

**République Algérienne Démocratique et Populaire**

**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**

**Université Abderrahmane MIRA de Bejaia  
Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie  
Département des Sciences Alimentaires**

# **Mémoire de Fin de Cycle**

**En Vue de l'Obtention du Diplôme d'ingénieur d'état en Sciences Alimentaires**

## **Thème Contrôle des paramètres physico-chimiques des deux huiles soja et tournesol Chimiquement raffinées**



**Présenté par :**

**M<sup>elle</sup> BENYOUB Ouarda**

**M<sup>elle</sup> IFRI Yamina**

**Membre du jury :**

**Président : M<sup>r</sup> BOUAOUDIA A.**

**Promoteur : M<sup>r</sup> MADANI K.**

**Examineur: M<sup>r</sup> MOUSSI.**

**Examinatrice : M<sup>me</sup> OUKIL N.**

**Année : 2011-2012**

# Remerciement

Nous tenons à remercier le bon dieu de nous avoir donnés le courage pour mener à terme ce modeste travail. .

Nous voudrions exprimer nos vives gratitudee et nos sincères remerciements à :

**M<sup>r</sup> BOUAOUDIA**, d'avoir accepté de présider notre jury.

**M<sup>me</sup> OUKIL, et M<sup>r</sup> MOUSSI**, examinateurs d'avoir acceptés d'examiner notre travail.

**Dr MADANI**, notre promoteur d'avoir accepter de nous encadré.

Tous les membres du laboratoire de la raffinerie des huiles de CEVITAL et plus particulièrement **LYES**

Nous voulons également remercier nos familles et nos amis pour leurs soutiens

Moraux.

Enfin, nous remercions particulièrement nos parents, pour leurs soutiens inconditionnels tout au long de ces longues années d'études.

# Dédicaces

## *Je dédie ce modeste travail à :*

*Ma très chère Mama*

*La mémoire de mon père*

*Mon fiancé Samir qui ma tant soutenu tout au long de mes études et dans ma vie*

*Mes frères : Hamou, Salim et Djahid*

*Mes grands parents que dieu leur prête vie*

*Ma future famille*

*Mon binôme : yamina et sa famille*

*Mes cousins et cousines*

*Mes oncles et leurs femmes*

*Mes copines surtout Saliha, Sihem, Soraia, Nacéra, Télali, Nawel et Linda*

*Toute la promotion 5<sup>ème</sup> année Sciences Alimentaires*

*Enfin, à toute personne qui m'aime.*



*Warda*

# Dédicaces

## *Je dédie ce modeste travail*

*A mes très chers Parents en premier lieu*

*A ma grand-mère et mon grand père*

*A mes sœurs : Safia, Nadia, Ouirida, Alia*

*A la femme de mon frère : Soraya*

*A mes frères : Farid, Abdeslam, Abdelkrim, Mustapha*

*A mon fiancé : Rachid*

*A ma future famille*

*A mon binôme : ouarda*

*A mes copines : Tata, fazia, Abla, Sonia, Ouarda, Fahima*

*A mes copines de chambre : Lynda, Djidji, Samira*

*A toute les filles de la chambre D306*

*A tout mes enseignants.*

*A toute la promotion 5<sup>ème</sup> année Sciences Alimentaires*



*YAMINA*

# Sommaire

Introduction générale.....	01
----------------------------	----

## Partie théorique

### Chapitre I : Généralités sur les corps gras

I.1. Définition.....	03
I.2. Classification .....	03
I.3.Composition.....	03
I .3.1.Triacylglycerol.....	04
I .3.2. Acides gras.....	04
I .3.3.Phospholipide.....	04
I .3.4.Colorants.....	04
I.4.Propriétés physico-chimiques des corps gras .....	05
I .4.1.Propriétés chimiques des corps gras.....	05
I .4.2.Propriétés physiques des corps gras.....	06
I.5.Altérations des huiles et des graisses.....	07
I .5.1.L'auto-oxydation.....	07
I .5.2.Oxydation enzymatique.....	07
I .5.3.Hydrolyse.....	08

### Chapitre II : Etude de la matière première

II.1.Généralités sur les huiles végétales.....	09
II.2.Tournesol.....	10
II .2.1.Définition et origine.....	10
II .2.2.Structure et composition de la graine de tournesol.....	10
II .2.3.L'huile de tournesol.....	11
II .2.3.1.Composition.....	11

II .2.3.2.Caractéristiques physico-chimiques.....	13
II .2.3.3.Propriétés.....	13
II.3.Soja.....	13
II .3.1.Définition.....	14
II .3.2.Origine.....	14
II .3.3.Composition.....	14
II .3.4.Caractéristiques physico-chimiques.....	15
II .3.5.Intérêt nutritionnelle de l’huile de soja.....	16

## **Chapitre III : Raffinage des huiles**

III.1.But de raffinage.....	17
III.2.Les étapes de raffinage.....	17
III.3.Le processus de démuilagination enzymatique .....	20
III.4.Comparaison entre le raffinage chimique et enzymatique.....	21

## **Partie pratique**

### **Chapitre I : Présentation de l’unité**

I .Présentation de l’unité.....	25
I.1.Activité et mission.....	25
I .2.Présentation de la raffinerie.....	25
I.3.Organigramme.....	26

### **Chapitre II : Matériels et méthodes**

II. Echantillonnage et prélèvements.....	27
II.1.Matériels et réactifs.....	27
II.2.L’ensembles des analyses effectuées aux différentes étapes du raffinage.....	28
II.3.Les analyses physiques.....	28
II.4.Les analyses chimiques.....	32

## Chapitre III : Résultats et discussions

III.1. Distinction visuelle de l'huile de soja et tournesol.....	37
III.2. Détermination des paramètres physico-chimiques de l'huile de soja et tournesol durant le raffinage.....	37
III .2.1. Analyses physiques.....	37
III .2.2. Analyses chimiques.....	41
III.2.3. Evolution des pertes de l'huile .....	47
III.3. Analyses statistiques.....	47
Conclusion.....	50

Références bibliographiques

Annexes

Résumé

## Liste des tableaux

### Partie bibliographique

Tableau N°	Titre	Page
I	variation de la température des corps gras en fonction des doubles liaisons	7
II	comparaison du type huile en fonction de l'indice d'iode	9
III	composition approximative de 100g de la graine de tournesol sèche	11
IV	composition des graines de soja	14
V	composition chimique en acide gras de l'huile de soja	14
VI	Compositions moyennes de l'huile brut de soja	15
VII	caractéristiques physico-chimique de l'huile de soja	15
VIII	Valeur nutritionnelle du soja	16
IX	comparaison entre les deux procédés de raffinage des deux huiles	18
X	Tableau comparatif entre le raffinage de l'huile de soja et de tournesol.	18

## Partie expérimentale

XI	les analyses physico-chimiques effectuées aux différentes étapes du raffinage	28
XII	les résultats de la Distinction visuelle des deux huiles brutes (soja et tournesol).	37
XIII	Evolution de la couleur en fonction des étapes.	38
XIV	Evolution de la teneur en humidité en fonction des étapes.	39
XV	Détermination de la teneur en impuretés et de la densité.	41
XVI	Evolution de l'acidité en fonction des étapes.	42
XVII	Détermination de l'indice d'iode et de l'indice de peroxyde.	43
XVIII	Evolution des traces de savons en fonction des étapes.	45
XIX	Evolution du taux de phosphore en fonction des étapes.	46
XX	Résultats des analyses des pates de neutralisation et l'eau de lavage (%)	47
XXI	la corrélation entre quelques paramètres physico-chimiques des deux huiles (soja et tournesol).	49

## Partie Annexe

XXII	résultats obtenue des analyses physico-chimiques effectuées pour les deux huiles
XXIII	Analyse de corrélation entre les deux huiles brutes soja et tournesol
XXIV	Analyse de corrélation de quelques paramètres physicochimiques des deux huiles soja et tournesol

## LISTE DES FIGURES

Figure N°	Titre	Page
1	Représentation graphique de la composition en acides gras de quelques huiles végétales.	9
2	Structure de la graine de tournesol.	10
3	Représentation graphique de la composition en acides gras des deux types de l'huile de tournesol.	12
4	Diagramme de raffinage chimique.	19
5	Diagramme de raffinage enzymatique.	20
6	Diagramme générale de raffinage des huiles.	21
7	Organigramme du complexe CEVITAL.	26
8	Histogramme représentatif de l'évolution de la couleur pour l'huile de soja et de fonction des étapes.	38
9	Histogramme représentatif de l'évolution de la teneur en humidité pour l'huile de soja et de tournesol en fonction des étapes.	40
10	Histogramme représentatif de l'évolution de l'acidité pour l'huile de soja et de fonction des étapes.	42
11	Histogramme représentatif de l'évolution de l'indice de peroxyde pour l'huile de soja et de tournesol en fonction des étapes.	44
12	Histogramme représentatif de l'évolution de la teneur en traces de savons pour l'huile de soja et de tournesol en fonction des étapes.	45
13	Histogramme représentatif de l'évolution du taux de phosphore pour l'huile de soja et de tournesol en fonction des étapes.	46

# Introduction

Les huiles et les corps gras sont utilisés par l'homme depuis l'antiquité. Les technologies dont il disposait dans ce domaine n'ont pratiquement pas changé depuis des siècles. En effet, l'histoire des corps gras ne peut pas se dissocier de l'histoire des sciences et notamment de celle de la chimie(**Kartika, 2005**).

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(**Trémoliers, 1984**).

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.

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(**Karleskind and gras, 1992**).

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 dite théorique** : qui est un ensemble de théories déjà faites, qui nous semblent adéquates pour notre thème. Nous avons divisé cette partie en trois chapitres :

- Le premier chapitre : comporte des généralités sur les corps gras.
- Le deuxième chapitre : c'est la description de la matière première.
- Le troisième chapitre : traite les différentes étapes du raffinage et la comparaison entre le raffinage chimique et enzymatique.

**-Partie pratique** : cette partie comporte aussi trois chapitres :

- Le premier chapitre : c'est la présentation du complexe **CEVITAL**.
- Le deuxième chapitre : une vue sur le matériel utilisé et les méthodes suivies.

- Le troisième chapitre : englobe les résultats et l'interprétation des analyses physico-chimiques effectuées sur les deux huiles (Soja et Tournesol) chimiquement raffinées.

### I.1. Définition

Les corps gras alimentaires sont définis comme étant des huiles et des graisses d'origine animale ou végétale (**Bertoli et al., 2010**), qui ont comme points communs d'être une substance neutre, insoluble dans l'eau onctueuse au toucher, inflammable à une température élevée, et susceptible de se saponifier (**Malagouti, 1974**).

### I.2. Classification des corps gras

Les corps gras sont classés selon leur origine animale, végétale, ou mixte :

#### A. Corps gras d'origine animale

Ce sont des corps gras extraits de tissus des animaux terrestres comme le saindoux (porc), suifs (carcasse de bœuf) ou des animaux marins tels que les poissons (sardine) (**Blanc, 2007**). Elles sont réparties dans l'ensemble de l'organisme, sont particulièrement concentrées dans les tissus adipeux (**Bauer et al., 2010**).

#### B. Corps gras d'origine végétal

Les graisses et huiles végétales, se trouvent dans la graine (arachide, colza, coton, soja, tournesol) ou de fruits (olive, avocat et palme) (**Cheftel and Cheftel, 1977**). Elles peuvent être ; soit solide comme l'huile de palme, coprah ou liquide telle que l'huile d'arachide, l'olive et tournesol (**Blanc, 2007**).

#### C. Corps gras d'origine mixte

Ce sont des émulsions d'une phase aqueuse dans une phase grasse comme le beurre et la margarine (**Blanc, 2007**).

### I.3. Composition des corps gras

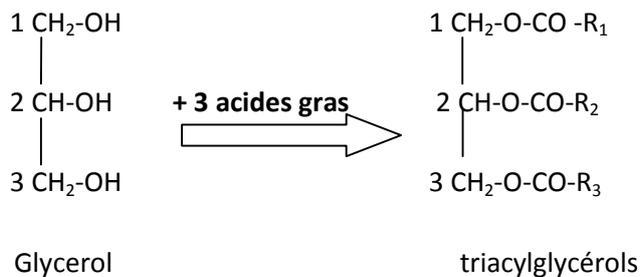
Les corps gras sont des mélanges complexes constitués en masse de :

- 97 à 99 % de triglycérides ou acylglycérols
- 1 à 2 % d'acides gras libres, de phospholipides, mono et di glycérides
- 0,5 à 1 % de composés mineurs : colorants, hydrocarbures, stérols, vitamines et alcools

(**Olle, 2002**).

### I.3.1. Triacylglycérols

Les graisses et les huiles que l'on trouve dans les plantes et les animaux sont essentiellement des mélanges de triacylglycérols (appelée également triglycérides ou lipide neutre). ces substances non polaires, insoluble dans l'eau, sont des triesters d'acide gras et de glycérol (**Voel and Voel, 2005**)



### I.3.2. Acides gras

Sont des acides carboxyliques (R-COOH) constitués d'une chaîne hydrocarbonée (**Bauer et al., 2010**).

Leur étude a permis les généralisations suivantes :

- les acides gras les plus abondants ont un nombre pair d'atomes de carbone, compris entre 14 et 22 (16 et 18 prédominant)
- Les acides gras insaturés sont plus fréquents que les saturés, on trouve les acides gras mono insaturés ont une double liaison, Et les acides gras polyinsaturés qui possèdent au moins deux doubles liaisons dans leur structure (**Kessous, 2008**).

### I.3.3. Phospholipides

Ce sont des dérivés de glycérol dont deux fonction alcools sont estérifiées par deux acides gras et la troisième par l'acide phosphorique (**Burgess, 1981**).

### I.3.4. Colorants

Les colorants naturels des corps gras sont essentiellement, des caroténoïdes et des chlorophylles (**Oille, 2002**).

### I.3.5. Insaponifiable

Ce sont des composés qui ne participent pas à la réaction de saponification, sont très peu soluble dans l'eau et soluble dans les solvants organiques (hexane, heptane), Cette fraction d'un Corps gras, représente en générale 0,2 à 2% (**Karleskind and gras, 1992**).

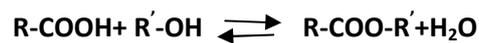
On peut aussi y trouver des alcools divers provenant de la saponification d'esters d'acides gras (stéroïdes, alcools gras des cires, tocophérols...). Les constituants chimiques de l'insaponifiable, sont principalement des hydrocarbures, des vitamines A, D et E (**Graille, 2003**).

#### I.4. Propriétés physicochimiques des corps gras

##### I.4.1. Propriétés chimiques des corps gras

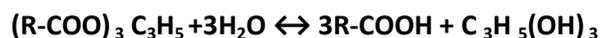
###### A. Estérification

C'est la réaction durant laquelle un acide carboxylique R-COOH et un alcool R'-OH se transforment pour donner un ester R-COO-R' et de l'eau H<sub>2</sub>O (**Karleskind and gras, 1992**) :



###### B. Hydrolyse

Les esters peuvent être hydrolysés en milieu basique, acide et même neutre. En milieu basique la réaction est totale, elle est appelée saponification, en milieu acide ou neutre la réaction est réversible. Hydrolyse est la réaction inverse de l'estérification. Le résultat de l'hydrolyse des corps gras est la formation d'acide gras et de glycérol (**Karleskind and gras, 1992**).



###### C. Saponification

Une hydrolyse alcaline à chaud, la réaction peut être effectuée par la potasse (KOH) ou de la soude (NaOH), ce qui produit des sels de potassium d'acides gras ou des sels de sodium d'acides gras. La particularité du savon est la formation de micelles qui permettent de solubiliser les taches de graisses en milieu aqueux (**Beaumont, 2005**).

###### D. Isomérisation

Quelle que soit la position des doubles liaisons des acides gras dans la chaîne carbonée, elles peuvent adopter deux configurations : cis ou Z, trans ou E (**Karleskind and gras, 1992**).

### E. Hydrogénation

Consiste à saturer les doubles liaisons par des atomes d'hydrogènes .Elle transforme un acide insaturé en acide saturé, le point de fusion s'élève ainsi une huile liquide se transforme en graisse solide ; d'autre part, le produit rancit moins puisqu'il ne peut plus se former d'aldéhydes

(Graille, 2003)

### F. Oxydation par l'oxygène - autoxydation

La chaîne insaturées des acides gras peuvent réagir avec l'oxygène de l'air pour donner des produits d'oxydation responsables de rancissement des corps gras(Gavrilovic et al., 1996).

## I. 4.2. Propriétés physiques des corps gras

### A. Solubilité

les corps gras sont insolubles dans l'eau, et soluble dans les solvants dits organiques, c'est cette propriété fondamentale qui est à la source même des phénomènes particuliers qui accompagnent leur digestion ,leur absorption ,leur transport dans le sang et leur métabolisme au niveau cellulaire ,c'est également cette propriété qui détermine les procédés particuliers d'extraction ,de purification et de transformation doivent être utilisé en technologie alimentaire(Burgess, 1981).

### B. point de fusion et point d'ébullition

Il est difficile à saisir, car les corps gras passent par un état pâteux avant d'être liquides. De même, toutes les parties d'un même corps gras naturel ne se solidifient pas à la même température. Le point de fusion des corps gras dépend du mélange des triacylglycérols qu'ils contiennent, ce qui conduit habituellement à la classification suivante : huiles fondant vers 10°C, beurres vers 20°C et graisses vers 40°C. Le point de fusion ne doit pas être supérieur à 43°C pour une graisse alimentaire car elle serait mal digérée (le beurre et les huiles riches en acides gras insaturés étant les corps gras les plus digestes). (Graille, 2003).

-Le point de fusion dépend de nombre de carbone et d'autre part diminue quand le nombre de doubles liaisons augmente pour un même nombre d'atome de carbone

-plus la chaîne carbonée est longue, plus le point d'ébullition est élevé .la présence de double liaison n'influence pratiquement pas le point d'ébullition(Kessous, 2008).

**Tableau I** : variation de la température des corps gras en fonction des doubles liaisons

Les acides gras	Notation symbolique	Point de fusion (°C)	Point d'ébullition (°C)
Acide stéarique	18 :0	69,6	166
Acide oléique	18 :1 ; 9	13,4	165
Acide linoléique	18 :2 ; 9 ; 12	-5	164

### C. Aspect

Les huiles sont des corps liquides à la températures ambiante tandis que les graisses sont plus en moins solides à cette température (**Dupin, 1992**).

### D. densité

La densité des huiles végétales varie de 0,915 à 0,964, la densité des huiles animales varie de 0,816 à 0,933(**Ericksson and Wiedermann, 1989**).

## I.5. Altération des huiles et des graisses

Les huiles et graisses ne sont pas insensibles aux influences extérieures (lumière, température, oxygène, eau et enzymes). Les structures insaturées et les liaisons ester des glycérides sont les plus sensibles. On distingue, selon le mode et la position, l'oxydation et l'hydrolyse (**Dieffenbacher et al., 2000**).

### I .5.1. L'auto-oxydation

Les acides gras insaturés, libres ou combinés sous- forme de triglycérides ou de phospholipides réagissent avec l'oxygènes. Les produits primaires de l'auto-oxydation sont des hydro peroxydes qui se transforment ultérieurement en aldéhydes, cétones et acides. Ces produits de scission sont effectivement des indicateurs d'altération (**Graille, 2003**).

### I. 5.2. Oxydation enzymatique

Divers enzymes tissulaires, les lipoxygénases, peuvent aussi, en présence d'oxygène, oxyder les restes d'acides gras insaturés. Il s'agit généralement d'une oxydation limitée qui peut se dérouler simultanément à l'auto-oxydation (**Graille, 2003**).

### I.5.3. Hydrolyse

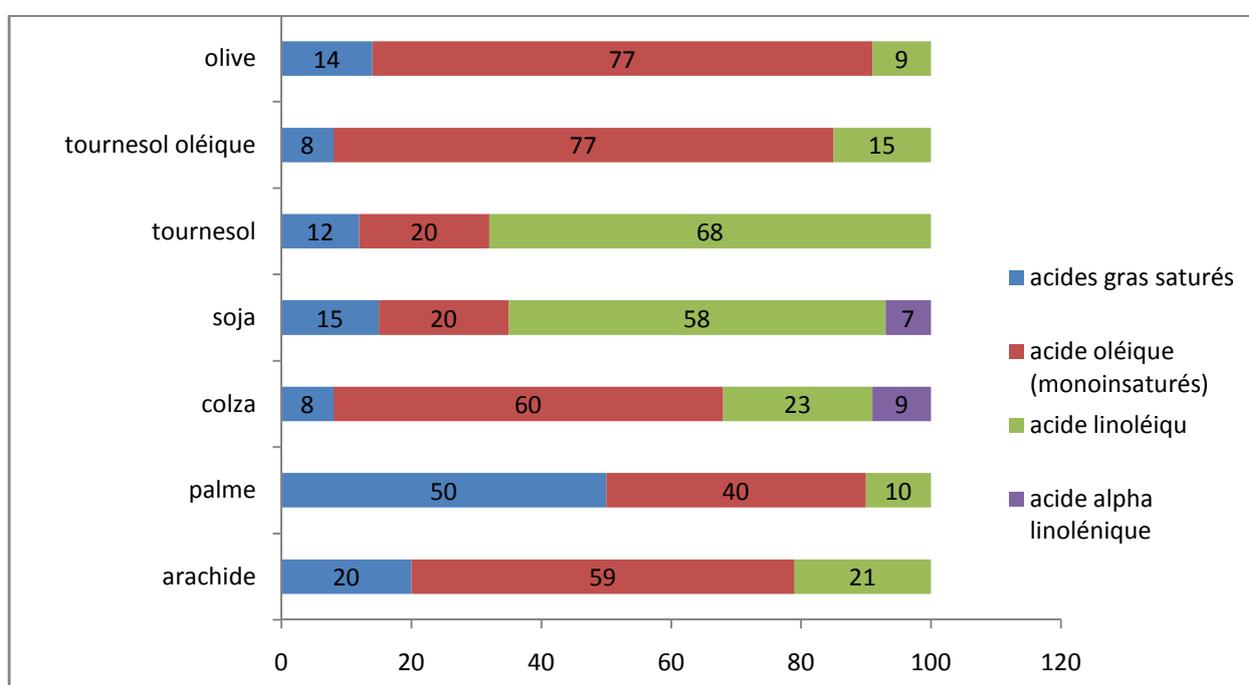
C'est la formation d'acides gras libre par une dégradation chimique par (présence d'eau) ou enzymatique par (les lipases) des triglycérides.

Ce phénomène ne s'observe pratiquement jamais sur les corps gras raffinés, il se produit principalement pendant le stockage et le transport de la matière première **(Karleskind and gras, 1992)**.

## II.1. Généralités sur les huiles végétales

L'huile est une matière grasse onctueuse, insoluble dans l'eau et généralement liquide à la Température ambiante. Les huiles végétales alimentaires contiennent des molécules (ou éléments), appelées acides gras, dans des proportions qui varient selon leur origine (**lambert, 2005**). Chaque huile à une composition particulière représentée dans la **figure N° 1**. C' est pourquoi chacune à une utilisation Conseillée en fonction du type de cuisine (assaisonnement, cuisson à la poêle, cuisson au four, Friture) et en fonction des besoins nutritionnels de chacun (**Cossut, 2002**).

Au point de vue de leur composition en acides gras on peut différencier les huiles végétales comme suites :



**Figure 1:** Représentation graphique de la composition en acides gras de quelques huiles végétales (**Graille, 2003**).

différentes classes d'huiles en fonction d'indice d'iode sont montrées dans le tableau suivant (**Ballerini, 2006**).

**Tableau II :** comparaison du type huile en fonction de l'indice d'iode :

Types d'huile	Indice d'iode	Exemple d'huile
siccative	150-170	Huile de lin
Semi-siccative	110-150	Huile de coton, soja et tournesol
Non-siccative	0-110	Huile d'arachide et de ricin

## II.2.Le tournesol

### II.2.1.Définition et origine

Le tournesol est une plante oléagineuse annuelle dont le nom scientifique, *Helianthus annuus* Linnaeus, Il provient des mots grecs Hélios et Anthos qui signifient respectivement « soleil » et « fleur ». Le tournesol est donc, en quelque sorte la « fleur du soleil » (sunflower en langue anglaise), appartient à la famille des Astéracées (Evon, 2008). L'appellation tournesol provient de sa tendance à se tourner vers le soleil pendant la journée, cette plante, qui peut atteindre 4 m de hauteur, est sujette à l'héliotropisme : ses feuilles et ces fleurs se tournent toujours vers le soleil. Le tournesol est sans doute l'une des plus anciennes espèces, endémique dans le sud de l'Amérique du Nord, dont les plus anciennes traces de culture, trouvées en Arizona, Cultivé par les amérindiens à des fins alimentaires (graine crue ou farine), mais sans doute aussi à d'autres fins (médicinale, colorante, ...)(Kartika, 2005).

### II.2.2.Structure et composition de la graine de tournesol

La graine de tournesol est en réalité un akène, fruit sec indéhiscent situé dans l'inflorescence Appelée capitule (Roche, 2005) elle est généralement constituée d'une amande et d'une coque ou d'un péricarpe. La dimension de cette graine varie selon variété, de 7 à 25 mm de longueur et de 4 à 13 mm de largeur, la figure N°2 montre la structure de la graine de tournesol (Kartika, 2005).

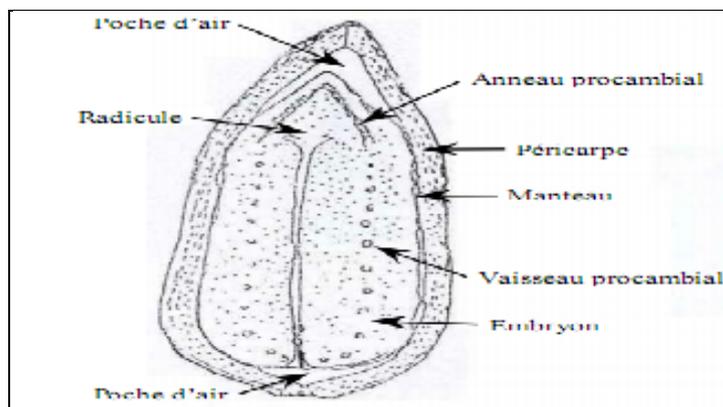


Figure N° 2 : structure de la graine de tournesol

Elle produit une huile alimentaire d'excellente qualité due à une proportion élevée d'acides gras polyinsaturés, une quasi absence de substances toxiques (Van der vossen et al., 2007). Les graines de tournesol sont une source de matières premières recherchées par l'industrie pour l'alimentation humaine (Roche, 2005).

**Tableau N°III** : composition approximative de 100g de la graine de tournesol sèche (**Vander vossen et al., 2007**)

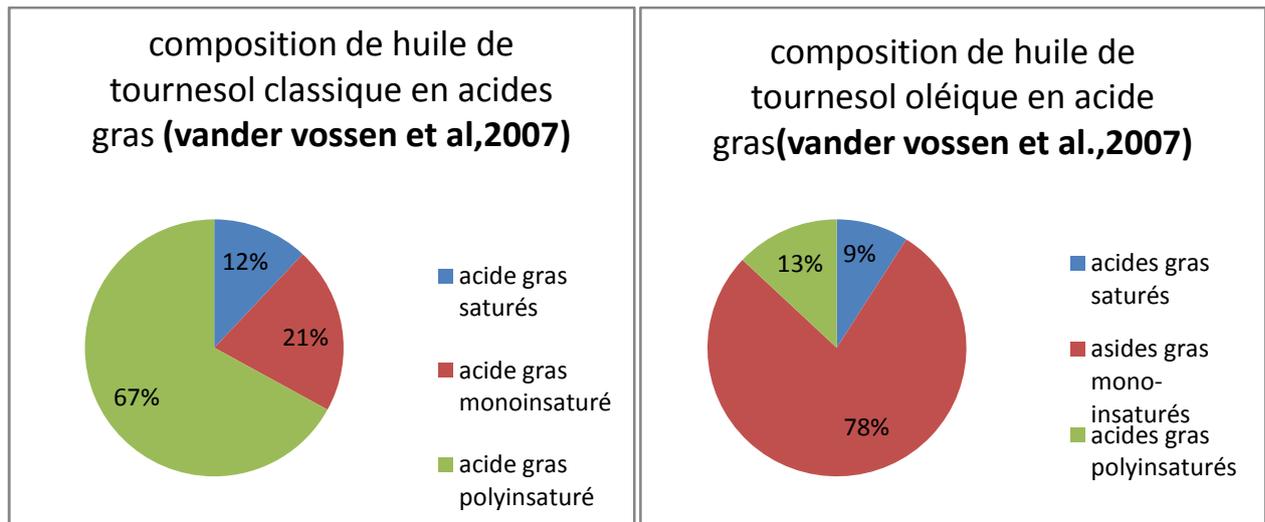
Eau	protéine	huile	glucide	Fibre alimentaire	Ca	Mg	P	Fe	Zn
5g	23g	50g	19g	11g	116mg	354mg	705mg	6,8mg	5,1mg

### II.2.3.L' huile de tournesol

Cette huile, de première pression à froid, est de saveur douce, d'odeur légère et agréable : sa couleur varie entre le jaune pâle et le jaune orangé. C'est une très bonne huile de table dont le goût discret ne nuit pas aux préparations subtiles(**Cossut, 2002**).

#### II.2.3.1.composition

À l'image des autres huiles végétales, l'huile de tournesol se compose essentiellement de triglycérides (98 - 99%) (**Kartika, 2005**) dont les teneurs en acides gras varient selon le climat : aux condition tempérées, on trouve jusqu'à 70% d'acide linoléique et 20% d'acide oléique tandis que sous climat plus chaud, il ya jusqu'à 80% d'acide oléique et seulement 13% d'acide gras polyinsaturés essentiellement l'acide linoléique, ils contiennent peu d'acide linoléique qui devient amer quand il est trop chauffé., c' est pourquoi cette composition permet de distinguer deux types d'huiles de tournesol :huile tournesol classique et huile de tournesol oléique récemment mis au point et elle est utilisée par l'industrie de la lipochimie pour multiples applications :cosmétique, pharmacie ,plastifiants et lubrifiants et l'huile de tournesol classique est le plus souvent utilisée pour l'alimentation humaine (**Vander vossen et al., 2007**).



**Figure N° 3 :** Représentation graphique de la composition en acides gras de deux types de l'huile de tournesol.

Huile de tournesol est très riche en tocophérols, sa teneur est inférieure à 850 mg/kg dont alpha-tocophérol est plus dominant (> 500 mg/kg) (**Commission & Programme,1999**) appelé aussi la vitamine E naturelle qui est un complexe vitaminique liposoluble, dans cette raison l'huile de tournesol est la reine de la vitamine E (**Ayerdi Gotor, 2008**) dont 45 à 100 mg de vitamine E pour 100 g d'huile(**Pagés-xatart-parés, 2008**).

La teneur en cholestérol des huiles végétales est en moyenne inférieure à 1 % (Sauf cas Particulier des huiles de palme, palmiste et coco à préciser) Alor que la teneur et stérols est de 240-450 (mg/100g) (**Kartika, 2005**) sachant que le stigmastérol est spécifique des espèces tournesol(**Commission & Programme,1999**).

Les phospholipides (PL) sont présents dans les huiles végétales dans des proportions variables suivantes : la nature de l'huile et leurs conditions d'obtention sachant que tournesol est une huiles à teneur moyenne en PL entre 0,5 à 1,3 %,

Certaines huiles, telle que l'huile de tournesol parmi la plus courante, contient une forte quantité de cires (**Pagés-xatart-parés, 2008**).

### II.2.3.2.Caractéristiques physico-chimiques (**lambert, 2005**).

- C'est une huile di-insaturée ,dite semi-siccative : caractérisée par un indice d'iode de 132 et d'acidité de 0,05(**Ballerini, 2006**).

- Densité à 20°C est de 0,92.

- Viscosité à 20°C est de 55-61.
- Point de fusion -16°.
- C'est une huile de pression à froid s'oxyde lors d'un stockage prolongé.

### II.2.3.3. propriétés

L'huile végétale telle que l'huile de tournesol remplit trois propriétés principales :

#### - Nutritionnel

Apport d'énergie et de nutriments : acides gras tel que l'acide linoléique qui doit obligatoirement être fourni par l'alimentation car le métabolisme est incapable de le synthétiser. Il est dit « essentiel » pour cette raison l'huile de tournesol constitue une excellente source d'acide linoléique (**Pagés-xatart-parés, 2008**), huile de soja et tournesol. Qui exerce une action sur la peau, les muqueuses, le système endocrinien et nerveux. Son activité est surtout remarquable en cas d'hypercholestérolémie et d'athérosclérose, et de manière générale dans toutes les maladies cardiovasculaires (**Cossut, 2002**) et vitamines liposolubles qui présentent des propriétés anti-oxydantes responsables de la stabilité oxydative de l'huile (**Roche, 2005**).

#### - Organoleptique

C'est une huile de couleur claire, un bon goût et bonne odeur pour cette raison on l'utilise surtout en cuisine et dans les salades et pour fabriquer de la margarine, parfois pure, mais plus souvent en mélange avec d'autres huiles végétales (**Vander vossen et al., 2007**).

#### - Technologique

Fluide de transfert de chaleur, par exemple dans les utilisations en friture, c'est une excellente l'huile pour la friture mais dans ce dernier cas, de préférence de ne pas chauffer trop fort (ne pas dépasser 180°C) (**Dupin, 1992**) car elle est pauvre en acides gras saturés et riche en acides gras polyinsaturés sensibles à la peroxydation (**Médart, 2009**).

### II. 3.1 SOJA

Le soja (Glycine max) est une légumineuse qui appartient au genre Glycine. La plante à un port érigé et sa hauteur varie de 60 à 110cm ; les feuilles sont trifoliées et tombent avant la maturité complète de la plante (**Gallais, 1992**).

La forme des graine de soja sont variées de la forme sphérique à allongée et plate, les variétés industrielles cultivées pour l'huile sont presque sphériques, tandis que celles utilisées comme légume sont plates. La couleur de la graine de soja peut être jaune, verte, brune ou noire et les variétés industrielles sont jaunes et la présence de graine d'autre couleur au sein d'un lot est considérée comme un défaut (Berk, 1993).

### III.3.2. ORIGINE DE SOJA

Le soja, originaire de Chine et cultivé en Asie depuis des millénaires pour la nourriture, est une légumineuse remarquable par sa grande richesse en protéines, en matières grasses et en minéraux (Debruyne, 2001).

**Tableau IV** : composition des graines de soja (eau 8%, Matière sèche 91,4%) (Lecerf & Fressin, 1995).

Constituants	Protéine	Lipide	Glucide	Matière minérale
Poids totale	34,3%	18,7%	31,6%	4,5%
Poids sec	40 – 45%	17 – 22%	38,4%	5,1%

### II. 3.3. Composition de l'huile de soja

L'huile de soja est l'une des huiles les plus pauvres en acide gras saturé, elle est riche en acide gras insaturé (Roussel, 2006), elle est riche en acide linoléique (50 à 60%) et oléique (20 à 30%) ainsi qu'au tocophérols (10 à 170mg pour 100g). Toutefois, elle contient aussi une proportion non négligeable d'acide linoléique (5 à 9%) ce qui provoque une certaine fragilité à chaud (Dupin, 1992), et elle ne contient pas de cholestérol (Roussel, 2006).

**Tableau V** : composition chimique en acide gras de l'huile de soja (Debruyne, 2001).

Acide gras	Acide myristique (C <sub>14</sub> :0)	Acide palmitique (C <sub>16</sub> :0)	Acide stéarique (C <sub>18</sub> :0)	Acide oléique (C <sub>18</sub> :1)	Acide linoléique (C <sub>18</sub> :2)	Acide linoléique (C <sub>18</sub> :3)	Acide arachidonique (C <sub>20</sub> :0)
Teneur (%)	<0,5	7 à 12	2 à 5,5	20 à 50	35 à 60	2 à 13	1,0

**Tableau VI** : Compositions moyennes de l'huile brut de soja (Pryde, 1980).

Constituants	Teneur
Triglycérides	95 - 97%
Phosphatides	1,5 – 2,5%
Insaponifiable	1,6%
Stérols	0,33%
Tocophérols	0,15 – 0,21%
Hydrocarbures	0,3 – 0,7%
Acides gras libres	
Fer	1 – 3 ppm
Cuivre	0,003 – 0,005 ppm

### II.3.3. Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de soja

Elles sont représentées dans le tableau suivant :

**Tableau VII** : caractéristiques physico-chimique de l'huile de soja (Commission & Programme, 1993).

Densité relative (20C°/eau à 20C°)	0,919 – 0,925
Indice de réfraction (%)	1,466 – 1,470
Indice de saponification (mg KOH/g huile)	189 – 195
Indice d'iode (g/100g d'huiles)	120 – 143
Insaponifiable	Au maximum 15g/Kg

**II.3.4.intérêt nutritionnelle de l'huile de soja**

L'huile de soja a une valeur très appréciable dans l'alimentation humaine et elle offre la plus haute teneur en acide gras polyinsaturé, Sa haute teneur en acide linoléique donne une valeur nutritive supérieure à celle des autres huiles végétales (Asiedu, 1991).

**Tableau VIII** : Valeur nutritionnelle du soja (composition moyenne en g/100g) (Vierling, 2008).

<b>Eau</b>	<b>Protéine</b>	<b>Lipide</b>	<b>Glucide assimilable</b>	<b>Amidon</b>	<b>Minéraux</b>
<b>8,5 g</b>	<b>36,9 g</b>	<b>18 à 23 g</b>	<b>12,3 g</b>	<b>12 g</b>	<b>2,93 g</b>

### III.1. But de raffinage

L'objectif principal du raffinage d'une huile est de réduire son contenu en éléments mineurs non triglycéridique, phospholipides, métaux, acides gras libres, savons, pigment, produit d'oxydation...) qui ont un effet néfaste sur sa qualité en terme de stabilité oxydative. Il convient par ailleurs de ne pas endommager la fraction triglycéridique et de conserver un maximum de constituants reconnus comme bénéfiques (tocophérols, stérols etc.). Le processus de raffinage comprend une série d'étapes distinctes qui peuvent s'opérer de trois manières chimique, physique et enzymatique (Bauer et al., 2010).

#### A. Raffinage physique

Ce type de traitement est utilisé pour toutes les huiles à raffiner, qui englobe deux étapes : décoloration et désodorisation

#### B. Raffinage chimique

Dans le raffinage chimique les acides gras libres, phospholipides et d'autre impureté sont éliminés par le traitement à la soude. Ce type de raffinage utilisé pour les huiles douces comme l'huile de soja et tournesol (Bauer et al., 2010) .

#### C. Dégommage enzymatique

La déémucilagination enzymatique est un type de procédé physique performant, dans le quel une enzyme est utilisée pour le dégomme des huiles végétales brutes. Elle consiste à transformer les phospholipides non hydratés en phosphatide hydratés et les lécithines en lyso-lécithines (Kartika, 2005).

#### C.1. Différents types de phospholipase

Il existe actuellement une multitude de phospholipase divisé en sous-classes : A<sub>1</sub>, A<sub>2</sub>, B, C, et D. Ces enzymes différents selon les sites d'action sur le phospholipide. Parmi ces différentes enzymes, uniquement les phospholipases de type A<sub>1</sub> et A<sub>2</sub> sont couramment commercialisées et libèrent un seul acide gras par molécule de lécithine (much, 2004).

En Algérie Lecitase Ultra est adoptée par CEVITAL spa à partir de février 2007 pour la première fois.

### C.2. Définition de l'enzyme Lecitase Ultra

C'est une phospholipase acide qui montre l'activité maximale à PH =5 à une température de 50°C, elle transforme les phospholipides non hydratables en lyso-phospholipides hydratables pouvant être éliminés par centrifugation. L'enzyme peut identifier les phospholipides comme substrat pour les hydrolyser (Yang, 2006).

### III.2. Les étapes de raffinages

Pour améliorer les caractéristiques organoleptiques et la stabilité des huiles végétales, il faut faire le raffinage qui comprend tout ou partie des opérations suivantes: la démulcination, la neutralisation, le lavage, le séchage, la décoloration et la désodorisation (Vierling, 2008).

#### A. Démulcination

L'huile brute contient 1 à 3 % de phospholipides, ceux-ci peuvent former des précipités en présence d'eau (mucilages) et favorisent l'oxydation de l'huile. Le dégomme ou démulcination consiste à ôter les composés insolubles par hydratation (Phospholipides, lipoprotéines) (Brisson, 1982).

#### B. Neutralisation

La neutralisation est réalisée par la soude caustique (NaOH) qui permet d'éliminer pratiquement tous les acides gras libres en les transformant en savon insolubles dans l'huile. Cette étape doit s'effectuer dans des conditions respectant la concentration de la soude, car un excès de NaOH peut saponifier l'huile neutre, ce qui diminue le rendement. (Berk, 1993).

##### B.1. Neutralisation à chaud

Cette neutralisation s'applique à la gamme des huiles sans cire exemple : soja, colza,...

### B.2. Neutralisation à froid

On parle de neutralisation à froid du fait que cette huile renferme des cires telle que l'huile de tournesol, et qu'elle ne requière pas de chauffage avant le premier ajout de l'acide citrique pour ne pas solubiliser les cires.

### C. Lavage

Cette opération a pour objectif d'éliminer les traces de savon entraînées dans l'huile neutralisée et certaines traces de métaux de phospholipides et autre impuretés. **(Torck, 1988)**.

L'huile provenant de la turbine de neutralisation subit lavage avec 15 % d'eau chaude déminéralisée ou douce pour éviter l'encrassement des bols par dépôt de savon à température de 90 à 95°C, l'huile sortante du séparateur subit un deuxième lavage(3 à 7 % d'eau )puis passe dans un mélangeur et le mélange est séparé par centrifugation.

Durant le deuxième lavage, on ajoute 0,01 % d'acide citrique qui a pour but d'éliminer complètement les traces de savons. **(Karleskind and gras, 1992)**.

### D. Séchage

Cette opération consiste à éliminer l'humidité présente dans l'huile lavée dans un sécheur sous vide à environ 90 °C.**(BALLERINI, 2011)**.

### E. Décoloration (blanchiment)

Le blanchiment à pour objet d'éliminer les pigments colorés indésirables (chlorophylle et caroténoïdes), on utilise généralement des matières adsorbants comme la terres activées.

**(Blin and Girard, 2011)**.

### F. Décirage

Cette opération à pour but d'éliminer les cires naturelles (huile de tournesol), soluble à 40°C, mais très peu soluble à température ambiante. La présence de ces cires se traduit par formation de divers aspects (trouble, dépôt, flocons). Un refroidissement de l'huile aux environs de 5°C est nécessaire pour assurer la cristallisation complète des cires qui seront séparées de l'huile par centrifugation et filtration **(Doré and Varoquaux, 2006)**.

### G. Désodorisation

Dernière phase du raffinage, elle est effectuée à haute température et doit être conduite avec le plus grand soin. Cette étape consiste à éliminer les traces d'acides gras libres, les produits oxydés.

L'huile désodorisée doit être exempte de toutes les odeurs et goût désagréable et doit présenter des caractéristiques physiques et chimiques qui lui garantissent une stabilité suffisante dans le temps (Karleskind and gras, 1992).

### III.3. Le processus de démulcination enzymatique (cevital, 2012).

Le processus de démulcination enzymatique peut être divisé en quatre étapes différentes :

**1-** Ajustement des conditions optimale pour la réaction enzymatique c'est-à-dire un PH optimale avec une solution tampon de citrate / soude.

Le PH obtenu doit être compris entre 4,5 et 5,5, aussi la température doit être entre 45-55°C.

**2-** L'ajout de l'enzyme.

**3-** La réaction enzymatique pendant 4-6 heures.

**4-** La séparation des lyso-phosphatides de l'huile à environ 70°C.

L'huile brute chauffée à 70°C est mélangée avec une solution de l'acide citrique puis refroidie à 45-55°C, et mélangée avec une solution de soude caustique. L'huile contenant le tampon à l'acide citrique / soude caustique est mélangée avec l'eau 1 à 2% de la quantité de l'enzyme) et l'enzyme dans un mélangeur puissant, l'importante force de cisaillement de ce mélangeur permet d'obtenir une émulsion mécanique très stable.

Au sein de cette émulsion, l'enzyme réagit avec les phospholipides pour les transformer en lyso-phospholipides hydrosolubles. Une fois la réaction est terminée, après 4 à 6 heures a une température de 45 à 55 °C, l'huile est réchauffée à 70°C afin de désactiver l'enzyme puis séparer l'émulsion mécanique par centrifugation et éliminer les mucilages pour produire une huile quasiment exempte de phosphore.

La démulcination enzymatique est suivie d'un raffinage physique (décoloration, désodorisation) pour avoir une huile finie et prête au conditionnement.

## III.4. Comparaison entre le raffinage chimique et enzymatique

Tableau N° IX: comparaison entre les deux procédés de raffinage des deux huiles

Caractérisation Raffinage	Raffinage chimique	Raffinage enzymatique
Démucilagination	-Utilisation des solutions chimiques telle que l'acide phosphorique ( $H_3PO_4$ ).	-Démucilagination avec des enzymes « Lecitase Ultra »
Neutralisation	-Avec la soude caustique (NaOH) à une concentration élevée 45%. -création des pâtes de neutralisation. (savons). -élimination de tous les acides gras libres.	- NaOH à 10%, une petite quantité d'acide citrique. -L'ajout de NaOH c'est pour ajuster le PH de l'enzyme. -élimination partielle des acides gras libres
Séparation	- l'huile brute est séparée des savons et d'autres impuretés à l'aide des séparateurs.	- l'huile brute est séparée de l'enzyme et des mucilages par centrifugation.
Le lavage	- Avec de l'eau purifiée pour l'élimination des traces de savons et d'autres métaux.	- pas de lavage.
Le séchage	- Utilisation d'un sécheur sous vide pour éliminer l'humidité dans l'huile lavée.	- séchage afin de désactiver l'enzyme

Tableau X : Tableau comparatif entre le raffinage de l'huile de soja et de l'huile de tournesol.

	Huile de soja	Huile de tournesol
Type du raffinage	A chaud	A froid
Température de l'huile brute	Chauffée à une température 85°C à 90°C	Température ambiante (20°C à 25°C)
Démucilagination	-Dosage $H_3PO_4$ (0,12 à 0,13%) 15 à 20min	- Dosage $H_3PO_4$ (0,06 à 0,08%) 15 à 20min
Neutralisation	-Ajout de NaOH - Vers les séparateurs (90°C)	-Refroidissement (8°C à 10°C et ajout de NaOH). -Vers les cristalliseurs (5°C à 8°C). -Préchauffage de 16°C à 18°C. -Séparation.
Lavage	-l'ajout d'acide citrique. -Elimination des savons.	
Séchage	Sous vides	
Décoloration	Injection de la terre décolorante selon la teneur de l'huile en pigments colorés	
Désodorisation	Elimination des pigments odorants et les AGL par hautes pressions et à températures 220 à 240°C.	

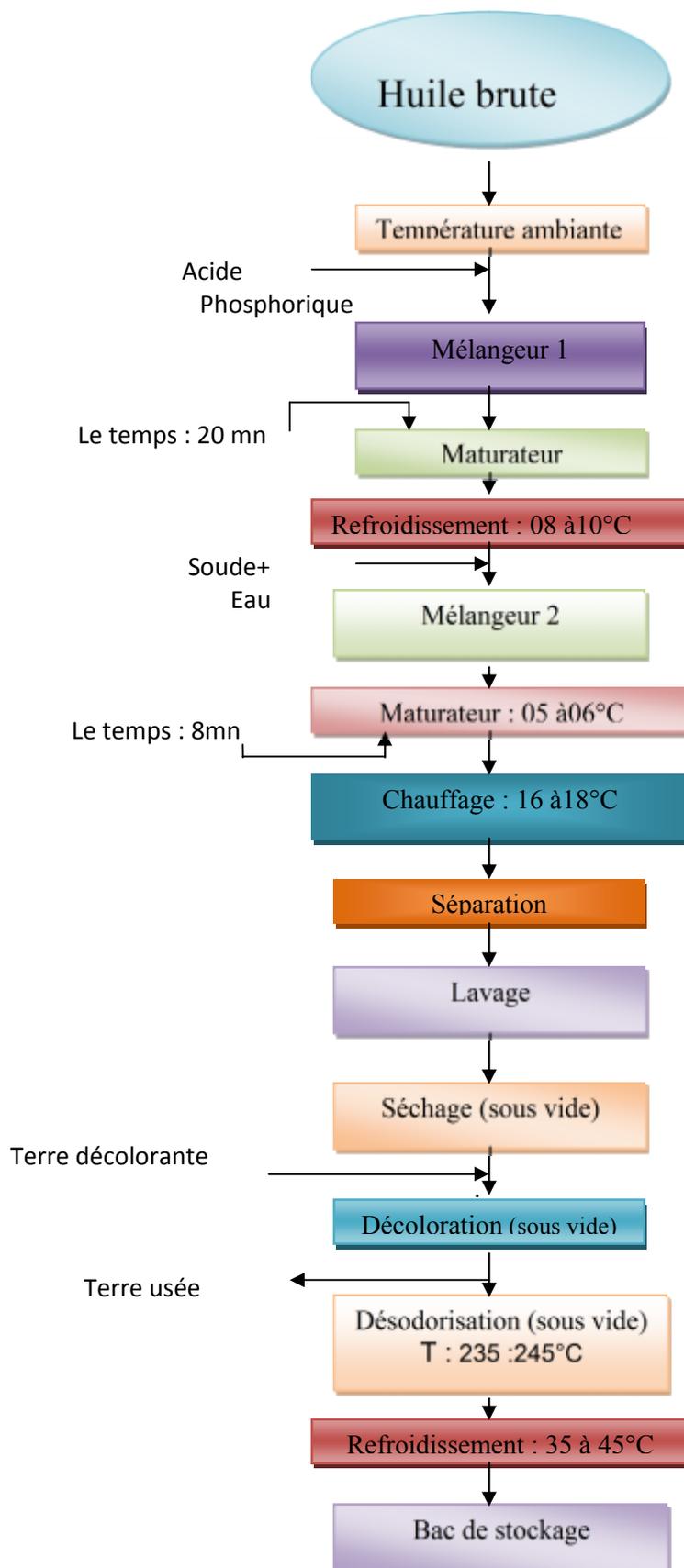


Figure N°4 : Diagramme de raffinage chimique (cevital, 2012)

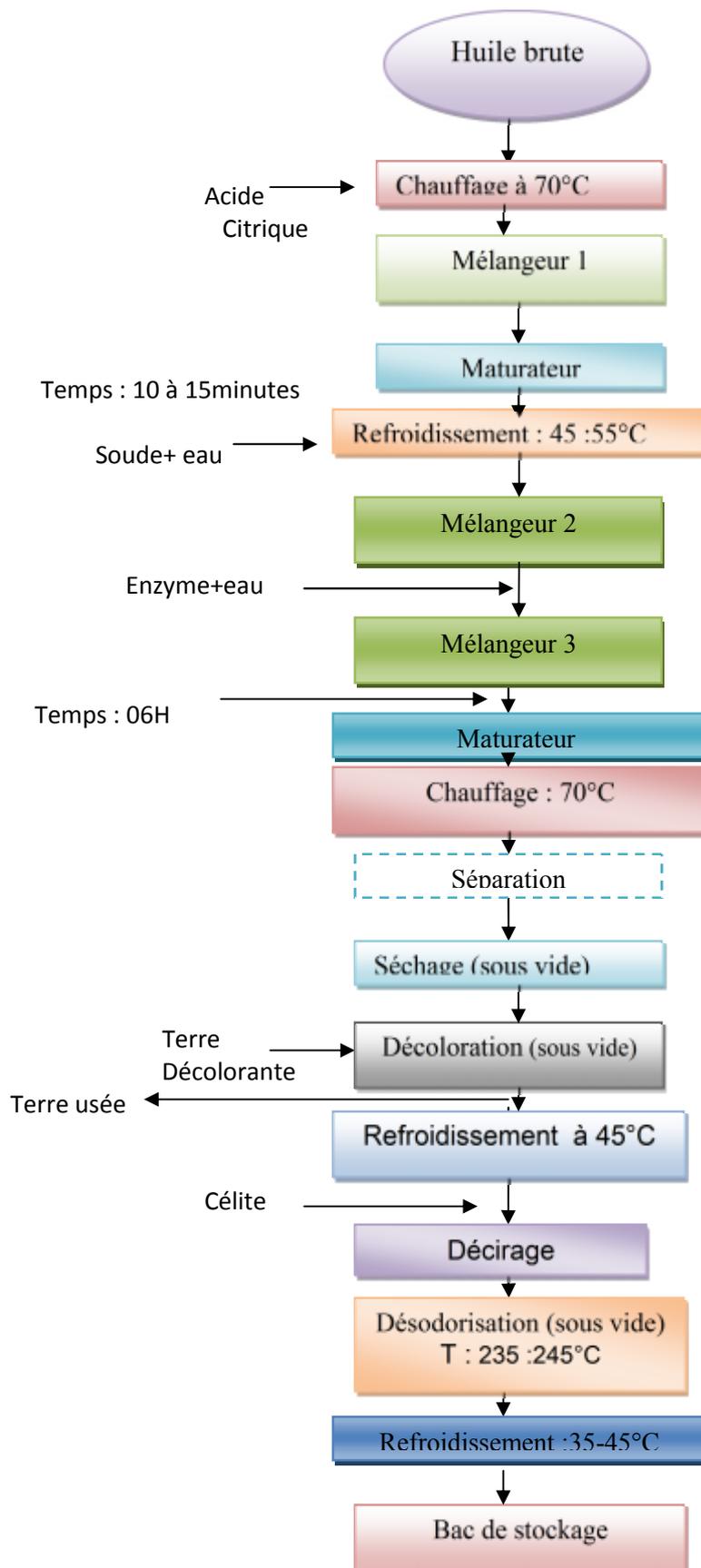


Figure N°5 : Diagramme de raffinage enzymatique (cevital, 2012)

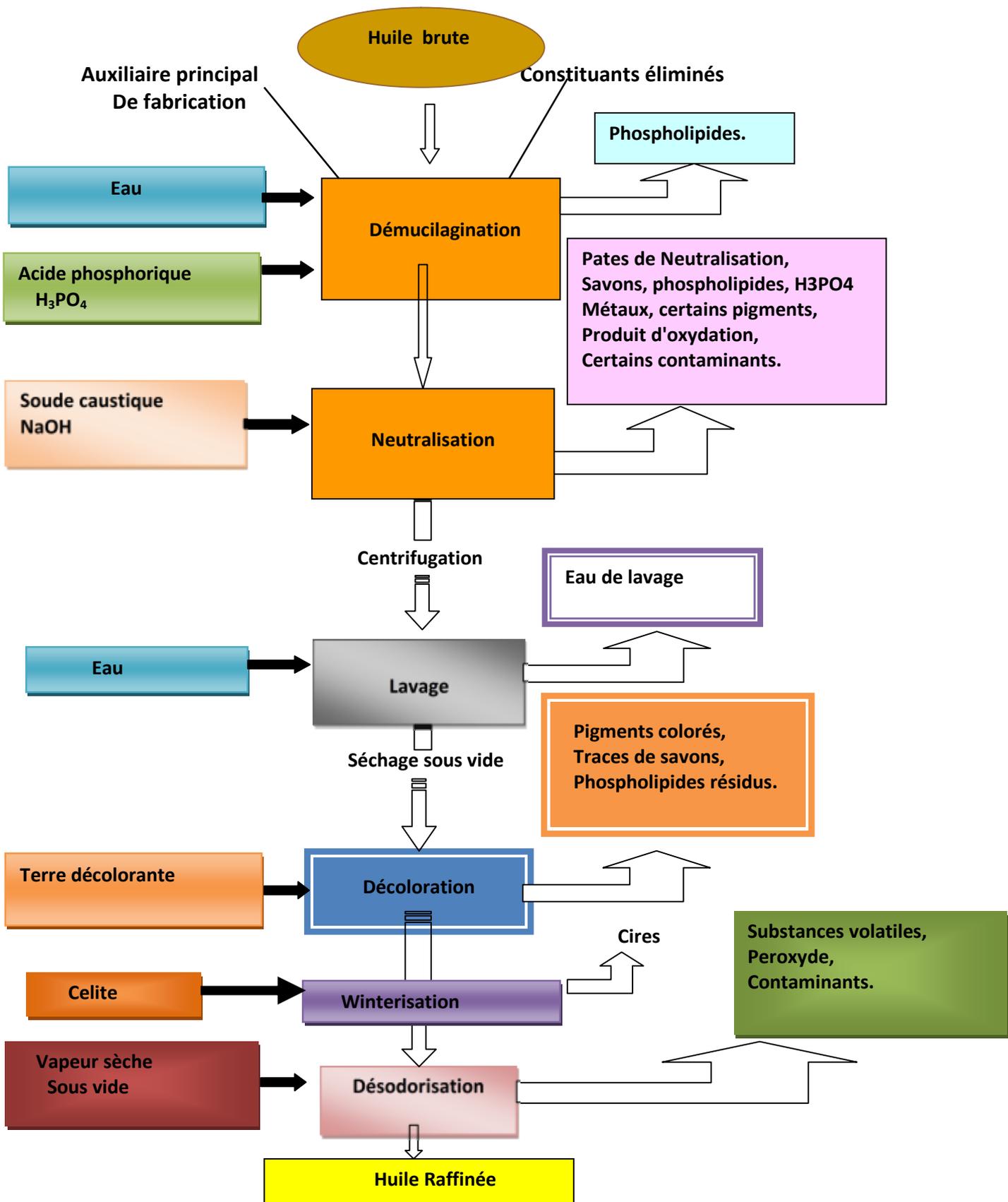


Figure N° 6: diagramme générale de raffinage des huiles.

**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 m<sup>2</sup>.

**I.1. Activités et missions**

«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.
- Raffinerie de sucre.
- Stockage des céréales.
- Savonnerie en cours d'étude.

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

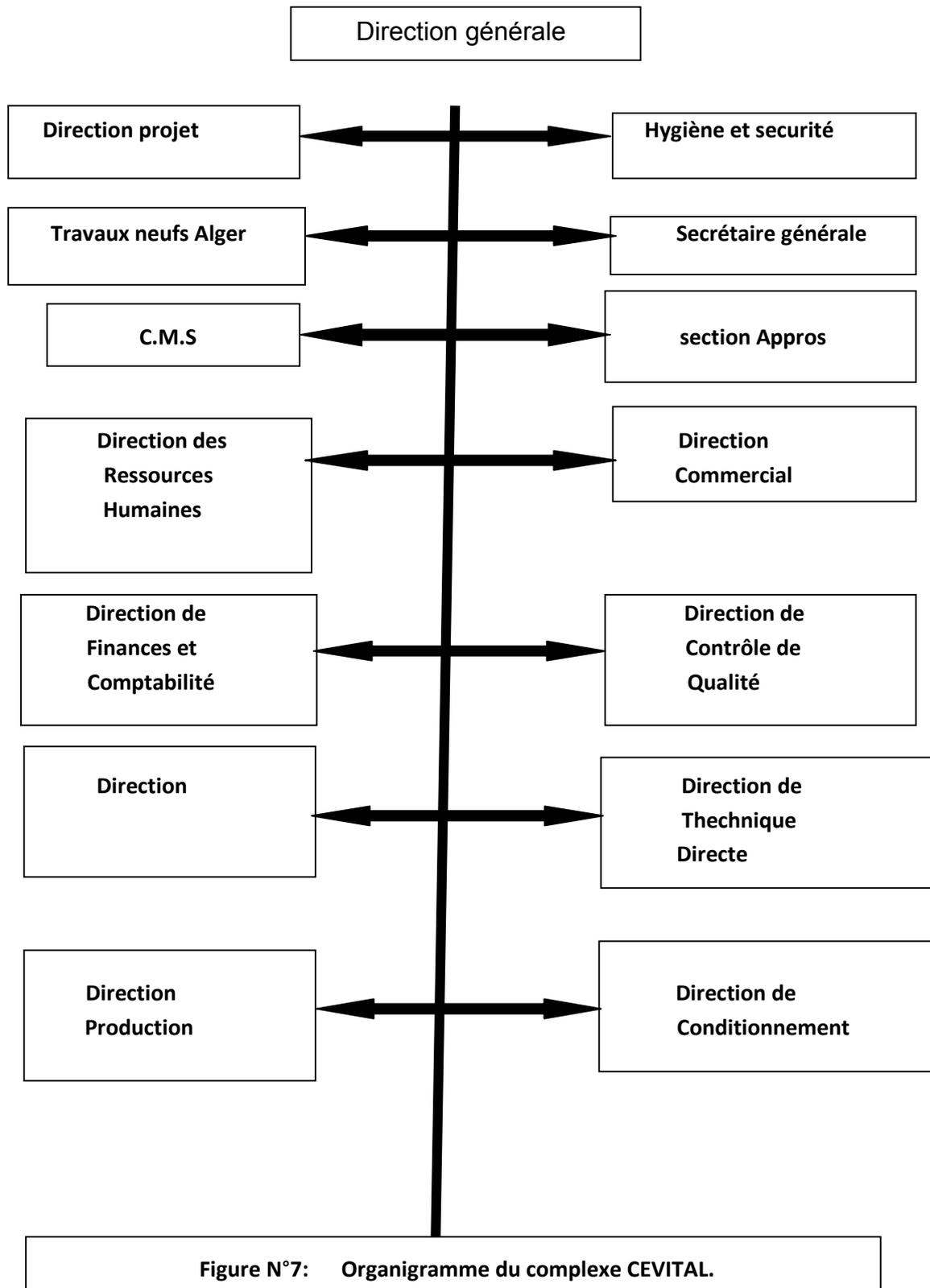
- FLEURIAL : 100% tournesol commercialisé depuis août 1999.
- SOYA : 100% soya commercialisé depuis septembre 1999.
- CANOLA : 100% colza commercialisé depuis fin septembre 1999.
- OLEOL 2 : 60% tournesol et 40% soja.
- ELEO 3 : 55% tournesol ,40% soja et 5% olive.
- FRIDOR : fraction tournesol + ODF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

**I.2. Présentation de 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...

### I.3. Organigramme

Les différentes directions et services de «CEVITAL», sont schématisés dans l'organigramme suivant.



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. Echantillonnage et prélèvements**

L'étude réalisée au niveau de la raffinerie d'huile du complexe CEVITAL a consisté à suivre l'évolution des paramètres physico-chimique.

Des prélèvements d'échantillons ont été effectués à différentes étapes du raffinage, à partir de l'huile de soja et tournesol brute dans les cuves à l'intérieur du navire jusqu'aux huiles finies obtenues après traitement chimique. ces prélèvements sont effectués à la sortie du :

- Bac de neutralisation
- Séparateur.
- Laveur
- Réacteur de décoloration
- Réacteur de désodorisation

Ainsi que sur : - la pâte de neutralisation (soap stock) et les eaux de lavage.

### **II.1. Matériels et réactifs**

Les différents matériels et réactifs utilisés pour réaliser les différentes analyses sont résumés dans l'annexe N°1.

### **II .2. L'ensemble des analyses physico-chimiques effectuées aux différentes étapes du raffinage**

**Tableau N°XI** : les analyses physico-chimiques effectuées aux différentes étapes du raffinage

Les étapes	Type d'analyses
Huile brute	Acidité, indice d'iode, indice de peroxyde, impuretés, humidité, teneur en phosphore, densité, insaponifiable, indice de réfraction, cires, couleur.
Huile neutralisée	Acidité, traces de savons.
Huile lavée	Acidité, traces de savons.
Huile séchée	humidité.
Huile décolorée	Acidité, traces de savons, indice de peroxyde, humidité, Impuretés, couleur.
Huile désodorisée	acidité, couleur, indice de peroxyde, humidité.

### II.3. Les analyses physiques

#### ➤ Détermination de la couleur

La couleur joue un rôle dans la détermination de la qualité d'une huile, d'un aliment est souvent lié à sa maturité, à la mise en œuvre approprié ou défectueux d'un traitement technologique ou de mauvaises conditions d'entreposage ou un début de détérioration.

#### Principe

Consiste à une comparaison visuelle de la couleur de l'huile, avec l'échelle de la couleur de la source transmise à travers les lames colorées standardisées, qui sont constituées de trois couleurs : jaune, rouge et bleu (l'appareil utilisé est appelé le LOVIBON).

#### ➤ Détermination de la densité

#### Principe

La densité relative d'une huile à 20°C est le rapport de la masse dans l'atmosphère d'un certain volume de cette huile à une température par la masse de même volume à 20°C.

On mesure la densité afin de régler la température d'huile lors de conditionnement pour éviter que le volume d'huile ne baisse pas une fois mis dans la bouteille.

#### Mode opératoire

Le densimètre a été trempé dans 20 ml d'huile, après stabilité la valeur sera lue sur l'appareille.

**Expression des résultats**

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

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

$D_{T_2}$ : la densité à une température  $T_2$  qui est égale à  $20^{\circ}\text{C}$ .

$T_1$ : température lue sur le thermomètre.

$T_2$ :  $20^{\circ}\text{C}$ .

➤ **Détermination des impuretés**

**Définition**

Ce sont des substances autres que l'eau et les solvants, elles ne correspondent ni aux glycérides, ni aux acides gras ni même aux insaponifiables.

**Principe**

Il consiste à un traitement de produit par excès de solvant puis filtration de la solution, lavage du résidu avec le même solvant et séchage à  $103^{\circ}\text{C}$  plus ou moins jusqu'à masse constante.

**Mode opératoire**

Peser 20g d'huile dans une fiole de 250 ml additionnée de 200ml d'hexane, boucher la fiole et agiter puis porter à  $20^{\circ}\text{C}$  pendant 30mn à 1heure ,verser le contenu de la fiole sur un papier filtre et laver le avec 50 ml d'hexane, à la fin sécher le papier filtre à un température de  $103^{\circ}\text{C}$  puis refroidir dans un dessiccateur. Peser le papier filtre.

**Expression des résultats**

La teneur en impureté insoluble en % masse du produit est égale à :

$$\text{Impureté} = (M_1 - M_2) * 100 / E$$

-  $E$  : la masse en gramme de la prise d'essai.

-  $M_1$  : la masse en gramme du vase et des impuretés insolubles.

-  $M_2$  : la masse en gramme du vase ou du filtre séché.

➤ **Détermination de l'humidité**

**Définition**

C'est les pertes en masse, subit par le produit après chauffage à 103°C. Elle est exprimée en %.

**Principe**

La méthode se base sur la détermination des poids de l'huile avant et après le séchage. En se cas on détermine la teneur en eau de l'huile.

**Mode opératoire**

- On pèse environ 20g de l'huile dans un bécher préalablement séché et pesé ( $M_0$ ).
- On met le bécher contenant la prise d'essai dans l'étuve pendant 1 heure à 103°C puis le refroidir dans un dessiccateur et on pèse le bécher.

**Expression des résultats**

L'humidité est donnée par la formule suivante :

$$\text{Humidité} = \frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0}$$

- $M_1$  : est le poids de bécher et de la prise d'essai avant chauffage.
- $M_2$  : est le poids de bécher et de la prise d'essai après chauffage.
- $M_0$  : est le poids de bécher vide.

➤ **Détermination de l'indice de réfraction**

**Définition**

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

**Principe**

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

**Mode opératoire**

Filter sur papier filtre une quantité d'huile à analyser disposer quelques gouttes entre prisme d'un réfractomètre de façon à remplir complètement l'espace entre ces prismes, attendre quelques

minutes pour permettre à la matière grasse d'atteindre la température des prismes. Effectuer la mesure.

### Expression des résultats

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

Où :  $t' = 40^\circ\text{C}$ .

$t$  : température de l'échantillon pendant l'analyse.

$N_D^t$  : indice de réfraction à la température  $t$ .

0,00035 : la variation de l'indice de réfraction des triglycérides par degré au voisinage de  $40^\circ\text{C}$ .

#### ➤ Test des cires

### Définition

Les cires sont des mélanges complexes d'esters d'acide gras à longue chaîne et d'alcool supérieur ( $C_{18}$  à  $C_{30}$ ) présents naturellement dans les huiles de tournesol à l'état pure.

### Principe

Consiste à solidifier les cires par refroidissement à basse température ( $5^\circ\text{C}$ )

### Mode opératoire

- Peser 100g d'huile raffinée, le dissoudre dans 500ml d'acétone, cette solution est mise au refroidissement à  $1-5^\circ\text{C}$  pendant 24 heures.
- Laver le creuset plus la célite avec l'acétone, sécher et peser le creuset plus la célite jusqu'à poids constant.
- L'huile et l'acétone sont filtrées dans le creuset déjà pesé, puis laver avec 25ml d'acétone froide ( $0-5^\circ\text{C}$ ) en deux fois le creuset plus les cires.
- Après les cires sont séchées à  $50^\circ\text{C}$  pendant 24 heures.

### Expression des résultats

Le taux de cire est obtenu ainsi :

$$\text{Cires (\%)} = \text{quantité des cires} * 100 / \text{prise d'essai}$$

## II.4. Analyses chimiques

### ➤ Détermination de l'acidité

#### Définition

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

#### Principe

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

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

#### Mode opératoire

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

#### Expression des résultats

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

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

N : normalité de NaOH à 0,1N

P : poids de la prise d'essai.

V : la chute de burette de NaOH utilisé pour le titrage.

Donc on aura

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

➤ **Détermination de l'indice de peroxyde**

**Définition**

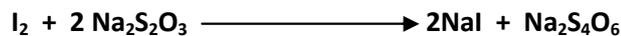
C'est le nombre de milléquivalents de grammes d'oxygène par kilogramme (meq.g.d'o<sub>2</sub>/kg de corps gras), il nous renseigne sur la fraîcheur d'huile.

**Principe**

Consiste à traiter une prise d'essai en solution, dans l'acide acétique et de chloroforme par une solution d'iodure de potassium, l'iode libéré est titré par une solution de thiosulfate de sodium.

**Mode opératoire**

5g d'huile ont été additionnés de 12ml de chloroforme, 18ml d'acide acétique et de 1ml d'iodure de potassium (KI). Après agitation le mélange a été placé à l'abrit de la lumière pendant une 1min puis ajouté de 75ml d'eau distillée et quelques gouttes d'empois d'amidon. La titration a été réalisée avec une solution de thiosulfate de sodium (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) à 0,01N, parallèlement à un essai à blanc (sans huile), jusqu'à décoloration totale de la solution suivant la réaction ci-dessous :



**Expression des résultats**

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

$$Ip \text{ (meq g / kg)} = N \times (V_1 - V_0) \times 1000/P$$

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

V<sub>0</sub> : volume de la solution de thiosulfate de sodium pour l'essai à blanc en ml.

V<sub>1</sub> : volume de thiosulfate de sodium utilisé en ml.

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

P : prise d'essai en gramme.

➤ **Détermination des traces de savons**

**Définition**

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

**Principe**

Titration directe de savon dans l'acétone, par une solution d'HCL cétonique en présence de bleu de bromothéamol

**Mode opératoire**

préparer dans une éprouvette graduée 48,5 ml d'acétone, compléter jusqu'à 50ml avec de l'eau distillée, verser la solution dans un ballon à fond plat puis ajouter 1 à 2 gouttes de bromothymol qui est un indicateur coloré et neutraliser le mélange avec NaOH (1 goutte), suite au changement de la couleur (devient bleu), procéder à un deuxième titrage par HCL cétonique jusqu'au virage de la couleur au jaune.

**Expression des résultats**

$$\text{Traces de savons (ppm)} = (N.M.V) / 10 \times P$$

N : normalité de HCL cétonique ( 0,01N).

M : masse molaire de l'acétate de sodium ( 304g/mol)

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

➤ **Détermination de l'indice d'iode**

**Définition**

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

**Principe**

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

**Mode opératoire**

5g d'huile préalablement lavés et séchés, ont été dissouts dans 15ml de tétrachlorure de carbone, puis additionnés de 25ml de réactif de Wijs (solvant organique). Après agitation et conservation à l'obscurité pendant une heure, 20ml d'iodure de potassium à 10% et 150 ml d'eau ont été ajoutés. L'iode libéré a été titré avec une solution de thiosulfate de sodium à 0,1N en présence de quelques gouttes d'empois d'amidon. En parallèle un essai à blanc dans les mêmes conditions a été réalisé.

**Expression des résultats**

$$Li = N (V_0 - V) \times 12,69$$

Li: indice d'iode.

V<sub>0</sub> : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc en ml.

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

N : normalité de thiosulfate de sodium.

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

**➤ Détermination des phosphatides****Définition et principe**

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

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

**Mode opératoire**

Peser 3g d'huile dans une capsule, ajouter 0,5g d'oxyde de zinc calciner à 600°C pendant 24 heures, après refroidissement ajouter 5ml de HCL concentré plus 5ml d'eau distillée, chauffer jusqu'à ébullition, laisser refroidir, filtrer la solution dans une fiole de 100ml, neutraliser par la solution 50%

de KOH, il y'aura un précipité qui va se former, ajouter quelques millilitre d'HCL concentré jusqu'à obtention d'une solution limpide et amener à 100ml par l'eau distillée. Mettre au bain marie bouillant pendant 15mn, laisser refroidir, faire un essai à blanc exactement dans les même conditions, lire l'absorption à 650nm.

### III. Résultats et discussion

#### III.1. Distinction visuelle de l'huile de soja et tournesol

Les résultats de la distinction visuelle entre les deux huiles brutes soja et tournesol, sont résumés dans le tableau N°XII suivant :

**Tableau N°XII:** les résultats de la Distinction visuelle des deux huiles brutes (soja et tournesol).

Type d'huile caractéristique	Huile de soja	Huile de tournesol
<b>couleur</b>	Rouge due à la présence de B carotène	Jaune due à sa richesse en chlorophylle
<b>richesse</b>	phospholipides qui se caractérisent sous forme de mousse	cires qui se caractérisent par un dépôt noirâtre
<b>sédiment</b>	formation des sédiments après une longue période de stockage	présence des sédiments à cause des cires

#### III.2. Détermination des paramètres physico-chimiques de l'huile de tournesol et soja après chaque étape de raffinage

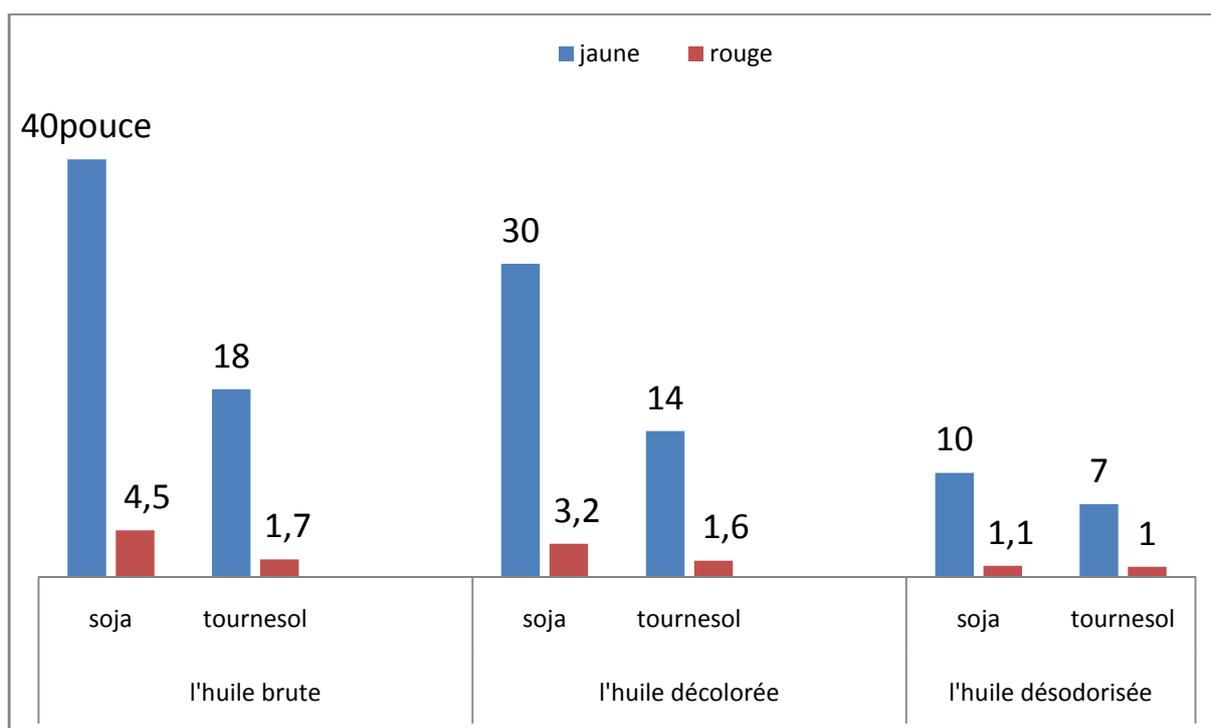
##### III.2.1. Analyses physiques

###### ➤ la couleur

Les résultats du paramètre de la couleur des trois huiles ; brute, décolorée et désodorisée sont illustrés dans le tableau N°XIII.

Tableau N°XIII : Evolution de la couleur en fonction des étapes (pouce).

types d'huiles	l'huile brute				l'huile décolorée				l'huile désodorisée			
Echantillon	soja		tournesol		soja		Tournesol		soja		Tournesol	
couleur	J	R	J	R	J	R	J	R	J	R	J	R
résultats	40	4,5	18	1,7	30	3,2	14	1,6	10	1,1	7	1
normes	/	/	/	/	/	/	/	/	12	1,2	12	1,2



**Figure N° 8 :** Histogramme représentatif de l'évolution de la couleur pour l'huile de soja et de tournesol en fonction des étapes.

D'après les résultats du tableau N°XIII et de la figure N°8 on constate :

Une diminution progressive de la couleur pour les deux huiles analysées à différentes étapes :

- Pour l'huile brute la couleur est élevée, cela est dû à la présence de différents pigments colorés.
- Pour l'huile décolorée les résultats montrent une diminution de la couleur par rapport à l'huile brute, ce qui indique que la terre décolorante a bien agi sur l'huile en le débarrassant des pigments colorés.
- Pour l'huile désodorisée d'après les résultats de l'histogramme nous constatons la couleur diminue durant l'opération de la désodorisation jusqu'à atteinte des valeurs minimales qui répondent aux normes de l'entreprise, cette diminution de la couleur résulte de la décomposition des pigments colorés sous l'effet de la température à 225°C qui donne des substances volatiles qui seront aspirées par le vide de la colonne de désodorisation.

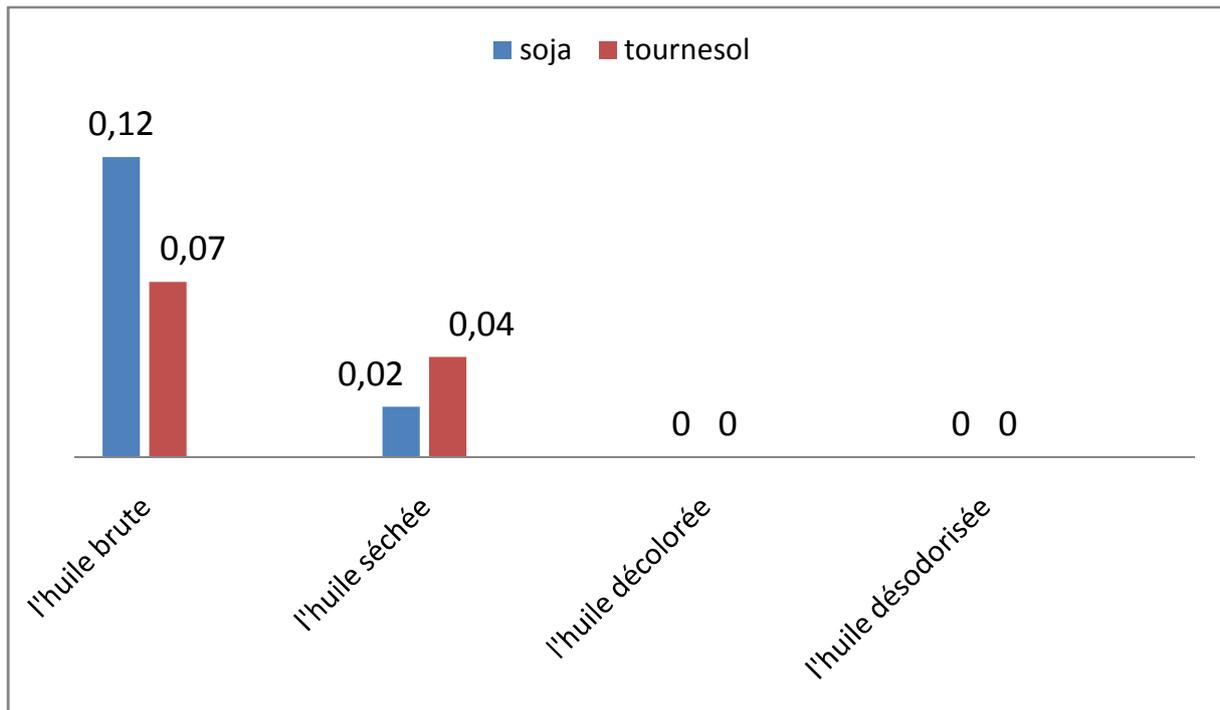
Il est nettement clair que la couleur de l'huile de soja est élevée que celle de l'huile de tournesol, cela peut s'expliquer par la terre qui est sélective c'est-à-dire elle s'attaque à la chlorophylle qui est un pigment dominant de tournesol, et laisse passer caroténoïde.

#### ➤ L'humidité

Les résultats du test d'humidité de l'huile de soja et de tournesol, des différents prélèvements (l'huile brute, séchée, décolorée et désodorisée), sont élucidés dans le tableau ci-après :

**Tableau N°XIV** : Evolution de la teneur en humidité en fonction des étapes de raffinage

types d'huiles	l'huile brute(%)		l'huile séchée (%)		l'huile décolorée (%)		l'huile désodorisée (%)	
	soja	tournesol	soja	tournesol	soja	tournesol	soja	tournesol
Echantillon	soja	tournesol	soja	tournesol	soja	tournesol	soja	tournesol
résultats	0,12	0,077	0,02	0,04	0	0	0	0
normes	0,5 max	0,5 max	<0,05	<0,05	< 0,01	<0,05	Néant	Néant



**Figure N° 9 :** Histogramme représentatif de l'évolution de la teneur en humidité pour l'huile de soja et de tournesol en fonction des étapes.

- Les résultats obtenus sur le taux d'humidité de l'huile brute de soja et tournesol expliquent les bonnes conditions de stockage des deux huiles (soja et tournesol) aux niveaux des bacs, ont permis d'avoir la teneur en humidité qui est en accord avec les normes.
- Les analyses effectuées pour les deux huiles séchées (soja et tournesol) montrent une diminution du taux d'humidité par rapport à l'huile brute ce qui explique l'efficacité de l'opération du séchage sur l'huile lavée.
- L'huile à décolorer doit être exempte d'humidité car la présence de cette dernière pourrait inhiber une partie de la terre décolorante qui pourra provoquer un colmatage des filtres et gêner les opérations ultérieures et induit ainsi la diminution de rendement de la décoloration.

➤ **Les impuretés et la densité**

La détermination du taux d'impuretés et de la densité de l'huile brute a donné les résultats qui sont exprimés dans le tableau N°XV.

**Tableau N°XV:** Détermination de la teneur en impuretés et de la densité.

type d'huile	l'huile brute			
	impureté (%)		densité à 20 °C	
Echantillons	Soja	tournesol	soja	Tournesol
résultats	0,044	0,05	0,920	0,919
normes	0, 5 max	0,5 max	0,919 – 0,925	0,918 – 0,923

- Le tableau expose une présence légère d'impuretés dans l'huile brute de soja et tournesol ce qui nous renseigne sur la bonne qualité d'huile suite au bon déroulement des traitements effectués sur les graines lors des opérations d'extraction et du stockage.
- La densité de l'huile brute des deux huiles est conforme aux normes, ce qui explique les bonnes conditions de stockage.

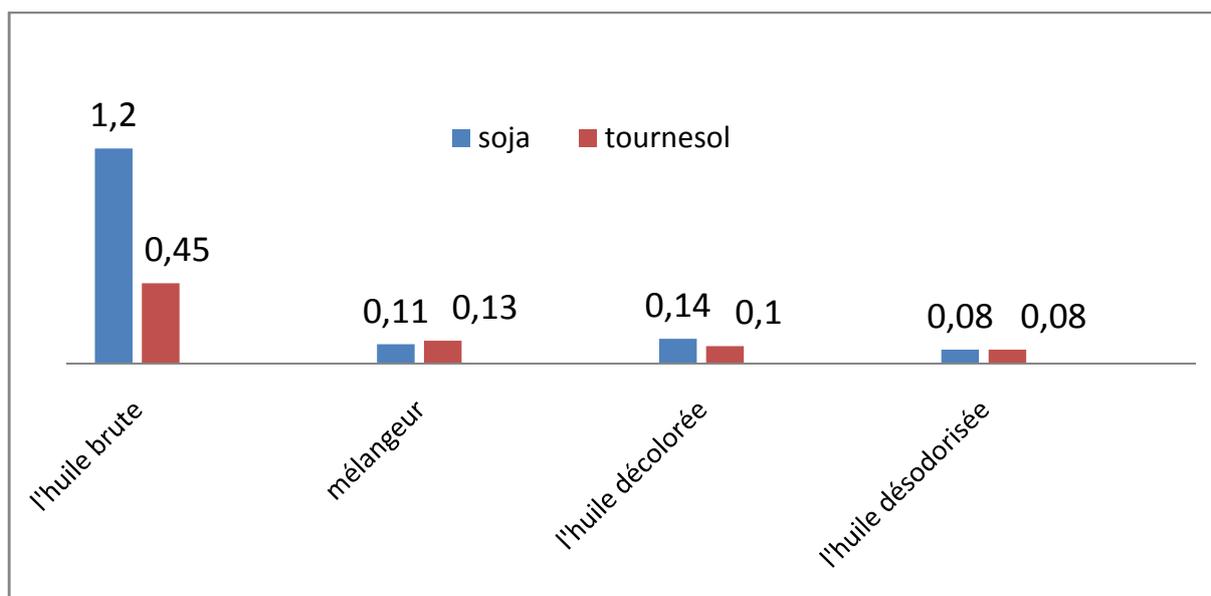
### III.2.2. Analyses chimiques

➤ **Acidité**

L'analyse de l'acidité à différentes stades du raffinage chimique des deux huiles de soja et de tournesol, a donné les résultats présentés dans le tableau N°XVI.

Tableau N°XVI : Evolution de l'acidité en fonction des étapes de raffinage(%).

types d'huiles	l'huile brute		mélangeur		l'huile décolorée		l'huile désodorisée	
	soja	tournesol	soja	tournesol	soja	tournesol	soja	tournesol
Echantillons	soja	tournesol	soja	tournesol	soja	tournesol	soja	tournesol
résultats (%)	1,20	0,45	0,11	0,13	0,14	0,1	0,08	0,08
normes	1,25max	2max	0,03 -0,08	0,03 -0,08	/	/	0,12max	0,12max



**Figure N° 10 :** Histogramme représentatif de l'évolution de l'acidité pour l'huile de soja et de tournesol en fonction des étapes.

D'après nos résultats nous remarquons :

- Une diminution marquée de l'acidité après différentes étapes du raffinage des deux huiles brutes (tournesol et soja), puis une augmentation légère et qui diminue par la suite jusqu'à atteindre la valeur de 0.08.

- L'huile brute à son origine contient une teneur d'acidité élevée, ceci est dû à la présence des acides gras libres.
- L'acidité diminue aux niveaux du mélangeur car il ya eu neutralisation d'une grande partie des acides gras libres par la soude.

Suite à l'ajout de la terre décolorante on remarque :

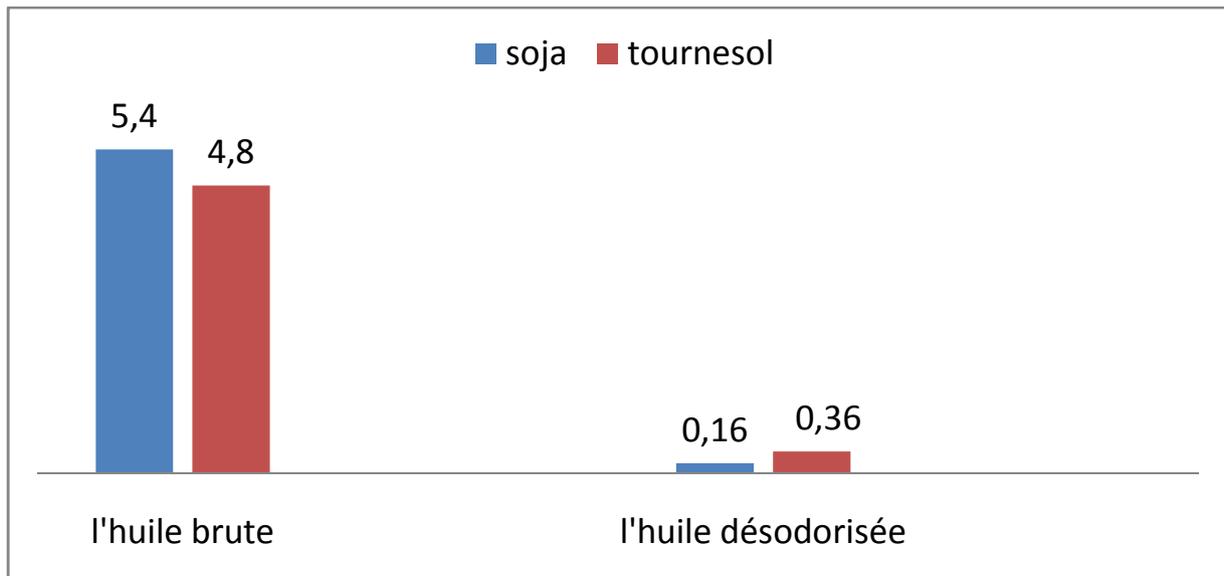
- L'augmentation de l'acidité d'huile de soja, qui serait probablement liées au caractère acide de la terre décolorante ainsi qu'à l'ajout d'acide citrique pendant l'étape qui précède la décoloration.
- Pour l'huile désodorisée : la teneur en acidité a diminué, cela est dû à l'évaporation des acides gras libres à faible poids moléculaires effectuées à une température élevée.

#### ➤ Indice de peroxyde et indice d'iode

Les résultats de l'indice de peroxyde des deux huiles soja et tournesol à l'état brute et durant la désodorisation sont présentés dans le tableau N°XVII.

**Tableau N°XVII:** Evolution de l'indice de peroxyde en fonction des étapes de raffinage.

types d'huiles	l'huile brute		l'huile désodorisée			
	Indice de peroxyde (Meq O <sub>2</sub> /Kg)				Indice d'iode (g /100g d'huile)	
Echantillons	soja	tournesol	soja	tournesol	soja	Tournesol
résultats	5,4	4,8	0,16	0,36	132	135
normes	15max	15max	1max	1max	124-139	118-141



**Figure N° 11** : Histogramme représentatif de l'évolution de l'indice de peroxyde pour l'huile de soja et de tournesol en fonction des étapes.

- L'indice de peroxyde est un critère très utile qui renseigne sur la détérioration oxydative d'une huile, Ces valeurs au niveau des deux huiles brutes sont conformes à la norme de l'entreprise qui est de 15meq O<sub>2</sub>/kg d'huile
- Une teneur très faible en indice de peroxyde dans l'huile désodorisée, ce qui signifie l'absence d'altération de matière grasse (oxydation des acides gras libres).
- L'huile désodorisée contient une teneur stable en indice d'iode, cela indique que le nombre d'insaturation d'acide gras est stable tout au long du processus de raffinage.

➤ **Trace de savon**

La détermination de la teneur en traces de savons formées à l'étape de neutralisation pour les huiles analysées (soja et tournesol) est indiquée dans le tableau N°XVII.

Tableau N°XVII : Evolution des traces de savons en fonction des étapes de raffinage.

types d'huiles	l'huile séparée (ppm)		l'huile lavée (ppm)		l'huile séchée (ppm)	
	soja	tournesol	soja	tournesol	Soja	Tournesol
Echantillons	soja	tournesol	soja	tournesol	Soja	Tournesol
résultats	432,66	182,66	71,33	70	00	00
normes	<5000	<1000	70	70	00	00

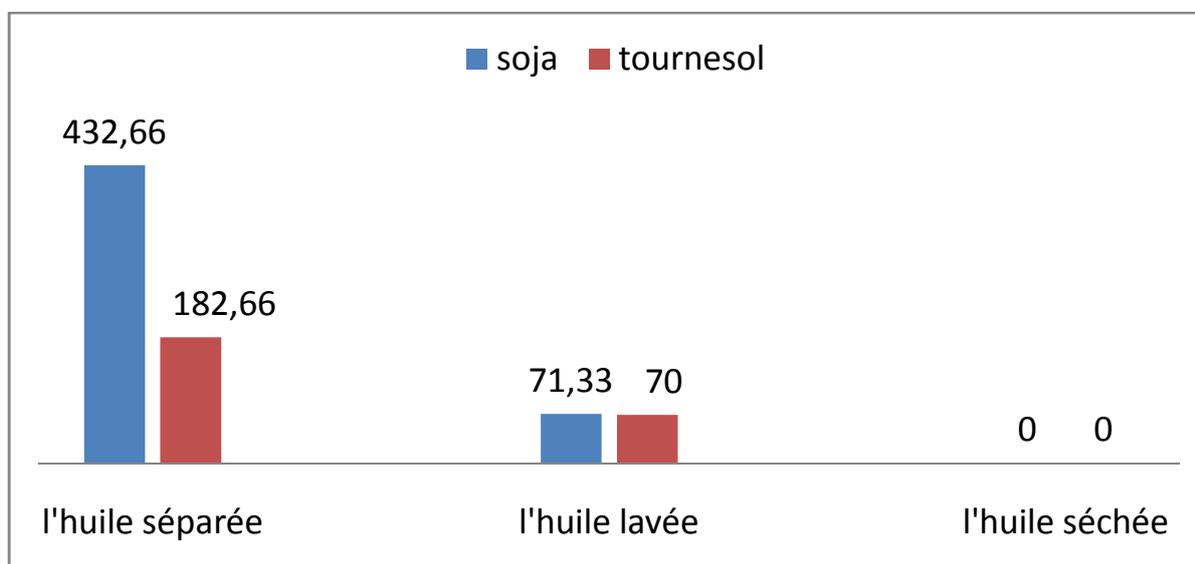


Figure N° 12 : Histogramme représentatif de l'évolution de la teneur en traces de savons pour l'huile de soja et de tournesol en fonction des étapes.

D'après les résultats du tableau N°XVIII et la figure N°12 nous remarquons :

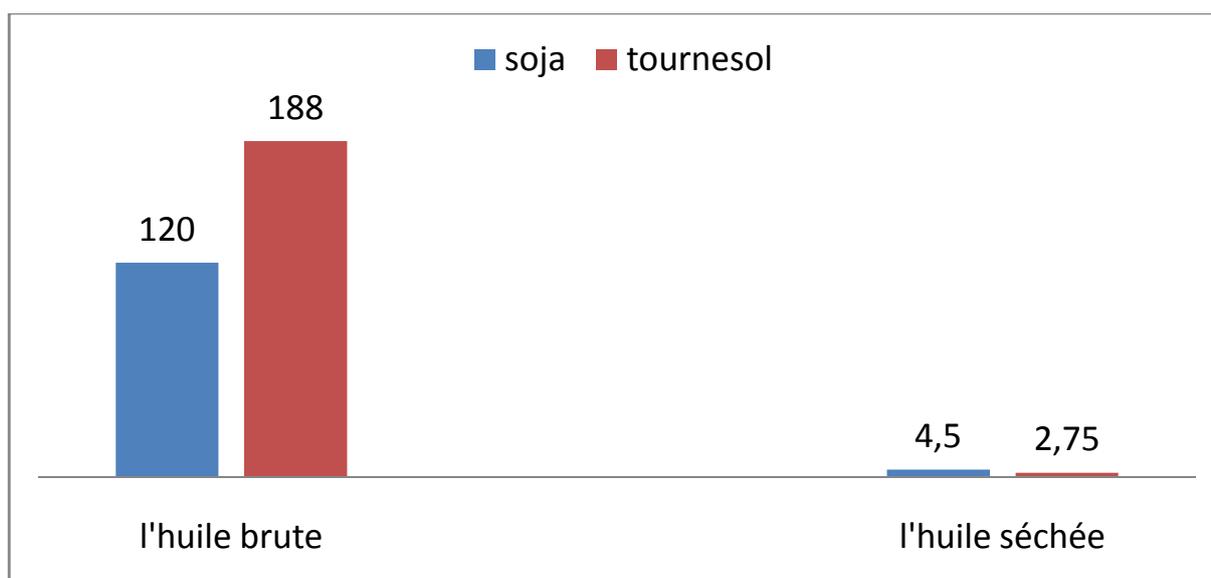
- Que l'huile séparée contient une teneur importante en traces de savons qui sont formés durant la neutralisation suite à la réaction de la soude avec les acides gras libres.
- Qu'après le lavage, la quantité de savon diminue d'une façon importante, ceci est dû à l'ajout de l'acide citrique, qui réagit avec les savons en donnant un sel facilement éliminé, ce qui explique la valeur nulle au niveau de l'huile séchée, décolorée et désodorisée.

## ➤ Taux de phosphore

La détermination du taux de phosphore de l'huile brute et séchée de soja et tournesol sont rassemblés dans le tableau N°XIX.

**Tableau N°XIX :** Evolution du taux de phosphore en fonction des étapes.

types d'huiles	l'huile brute (ppm)		l'huile séchée (ppm)	
	soja	tournesol	soja	Tournesol
Echantillons	soja	tournesol	soja	Tournesol
résultats	120	188	4,5	2,75
normes	250 max	250 max	5	5



**Figure N° 13:** Histogramme représentatif de l'évolution de la couleur pour l'huile de soja et de tournesol en fonction des étapes.

- La teneur en phosphore dans l'huile brute de soja et tournesol répond aux normes de L'entreprise.
- L'élimination des phosphores durant le dégomme chimique est incomplète, elle se poursuit aux cours des étapes ultérieures de raffinage.

- La teneur en phosphore pour les deux huiles au cours de séchage est inférieure aux normes de l'entreprise, ce qui atteste le bon déroulement de la démulcination ou il y avait une suppression remarquable des phosphores par un traitement avec solution de l'acide citrique qui élimine les phospholipides non hydratés.

### III.2.3. Evolution des pertes de l'huile

Les résultats des pertes d'huile de soja et de tournesol dans les pâtes de neutralisation et les eaux de lavage sont mentionnés dans le tableau N° XX.

**Tableau N° XX** : Résultats des analyses des pâtes de neutralisation et l'eau de lavage (%)

	soja	Tournesol
<b>acidité des pâtes</b>	53,55	37
<b>matière grasse entraîné dans l'eau de lavage</b>	1	0,5

- les pertes d'huiles entraînées dans les eaux de lavage sont minimales et négligeables ce qui nous renseigne sur l'efficacité de traitement dans l'étape de lavage.

-au niveau des pâtes neutralisées, l'acidité de soja est supérieure de 50, ce qui explique une séparation presque complète (entraînement d'huile neutre dans les pâtes neutralisées en faibles quantités), plus l'acidité dans les pâtes neutralisées est élevée, plus y a-t-il de perte en huile.

-dans le cas du tournesol l'acidité des pâtes neutralisées est inférieure de 50, ce qui explique l'entraînement d'huile neutre en quantités importantes dans les pâtes neutralisées.

### III.3. Analyse statistique

Pour savoir si il y a une corrélation entre les résultats obtenus pour l'huile de soja et tournesol, ainsi que le lien entre les paramètres physico-chimiques, on va faire une étude statistique dans laquelle on utilise l'analyse de corrélation pour les deux huiles soja et tournesol.

L'analyse de corrélation : c'est un concept mathématique qui étudie l'intensité de la liaison qui peut exister entre les valeurs de deux variables.

Le coefficient de corrélation est compris entre -1 et 1 :

- Il est égal à 1 dans le cas où l'une des variables est fonction affine croissante de l'autre variable.
- Il est égal à -1 dans le cas où la fonction affine est décroissante.
- Il est égal à 0 lorsque les variables sont linéairement indépendantes.

### **Interprétation**

D'après les résultats obtenus on constate qu'il y a une forte corrélation positive durant les différentes étapes de raffinages entre :

- l'huile de soja et tournesol, de fait qu'ils sont tous les deux des huiles végétales obtenues à partir des graines et qu'ils ont subi le même procédé de raffinage.
- Quelques paramètres physico-chimiques des deux huiles soja et tournesol ce qui explique une dépendance entre eux, qui sont représentés dans le tableau N° XXI.

**Tableau N°XXI:** la corrélation entre quelques paramètres physico-chimiques des deux huiles (soja et tournesol)

- le coefficient de corrélation est :

$$R = 1$$

les paramètres physico-chimiques	Interprétation
Acidité et l'humidité	L'hydrolyse en présence de H <sub>2</sub> O, les corps gras entraîne la formation d'acides gras libre dont la mesure permet d'évaluée sont altération et qui font augmenter l'acidité de l'huile.
Acidité et indice de peroxyde	Indice de peroxyde augmente proportionnellement avec la durée de stockage, la formation de peroxyde à partir d'acides gras insaturé dépendrait de leur libération lors de l'hydrolyse donc les acides gras libres sont assimilé à des catalyseurs d'oxydation.
Acidité et couleur	Les pigments colorés présentent des groupements oléfinique qui peuvent être protoné par le groupement acide de l'huile donc les mécanismes d'adsorption sont liée étroitement à l'acidité, celle-ci est considéré comme un catalyseur de décoloration
Humidité et indice de peroxyde	Il Ya formation des hydro- peroxyde en présence d'humidité.
Humidité et la couleur	La présence de taux élevé d'humidité dans la terre décolorante diminue la capacité d'adsorption de la terre décolorante ce qui explique la mauvaise décoloration de l'huile qui induit une élévation de la couleur.
Impureté et phosphore	Lors des opérations de pression et extraction des huiles brutes, les fins débris de graine provenant de la trituration, ainsi que les précipités riches en matières phosphorés se forment (farinâtes) engendrant ainsi le taux élevé des composés phosphorés sous l'action de lipase qui font partie de la composition de la graine.
Indice peroxyde et la couleur	L'oxydation est révélé par la mesure de l'indice de peroxyde et par la mise en évidence des produits volatiles acides qui prennent naissances lorsque l'oxydation deviens notable, les produits acides sont met en évidence par un changement de la couleur.

Les différents tableaux des résultats d'analyse de corrélation et le lien entre les paramètres durant les différentes étapes de raffinage sont représentés dans annexe N°2.

## Conclusion

Grâce à notre 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.

Les différentes analyses physico-chimiques (couleur, humidité, indice d'iode, densité, impuretés, cires, acidité, indice de peroxyde, traces de savons et les pertes en huiles) effectuées sur les deux huiles, ont donné des résultats conformes aux normes de l'entreprise. Cette conformité est obtenue grâce au contrôle régulier qui s'effectue au niveau du laboratoire à chaque étape du raffinage, ainsi qu'à certaines techniques acquises par expérience des techniciens de la raffinerie.

Durant la période 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.

## A

Asiedu, J. (1991). La transformation des produits agricoles en zone tropicale: approche technologique: KARTHALA Editions.

Ayerdi Gotor, A. (2008). Étude des variations des teneurs et de la variabilité des compositions en tocophérols et en phytostérols dans les akènes et l'huile de tournesol (*Helianthus annuus.*).

## B

Bauer, w. J., Badoud, R., Loliger, J., and Etournaud, A. (2010). "Sciences technologie des aliments," 1ed/Ed.

Bertoli, C., Fauconnot, L., Fleith, M., and Loliger, J. (2010). "Sciences technologie des aliments ".

Blanc, J. P. (2007). "Diététique: que manger pour être performant?: manuel pratique pour le sport et votre bien-être," Editions Amphora.

Burgess, J. K. (1981). Lipide et nutrition humaine.

Ballerini, D. (2006). *Les biocarburants*: Editions TECHNIP.

Berk, Z. (1993). *Technologie de production de farines alimentaires et de produits protéiques issus du soja*: Food & Agriculture Org..

Blin, J., and Girard, P. (2011). "Guide technique pour une utilisation énergétique des huiles végétales dans les pays de la CEDEAO," Harmattan.

## C

Cheftel, J., and Cheftel, H. (1977). Agents et mécanismes de détérioration des aliments. *Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments 1*, 271-369.

Commission, J. F. W. C. A., & Programme, J. F. W. F. S. (1993). *Codex alimentarius: Graisses, huiles et produits dérivés* (Vol. 8): FAO/OMS.

Commission, J. F. W. C. A., & Programme, J. F. W. F. S. (1999). *Codex alimentarius: Graisses, huiles et produits dérivés* (Vol. 8): FAO/OMS.

Cossut, e. a. (2002). Les Corps Gras: Entre Tradition et Modernité.

cevital (2012). le procédé de raffinage enzymatique. *document forniss par cevital*.

## D

Dieffenbacher, A., Buxtorf, P., Derungs, R., Friedli, R., and Zürcher, K. (2000). Graisses comestibles, huiles comestibles et graisses émulsionnées. *Manuel suisse des denrées alimentaires 2nd édition*.

Berne (Suisse): Société des chimistes analystes suisses, 1-249.

Dupin, H. (1992). "Alimentation et nutrition humaines," ESF éditeur.

Debruyne, I. (2001). Soybean: processing and industrial aspects. *Techniques de l'Ingénieur. Agroalimentaire.*

Doré, C., and Varoquaux, F. (2006). "Histoire et amélioration de cinquante plantes cultivées," Inra .

## E

Ericksson, D. R., and Wiedermann, L. H. (1989). Huile de soja, méthodes de traitement et utilisations actuelles.

Evon, P. (2008). Nouveau procédé de bioraffinage du tournesol plante entière par fractionnement thermo-mécano-chimique en extrudeur bi-vis: étude de l'extraction aqueuse des lipides et de la mise en forme du raffinat en agromatériaux par thermomoulage.

## G

Gavrilovic, M., Maginot, M. J., and Wallach, J. (1996). "Manipulations d'analyse biochimique," Editions Doin.

Graille, J. (2003). "Lipides et corps gras alimentaires," Editions Tec & Doc.

Gallais, A. (1992). *Amélioration des espèces végétales cultivées: objectifs et critères de sélection:* Editions Quae.

## K

Karleskind, A., and gras, A. f. p. l. é. d. c. (1992). "Manuel des corps gras: sous l'égide de l'Association Française pour l'Etude des Corps Gras," Technique et Documentation. Lavoisier.

Kessous, C. (2008). "Biochimie structurale."

Kartika, I. A. (2005). Nouveau procédé de fractionnement des graines de tournesol: expression et extraction en extrudeur bi-vis, purification par ultrafiltration de l'huile de tournesol.

## L

lambert, J. (2005.). les huiles végétales:2000 plantes oléagineuses répertoriées .institut français des huiles végétales pures. p.17.

Lecerf, J. M., & Fressin, C. (1995). L'intérêt nutritionnel du soja. *Nutrition clinique et métabolisme*, 9(3), 137-144.

## M

Malagouti, F. G. M. (1974). "Leçon élémentaire de chimie."

Médart, J. (2009). *Manuel pratique de nutrition: l'alimentation préventive et curative*: De Boeck.

much, E.-W. (2004). enzymatic degumming processes for oils from soya, rape and sun., pp.1-47.

## O

OLLE, M. (2002). Analyse des corps gras. *Techniques de l'ingénieur. Analyse et caractérisation 5*, P3325. 1-P3325. 15.

## P

Pagés-xatart-parés, X. (2008.). technologies des corps gras(huiles et graisses végétales). *Techniques de l'ingénieur*.

Pryde, E. H. (1980). <composition of soybean oil>. *Handbook of soy oil processing and utilization*, 13-31.

## R

Roche, J. (2005). Composition de la graine de tournesol (*Helianthus annuus L.*) sous l'effet conjugué des contraintes agri-environnementales et des potentiels variétaux.

Roussel, M. (2006). *Les miracles du soja: Manger un peu de soja tous les jours éloigne les maladies pour toujours*: Alpen Editions sam.

## T

Torck, B. (1988). "Marché des catalyseurs d'hydrogénation en pétrochimie et lipochimie," Editions TECHNIP.

Trémoliers, J., Serville, Y. et jacquot, R. (1984). Corps gras .In:<<manuel d'alimentation humaine>>. 221p.

## V

Voel, D., and Voel, J. D. (2005). *Lipides et membranes*.

van der Vossen, H. A. M., Mkamilo, G. S., van der Vossen, H., Mkamilo, G., & Corbière, H. (2007). *Oléagineux: Prota*.

Vierling, E. (2008). *Aliments et boissons: filières et produits*: Editions Doin.

## Y

Yang, J.-G., Wang, Y.-H., Yang, B., Mainda, G. et Guo, Y. (2006). Degumming of vegetable oil by a new microbial lipase. *food technol* 44, pp.101-104.

# Annexe 1

## Matériels

Ampoule à décanter; Burettes graduées; Balance analytique; Bêchers; Ballon à fond plat; Chauffe ballon; Calorimètre lovibond; Capsule; Creuset ; Centrifugeuse; Dessiccateur; Densimètre; Erlen; Etuve réglée; Eprouvettes graduées; Flacons; Four à moufle; Fioles jaugées; Plaque chauffante ; Papier filtre; Pipettes.



« Ampoule à décanter »



« Etuve réglée »



« Balance analytique »

(Equipement du test d'acidité)



« Dessiccateur »

## Réactifs



-Acétone

-Alcool Ethylique à 96%.

-Acide acétique.

-Acide chlorhydrique à 0.01N et 0.5N.

-Acide sulfurique à 20%.

-Bromotymol.

-Chloroforme

## Annexe 2

Tableau N°XXII: résultats obtenue des analyses physico-chimiques effectuées pour les deux huiles

analyses	résultats des deux huiles		normes de l'entreprise	
	soja	tournesol	soja	tournesol
<b>huile brute</b>				
acidité(%)	1,2	0,45	1,25	2
cires (ppm)	/	1190	/	/
humidité(%)	0,12	0,007	0,5 max	
impureté(%)	0,044	0,05	0,5 max	
densité à 20°C	0,920	0,919	0,919-0,925	0,918-0,923
Indice peroxyde (Meq O <sub>2</sub> /Kg)	5,4	4,8	15 max	
phosphore (ppm)	188	120	250 max	
couleur jaune (1 pouce)	40	18	/	
couleur rouge (1pouce)	4,5	1,7	/	
<b>huile neutralisé</b>				
acidité	0,11	0,13	0,03-0,08	
trace de savon (ppm)	71,33	70	70	
phosphore (ppm)	4,5	2,75	5	
humidité	0,02	0,04	<0,05	
<b>huile décoloré</b>				
acidité	0,14	0,1	/	
couleur jaune	30	14	/	
couleur rouge	3,2	1,6	/	
<b>huile désodorisé</b>				
indice peroxyde	0,16	0,36	1max	
couleur jaune	10	7	12	
couleur rouge	1,1	1	1,2	
Acidité	0,08	0,08	0,12 max	
Cires	/	00	00	
indice d'iode (g/100g d'huile)	132	135	124-139	118-141

**Tableau N°XXIII : Analyse de corrélation des deux huiles (Soja et tournesol)**

	<i>soja</i>	<i>tournesol</i>
soja	1	
tournesol	0,95595427	1

**Tableau N° XXIV : Analyse de corrélation de quelques paramètres physicochimiques des deux huiles (Soja et tournesol).**

Paramètres	<i>acidité</i>	<i>humidité</i>	<i>impureté</i>	<i>indice peroxyde</i>	<i>phosphore</i>	<i>couleur jaune</i>	<i>couleur rouge</i>	<i>trace de savon</i>
acidité	1							
humidité	1	1						
impureté	-1	-1	1					
indice peroxyde	1	1	-1	1				
phosphore	-1	-1	1	-1	1			
couleur jaune	1	1	-1	1	-1	1		
couleur rouge	1	1	-1	1	-1	1	1	
trace de savon	1	1	-1	1	-1	1	1	1

## **Résumé**

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 à 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, la densité, l'indice d'iode et les pertes en huiles).

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.

## **Mots clés**

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

## **Abstract**

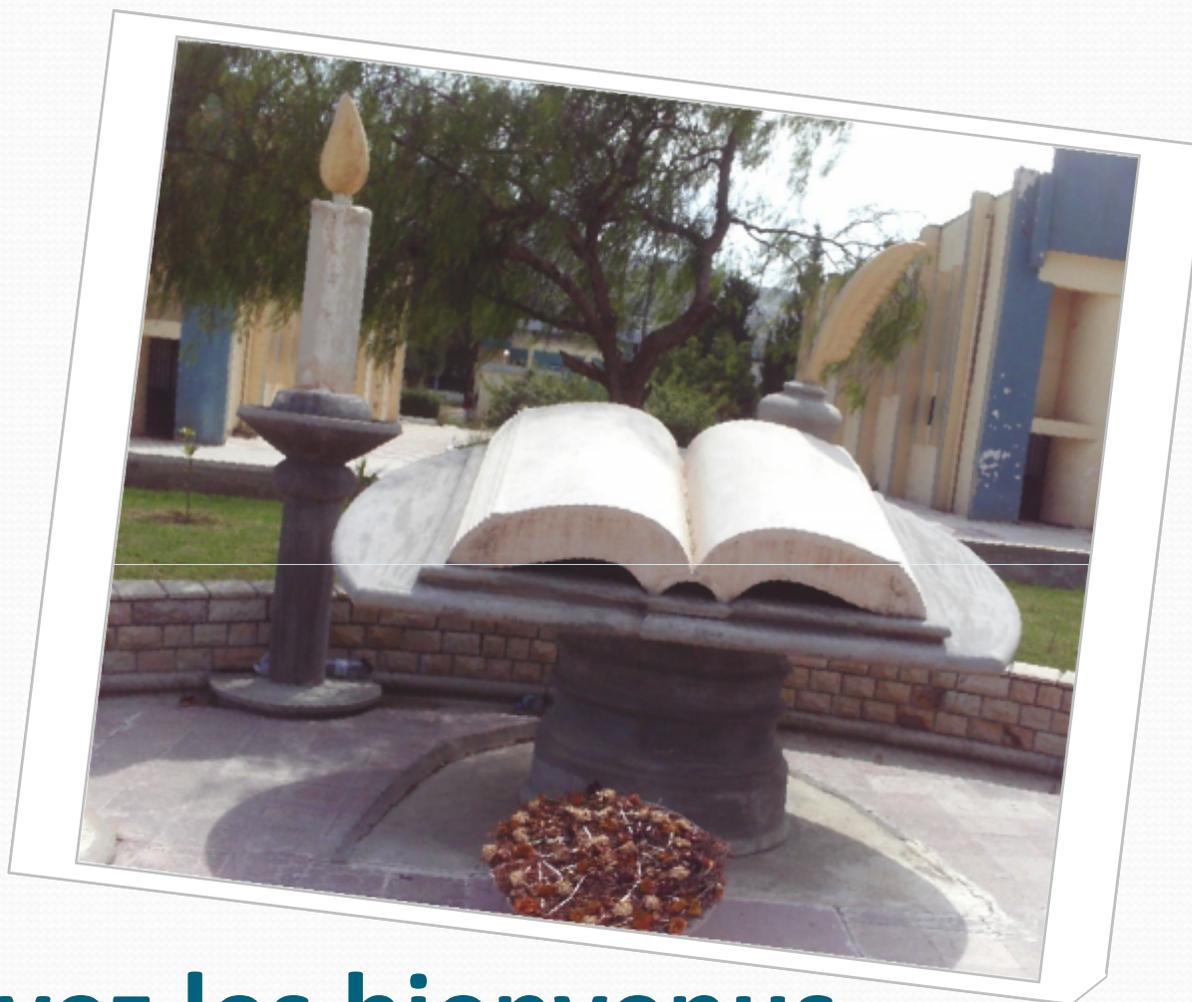
Crude vegetable oils from soybean and sunflower extract respectively soybean and sunflower. They contain impurities that are harmful to health, and must be removed during refining.

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.

## **Key words**

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



**Soyez les bienvenus**

## Thème

*contrôle des paramètres physico-chimiques  
des deux huiles soja et tournesol  
chimiquement raffinées*

**Présenté par :**

- **BENYOUB Ouarda.**
- **IFRI Yamina.**

**Membre du jury :**

**Promoteur : M<sup>r</sup> MADANI K.  
Président : M<sup>r</sup> BOUAOUDIA A.  
Examineur: M<sup>r</sup> MOUSSI.  
Examinatrice : M<sup>me</sup> OUKIL N.**

# Plan

## □ *Introduction*

### ➤ *Partie théorique*

- *Généralité sur les corps gras.*
- *Matière première (soja et tournesol).*
- *procédé de raffinage.*

### ➤ *Partie pratique*

- *échantillonnage et prélèvement.*
- *Analyses physico-chimiques.*
- *Résultats et discussions.*
- *analyses statistiques.*

## □ *Conclusion.*

# Introduction

Les corps gras alimentaires sont des éléments essentiels de notre alimentation grâce à leurs richesses en acides gras essentiels, en vitamines et en sels minéraux.

Les huiles brutes obtenues par extraction sont généralement inconsommables directement. elles doivent subir un traitement du raffinage afin d'éliminer une grande partie des composés indésirables.

Le but de ce présent travail, consiste à faire une étude des deux huiles soja et tournesol ainsi que le contrôle de leurs paramètres physico-chimiques.



***Partie théorique***



## ➤ Corps gras

Sont définis:

- ✓ Comme étant des huiles et des graisses d'origine animale ou végétale.
- ✓ Comme des substances inflammables à une température élevée et susceptible de se saponifier.



## ➤ l'huile

- ✓ Est une matière grasse onctueuse, insoluble dans l'eau et liquide à la température ambiante.
- ✓ peut être extraite des graines ou des fruits de la plante oléagineuse.

légumineuse

Glycine max



Extraction

**L'huile de soja**



Plante  
oléagineuse

Helianthus annuus linnaeus



Extraction

**L'huile de tournesol**



# composition

## Huiles brutes

Triglycérides  
99%

1%

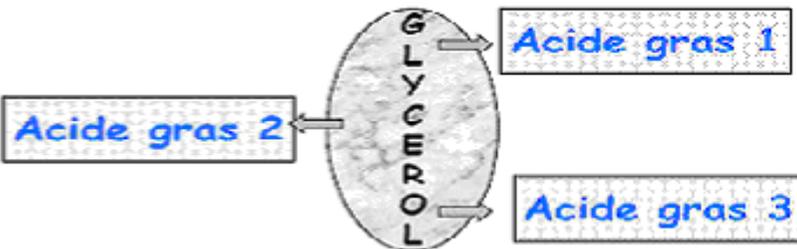
phospholipides

Acides gras  
libres

pigments

métaux

Cires pour  
tournesol

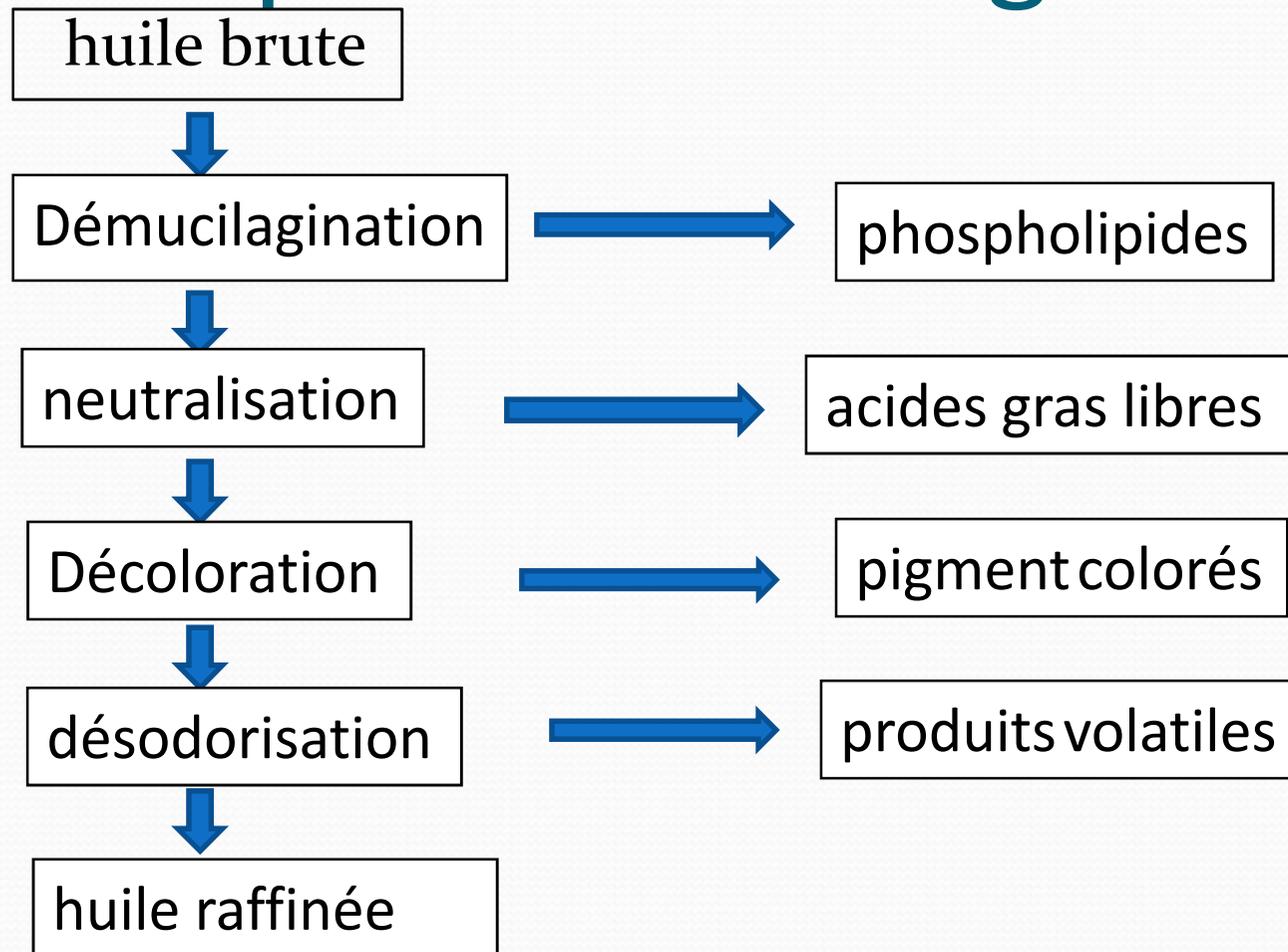


# Raffinage

afin d'avoir une huile consommable ,il est nécessaire de réaliser une série d'opération dénommé raffinage .

Le raffinage a pour but de conférer aux huiles les caractéristiques organoleptiques satisfaisantes pour le consommateur, et éliminer les produits indésirables pour avoir un produit d'un bon niveau de pureté et de stabilité .

# Les étapes de raffinages





***Partie pratique***

# Echantillonnage et prélèvement

- A l'intérieur



Cuve de navire

- A la sortie



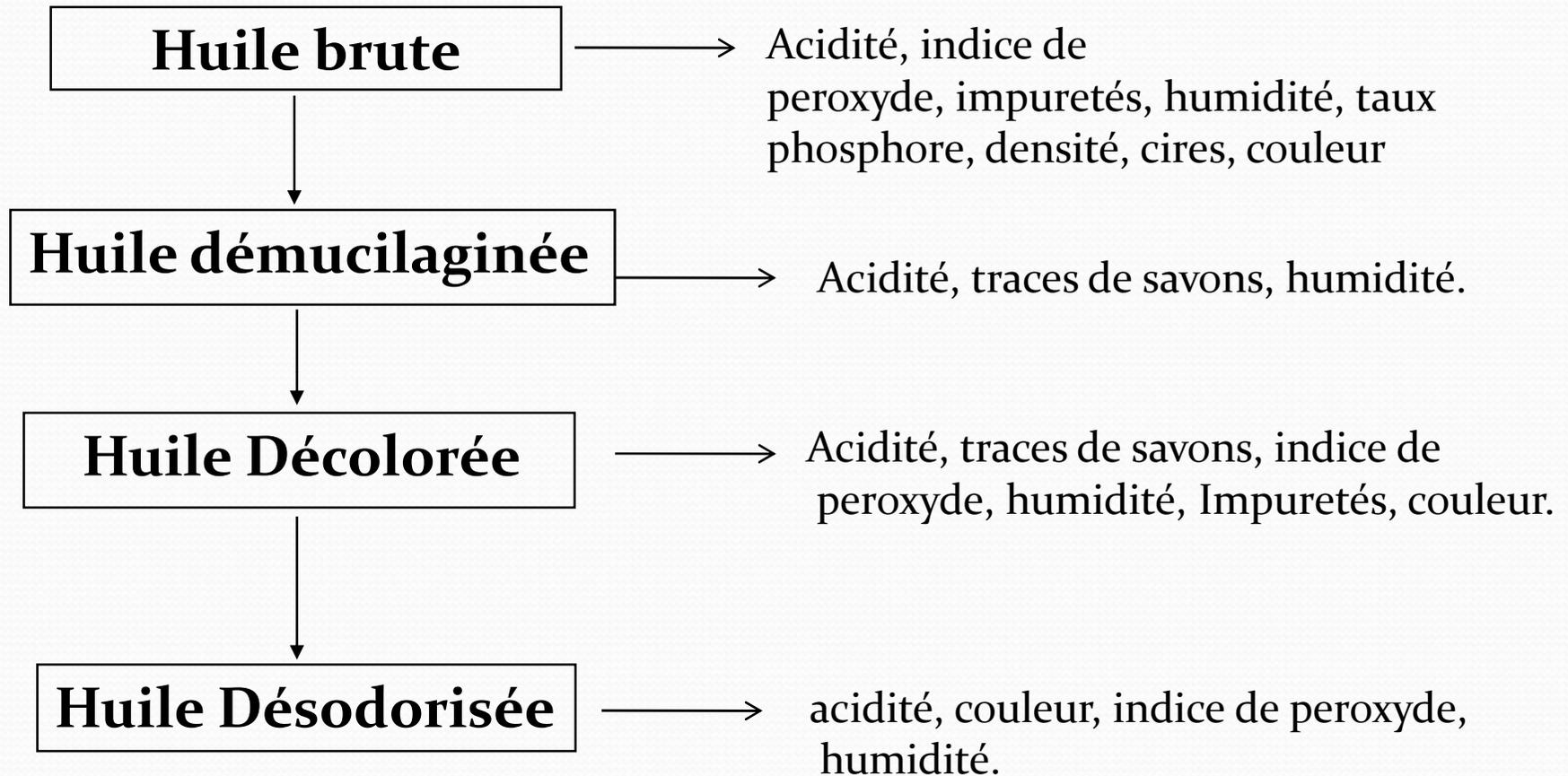
Bac de neutralisation

Séparateur

Réacteur de décoloration

Réacteur de désodorisation

# Analyses physico-chimiques

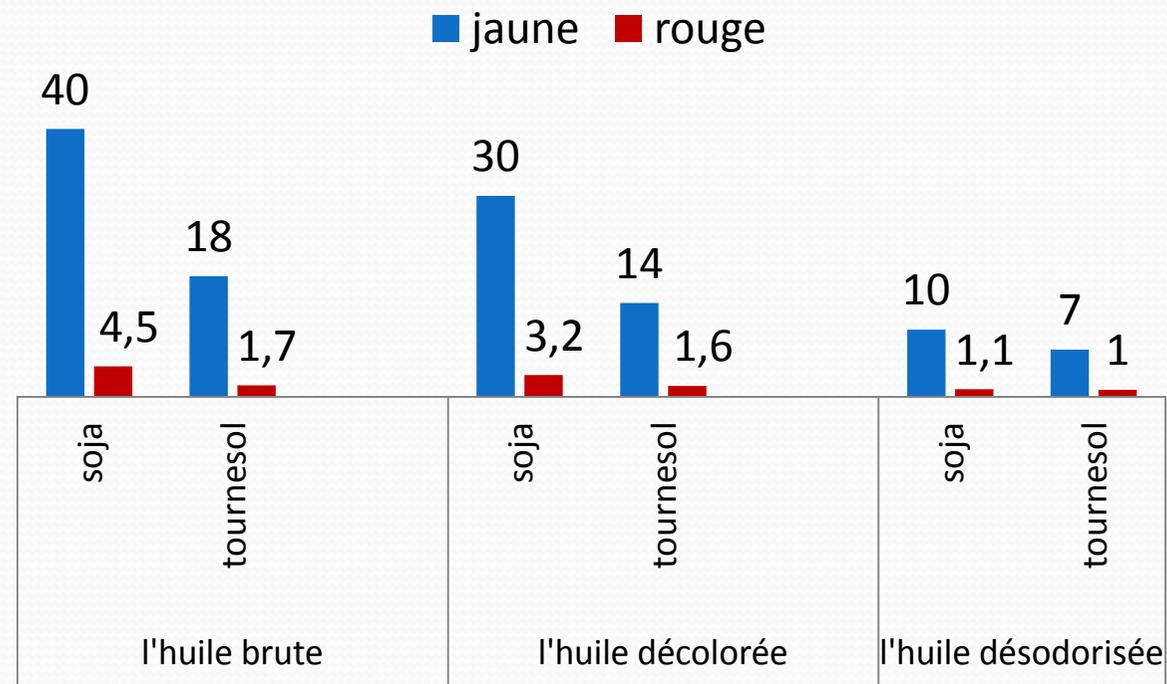


# Résultats et discussions

## Analyses Physiques

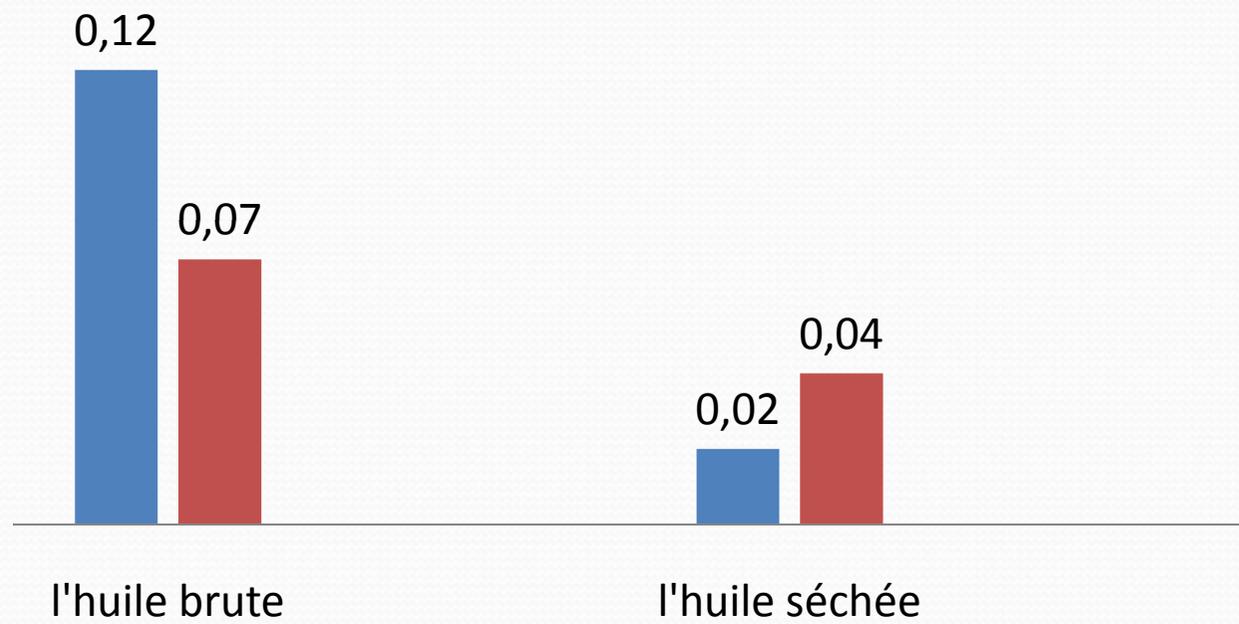
### la couleur (%)

Détermination de la couleur pour l'huile de Soja et l'huile de Tournesol.



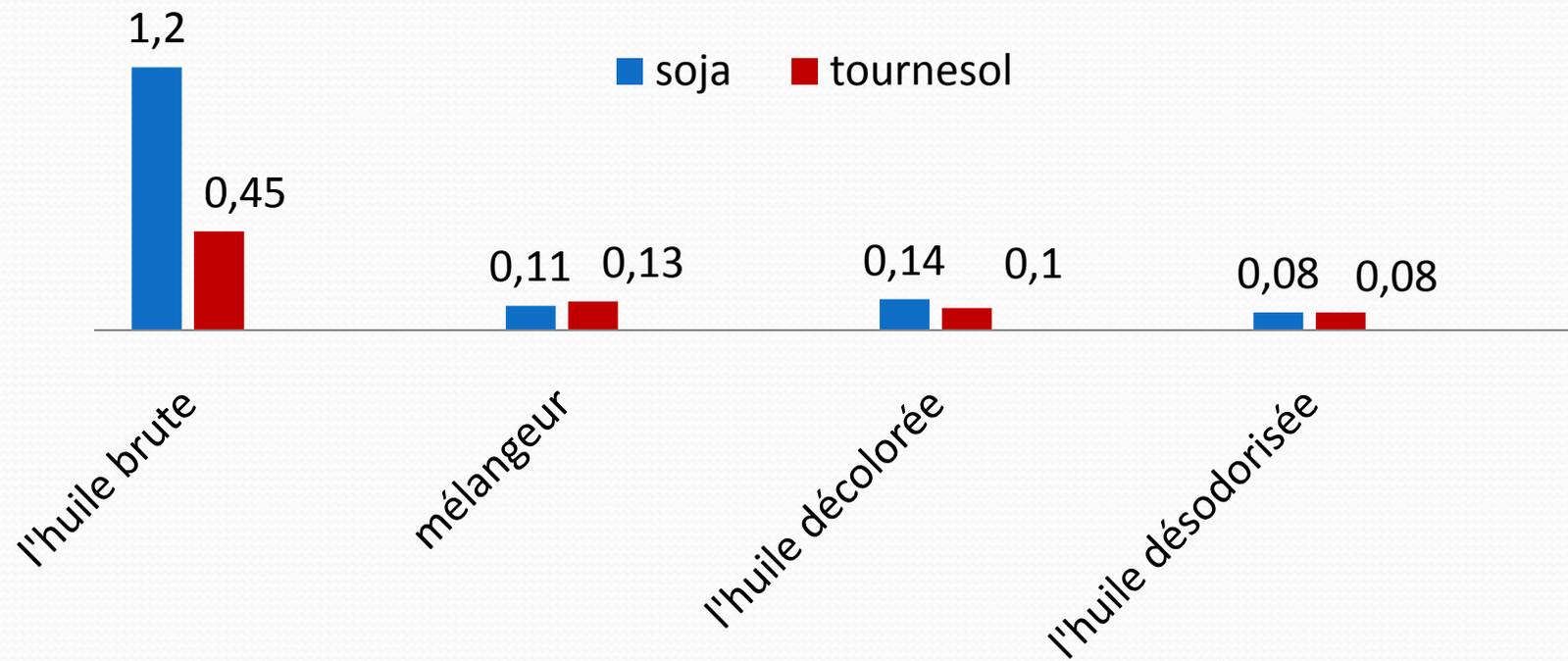
## L'humidité (%)

■ soja ■ tournesol



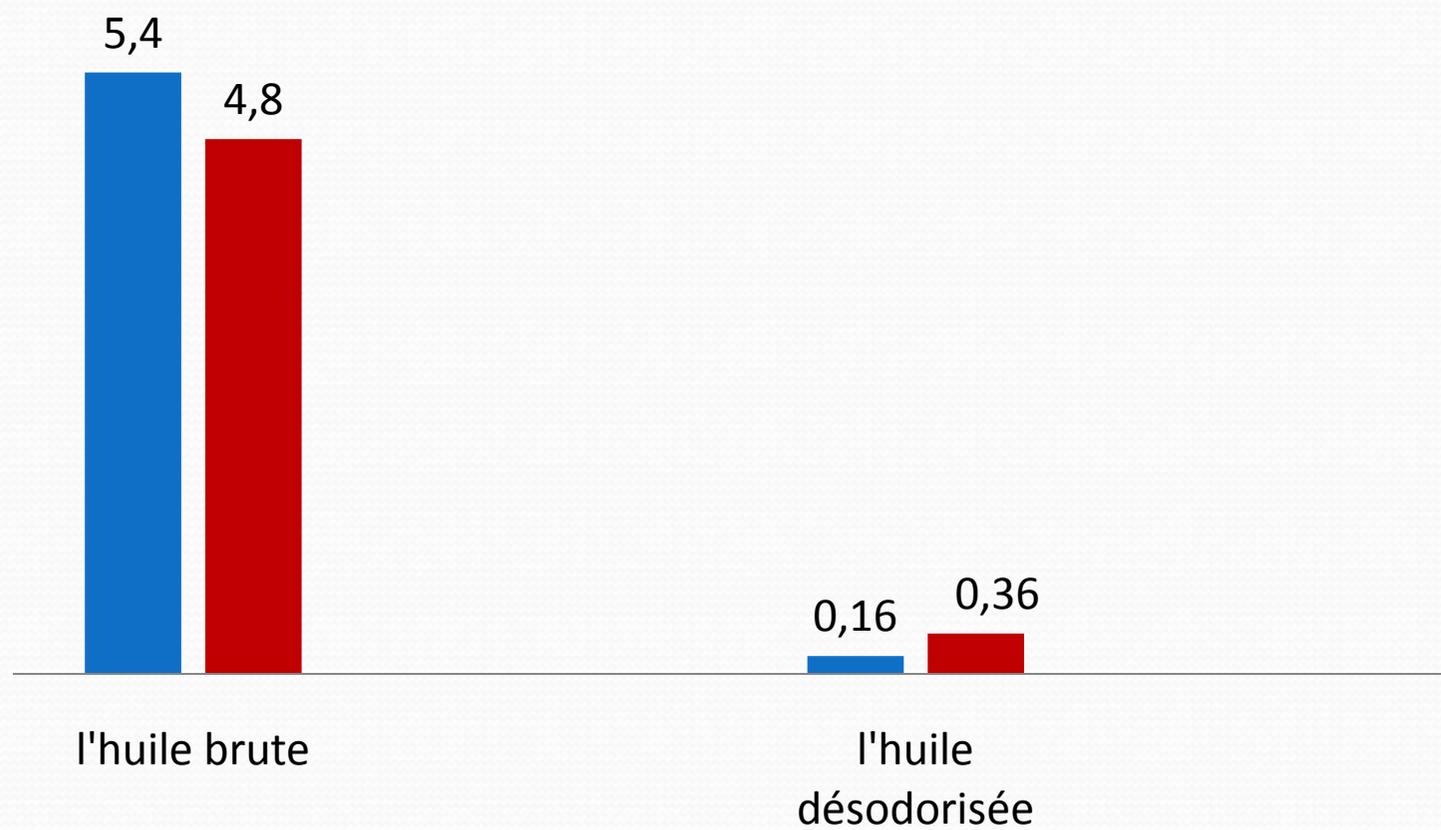
# Analyses chimiques

Acidité (%)



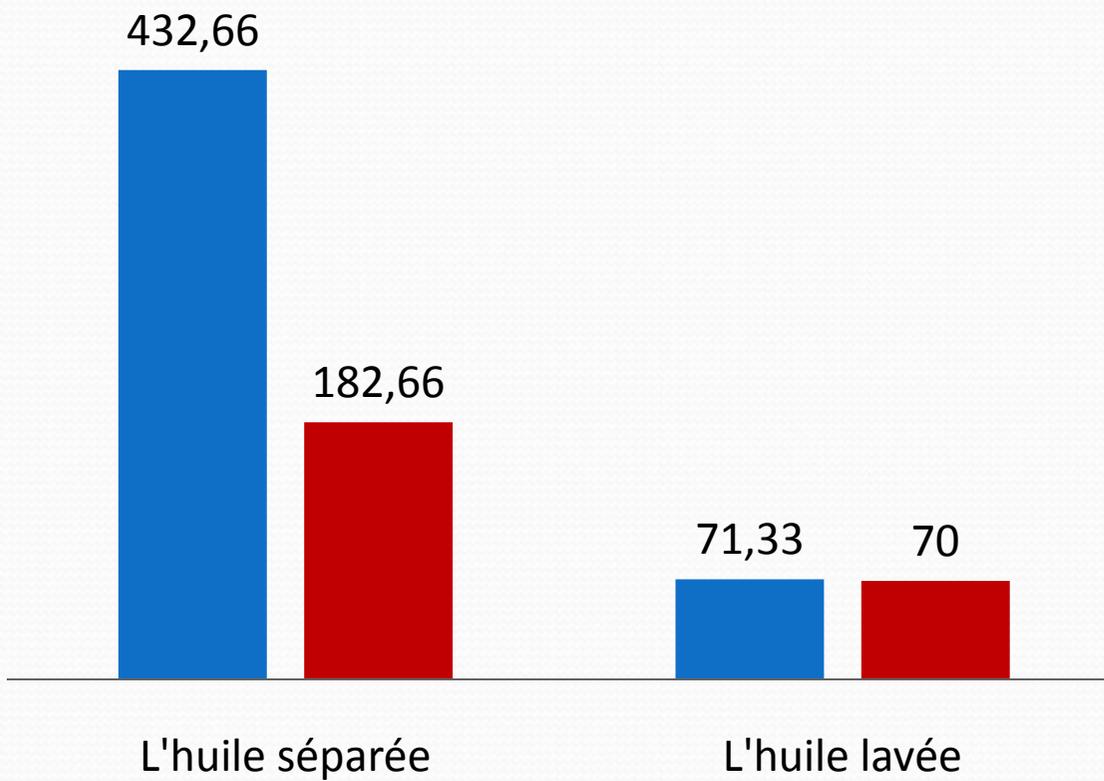
Indice de peroxyde  
(Meq O<sub>2</sub>/Kg)

■ soja ■ tournesol



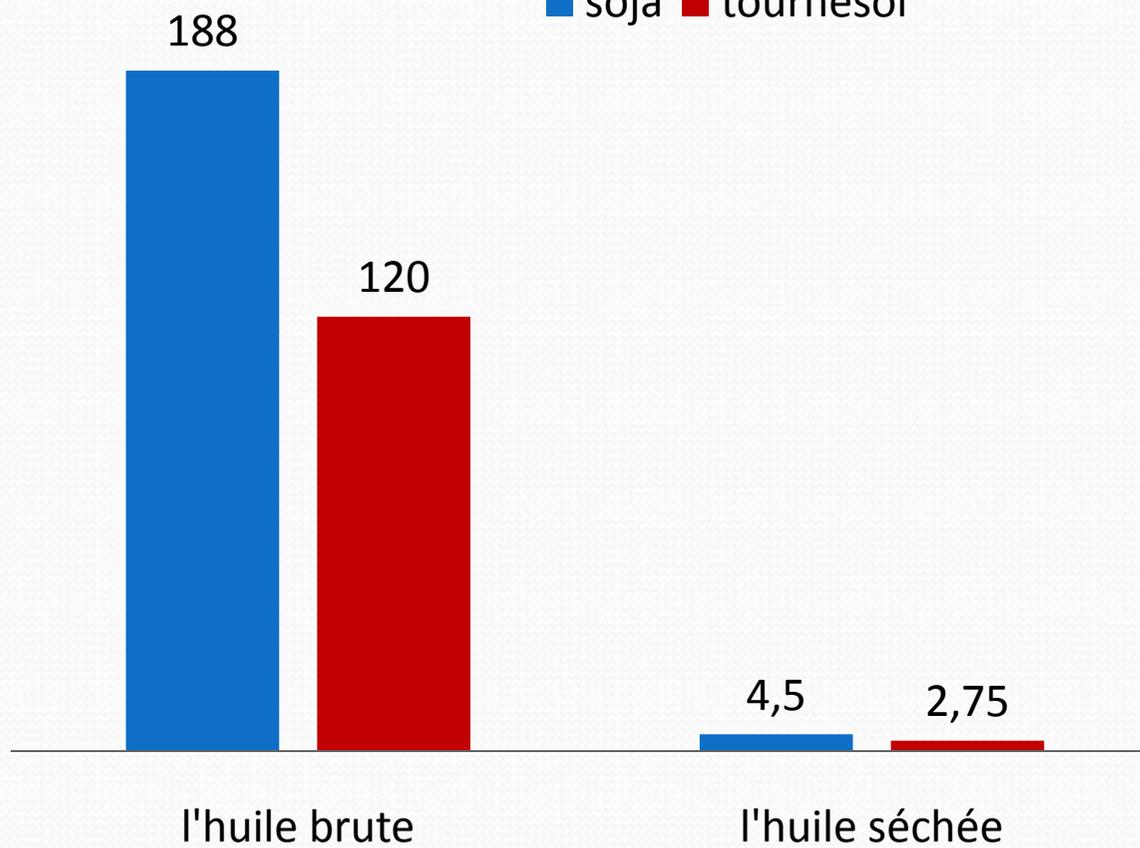
# Trace de savon (ppm)

■ Soja ■ Tournesol



# Taux de phosphore (ppm)

■ soja ■ tournesol



# Analyse de corrélation

- Pour savoir s'il y a une relation entre les paramètres physico-chimiques, on a fait l'analyse de corrélation .
- D'après les résultats obtenus on constate qu'il y a une forte corrélation positive entre quelques paramètres physico-chimiques des deux huiles soja et tournesol durant les différentes étapes de raffinages .

## la corrélation entre quelques paramètres physico-chimiques des deux huiles (soja et tournesol).

Acidité et l'humidité



En présence d'H<sub>2</sub>O les corps gras entraînent la formation d'acides gras libres qui font augmenter l'acidité d'huile.

Acidité et indice de peroxyde



Formation de peroxyde à partir des acide gras libres en présence d'O<sub>2</sub>.

Acidité et la couleur



L'acidité considérée comme un catalyseur de décoloration.

Humidité et indice de peroxyde



Formation des hydro peroxydes en présence d'humidité.



Humidité et la couleur



L'humidité désactive la terre décolorante.

Impureté et le phosphore



L'augmentation du taux des composés phosphorés par la présence de fins débris de graines.

Indice de peroxyde et la couleur



L'augmentation de l'indice de peroxyde entraîne le changement de la couleur d'une huile.

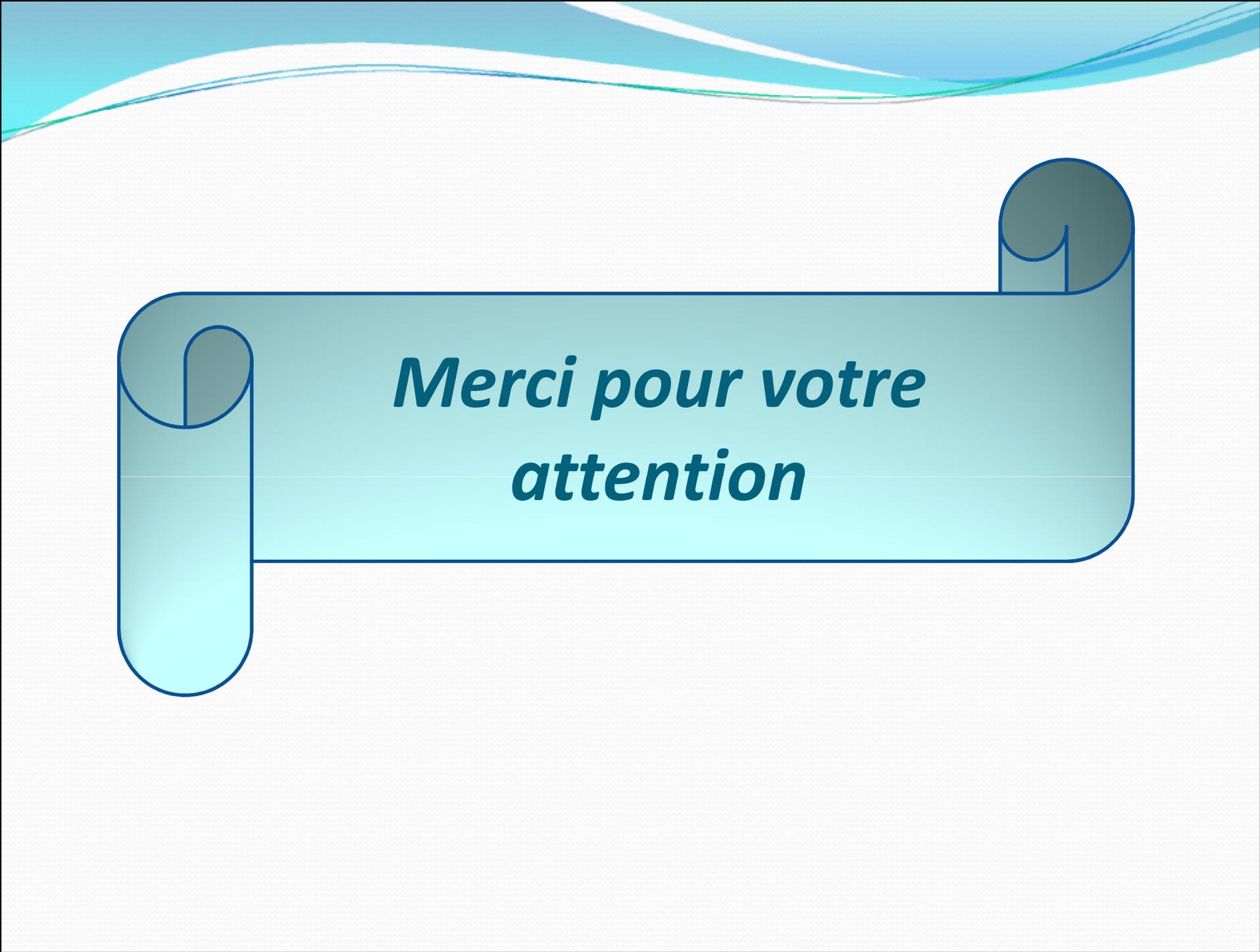
# Conclusion

D'après le travail réalisé, on conclut que:

- ✓ Les résultats obtenus sont conforme aux normes ce qui explique le bon déroulement de procédé de raffinage au niveau de l'unité.
- ✓ le complexe CEVITAL est en voie d'évolution continue, afin d'améliorer la qualité et le rendement de production.
- ✓ Il nous a été d'une importance capitale du fait qu'il a permis de mettre en pratique certaines connaissances théoriques d'une part et la maîtrise de quelques analyses réalisées au laboratoire d'autre part.

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 à étudier et à appliquer le raffinage enzymatique.



***Merci pour votre  
attention***