

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

جامعة محمد البشير الإبراهيمي - برج بوعريبيج

Université de Mohamed El-Bachir El-Ibrahimi - Bordj Bou Arreridj

Faculté des Sciences et de la Technologie

Département Génie de l'environnement

MÉMOIRE

Présenté pour l'obtention du **diplôme de MASTER**

En : Génie Des procédés de l'environnement

Spécialité : Gestion des Changements Environnementaux en méditerranée.

Par : - Mansouri Sabrina.

- Faidi Chaima.

Sujet

Analyse et Contrôle de la Qualité de l'Huile de Soja

Complexe Spa CEVITAL.

Soutenu publiquement, le 15 /06/2023, devant le jury composé de :

Mr : A.Hellati.

Mme :M.Merzougui.

Mr : Messis.

Pr.

Dr.

Pr.

Univ-BBA

Univ-BBA

Univ-BBA

Président

Examineur

Encadrant

Année Universitaire 2022/2023

Dédicaces

Quoi que je fasse ou que je dise, je ne saurai point te remercier comme

Il se doit, ton affection me couvre, ta bienveillance me guide et

Ta présence à mes côtés a toujours été ma source de force pour affronter les
différents obstacles. A ma très chère mère.

Je présente mon succès au plus précieux que j'ai perdu à mon cher père

Les mots ne peuvent vous remercier pour ce que vous m'avez donné.

Vous avez toujours été mon soutien et mon modèle, j'espère que

Vous Me verrez en termes de votre présence et sois fier de moi.

Au plus chère à mon cours, qui est toujours à mes coté

Mon soutien et mon modèle dans la vie, A Sami.

A mon cher frère Nour El-Islam, et mes très chères sœurs Nesrine, Houda, Yakin et
Hiba.

A ma grande mère, mes oncles et mes tantes. Que dieu leur donne une

Longue et joyeuse vie.

A' la plus proche amie sabrina , pour son soutien moral, sa patience et sa
compréhension tout au long de ce projet.

A mes belles amies Dounia, Amira, Wissam, Maroua, Warda et sondra

Merci pour leurs amours et leurs encouragements.

Chaima

Dédicaces

Avec l'expression de ma reconnaissance, je dédie ce modeste travail à ceux qui, quels que soient les termes embrassés, je n'arriverais jamais à leur exprimer mon amour sincère.

A l'homme, mon précieux offre du dieu, qui doit ma vie, ma réussite et tout mon respect : Mon cher père Ahmed Mansouri.

Aux deux femmes qui ont souffert sans me laisser souffrir, qui n'ont jamais dit non-âmes exigences et qui n'ont épargné aucun effort pour me rendre heureuse : Mes adorables mères Zahra, Ratiba.

A mes frères Saif, Mouhamed, Anes, Amir, Riad et mes chères sœurs Amira, Bassam, Mary, Safa.

A mes oncles et mes tantes, que dieu leur donne une longue et joyeuse vie

A tous les cousines, Meriem, Khaoula, Akila, les voisins et les amies Dounia, Amira, que j'ai connu jusqu'à maintenant.

A Ma Chère Chaima.

Merci énormément pour ton soutien plus que précieux, merci pour ton grand coeur toutes vos qualité qui seraient trop longues à énumérer, ma vie ne serait pas aussi magique son ton présence et ton amour, je t'aime de tout Mon cœur.

Sabrina

Remerciements

En préambule à ce projet, Nous Remercions ALLAH qui Aidez-nous et donnez-nous la patience et le courage durant ces longues années d'étude.

Ce travail est réalisé dans la structure d'accueil « Génie des procédés de l'environnement », dirigé par R. Ayache, professeur à la Faculté des sciences et technologies.

Nous adressons nos sincères remerciements à notre encadreur monsieur A. Messis, à qui nous exprimons toutes nos reconnaissances, de nous avoir encadré et encouragé tout le long de notre stage. Merci pour sa bonne volonté, sa patience et ses précieux conseils ainsi que pour la pertinence de ses remarques.

L'ensemble du personnel du Complexe Cévital pour leur soutien et leur Gentillesse particulièrement Mr Mourad et Mr Nait Chabane abde ELouhab et Mr Yazid et Mr Khaled, sans oublier les membres du laboratoire de la raffinerie des huiles et des eaux osmose celle packaging pendant toute la période du stage.

Nous ne saurons jamais assez remercier la lumière de notre vie, Nos parents, qui par leurs prières et leurs encouragements, nous avons réussi à surmonter tous les obstacles.

Nous exprimons aussi nos vifs remerciements aux membres de jury, professeurs A.Halletti et Mme Mezzougui, à la faculté des sciences et technologies, pour l'intérêt qu'ils ont porté à notre recherche en acceptant d'examiner notre travail et de l'enrichir par leurs remarques.

Pour conclure, nous souhaitons adresser Nos remerciements à tout l'ensemble du personnel du département de Génie de l'environnement de la faculté des sciences et technologies, aussi tous ceux qui de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce travail.

Résumé:

Les corps gras sont un des constituants de notre ration alimentaire quotidienne. Ils sont différents selon leur origine, leur consistance et leur rôle dans l'organisme. Ils comprennent les huiles, Qui extraite de la graine de soja. Mais à leur état brute la majorité de ces huiles présentent des défauts sur le plan nutritionnel. Ils contiennent des impuretés qui sont nocives à la santé, et qui doivent être éliminées au cours de raffinage Chimique.

Dans le but de conférer à ces huiles une saveur douce et une couleur appréciable pour le consommateur, ces huiles sont soumises à différentes opérations du processus du raffinage.

Ce présent travail exécuté au sein du complexe Cevital de Bejaia a pour objectif de suivre l'évolution des paramètres physico-chimiques des différentes étapes de raffinage Et les caractéristiques des eaux osmose utilisée dans ce processus.

l'huile de soja produite par Cevital est de bonne qualité.

Mots clés : huile végétale, soja, raffinage chimique, analyse physico-chimique, eaux osmose, osmose inverse.

Abstract

Fats are one of the constituents of our daily food intake. They are different depending on their origin, consistency and role in the body. They include oils, which is extracted from soybeans. But in their raw state the majority of these oils have nutritional defects. They contain impurities that are harmful to health, and that must be removed during chemical refining. In order to give these oils a mild flavor and a color appreciable to the consumer, these oils are subjected to different operations of the refining process. This present work carried out within the Cevital complex of Bejaia aims to follow the evolution of the physico-chemical parameters of the different stages of refining And the characteristics of the osmosis waters used in this process.

the soybean oil produced by Cevital is of good quality.

Keywords: vegetable oil, soybeans, chemical refining, physico-chemical analysis, osmosis water, reverse osmosis.

ملخص

الدهون هي واحدة من مكونات استهلاكنا الغذائي اليومي. وهي مختلفة حسب أصلها واتساقها ودورها في الجسم. وهي تشمل الزيوت المستخرجة من فول الصويا. ولكن في حالتها الخام، فإن غالبية هذه الزيوت لها عيوب غذائية. أنها تحتوي على شوائب ضارة بالصحة، والتي يجب إزالتها أثناء التكرير الكيميائي. من أجل إعطاء هذه الزيوت نكهة خفيفة ولون ملموس للمستهلك، تخضع هذه الزيوت لعمليات مختلفة لعملية التكرير. يهدف هذا العمل الحالي المنجز داخل مجمع سيفيتال بجاية إلى متابعة تطور المعلمات الفيزيائية والكيميائية لمختلف مراحل التكرير وخصائص مياه التناضح المستخدمة في هذه العملية. زيت فول الصويا الذي تنتجه سيفيتال ذو نوعية جيدة.

الكلمات المفتاحية: الزيوت النباتية، فول الصويا، التكرير الكيميائي، التحليل الفيزيائي الكيميائي، ماء التناضح، التناضح العكسي.

Table des Matières :

Introduction Générale :	1
Chapitre I : Généralité sur les corps gras	
I. Historique des corps gras :	3
II. Constitutions chimiques des corps gras :	3
II.1 Constituants majeurs :	4
II.2 Constituants mineur :	5
III. Classification des corps gras :	7
IV. Propriétés physico-chimique des corps gras :	8
IV.1 Propriétés physiques :	8
IV.2 Propriétés chimique :	9
V. Transformation des corps gras à des fins non alimentaires :	10
V.2. Utilisation industriel des corps gras :	11
V.3 Rôle des corps gras :	11
Chapitre II: Généralité sur les huiles végétales	
I. Définition des huiles végétales :	12
II. Constituants des huiles végétales :	12
III. Principales Classe des huiles végétales :	13
IV. Caractéristiques physico-chimique des huiles végétales :	13
V. Classification des huiles végétales :	13
VI. L'huile de Soja :	14
VII. Composition de la graine :	15
VIII. Procédés d'extraction des huiles de soja :	15
VIII.1 Extraction chimique par solvant :	16
VIII.2 Extraction mécanique par pression :	16
X. Composition de l'huile de soja :	17
XI. Exportation des graines et produits de soja :	19

XII. Qualité de l'huile de soja :	19
---	----

Chapitre III: raffinage des huiles végétales

I. Définition du raffinage :	20
II. But du raffinage :	20
III. Objectif du raffinage :	20
IV. Types de raffinage :	20
V. Etapes du raffinage chimique :	21

Chapitre IV: Les eaux Osmosées

Méthodes d'analyse titrimétriques des eaux osmosées :	26
I. Osmose directe :	26
II. Osmose inverse :	27
III. Procédé d'osmose inverse :	27
IV. Etapes du procédé :	27

Partie Expérimentale

I. Présentation de l'unité :	30
II. Implantation :	30
III. Conditionnement :	31
IV. Traitement des déchets :	31
V. Echantillonnage :	31
I. Méthodes d'analyse :	33
1.Acédité.....	33
2.Trace Des Savon.....	33
3.Chlorophyle.....	34
4.La Couleur.....	35
5.La Teneur en Phosphore.....	36
6.La Densité.....	37
7.Indice Diode.....	38
8.Indice Peroxyde.....	39

9.Impurté.....	40
10.Indice De Saponification.....	41
11.Humidité et matière volatile.....	42
II. Analyse physico-chimique des eaux.....	43
1. Le potentiel d'hydrogène.....	43
2.La conductivité.....	43
VI. Méthodes Titrimétriques :.....	43
1.Le titre hydrotimétrique total.....	43
2.Le titre hydrotimétrique calcique.....	44
3.Le titre alcalimétrique.....	45
4.Le titre alcalimétrique complet.....	46
5.les chlorures.....	47
Résultats des analyses physico-chimiques de l'huile de soja	49
1.Acédité.....	49
2.Trace Des Savon.....	51
3.La Couleur.....	52
4.Chlorophyle.....	53
5.Indice Peroxyde.....	54
6.La Teneur en Phosphore.....	55
7.Humidité et matière volatile et impurté.....	56
8.Indice Diode.....	57
9.Indice De Saponification.....	57
10.La Densité.....	59
II. Analyse physico-chimique des eaux.....	60
Conclusion :	62
Les Références Bibliographies :	63
Normes et références réglementaires :	67

Liste des abréviations :

A : acidité.

AG :Acide gras.

AGL : acide gras libre.

AGS : acide gras saturés.

AGIS :acide gras insaturés.

AGMI : acide gras mono-insaturés.

AGPI : Acide gras polyinsaturés.

C : carbone.

CIP :cleaning in place.

d²⁰ 20 : densité relative à 20 °C.

FAO : organisation pour l'alimentation et l'agriculture.

HB : huile brute.

Ii : Indice d'iode.

IP : Indice de peroxyde.

M2 : Mélangeur 2.

N : Normalité.

Ppm : partie par million.

S2 : Sécheur 2.

TAG : triacylglycérols.

Liste des figures :

Figure 1: structure des Glycérophospholipides	5
Figure 2: structure de α et β carotène	6
Figure 3: structure des chlorophylles a et b	7
Figure 4: Réaction de la Saponification.	9
Figure 5: classement des huiles végétales en fonction de Leurs Composition des Acides gras	12
Figure 6: Classement de quelques huiles végétales par catégorie d'acides gras [23].	14
Figure 7: La plante et le graine de soja	15
Figure 8: Etapes de l'extraction de l'huile de soja brute [53].	17
Figure 9: Schéma représentatif de deux étapes de dégomme et neutralisation.	22
Figure 10: Schéma représentatif de deux étapes de lavage et séchage.	22
Figure 11: Schéma représentatif du procédé de la décoloration.	23
Figure 12: Schéma représentatif du Procédé de la désodorisation.	24
Figure 13: schéma présentant les Opération de raffinage chimique [39].	24
Figure 14: schéma du processus de traitement de l'eau par osmose inverse.	29
Figure 15: carte de localisation du groupe cevital	30
Figure 16: Appareil de Spectrophotomètre UV-Visible	35
Figure 17: Colorimètre LOVIBOND	36
Figure 18: network GC system	38
Figure 19: l'évolution de l'acidité d'huile de soja au Différentes étapes de Raffinage.	50
Figure 20: Evolution de la teneur en traces de savon des différents échantillons d'huile de soja.	51
Figure 21: Résultats de la couleur de l'huile de soja au cours de raffinage.	53
Figure 22: Evolution de la chlorophylle des différents échantillons d'huile de soja.	54
Figure 23: résultats d'analyse de l'indice peroxyde de l'huile de soja au cours de raffinage.	55
Figure 24: Evolution de la teneur en phosphore d'huile de soja au cours du Raffinage.	56
Figure 25: Evolution de l'indice d'iode de l'huile de soja au cours du raffinage.	57
Figure 26: Evolution de l'indice de saponification de l'huile de soja au cours du raffinage.	58
Figure 27: résultats de la densité d'huile de soja au cours de raffinage chimique.	59

Liste des tableaux :

Tableau I: les principaux acides gras saturés _____	4
Tableau II: les principaux acides gras insaturé _____	5
Tableau III: classification des corps gras selon leur origine. _____	8
Tableau IV: Caractéristiques Physico-chimique De quelques huiles [22] _____	13
Tableau V: Composition moyenne des graines de soja entières.[28] _____	15
Tableau VI: Composition de l'huile de soja en acide gras. _____	18
Tableau VII: Composition de l'insaponifiable de l'huile de soja _____	18
Tableau VIII: Exportation des graines de soja et de produits de soja des principaux pays exportateurs (1000tones) Commerce De FAO [25]. _____	19
Tableau IX: Résultat de l'acidité de l'huile de soja au cours des différentes étapes de raffinage. _____	49
Tableau X: Teneur en traces de savon des échantillons d'huile de soja. _____	51
Tableau XI: Résultats d'analyses de la couleur pour l'huile de soja. _____	52
Tableau XII: Teneur en chlorophylle des échantillons d'huile de soja. _____	53
Tableau XIII: Résultats d'analyse de l'indice peroxyde de l'huile de soja. _____	54
Tableau XIV: Résultats d'analyse de la Teneur en phosphore de l'huile de soja. _____	55
Tableau XV: Résultat de l'indice d'iode des échantillons d'huile de soja. _____	57
Tableau XVI: Résultat de l'analyse D'indice de saponification réalisée pour les différents échantillons d'huile de soja. _____	58
Tableau XVII: Résultats Da la densité d'huile de soja. _____	59
Tableau XVIII: Résultats Des Analyse physico-chimiques à l'entrée et la sortie de l'unité osmose inverse. _____	60



Introduction Générale

Introduction :

Les corps gras sont consommés par l'homme depuis les temps les anciens. Ils sont un des constituants de notre ration alimentaire quotidienne, On en parle souvent comme s'ils étaient tous semblables et équivalents. En fait, ils sont différents selon leur origine, leur consistance, leur Composition, leur présentation et leur rôle dans l'organisme. Ils comprennent les huiles, graisses d'origine végétale ou animale, les beurres et les margarines [1]

Environ 79 % des 100 millions de tonnes des huiles de table sont produites dans le monde annuellement à partir des plantes, et désignées sous le nom des huiles végétales[2].

Les huiles végétales brutes contiennent un certain nombre de constituants mineurs et même de contaminants qu'il faut éliminer. Une technologie récente appelée « raffinage chimique» a été mise en œuvre [3] afin de fournir au consommateur un produit d'aspect engageant, au goût neutre et résistant à l'oxydation [4].

Le raffinage des huiles végétales est une suite d'opérations qui ont pour but d'éliminer les composés indésirables existants dans l'huile, il est réalisé en plusieurs étapes (dégommage, neutralisation, décoloration, désodorisation).

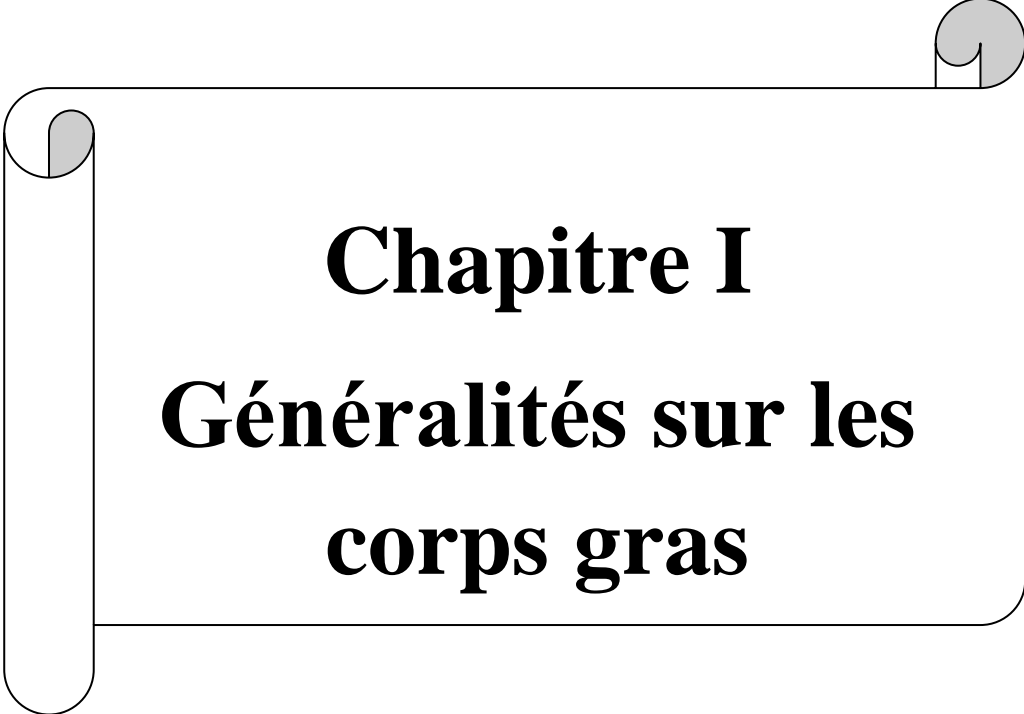
La neutralisation est une étape du procédé de raffinage de l'huile, son objectif principal est d'éliminer les phospholipides et les savons par dégommage, séchage et lavage. Ce dernier est Effectuée par l'eau osmose qui est dépourvue de certaines substances indésirables telles que les sels minéraux, les bactéries, les virus..., ils nécessitent à des traitements spécifique lorsque La qualités physico-chimiques ne répondent pas aux exigences de processus de production [5].

L'agroalimentaire CEVITAL est utilisée la technique de l'osmose inverse qui est une technique de filtrations membranaires car il est le plus efficace.

Le stage effectué au niveau du complexe CEVITAL de Bejaia a pour objectif le suivi du procédé de raffinage chimique de l'huile de soja et réalisée les analyse physico-chimiques au de différentes étapes de raffinage, à pour but de contrôler la conformité par rapport aux normes de l'entreprise de l'ISO. Et nous avons effectué un stage pratique au niveau du laboratoire des eaux de l'unité d'osmose inverse du complexe pour objectif le suivi physico-chimique des eaux de forage et des eaux osmoses pour but de déterminer l'efficacité de l'osmose inverse.

Notre travail est Organisée en deux partie : la partie théorique est consacré aux généralités sur les corps gras et généralités sur les huiles végétale y compris l'huile de soja ainsi que le procédé de raffinage chimique, tout en mettant l'accent sur l'étape de neutralisation et l'eau osmose. La partie expérimentale est consacrée à la présentation du complexe CEVITAL et les différentes

méthodes d'analyses utilisées. Ensuite, nous aborderons la discussion des différents résultats obtenus au cours de cette étude. Et en termine par une conclusion générale.



Chapitre I
Généralités sur les
corps gras

Les corps gras sont diverses matières fluides ou concrètes, plus ou moins colorées, onctueuses, inflammables, susceptibles à l'état concret de se liquéfier sous l'action de la chaleur, peu ou point solubles dans l'eau et dans l'alcool, et formant des savons avec les alcalis. Les corps gras sont d'origine végétale ou animale.[6]

Les corps gras sont des composés du carbone, de l'hydrogène et de l'oxygène, qui appartiennent à la catégorie des esters, combinaison d'un trialcool, le glycérol, et d'acides organiques particuliers, les acides gras [7].

I. Historique des corps gras :

Au travers les textes les plus anciens, on trouve trace de cette connaissance. Si les égyptiens savaient isoler les huiles et les graisses et les utiliser à diverses fins. Les usages que les hommes de ces temps faisaient des Lipides, notamment en cosmétologie et en médecine ainsi, il ressort que les anciens savaient clairement différencier les propriétés particulières des différents corps gras [8].

Les premiers physiologistes avaient observé les sites où les graisses se déposent préférentiellement. Ils avaient été surpris de la rapidité avec laquelle les dépôts adipeux peuvent disparaître en situation de dénutrition. Ils avaient également constaté la différence importante des dépôts de graisse entre animaux domestiques et animaux sauvages, ou entre l'animal au repos et l'animal au travail, même bien nourri [8].

En 1813, Chevreul travaille à l'analyse d'un savon préparé à partir de graisse de porc et de potasse. C'est le point de départ qui va se dérouler sur dix ans. En 1823 qu'est publié le traité « Recherches chimiques sur les corps gras ». D'une solution de savon dans l'eau suffisamment diluée Chevreul obtient une précipitation sous forme de paillettes brillantes. Et montre que « dans la graisse les acides sont combinés avec l'eau pour donner le principe sucré que j'appelle la glycérine ». Pelouze assure une suite aux travaux de Chevreul. Il démontre que la glycérine est bien un alcool {1836} Ensuite, Marcelin Berthelot élève de Pelouze, devait continuer sur cette voie et présenter en 1854 sa thèse : « Mémoire sur les combinaisons de la glycérine et des acides et sur la synthèse des principes immédiats des corps gras neutres ». A la fin du XIX^e siècle, on peut dire que l'essentiel sur la constitution, la structure des corps gras est connue. [8].

II. Constitutions chimiques des corps gras :

Les corps gras sont majoritairement constitués de lipides :

II.1 Constituants majeurs :

II.1.1 Triglycérides :

Un triglycéride est constitué d'une molécule de glycérol estérifié par trois molécules d'acides gras semblables ou différents. Selon la combinaison et l'assemblage des acides gras sur le glycérol, le triglycéride aura une structure différente et pourra être monoacide, diacide ou triacide. La position 2 sur le triglycéride (C2 asymétrique) a une valeur particulièrement importante au niveau nutritionnel [9].

II.1.2 Les Acides gras :

Ce sont des acides organiques faibles qui ne possèdent qu'une seule fonction acide organique (carboxyle) par molécule et sont formés de carbone à nombre presque toujours pair, généralement compris entre 4 et 30. Ils représentent 0.5% de la masse molaire des lipides totaux. Ils peuvent être saturés ou insaturés [9].

II.1.2.1 Acide gras saturés :

Acides gras saturés : Ils ont pour formule générale $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_n-\text{COOH}$, sont solides à température ambiante. Les plus rencontrés sont l'acide palmitique (C16:0) et l'acide stéarique (C18:0) [10].

Tableau I: les principaux acides gras saturés

Symboles	Nom courant	Nom systématique	Structure
C12 :0	Acide laurique	Acide dodécanoïde	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{COOH}$
C14 :0	Acide myristique	Acide tétradécanoïque	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{12}\text{COOH}$
C16 :0	Acide palmitique	Acide hexadécanoïque	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{COOH}$
C18 :0	Acide stéarique	Acide octadécanoïque	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$
C20 :0	Acide arachidique	Acide eicosanoïque	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{18}\text{COOH}$
C 22 :0	Acide béhénique	Acide docosanoïque	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{20}\text{COOH}$
C24 :0	Acide lignocérique	Acide tétracosanoïque	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{22}\text{COOH}$

II .1.2.2 Acides gras insaturés: Ils sont fluides à température ambiante. On a deux catégories

- Acides gras mono insaturés : deux atomes de carbone consécutifs de la molécule sont unis par une double liaison ; exemple : l'acide oléique (C18 :1).
- Acides gras polyinsaturés : plusieurs atomes de carbones consécutifs de la molécule sont unis par des doubles liaisons ; exemple : l'acide linoléique (C18 :2), l'acide linoléique (C18 :3) [10].

Tableau II: les principaux acides gras insaturé

Symboles	Nom courant	Nom systématique
C16 :1	Acide palmitoléique	Acide 9-hexadécénoïque
C18 :1	Acide oléique	Acide 9-octadécénoïque
C18 :2	Acide linoléique	Acide 9,12-octadécanoïque
C18 :3	Acide α-linoléique	Acide 9,12,15-octadécatrienoïque
C18 :3	Acide linoléique	Acide 9,6,12-octadécatrienoïque
C20 :4	Acide arachidonique	Acide 5,8,11,14-eicosatétraéinoïque

II.2 Constituants mineur :

II.2.1 Phospholipides :

Ce sont des esters de glycérol dont une fonction alcool est naturellement estérifiée par une molécule d'acide phosphorique, elle-même associée à une amine ou à un sucre. Ces molécules sont dites amphiphiles car elles possèdent un pôle hydrophile et un pôle lipophile et ont donc des propriétés émulsifiantes [8].

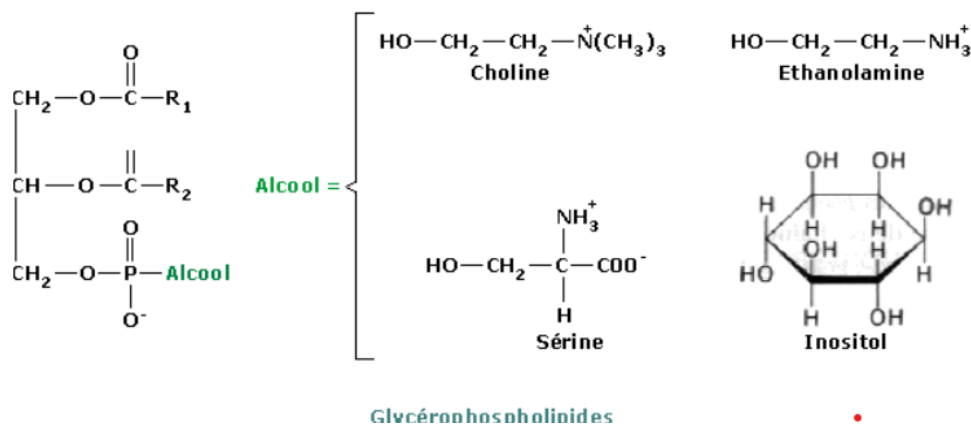


Figure 1: structure des Glycérophospholipides

II.2.2 Insaponifiable :

On entend par matières insaponifiables d'un corps gras L'ensembles des produits présents dans ce corps gras qui après saponification de celui-ci par un hydroxyde alcalin, extraction par un solvant spécifié et élimination de ce dernier, restent non volatils dans les conditions opératoires décrites par les différentes méthodes officielles en vigueur [11].

La proportion d'insaponifiable varie pour un corps gras non raffiné (brut) de 0,2 à 2% (moyenne aux environs de 1%) [9].

II.2.3 Tocophérols :

On reconnaît depuis longtemps aux tocophérols dont la vitamine E un rôle d'antioxydant naturel particulièrement vis-à-vis des acides gras polyinsaturés. Les huiles végétales fluides en contiennent des quantités notables. Les oxydants ont un rôle protecteur vis-à-vis de l'athérosclérose (les artères qui se bouchent) mais aussi anti-âge et peuvent exercer une protection contre l'apparition de certains cancers ou de la cataracte [12].

II.2.4 Pigments :

Les carotènes, caroténoïdes et chlorophylles contribuent à la couleur des huiles: ces pigments naturels sont éliminés en grande partie par le raffinage. A titre indicatif, l'huile de palme particulièrement riche en carotènes en contient de 500 à 800 mg/kg [13].

• **Les caroténoïdes :** Les caroténoïdes sont des pigments liposolubles, colorés en jaune orangé ou rouge, que l'on rencontre dans de nombreux tissus végétaux. Ils sont susceptibles d'être métabolisés et stockés par l'organisme animal. Ils comportent les carotènes et les xanthophylles. Les principaux carotènes rencontrés dans les huiles végétales sont les α et β -carotènes représentés sur la figure [8].

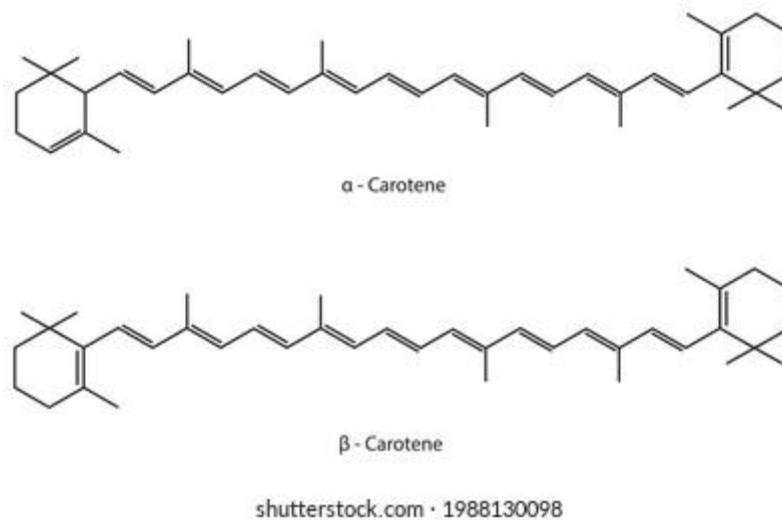


Figure2: structure de α et β carotène

• **Chlorophylles :** Les Chlorophylles "a" $C_{55}H_{72}N_4Mg$ et "b" $C_{55}H_{70}O_6Mg$ présentes dans les chloroplastes des plantes supérieures, sont des pigments dont la structure diffère très peu. Les deux chlorophylles ont un noyau tétra pyrrolique semblable à celui de l'hème, mais avec un atome de Mg^{2+} au centre. Une longue chaîne latérale hydrocarbonée phytyle (en C_{20}) confère à la molécule un caractère liposoluble.

Les Chlorophylles apparaissent comme le pigment majeur responsable de la réaction photosynthétique car son spectre d'absorption qui présente 2 pics à 430 et 680nm coïncide assez

bien avec la courbe optimale d'efficacité de la lumière dans la photosynthétique en fonction de la longueur D'onde.

Les chlorophylles sont associées à certaines protéines des thylacoides, vésicules aplaties interconnectées des Chloroplastes, pour former différents complexes pigments-Protéines [14].

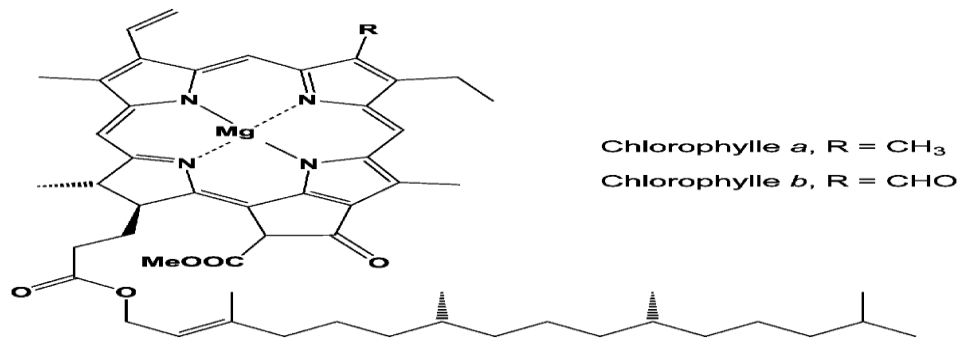


Figure3: structure des chlorophylles a et b

II.2.5 Cires :

Les cires naturelles sont des esters d'acides gras et de mono alcoolsaliphatiques, sont présentes chez :

- Les animaux, surtout marins supérieurs ou elles peuvent prendre la forme de véritables dépôts, et les poissons.
- Les végétaux, contribuant à la formation de couches protectrices des graines et des fruits, s'accumulant parfois dans certains tissus [14].

III. Classification des corps gras :

Les corps gras, par définition riches en lipides, sont classés à la fois selon leur origine (Animale, végétale, ou mixte) et selon leur consistance :

III.1 Selon Leur origine :

Tableau III : classification des corps gras selon leur origine.

Origine	Végétales		Animale	Mixte
	Pulpes de fruits ou gaines d'oléagineux		Tissus adipeux, Graisses ou scutanées et d'organes	Huiles végétales Hydrogénées, graisses de poissons ou Animales
Consistance Huiles	Huile Fluides	Huiles Concrètes	Matières Grasses Concrètes	Matières Grasses Concrètes.
Exemples	Arachide Tournesol Colza Soja Maïs Cotonnier Germe de maïs Pépins de raisins Noix Noisettes Amandes Olives	Palme Palmiste Coprah Margarines Végétales (Fruit d'or) Végétaline (coprah)	Beurre Saindoux Graisses : de bœuf De rognons d'oie De canard De volailles Shortenings pour fritures profondes (GAT 10, lardex, blanc d'œuf)	Margarines courantes Shortenings divers ou produits blancs

- Les huiles végétales fluides : Etat liquide à température ambiante.
- Les huiles végétales concrètes : Etat solide à température ambiante.
- Shortenings pour fritures profondes : Matières désodorisées et raffinées pour l'industrie [15].

III.2 Selon leur consistance :

- Les corps gras durs ou solides à la température ambiante +15 °C.
- Les corps gras fluides à la température ambiante [15].

IV. Propriétés physico-chimique des corps gras :

IV.1 Propriétés physiques :

IV.1.1 Aspect :

Les corps gras purs sont incolores, mais ils sont plus ou moins colorés en jaune ou en brun. Les corps gras d'origine végétale renferment toujours de la chlorophylle. Ils n'ont ni saveur ni odeur. Mais en général, à l'état de pureté les corps gras possèdent l'odeur des matières qui les ont fournis. Leur consistance est variable [16].

IV.1.2 La Solubilité :

Tous les corps gras sans exception sont facilement et complètement solubles dans l'éther, le benzol, le Chloroforme, la sulfure de carbone ; mais ils sont insolubles dans l'eau et ne se mélangent pas avec elle.

IV.1.3 La Densité : La densité des huiles végétales varie de 0.915 à 0.964. Leur densité est Inférieur à celle de l'eau [16].

IV.1.4 La Viscosité :

Les corps gras, les huiles en particulaire sont plus ou mois visqueux, et leur viscosité dépend de la température. Elle augmente avec le poids moléculaire et diminue avec l'augmentation de L'insaturation [16].

IV.1.5 Le point de fusion :

Le point de fusion ou l'état physique des acides gras dépend de deux critères : la longueur de la chaine et le taux d'insaturation. Le point de fusion augmente avec l'augmentation de la longueur de la chaine et diminue avec l'augmentation de nombre de doubles liaisons. Les huiles fondent vers 10°C, le beurre à 20°C et les graisses vers 40°C [17].

IV.2 Propriétés chimique :

IV .2.1 La saponification :

La saponification est une réaction chimique transformant un ester en ion carboxylate et en alcool. Il s'agit en fait de l'hydrolyse d'un ester en milieu basique. Cette réaction permet la synthèse du savon[8].

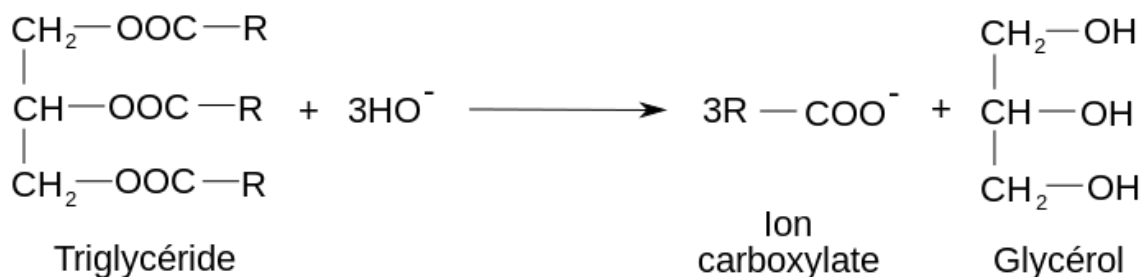
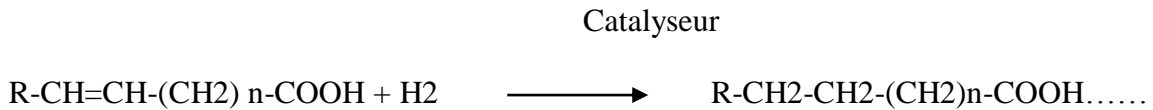


Figure4: Réaction de la Saponification.

IV.2.2 Hydrogénation :

A 100°C, et en présence de nickel réduit comme catalyseur, l'hydrogène H2 pet se fixer sur les doubles liaisons et les saturer. Les acides gras insaturés seront donc saturés. L'hydrogénation

peut être totale ou partielle et sélective. Quand l'hydrogénation est sélective, elle a pour but d'augmenter la stabilité du corps gras en élevant son point de fusion [8].



IV.2.3 Oxydation :

Tous les corps gras présentent une certaine affinité pour l'oxygène O₂. Leur oxydation est d'autant plus importante qu'il y'a de doubles liaisons. Les acides gras saturés ne s'oxydent qu'à partir de 60°C. Tandis que les acides gras insaturés s'oxydent même à température ambiante. L'oxydation des corps gras commence toujours par la formation de peroxydes instables qui se fragmentent rapidement pour donner lieu à des composés oxygénés à chaîne courte volatils : Aldéhydes et cétones. Ces composés sont responsables de l'odeur et du goût désagréables du rancissement [8].



IV.2.4 Interestérisation :

L'interestérisation correspond à la modification de la structure glycéridique des corps gras par réarrangement moléculaire des acides gras sur le glycérol. Elle devient une technique de transformation de plus en plus importante qui a pour but de modifier le comportement à la fusion d'une huile ou d'une graisse sans modifier la composition des acides gras. Il est nécessaire la présence d'un catalyseur [8].

V. Les Transformation des corps gras à des fins non-alimentaires :

V.1 Huiles Siccatives Et Semi-Siccatives :

L'oxydation des huiles végétales siccatives et semi-siccatives est une Méthodes rapide pour polymériser les huiles végétales ayant un indice d'iode de l'ordre de 90 à 200.

L'oxydation des huiles ayant un indice d'iode inférieur à 90 ne semble pas avoir reçu D'application ce qui peut être attribué au faible taux d'acides gras contenu dans les suif, palme, palmiste et coprah. Pratiquement, les huiles sont portées à une température comprise entre 100 et 150°C sous la pression atmosphérique [8].

Les huiles ayant subi un traitement d'Ox polymérisation se caractérisent par [8] :

- La viscosité.
- L'acidité.
- L'indice d'iode résiduel.

- L'indice d'hydroxyle.

V.2.Utilisation industriel des corps gras :

Les corps gras sont utilisés dans plusieurs domaines industriels Autre que l'alimentation humaine :

- Ils sont utilisés comme produits tensioactifs ou agents de surface-actifs.
- Liants pour revêtement de surface.
- Additifs pour matières plastiques.
- Produits cosmétiques.
- Utilisation des corps gras dans les produits d'entretien pour les métaux, les meubles.
- Les corps gras et leurs dérivés dans l'industrie de cuire, sont utilisés pour redonner aux fibres de la peau, la mobilité qu'elles ont perdues par le tannage.
- Industrie de l'alimentation animale.
- Les tourteaux provenant des huiles sont utilisés comme matière de base des industries de l'alimentation du bétail [15].

V.3Le rôle des corps gras :

- Les acides gras constituent principalement une source d'énergie (1 g de lipides = 9 kcal) et participent au bon fonctionnement de l'organisme et des différents systèmes métaboliques
- Ils sont vecteurs des vitamines liposolubles A, D, E et K [18].
- Ils ont un rôle structural dans la constitution des phospholipides membranaires. Ils permettent d'assurer leurs fluidités et de maintenir l'équilibre entre les échanges internes/externes de la cellule et d'empêcher la pénétration de certains ions chimiques et/ou organismes dangereux (bactéries, virus et parasites) [18].
- Anti-inflammatoire et de protection du système cardio-vasculaire et cérébral [19].

A decorative graphic of a scroll with a black outline and grey shading on the top and bottom edges, containing the chapter title.

Chapitre II

Généralités sur les huiles végétales

I. Définition des huiles végétales :

Les huiles végétales sont des substances naturelles issues des graines et des fruits oléagineux. Ce sont des composés organiques non-volatiles, hydrophobes et parfois amphiphiles, insolubles dans l'eau et solubles dans les solvants organiques non-polaires [20].

Il fait partie de la constitution naturelle de certaines plantes cultivées ou non. Une huile végétale est extraite de la plante et elle est obtenue par première pression à froid. Il y a deux sources principales possibles de la plante : les graines et les fruits. Les plantes riches en huile sont appelées des oléagineux ou plantes oléagineuses [20].

II. Les constituants des huiles végétales :

Les huiles végétales sont principalement constituées de triglycérides (> 95 %), encore appelés triacylglycérols (TAG). Elles peuvent également contenir des vitamines liposolubles et, lorsqu'elles ne sont pas raffinées, des phytostérols, des pigments naturels et des phospholipides. Les acides gras (AG) constitutifs des TAG diffèrent entre eux par la longueur de la chaîne carbonée et le nombre de doubles liaisons entre 2 atomes de carbone (C), ces liaisons se trouvant naturellement sous la forme cis (ou Z). On trouve ainsi des acides gras à chaînes courtes (AGCC : 4 à 6 atomes de C), moyennes (AGML : 8 à 12 C), longues (AGCL : 14 à 18 C) et très longues (AGCTL : 20 C ou plus). Ils peuvent être saturés (AGS) c'est-à-dire sans aucune double liaison, mono-insaturés (AGMI) ou polyinsaturés (AGPI) selon le nombre de doubles liaisons. Les huiles végétales se caractérisent par leur composition en ces différents acides gras [21].

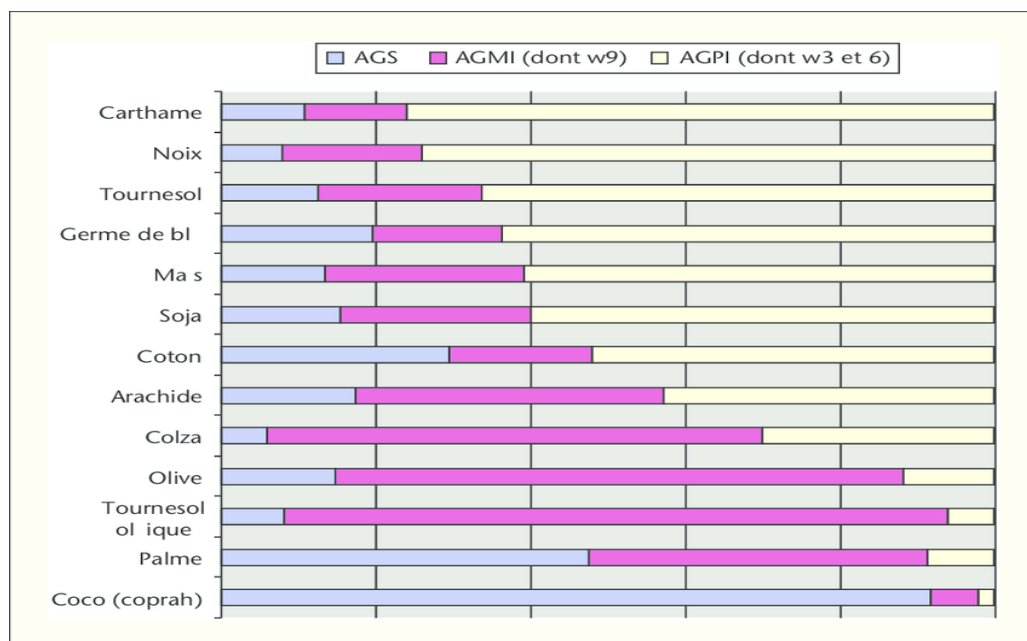


Figure 5 : classement des huiles végétales en fonction de Leurs Composition des Acides gras

III. Les Principales Classe des huiles végétales :

- **Huiles fluides :**

Les huiles dites fluides sont nommées comme cela en raison de leur capacité à rester liquide à température ambiante, La plupart des huiles que l'on consomme appartiennent à cette famille (huile d'olive, de tournesol, de colza, de noix, de noisette, de pistache, de germe de maïs).[21]

- **Huiles concrètes :**

Les huiles concrètes sont des huiles qui figent à température ambiante (au alentour de 15°C), elles peuvent presque être considérées plus comme des graisses que des huiles.

Elles sont extraites à partir de palme, de palmiste et de coprah (noix de coco). Contenant surtout des acides gras saturés [21].

IV. Les Caractéristiques physico-chimique des huiles végétales :

Les caractéristiques Physico-chimique de quelques huiles végétales sont données dans le tableau suivant :

Tableau IV: Caractéristiques Physico-chimique De quelques huiles [22]

Huile	Point de fusion(C°)	Densité (kg /m)	Viscosité (Pa.s)
Huile De Tournesol	-15	0.94	66
Huile De Maïs	-18 à -10	0.90	65-72
Huile De Soja	-15	0.91	57-76
Huile De Colza	2	0.91	98

V. Classification des huiles végétales :

Les huiles végétales se répartissent en quatre principales familles selon leurs compositions en acides gras:

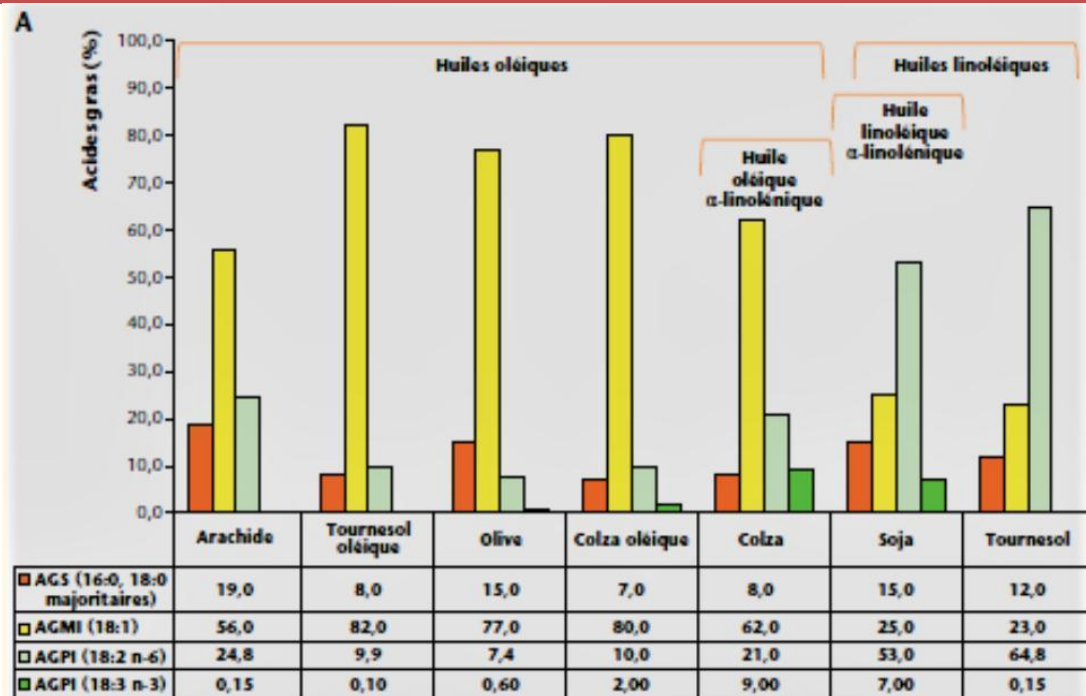


Figure6: Classement de quelques huiles végétales par catégorie d'acides gras [23].

- Famille oléique ou cet acide gras, principal représentant des acides gras monoinsaturés (AGMI), est majoritaire : huiles d'olive, d'arachide, de noisette, les variétés de tournesol et de colza riches en acide oléique et l'huile de colza elle-même.
- Famille linoléique ou cet acide gras (C18:2 oméga-6), polyinsaturé (AGPI), est majoritaire : huiles de soja, de tournesol, de germe de maïs et de pépins de raisin.
- Famille α -Linoléique ou cet acide gras (C18:3oméga-3/AGPI) est présent en quantité significative : huiles de colza, de soja, de noix et de lin.
- Famille des corps gras riches en acides gras saturés (AGS) avec leurs principaux représentants (C12:0, C16:0, C18:0) présents en quantité moyenne à forte : les huiles de palme, les huiles de palmiste et de coprah riches en acide Laurique (C12:0), le beurre de cacao [23].

VI. L'huile de Soja:

VI.1 matière première:

Le soja [*Glycine max (L.) Merrill*] : est une légumineuse de la famille des Fabaceae. Est originaire d'Asie orientale. Probablement de Chine septentrionale et centrale. Elle a une hauteur de 20 à 180 cm avec des feuilles larges et une tige poilue, à maturité elle produit des gousses de 2 à 3 graines ont une forme sphérique à ovale. Le soja est cultivé pour l'alimentation humaine depuis milliers d'années en Chine ainsi que dans d'autres pays d'Asie orientale et sud-Orientale, Il constitue jusqu'à ce jour un élément important du régime alimentaire et la principale source d'huile alimentaire [25].



Figure I: La plante et le grain de soja

VII. Composition de la graine :

Les graines de soja apportent des fibres et des protéines de bonne qualité, leurs Composition est la meilleure parmi toutes les légumineuses, car elles contiennent tous les acides aminés essentiels et la digestibilité de ses protéines est de 98 % [26].

Tableau V: Composition moyenne des graines de soja entières.[27]

Composants	Graines entières Sèches (%)	Graines décortiquées (%)
Huile	18	20
Protéines	37	38
Cendres	5	5
Phospholipides	2	2
Humidité	11	9
Glucides	27	26

VIII. Procédés d'extraction des huiles de soja :

L'huile contenue dans les graines de soja a été généralement extraite au Moyenne de presses hydraulique, de presses mécaniques et par le procédé d'extraction au solvant.

VIII.1 Extraction chimique par solvant :

La plupart des industries modernes d'extraction de l'huile utilisent le procédé d'extraction au solvant, et le solvant le plus couramment utilisé est l'hexane. La première étape de ce procédé consiste à transformer les graines en flocons placés dans un extracteur par percolation à écran de vapeur. Le solvant 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. L'huile de soja brute est obtenue après élimination de l'hexane du miscella. Ce procédé est réalisé dans un évaporateur à vapeur à double effet. L'huile de soja brute est ensuite soumise à un raffinage [46].

VIII.2 Extraction mécanique par pression :

C'est une opération qui consiste à presser la matière première dans des presses à vis en continu. A la fin on obtient d'une part « l'huile brute » et d'autre part, un résidu solide ou «tourteau» qui contient 10 à 20 % d'huile, ses étapes sont comme suivantes [47].

VIII.2.1 Réception et nettoyage des graines :

Lorsque les graines arrivent à l'usine, elles se mettent dans des fosses afin de subir un nettoyage. Les fèves sont nettoyées pour éliminer la terre, les résidus végétaux et d'insectes ainsi que d'autres contaminants. Des machines qui nettoient et séparent, comprenant une trémie de réception, un ventilateur et un groupe de tamis vibrants, éliminent les contaminants [47].

VIII.2.2 Séchage:

Il est indispensable que la partie non grasse ne comporte pas une humidité atteignant 15 %. Un séchage est aussi nécessaire pour le décorticage. Pour le soja, on sèche à niveau de 10 % puis les graines séchées sont stockées dans un silo où elles séjournent 1 à 3 jours. Sans cette maturation qui permet l'équilibrage de l'humidité, les coques se séparent mal au décorticage [47].

VIII.2.3 Décorticage :

L'intérêt du décorticage est d'éliminer les matières sans valeur pour l'alimentation animale, mais surtout de faciliter les traitements ultérieurs. Le décorticage sera réalisé en fonction de la matière protéique et de l'huile contenue dans la graine pour arriver à avoir un tourteau entre (48 à 50 %) de matières profitables (protéine, lipides, protéines + matières grasses). Pour le soja, la coque se sépare facilement, l'amande et la coque constituent des mélanges qu'il faut dissocier avec des tamis. Le concassage grossier se fait sur des concasseurs à 4 cylindres cannelés [47].

VIII.2.4 Concassage :

Les fèves sont concassées par le passage entre deux cylindres crénelés qui fragmentent chaque graine en 2 puis en 4 morceaux et détachent la coque de l'endosperme afin de déchirer les cellules qui contiennent l'huile à extraire [47].

VIII.2.5 Aplatissage :

Le concassage est suivi d'un aplatissage sur cylindres lisses. Une température de 65°C est nécessaire pour avoir l'état thermoplastique indispensable pour fournir des flocons qui ne s'effritent

pas. Cette température servira d'ailleurs de source de chaleur pour l'extracteur qui, doit travailler à plus de 52°C pour des raisons de sécurité mais aussi parce que l'extraction est meilleure à chaud qu'à froid [47].

VIII.2.6 Chauffage :

Les fragments d'endosperme sont tous d'abord soumis à une chaleur sèche de 65°C environ afin de les assouplir et de pouvoir ensuite les transformer en flocons sans créer trop de fines [47].

VIII.2.7Floconnage :

Afin de faciliter l'extraction de l'huile, la chair passe à travers un groupe de cylindres rotatifs en acier et fournit des flocons d'environ 0,3 mm d'épaisseur. L'opération de floconnage produit suffisamment de pression pour que les cellules de la fève soient brisées, ce qui permet au solvant de pénétrer dans tous les morceaux de fève et d'en extraire ainsi l'huile [47].

VIII.2.8Séchage :

Il est souhaitable de sécher l'huile pour avoir moins de 0,1 % d'humidité, il se fait toujours par pulvérisation de l'huile chauffée à 80 - 90°C dans une enceinte sous un vide de l'ordre de 50 mm de mercure [48].

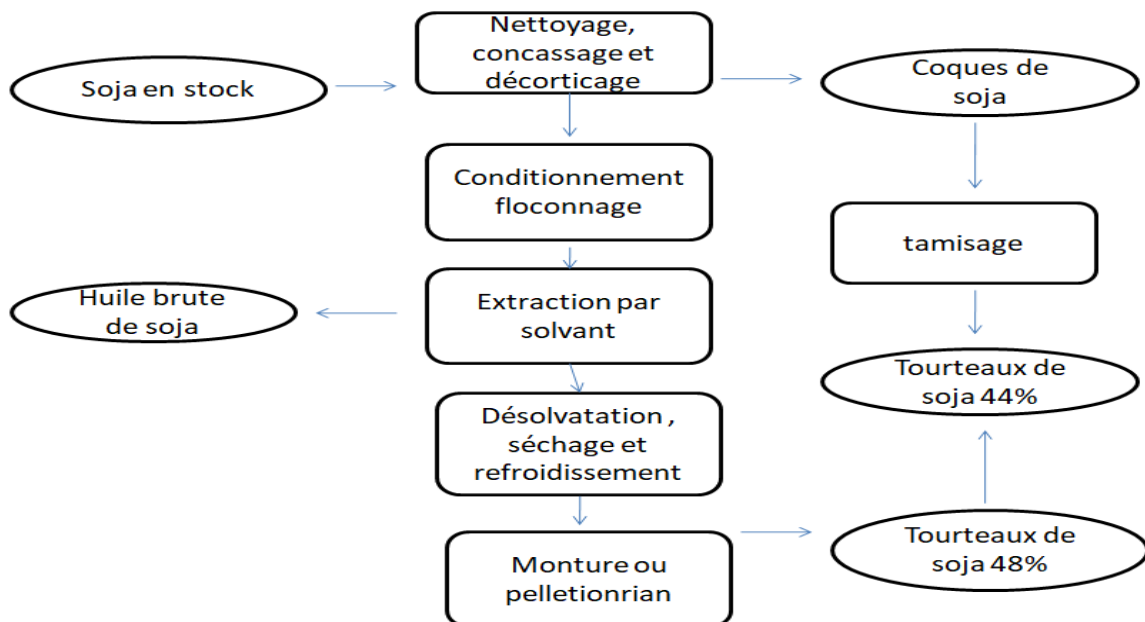


Figure8: Etapes de l'extraction de l'huile de soja brute [51].

X. Composition de l'huile de soja :

X.1 En acides gras :

L'huile de soja est une huile très polyinsaturée. Comme toute huile végétale, elle est exempte de tout cholestérol et très pauvre en acides gras saturés [27].

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

Acide gras		Teneur (% massique)	Teneur moyenne (% massique)	
Saturé	Laurique	C12	0.1	
	Myristique	C14	<0.5	
	Palmitique	C16	7 à 12	
	Stéarique	C18	2 à 5.5	
	Arachidique	C20	1.0	
	Béhénique	C22	0.5	
	Total		10 à 19	15.0
Insaturé	Palmétoléique	C16.1	<0.5	0.3
	Oléique	C18.1	20 à 50	22.8
	Linoléique	C18.2	35 à 60	50.8
	Linoléinique	C18.3	2 à 13	6.8
	Eicosinoïque	C20.1	1.0	
	Total		81 à 90	85.0

X.2 En insaponifiable :

La partie insaponifiable de l'huile présente 1.6% dans l'huile brute et 0.6 à 0.7% dans l'huile raffinée. Elle se compose essentiellement de stérols et de tocophérols [28].

Tableau VII: Composition de l'insaponifiable de l'huile de soja

Insaponifiable : 0.5 - 1.6 %			
Composition de stérols (% des stérols totaux)		Composition des tocophérols (% des tocophérols totaux)	
Stérols (en mg/ 100g)		Hydrocarbures (en.Mg/ 100g)	
Composition des stérols : (En % des stérols totaux)	250 - 418	Tocophérols(enmg /100)	80 – 167
		Composition des tocophérols :(en % des tocophérols totaux)	
Cholestérol	< 1	Alpha tocophérol	
Brassicastérol	-	Beta tocophérol	5 – 10
Campastérol	19 - 23	Gamma tocophérol	2 – 3
Stigmastérol	17 - 19	Delta tocophérol	44 –60
β Sitostérol	47 – 59		30 – 43

XI. Exportation des graines et produits de soja :**Tableau VIII: Exportation des graines de soja et de produits de soja des principaux pays exportateurs (1000tones) Commerce De FAO [24].**

Pays	Graines de soja	Tourteaux de soja	Huiles de soja
E.U	21328	5928	623
Bresil	3023	7802	969
Argentine	1291	3706	721
Monde	28829	24405	3993

XII. Qualité de l'huile de soja :

Les valeurs typiques et / ou recommandées (maximum) pour les paramètres de qualité de l'huile brute de soja sont :

- Acides gras libres (AGL) : 2 à 3g d'acide oléique /100g.
- Phosphatides : 700 à 800 ppm de phosphore pour l'huile brute d'extraction, 200 ppm de phosphore maximum pour l'huile brute démulcinée.
- Humidité et matière volatiles : 0.15% en masse pour l'huile brute d'extraction, 0.10 % en masse pour l'huile brute démulcinée.
- Indice de peroxyde : 50 Méq / Kg max [27].



Chapitre III
Raffinage des huiles
végétales

I. Définition du raffinage :

Le raffinage des huiles brutes se doit de garantir au consommateur un produit d'aspect engageant, neutre de goût résistant à l'oxydation, adapté à l'emploi désiré et débarrassé de ses substances toxiques ou nocives. Il doit respecter au mieux un certain nombre de composés qu'il est souhaitable de conserver dans le produit final. Enfin, malgré la complexité de la chimie des corps gras, il doit éviter que ne se produisent des réactions secondaires susceptibles d'introduire dans la matière grasse raffinée des composés indésirables [29].

II. But du raffinage :

Le raffinage a pour but de maintenir ou d'améliorer les caractères organoleptiques (goût et odeur neutres, limpidité, couleur jaune clair), nutritionnels et la stabilité des corps gras. Pour ce faire, il met en œuvre plusieurs étapes pour éliminer des composés indésirables (gommes, cires, acides gras libres, pigments, traces métalliques, composés odorants volatils) et les contaminants potentiellement présents dans les matières premières, tout en maîtrisant la formation de nouveaux composés indésirables par hydrolyse, oxydation ou isomérisation [29].

III. Objectif du raffinage :

Éliminer les produits indésirables (cités ci-dessous) pour avoir un produit d'un bon niveau de pureté et de stabilité [30] :

- Produits d'oxydation et de décomposition.
- Les phosphatides et les métaux.
- Les résidus d'herbicides et de pesticides.
- Autres produits mineurs.
- Réduire le niveau de couleur.
- Préserver le contenu en vitamines.

IV. Les types de raffinage :

Pour obtenir la qualité de l'huile exigée, trois procédés de raffinage sont mis en œuvre :

- Le raffinage chimique (à chaud et à froid).
- Le raffinage physique.
- Le dégomme enzymatique.

IV.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 [31]. Le traitement par la soude permet d'éliminer aussi les résidus de phospholipides laissés par le dégomme 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) [31].

IV.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) [32].

IV.3 Raffinage enzymatique :

Procédé enzymatique est fondé sur l'hydrolyse des phosphatides par la phospholipase qui catalyse la dissociation de l'ester d'acide gras [33].

V. Etapes du raffinage chimique :

V.1 Démucilagination (dégomme) :

La démucilagination est la première étape de raffinage, elle consiste à éliminer de l'huile brute les composés susceptibles de devenir insolubles par hydratation (phospholipides, lipoprotéines) ou d'être éliminés avec la phase aqueuse (hydrates de Carbone) 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 [8].

V.2 Neutralisation :

La neutralisation par des solutions alcalines vise essentiellement à éliminer les acides gras libres sous forme de savon appelé communément « pâtes de neutralisation ». Ces AGL donnent un mauvais goût et nuisent à la conservation de l'huile [36]. La quantité de soude à ajouter est calculée sur la base du taux d'acides gras libres de l'huile à Traitee [25].

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 [33].

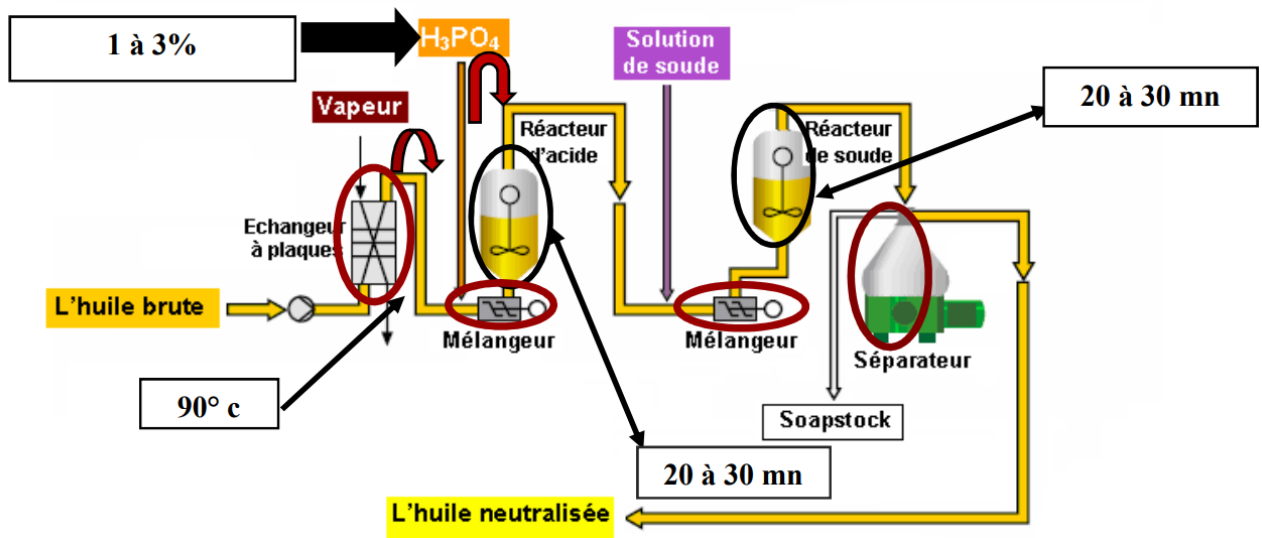


Figure9: Schéma représentatif de deux étapes de dégomme et neutralisation.

V.3 Lavage :

Le lavage est l'opération qui permet d'éliminer les substances alcalines (savon et soude en excès) présentes dans l'huile à la sortie du séparateur, ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides et autres impuretés. Un à deux lavages à l'eau chaude (90°C) permet d'éliminer la quasi-totalité des traces de savons résiduels [8].

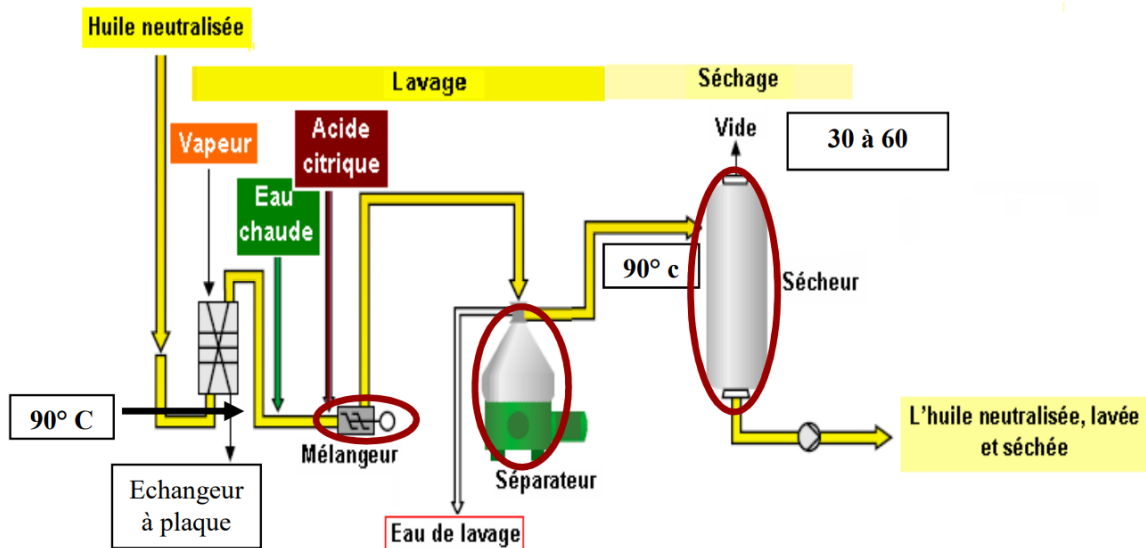


Figure10: Schéma représentatif de deux étapes de lavage et séchage.

V.4. 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) [8].

V.5 Décoloration :

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 [36].

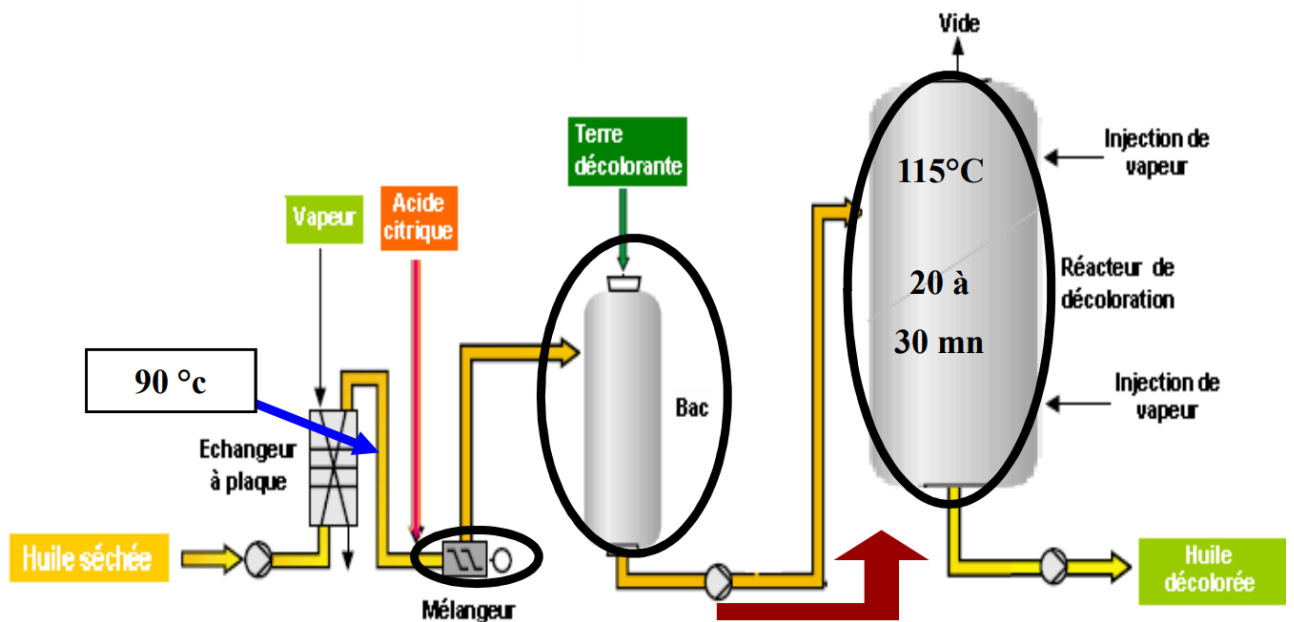


Figure II: Schéma représentatif du procédé de la décoloration.

V.6 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 [37].

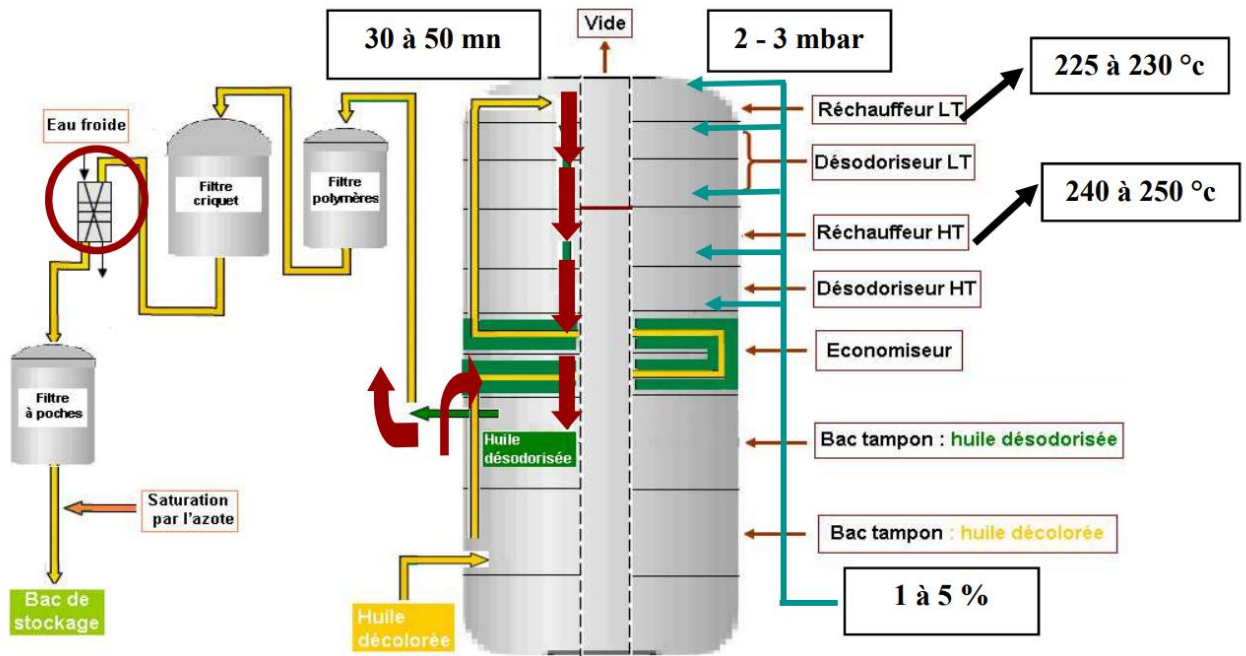


Figure12: Schéma représentatif du Procédé de la désodorisation.

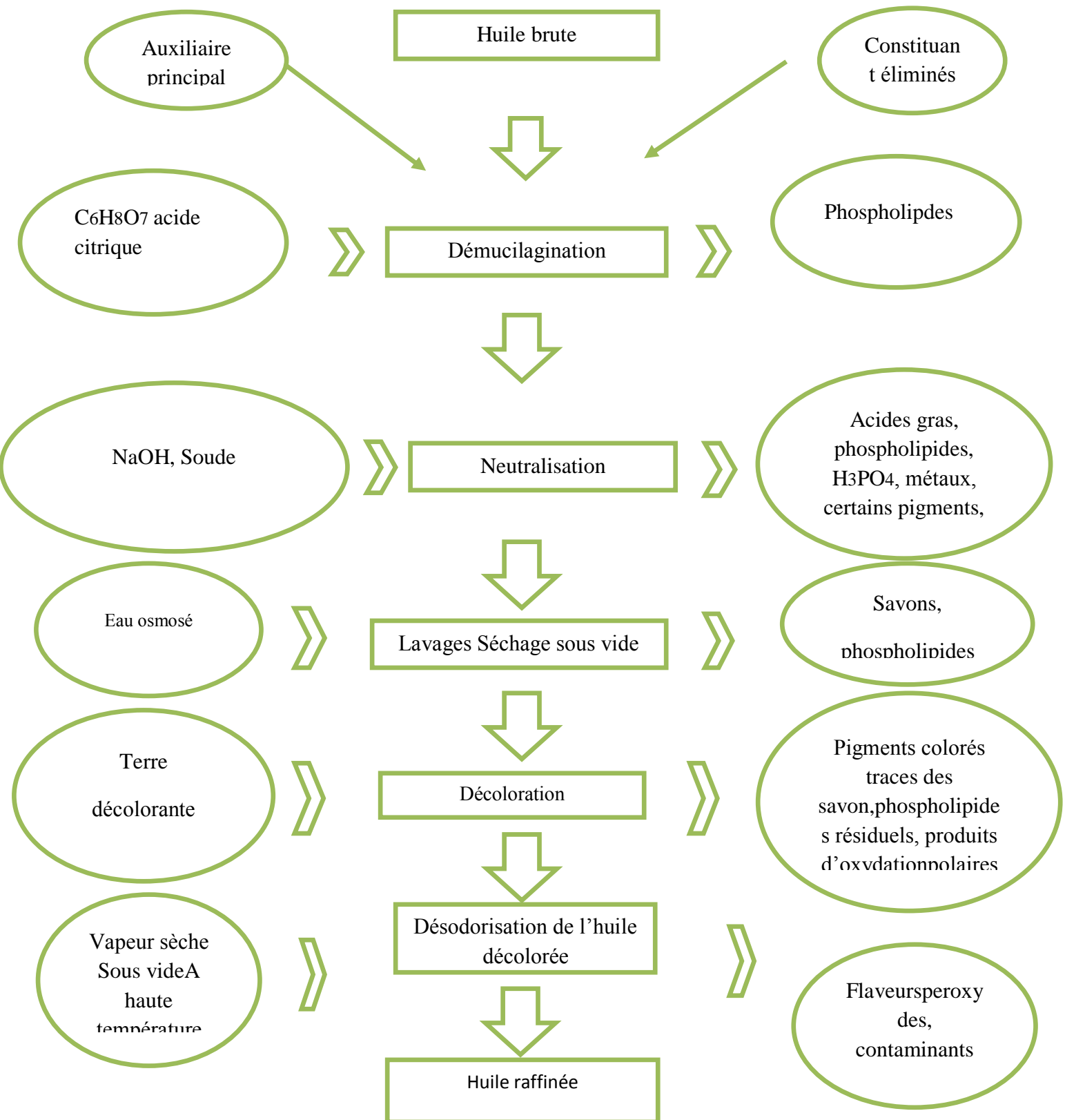


Figure13 : schéma présentant les Opération de raffinage chimique [38].



Chapitre IV
Les eaux osmosées

Méthodes d'analyse titrimétriques des eaux osmosées :

Au cours de ce travail, nous avons suivi les caractéristiques physico-chimiques Des eaux osmosée utilisée dans le Raffinerie d'huile au niveau de la salle contrôle des eaux.

I. Osmose directe :

C'est un procédé naturel dans lequel la mise en œuvre d'une membrane semi-perméable entre deux solutions de concentrations différentes permet d'obtenir une migration au travers de la membrane d'une partie de l'eau pure. De la solution la moins concentrée vers la solution la plus concentrée jusqu'à obtention d'un équilibre ionique.

II. Osmose inverse :

C'est un procédé mis en œuvre pour obtenir le résultat inverse de l'osmose naturelle. c'est-à-dire ,le transfert du solvant de la solution la plus concentrée vers la solution la moins concentrée. Ce procédé est obtenu par l'application d'une pression supérieure à la pression osmotique sur la solution que l'on souhaite concentrer.

III. Procédé d'osmose inverse :

L'unité d'osmose inverse au niveau de Cevital est d'une capacité de production de 300m³/h d'eau déminéralisée. Elle est constituée de trois lignes séparées de 100m³/h l'eau brute de départ est déminéralisée à 98%.

IV. Les étapes du procédé :

Le système de traitement se divise en divers sous systèmes décrits ci-dessous :

1. Un système d'alimentation en eau brute.
2. Un système de prétraitement composé de :
 - Système de stérilisation et régénération du dioxyde de manganèse.
 - Pré-filtration avec filtres à quartzite.
 - Réservoir de stockage de l'eau filtrée.
 - Groupe de déchloration.
 - Groupe de dosage de produits biocides.
 - Filtres à cartouche.
 - Système de contre lavage.
3. Système d'osmose inverse.
4. CIP (cleaning in place).

IV.1 Système d'alimentation en eau brute :

L'eau brute au niveau de l'osmose est une eau de forage issue d'un puits artésien. L'eau est pompée puis acheminée vers un bassin de pré-décantation de 120m de long et 30m de large .à ce niveau, de l'hypochlorite de sodium est dosé favorisant l'oxydation des ions ferreux et la formation de l'hydroxyde de fer capable de précipiter.

IV.2 Système de prétraitement :

IV.2.1 Groupe de stérilisation et régénération du dioxyde de manganèse :

A l'entrée des filtres à sable, l'hypochlorite de sodium est dosé afin de prévenir toute prolifération bactérienne. De même le dosage en continu du chlore permet la régénération du dioxyde de manganèse par réaction catalytique du manganèse soluble après oxydation superficielle du MnO₂ en MnO₄ suivant la réaction :



IV.2.2 Préfiltration avec des filtres à quartzite :

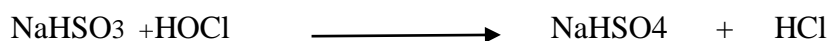
Pour éviter l'entassement des filtres à cartouche, ils prévus pour retenir toutes les particules en suspension ayant un diamètre supérieur à 40 microns.

IV .2.3 Réservoir d'eau filtrée :

L'eau filtrée est stockée dans un réservoir intermédiaire.

IV.2.4 Groupe de déchloration :

Sur la ligne d'alimentation des lignes d'osmose, et avant les filtres à cartouche, du métabisulfite de sodium est dosé pour neutraliser le chlore libre. Ce dernier peut oxyder les parois superficielles des membranes en polyamide. La réaction du métabisulfite de sodium avec le chlore et l'eau est la suivante :



L'avantage du métabisulfite par rapport aux autre technique (photochimie, filtre à charbon actif ...) est qu'il est aussi un réducteur d'oxygène ce qui ralentit considérablement le développement des germes sur l'osmoseur.

IV.2.5 Groupe de dosage de produit séquestrant :

Avant les filtres a cartouche, une quantité préétablie de produit séquestrant est dosée dans l'eau d'alimentation pour permettre la dispersion de calcium. Des sulfates de calcium, des sulfates

de baryum. Il retarde ainsi leur précipitation, et de cette manière, les membranes s'entassent moins rapidement et le nombre de CIP diminue.

IV.2.6 Groupe de dosage de produits biocides :

Pour éviter toute prolifération bactérienne et formation de bio film, il est prévu de doser une fois par semaine pendant une demi heure un produit biocide.

IV.2.7 filtres à cartouche :

Ils sont prévus pour éliminer toutes les particules ayant un diamètre inférieur à 5 microns.

IV.2.8 contre lavage :

Il permet de prévenir l'excessive perte de pression causée par les particules retenues dans les filtres. Le contre lavage s'effectue avec de l'eau filtrée et le lavage final avec de l'eau brute.

IV.3 Système d'osmose inverse :

L'eau provenant des filtres de sécurité est envoyée aux modules R1 ,R2,R3 par des pompes haute pression. L'eau est séparée en eau déminéralisée et en concentré (eau de décharge).le taux de récupération est de 72%. L'eau produite est stockée et acheminée vers les chaudières par deux pompes centrifuges.

IV.4 CIP :

Lorsque la pression d'exercice sur les membranes diminue de 10% Pour les mêmes conditions d'exercice. Il est nécessaire de laver les membranes.

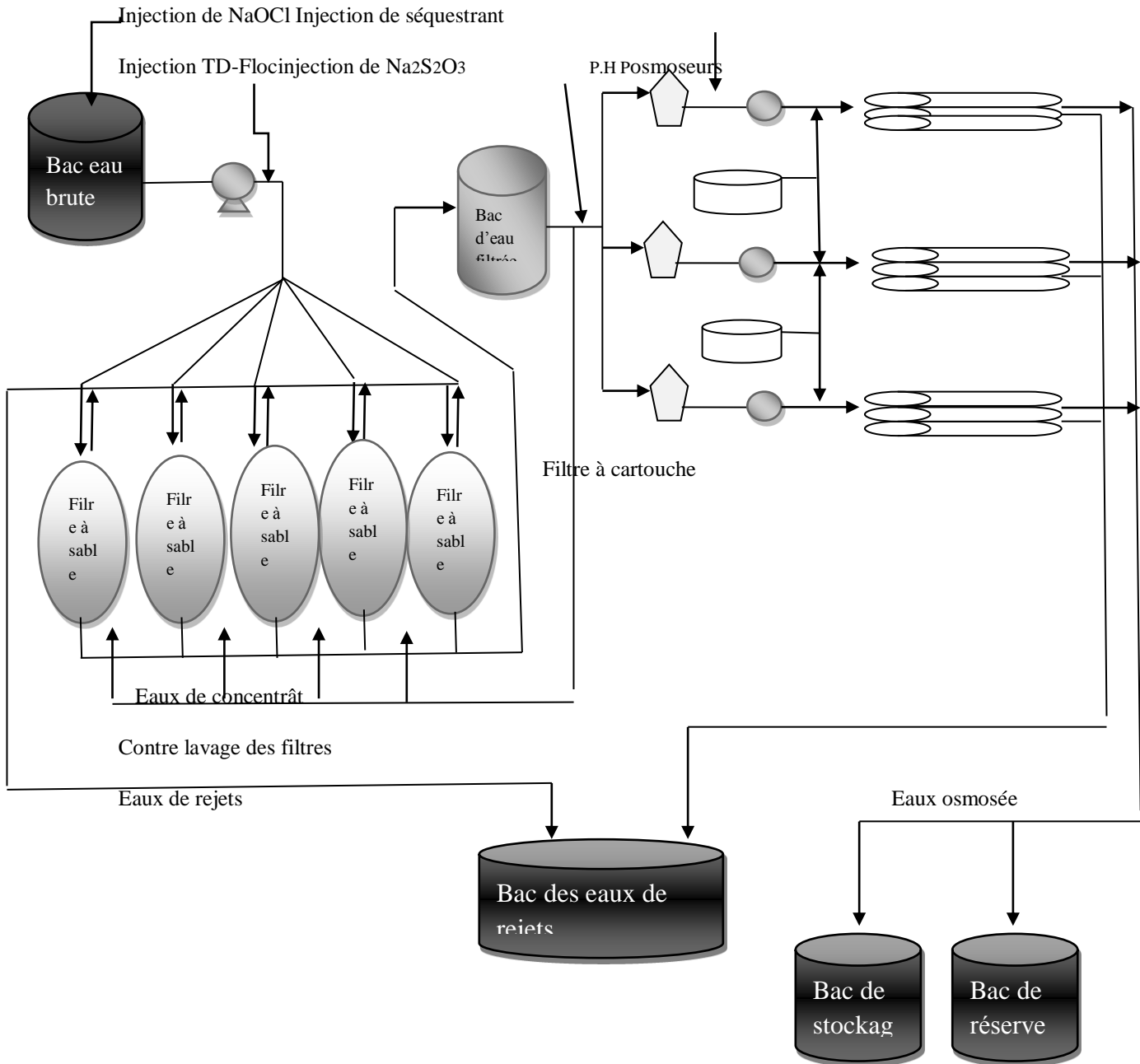


Figure14: schéma du processus de traitement de l'eau par osmose inverse.



**Partie
expérimentale**

I. Présentation de l'unité :

CEVITAL (abréviation de l'expression " c'est vital ", avec sa phonétique) est le plus grand complexe privé en Algérie, et la première société privée dans l'industrie du raffinage des huiles. Elle est une société par action, d'un montant de 970 000 00 DA. Elle a été Créée en 1998 et implantée dans l'enceinte portuaire de Bejaia qui s'étend sur une superficie de 45 000m².

Est une entreprise citoyenne spécialisée dans la production, le conditionnement et la commercialisation de produits alimentaires : sucre blanc cristallisé, sucre roux, sucre liquide, huiles alimentaires et inter estérifiées, huiles acides, beurre, margarine, mélanges à tartiner et Graisses végétales, boissons aux jus de fruits, conserves, sauces alimentaires, eau minérale, boissons fruitées gazéifiée, chaux et de plastique.

II. Implantation :

Le complexe CEVITAL est situé au niveau du port de Bejaïa, à 3 km sud-ouest de cette ville, à 280 km d'Alger.

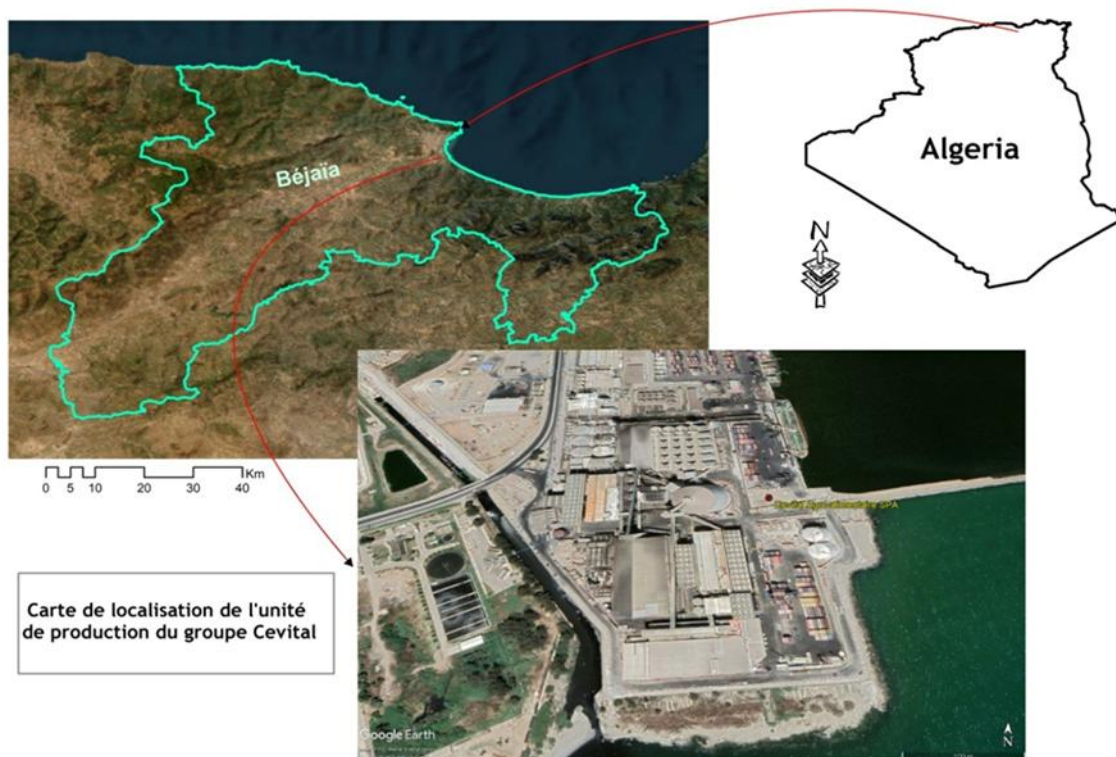


Figure III: carte de localisation du groupe cevital

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.

III. Conditionnement :

Quatre chaînes de conditionnement sont disponibles :

- Deux pour la 5 litres (2*5L).
- Une pour un litre (1L).
- Une pour 2 litre (2L).

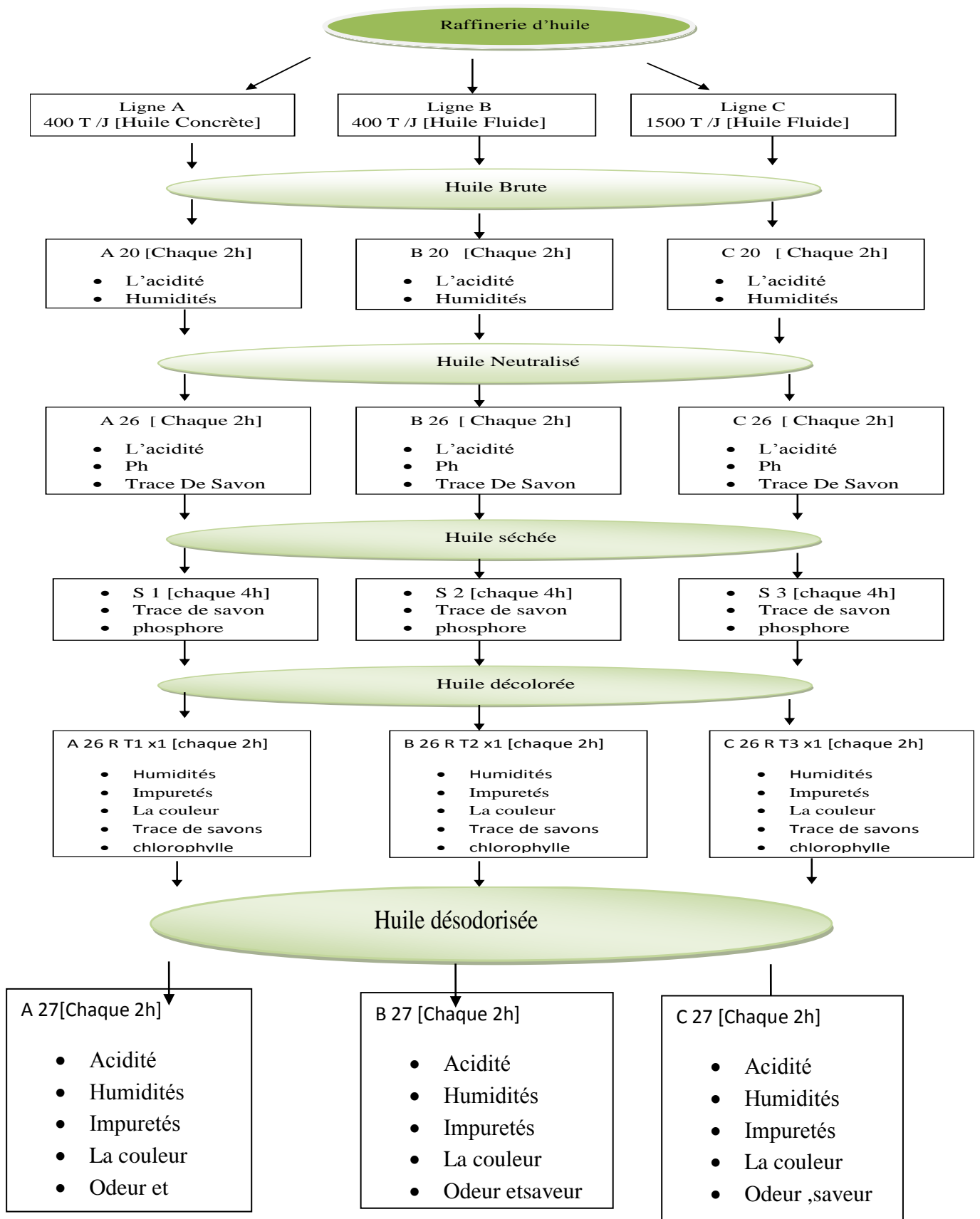
La matière utilisée pour les emballages est le P.E.T, la préforme est soufflée (par type 5L, 2L et 1 L) par une souffleuse (forme), les emballages vides obtenus sont orientés automatiquement vers une remplisseuse rotative puis vers une bouchonneuse, ensuite une étiqueteuse dateuse, et enfin vers palettiseuse afin d'être stockés.

IV. Traitement des déchets :

Les déchets engendrés par les différentes opérations de production et de raffinement sont traités au niveau du complexe. Quant aux déchets, qualifiés d'huiles acides ou d'autres composants, ils sont revendus aux producteurs de savons, de peintures, de mastics, ... Partant du principe « tout se transforme », les déchets seront utilisés prochainement dans le cadre de l'extension du complexe pour la production du savon de ménage, du savon de toilette et des aliments pour bétail

V. Echantillonnage :

Les échantillons ont été prélevés à la raffinerie d'huiles au cevital spa, sont programmés suivant un emploi du temps bien précis. Le schéma suivant nous indique les points et l'emploi du temps nécessaire pour chaque prélèvement.

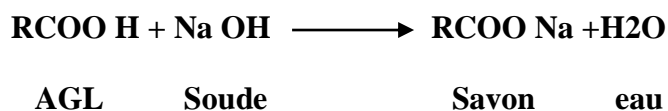


I. Méthodes d'analyse :

1. Détermination de l'acidité : (ISO 660,1996)

Principe :

Neutralisation des acides gras par une base en présence de phénol phtaléine



Matériel :

- Becher de 150 ml.
- Burette de 25 ml.
- Balance.
- Plaque chauffant.

Réactifs :

- Alcool éthylique ou propylique à 95%, neutralisé en présence de phénolphtaline jusqu'au rose par une solution de Na OH à 0,1 N
- Solution de Na OH ou de KOH à 0,1 ou 1N dans l'eau.

Mode opératoire :

Introduire dans un erlenmeyer 75 ml d'alcool éthylique neutralisé avec du Na OH et en ajouter quelques gouttes du l'indicateur coloré phénolphtaléine jusqu'à obtenue un couleur rose, puis peser 10 g d'huile, chauffe le mélange pendant une minute dans une plaque chauffante afin d'accélérer la réaction, titrer par une solution du Na OH à 0,1N jusqu'à avoir une virage rose persistante.

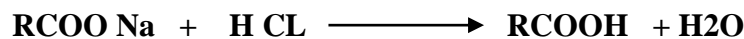
L'expression de taux d'acidité :

$$\text{Acidité (\%)} = \frac{N \cdot V \cdot EG}{10 \cdot P}$$

- N : la normalité de Na OH
- V : le volume dépensé pour le titrage
- EG : la masse molaire de l'acide oléique = 282g /mol
- P : Masse de la prise d'essai en g.

2. Traces de Savon : (AOCS)

Principe : Neutralisation des Savon par une solution de H CL à 0.01 N en présence de bleu de Bromophénol.

**Matériel :**

- Bécher de 250ml.
- Burette graduée.
- Ampoule à décanter.

Réactif :

- Acétone fraîchement distillé contenant 3% d'eau distillé, neutralisé par la solution d'acide chlorhydrique jusqu'à coloration jaune.
- Indicateur coloré (bleu de bromophénol).
- Solution d'acide chlorhydrique à 0.01N dans l'acétone.

Mode opératoire :

Dans un éprouvette, on met 48 ml d'acétone ajustée à 50ml avec l'eau distillée après en ajouter quelque goutte de bleu de bromophénol. la solution obtenue doit être de couleur jaune, dans le cas où elle est bleue ou vert, titrer avec HCL a cétonique à 0.01N jusqu'à coloration jaune.

Peser 10g d'huile à analyser dans cette solution, agiter puis laisser décanter dans une ampoule à décante pendant quelques secondes jusqu'à ce que l'émulsion se sépare en Deux couche,

Récupérer la couche supérieure qui sera colorée en bleu en présence de savon

Titrer avec H CL a cétonique 0.01N jusqu'au virage vers la couleur jaune.

Expression de traces de savon :

Traces de savon exprimé en ppm d'oléate de sodium == $304 \cdot V \cdot N \cdot 1000 / P$

- P : est la prise d'essai en grammes.
- V : est le volume de H CL à 0.01N dépensé en ml le titrage.
- N : est la normalité exacte de H CL.

3. Chlorophylles : (AOCS)**Principe :**

Cette méthode est applicable aux huiles neutralisées et blanchies mais ne l'est plus aux huiles hydrogénées et désodorisées.

Matériels :

- Spectrophotomètre visible.

- Cuves de 50 mm de longueur ,10mm de largeur et 40 mm de hauteur.



Figure16: Appareil de Spectrophotomètre UV-Visible

Réactifs :

Tétra chlorure de carbone pour Spectre- ne présentant pas plus de 0.5% d'écart de transmission avec l'eau distillée à nano mètres.

Mode opératoire :

Remplir la cuve d'huile chauffée au voisinage de 30°, lire les absorbances de l'huile par rapport au tétra chlorure de carbone.

Expression de chlorophylles :

- Huile décolorer : **Chlorophylle en ppm = $[A_{670}-(A_{630}+A_{710}) / 2] / 0.0964 * L$**

0.1086 * L (pour d'autres appareils).

NB : cette formule est applicable pour l'appareil B de Beckmann.

- Huile brute : **Chlorophylle en ppm= $345.3[A_{670}-0.5 * A_{630}-0.5 * A_{710}] / 10$**

Ou A Désigne l'absorbance à la longueur d'onde indiquée et L la longueur de la cuve en cm.

4. La couleur : (ISO 15305 ,1998)

Domaine d'application :

La présent Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la couleur LOVIBOND des corps gras d'origine animal et végétal.

Principe :La couleur de la lumière transmise au travers d'une épaisseur connue de corps gras liquide est comparée à la couleur de la lumière émise par la même source et transmise à travers des étalons chromatiques en verre. Les résultats sont exprimés, par convention en unités LOVIBOND.

Matériel :

- LOVIBOND (tintomètre).



Figure17: Colorimètre LOVIBOND

Mode Opérateur :

Remplir la cuve du lovions au trait indiqué, mesurer la couleur d'huile avec les touches jaune et rouge en les déplaçant jusqu'à ce que les deux plages soit identiques Soit :

- **X et y sont les valeurs du jaune et du rouge pour étalonner.**
- **Z et y sont les valeurs du jaune et du rouge d'huile.**

La couleur de l'huile : jaune = z- x, rouge = f- y.

4.Teneur en phosphore :(AOCS)

Principe : l'huile et les phosphatides qu'elle contient sont calcinés en présence d'oxyde de zinc, cela résulte la transformation du phosphore organique en phosphore minérale. Dosage spectrophotométrie dans le visible du nouveau complexe formé suite à l'addition du molybdate.

C'est la méthode la plus sensible qui convient bien pour le dosage des traces de phosphore.

Matériels :

- Spectrophotométrie visible doté de cellules en quartz de 1cm Capsules de 20 ml de capacité en platine ou à défaut en silice.
- Fioles jaugées de 50ml.
- Four à moufle

Réactifs :

- Solution de molybdate de sodium (1.25 g, 50ml H₂SO₄ d=1.83)
- Solution de sulfate d'hydrazine à 0.15% dans l'eau distillé.

- Oxyde de zinc
- HCL concentré
- Solution aqueuse de KOH à 50%

Mode Opérateur :

Peser environ 3gr d'huile à 0.001 gr pré dans une capsule en platine et ajouter 0.5gr d'oxyde de zinc.

Calciner dans le four à 600°C pendant 2h et laisser refroidir. Ajouté 5ml de HCL concentré et 5ml d'eau distillé puis chauffer à ébullition et laisser refroidir de nouveau.

Filtrer la solution dans une fiole de 100ml et neutraliser la par addition goutte à goutte de KOH à 50% jusqu'à apparition du trouble.

Neutraliser la solution par addition de quelques gouttes de la solution de HCL et compléter à 100ml avec de l'eau distillé .pipeter 10 ml de cette solution dans une fiole de 50ml ajouter 8ml de sulfate d'hydrazine, 2ml de molybdate de sodium et compléter à 50 ml avec de l'eau distillé.

Mettre au bain marie pendant 15mn. Laisser refroidir et faire la lecture de l'absorbance dans le visible à 650nm. Faire un essai à blanc exactement dans les mêmes conditions.

5.La Densité : (Méthode Conventionnelle)

Matériels :

- Densimètre.
- Eprouvette de 500 ml ou de 250 ml.
- Thermomètre.

Mode Opérateur :

Mettre environ 400 ml d'huile préalablement filtrée sur sulfate de sodium, plonger Densimètre approprié dans l'éprouvette et lire la densité sur le densimètre une fois stabilisé. Prendre la température d'huile au moment de la lecture.

Calcule :

$$D_t = D_{20} + 0.00069 (t - 20)$$

• D_t : est La densité lu sur le densimètre à la température de mesure.

• D_{20} :est la densité du produit à 20°C.

6. Indice Diode : (ISO 3961)

Principe :



Matériel :

- Ballons de 500 ml à fond plat rodage 29/32 avec bouchons.
- Burettes de 50 ml graduées en 0.1 ml.
- Eprouvette de 25 ml.
- Pipette de 25 ml.



Figure IV: network GC system

Réactifs :

- Thiosulfate de sodium à 0.1 N.
- Solution d'amidon à 1% aqueuse.
- Solution d'iodure de potassium à 10%.
- Réactif de wijs.
- Tétrachlorure de potassium.

Mode Opérateur :

Prendre 15 ml de tétrachlorure de carbone dans une éprouvette. Peser 0.2 gr à 0.001 gr près dans un petit bécher ou une nacelle en verre. Dissoudre la prise d'essai dans 4 à 5 ml de tétrachlorure de carbone et la verser dans un ballon de 500 ml à col rodé en prenant les soins de ne pas toucher les parois. Effectuer 2 à 3 rincages de la nacelle avec le reste de tétrachlorure de carbone. Ajouter exactement 25 ml du réactif de Wijs agiter légèrement et mettre à l'obscurité pendant une

ou deux heures (dans la majorité des cas une heure suffit et pour les huiles polymérisées ou Oxydées. Il faut deux heures)

Au bout de ce temps, ajouter 20 ml de solution d'iodure de potassium à 10% et environ 150 ml d'eau distillé.

Titre rapidement avec la solution de thiosulfate de sodium à 0.1 N jusqu'à ce que la solution soit légèrement jaunâtre, ajouter ensuite 1 ml de solution d'amidon continuer le titrage en agitant vivement jusqu'à virage du bleu à l'incolore faire un essai à blanc dans les mêmes conditions.

Indice d'iode : $(V_0 - V_1) \cdot 1.269 / P$

- V_0 : est le volume de thiosulfate dépensé pour le blanc.
- V : est le volume de thiosulfate dépensé pour l'essai.
- P : est la prise d'essai en gr.

7. Indice de peroxyde : (ISO 3960)

Principe :

Traitement d'une prise d'essai, en solution dans l'acide acétique et du chloroforme par une solution d'iodure de potassium titrage de l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium.



Réactifs :

- Chloroforme.
- Acide acétique.
- Solution aqueuse saturée d'iodure de potassium.
- Solution d'empois d'amidon à 1%.

Matériels :

- Capsule en verre.
- Flacon bouché émeri de 250 ml séché et rempli de gaz inerte (N_2).
- Burette de 25 ml.

Mode Opérateur :

Peser à 0.001 gr près dans un flacon 5 gr d'huile, ajouter 12 ml de chloroforme et 18 ml d'acide acétique puis 1 ml de solution saturée d'iodure de potassium.

Boucher rapidement et agiter pendant une mn et laisser à l'obscurité à température entre 15 et 25° une autre mn.

Ajouter 75 ml d'eau distillé et 1 ml de solution d'amidon.

Titrer avec la solution de thiosulfate de sodium jusqu'au virage bleu à l'incolore et faire un essai à blanc dans Les même condition.

Calculer :

Indice de peroxyde = $(V1-V0) * N * 1000 / M$

- **V0** : est le volume de thiosulfate de sodium en ml utilisé pour le blanc.
- **V1** : est le volume de thiosulfate de sodium en ml utilisé pour l'essai.
- **N** : est la normalité de thiosulfate de sodium.
- **M** : est la masse de la prise d'essai en gr.

8.L'impureté : (ISO 663)

Principe :

Traitement du produit par excès de solvant, filtration de la solution et lavage du résidu avec le même solvant puis séchage jusqu'à poids constant.

Réactifs :

- Opérer avec un solvant exempt de résidu et de peroxydes et choisir selon le cas considéré l'un des suivant :
- N-hexane ou à défaut l'éther de pétrole de point d'ébullition de 40à60°C.

Matériels :

- Fiole conique de 250 ml avec bouchon rodé.
- Etuve réglé à 103°C à 2 degrés pré.
- Papier filtre sans cendre de 12 cm de diamètre.
- Vase métallique ou en verre doté d'un couvercle adapté.

Mode opératoire :

Agiter énergiquement l'échantillon à analyser Peser 40 gr à 0.001 gr pré de matière grasse dans une fiole conique de 250 ml et ajouter 200 ml de solvant,

Boucher et agiter jusqu'à solubilité complète de l'échantillon (chauffer légèrement si Nécessité) Filtre le contenu de la fiole à travers le filtre sans cendre préalablement lavé avec le solvant,

Séché et Tré Laver bien le filtre avec le solvant de telle manière à éliminer toute trace corps gras. Retirer le filtre du vase puis sécher jusqu'à poids constant (la différence de deux pesés ne doit pas dépasser 0.001 gr).Effectuer un deuxième essai sur L'échantillon.

Calcul :

Impuretés en % = $\frac{P1-P0}{M}$

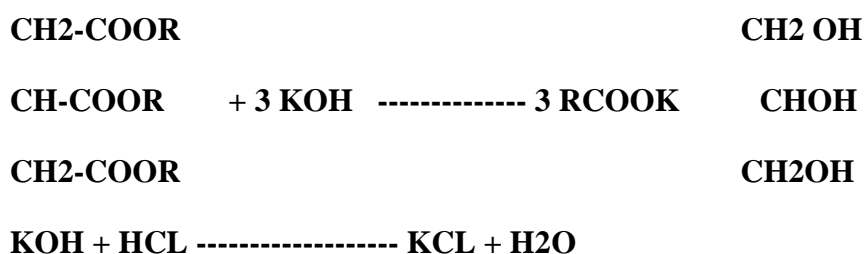
- P1 : est le poids du filtre avec le résidu.
- P0 : est le poids du filtre sans le résidu.
- M : est la masse de la prise d'essai.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux essais si les conditions de répétitivité sont remplies.

9. Indice de saponification : (ISO 3657)

Principe :

Saponification de la prise d'essai et titrage de l'excès de KOH par une solution titrée d'acide chlorhydrique.



Réactifs :

- Acide chlorhydrique à 0.5 N
- KOH à 0.5 N préparée dans l'éthanol est exempte d'aldéhyde phénol phtaléine.

Mode opératoire :

Peser 2 gr à 0.001 gr près de matière grasse préalablement filtrée, sur sulfate de sodium dans un ballon à col rodé.

Ajouter 25 ml de KOH éthanolique à l'aide d'une burette et mettre en ébullition sous réfrigérant à reflux pendant une heure.

Prolonger l'ébullition pour les graisses à point de fusion élevé

Titrer la solution savonneuse avec la solution titrée d'acide chlorhydrique

Faire un essai à blanc dans les mêmes conditions sans corps gras.

Expression des résultats :

Indice de saponification : $N (V_0 - V_1) * 56.1 / M$

- **N** : est la normalité de l'acide chlorhydrique.
- **V₀** : est le volume de l'acide chlorhydrique dépensé pour le blanc.
- **V₁** : est le volume de l'acide chlorhydrique dépensé pour l'essai.
- **M** : est la masse en grammes de la prise d'essai.

10. Humidité et Matières volatiles (ISO662) :

Principe :

Homogénéisation de l'échantillon, pesage, étuvage et exprimer la perte de poids en %.

Matériel :

- Balance analytique.
- Etuve.
- Cristalliseur en verre de 70 mm de diamètre.

Mode Opérateur :

Peser 20 gr à 0.01 pré dans un cristalliseur préalablement séché,

Refroidi dans le dessiccateur et taré.

Introduire le cristalliseur contenant le corps gras dans l'étuve pendant une heure et laisser dans le dessiccateur.

Peser et refaire les opération séchage, refroidissement toutes les 15 mn jusqu'au poids constant.

Expressions des résultats :

Humidité et matières volatiles = $(P_1 - P_0) * 100 / M$

- **P₁** : est le poids du cristalliseur avec la matière grasse avant étuvage.
- **P₀** : est le poids du cristalliseur avec la matière grasse après étuvage
- **M** : est la masse de la prise d'essai.

NB : L'humidité peut être déterminé pour Des échantillons supérieur à 3% par chauffage doux en agitant légèrement et en évitant des projections

La perte de masse est Exprimé en humidité en se référant à la formule ci-dessus

Le résultat d'analyse est la moyenne de Deux détermination.

Stockée et acheminée vers les chaudières par deux pompes centrifuges.

Méthodes d'analyse titrimétriques des eaux Osmosé :

I. Analyses physico-chimiques des eaux :

I.1 le potentiel d'hydrogène:

Le potentiel d'hydrogène est une mesure de l'acidité, de l'alcalinité ou de la neutralité d'une solution aqueuse, exprimée par le logarithme de l'inverse de la concentration de la solution en ions correspondant à la neutralité. Une eau est d'autant plus acide que son ph est plus de 0 et d'autant plus alcaline que son ph est plus près de 14.

I.1.1 Le principe : c'est la mesure de la différence de potentiel existant entre une électrode de verre et une électrode de référence plongeant dans une même solution. Le potentiel de l'électrode est lié à l'activité des ion H^+ .

I.1.2 Matériels utilisés :

- PH-mètre
- Becher

I.1.3 Mode opératoire :

Étalonner le pH-mètre avec deux solutions étalons de ph 7 et 10 puis on prendre un bécher avec l'eau à analyser et plonger la sonde du pH-mètre dans l'échantillon, après stabilisation On va lire le résultat.

I.2 La conductivité :

Exprimée en micro siemens par centimètre, est liée à la présence d'ions en solution. Elle augment avec la température et la concentration des sels dissous.

I.2.1 Le principe : la conductivité électrique d'une eau est la conductance d'une colonne d'eau comprise entre deux électrodes métalliques de 1cm^2 de surface et séparées l'une de l'autre de 1cm. Elle est l'inverse de la résistivité électrique.

I.2.2 Matériels utilisés :

- Conductimètre
- Becher

I.2.3 Mode opératoire :

Plonger la sonde légèrement afin d'éliminer les bulles d'air Puis on attendue quelques secondes et mesurer. après la stabilisation nous lirons le résultat.

II. Méthodes Titrimétriques :

II.1 le titre hydrotimétrique total (dureté total) :

II.1.1 Le principe : le TH totale est déterminé par dosage complexométrique en présence de sel sodique (EDTA) et du noir Eriochrome comme indicateur coloré. Le sel disodique de l'EDTA se combine aux ions calcium puis magnésium en donnant des complexes solubles peu dissociés. La fin de la réaction est mise en évidence par le noir Eriochrome T. Qui vire lorsque les dernières traces d'ions magnésium sont complexées.

II.1.2 Matériels et Réactifs :

- Erlenmeyer 250 ml.
- Fiole de 100 ml
- Burette graduée de 10ml
- EDTA (0.04N)
- Solution tampon ammoniacal
- Noir Eriochrome T (NET) indicateur coloré

II.1.3 Mode opératoire :

Prendre 100 ml de l'eau à analyser dans un erlenmeyer puis on Ajouté 8 gouttes de la solution Tampon Ammoniacal et Ajouter quelques gouttes de NET et mélanger.

- Si une coloration bleue apparait. Le TH est nul ($TH=0f^\circ$)
- Si une coloration violette apparait (présence d'ions de Ca^{2+} et Mg^{2+}),titrer le mélange avec une liqueur hydrométrique d'EDTA à 0.04N jusqu'au virage de la coloration violette vers le bleu vert.

II.1.4 Expression des résultats :

Le calcul du TH total :

$$TH \text{ totale } (^\circ f) = 2 * V \text{ ml}$$

TH total : titre hydrotimétrique total

°f : degrés français ($1^\circ f = 10 \text{ mg / l de } CaCO_3$)

V : volume, chute de la burette

II.2 Le titre hydrotimétrique calcique (TH Ca^{2+}) :

II.2.1 Le principe : pour le dosage du calcium, on procède de la même manière que pour le titre hydrotimétrique total en changeant uniquement l'indicateur coloré (N.E.T) par du Murexide. Le pH est porté à 12-13 par addition de soude pour faire précipiter les ions Mg^{2+} sous formes d'hydroxydes.

II.2.2 Le Matériels et réactifs :

- Erlenmeyer 250 ml
- Firole de 100 ml
- Burette graduée de 10 ml
- EDTA (0.04 N)
- Solution de soude caustique à 5N
- Murexide

II.2.3 Mode opératoire :

Prendre 100 ml de l'eau à analyser dans un erlenmeyer puis on ajouté 25 gouttes de NaOH à 5N (soude) .en remuant délicatement , ajouté un pincée de Murexide (indicateur coloré) et mélanger on voir un coloration rose puis on titrer avec la solution d'EDTA (sel tétra sodique de l'acide Ethylène diamine tétra acétique) à 0.04N Jusqu'au virage du rose au violet.

II.2.4 Expression des résultats :

TH Ca^{2+} (°f) = V ml* 2

TH Ca^{2+} : titre hydrométrique calcique

°f : degrés français

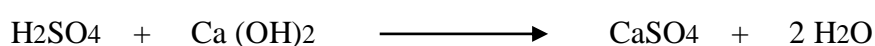
V : chute de la burette en ml

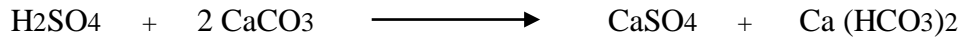
II.3 Le titre alcalimétrique (TA) :

C'est une mesure de la teneur d'une eau en alcalis (hydroxyde) et de la moitié de sa teneur en carbonates alcalins et alcalino-terreux, déterminée par addition de la quantité d'acide sulfurique nécessaire au virage de la phénophtaléine du rouge à l'incolore à pH 8.3le TA s'exprime en degrés français.

II.3.1 Le principe : détermination du volume d'acide fort en solution diluée nécessaire pour neutraliser au niveau de PH 8.3 le volume d'eau à analyser.

II.3.2 Réaction chimique :





II.3.3 Matériels et Réactifs :

- Erlenmeyer 250 ml
- Fiole de 100 ml
- Burette graduée de 10 ml
- Acide sulfurique (0.04N)
- Phénolphtaléine

II.3.4 Mode Opérateur :

Prendre 100 ml d'une eau à analyser dans un erlenmeyer puis on ajouté deux gouttes de Phénolphtaléine (indicateur de pH) avec agitation .

- Si la solution reste incolore, le TA est considéré comme nul (TA=0),et cela indique que le Ph est inférieur à 8.3.
- Dans le cas ou une coloration rose se forme, titrer avec une solution étalon d'acide sulfurique à 0.04N jusqu'à la décoloration totale.

II.3.5 Expression des résultats :

$$\text{TA} (\text{°f}) = \text{V ml} * 2$$

TA : titre alcalimétrique

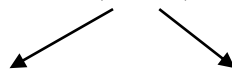
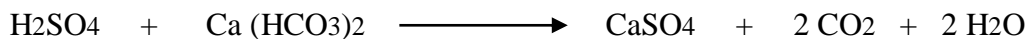
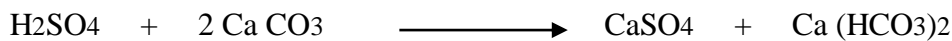
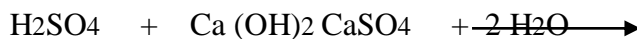
°f : Degrés français

V : volume de la chute de la burette en ml

II.4 Le titre alcalimétrique complet (TAC) :

II.4.1 Le principe : détermination du volume d'acide fort en solution diluée nécessaire pour neutraliser au niveau de pH 8.3, le volume d'eau à analyser.

II.4.2 Réaction chimiques du TAC :



Ca (HCO3)2 déjà existant

Ca (HCO3)2 formé dans la 2ème réaction

II.4.3 Matériels et Réactifs :

- Erlenmeyer 250 ml
- Fiole de 100 ml
- Burette graduée de 10 ml
- Acide sulfurique (0.04N)
- Méthyle orange

II.4.4 mode opératoire :

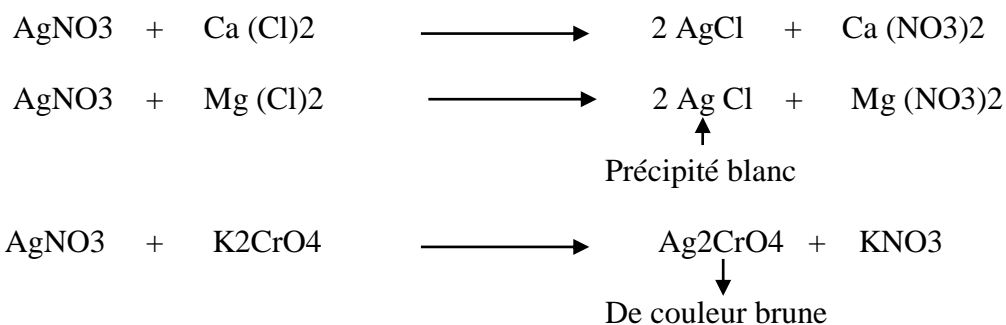
Prendre le même échantillon pour l'analyse du TA et ajouter 2 gouttes d'hélianthine ou du Méthyle Orange. on apparait une couleur jaune puis on va titrer avec l'acide (H₂SO₄) jusqu'au virage de la coloration jaune vers l'orange.

II.4.5 Expression de Résultats :

$$\text{TAC } \text{°f} = (V'' - 0.1) \text{ ml} * 2$$

II.5 Les chlorures :

II.5.1 Le principe : réaction des ions chlorure avec des ions argent pour former des chlorures d'argent insoluble qui est précipité quantitativement addition de petit excès d'ions d'argent et formation de chromate d'argent brun rouge avec des ions chromates qui ont été ajoutés comme indicateur. cette réaction est utilisée pour l'indication du virage.

II.5.2 Réactions chimiques des chlorures :**II.5.3 Matériels et Réactifs :**

- Erlenmeyer 250 ml
- Fiole de 100ml
- Burette graduée de 10 ml
- Nitrate d'argent AgNO₃ (0.04N)
- Chromate de potassium

II.5.4 Mode opératoire :

Dans un erlenmeyer, prendre un échantillon de 100 ml d'eau analyser puis ajouté 5 goutte de chromate de potassium (indicateur coloré) on apparait couleur rose .

Titrer avec la solution AgNO_3 à 0.04N (le nitrate d'argent précipite les chlorures alcalins et alcalino-terreux sous forme de chlorures d'argent) et agiter délicatement le soluté jusqu'à l'obtention d'une teinte rouge brique signalant la fin de la réaction.

II.5.5 Expression des résultats :

$$\text{Cl}^{\circ}\text{f} = \text{V ml} * 2$$

V : Chute de burette



**Résultats &
Discussion**

Résultats des analyses physico-chimiques de l'huile de soja

I. Les Analyse Chimique :

I.1 Détermination de l'acidité :

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

Tableau IX: Résultat de l'acidité de l'huile de soja au cours des différentes étapes de raffinage.

Echantillons	Mars (%)	Avril (%)	Mai (%)	La Moyenne	La Norme (ISO 660,1996)
HB	0.60	0.64	0.85	0.69	≤ 1.25
M2	0.10	0.08	0.11	0.096	≤ 0.12
H. Sèche	0.15	0.12	0.18	0.15	Néant
H .Décolo	0.20	0.24	0.21	0.21	≤ 0.22
H .Désodo	0.05	0.05	0.05	0.05	≤ 0.12 Max

E : échantillons.

HB : Huile Brute.

M2 : Mélangeur 2, (la Neutralisation).

H. Décolo : huile de Décoloration.

H. Désodo : huile de désodorisation.

D'après Les résultats des analyses effectuées, l'acidité de l'huile brute est de 0.69 %, est conforme à la norme de l'**ISO 660,1996 (≤ 1.25 %)** (huile conforme au raffinage), ce qui explique le bon déroulement des traitements effectués sur les graines, l'opération d'extraction et de stockage de l'huile brute.

L'acidité de Mélangeur 2 (huile neutralisée) est de 0.069 % est conforme à la Norme de L'ISO(**≤ 0.12**) est inférieure à celle de l'huile brute car la neutralisation par la soude.

L'acidité de huile séchée est de 0.15%, elle n'as pas de Norme carla neutralisation n'estpas complète et ceci pour éviter le risque d'une saponification parasite.

L'acidité dehuile décolorer, est de 0.21% est conforme à la Norme de l'**ISO (≤ 0.22)**, elle est augment que l'huile neutralisée à cause de la nature d'acide de la terre décolorante.

L'acidité de l'huile désodorisée est de 0.05% est conforme à la Norme de l'ISO (**≤ 0.12 Max**)

La figure 1 montre l'évolution de l'acidité d'huile de soja par rapport La Norme ISO au cours du raffinage.

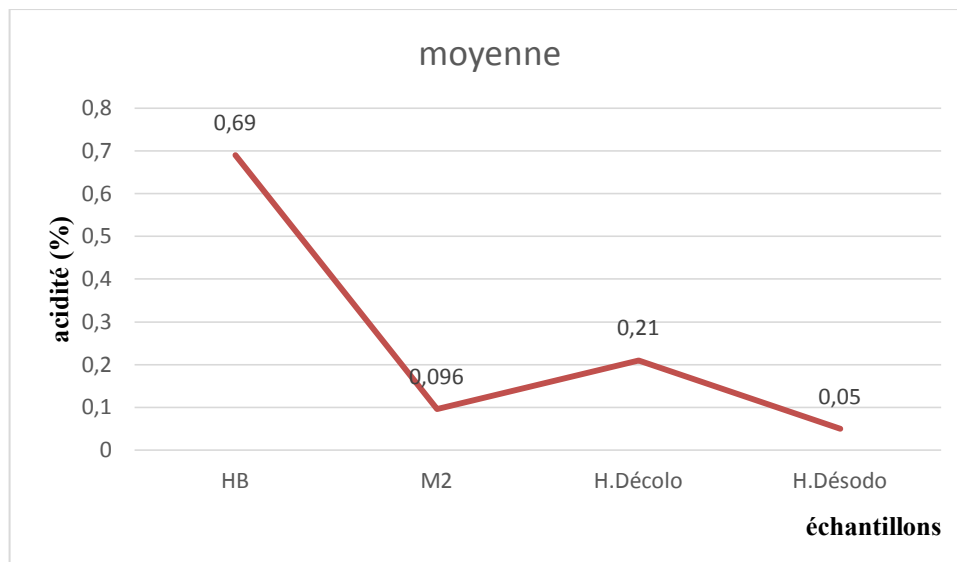


Figure19: l'évolution de l'acidité d'huile de soja au Différentes étapes de Raffinage.

D'après les résultats d'analyses effectuées sur les différents huiles Analysées, les valeurs d'acidité sont conformes aux Normes et ne dépassent pas les Normes de l'ISO(660 ,1966) Et ainsi les seuils fixés par l'entreprise et ceci est pour toutes les étapes du raffinage.

On remarque que l'acidité en générale diminue au fur et à mesure qu'on avance dans le processus de raffinage, Cette diminution peut s'expliqué par l'élimination des acides gras libres. En passant de 0.69% pour l'huile brute à 0.096% De l'huile neutralisée Car la neutralisation des AGL qui on responsable a l'oxydation de l'huile par la soude et qui former une pate de neutralisation (savons).l'acidité passe en 0.096% à 0.21% De l'huile décolorer cette légère lie à la nature de la terre décolorante qui favoriser la réaction de libération des acide gras au cas ou l'huile contiendrait encore des traces de savon. L'acidité après désodorisation a diminué à 0.05%, cela est dû probablement aux paramètres de désodorisation, cela est dû à l'entraînement des acides gras libres par la vapeur d'eau sous l'effet du vide et de la température élevée (250°C). [39],

I.2.Analyse des Traces de savon

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

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

Echantillon	Mars (Ppm)	Avril (Ppm)	Mai (Ppm)	La Moyenne	La Norme
S1	94.2	91.2	88.2	91.2	≤1000
S4	98	78	78	84.66	70
H. Séché	78	86	68	77.33	50

S1 :Séparateur N° 01

S4 : Séparateur N°04 (lavage)

H. Séché : huile séchée

Les résultats obtenus pour les traces de savon dans les séparateurs N° 1, (91.16 ppm) est conformes à la norme AOCS.

L'huile de séparateur N° 3 (84.66ppm) et l'huile séchée(77.33ppm) présentent des teneurs légèrement supérieures à la norme.

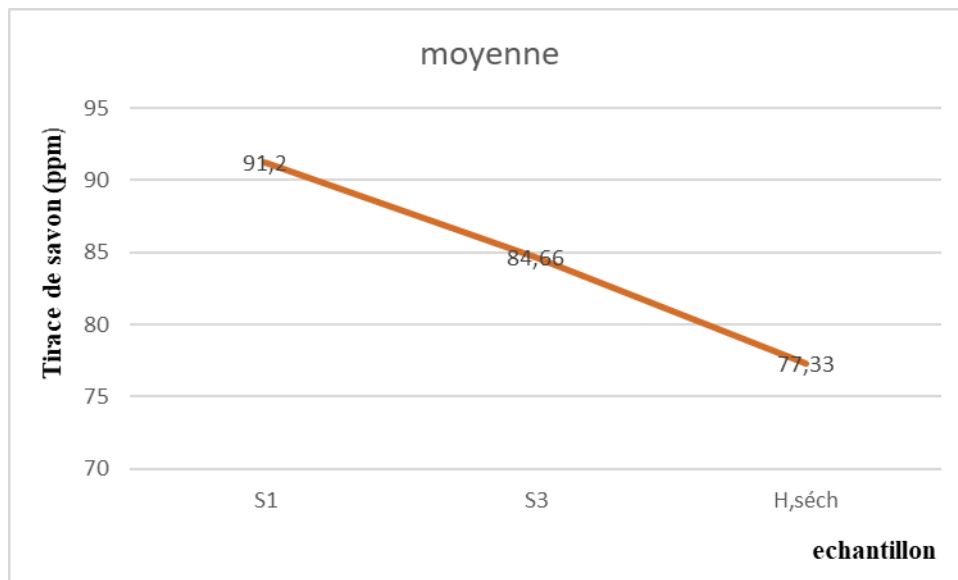


Figure20: Evolution de la teneur en traces de savon des différents échantillons d'huile de soja.

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

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

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 [31].

Les traces de savon demeurent après le séchage avec des quantités faibles qui peuvent être aisément éliminées par l'ajout de l'acide citrique qui transforme les traces de savon en sel [40].

I.3.Détermination de la couleur :

Les résultats obtenus concernant la couleur pour l'ensemble des échantillons analysés sont consignés dans le tableau suivant.

Tableau XI: Résultats d'analyses de la couleur pour l'huile de soja.

Echantillons	Mars		Avril		Mai		La Moyenne		La Norme ISO(15305,1998)	
	R	J	R	J	R	J	R	J	R	J
HB	4.5	50	5.1	50	5	50	4.8	50	5	50
H. Décolo	5.1	70	5.5	70	5.1	70	5.2	70	5.2	70
H. Désodo	1.2	10	1.1	11	1.2	12	1.1	11	1.2	12

R : couleur Rouge

J : couleur Jaune

D'après Les résultats des analyses effectuées, La valeur de la couleur de l'huile brute(R=4.8J=50) est conforme que la Norme de l'ISO (15305,1998), parce que l'huile brute est contient des plusieurs pigments (chlorophylle, β carotène).

La couleur de l'huile Décolorer plus légère que l'huile brute (R=5.2,J=70),est conforme que la Norme de l'ISO.

La couleur de l'huile Désodoriser plus clair de l'huile décolorer (R=1.1,J=11), est conforme de l'ISO.

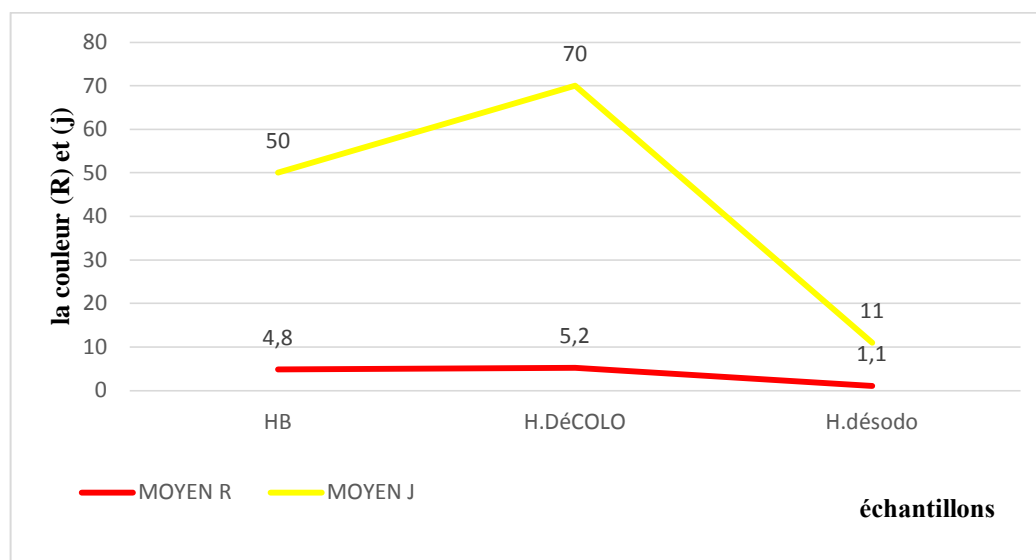


Figure21: Résultats de la couleur de l'huile de soja au cours de raffinage.

On remarque que l'intensité de la coloration rouge et jaune diminue au fur et à mesure, qu'on avance d'une étape à une autre lors du raffinage. La diminution des couleurs rouge et jaune dans l'étape de décoloration est due à l'action de la terre décolorante qui adsorbe les pigments colorés.

La diminution encore des couleurs rouge et jaune dans la désodorisation s'explique par la décomposition des pigments sous l'effet de la température, qui donne naissance à des substances volatiles et qui seront éliminées dans la colonne de désodorisation. L'aspect de l'huile est clair, ce qui témoigne le bon déroulement de cette étape.

I.4.Analyse de la teneur en chlorophylle :

Les résultats de la teneur en chlorophylle durant les étapes de raffinage sont présentés

Dans le tableau ci-dessous.

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

Échantillon	Mars (Ppm)	Avril (Ppm)	Mai (Ppm)	La moyenne	La norme AOCS
HB	8.6	8.7	5	7.43	9
H. Séché	6.15	6.75	7.45	7	--
D'écolo	0.04	0.03	0.05	0.04	0.05
H.Désodo	00	00	00	00	00

HB : Huile Brute.

H. Séché : Huile séchée

D'écolo : Huile Décoloré.

H.Désodo :Huile Désodorisé.

La teneur en chlorophylles de l'huile brute (7.43ppm) est conforme à la norme(9ppm).

On constate une diminution légère après séchage. Une teneur en chlorophylle faible pour L'huile décolorée (0.04 ppm) l'huile désodorisée présente une valeur nulle qui répond à la norme.La figure ci-dessous montre l'évolution de la chlorophylle d'huile de soja au cours du Raffinage.

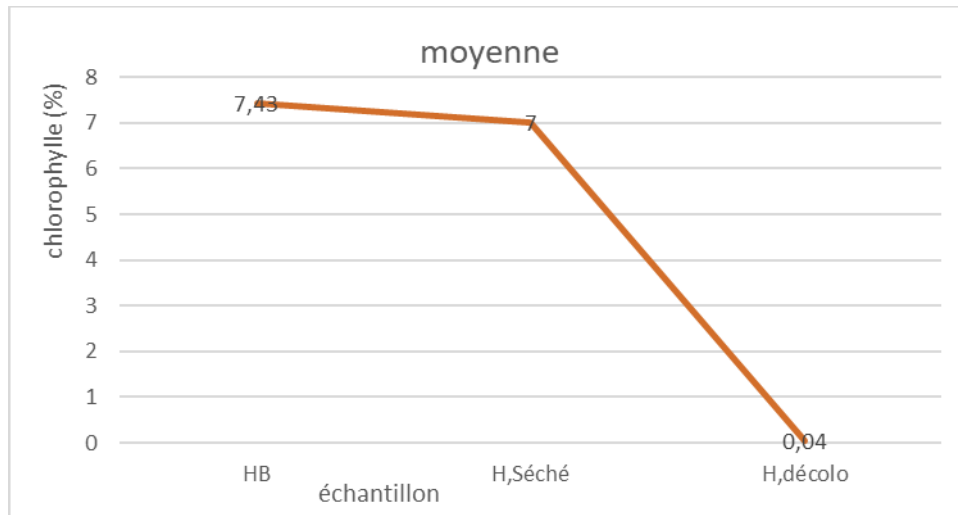


Figure V: Evolution de la chlorophylle des différents échantillons d'huile de soja.

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

Une diminution importante de la teneur en chlorophylle est remarquable après décoloration cela est dû au phénomène d'adsorption (adsorption de la chlorophylle par la terre décolorante). Puis une destruction totale de la chlorophylle après désodorisation [41].

I.5.Détermination de l'indice peroxyde :

Les résultats obtenus concernant l'indice peroxyde pour l'ensemble des échantillons analysés sont consignés dans le tableau suivant :

Tableau XIII: Résultats d'analyse de l'indice peroxyde de l'huile de soja.

Echantillons	Mars (Még O2 /Kg)	Avril (Még O2 /Kg)	Mai (Még O2 /Kg)	La Moyenne	La Norme ISO(396,2007)
HB	8	6	5.5	6.5	10
H. Désodo	0	0.1	0	0.03	1

D'après Les résultats des analyses effectuées , La valeur de L'indice peroxyde de l'huile brute est de 6.5 Méq O₂/Kg , est conforme que la Norme de l'ISO (396,2007).La Valeur de l'huile désodorisée est de 0.03 Méq O₂/Kg est conforme de la Norme de l'ISO.

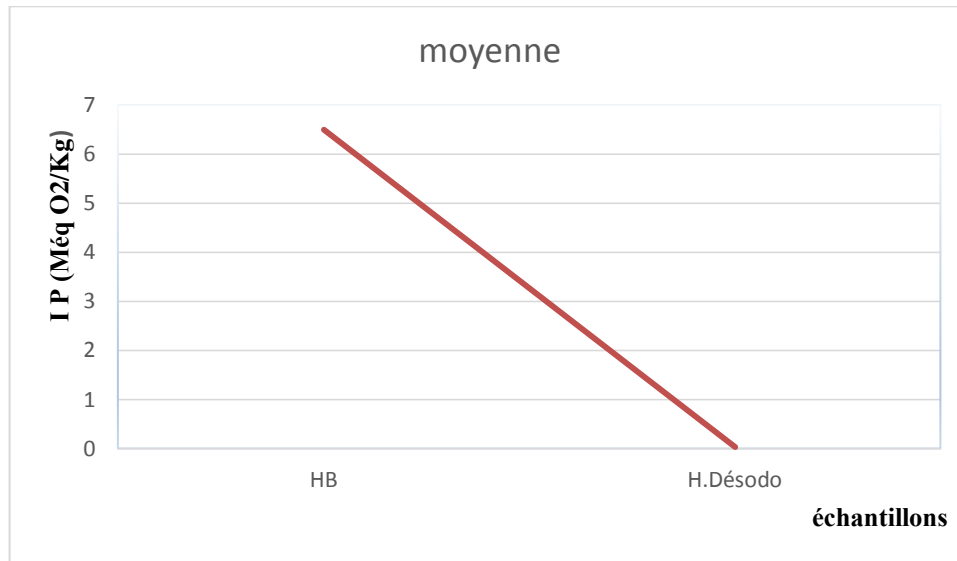


Figure VI: résultats d'analyse de l'indice peroxyde de l'huile de soja au cours de raffinage.

L'indice de peroxyde est fort au niveau de l'huile brute, l'absence d'altération de matière grasse (oxydation des acides gras libres) au niveau de l'huile brute pourrait s'expliquer par le non formation de composés peroxydés à partir des radicaux libres instable (AGL). L'indice de peroxyde est très faible après désodorisation, cela est dû à la destruction des peroxydes par la terre décolorante et sous l'effet de la haute température lors de la désodorisation [42].

I.6.Teneur en phosphore :

Les résultats d'analyse de phosphore des échantillons d'huile de soja sont

Représentés dans le tableau suivant :

Tableau XIV: Résultats d'analyse de la Teneur en phosphore de l'huile de soja.

Échantillon	Mars (Ppm)	Avril (Ppm)	Mai (Ppm)	La moyenne	La norme (ISO 660)
HB	120	138	155	137.66	250
H. Séché	5	3.5	3.8	4.1	5
H. D'écolo	1.9	0.8	0.9	1.2	2
H.Désodo	00	00	00	00	Néant

La teneur en phosphore pour l'huile brute répond aux normes de l'ISO (137.66 ppm), On Remarque une diminution importante des phosphore (4.1ppm) pour l'huile neutralisée, ce qui atteste le bon déroulement de l'étape de neutralisation (dégommage inclut) ou il y avait une élimination importante du phosphore par un traitement avec une solution de l'acide citrique qui élimine les phospholipides non hydratables.

La décoloration intervient dans l'élimination d'une grande partie de phosphore (1.2ppm). Une absence totale de phosphore dans huile désodorisée (0,00ppm) qui repend à norme de l'ISO (0,00). Comme le montre la figure suivante :

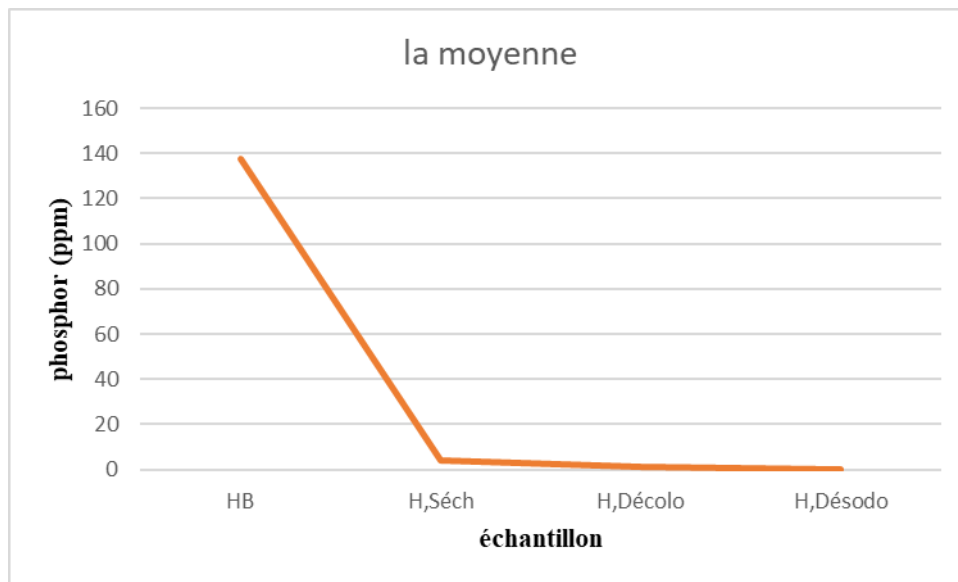


Figure VII: Evolution de la teneur en phosphore d'huile de soja au cours du Raffinage.

La figure VI : montre que l'huile brute a subi une élimination des phospholipides lors de la démucilagination, pour atteindre une valeur de (8,03ppm) par un traitement avec une Solution de l'acide citrique qui élimine les phospholipides non hydratables, qui vont être séparés par la centrifugation (les séparateurs : phase lourde/phase légère).

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

Enfin, cette teneur s'annule lors de la désodorisation sous l'effet de la température et le vide [50, 51].

I.7.Humidité et impureté :

Grace au laboratoire de CEVITAL, les analyses de l'humidité et l'impureté sont effectuées visuellement. L'huile de soja est contient de 0% d'humidité et en retrouve toujours 0 impureté par rapport à l'unité d'analyse.

I.8. Indice d'iode :

Les résultats de variation des moyennes des indices d'iode des échantillons Étudiés sont illustrés dans le tableau suivant :

Tableau XV: Résultat de l'indice d'iode des échantillons d'huile de soja.

Échantillon	Mars	Avril	Mai	La Moyenne	La norme ISO3961 (1996)
HB	133	131	132	132	124-139
H.neutralisé	133	131	132	132	124-139
H .décolo	133	131	132	132	124-139
H. désodo	133	131	132	132	124-139

L'indice d'iode de l'huile de soja au cours du Raffinage. Répond à la norme de L'ISO (3961).

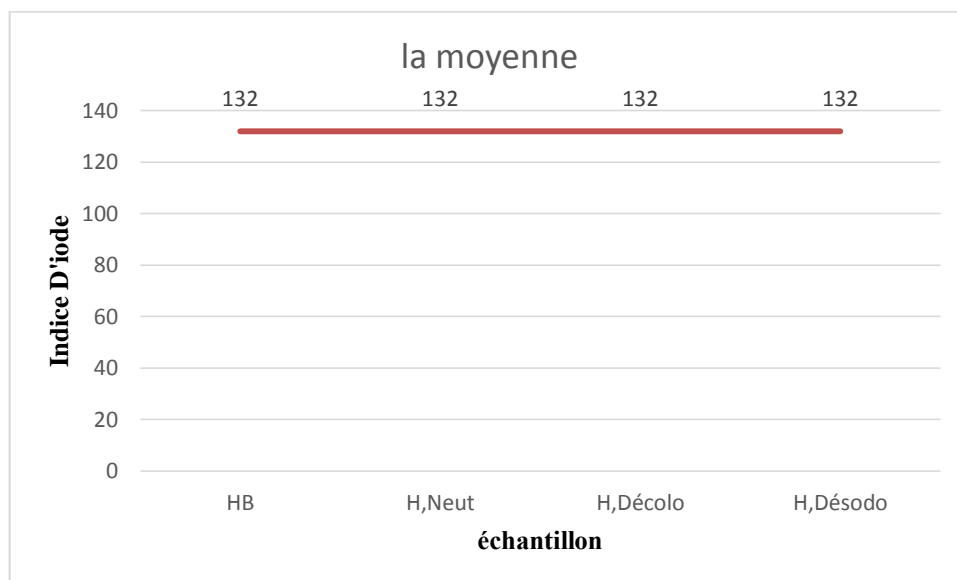


Figure VIII: Evolution de l'indice d'iode de l'huile de soja au cours du raffinage.

I.9. Indice de saponification :

Résultat de l'analyse de L'Indice de saponification réalisée pour les différents échantillons d'huile de soja Sont consignés dans le tableau suivant.

Tableau XVI: Résultat de l'analyse D'indice de saponification réalisée pour les différents échantillons d'huile de soja.

Echantillon	Mars MgKOH/gMG	Avril Mg KOH/g MG	Mai Mg KOH/g MG	La moyenne	La norme ISO 3657(2002)
HB	190	192	189	190.33	189-195
H. neutralisé	190	192	189	190.33	189-195
H.décolo	190	192	189	190.33	189-195
H.désodo	190	192	189	190.33	189-195

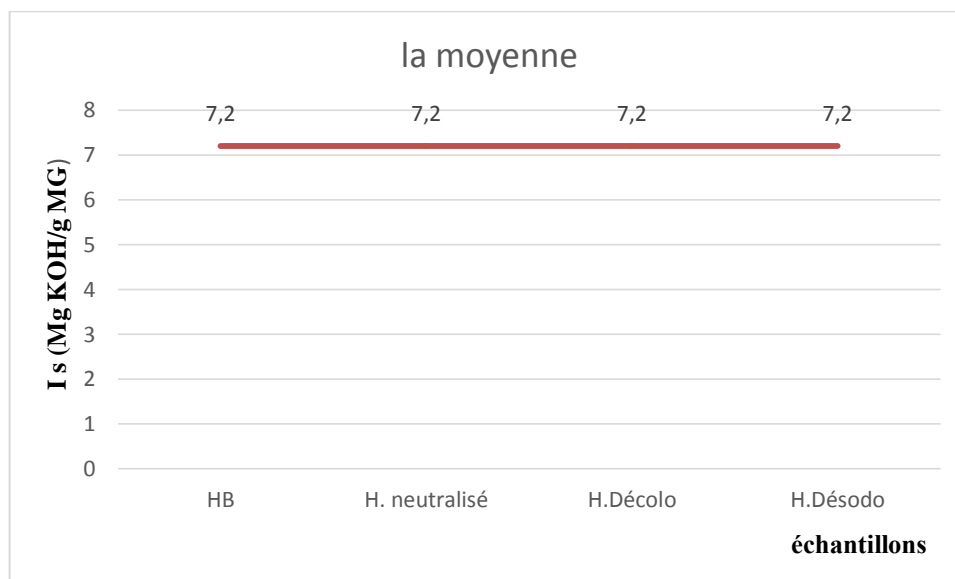


Figure IX: Evolution de l'indice de saponification de l'huile de soja au cours du raffinage.

I.11.Analyse de densité :

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

Tableau XVII: Résultats Da la densité d'huile de soja.

Échantillons	E. de Mars	E.de Avril	E. de Mai	La Moyenne	La Norme Méthode conventionnelle
HB	0.920	0.920	0.919	0.919	0.919-0.925
H.Neutra	0.920	0.919	0.919	0.919	0.919-0.925
H.décolo	0.920	0.919	0.919	0.919	0.919-0.925
H.Désodo	0.920	0.920	0.919	0.919	0.919-0.925

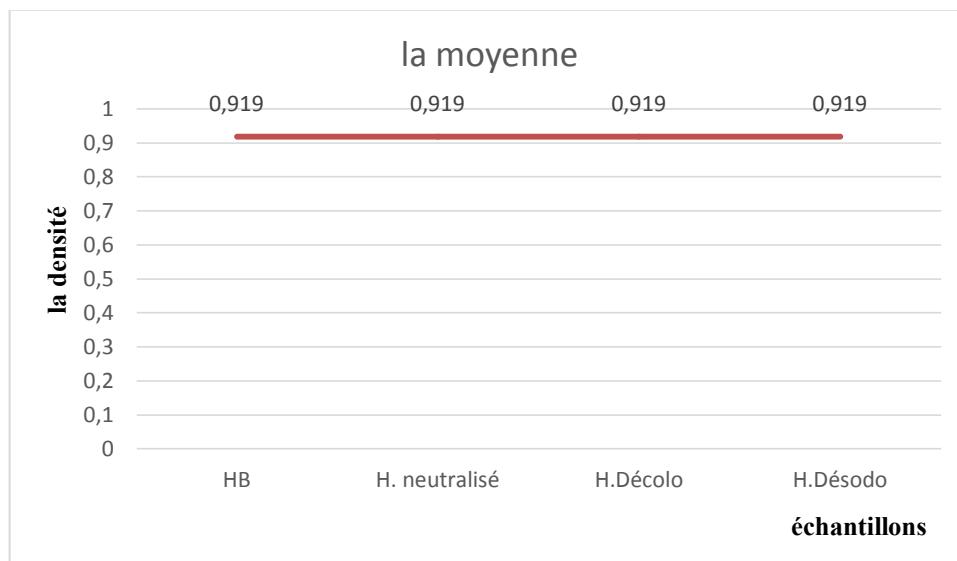


Figure X: résultats de la densité d'huile de soja au cours de raffinage chimique.

D'après les résultats obtenus, les valeurs de La densité, l'indice d'iode l'indice de saponification et les insaponifiables des huiles brutes (soja) sont conformes aux normes de l'entreprise, ceci s'explique par l'absence d'une adultération par d'autres huiles. A le cas d'une variation des valeurs ce indique que il y'a une contamination dans notre huile analysée.

Les résultats des analyses effectuées sur l'huile brute sont conformes aux normes (huile conforme au raffinage), ce qui explique le bon déroulement des traitements effectués sur les graines, l'opération d'extraction et de stockage de l'huile brute.

Analyse physico-chimique des eaux Osmose

II. Analyse physico-chimique des eaux Osmoses :

Les Résultats obtenus concernant les analyses physico-chimiques à l'entrée et la sortie de l'unité d'osmose inverse sont Présenté dans le tableau suivant :

Tableau XVIII: Résultats Des Analyse physico-chimiques à l'entrée et la sortie de l'unité osmose inverse.

Paramètre	PH	Conductivité ($\mu\text{s/cm}$)	TH ($^{\circ}\text{F}$)	TA ($^{\circ}\text{F}$)	TAC ($^{\circ}\text{F}$)	Cl- ($^{\circ}\text{F}$)
Forage	7.85	2840	70	00	25.4	84
Norme	6.5-9	3000	100	00	60	70
ADE	6.88	1068	46.4	00	19	65
Norme	6.5-8.5	2800	50	00	5.5	70
TK101	6.11	89.9	0.9	00	0.8	4.3
350 m³	7.61	53	0.6	00	0.7	2.5
200 m³	8.05	81.4	0.7	00	0.8	3.5
Norme	6.5-8	100	1	00	1.5	5

D'après les résultats obtenus, nous remarquons que les valeurs du pH à l'entrée et la sortie de l'unité d'osmose inverse sont peu dispersées. ces changement serait du à la rétention des sels minéraux y compris les ion hydrogénocarbonates par les membranes d'osmose inverse.

Nous remarquons, avant le traitement, la conductivité de l'eau à l'entrée (eau de forage) et (semi-traitée eau de ADE) sont très élevée avec une valeur de 2840 $\mu\text{s/cm}$ et 1068 $\mu\text{s/cm}$. Ceci s'expliquerait par la forte présence d'ions minéraux dans ces eaux. tandis que à l'eau traitée (TK101, 350 m³, 200 m³) présente une conductivité de 53 $\mu\text{s/cm}$,89.9 $\mu\text{s/cm}$,81.4 $\mu\text{s/cm}$ S'expliquerait par l'élimination des ions présents dans l'eau par les membranes de l'osmoseur.[45]

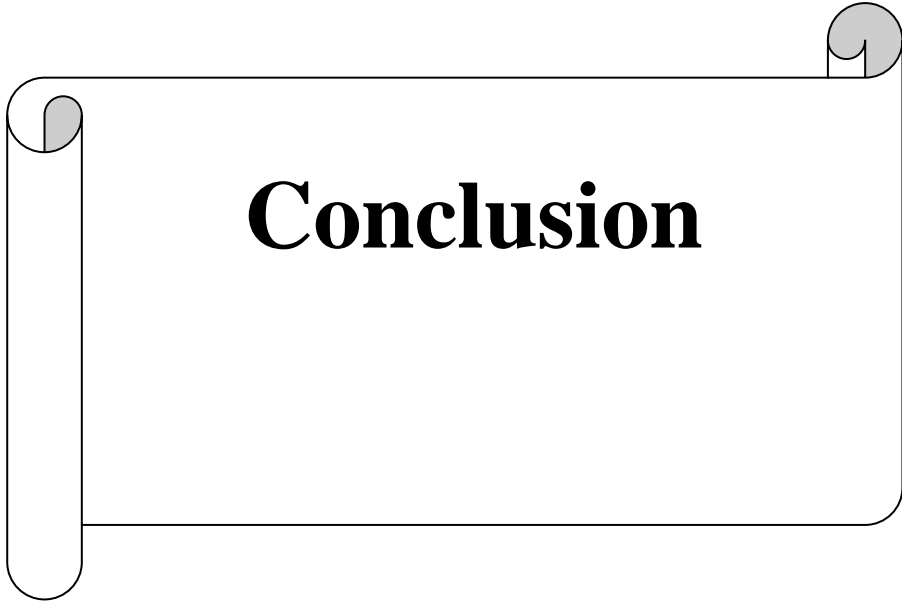
D'après les résultats de titre hydrotimétrique total (**TH totale**) , La qualité de l'eau de forage est dure de valeur de 70 $^{\circ}\text{f}$, cette dureté serai liée à la nature des terrains traversés par l'eau que ce soit calcaire. Ils pourraient présenter un risque d'entartage des conduites. On remarque une diminution des valeurs à la sortie de l'unité qui s'explique une élimination des ions carbonates de calcium et carbonates de magnésium par membranes de l'osmose inverse.

Le titre alcalimétrique (**TA**) est nul pour tous les échantillons au cours de l'analyse, ceci serait au pH qui est inférieur à 8.5, ce qui veut dire que les eaux ne contiennent pas de carbonates et d'alcalins libres [45].

On remarque que la valeur de titre alcalimétrique complet (**TAC**) est diminuée au cours de l'entrée et la sortie, on marque une valeur de 25.5°f à l'entrée et de 0.8°f à la sortie. Ceci s'expliquerait l'efficacité des osmoseurs à éliminer une très grande partie des ions hydrogénocarbonates et carbonates présents dans l'eau.

Nous observons que les teneurs en chlorures sont diminuées par rapport de l'entrée et la sortie, la plus grande valeur enregistrée de l'eau de forage est de 84°f, est une légère augmentation qui dépasse la norme de 70°f. Ceci peut indiquer une contamination par l'eau de mer ou par des sels dissous dans le sol. Des niveaux élevés de chlorure peuvent affecter un phénomène de corrosion des chaudières et des conduites de l'unité. Par contre, les teneurs à la sortie sont très petites de 3.5°f et de 2°f qui expriment l'élimination des chlorures par des membranes de l'osmose inverse.

Nous concluons que tous les résultats obtenus des différentes analyses physico-chimiques des eaux répondent aux normes de l'entreprise CEVITAL, ceci assure que le traitement par technique d'osmose inverse est très efficace pour l'élimination des sels et des différents minéraux dans les eaux.



Conclusion

Conclusion

Conclusion :

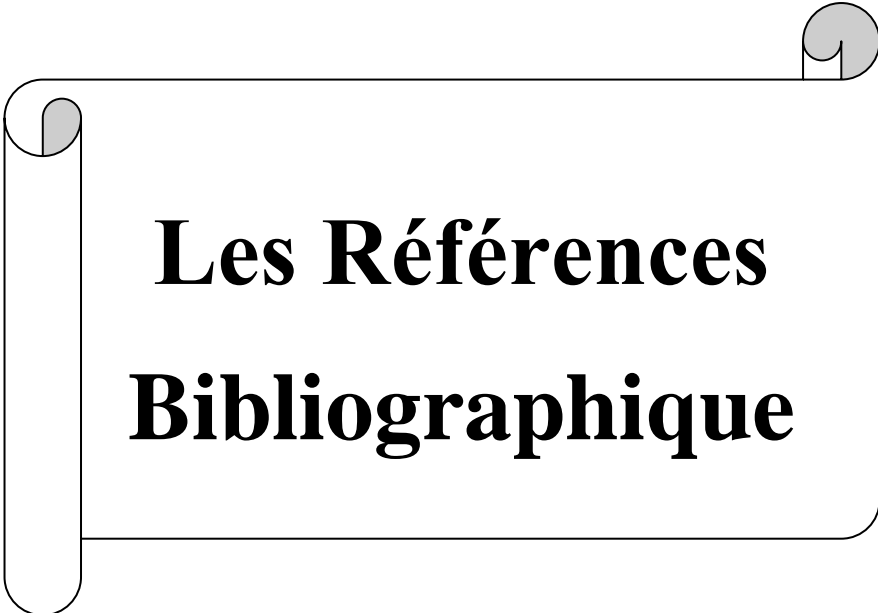
Dans ce travail nous nous sommes fixés comme objectifs en premier lieu le contrôle de la qualité d'un type de corps gras : l'huile de soja au cours des différentes étapes de raffinage chimique au niveau du complexe CEVITAL Spa de Bejaia.

En effet, le raffinage de huile étudiée (soja) présente une différence notable : l'huile brute de soja subit une neutralisation à chaud grâce à sa richesse en cire. qui élimine les composés indésirables, grâce aux différentes étapes du processus, à savoir la neutralisation (phospholipides, les acides gras libres), et les pigments colorée dans la décoloration, et les composés odorants (désodorisation).

D'après les résultats des analyses (acidité trace de savon, la couleur, chlorophylle phosphore, indice peroxyde, indice d'iode, indice de saponification, insaponifiable, humidité, Impureté et la densité) effectuées sur l'huiles de soja, nous pouvons conclure que l'unité produit une huile raffinée de bonne qualité, conforme aux normes de l'entreprise et de la norme d'ISO. Et cela pour mieux optimiser le processus de raffinage à fin d'avoir à bon rendement et une bonne qualité d'huile.

D'après le suivi de la technique de l'osmose inverse des eaux utilise dans l'étape de neutralisation de raffinage chimique, et les résultats des analyses (pH, la conductivité, le titre hydrotimétrique totale, le titre alcalimétrique, le titre alcalimétrique complet et les chlorures) effectuées sur l'eau de forage, nous pouvons conclure que cette technique est plus efficace de l'éliminer les impuretés de l'huile de soja et de filtrer les molécules indésirables.

Ce stage pratique a été pour nous d'un grand bénéfice car d'une part, il nous a permis d'acquérir des connaissances approfondies sur le raffinage des huiles végétales et sur les différentes analyses effectuées, et ainsi de nous a appris la technique de l'osmose inverse et ces analyse d'autres part d'avoir une vue sur la vie professionnelle.



**Les Références
Bibliographique**

Les Références Bibliographiques :

- [1]:Cossut.J, Humert S., Defrenne B.,Roelstraete L.,Desmect C.,Vanuxeen M.,Ferrouls.,Vidal S., Et Garnet S .2002.Les Corps Gras :Entre Tradition Et Modernité. Projet Réalisé Dans Le Cadre Du DessQualimapa. Institut Agro-Alimentaire De Lille,Université Des Sciences Et Technologies De Lille .2002.
- [2]: Nfasina O.O., Craig-Schmidt M., Colley Z. And Hallman H. 2008 : Predicting Melting Characteristics Of Vegetable Oils From Fatty Acid Composition. Lwt. Vol. 41: P 1501.
- [3]. Guston D.F. Végétaels In Foodtechnologie Composition, Prophéties And Uses. 2 Edition. Wiley-Blachwell. Pp. 62-70. (2011).
- [4]Guignard J.L. 2000 : Bases De L'autotrophie Végétale .In «Biochimie Végétale». Ed. 2. Dunod,
- [5]:M.Tizi Et Z.Chaouchi ,Suivi Du Traitement Physico-Chimique Par Osmose Inverse Des Eaux Provenant De Trois Forages Situés A Ibourassene (Bejaia) Utilisées Par Le Complexe Agroalimentaire Cevital. Mémoire Master Université A.MiraBéjaia.Paris : P 8.
- [6] Jean Fritsh, Fabrication Et Raffinage Des Huiles Végétales Mnuel A L'usage Des Fabrications, Raffineurs, Courtiers Et Négociants En Huiles. Primary Source Edition. Mars 2014 , P1.
- [7] Www.Aquaportail.Com/Definition-6182-Corps-Gras.
- [8] Karleskind A. Sources Et Monographies Des Principaux Corps Gras In « Manuel Des Corps Gras ».Tom 1 . In : Edition : Tec Et Doc. Lavoisier- Paris, Pp.1-5.
- [9] Iterg,Tout Savoir Sur Les Corps Gras.11 Rue Gaspard Monge 33610 Canejan France, Iterg.Com.
- [10] Helme, Jean Paul. Soybean Oil Refining. ConsultantParis, 1984.
- [11] Teneur En Matières Insaponifiables In Huiles Végétales .In : « Didier Fontanel Phytochimiste » Edition :Tec.Doc.Lavoisier-Paris,P 2.
- [12] C.Couet, « Biochimie Structurale », Université De Rennes (2006).
- [13] Chouber T I.N.R.A PigmentsCaroténoïdes Et Reproduction Des Poissons G. - Laboratoire De Nutrition Des Poissons. Station D'hydrobiologie , Saint-Pée-Sur-Nivelle - 6431 0 Ascai N (France)
- [14] Jean Graille, « Lipides Et Corps Gras Alimentaires ». Collection Sciences Et Technologie Agroalimentaires ,Edition :Tec.Doc. Lavoisier, Paris : P- 17
- [15] Www.Ecoledesmetiers.Fr/Fichiers/2019-07/Corps_Gras.
- [16] Dr Laref Nabil, « Les Corps Gras Alimentaire », Université De Oran (2022).

- [17] Berrada S. 2009: Les Lipides : Structure, Propriétés Et Applications Technologiques. Académie De Montpellier : P 5.
- [18] Touitou Y. 2006 : Biochimie : Structure Des Glucides Et Lipides. P31-33-34-35.
- [19] Y. 2006 : Biochimie : Structure Des Glucides Et Lipides. P31
- [20] <https://Agronomie.Info/Fr/Definition-Des-Huiles-Vegetales/>
- [21] André Pieyre De Mandiargues , [Www.Planete-Cuisine.Com](http://www.Planete-Cuisine.Com)
- [22] Charles A Et Den G .Abrégé De Biochimie Alimentaire.4 Eme Edition : Masson ,Paris, 1997 , 225-232.
- [23] Morin O, Pages-Xatart-Par Es X. Huiles Et Corps Gras Végétaux : Ressources Fonctionnelles Et Intérêt Nutritionnel. Ocl 2012 ; 19(2) : 63-75. Doi : 10.1684/Ocl.2012.0446.
- [24] Ocde/Fao (2022), « *Statistiques Agricoles Des Perspectives Agricoles De L'ocde Et De La Fao* (Base De Données) ».
- [25] Z.Berk, « Technologie De Production De Farines Alimentaire Et De Produits Protéiques Issus Du Soja », Tecnion, Institut De Technologie D'israel. Haifa .Organisation Des Nations Unies Pour L'alimentation Et L'agriculture. Rome ,1993
- [26] Livernais-Saettel L. 2002 : Le Soja.
- [27] Debruyne, Ignace. Transformation Et Aspects Industriels, Technique De L'ingénieur, Traité Agroalimentaire 2001. F 6030. P 1 – 12.
- [28] M. Chekri , Optimisation Du Dosage De La Terre Décolorante A L'échelle Industriel Lors De Raffinage Chimique De L'huile De Soja Réalisé Au Sein Du Complexe Agro-Alimentaire. Cevital-Bejaia, Mémoire De Master Université De Bejaia, Algérie 2014 .
- [29] Birot Marie , Céline Gaud Stéphane , Gouband Itegr , Fazeuilh Morgan Etxavier Pages Odile Morin, Institut Des Corps Gras, , Rue Gaspard-Monge, 33600 Pessac, France P-11 ([Www.Itegr.Com](http://www.Itegr.Com)).
- [30] N. Benyahia Et K. Zein. Analyse Des Problèmes De L'industrie De L'huile D'olive Et Solutions Récemment Développées. Contribution Spéciale De Sustainable Business Associates (Suisse) A Aesec II, 2003.
- [31] Denise J. (1992). Raffinage Des Corps Gras. In Manuel Des Corps Gras Tom I. Ed Tec & Doc. Paris : Lavoisier. (789 P). Berk Z. (1993). Technologie De Production De Farines Alimentaires Et De Produits Protéiques Issus Du Soja. Ed Fao. Rome. (192p).
- [32] Morin O., Birot C., Pages X., Gaud M., Fazeulh S., Gouband M. (2010). Raffinage Des Huiles Et Des Corps Gras Et Elimination Des Contaminants. Institut Des Corps Gras. France.

- [33] Organisation De Coopération Et De Développement Economique (Ocde), (2001). La Biotechnologie Au Service De La Durabilité Industrielle. France
- [34] 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).
- [35] Baldwin A. R. (1986). The World Conference On Emerging Technologies In The Fats And Oilschemists' Society. Ed American Oilchemists' Society. (431p).
- [36] Vierling, Aliments Et Boisson : Filières Et Produits. Troisième Edition, Crdp D'aquitaine. France. (281p).
- [37] Bor, 1991. Rice, Volume 2 :Utilization . Second Eddition Copyright By Van Nostrand Reinhold. University Of California , Davis (413p) .
- [38] Pages-Xatar-Pares X .(2012). Technologie Des Corps Gras (Huile Et Graisse Végétales). Université Claude Bernard Lyon I Agence Comptable Sce Facturier. Ed Technique De L'ingénieur . Paris.1-19p.
- [39]. Kartika. Nouveau Procédé De Fractionnement Des Graines De Tournesol. (2005).
- [40]. Guston D.F. Végétales In Foodtechnologie Composition, Prophéties And Uses. 2 Edition. Wiley-Blachwell. Pp. 62-70. (2011).
- [41].Cheftel J.C. Et Cheftel H. Introduction A La Biochimie Et Technologie Des Aliments Ed. Tec& Doc, Lavoisier, Paris, T1. 240-300,381p. (1977).
- [42].Constantin B. Les Lipides. Ecole Polytechnique Fédérale, Leusane. Pp. 138-144. (2000)
- [43] : Wolf J. P. Manuel Des Corps Gras. Ed. Lavoisier Paris. Isbn. 2-85206-6629. (1992).
- [44] : Weil, Jh. Biochimie Générale, 7ème Edition. Paris P239. (1995).
- [45] : M.Tizi Et Z.Chaouchi ,Suivi Du Traitement Physico-Chimique Par Osmose Inverse Des Eaux Provenant De Trois Forages Situés A Ibourassene (Bejaia) Utilisées Par Le Complexe Agroalimentaire Cevital. Mémoire Master Université A.MiraBéjaia.
- [46]F.C.Krzyzanowski Et N.Neumaier, Le Soja Dans Les Tropiques Amélioration Et Production.Organisation Des Nations Unis Pour L'alimentation Et L'agriculture, Office Brésilien De Recherche Agricole. Rome, 1995.
- [47] Roger, François. Rappel Des Notions Fondamentales. In : Les Industries Des Corps Gras. Paris : Lavoisier. 32 P (Institut D'études Sur Les Corps Gras Et Produits Dérivés), (1974).
- [48] Mohtadji Et Lamballais C. Les Aliments Ed Maloine Pp 94-102. (1989).

[49] : Wolf J. P. Manuel Des Corps Gras. Ed. Lavoisier Paris. Isbn. 2-85206-6629. (1992).

[50] : Weil, Jh. Biochimie Générale, 7ème Edition. Paris P239. (1995).

[51] :Mustapha Et Sauffer, Traitement Du Signal Et Des Images. Volume I,6-9 Septembre 2005 I ,
Louvain-La Neuve, Belgique.

Normes et références réglementaires :

AOCS. (1989) : Méthodes d'analyse des corps gras. Détermination des traces de savon. Méthode off 1.2-365.

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

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

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

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

ISO 15305. (1998) : Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination de la couleur. 1ème édition.

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

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

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

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

ISO 3961. (1996) : Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination de l'indice d'iode. 3^{ème} édition.