



**Ministère de L'enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**

**Université Abderrahmane Mira de Bejaïa**

**Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie**

**Département Sciences Alimentaires**

**Option : Corps Gras**

**Mémoire de fin de cycle**

En vue de l'obtention du diplôme de master II en corps gras

**Thème**

*Evaluation des pertes en huile de soja à la neutralisation au cours du raffinage chimique au niveau de CO.G.B.Labelle(Bejaïa)*

Présenté par :

M<sup>elle</sup> AISSANI Chahla

M<sup>elle</sup> AIT ANNANE Hana

Membre de jury:

Présidente: M<sup>m</sup> LEHOUCHE R

Promotrice : M<sup>lle</sup> TOUATI N

Examinatrice 1 : M<sup>m</sup> ABDELFTAH L

Examinatrice 2: M<sup>m</sup> MAMOU F

Co-Promoteur: M<sup>r</sup>. ADDAR M

*Soutenu le 02 Juin 2013*

# Remerciements

*On commence par remercier Dieu tout puissant de nous avoir donné  
la force et la volonté pour mener ce travail à terme*

*On tien à témoigner notre reconnaissance à notre promotrice  
Mlle TOUATI.N pour son aide précieuse et pour avoir dirigé ce  
travail, ainsi que pour ses conseils et sa disponibilité.*

*On remercie également les membres de jury, du très grand  
honneur qu'ils nous font en acceptant de juger ce modeste travail. On  
adresse toute notre gratitude à :*

*Madame LEHOUCHE,*

*Madame ABDEL FETTAH,*

*Et Madame MAMOU.*

*Il est également important pour nous de remercier tout le  
personnel du complexe CO.G.B Labelle, surtout le personnel du  
laboratoire et celui de la section du raffinage des huiles et  
spécialement : Mr ADDAR.M et Mr ZERGUINI.M.*

*Merci à tous ceux qui ont participé de près ou de loin à  
l'aboutissement de ce mémoire.*

*¡Gracias !*

# Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

La mémoire de mes grand parents

Qui ALLAH le tout-puissant vous accueille dans son paradis et que vous reposez en paix.

Mes grand parents maternels

Ma très chère mère et a mon père

Mon très cher ADEL qui n'a jamais cessé de croire en moi en témoignage de mon affection et de ma reconnaissance pur ces encouragements

Mon frère BOUBKER et sa femme

Ma sœur KARIMA

Mes sœurs MALIKA et DJEZIRA et leurs maris

Mon frère HILLAL

Mes neveux et nièces: AIMED, MOHAMED, LINA, HOUDA, et MILDA

Mes beaux parents

Mes beaux frères et mes belles sœurs et leurs enfants

Toi SIHEM

Tous mes oncles et tantes et leurs enfants

Tous mes amis

Toute la promo Corps Gras

Mon amie et binôme CHAÏLA

HANA

# Dédicaces

*Je dédie ce modeste travail à :*

*Mes très chers parents*

*Les mots ne seront jamais suffisants pour vous exprimer tout l'amour, toute l'estime que je ressens à votre égard. Vous avez toujours su être des parents exemplaires, ce travail n'est qu'une goutte d'eau dans l'océan de bonheur que je souhaite vous offrir.*

*Prions pour qu'ALLAH vous garde toujours pour nous.*

*Mes frères: BROZOF et DIDINE, ma sœur SASSAH et toute sa famille: YAZID, RANIA, YASMINE, RIAD et mon petit ange WASSIM.*

*Toi REDA*

*Que ce travail soit pour toi un engagement afin qu'ensemble nous puissions préserver et bâtir notre avenir.*

*P.HACHEMI, m. OUARDIA, NISSA et DAHOV.*

*La mémoire de ma petite chérie IMÈNE*

*Tu nous as quitté trop tôt, mais tu resteras toujours dans nos cœurs. Qu'ALLAH le tout-puissant t'accueille dans son paradis et que tu repose en paix.*

*Tous mes cousins, cousines et amies*

*Toute la promo Corps Gras*

*Mon amie et binôme HANA*

*СНАГЛА*

# *Sommaire*

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Glossaire

Introduction.....1

## Partie théorique

### **Chapitre I : Etude de la matière première**

1. Définition et origine de soja .....2
2. Composition de la graine de soja .....2
3. Obtention de l'huile de soja.....3
4. Composition de l'huile de soja .....4
5. Propriétés nutritionnelles de l'huile de soja.....6

### **Chapitre II : Raffinage de l'huile de soja**

1. Types de raffinage .....8
2. Etapes du raffinage chimique.....8
  - 2.1.Démucilagination.....10
  - 2.2.Neutralisation.....10
  - 2.3.Décoloration ou blanchiment.....16
  - 2.4.Désodorisation.....16

## Partie expérimentale

### **Chapitre I : Matériel et méthodes**

1. Présentation de l'entreprise CO.G.B « LaBelle » .....18
2. Neutralisation au niveau de CO.G.B.Labelle .....20

3. échantillonnage .....	21
4. Analyses physicochimiques .....	21
4.1. Détermination de la couleur .....	21
4.2. Détermination de la teneur en eau.....	22
4.3. Détermination du taux d'impuretés .....	23
4.4. Acidité.....	23
4.5. Indice de Peroxyde .....	24
4.6. Teneur en savon.....	25
5. Détermination des pertes en huile à la neutralisation.....	26
5.1. Pertes en huile dans les pâtes de neutralisation .....	26
5.2. Perte en huile dans les eaux de lavage.....	27

## **Chapitre II : Résultats et discussion**

1. Résultats des analyses physicochimiques de l'huile de soja.....	29
1.1. Détermination de la couleur.....	29
1.2. Détermination de la teneur en eau.....	30
1.3. Détermination du taux d'impuretés .....	30
1.4. Détermination de l'acidité des différentes huiles .....	31
1.5. Détermination de l'indice de Peroxyde .....	32
1.6. Détermination du taux de traces de savon .....	33
2. Détermination des pertes en huile à la neutralisation.....	35

2.1. Paramètres influençant la neutralisation.....	35
2.2. Détermination des pertes en huile dans les pâtes de neutralisation .....	35
2.3. Détermination des pertes en huile dans les eaux de lavages.....	37
Conclusion.....	39

Bibliographie

Annexes

## *Liste des abréviations*

**° B** : Degrés baumé.

**AGL** : Acide gras libre.

**FAO** : Food and Agriculture Organization (organisation des nations unies pour l'alimentation et l'agriculture).

**Fig.** : Figure.

**HB** : Huile brute.

**HN<sub>1</sub>** : Huile neutralisée du premier prélèvement.

**HN<sub>2</sub>** : huile neutralisée de deuxième prélèvement.

**HN<sub>3</sub>** : Huile neutralisée du troisième prélèvement.

**HL<sub>1</sub>** : Huile lavée du premier prélèvement.

**HL<sub>2</sub>** : Huile lavée du deuxième prélèvement.

**HL<sub>3</sub>** : Huile lavée du troisième prélèvement.

**NE** : Norme d'entreprise.

**OCDO** : organisation de coopération et de développement économique.

**PL** : Phospholipides.

**TAG** : Tri-acyle glycérol.

**UP** : unité de production.

**WHO**: World Health Organization (organisation mondiale de la santé).

## *Liste des tableaux*

<b>Tableau I</b> : Composition approximative de la graine de soja.....	3
<b>Tableau II</b> : Composition en acide gras de l'huile de soja.....	5
<b>Tableau III</b> : Composition de l'huile brute de soja.....	6
<b>Tableau IV</b> : Les opérations élémentaires du raffinage chimique et leurs effets sur les constituants majeurs et mineurs et les contaminants.....	9
<b>Tableau V</b> : Résultats d'analyses de la couleur.....	29
<b>Tableau VI</b> : Valeurs des paramètres influençant la neutralisation.....	35
<b>Tableau VII</b> : Résultats d'extraction de la matière grasse présente dans les pâtes de neutralisation.....	36
<b>Tableau VIII</b> : Résultats d'extraction de l'huile présente dans les eaux de lavage.....	37

## *Tableaux en annexes*

<b>Tableau I</b> : Résultats d'analyse de l'humidité.	
<b>Tableau II</b> : Résultats d'analyse des impuretés.	
<b>Tableau III</b> : Résultats d'analyse de l'acidité.	
<b>Tableau IV</b> : Résultats d'analyse de l'indice de peroxyde.	
<b>Tableau V</b> : Résultats d'analyse des traces de savon.	

## *Liste des figures*

<b>Fig.1.</b> Graines de soja.....	2
<b>Fig.2.</b> Séparateur centrifuge type Westfalia.....	12
<b>Fig.3.</b> La neutralisation à la soude.....	14
<b>Fig.4.</b> Lavage de l'huile neutralisée.....	15
<b>Fig. 5.</b> Schéma représentant les opérations du raffinage chimique.....	17
<b>Fig. 6.</b> Résultats d'analyse de l'humidité.....	30
<b>Fig. 7.</b> Résultats d'analyse des impuretés.....	31
<b>Fig. 8.</b> Résultats d'analyse de l'acidité. ....	32
<b>Fig. 9.</b> Résultats d'analyse de l'indice de peroxyde.....	33
<b>Fig. 10.</b> Résultats d'analyse des traces de savon.....	34
<b>Fig.11.</b> Coefficient d'entraînement en fonction de l'acidité des pâtes de neutralisation.....	36

## *Figures en annexes*

**Fig.1.** Organigramme des départements de production de CO.G.B « La Belle ».

# Glossaire

- **Dessiccateur** : appareil utilisé pour éliminer l'humidité.
- **Électro-aimant** : appareil servant à la production de champs magnétiques, grâce à un système de bobines à noyau de fer doux parcourues par un courant.
- **Entraînement** : transmission d'un mouvement.
- **Flocon** : petites lamelles
- **Glycolipide** : substance associant un lipide et un glucide, abondant dans les membranes cellulaires.
- **Gousse** : fruits sec à deux valves, garnies chacune d'une rangée de graines, des plantes du groupe des légumineuses.
- **Isomère** : composés identiques par la composition, mais qui diffèrent par la disposition des atomes.
- **Lécithine** : lipide phosphoré complexe, abondant dans certains aliments (jaune d'œuf, soja) et dans certains organes (cerveau), et utilisé comme additif alimentaire.
- **LOVIBON** : appareil utilisé pour la mesure de la couleur.
- **Millet** : Nom donné à plusieurs graminées, en particulier à une céréale (*panicum miliaceum*) qui est d'un grand usage en Afrique.
- **Mucilage** : substance végétale qui gonfle au contact de l'eau.
- **Oligoélément** : élément chimique nécessaire pour la croissance.
- **Omega 3** : famille d'acides gras insaturés présents dans certains aliments (poissons gras, soja), bénéfique pour le système cardiovasculaire.
- **Percolation** : circulation d'un fluide à travers une substance poreuse.
- **Prébiotique** : un oligosaccharide ou un polysaccharide, qui joue le rôle de substrat pour favoriser la croissance de certaines bactéries du colon.
- **Saponification** : transformation des matières grasses en savon.
- **Trypsine** : enzyme du suc pancréatique, qui participe à la digestion des protéines.

# Introduction

Les huiles brutes obtenues par pression ou par extraction par solvant, contiennent certaines substances indésirables, infectants la qualité de l'huile, ces composés sont les phospholipides, les acides gras libres, les pigments et colorants, traces de métaux et d'autres impuretés (**HAMMOND *et al.*, 2005**).

Le raffinage est un traitement de purification (**SARR, 2009**) qui consiste à maintenir ou à améliorer les caractères organoleptiques et la stabilité des huiles, il rend l'huile consommable et commercialisable. Le raffinage chimique est le procédé le plus couramment utilisé, il comprend la démucilagination, la neutralisation, le blanchiment et la désodorisation (**VIERLING, 2008**).

La neutralisation alcaline est l'opération la plus importante du raffinage chimique, son principe est de transformer les acides gras libres en sels de calcium (savons) appelés « pâtes de neutralisation » ou « soapstocks » (**KARLESKIND, 1992**). L'huile neutralisée est mélangée vigoureusement avec de l'eau douce chaude de manière à éliminer toute trace de savon (**BERK, 1993**).

Les pâtes de neutralisation ainsi que les eaux de lavages, entraînent une certaine quantité d'huile. Certaines de ces pertes sont inévitables (AGL, PL et autres impuretés). La perte totale comprend la perte inévitable et l'huile neutre entraînée dans les soapstocks et les eaux de lavage (**DENISE, 1992**).

Notre étude au niveau du complexe de production CO.G.B. « Labelle » nous a permis d'assister aux opérations du raffinage chimique de l'huile de soja, elle porte sur le contrôle qualité de l'huile traitée et l'évaluation de la quantité de l'huile entraînée dans les soapstocks et les eaux de lavage. Enfin nous allons proposer quelques recommandations.

Ce travail sera élaboré en deux parties ;

- La première partie qui est une synthèse bibliographique, où le premier chapitre est réservé pour l'étude de la matière première à raffinée, et au deuxième chapitre, on détermine l'objectif et les opérations du raffinage chimique, que subit l'huile brute.
- La seconde partie qui est expérimentale, sera consacrée pour les analyses effectuées sur l'huile de soja à la neutralisation, évaluation de la perte en huile dans les pâtes de neutralisation et les eaux de lavages, et comme dernier chapitre ; résultats et discussion.

# Partie théorique

# Chapitre I

Etude de la matière  
première

## 1. Définition et origine de soja

Pendant des siècles, le soja a joué un rôle fondamental dans l'alimentation des populations asiatiques de l'Est, et plus particulièrement en Chine (ASIEDU, 1991). Dans la Chine ancienne (plusieurs siècles avant JC), le soja faisait partie des 5 graines sacrées, avec le blé, le riz, l'orge et le millet (BOISLEVE, 2010). Ce n'est qu'au début du 19<sup>em</sup> siècle que les populations d'Europe occidentale ont reconnu l'importance du soja (ASIEDU, 1991), maintenant il est devenu un aliment très demandé dans le monde, que se soit pour les humains ou pour les rations des animaux et pour les huiles comestibles en raison de sa forte teneur en protéines et en huile (NEWKIRK, 2010).

Le soja est une plante herbacée, une légumineuse classée dans la catégorie des oléoprotéagineux, appelée ainsi à cause de la teneur élevée de sa graine en lipides et en protéines. Elle produit des fruits qui se présentent sous forme de gousses velues contenant des graines jaunes avec quelques reflets verdâtres, arrondies, lisses au toucher et légèrement grasses (Figure 1), ce sont les fèves de soja (ROUSSEL, 2006).



Fig.1. Graines de soja (BOISLEVE, 2010).

## 2. Composition de la graine de soja

Le tableau I montre la composition approximative de la graine de soja, les constituants d'intérêt majeur, l'huile et les protéines, constituent environ 55% de la graine mais se composent, pour plus d'un quart, d'hydrate de carbone, y compris les polysaccharides (ASIEDU, 1991).

**Tableau I** : composition approximative de la graine de soja (**ASIDEDU, 1991**).

Constituant	Composition (par 100 g)
Humidité	10 g
Protéine	38 g
Hydrates de carbone	26 g
Lipides	17 g
Substances minérales	7 g
Phosphatides	2 g
Calcium	250 mg
Phosphore	700 mg
Fer	7 mg
Potassium	1553 mg
Thiamine (vitamine B1)	1000 µg
Riboflavine (vitamine B2)	310 µg
Pyridoxine (vitamine B6)	1180 µg
Biotine (vitamine H)	80 µg
Vitamine E (delta-tocophérol)	140 µg
Vitamine K	100µg

### 3. Obtention de l'huile de soja

Dans de nombreux cas, il est avantageux sur le plan économique d'extraire l'huile tout en transformant le soja pour éliminer les facteurs antinutritionnels. On se sert généralement d'un procédé appelé pression, opération mécanique dans une presse à vis qui, en appliquant une pression sur les fèves, on fait sortir une grande partie de l'huile qu'elles contiennent. On utilise aussi un autre procédé d'extraction se servant d'un solvant, tel que l'hexane, pour extraire toute l'huile de la fève (**NEWKIRK, 2010**).

### 3.1. Extraction par presses continues

L'ensemble des traitements permettant l'obtention de l'huile des graines est dénommé la trituration. Cette trituration comprend les étapes suivantes :

- **Nettoyage** : les graines de soja sont nettoyées par tamisage, ventilation et passage sur des électro-aimants (**KINDJI, 2001**).
- **Broyage, laminage** : cette opération a pour but de réduire les graines entières de fraction de granulométrie optimale. Elle s'effectue sur des broyeurs lamineurs à cylindres lisses ou cannelés (**PAGES, 2012**).
- **Chauffage** : Se fait dans des chauffoirs à 80-90°C. cette opération assure la préparation de la pâte en vue de faciliter la sortie de l'huile. De plus, ce traitement thermique favorise la destruction de certaines substances thermolabiles qui sont dans la gaine et qui nuisent à la qualité de l'huile et du tourteau (**UZZAN et al., 1980**)
- **Pression proprement dite** : s'effectue dans des presses à vis en continu. Elle permet de séparer, d'une part, l'huile et d'autre part, un résidu solide appelé tourteau (**ALAIS et al., 2004**).

### 3.2. Extraction par solvant

La première étape de ce procédé d'extraction consiste à transformer les gaines en flocons placés dans un extracteur par percolation à écran de vapeur. Le solvant (l'hexane est le plus couramment utilisé) est ensuite percolé à travers un « lit » de flocons de soja, de façon à dissoudre l'huile. Le mélange d'huile et de solvant (miscella) sort de la partie inférieure du lit à travers une plaque perforée (trouée). L'huile de soja brute est obtenue après élimination de l'hexane du miscella (**FAO, 1990**).

## 4. Composition de l'huile de soja

L'huile de soja est constituée d'environ 80% d'acides gras mono-insaturés et polyinsaturés (comme le montre le **tableau II**), ce qui lui confère un point de fusion trop bas et une instabilité trop élevée (**BRISSON, 1982**), sa richesse en lécithine la rend précieuse pour la reconstitution des cellules nerveuses et cérébrales. Sa bonne digestibilité en fait une bonne remplaçante de l'huile d'olive pour ceux qui ne peuvent la tolérer (**SILVA, 2012**).

**Tableau II** : composition en acide gras de l'huile de soja (FAO/WHO, 1993).

Acide gras	Percentage (%)
<b>Saturé</b>	
C < 14	< 0.1
Acide myristique C <sub>14</sub> :0	<0.5
Acide palmitique C <sub>16</sub> :0	7-14
Acide stéarique C <sub>18</sub> :0	3-5.5
Acide arachidique C <sub>20</sub> :0	<0.6
Acide behenique C <sub>22</sub> :0	<0.5
Acide lignocerique C <sub>24</sub> :0	<0.5
<b>Insaturé</b>	
Acide palmétoleique C <sub>16</sub> :1	<0.5
Acide oléique C <sub>18</sub> :1	18-26
Acide linoléique C <sub>18</sub> :2	50-57
Acide linoléinique C <sub>18</sub> :3	5.5-10

L'huile de soja fait partie du groupe des huiles à valeur très appréciable dans l'alimentation humaine et offre la plus haute teneur en acides gras polyinsaturés, en acide linoléique et en acide linoléinique. Sa haute teneur en acide linoléique (acide gras essentiel) donne à l'huile de soja une valeur nutritive supérieure à celle des autres huiles végétales ; en effet, cet acide ne peut pas être synthétisé par l'organisme, il doit être fourni par l'alimentation.

Les tocophérols agissent comme des antioxydants naturels et confèrent à la plus part des huiles végétales leur qualité de conservation. Bien que sa teneur en tocophérols est relativement élevée (environ 120mg/100g d'huile), l'huile de soja ne se conserve que peu de temps, ce phénomène s'explique principalement par la teneur relativement élevée en acide linoléinique qui s'auto-oxyde, donnant à l'huile un gout aigre ; c'est ce qu'on appelle généralement la « réversion de saveur » (ASIEDU, 1991).

Le **tableau III** reprend la composition de l'huile de soja brute, elle se compose essentiellement de triglycérides avec un pourcentage de 94.4, suivi de phospholipides ; 3.7%, puis de Matières insaponifiables, stérols, tocophérols, hydrocarbures, acides gras libres et traces métalliques avec des pourcentages minimes (**HAMMOND *et al.*, 2005**).

**Tableau III** : composition de l'huile brute de soja (**HAMMOND *et al.*, 2005**).

Composants	Teneur en pourcentage (%)
Triglycérides	94.4
Phospholipides	3.7
Matières insaponifiables	1.3-1.6
Stérols	0.236
Tocophérols	0.123
Hydrocarbures	0.38
Acides gras libres	0.3-0.7
Traces métalliques	18 PPM

## 5. Propriétés nutritionnelles de l'huile de soja

La valeur nutritive de l'huile de soja brute est faible vu la présence d'un certain nombre de facteurs antinutritionnels (**ASIEDU, 1991**), les éléments antinutritionnels contenus dans l'huile de soja, sont supposés agir comme mécanisme de défense pour empêcher l'ingestion. Les deux plus importants et mieux connus sont les inhibiteurs de la trypsine et les hémagglutinines (lécithines), on peut en rajouter aussi l'acide phytique, une forme liée du phosphore qui résiste à la digestion et qui peut gêner l'absorption d'autres minéraux (**NEWKIRK, 2010**). Une fois les facteurs antinutritionnels éliminés, l'huile de soja a une haute qualité nutritive puisqu'elle apporte à la fois :

- Des acides gras insaturés, dont les omégas 3, en partie incluse dans la lécithine qui facilite leur assimilation.
- Des glucides sous forme d'amidon, des fibres et certains oligosaccharides ayant un effet prébiotique.
- De nombreux minéraux dont le phosphore, le magnésium, le fer, le zinc, le cuivre et le manganèse.
- Des vitamines, notamment E et du groupe B (**BOISLEVE, 2010**).

- Sa teneur élevée en acide linoléique lui confère une capacité à réduire le taux de cholestérol dans le sang, réduisant ainsi le risque de maladies cardiovasculaires (**ASIEDU, 1991**).

Les composants du soja ont donc des propriétés nutritionnelles qui peuvent conférer aux produits alimentaires à base de soja un rôle favorable dans l'équilibre alimentaire. Ils peuvent contribuer à nous rapprocher des recommandations nutritionnelles. L'alternatif soja représente ainsi une possibilité de diversification de l'alimentation (**LECERF *et al.*, 1995**).

# Chapitre II

## Raffinage de l'huile de soja

L'objectif du raffinage de l'huile brute est de fournir une huile répondant aux attentes du consommateur et de l'industriel (**PAGES, 2012**).

Le raffinage est une opération destinée à débarrasser les huiles brutes des impuretés présentes (pigments, pesticides...), et de certains composés gênants (phospholipides et acides gras libres). C'est un traitement de purification qui rend l'huile utilisable et consommable. Une huile qui répond aux exigences du consommateur (**COSSUT *et al.*, 2002 ; SARR, 2009**).

## **1. Types de raffinage**

### **1.1. Raffinage chimique**

Le raffinage chimique est le procédé le plus couramment utilisé, il permet de raffiner les corps gras même s'ils ont subi un début de dégradation (**DENISE, 1992**). Le traitement par la soude permet d'éliminer aussi les résidus de phospholipides laissés par le dégommeage et réaliser un premier blanchiment par la destruction de certains pigments et d'autres constituants secondaires (traces métalliques), ce qui facilite les opérations ultérieures (décoloration et désodorisation) (**BERK, 1993**).

### **1.2. Raffinage physique**

C'est la neutralisation des corps gras par un entraînement à la vapeur sous vide; c'est ce qu'on appelle communément « raffinage physique » ou « distillation neutralisante », il est parfaitement au point dans le domaine des graisses d'origine animale et dans celui des huiles concrètes (palme, palmiste et coprah) (**MORIN *et al.*, 2010 ; DIJKSTRA, 2013**).

### **1.3. Raffinage enzymatique**

Le procédé enzymatique est fondé sur l'hydrolyse des phosphatides par la phospholipase qui catalyse la dissociation de l'ester d'acide gras (**OCDE, 2001**).

## **2. Etapes du raffinage chimique**

La préparation d'une huile de soja en vue de sa commercialisation en alimentation humaine nécessite une série d'opération (démucilagination, neutralisation, lavage, séchage,

décoloration et désodorisation) (**BERK, 1993**). L'ensemble des opérations du raffinage chimique et leurs effets sur les constituants majeurs et mineurs sont d'écrites dans le **tableau IV**.

**Tableau IV:** les opérations élémentaires du raffinage chimique et leurs effets sur les constituants majeurs et mineurs et les contaminants (**WERNER et al., 2010**).

Opérations élémentaires	Constituants mineurs éliminés	Effets sur constituants majeurs
Stockage	/	Formation d'AGL et de PL
Dégommage	Matières mucilagineuses Phospholipides Glycolipides	/
Neutralisation chimique	Acides gras libres sous forme de savons. Phosphatides résiduels. Composés métalliques. Insecticides.	Saponification partielle des TAG si la concentration de la soude est trop forte
Lavage de l'huile neutralisée	savons résiduels de neutralisation. Traces de soude.	/
Séchage	Eau	
Décoloration	Pigments. Savons. Phosphatides résiduels. Métaux (cuivre, fer nickel).	Destruction des peroxydes et formation d'isomères à doubles liaisons conjuguées. Formation d'acides gras libres (par acidification des savons).
Désodorisation	Acides gras libres. Substances volatiles de l'odeur et du gout. Peroxydes et produits de dégradation. Pesticides organochlorés. Stérols et tocophérols.	Formation d'isomères géométriques d'acides gras. Formation d'oligomères de TAG (dimères, trimères, etc.).

## 2.1. Démucilagination

La présence de phospholipides dans les huiles brutes entraîne un certain nombre d'inconvénients selon **DENISE (1992)**:

- Les phospholipides en présence d'eau forment des précipités dits de « mucilages » qu'il n'est pas possible d'admettre dans une huile livrée à la consommation.
- Une huile raffinée mal débarrassée de ses phospholipides s'acidifie, s'oxyde et prend rapidement un goût désagréable.
- Les phospholipides sont souvent liés à des métaux lourds catalyseurs d'oxydation.
- La présence de composés phosphoriques dans l'huile neutralisée provoque la formation d'émulsion au lavage (perte d'huile anormale), formation de mousse au séchage (perte d'huile dans le vide), désactivation de la terre décolorante et colmatage des filtres.

La démucilagination ou le dégommeage consiste à l'élimination des phospholipides ou mucilages qui précipitent en présence d'eau (**BALLERINI, 2006**). La technique la plus utilisée est la dispersion dans l'huile brute chauffée à 60°C 1 à 3% d'acide phosphorique. Après un brassage durant 20min, le mélange est chauffé à 90°C et reçoit un ajout de 2 à 3% d'eau avant d'être brassé à nouveau pendant 20min pour permettre l'hydratation des phospholipides. Le mélange est refroidi jusqu'à 50°C pour insolubiliser les phosphatides avant leur séparation par centrifugation (**DENISE, 1992**).

## 2.2. Neutralisation

### 2.2.1. Paramètres influençant la neutralisation

#### 2.2.1.1. Solution de soude

La solution de soude caustique est le réactif chimique utilisé à la neutralisation au cours du raffinage chimique (**DIJKSTRA, 2013**). Le choix de la concentration de soude dépend de nombreux facteurs et est souvent difficile à faire, il faut savoir que les solutions concentrées de soude donnent des pâtes de neutralisation dures, visqueuses, qui, en refroidissant, peuvent devenir solides, elles sortent difficilement des centrifugeuses et entraînent beaucoup d'huile neutre. De plus lorsque la concentration de la soude est forte, les risques de saponification parasite augmentent, surtout lorsque l'acidité de l'huile brute à traiter est faible. Au contraire, plus la solution de soude est diluée, plus il y a le risques de

pertes par émulsion (les savons sont des émulsifiants puissants). Seules les huiles à très faible acidité peuvent être neutralisées par des solutions très diluées. Les petits flocons spongieux entraînent beaucoup d'huile (**DENISE, 1992**).

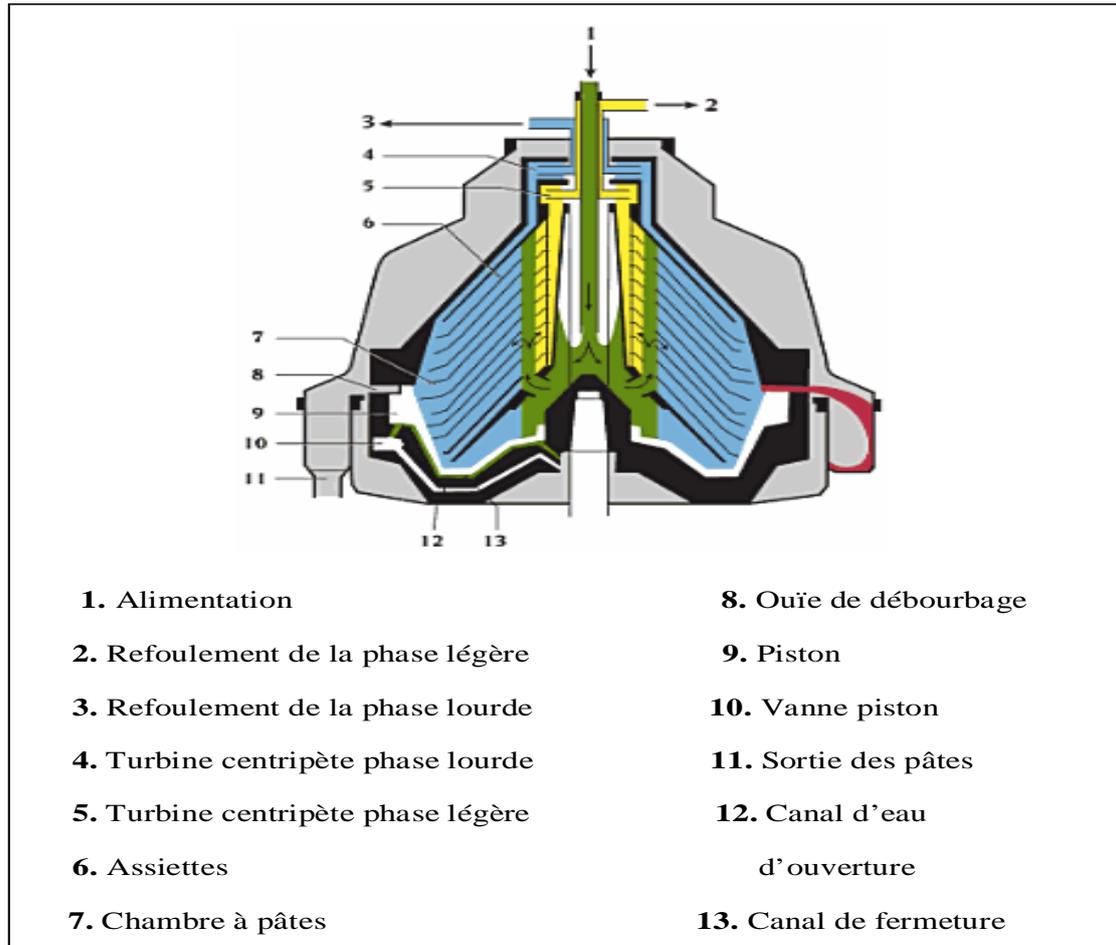
#### 2.2.1.2. Séparateur type Westfalia

Le séparateur Westfalia illustré dans la **Figure 2**, est une centrifugeuse destinée à la séparation des savons ou des mucilages. Le mélange (huile, pâtes de neutralisation) est alimenté au centre ; à la partie supérieure du bol, sous l'action de l'accélération centrifuge, la phase légère remonte dans les espaces entre les assiettes, de l'extérieur vers l'axe de rotation, la phase lourde se situe au niveau de la périphérie du séparateur. Sous le control de la contre pression les boues sont séparées de l'huile neutre (**DENISE, 1992**).

Un mauvais control de la contre pression, provoque par fois le déplacement de la zone de séparation vers la phase légère ou vers la phase lourde, cela favorise d'une part, les entraînements d'huile dans les pâtes de neutralisation d'autre part, le passage des savons en teneur élevée dans l'huile neutralisée (**BRAGER et al., 2007**).

Westfalia soutient qu'il est préférable d'introduire de l'eau dite « flush » dans les bols pour fluidifier, par dilution, les sédiments qui seront, au moins partiellement, entraînés dans la pâte lourde (**DENISE, 1992**).

Bien que l'essentiel des pertes d'un raffinage se situe au niveau de la centrifugeuse de séparation des pâtes de neutralisation, il faut toujours conseiller de contrôler l'acidité du lot à raffiner à l'entré de l'atelier, pour ajuster l'addition de soude (**DENISE, 1992**).



**Fig.2.** Séparateur centrifuge type Westfalia (**BRAGER *et al.*, 2007**).

### 2.2.1.3. Formation d'émulsions

L'émulsion est une dispersion d'un corps gras liquide (huile) en fines gouttelettes au sein d'un autre liquide (eau). Le terme huile désigne un liquide lipophile, et le terme eau désigne un liquide polaire hydrophile (**BOUSQUET *et al.*, 2004**).

Selon la phase dispersée, et selon **DENIS *et al.* (1997)**, on distingue :

- ❖ Les émulsions « huile dans eau » où la phase dispersée est l'huile ;
- ❖ Les émulsions « eau dans huile » où la phase dispersée est l'eau ;

Ces émulsions peuvent être favorisées par

- la présence d'un émulsifiant qui est une molécule possédant une double affinité. Une partie de la molécule est soluble dans l'eau (pôle hydrophile) et l'autre soluble dans les composés lipidiques (pôle lipophile). Cette molécule va s'orienter dans le

milieu et créer de ponts entre les phases lipidiques et aqueuses du mélange. Les phospholipides telle la lécithine, sont des émulsifiants (**BOUSQUET *et al.*, 2004**).

- Le type de matériel employé dépend du but recherché. Pour réaliser la dispersion d'un réactif dans l'huile on utilise généralement des mélangeurs lents lorsque la réaction chimique n'est pas instantanée. Ou lorsqu'on veut éviter les émulsions (cas du 1<sup>er</sup> lavage de l'huile neutralisée qui est fortement chargée en savon) (**DENISE, 1992**).

### 2.2.2 Procédé de neutralisation alcaline

La neutralisation par des solutions alcalines vise essentiellement à éliminer les acides gras libres sous forme de savon appelé communément « pâtes de neutralisation » ou « soapstocks ». Ces AGL donnent un mauvais goût et nuisent à la conservation de l'huile (**WERNER *et al.*, 2010**).

Le traitement par des solutions alcalines permet d'éliminer aussi les résidus de phospholipides laissés par le dégommeage et réalise un premier blanchiment par la destruction de certains pigments ou leur absorption par la phase aqueuse (**BERK, 1993**).

La quantité de soude à ajouter est calculée sur la base du taux d'acides gras libres de l'huile à traitée (**BERK, 1993**). Pour déplacer l'équilibre dans le sens d'une neutralisation complète, il est nécessaire d'employer un léger excès de soude, mais s'il est mal dosé, peut entraîner des pertes importantes par la saponification des TAG la réaction est appelée "saponification parasite" qui diminue également le rendement de l'opération.

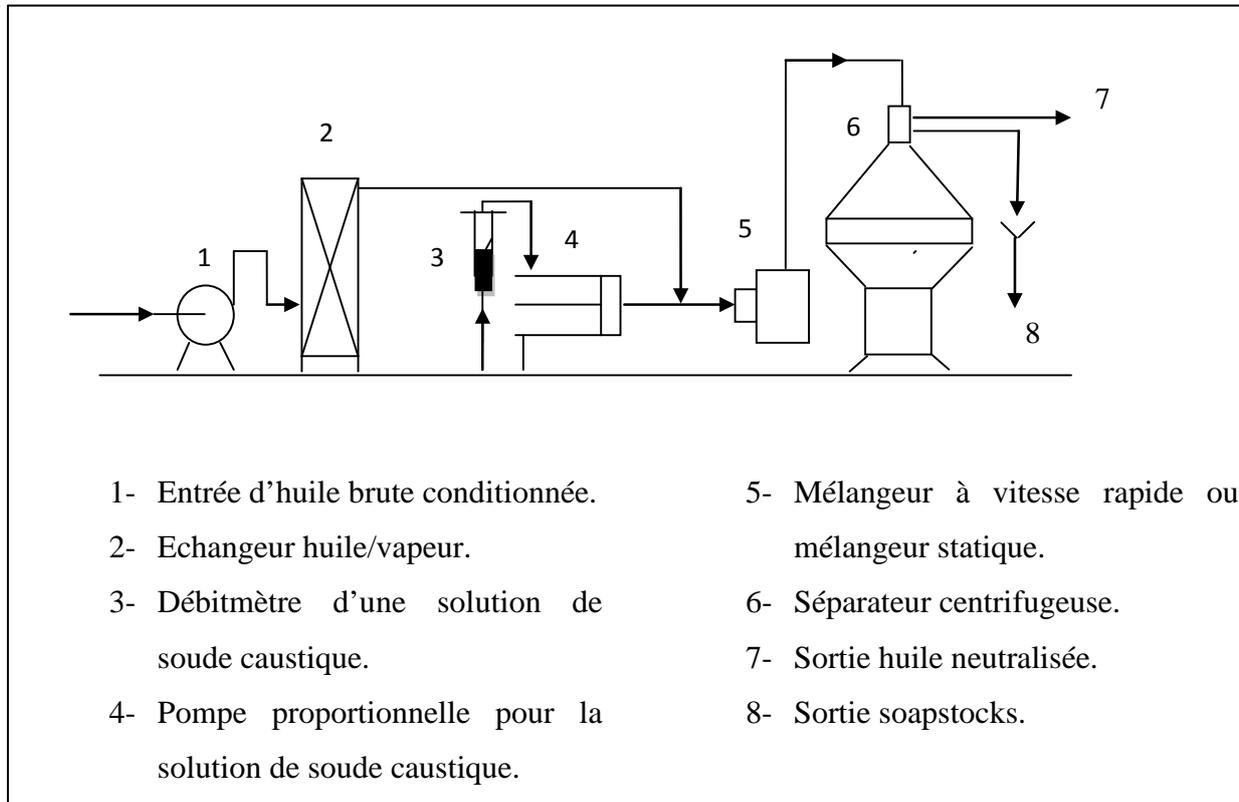
Pour éviter la réaction parasite, la neutralisation en continue présente l'avantage de ne laisser l'huile et la soude en contact que pendant un temps très court (**WERNER *et al.*, 2010**).

Les pâtes de neutralisation sont séparées par centrifugation, celle-ci contiennent en plus des AGL et glycérides, des acides gras oxydés, phosphatides, mucilages, pigments (caroténoïdes), diverses impuretés et l'huile neutre sous forme d'émulsion. Ces pâtes peuvent être très concentrées, l'addition d'une eau appelée « flush » est obligatoire aux soapstocks pour les diluer dans la centrifugeuse et faciliter ainsi leur séparation (**BALDWIN, 1986**).

Le but n'est pas seulement d'obtenir une huile parfaitement neutralisée avec un minimum d'entraînements d'huile dans les « soapstocks », mais aussi de laisser le moins

possible de savon dans l'huile neutralisée, pour éviter les émulsions au cours du lavage (DENISE, 1992).

Chématiquement l'implantation de la neutralisation à la soude est représenté dans la figure 3.



**Fig.3.** La neutralisation à la soude (PLATON, 1988).

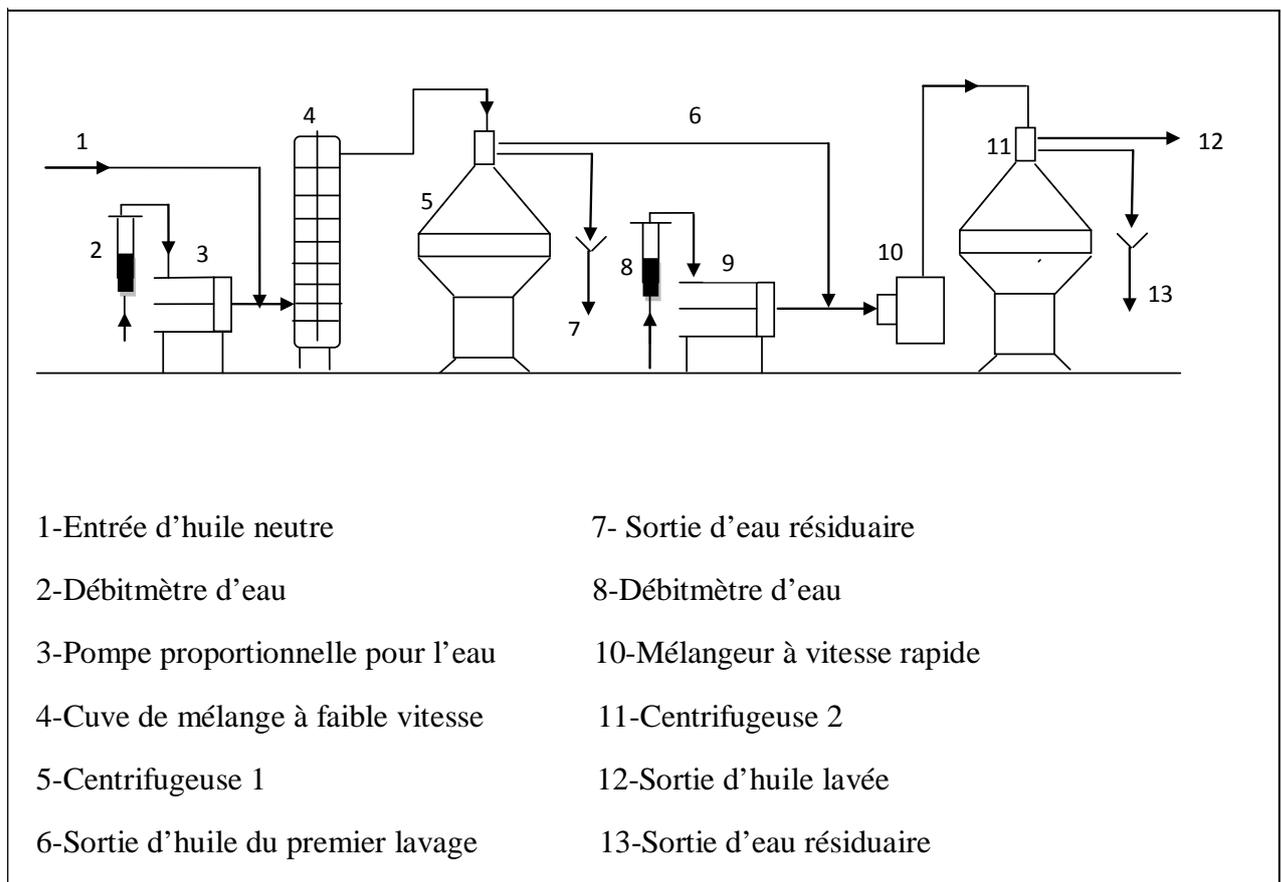
### 2.2.3. Lavage

Après neutralisation, l'huile est mélangée vigoureusement avec de l'eau douce chaude de manière à éliminer les substances alcalines (savon et soude en excès) ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides et d'autres impuretés (BERK, 1993 ; COSSUT, 2002).

Le lavage est beaucoup plus efficace lorsqu'il est effectué en deux stades. Il est préférable d'utiliser de l'eau déminéralisée qui évite l'encrassement des bols par dépôt de savons et phospholipides de calcium. L'eau de lavage doit être la plus chaude possible (90-95°C) et doit représenter 8 à 15% de l'huile traitée suivant que l'opération est effectuée en un ou deux stades (DENISE, 1992).

L'huile provenant de la turbine de neutralisation reçoit l'eau du 1<sup>er</sup> lavage (3 à 7%) introduite par une pompe doseuse et, le mélange riche en savon, est brassé lentement dans un contacteur pendant 1 à 3 min sans risque d'émulsion. L'huile sortant du 1<sup>er</sup> lavage reçoit à nouveau (3 à 7%), passe dans un mélangeur rapide ou statique, le mélange est séparé par centrifugation (WERNER *et al.*, 2010).

L'élimination des savons doit être la plus complète possible afin de ne pas diminuer le pouvoir décolorant des terres décolorantes. La teneur en savons de l'huile neutralisée ne doit pas dépasser 1200mg/kg. Elle se situe en général entre 700 et 1200mg/kg (WERNER *et al.*, 2010). Une huile bien lavée contient moins de 30mg de savons par kg d'huile, 50mg/kg étant la limite (RIEGEL *et al.*, 2003). L'implantation schématique de l'installation du premier et du deuxième lavage est illustrée dans la **Figure 4**.



**Fig. 4.** Lavage de l'huile neutralisée (DENISE, 1992).

#### **2.2.4. Déshumidification (séchage)**

L'humidité présente dans l'huile lavée est éliminée avant l'opération de décoloration car elle peut provoquer un colmatage rapide des filtres, surtout en présence de savon. L'huile sortant du lavage à une température de l'ordre de 90°C est pulvérisée dans une installation sous vide. Il est recommandé de placer un regard au-dessus du niveau de l'huile afin de pouvoir détecter la formation de mousse provoquée par le mauvais fonctionnement des opérations ultérieures (élimination incomplète des phosphatides et de savons) (**DENISE, 1992**).

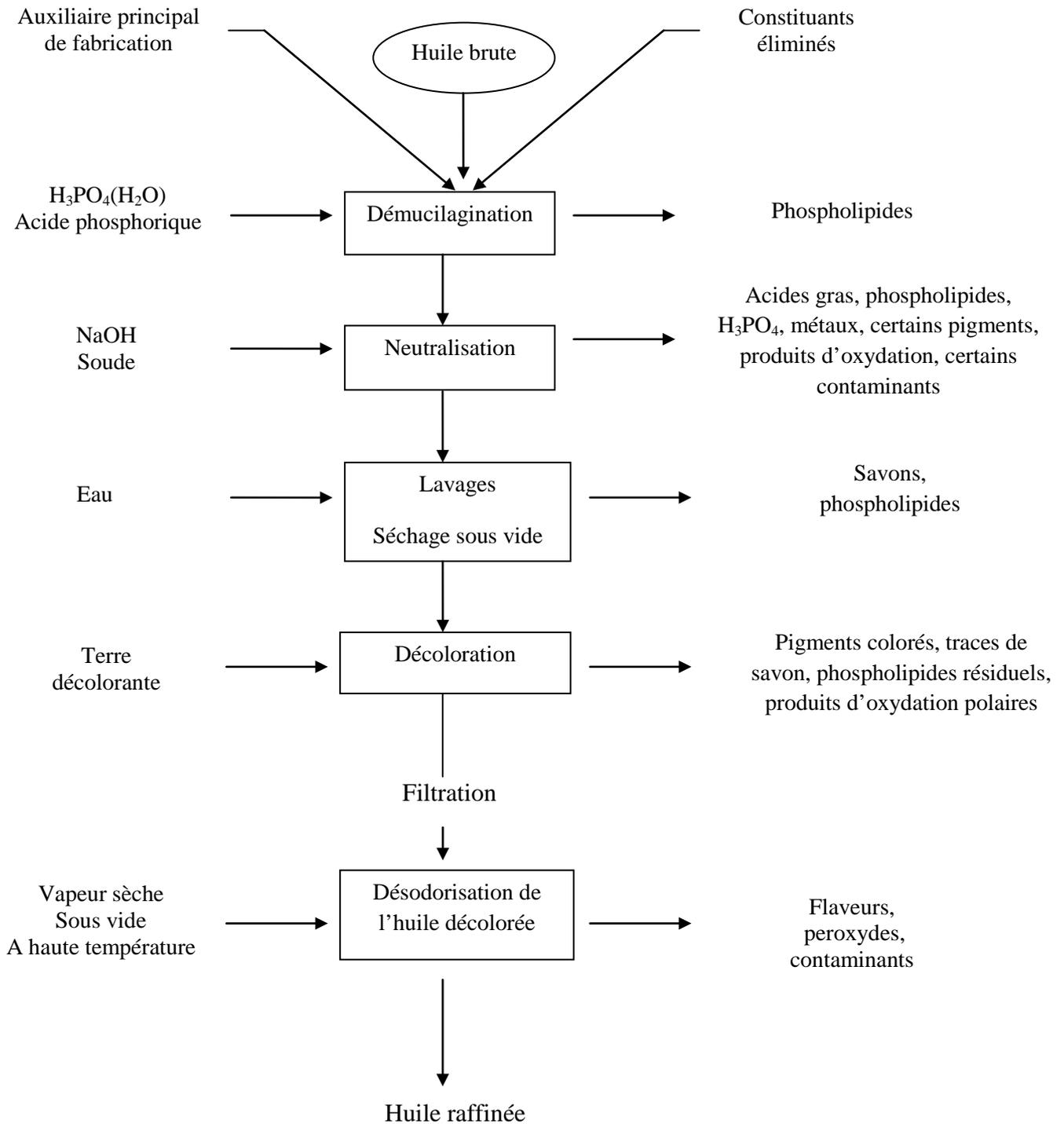
#### **2.3. Décoloration ou blanchiment**

Cette opération vise à éliminer les pigments (caroténoïdes et chlorophylle) et les colorants par voie physique uniquement. Le traitement par la terre décolorante ou charbons absorbants doit être considéré comme une opération physique même s'il peut entraîner, en outre, certaines modifications chimiques (**VIERLING, 2008**).

#### **2.4. Désodorisation**

La dernière étape du raffinage et « la désodorisation », elle consiste à l'élimination des substances odorantes telles que les composés aromatiques (aldéhydes, cétones et hydrocarbures) et d'autres substances comme les stérols et les tocophérols ; par distillation au moyen de vapeur d'eau, sous vide poussé, à une température voisine de 250°C (**BOR, 1991 ; BERK, 1993**).

Les différentes étapes du raffinage chimique sont présentées dans la **figure 5**.



**Fig.5.** Schéma représentant les opérations du raffinage chimique (PAGES, 2012).

# Partie pratique

# Chapitre I

## Matériel et méthodes

## **1. Présentation de l'entreprise CO.G.B « Labelle »**

### **1.1. Historique**

Le complexe CO .G.B est implanté dans la zone industrielle de Bejaia, il s'étend sur une surface de 108.800 m<sup>2</sup> dont 56.500 m<sup>2</sup> sont couvertes.

Lancé au début du XX<sup>ème</sup> siècle sous le nom de S.I.A.N (Société Industrielle de l'Afrique du Nord), l'entreprise démarre par l'extraction de l'huile du grignon d'olive et la fabrication du savon.

C'est en 1940 qu'a démarré le raffinage de l'huile de colza et de l'huile de tournesol.

De 1953 à 1967, la société se lance dans la fabrication du savon de ménage et de toilette et de leur conditionnement.

En 1974, il est procédé a la nationalisation de la S.I.A.N et ainsi la naissance de la SO.GE.D.I.A (société de gestion et de développement des industries alimentaires). En 1982, création de l'E.N.C.G (entreprise nationale des corps gras) avec l'unité de production N°07 démarrant en 1988.

La CO.G.B est née après restructuration du complexe en 1997 et deux ans plus tard, lancement de l'unité de fabrication de la margarine.

En 2006, avec la privatisation partielle de CO.G.B ; 70% passent sous la gestion de « la belle » SPA et 30% restent étatiques.

Le complexe de corps gras de Bejaia a une stratégie industrielle : proximité du port favorisant l'opération d'import /export sachant que la plus part de ses matières premières sont importées.

### **1.2. Implantation géographique**

Ce complexe est implanté dans la zone industrielle de Bejaia, il occupe une superficie de 108800 m<sup>2</sup> ; dont 56500 m<sup>2</sup> sont couverts.

L'implantation de l'UP/07 n'est pas arbitraire, mais elle a une stratégie industrielle, elle est à coté du port, ce qui donne l'avantage à l'opération de l'import / export, sachant que la

plupart de ses matières premières est importée, ce qui facilite la tâche de commercialisation des marchandises.

### **1.3. Production de l'unité**

Le complexe est conçu pour :

- ❖ La raffinerie d'huile alimentaire
- ❖ La fabrication de savon de toilette
- ❖ La fabrication de savon de ménage
- ❖ La distillation des acides gras
- ❖ La production de glycérine
- ❖ Le conditionnement des huiles alimentaires
- ❖ Le traitement des eaux en production
- ❖ La fabrication de la margarine

### **1.4. Présentation du laboratoire d'analyse**

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

Le service du laboratoire est composé de trois laboratoires d'analyses :

- ❖ Laboratoire des huiles et margarines.
- ❖ Laboratoire du traitement des eaux.
- ❖ Laboratoire des savons.

L'organigramme de l'entreprise est illustré dans l'annexe 01.

## **2. Neutralisation au niveau de CO.G.B.Labelle**

La neutralisation au niveau de CO.G.B.Labelle se réalise comme suit :

### **2.1. Procédé de la neutralisation**

L'huile démulcinée est chauffée à une température de 90°C, de la soude caustique d'une concentration de 12 à 14°Bé est additionnée à l'huile. Le mélange huile / soude passe dans un mélangeur rapide ou un mélangeur statique avant d'être envoyé vers la centrifugeuse destinée à séparer les pâtes de neutralisation de l'huile neutre.

### **2.2. Procédé du lavage**

#### **2.2.1. Lavage à l'eau chaude**

L'huile neutralisée est chauffée à une température de 80 à 90°C, de l'eau chaude à une température de 85 à 95°C est ajoutée, l'huile et l'eau sont mélangées au moyen d'un contacteur afin d'assurer le lavage de l'huile. Le mélange est envoyé dans un séparateur assurant la séparation des deux phases (huile / eau). L'huile sortant du premier lavage est chauffée à nouveau à une température de 85 à 90°C puis mélangée avec de l'eau très chaude (85 à 95°C), les deux liquides passent dans un mélangeur rapide ou statique.

#### **2.2.2. Injection de l'acide citrique**

De l'acide citrique de 0,1% est ajouté pour réduire la teneur résiduelle des traces de savons puis envoyé dans un séparateur pour assurer la séparation des deux phases en réglant la contre pression 1,5 bars à 2bars.

### **2.3. Procédé du séchage**

L'huile sortante du séparateur après le deuxième lavage est envoyée dans un bac sous vide ; 20 à 30 mmHg par pulvérisation, où l'humidité de l'huile sera évaporée et aspirée par le vide.

### 3. Echantillonnage

Notre expérimentation a été réalisée sur l'huile de soja ; durant notre période de stage au niveau du complexe CO.G.B.Labelle de Bejaïa, on a effectué des analyses sur des échantillons qu'on a pris 3 fois dans une journée (deux heures entre les prélèvements); à 9h30, 11h30 et à 14h30.

Les échantillons prélevés ont été conservés dans des préformes hermétiques à l'air, à la température du laboratoire et à l'abri de la lumière, auxquels, on a effectué pour chaque type d'huile trois essais pour chaque analyse. Ces analyses ont été réalisées à plusieurs niveaux qui sont :

- ❖ L'huile brute ;
- ❖ L'huile neutralisée ;
- ❖ L'huile lavée ;
- ❖ Pâtes de neutralisation ;
- ❖ Eaux de lavages ;

### 4. Analyses physicochimiques

#### 4.1. Détermination de la couleur

##### 4.1.1. Principe

Cette méthode consiste à comparer la couleur de la lumière transmise à travers une certaine couche d'huile à la couleur de la lumière provenant toujours de la même source transmise à travers des lames colorées standardisées (**NE 1.2-364-1989**).

##### 4.1.2. Mode opératoire

Verser notre échantillon dans la cellule en verre d'un pouce qu'on place dans l'appareil LOVIBOND, la couleur de l'échantillon est déterminée par une comparaison avec les lames de couleur standard (**NE 1. 2-364-85**).

##### 4.1.3. Expression des résultats

La couleur de l'huile est obtenue par :

J/R /B

Où :

J : la valeur de la couleur jaune.

R : la valeur de la couleur rouge.

B : la valeur de la couleur bleue. Dans le cas de l'huile de soja, B=0.

## 4.2. Détermination de la teneur en eau

### 4.2.1. Principe

Il consiste à provoquer l'évaporation de l'eau par l'introduction d'une quantité connue d'huile dans une étuve maintenue à la température de 103°C pendant 30 minutes (SARR, 2009).

### 4.2.2. Mode opératoire

On met 5g d'huile dans un ballon, refroidi au dessiccateur puis taré, on sèche à l'étuve à 103°C pendant 30 minutes par la suite on pèse le ballon à nouveau une fois refroidi au dessiccateur (NE 1.2-47-85).

### 4.2.3. Expression des résultats

L'humidité est donnée par la relation suivante :

$$H\% = (P_2 - P_1) / P_0 \times 100$$

Où :

P<sub>0</sub> : masse de la prise d'essai en g (5g) ;

P<sub>1</sub> : masse du ballon contenant l'huile sèche en g ;

P<sub>2</sub> : masse du ballon contenant l'huile à analyser en g ;

H : taux d'humidité en %.

### 4.3. Détermination du taux d'impuretés

#### 4.3.1. Principe

Traiter une prise d'essai par un solvant, une fois filtrée, laver le filtre des résidus qu'il contient puis le sécher et peser (SARR, 2009).

#### 4.3.2. Mode opératoire

Peser un creuset contenant un filtre déjà lavé à l'hexane, sécher puis refroidir dans un dessiccateur. On pèse 20 g d'huile dans une fiole et on ajoute 200ml d'hexane on agite puis on laisse reposer. Ensuite on verse la solution sur le creuset contenant le filtre puis on lave ce dernier avec l'hexane, jusqu'à ce qu'il soit exempt de matière grasse, on sèche et on évapore dans une étuve à 103°C. Par la suite on pèse le creuset filtrant une fois refroidi dans le dessiccateur (NE.1.2-46-85).

#### 4.3.3. Expression des résultats

La teneur en impuretés insolubles est donnée par l'expression suivante :

$$I (\%) = [(m_2 - m_1) / m_0] \times 100$$

Où :

$m_0$  : masse de la prise d'essai en g ;

$m_1$  : masse initiale du creuset filtrant en g ;

$m_2$  : masse du creuset contenant le résidu sec en g ;

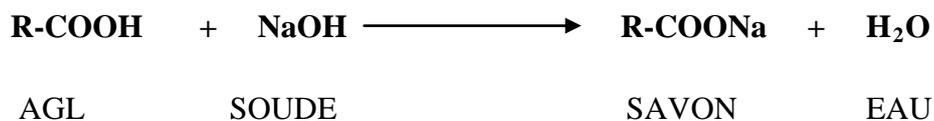
I : la teneur en impuretés en %.

### 4.4. Acidité

#### 4.4.1. Principe

C'est le titrage des acides gras libres par une solution d'hydroxyde de potassium ou de soude en présence de phénolphaléine comme indicateur coloré (DIATTA, 1998).

La réaction de neutralisation selon **ATKINS (1998)**, est de la forme suivante :



#### 4.4.2. Mode opératoire

Dans un bécher on pèse 10g d'huile à analyser, à laquelle on rajoute 75ml d'alcool neutralisé puis on chauffe légèrement, par la suite on ajoute quelques gouttes de phénolphtaléine. Enfin, on titre avec la solution de NaOH à 0.036N jusqu'à apparition d'une coloration rose pâle (**NE 1.2-43-85**).

#### 4.4.3. Expression des résultats

$$A\% = N \times V \times E_{\text{qg}} / P_{\text{e}} \times 10$$

Où :

N : normalité de la solution de NaOH ;

V : volume de NaOH en ml ;

E<sub>qg</sub> : équivalent gramme de l'acide oléique ;

A : acidité de l'huile exprimée en % ;

P<sub>e</sub> : prise d'essai en g.

### 4.5. Indice de peroxyde

#### 4.5.1. Principe

La matière grasse à analyser est mise en solution dans un mélange de chloroforme et d'acide acétique, de l'iodure de potassium(KI) est ajouté. Ce KI réagit avec les peroxydes formant du l'iode (I<sub>2</sub>). Cet iode est ensuite dosé par réaction avec le thiosulfate de sodium (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) (**SINDIC et al., 2008**).

#### 4.5.2. Mode opératoire

On pèse 2g d'huile dans un ballon, on ajoute 10ml de chloroforme, 15ml d'acide acétique, et 1ml de KI, puis on mélange pendant une minute et on met à l'obscurité, après 5minutes on ajoute quelques gouttes d'empois d'amidon et on titre avec la solution de thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) jusqu'à disparition de la couleur brune. On prépare un échantillon témoin (NE 1.2-43-85).

#### 4.5.3. Expression des résultats

$$I_p \text{ (meqg/kg)} = [N (V-V_0)/m] \times 1000$$

Où :

N : normalité de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  (0.002N) ;

$V_0$  : volume de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  pour le témoin en ml ;

V : volume de de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  pour l'échantillon à analyser en ml ;

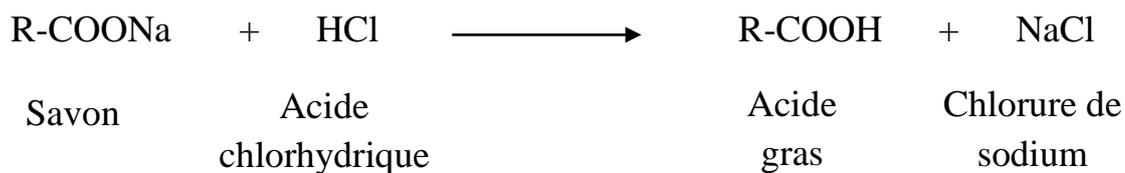
m : prise d'essai en g;

$I_p$  : indice de peroxyde en meqg/kg .

#### 4.6. Teneur en savon

##### 4.6.1. Principe

Dosage titrimétrique par l'acide chlorhydrique des constituants basiques (en particulier des savons) en milieu de faible constante diélectrique (acétone 3 % d'eau) (KANDJI, 2001).



#### 4.6.2. Mode opératoire

Mettre 100ml du mélange acétone-eau (3%) dans un erlenmeyer. Ajouter 0.5ml de la solution de l'indicateur bleu de bromophénol. Neutraliser le mélange acétone-eau par titrage jusqu'au virage de la solution au jaune avec l'acide chlorhydrique à 0.01N. Ajouter 100g d'huile et bien mélanger avec la solution neutralisée. Titrer jusqu'au virage jaune avec l'acide chlorhydrique à 0.01N (NE 1.2-44-85).

#### 4.6.3. Expression des résultats

La teneur en savon dans l'huile exprimée en ppm

$$Ts \text{ (ppm)} = V \times 30.4$$

Où :

Ts : teneur de savon (ppm);

V : volume de l'acide chlorhydrique (ml).

### 5. Détermination des pertes en huile à la neutralisation

#### 5.1. Pertes en huile dans les pâtes de neutralisation

##### 5.1.1. Principe

Il n'existe pas de méthode simple pour accéder aux pertes à la neutralisation. Le dosage de l'acidité de la matière grasse des soapstocks permet toutefois de se faire une idée. La méthode consiste à acidifier les pâtes de neutralisation immédiatement à la sortie de la centrifugeuse à l'aide d'un acide fort ; par réaction de Berthollet les savons se retransforment en acides gras. Si les pertes étaient nulles, les acides gras formés devraient avoir une acidité de près de 100 %. Or il n'en est rien du fait que la phase grasse surnageant contienne aussi des phospholipides et de l'huile neutre entraînée (DENISE, 1992).

### 5.1.2. Mode opératoire

On prélève 25g de pâte de neutralisation dans un bécher à la quelle on ajoute 200 ml d'eau distillée chaude. A l'aide d'une spatule on disperse les pâtes dans l'eau chaude. Par la suite on ajoute 25 ml d'acide sulfurique  $H_2SO_4$ , quelques gouttes de méthyle orange, puis on chauffe sous agitation jusqu'à ce que la phase aqueuse soit claire, après cela on verse le tout dans une ampoule à décanter, on extrait la phase aqueuse, on lave avec de l'eau salée chaude et on agite vigoureusement. On laisse décanter et on élimine la phase aqueuse, on répète l'opération jusqu'à disparition de la couleur rouge. On transfère la phase grasse dans un tube de tel sorte que la phase grasse soit à 1cm du bord supérieur du tube.

On chauffe le tube à essai pendant 1heure à  $80^{\circ}C$  jusqu'à ce que la phase grasse soit complètement claire. Puis on détermine son acidité (NE 82042-2-2003).

### 5.1.3. Expression des résultats

$$\text{Pertes} = \text{CE} \times \text{Acidité neutralisée}$$

Où :

CE : coefficient d'entraînement =  $100 / \text{Acidité des pâtes}$

Acidité neutralisée = acidité de l'huile – acidité de l'huile lavée

## 5.2. Perte en huile dans les eaux de lavage

### 5.2.1. Principe

Les eaux des lavages (surtout celles du premier) entraînent une quantité notable d'huile neutre. Des échantillons d'eau de lavage doivent être prélevés régulièrement pour un contrôle visuel de la quantité de matière grasse entraînée (après décantation naturelle, ou mieux, après centrifugation) (DENISE, 1992).

### 5.2.2 Mode opératoire

Mettre 100ml d'échantillon, quelques gouttes de méthyle orange, 25ml d'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ) à 20% et 200ml d'hexane. Le mélange est mis dans une ampoule à décanter, puis on lave le tout avec de l'eau salée, on répète l'opération pour éliminer l'acide sulfurique et les mucilages, récupérer la phase hexanique dans un ballon à cole rodé. Distiller cette phase à l'aide d'un réfrigérant à reflux, mettre à l'étuve à une température de 100°C pendant 15 minutes, refroidir dans le dessiccateur puis peser (**NE 82042-2-2003**).

### 5.2.3 Expression des résultats

$$\%MG = (P_2 - P_1) \cdot 100 / 100$$

Où :

MG : matière grasse en % ;

$P_1$  : poids du ballon vide ;

$P_2$  : poids du ballon contenant l'huile.

# Chapitre II

## Résultats et discussion

## 1. Résultats des analyses physicochimiques de l'huile de soja

### 1.1. Détermination de la couleur

Ce test est réalisé sur trois types d'huiles ; brute, neutralisée et lavée. Les résultats obtenus sont représentés dans le **tableau V**.

**Tableau V** : Résultats d'analyses de la couleur.

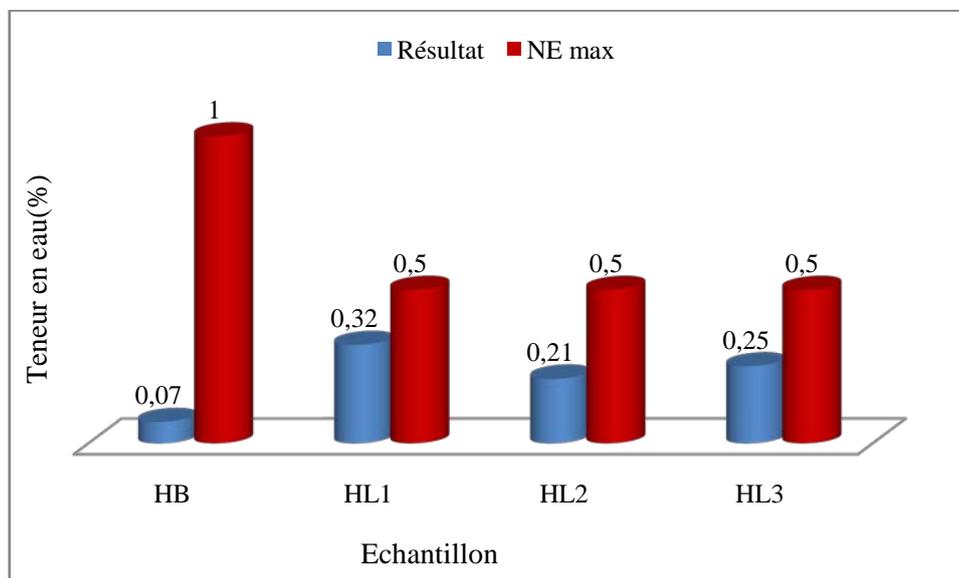
Echantillon et heurs de prélèvement		Couleur	Norme d'entreprise
Huile brute	/	R : 1.86	R : 5 max
		J : 50	J : 50 max
Huile neutralisée	Prélevée à 9h30	R : 1.4 J : 46	/
	Prélevée à 11h40	R : 1.6 J : 46	/
	Prélevée à 14h30	R : 1.33 J : 44	/
Huile lavée	Prélevée à 9h30	R : 1.46 J : 45	/
	Prélevée à 11h40	R : 1.4 J : 47	/
	Prélevée à 14h30	R : 1.46 J : 45	/

La couleur de l'huile brute est conforme à la norme interne de l'entreprise, que se soit pour le rouge ou pour le jaune, et cela veut dire que les graines de soja utilisées pour extraire cette huile ont atteint la maturité.

Les soapstocks contiennent diverses impuretés, parmi lesquelles des pigments et des composés colorés d'origine oxydative, l'élimination de ces derniers composés colorés explique l'effet décolorant de la neutralisation (**WERNER *et al.*, 2010**). Ceci explique la diminution de la couleur de l'huile neutralisée et de l'huile lavée.

## 1.2. Détermination de la teneur en eau

Cette analyse est effectuée sur deux types d'huile qui sont l'huile brute et l'huile lavée. Les résultats d'analyse sont réunis dans la **figure 6**.



HB : huile brute, HL1 : huile lavée prélevée à 9h30, HL2 : huile lavée prélevée à 11h30, HL3 : huile lavée prélevée à 14h30, NE max : norme d'entreprise maximale.

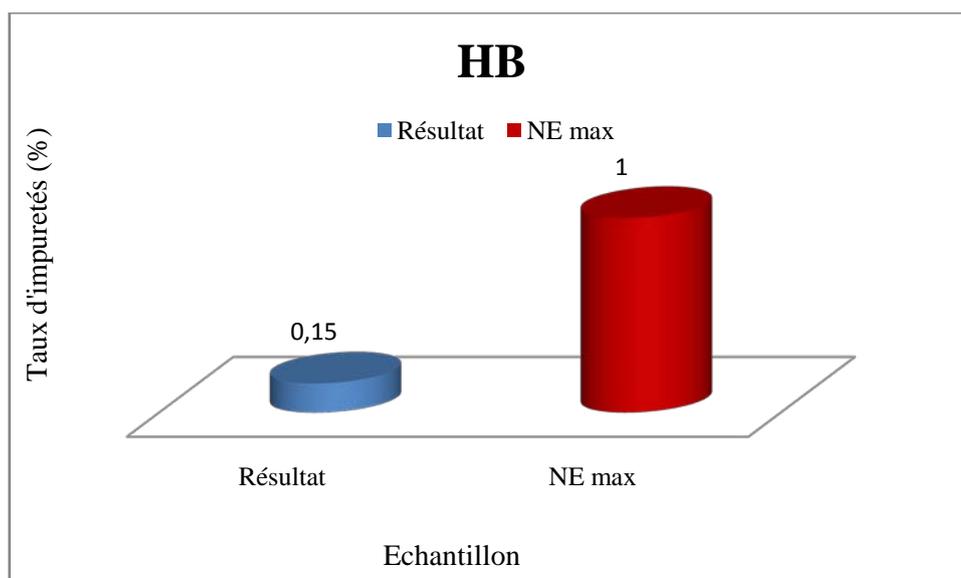
**Fig. 6.** Résultats d'analyse de l'humidité.

L'humidité de l'huile brute est en dessous de la norme, ce qui est expliqué par une bonne conduite des étapes de trituration et de stockage.

Pour l'huile lavée, on remarque la présence d'eau, mais cela reste toujours conforme aux normes ; des traces d'eau peuvent apparaître, puisqu'on utilise de l'eau pour débarrasser l'huile neutralisée des savons. Selon **PAGES (2012)**, en sortie de la centrifugeuse l'huile contient des savons qui sont éliminés par un ou deux lavages successifs avec de l'eau adoucie vers 85°C.

## 1.3. Détermination du taux d'impuretés

Ce test est réalisé seulement sur trois échantillons de l'huile brute; pour évaluer le taux d'impureté existant dans l'huile à traiter. La moyenne est représentée dans la **figure 7**.



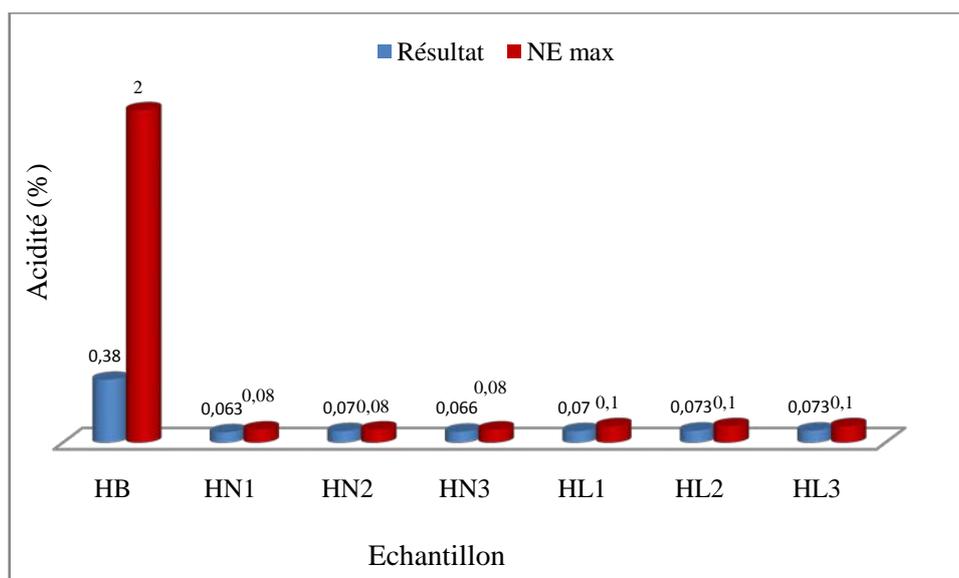
HB : huile brute, NE max : norme d'entreprise maximale

**Fig. 7.** Résultats d'analyse des impuretés.

Le taux d'impuretés dans cette huile brute est largement inférieure à la norme, donc on peut conclure que les étapes de trituration et d'extraction se sont bien déroulées.

#### **1.4. Détermination de l'acidité des différentes huiles**

La mesure de la quantité d'acides gras libres d'un corps gras est l'un des meilleurs moyens de déterminer son altération par hydrolyse (**FRENOT *et al.*, 2001**). La teneur en acides gras libres des trois types d'huiles ; brute, neutralisée et lavée, à chaque prélèvement ; est représentée dans la **figure 8**.



HB : huile brute, HL1 : huile lavée prélevée à 9h30, HL2 : huile lavée prélevée à 11h30, HL3 : huile lavée prélevée à 14h30, NE max : norme d'entreprise maximale.

**Fig. 8.** Résultats d'analyse de l'acidité

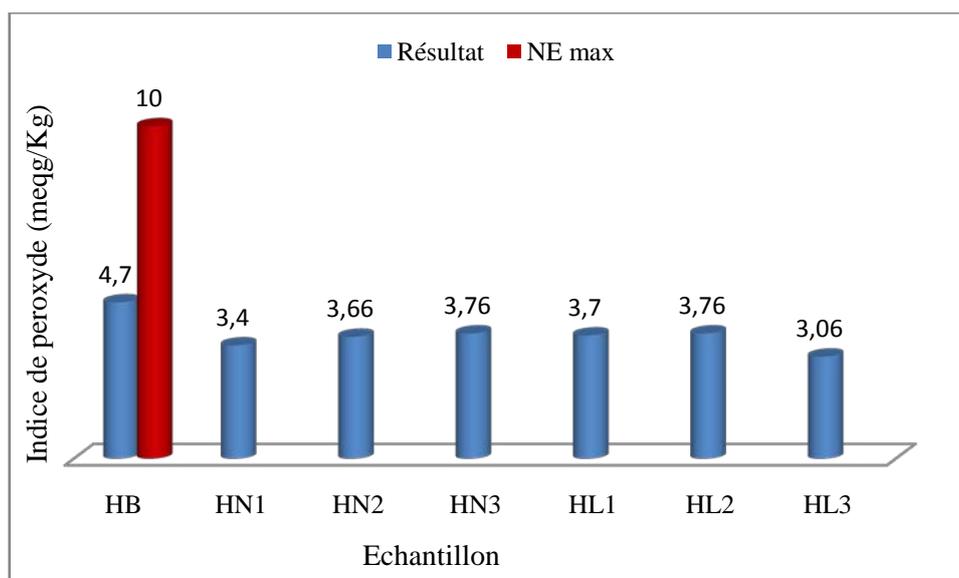
L'acidité de l'huile brute est un peu élevée, mais toujours conforme aux normes. Ceci est dû à la présence d'acides gras libres issus de l'hydrolyse des triglycérides, et qui seront neutralisés au cours du raffinage.

On remarque une diminution considérable de l'acidité de l'huile neutralisée par rapport à l'huile brute (de 0.38 jusqu'à 0,07%), ce qui s'explique par la neutralisation des acides gras libres par la soude, et cela est l'objectif de l'étape de la neutralisation

Concernant l'huile lavée, son acidité a légèrement augmenté parce qu'après le lavage de l'huile neutralisée, on élimine les savons qui sont alcalins d'après **DENISE (1992)**.

### 1.5. Détermination de l'indice de peroxyde

Les teneurs en peroxydes présents dans les trois types d'huiles des trois prélèvements sont indiquées dans la **figure 9**.



HB : huile brute, HL1 : huile lavée prélevée à 9h30, HL2 : huile lavée prélevée à 11h30, HL3 : huile lavée prélevée à 14h30, NE max : norme d'entreprise maximale.

**Fig. 9.** Résultats d'analyse de l'indice de peroxyde.

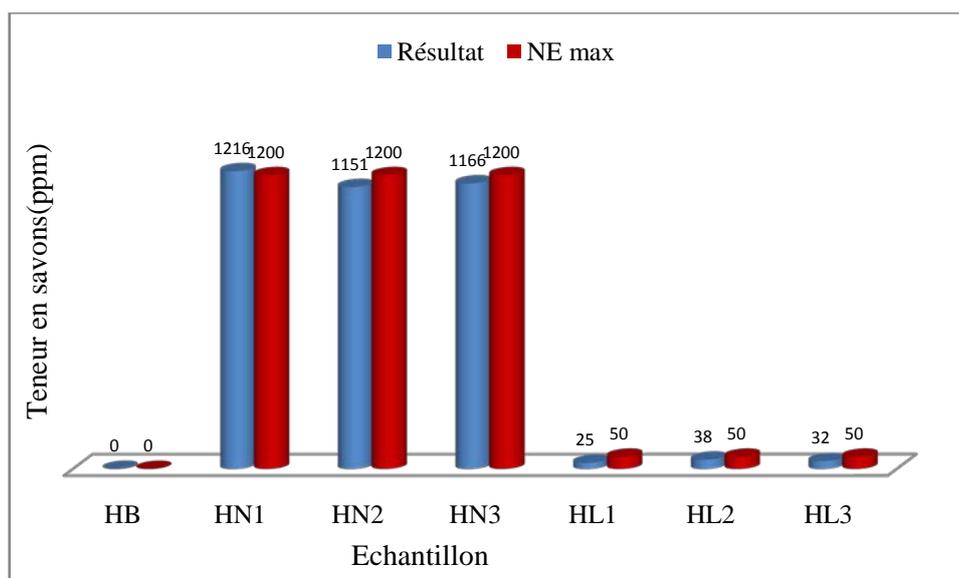
L'indice de peroxyde permet d'apprécier les premières étapes d'une détérioration oxydative de l'huile (M'BAYE, 2011), ou encore l'indice de peroxyde est une mesure qui nous permet d'estimer la quantité de peroxydes présents dans une matière grasse (ADRIAN *et al.*, 1995).

L'indice de peroxyde de l'huile brute est en dessous de la norme, ce qui signifie qu'il n'y a pas eu une oxydation importante au cours du stockage.

Pour les huiles neutralisées et lavées, on remarque une diminution de l'indice de peroxyde, on peut expliquer cela par l'élimination de quelques peroxydes par l'action de la chaleur et de la soude au cours de l'étape de la neutralisation.

## 1.6. Détermination du taux de traces de savon

Les résultats d'analyse de la teneur en savon ; dans l'huile brute, l'huile neutralisée et l'huile lavée, sont rassemblés dans la **figure 10**.



HB : huile brute, HL1 : huile lavée prélevée à 9h30, HL2 : huile lavée prélevée à 11h30, HL3 : huile lavée prélevée à 14h30, NE max : norme d'entreprise maximale.

**Fig. 10.** Résultats d'analyse des traces de savon

L'huile brute n'a aucune trace de savon, c'est parce qu'on lui a pas encore ajouté la soude pour neutraliser les acides gras libres.

Selon **WERNER *et al.* (2010)**, les huiles neutralisées contiennent des quantités importantes de savons, de 700 à 1200ppm, cela est dû à la réaction entre la soude et les acides gras libres de l'huile. On remarque que l'échantillon prélevé à 9h30 contient des traces de savons légèrement supérieures à la norme, cela peut signifier qu'il y a eu une saponification parasite.

Les traces de savons contenues dans les huiles lavées sont largement inférieures à celles contenues dans les huiles neutralisées, et c'est cela le but de l'étape du lavage : éliminer les traces de savons

Une teneur en savons trop faible pourrait signifier que la zone de séparation s'est déplacée vers la phase lourde et qu'il y a risque de perte d'huile dans les « pâtes » alors qu'une teneur trop forte peut perturber les opérations de lavage en créant des émulsions (**DENISE, 1992**).

## 2. Détermination des pertes en huile à la neutralisation

### 2.1. Paramètres influençant la neutralisation

Trois paramètres sont contrôlés au cours de la neutralisation, à chaque prélèvement d'échantillon ; on prend le débit de l'huile à l'entrée et à la sortie, la température de l'huile au premier et au deuxième lavage, ainsi que celle des eaux de lavage et aussi le débit de la soude ajoutée pour neutraliser les acides gras libres. Les valeurs des paramètres contrôlés sont indiquées dans le **tableau VI**.

**Tableau VI** : Valeurs des paramètres influençant la neutralisation

Heures de prélèvement	Débit de l'huile (kg/h)		Température de l'huile (°C)		Température des eaux de lavage (°C)	Débit de la soude (l/h)
	Entrée	Sortie	1 <sup>er</sup> lavage	2 <sup>eme</sup> lavage		
9h30	7200	7000	83	82	82	110
11h40	6500	6300	80	82	85	100
14h30	7600	7300	80	81	87	110

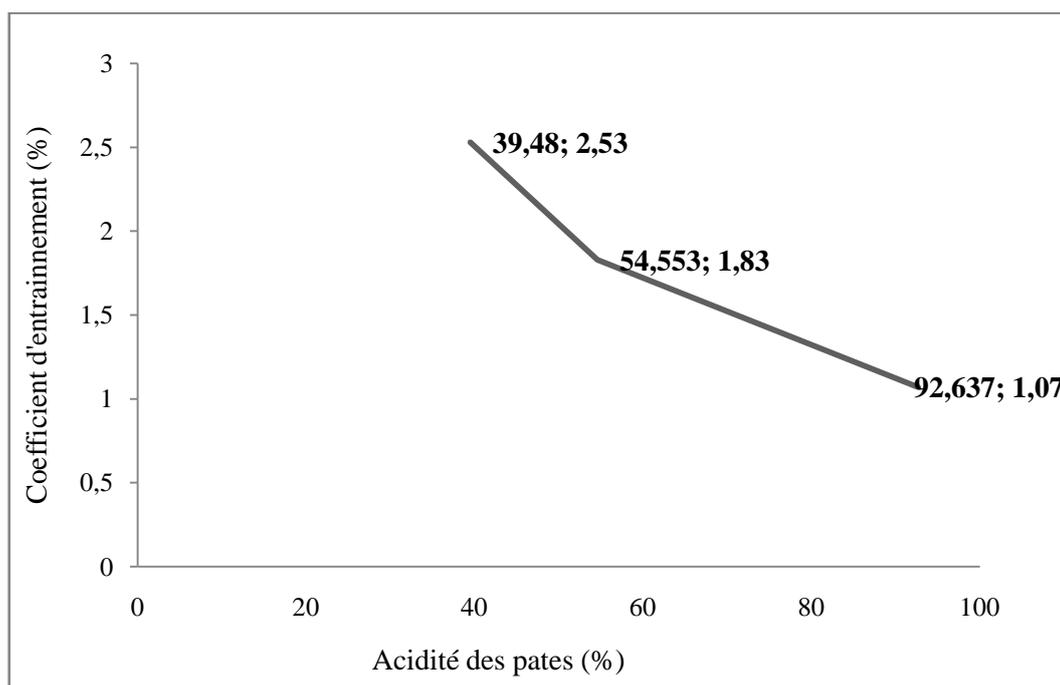
### 2.2. Détermination des pertes en huile dans les pâtes de neutralisation

Les pâtes proviennent du raffinage lors de la séparation entre huile et savon. Elles sont analysées pour extraire le taux de matière grasse en vue d'évaluer les entrainements d'huile lors du raffinage. Les résultats d'analyse sont réunis dans le **tableau VII**.

**Tableau VII** : Résultats d'extraction de la matière grasse présente dans les pâtes de neutralisation.

Heures de prélèvement	Acidité des pâtes (%)	CE (%)	Acidité neutralisée (%)	Pertes dans les pâtes de neutralisation (%)
9h30	39.48	2.53	0.31	0.7843
11h40	92.637	1.07	0.307	0.3285
14h30	54.553	1.83	0.317	0.5801

La **figure 11** présente la variation du coefficient d'entraînement en fonction de l'acidité des pâtes de neutralisation.



**Fig. 11.** Coefficient d'entraînement en fonction de l'acidité des pâtes de neutralisation.

Selon le **tableau VII**, il n'y a pas eu beaucoup de pertes d'huile dans les pâtes de neutralisation, sauf dans l'échantillon pris à 9h30m où l'acidité des pâtes a atteint 39.48 %, selon **DENISE (1992)**, au cas où l'acidité de la matière grasse des pâtes semble anormalement basse, il faut s'assurer qu'il n'est pas possible de la faire remonter en agissant

sur certains paramètres (concentration de la soude, débit, contre-pression à la sortie de la centrifugeuse...). Donc, on peut dire que les entrainements sont dus soit à une mauvaise séparation dans le séparateur centrifuge, soit à un excès de soude comme le montre le **tableau VII**, on a utilisé la soude avec le même débit (110 l/h) pour un débit d'huile de 7200 Kg/h, et de 7600 Kg/h, (l'acidité de l'huile brute est la même), on remarque que les pertes sont plus importantes dans le premier cas, ceci signifie une saponification parasite, donc ces pertes sont engendrées par un excès de soude.

La **figure 11** montre que le coefficient d'entraînement diminue avec l'augmentation de l'acidité des pâtes, cette dernière est due aux acides gras libérés lors de la décomposition des savons par l'acide sulfurique. D'après **DENISE (1992)**, si les pertes étaient nulles, les acides gras formés devraient avoir une acidité de près de 100%.

### 2.3. Détermination des pertes en huile dans les eaux de lavages

La quantité en matière grasse (exprimée en pourcentage) entraînée par les eaux de lavage est donnée dans le **tableau VIII**.

**Tableau VIII:** Résultats d'extraction de l'huile présente dans les eaux de lavage.

Les heures de prélèvement	Premier lavage(%)	Deuxième lavage(%)	Pertes totales(%)
9h30	3.2028	2.3873	5.5901
11h40	1.6099	0.9470	2.5569
14h30	1.2003	1.093	2.2933

Les pertes d'huile entraînées dans les eaux de lavage sont des pertes inévitables néanmoins, ce sont des pertes très minimes et négligeables. Ceci n'exclut pas qu'elles sont envoyées vers des florentins afin d'y récupérer cette faible quantité d'huile entraînée.

On remarque que le taux de matière grasse dans les eaux de lavage prélevées à 9h30m est plus important que dans les deux autres, d'après **BOUSQUET et al. (2004)**, si les deux phases sont à la même température, il y a plus de chances d'avoir une émulsion stable. Et

dans notre cas l'huile et les eaux de lavage sont presque à la même température, ce qui a probablement engendrer la formation d'émulsion, avec la présence des savons comme émulsifiants, ceci explique la teneur élevée en huile dans cet échantillon.

# Conclusion

Durant notre période de stage qui s'est déroulé au sein du complexe des Corps Gras de Bejaia (CO.G.B Labelle), Nous nous sommes intéressées au raffinage chimique de l'huile de Soja, et principalement à l'opération de neutralisation par la soude caustique, qui est à la fois l'opération clé du procédé du raffinage, et celle qui engendre l'essentiel des pertes en huile. Dans la plus part des cas, lorsque l'on parle de « pertes à la neutralisation », on prend en compte également celles qui se produisent lors des lavages.

Dans l'ensemble, les analyses physico-chimiques effectuées au niveau du laboratoire, pour les différents échantillons sont conformes aux normes de l'entreprise. Concernant les analyses effectuées pour déterminer les entrainements dans les soapstocks et les eaux de lavage, on a trouvé que, lorsque le débit de la soude est élevé, les pertes augmentent dans les pates de neutralisation; c'est le cas de l'échantillon du premier prélèvement où on a eu 0.7843% d'huile entraînée ; et lorsque la température de l'huile avoisine celle des eaux, les pertes augmentent dans les eaux de lavage ; cas du premier prélèvement (5.5901%).

On constate que les pertes à la neutralisation sont liées à certains facteurs, à savoir : le débit de la soude, la contre pression à la sortie de la centrifugeuse, la température des eaux de lavage et celle de l'huile...); donc, pour minimiser ces entrainements, et ainsi améliorer le rendement, nous suggérons au responsable de la section raffinage des huiles de :

- Optimiser le débit de la solution de soude ;
- Maintenir le séparateur toujours propre, (programmer des nettoyages réguliers) ;
- Garder la température de l'eau toujours supérieure à celle de l'huile ;
- Opter pour de nouveaux procédés comme le raffinage physique dans le cas des huiles brutes à faible acidité.
- Bien réussir l'étape de démucilagination
- Bien régler les contres pression des séparateurs

Toutefois, dans l'intérêt d'apporter un apport complémentaire à cette étude, il serait intéressant de :

- Effectuer plus d'analyses, telles que la détermination de la teneur en phosphatides et en glycérides partiels,
- Faire une étude plus approfondie, et à long terme,
- Analyser plus d'échantillons.

# Bibliographie

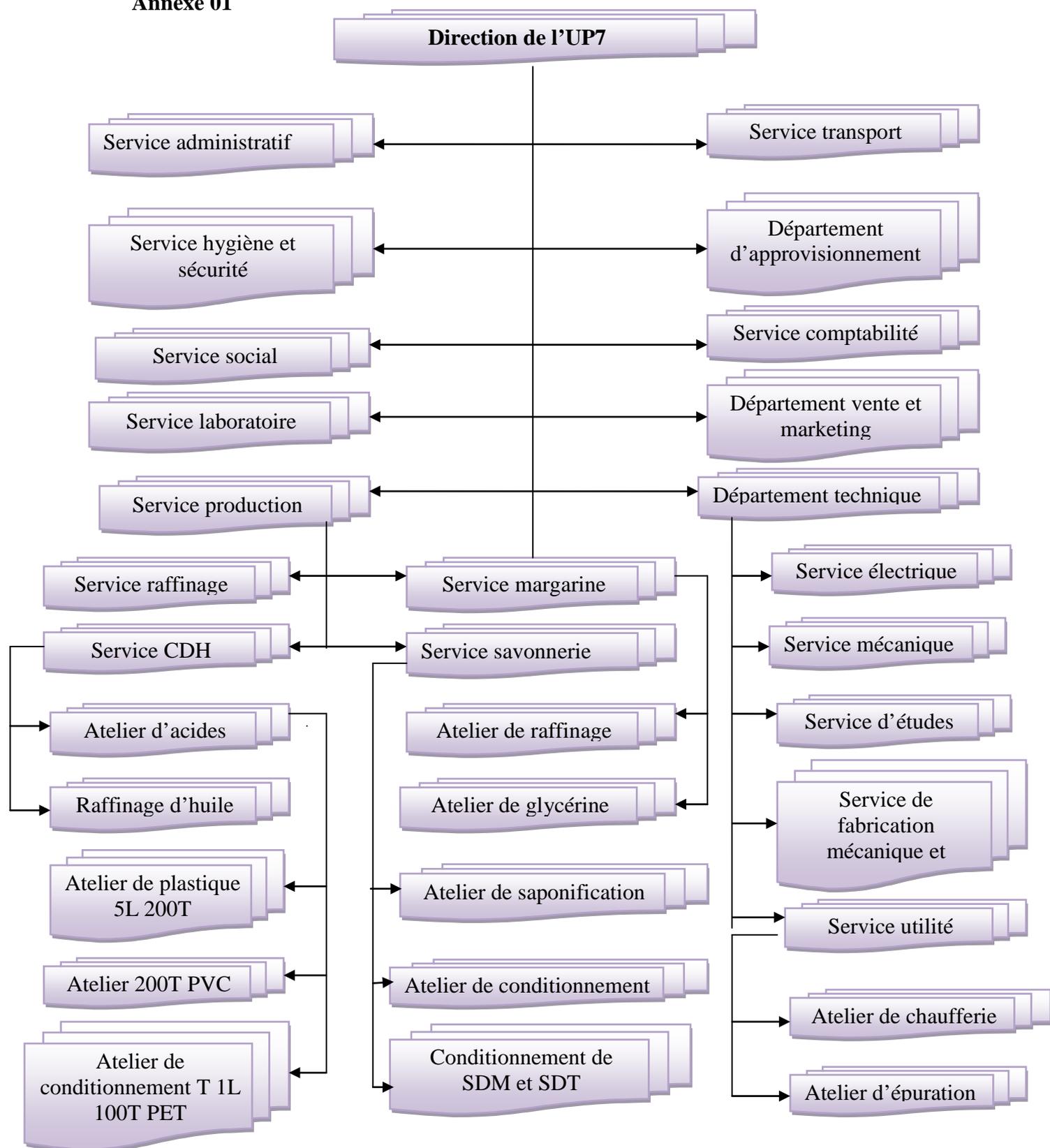
- **ADRIAN J., POTUS.J. et FRAGNE.R. (1995).** *La science alimentaire de A à Z.* Ed. Tec. et Doc., Lavoisier. Paris (477P).
- **ALAIS C., LINDEN G. et NICLO L. (2004).** *Biochimie alimentaire.* Ed DUNOD. (250P).
- **ASIEDU J.J., (1991).** *La transformation des produits agricoles en zone tropicale.* Ed Wageningen. Paris, France. (335P).
- **ATKINS P. et JONES L. (1997).** *Chemistry, Molecules, Matter and Change,* third edition Freeman and Company, New York and Basingstoke. (886P).
- **BALDWIN A. R. (1986).** *The World Conference on emerging technologies in the fats and oils chemists' Society.* Ed American Oil Chemists' Society. (431P).
- **BALLERINI D. (2006).** *Les biocarburants : état des lieux, perspectives et enjeux.* Ed. Technip, Paris. (348P).
- **BERK Z. (1993).** *Technologie de production de farines alimentaires et de produits protéiques issus du soja.* Ed FAO. Rome. (192P).
- **BOISLEVE J.B. (2010).** *Le soja.* HOLOSYS. Conseils & formation, Santé-Relations humaines. France.[1-21].
- **BOR S. LUH. (1991).** *Rice, Volume 2: Utilization.* Second Edition copyright by Van Nostrand Reinhold. University of California, Davis. (413P).
- **BRANGER A., RECHER M. M. et ROUSTEL S. (2007).** *Alimentation et processus technologiques.* Educagri éducations, Dijon. France. (293P).
- **BRISSON G. (1982).** *Lipides et nutrition humaine.* Ed MASSON. Canada. (192P)
- **JOINT FAO/WHO CODEX ALIMENTARIUS COMMISSION (1993).** Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS. Ed FAO. Rome. (127P).
- **COSSUT J., DEFRENNE B., DESMEDT C., HUMBERT S., VANUXEEM M. et al. (2002).** *Les corps gras : Entre Tradition et Modernité.* Projet dans le cadre du DESS QUALIMAPA. Institut agro-alimentaire de Lille.
- **DENIS J., RIAANT J., HIPEAUX J. C. (1997).** *Physicochimie des lubrifiants : Analyses et essais.* Ed technip. Paris. (432P).
- **DENISE J. (1992).** *Raffinage des corps gras.* In manuel des corps gras tom I. Ed tec & doc. Paris : Lavoisier. (789 P).

- **DIATTA T. (1998).** *Contribution a l'étude de la qualité des corps gras alimentaires commercialisés au Sénégal : les huiles végétales.* Thèse Doctorat. Université Cheikh Anta Diop Dakar.
- **DIJKSTRA A. J. (2013).** *Edible Oil Processing from a Patent Perspective.* Ed SPRINGER New York Heidelberg Dordrecht. London. (140P).
- **FAO. (1990).** *Utilisation des aliments tropicaux, légumineuses tropicales.* Organisation des nations unies pour l'alimentation et l'agriculture. Rome. (76P).
- **FRANÇOIS R. (1974).** *Les industries des corps gras.* Ed Tec et Doc, Lavoisier. Paris. (431P).
- **FRENOL M., VIERLING E. (2001).** *Biochimie des aliments : diététique du sujet bien portant.* 2<sup>ème</sup> édition, CRDP AQUITAINE. (297 P).
- **HAMMOND E. G., JOHNSON L. A., CAIPING S. U., WANG T., and PAMELA J. WHITE P.J. (2005).** *Soybean Oil.* Iowa State University Ames, Iowa. Bailey's Industrial Oil and Fat Products, Sixth Edition, Six Volume Set. Edited by Fereidoon Shahidi.577-641p.
- **KANDJI N. A. (2001).** *Etude de la composition chimique et de la qualité d'huiles vegetales artisanales consommées au Sénégal.* Thèse de doctorat, université CHEIKLF ANTA DIOP DE DAKAR. N°16.
- **KARLESKIND A. (1992).** *Manuel des corps gras.* Tom 2. Edition Tec et Doc, Lavoisier. Paris. (1579P).
- **LECERF J.M., FRESSIN C. (1995).** *L'intérêt nutritionnel du soja.* Institut Pasteur de Lille, Service de Nutrition. 137-143p.
- **M'BAYE B. K., LÔ B. B., et BASSENE E. (2011).** *Evolution des indices de peroxyde dans les huiles alimentaires à différents points de chauffage.* Volume 3 ScienceLib Editions Mersenne. 1-8p.
- **MORIN O., BIROT C., PAGES X., GAUD M., FAZEULH S., GOUBAND M. (2010).** *Raffinage des huiles et des corps gras et élimination des contaminants.* Institut des corps gras. France.
- **NEWKIRK R., PH. D. (2010).** *SOJA Guide de l'industrie de l'alimentation animale.* Première édition. Institut international du Canada pour le grain. 1-53p.
- **Organisation de coopération et de développement économique (OCDE), (2001).** *La biotechnologie au service de la durabilité industrielle.* France.

- **PAGES-XATAR-PARES X. (2012).** *Technologies des corps gras (huile et graisses végétales)*. Université Claude Bernard Lyon 1 agence comptable SCE facturier. Ed Technique de l'ingénieur. Paris. 1-19p.
- **PLATON J.F. (1988).** Raffinage de l'huile de soja. *American Soybean Association* N°19. 1-30p.
- **POUZET A. (1992).** *Raffinage des corps gras*. In manuel des corps gras tom I. Ed tec & doc. Paris : Lavoisier. (781 P)
- **RIEGEL E. R., KENT J. A. (2003).** *Riegel's handbook of industrial chemistry*. TENTH EDITION, Kluwer Academic. New York. (1373P).
- **ROUSSEL M. (2006).** *Les miracles du soja*. Ed Alpen. France. (95P).
- **SARR P. (2009).** *Contrôle de conformité de la qualité des huiles végétales conditionnées par la Suneor de Dakar aux normes internationales*. Mémoire de master II en qualité des aliments. Ecole inter-états des sciences et médecine vétérinaires de Dakar.
- **SILVA L. R., PEREIRA M.J., AZEVEDO J., GONÇALVES R.F., ALENTÃO P., DE PINHO P. G., and ANDRADE P.B. (2012).** Glycine max (L.) Merr, Vigna radiata L. and Medicago sativa L. sprouts: A natural source of bioactive compounds. Elsevier Ltd. 167-175p.
- **SINDIC M., DEROANNE C., CHENE S., DE BIORGE S., DELACHARLERIE S. (2008).** HACCP organoleptique : guide pratique. Ed les presse agronomiques de Gembloux. Belgique. (381P).
- **UZZAN A., SERVILLE Y., TREMOLIERE J., JAQUOT R., DUPIN H. (1980).** *Manuel d'alimentation humaine*. Tom II. Ed E.S.F DUNOD.
- **VIERLING E. (2008).** *Aliments et boisson : filières et produits*. Troisième édition, CRDP d'Aquitaine. France. (281P).
- **WERNER J., BAUER, BADOUD R, LOLIGER J. (2010).** *Science et technologie des aliments, Principe de chimie des constituants et de technologie des procédés*. Ed Lausanne : presse polytechniques et universitaire romandes. (720P).

# Annexes

## Annexe 01



**Fig.1.** Organigramme des départements de production de CO.G.B « La Belle ».

**Annexe 02****Tableau I :** Résultats d'analyse de l'humidité.

Echantillon et heurs de prélèvement		Humidité (%)	Norme d'entreprise (%)
Hile brute	/	0.070±0.017	1 maximum
Huile neutralisée	Prélevée à 9h30	Néant	/
	Prélevée à 11h40	Néant	/
	Prélevée à 14h30	Néant	/
Huile lavée	Prélevée à 9h30	0.32±0.17	0.2-0.5
	Prélevée à 11h40	0.21±0.035	0.2-0.5
	Prélevée à 14h30	0.25±0.06	0.2-0.5

**Tableau II :** Résultats d'analyse des impuretés.

Echantillon et heurs de prélèvement	Impuretés (%)	Norme d'entreprise (%)
Huile brute	0.15±0.043	1 max

**Tableau III :** Résultats d'analyse de l'acidité.

Echantillon et heurs de prélèvement		Acidité (%)	Norme d'entreprise (%)
Huile brute	9 h30	0.38±0.01	Max 2
Huile neutralisée	9h30	0.063±0.015	0.0-0.08
	11h30	0.07±0.01	0.0-0.08
	14h30	0.066±0.005	0.0-0.08
Huile lavée	9h30	0.07±0.006	0.05-0.1
	11h30	0.073±0.015	0.05-0.1
	14h30	0.073±0.006	0.05-0.1

## Annexe 03

Tableau IV : Résultats d'analyse de l'indice de peroxyde.

Echantillon et heurs de prélèvement		Indice de peroxyde (mqg/kg)	Norme d'entreprise (mqg/kg)
Hile brute	/	4.7 ±0.36	Max 10
Huile neutralisée	Prélevée à 9h30	3.4±0.2	
	Prélevée à 11h40	3.66±0.15	
	Prélevée à 14h30	3.76±0.15	
Huile lavée	Prélevée à 9h30	3.7±0.2	
	Prélevée à 11h40	3.76±0.21	
	Prélevée à 14h30	3.06±0.15	

Tableau V : Résultats d'analyse des traces de savon.

Echantillon et heurs de prélèvement		Traces de savon (ppm)	Norme d'entreprise (ppm)
Hile brute	/	/	/
Huile neutralisée	Prélevée à 9h30	1216±63.41	700-1200
	Prélevée à 11h40	1151±32.53	700-1200
	Prélevée à 14h30	1166±32.33	700-1200
Huile lavée	Prélevée à 9h30	25±3.05	30-50
	Prélevée à 11h40	38.33±3.05	30-50
	Prélevée à 14h30	32±3.05	30-50

## Résumé

L'huile brute de soja contient des substances indésirables, d'où la nécessité de les éliminer par un raffinage qui se déroule en plusieurs étapes et parmi lesquelles on cite : la neutralisation. C'est à cette étape que nous nous sommes intéressés ; l'étape la plus importante, mais celle qui engendre l'essentiel des pertes en huile au cours du raffinage chimique. Afin d'évaluer ces pertes et de comprendre ce qui les engendre précisément, on a effectué une succession d'analyses physicochimiques au sein du complexe CO.G.B Labelle.

Après l'étude qu'on a réalisée et selon les résultats d'analyses obtenus, on a constaté que les pertes en huile neutre au cours de la neutralisation sont en relation avec de nombreux facteurs, parmi lesquels on cite : le dosage de la soude, la température de l'huile et celles des eaux de lavage, la contre pression à la sortie du séparateur... etc. et afin de minimiser ces pertes et d'avoir un meilleur rendement, nous avons proposé quelques recommandations au responsable et aux personnel de la section raffinage des huiles.

**Mots clés :** huile de soja, raffinage, neutralisation, pertes en huile, pates de neutralisation, eaux de lavage, rendement.

## Abstract

Crude soybean oil contains undesirable substances, why the need to eliminate them by refining that takes place in several stages among which may be mentioned: neutralization. The most important step we are interested about, but one that causes the most losses in the chemical refining oil. In order to evaluate these losses and understand what causes specifically, we realized series of physicochemical analyzes in CO.GB Labelle factory.

After the study that was effected and after analysis of the results obtained, it was found that the loss of neutral oil in the neutralization are related to many factors, among which we quote: the sodium hydroxide content, temperature of the oil and the wash water, the pressure against the output of the separator and to minimize those losses and have a better performance, we propose some recommendations to the head and staff of the oil refining section.

**Key words:** Soybean oil, refining, neutralization, losses of oil, soapstocks, water washing, performance.