettant ainsi une collaboration entre l'université et l'entreprise surtout dans le cadre de la recherche scientifique.

On a traité aussi durant ce stage l'un des matériaux utilisés dans les emballages plastiques où se manifeste le polyéthylène téréphtalate(PET), Dans notre étude, nous nous intéressons à ce matériau vue qu'il est largement utilisé comme emballage dans l'industrie alimentaire, plus spécialement pour le conditionnement des liquides tel que les eaux, les sodas et également pour le conditionnement des huiles alimentaires. Ses propriétés physiques remarquables font de lui une très bonne alternative au verre, ce qui fait de lui un polymère intéressant.

Nous pouvons alors conclure et constater qu'il est très important de savoir l'importance de choix d'emballage pour les aliments et aussi son rôle sur la conservation des produits agro-alimentaires.

Les étapes de préparation des emballages alimentaires et à titre d'exemple on tient à rappelés la préparation des bouteilles en PET. A l'instant d'autre emballage le choix de production des bouteilles en PET débute par la production de la préforme ; ensuite, l'injection du PET dans le moule froid pour former la préforme puis en second étape, la mise de PET dans le four. Et pour obtenir la forme finale de la bouteille en PET. Par ailleurs la forme bas de la bouteille est fabrique en PET et le pour le bouchant et le poignés est fabriquer en PEBD.

*Références
bibliographiques*

Les Références Bibliographiques

- [1] : Cossut J., Humert S., Defrenne B., Roelstraete L., Desmect C., Vanuxeem M., Ferroul S., Vidal S. Et Garnet S.2002. Les Corps Gras : Entre Tradition et Modernité. Projet réalisé dans le cadre du DESS QUALIMAPA. Institut Agro-alimentaire de Lille, Université des Sciences et Technologies de Lille. 2002.
- [2] : Termolieres J et al. Manuel d'alimentation humaine. Tome 1 : les bases d'alimentation Ed. E.S.F. Paris. P 553. (1980).
- [3] : Gibbon V et Tirtiaux A. Un raffinage S.O.F.T. Oléagineux, corps gras, lipides. 5, P. 371-377.1998.
- [4] : Karleskind A. propriétés chimiques des corps gras. In « manuel des corps gras ». Tome1. Tec et doc. Lavoisier, paris. P 329-330. (1992).
- [5] : Boussoum.M. O, étude de méthode de traitement pour diminuer la migration à partir des emballages en PVC, thèse, ALGER, pp1. (2012).
- [6] : Nicolas Louis Vauquelin, le chimiste français Michel Eugène Chevreul Éditions L'Harmattan, Paris, 336 pages. (2012).
- [7] : Challal K, Bouabdellah K.étude de la décoloration des huiles alimentaires (tournesol et soja) par adsorption sur terre décolorante. Bejaia : université Abderrahmane MIRA de Bejaïa, 79p. (2010).
- [8] : Graille J. Corps gras alimentaires : aspects chimiques, biochimiques et nutritionnels. In : lipides et corps gras alimentaires. Ed : techniques et documentation. Paris Londres New York. pp1-37. ISBN : 2-7430-0594-7. (2003).
- [9] : François R. Les industries des corps gras : biochimie-extraction-raffinage-nuisances et réglementation. Ed : technique et documentation-Lavoisier. Paris. 341p. ISBN 2 - 88020 - 007 -5. (1974).
- [10] : Hebert E. Biochimie cours et exercices. Ed : méral. Deug PCEM. pp 63-65. ISBN: 2-86602-00-0. (1974).

- [11] : Couet C. Biochimie structurale. Université de Rennes I. pp1-20.(2006).
- [12] : Bratti C.J. Cours De Biochimie Structurale : Les lipides. DEUG SV2. 49p (2003).
- [13] : Anonyme. Information général sur les corps gras : description et nomenclature. Composition et principale altération des corps gras. Ed: ITERG. Rue Monge. PESSAC. Vol : 1. 12p. (2002).
- [14] : SOULIER J. et FARINES M. Principaux constituants chimiques des corps gras. In : manuel des corps gras. Tome:1. Ed : techniques et documentation. Londres Paris New York. pp 65-113. ISBN: 2-85206-662-9. (1992).
- [15] : LORIENT D. LINDER G. et Huiles et graisses végétales. In biochimie agro-industriel. Ed: Masson. Paris. Milan. Barcelone. pp 287-338. ISBN: 2-225-84307-4. (1994).
- [16] : FOLLY P. Catabolisme de la chlorophylle b : Structures-mécanismes et synthèses. N° : 1287. 192p. Thèse de la Faculté des sciences de l'Université de Fribourg. Suisse. (2000).
- [17] : RAO K.K. et HAL D.O. Photosynthèse. Thème Vuibert Université. Biologie.. pp 25-27.(1978)
- [18]: SABAH E. Decolorization of vegetable oils: Chlorophyll-a adsorption by acid-activated sepiolite. Journal of Colloid and Interface Science.. Vol : 310. pp 1-7.(2007).
- [19]: <https://www.futura-sciences.com/sante/definitions/nutrition-flavonoide-15856>
- [20]: KOOLMAN F. et ROHM N. Atlas de poche de biochimie. 2eme édition : Flammarion, France (1999).
- [21]: ROGER, FRANÇOIS. Rappel des notions fondamentales. In : Les industries des corps gras. Paris : Lavoisier. 32 p (Institut d'études sur les corps gras et produits dérivés), (1974).
- [22]: UZZAN A. Olive ET huile d'olive. In: Manuel des corps gras. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp: 221 – 228, (1992).
- [23]: MASSON O. Biochimie : Les bases biochimiques de la diététique. Edition: Tec & Doc, Lavoisier, Paris. (2002).

- [24]: VERLEYEN T., KAMAL-ELDIN A., DOBARGANES C., VERHE R., DEWETTINCK K. and HUYGHEBAERT A. Modeling of alpha-tocopherol loss and oxidation products formed during thermoxidation in triolein and tripalmitin mixtures. *Lipids*. 36 (7), p. 719-726, (2001).
- [25]: DIEFFENBACHER A., BUXTORF U., DERUNGS R., FRIEDLI R., GROB K. et ZURCHER K. Graisses comestibles, huiles comestibles et graisses émulsionnées. In : Manuel suisse des denrées alimentaires. Edition : Martin, Genève, (2000).
- [26]: CHARBONNIER A. Huile d'olive : Aliments- santé- cœur-vaisseaux- os- digestion. Edition : Frison Roche, Paris. pp : 28. Chauffée. Thèse de l'université Laval Québec, pp: 22 – 25, (1996).
- [27] : UCCIANI E. et DEBAL A. Propriétés chimiques des corps gras. In : Manuel des corps gras. Tome 1.Paris : Tec .Doc. Lavoisier. 330-373p. ISBN : 2-85206-662-9. (1992).
- [28] : DENIS J. Raffinage des corps gras. In : Manuel des corps gras.Tome2.Paris : Tec et Doc. Lavoisier. 806p.ISBN :2-85206-662-9 (1992).
- [29] : PRIOR E. Usage des corps gras alimentaires dans différents secteurs de la technologie alimentaire. In : Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. pp : 147-179. (2003).
- [30] : FRENOT. M. et VIERLING. E. Biochimie des aliments : diététique du sujet bien portant, 2emeédition :Doin éditeur, pp79-94. (2001).
- [31] : ANONYME 1, Dossiers scientifiques de l'institut français pour la nutrition Ed. : IFN ; Paris ; p5. (1992).
- [32] : APFELBAUM, Diététique et nutrition 6eme Edition. Masson(Ed). Paris.357pp. (2004).
- [33] : <https://www.lodaites.com/blogs/news/huiles-vierges-vs-huiles-raffinees>.
- [34] : Glycine Max Linnaeus. L'extraction d'huile de soja. P 1 (2000).
- [35] : Abdechakour N. Valeur de complémentation de quelques sous-produits de soja pour la paille (étude in vitro), Mémoire d'ingénieur d'état en Agronomie, Institut INA. EL Harrach. P : 15- 40. (2004).

[36] : Pouzet, A. Raffinage des corps gras. In manuel des corps gras. Tome1, Ed tec doc paris, Lavoisier. P131-136. ISBN : 2-85206-662-9. (1992).

[37] : Hubert. Caractérisation biochimique et propriétés biologiques des Micronutriments du germe de soja – Etude des voies de sa valorisation en nutrition et santé humaines. Thèse présentée pour obtenir le titre de docteur de l'institut national polytechnique de Toulouse, France. Spécialité: Qualité et Sécurité des Aliments 174 p. (2006).

[38] : Jacques, B. Le soja. Boislève. P:4,5. (2010).

[39] : Laisney. Obtention des corps gras. In Manuel des corps gras. Volume 1. Ed. Tec et doc. Lavoisier. p: 695-768. (1992).

[40] : Mohtadji et lamballais C. Les aliments Ed Maloine Pp 94-102. (1989).

[41]: Galvin JB. Toxicity data for commercial hexane and hexane isomers. Technology and solvents for extracting oilseeds and nonpetroleum Oils. AOCS Press, pp. 75–85. (1997).

[42] : Stavrakakis C, Freins à la substitution des composés organiques volatils dans les procédés industriels. Rapport final. Étude réalisée pour le compte de l'ADEME par le CITEPA (ref 822). Disponible en ligne sur le site de l'ADEME (<http://www2.ademe.fr>). (2001).

[43] : Ladouzi, H. L'optimisation du procédé de raffinage et de décoloration de l'huile de soja. (2011).

[44] : Juan et rodtiguez. J. F. Raffinage de l'huile de soja. American Soy bean Association N°19 : 3-30. (1999).

[45] : PUTT M. Etude de certaines caractéristiques physico-chimique de l'huile de tournesol. In mémoire d'ingénieur de bokoli rock, 98-99. 7-12p. (1978).

[46] : Merrien. Sources et monographies des principaux corps gras in manuel des corps gras. In : Karleskind A. Edition : Tec et doc- Lavoisier. Paris, pp. 115-316. (1992).

[47] : Kartika. Nouveau procédé de fractionnement des graines de tournesol. (2005).

[58] : PRIOR E. Usage des corps gras alimentaires dans les différents secteurs de la technologie alimentaire, GRAILLE G. In : lipides et corps gras alimentaires. Ed. Technique et Documentation. Lavoisier. Paris. (2002).

[49] : Mohtadji et lamballaise. corineles corps gras. In: les aliments. Paris:moloine. ISBN2-7430-01809-4. P.93. (1998).

[50] : Karlesking . alin. Raffinage chimique classique.In manuel des corps gras. Tome 2 paris. (1992).

[51]: Campbell J. Sunflower oil, J. Am OilChem.Soc. P.387-392. (1983).

[52] : CanibeN., PedrosaM., Robredo M., Knudsen K.E.B. Chemical composition, digestibility and protein quality of 12 sunflower (*Helianthus annuus*L) cultivars, Journal of the Science of Food and Agriculture, 79. (1775-1782).

[53] : Uzzan A. Corps gras in les aliments. In:Trémolieres J, Serville Y, Jacquot R,Dupin H. Edition. ESF. Paris, pp. 212-238. (1980).

[54] : EVRARD Huile de tournesol. Ed. RFCG. Expression et extraction en extrudeur bi-vis, purification par ultrafiltration de l'huile de tournesol.Thèse de Docteur Sciences des Agro ressources de l'Institut National Polytechnique deToulouse. 34-188p. (1986).

[55] : Bertoli C. Jurg L. Werer. Science alimentaires : lipides université Lausame. (2001).

[56] : Choukri A ; Kinany M.A; GibonV;Titriaux A. et Jamila S. Improved oil treatment conditions for soft degumming. Eddition AOCS, Vol.78.P1157. (2001).

[57]: Gunstone D.F. Vegetable oils in food technology composition, properties and uses. 2 Edition. Wiley-Blachwell. PP. 62-70. (2011).

[58] : Werner J.B ; Badoud R ;Loliger et Etournand A. Science et technologie des aliments. Principes de chimie des constituants et de technologie des procédés. Presses polytechniques et universitaires Romandes. PP.163-179. (2010).

- [59] : Constantin B. Les lipides. Ecole polytechnique fédérale, Leusane. PP. 138-144. (2000).
- [60] : Cheftel J.C. et Cheftel H. Introduction à la biochimie et technologie des Aliments Ed. Tec& doc, Lavoisier, Paris, T1. 240-300,381p. (1977).
- [61] : Wolf J. P. Manuel des corps gras. Ed. Lavoisier Paris. ISBN. 2-85206-6629. (1992).
- [62] : Weil, JH. Biochimie Générale, 7^{ème} Edition. Paris P239. (1995).
- [63] : Naudet M. Corps gras. Dans. Techniques de l'ingénieur, traité de Génie des procédés. K 330 1. (1988).
- [64] : Pokorny J. Problèmes de stabilité des produits alimentaires liés à la présence des lipides. In : " Lipides et corps gras alimentaires". Ed. TEC and DOC. P. 51-80. (2003).
- [65] : CODEX ALIMENTARIUS, FATS, Oils and related products, Vol 8, (1992).
- [66] : Barrera-Arellano D., Márquez-Ruiz G., et Dobarganes M. A simple procedure to evaluate the performance of fats and oils at frying temperatures. Grasas y Aceites. Vol. n°4. p48. (1997).
- [67]: Yeh,J,Tsou,C,Wu,C. chai,W,chow4.J,Haung, C,chen,wu, K,C, polymère –plastics technologie and Engéneuring 48,571 , (2009).
- [68]: J. SCHEIRS, Polymer Recycling: Science, Technology and Application, Ed. John WILEY & SONS (WILEY series in Polymer Science), England, chapitre 4, pp. 120, 180. (1998).
- [69]: M. El-Achaby, Nanocomposites graphène-polymère thermoplastique : Fabrication et étude des propriétés structurales, thermiques, rhéologiques et mécaniques [en ligne], Thèse de Doctorat. Université Mohammed V-AGDAL, Disponible sur <<https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00818644>>, consulté le 16.04.2016. (2012).
- [70] : (info@petpower.eu).

Résumée

Les huiles végétales brutes de soja et de tournesol extraient respectivement de graine de soja et tournesol, ils contiennent des impuretés qui sont nocives à la santé, et qui doivent être éliminées au cours de raffinage.

Ce présent travail exécuté au sein du complexe **Cevital** de Bejaia a pour objectif de suivre l'évolution des paramètres physico-chimiques des différentes étapes de raffinage (acidité, humidité, indice de peroxyde, la couleur, les traces de savon, les cires).

Les résultats ainsi obtenus illustrent une conformité aux normes de l'entreprise qui révèlent que le procédé chimique est stable et facile à mettre en œuvre, ce qui traduit le bon suivi et l'efficacité des traitements appliqués à différents stades du raffinage.

Il est très important de savoir l'importance de choix d'emballage pour les aliments et aussi son rôle sur la conservation des produits agro-alimentaires.

Le polyéthylène téréphtalate (PET) est largement utilisé comme emballage dans l'industrie alimentaire, plus spécialement pour le conditionnement des liquides tel que les eaux, les sodas et également pour le conditionnement des huiles alimentaires. Ses propriétés physiques remarquables font de lui une très bonne alternative au verre, ce qui fait de lui un polymère intéressant.

Les étapes de préparation des emballages alimentaires et à titre d'exemple on tient à rappelés la préparation des bouteilles en PET. A l'instant d'autre emballage le choix de production des bouteilles en PET débute par la production de la préforme ; ensuite, l'injection du PET dans le moule froid pour former la préforme puis en second étape, la mise de PET dans le four. Et pour obtenir la forme finale de la bouteille en PET. Par ailleurs la forme bas de la bouteille est fabrique en PET et le pour le bouchant et le poignés est fabriquer en PEBD.

Mots clés

Huile végétale, soja, tournesol, raffinage, analyses physico-chimiques, emballage, PET.

Abstract

Crude vegetable oils from soybean and sunflower extract respectively soybean and sunflower. They contain impurities that are harmful to health, and must be removed during refining.

The present work performed within **Cevital** complex of Bejaia aims to follow the evolution of physicochemical parameters of different refining steps (acidity, moisture, peroxide index, color, soap scum, waxes, density, iodine index and loss of oil).

The results obtained show a compliance with company standards which show that the chemical is stable and easy to implement, reflecting good adherence and effectiveness of the treatment applied at different stages of refining.

It is very important to know the importance of the choice of packaging for food and also its role in the preservation of agri-food products.

Polyethylene terephthalate (PET) is widely used as packaging in the food industry, more specifically for packaging liquids such as water, sodas and also for packaging edible oils. Its remarkable physical properties make it a very good alternative to glass, which makes it an interesting polymer.

The steps in the preparation of food packaging and, for example, we would like to remind you of the preparation of PET bottles. At the moment of other packaging the choice of production of PET bottles begins with the production of the preform; then, the injection of the PET into the cold mold to form the preform and then in the second step, the placing of the PET in the oven. And to get the final shape of the PET bottle. In addition, the bottom shape of the bottle is made of PET and the cap and handles are made of LDPE.

Key words

Vegetable oil, soybean, sunflower, refining, physical -chemical analyzes.

Résumée

Les huiles végétales brutes de soja et de tournesol extraient respectivement de graine desoja et tournesol, ils contiennent des impuretés qui sont nocives à la santé, et qui doivent être éliminées au cours de raffinage.

Ce présent travail exécuté au sein du complexe **Cevital** de Bejaia a pour objectif de suivre l'évolution des paramètres physico-chimiques des différentes étapes de raffinage (acidité, humidité, indice de peroxyde, la couleur, les traces de savon, les cires).

Les résultats ainsi obtenus illustrent une conformité aux normes de l'entreprise qui révèlent que le procédé chimique est stable et facile à mettre en œuvre, ce qui traduit le bon suivi et l'efficacité des traitements appliqués à différents stades du raffinage.

Il est très important de savoir l'importance de choix d'emballage pour les aliments et aussi son rôle sur la conservation des produits agro-alimentaires.

Le polyéthylène téréphtalate (PET) est largement utilisé comme emballage dans l'industrie alimentaire, plus spécialement pour le conditionnement des liquides tel que les eaux, les sodas et également pour le conditionnement des huiles alimentaires. Ses propriétés physiques remarquables font de lui une très bonne alternative au verre, ce qui fait de lui un polymère intéressant.

Les étapes de préparation des emballages alimentaires et à titre d'exemple on tient à rappelés la préparation des bouteilles en PET. A l'instant d'autre emballage le choix de production des bouteilles en PET débute par la production de la préforme ; ensuite, l'injection du PET dans le moule froid pour former la préforme puis en second étape, la mise de PET dans le four. Et pour obtenir la forme finale de la bouteille en PET. Par ailleurs la forme bas de labouteille est fabrique en PET et le pour le bouchant et le poignés est fabriquer en PEBD.

Mots clés : Huile végétale, soja, tournesol, raffinage, analyses physico-chimiques, emballage, PET.