

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR  
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE



**Université Frères Mentouri Constantine 1**  
**Faculté des sciences de la nature et de la vie**  
**Département de biologie appliquée**



## *Mémoire*

**Filière : Biotechnologie microbienne, Spécialité : Bioindustrie, Analyses et  
Contrôle**

## *Thème*

**Contrôle qualité de deux huiles alimentaires tournesol et soja  
au cours du raffinage au sein de l'industrie CEVITAL**

**Par :**

**Melle . HAMAILI Ikram**

**Msr . BOUDJABI Ramzi Amine**

**Jury d'évaluation :**

**Président du jury : Mme Halmi S**

**Encadreur : Mme GHORRI S.**

**Examineur : Mme Benchiheub M**

**MCB.UFM Constantine 1**

**MCB.UFM Constantine 1**

**MCB.UFM Constantine 1**

***Année : 2020/2021***

« Je suis de ceux qui pensent que la science est d'une grande beauté. Un scientifique dans son laboratoire est non seulement un technicien : il est aussi un enfant placé devant des phénomènes naturels qui l'impressionnent comme des contes de fées. [...] Si je vois quelque chose de vital autour de moi, c'est précisément cet esprit d'aventure, qui semble qui me paraît indéracinable et s'apparente à la curiosité. Sans la curiosité de l'esprit, que serions-nous ? Telle est bien la beauté et la noblesse de la science : désir sans fin de repousser les frontières du savoir, de traquer les secrets de la matière et de la vie sans idée préconçue des conséquences éventuelles. »

**Marie Curie**

## ***Remerciements***

Au terme de ce travail nous adressons nos plus sincères remerciements a Dieu, louange a Allah le tout puissant, celui qui nous a donné la force, le courage et la patience d'achever ce modeste ouvrage

Nous tenons à remercier notre promotrice Madame Ghorri Sana qui nous a honoré de sa présence, son attention et son savoir faire, ses conseils nous ont été précieux

Nos remerciements au chef de département Mr.Kacem Chaouche d'avoir cru en nous, de nous avoir motivé et d'avoir pris le temps de nous pousser toujours vers l'avant

Nous remercions aussi les membres du jury d'avoir accepté d'évaluer notre travail

Nous exprimons notre profonde gratitude a toute l'équipe travaillant chez CEVITAL ayant contribué de près ou de loin a rendre notre expérience au sein de cette entreprise très enrichissante, nous ne leur serons jamais assez reconnaissant pour la cordialité et l'enthousiasme avec lesquels ils nous ont accueillis à savoir :

**Mr .Mourad Ouzani**

**M .Jamila Terki**

**Mr.Hamitri**

**Mr.Ouahab**

**Mr.Achour**

Un grand MERCI a nos proches et particulièrement nos parents qui nous ont conféré confort, réconfort et soutien moral durant toutes nos années d'études

Une pensée particulière a tous les enseignants qui ont contribué a assurer notre formation au sein de l'université



## *Dédicaces*

A mes parents. Aucun hommage ne pourrait être à la hauteur de leurs sacrifices, que dieu leur procure santé et longue vie.

A ma sœur et mon frère à qui je souhaite pleins de bonheur et de réussite dans leurs vies.

A mon binôme Boudjabi Amine Ramzi qui connaît la valeur du travail d'équipe.

A mes amies qui ont su être là pour moi sans rien demander en retour.

A ma grand-mère qui me procure toujours une sensation de joie, de tendresse et d'amour inégalable.

A tout le reste de ma famille que j'aime tendrement, que dieu nous garde unis et soudés.



**Hamaili Ikram**



## *Dédicaces*

A ma très chère maman et mon père à qui je dois tout, ceux qui m'ont toujours poussé au meilleur, qu'ils trouvent en moi la source de leur fierté.

A mes cousins, à qui je souhaite un avenir radieux plein de réussite.

A mon binôme Hamaili Ikram à qui sans elle ce travail n'aurait pas vu le jour.

À mes chers Amis proches.

A tous ceux qui me sont chers.

**Boudjabi Amine Ramzi**



# *Résumé*

Les huiles brutes de tournesol et soja sont des huiles de nature végétale. Extraites à partir des graines de tournesol et soja, elles nécessitent le passage obligatoire par le traitement de raffinage, pour pouvoir être consommée car la quantité d'impuretés qu'elles contiennent peuvent être préjudiciable à la santé humaine. Le présent travail réalisé au niveau du complexe CEVITAL a pour objectif la caractérisation et le suivi de l'évolution des paramètres physico-chimiques lors des différentes étapes de raffinage chimique à partir de l'huile brute jusqu'à l'huile désodorisée (acidité, humidité, indice de peroxyde, la couleur, les traces de savons, les cires,) pour garantir huile finie de qualité salubre et conforme aux normes préservant ses propriétés nutritionnelles et organoleptiques. Les résultats obtenus révèlent que le procédé chimique est stable et facile à mettre en œuvre, ce qui traduit l'efficacité du suivi et des traitements appliqués à différents stades du raffinage.

**Mots clés :** huile de tournesol, huile de soja, raffinage chimique, paramètres physico-chimiques, acidité, indice de peroxyde, traces de savons.

# *Abstract*

Crude sunflower and soybean oils are vegetable oils. Extracted from sunflower and soya seeds, they require a compulsory refining process before they can be consumed because the quantity of impurities they contain can be harmful to human health. The present work carried out at the CEVITAL complex aims at characterizing and monitoring the evolution of the physico-chemical parameters during the different stages of hot and cold chemical refining from the crude oil to the deodorized oil (acidity, moisture, peroxide value, color, traces of soaps, waxes,) to guarantee a finished oil of safe quality and in conformity with the standards preserving its nutritional and organoleptic properties. The results obtained show that the chemical process is stable and easy to implement, which reflects the effectiveness of the monitoring and treatments applied at different stages of refining

**Key words:** sunflower oil, soybean oil, chemical refining, physico-chemical parameters, acidity, peroxide number, traces of soaps

## الملخص

زيوت عباد الشمس وفول الصويا الخام هي زيوت نباتية. يتم استخلاصها من بذور عباد الشمس وفول الصويا ، وهي تتطلب مروراً إلزامياً من خلال معالجة التكرير ، حتى يمكن استهلاكها لأن كمية الشوائب التي تحتويها يمكن أن تكون ضارة بصحة الإنسان. يهدف العمل الحالي المنفذ على مستوى مجمع سيفيتال إلى توصيف ومراقبة تطور المعلمات الفيزيائية والكيميائية خلال المراحل المختلفة للتكرير الكيميائي من النفط الخام إلى الزيت منزوع الرائحة (الحموضة ، الرطوبة ، مؤشر البيروكسيد ، اللون ، آثار الصابون ، الشمع ،) لضمان زيت نهائي بجودة آمنة ويتوافق مع معايير الحفاظ على خصائصه الغذائية والحسية.

**الكلمات المفتاحية :** زيت عباد الشمس ، زيت فول الصويا ، التكرير الكيميائي ، المعلمات الفيزيائية والكيميائية ، الحموضة ، مؤشر البيروكسيد ، آثار الصابون.



## *Liste des abréviations*

**A** : Acidité

**Ac** : Acide

**AG** : Acides gras

**AGI** : Acides gras insaturés

**AGMI** : Acide gras mono-insaturé

**AGPI** : Acide gras poly-insaturé

**AGS** : Acide gras saturé

**AOCS**: American Oil Chemist's Society

**AP** : acide phosphatidique

**COI** : Le conseil oléicole international

**CPG** : Chromatographie de phase gazeuse

**CPG** : Chromatographie en phase gazeuse

**CPO** : Crude Palm Oil (Huile brute de palme);

**CSAH** : le Comité Scientifique de l'Alimentation Humaine

**Ech** : Echantillon

**H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>** : Acide sulfurique

**H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>**: Acide phosphorique.

**HACCP**: Hazard Analysis Critical Control Point.

**HBO** : Hydrogen Bean Oil (Huile de soja hydrogénée).

**HPO** : Hydrogen Palm Oil (Huile de palme hydrogénée).

**I.A** : Indice d'Acide

**I.I** : Indice d'Iode

**I.P** : Indice de peroxyde

**IP** : Indice de peroxyde

**ISO** : international Standards Organization.

**ISO** : International standard organisation

**KI** : Iodure de potassium.

**KI** : iodure de potassium

**M** : mélangeur

**Mbar** : Millibar

**meq O<sub>2</sub>/Kg** Milli équivalent d'oxygène actif/Kg de matière grasse

**MG(%)** : Matière grasse en pourcentage.

**N** : Normalité

**NaCl** : chlorure de sodium

**NaOH** : La soude caustique.

**ODF** : Oleïne Doublement Fractionnée

**PPM** : Partie par million

**S** : séparateur

**Spa** : Société par action.

**SPA**: Société Par Action.

**TSC**: Traces de savon chimique.

# Table des matières

- Liste des abréviations
- Liste des tableaux
- Liste des figures

## Revue Bibliographique

<b>Introduction.....</b>	<b>1</b>
<b>1. Généralités sur les corps gras.....</b>	<b>3</b>
1.1. Définition.....	3
1.2. Classification des corps gras selon leur composition.....	3
1.3. Composition des corps gras.....	4
1.3.1. Les constituants majeurs.....	4
1.3.2. Les constituants mineurs.....	5
1.4. Propriétés physiques et chimiques des corps gras.....	6
1.5. Intérêts nutritionnels des corps gras.....	8
<b>2. Généralités sur les huiles végétales .....</b>	<b>8</b>
2.1. Définition officielle d'une huile végétale selon la Pharmacopée Européenne .....	8
2.2. Classes des huiles végétales selon leur origine .....	9
<b>3. Qualité d'une huile alimentaire.....</b>	<b>9</b>
3.1. Facteurs influençant la qualité d'une huile .....	10
3.2. Produits formé au cours de l'oxydation.....	11
3.3. Lutte contre les facteurs susceptibles d'altérer la qualité d'une huile alimentaire...11	
<b>4. Etudes de deux huiles à usage alimentaire « soja et tournesol ».....</b>	<b>12</b>

4.1. Huile de soja .....	12
4.1.1. Description de la plante et de la graine de soja .....	12
4.1.2. Composition de la graine et de l'huile de soja.....	12
4.1.3. Composition de l'huile de soja.....	13
4.2 Huile de tournesol	14
4.2.1. Description de la plante et de la graine de tournesol .....	14
4.2.2. Composition de la graine.....	15
4.2.3. Composition de l'huile de tournesol.....	15
<b>5. Présentation du Complexe CEVITAL spa. Béjaïa.....</b>	<b>16</b>
<b>6. Procédé industriel de production d'une huile végétale alimentaire.....</b>	<b>21</b>
6.1. Trituration des graines oléagineuses	
6.1.1. Préparation des graines	
6.1.2. L'extraction de l'huile des graines oléagineuses (tournesol et soja).....	22
6.1.2.1. Principe de l'extraction mécanique.....	22
6.1.2.2. Principe de l'extraction par solvant .....	23
6.2. Raffinage des huiles végétales .....	23
6.2.1. Définition générale du raffinage.....	23
6.2.2. But du raffinage .....	23
6.2.3. Procédé du raffinage chimique.....	24
6.2.3.1. Dégommage.....	25
6.2.3.2. Neutralisation.....	25
6.2.3.3. Lavage.....	26
6.2.3.4. Séchage.....	26
6.2.3.5. Décoloration.....	27
6.2.3.6. La filtration .....	27

6.2.3.7. Décirage ou winterisation .....	27
6.2.3.8. La désodorisation .....	28
6.2.3.9. Refroidissement.....	28
6.2.4. Avantages et inconvénients du raffinage chimique .....	30
6.2.3.1. Les avantage.....	30
6.2.4.2. Les inconvénients.....	30
<b>7. Le conditionnement.....</b>	<b>30</b>
7.1. Etapes du conditionnement.....	30
7.2. Critères d'utilisations des emballages.....	32
7.3. Traitement des coproduits générés à partir du raffinage.....	33
<b>8. Protocoles de nettoyage au sein de l'unité de raffinage des huiles.....</b>	<b>33</b>
<b>9. Qualité et Certification .....</b>	<b>34</b>
9.1. Outils du système de sécurité alimentaire chez CEVITAL .....	35
9.2. Plan HACCP .....	35

## **Partie expérimentale**

### **Matériel et méthodes**

<b>1. Echantillonnage.....</b>	<b>36</b>
<b>2. Analyses physico-chimiques des huiles de soja et de tournesol.....</b>	<b>38</b>
2.1. Analyses chimiques.....	38
2.1.1. Détermination de l'acidité.....	38
2.1.2. Détermination des traces de savon.....	39
2.1.3. Détermination du taux de phosphore.....	40
2.1.4. Détermination de la chlorophylle.....	42
2.1.5. Indice de peroxyde.....	42
2.1.6. Chromatographie en phase gazeuse.....	44

2.2. Analyses physiques.....	45
2.2.1. Détermination de la couleur.....	45
2.2.2. Détermination de l'humidité.....	47
2.2.3. Détermination des cires.....	47

## **Résultats et discussion**

<b>1. Résultats et discussion des analyses physico-chimiques des deux huiles (soja et tournesol) au cours du raffinage chimique.....</b>	<b>49</b>
1.1. Les huiles brutes (soja et tournesol).....	49
1.2. Les huiles déémucilaginées (soja et tournesol).....	51
1.3. Les huiles séchées (soja et tournesol).....	52
1.4. Les huiles décolorées (soja et tournesol).....	52
1.5. Les huiles désodorisées (soja et tournesol).....	53
<b>2. Evolution des caractéristiques physico-chimique des huiles de soja et tournesol au cours du raffinage chimique.....</b>	<b>54</b>
2.1. Evolution de l'acidité au cours des étapes du raffinage.....	54
2.2. Evolution des traces de savon au cours des étapes du raffinage.....	56
2.3. Evolution de l'indice de peroxyde au cours des étapes du raffinage.....	56
2.4. Evolution des phosphores au cours des étapes du raffinage.....	57
2.5 Evolution de la chlorophylle au cours des étapes du raffinage.....	58
<b>3. Discussion général.....</b>	<b>60</b>
<b>Conclusion.....</b>	<b>67</b>
Références bibliographiques.....	68
Glossaire	
Annexes	

# Liste des tableaux

<b>Tableau N°</b>	<b>Titre</b>	<b>Page</b>
<b>I</b>	Propriétés physico-chimiques des corps gras et leurs caractéristiques	<b>7</b>
<b>II</b>	Composition de l'huile de soja en acide gras.	<b>13</b>
<b>III</b>	Constituants mineurs de l'huile de soja.	<b>14</b>
<b>IV</b>	Composition en acides gras de l'huile de tournesol	<b>16</b>
<b>V</b>	Composition de l'huile de tournesol en insaponifiables.	<b>16</b>
<b>VI</b>	Représentation des activités au sein de l'industrie de CEVITAL	<b>17</b>
<b>VII</b>	représentation de la différence entre le raffinage chimique à chaud et à froid	<b>29</b>
<b>VIII</b>	Les analyses physico-chimiques effectuées aux différentes étapes du raffinage.	<b>37</b>
<b>IX</b>	La composition en acide gras des huiles brutes sur CPG (soja et tournesol).	<b>49</b>
<b>X</b>	Résultats des analyses physico-chimiques des huiles brutes (soja et tournesol).	<b>50</b>
<b>XI</b>	Résultats des analyses physico-chimiques des huiles démulcinées (soja et tournesol)	<b>51</b>
<b>XII</b>	Résultats des analyses physico-chimiques des huiles séchées (soja et tournesol).	<b>52</b>
<b>XIII</b>	Résultats des analyses physico-chimiques des huiles décolorées (soja et tournesol).	<b>53</b>
<b>XIV</b>	Résultats des analyses physico-chimiques des huiles désodorisées (soja et tournesol).	<b>53</b>

# Liste des figures

<b>Figure N°</b>	<b>Titre</b>	<b>Page</b>
<b>1</b>	Classement de quelques huiles végétales par catégorie d'acides gras	<b>4</b>
<b>2</b>	Structure d'un glycérol et d'un triglycéride	<b>5</b>
<b>3</b>	Composition panoramique des corps gras et importance relative des principales classes de composés.	<b>6</b>
<b>4</b>	Photographies du soja	<b>12</b>
<b>5</b>	Photographies du tournesol	<b>15</b>
<b>6</b>	Organigramme du complexe de raffinerie de CEVITAL	<b>20</b>
<b>7</b>	Réaction de démucilagination	<b>25</b>
<b>8</b>	Réaction de neutralisation	<b>26</b>
<b>9</b>	image illustrant une réelle préforme et la préforme référentielle (CEVITAL)	<b>32</b>
<b>10</b>	Les 4 principes essentiels de l'ISO 22000:2018	<b>34</b>
<b>11</b>	les 7 principes du système HACCP	<b>35</b>
<b>12</b>	Evolution de l'acidité au cours des différentes étapes du raffinage chimique des huiles de soja et de tournesol.	<b>55</b>
<b>13</b>	Evolution de l'indice de peroxyde au cours des différentes étapes du raffinage chimique des huiles de soja et de tournesol.	<b>56</b>
<b>14</b>	Evolution des phosphores au cours des différentes étapes du raffinage chimique des huiles de soja et de tournesol.	<b>57</b>



<b>15</b>	Evolution de la chlorophylle au cours des différentes étapes du raffinage chimique des huiles de soja et de tournesol.	<b>58</b>
<b>16</b>	Evolution des traces de savon au cours des différentes étapes du raffinage chimique des huiles de soja et de tournesol.	<b>59</b>

**Revue**  
**Bibliographique**

## Introduction générale

Le marché mondial des oléagineux a connu un développement considérable au cours des dernières années afin d'obtenir des huiles végétales dont la consommation ne cesse de croître (Cuvelier *et al.*, 2012) en raison de leur rôle important dans la protection de la santé et la prévention des maladies (Yang *et al.*, 2018). En effet, au cours de ces dernières années, sa production a atteint une moyenne de 15 millions de tonnes/ans (Gournay, 2006).

Les huiles végétales jouent un rôle essentiel dans notre alimentation, elles assurent tout d'abord une fonction nutritionnelle en contribuant à l'apport d'énergie, et en étant une source d'acides gras indispensables notamment l'acide linoléique et l'acide alpha-linolénique, elles améliorent aussi la qualité organoleptique des produits, leur apportent une texture onctueuse, un aspect brillant et une saveur spécifique (Cuvelier et Maillard, 2012). Enfin, elles assurent des fonctions technologiques, en particulier comme : moyens de transfert de chaleur en cuisson « exemple des huiles de friture », agents d'enrobage et de démoulage ou comme supports d'arômes et de colorants lipophiles (Cuvelier et Maillard, 2012).

Parmi les oléagineux de la production mondiale des huiles végétales, on trouve l'huile de soja et de tournesol extraites des graines, dont le principal domaine d'application est l'alimentation humaine, comme huile de table ou pour la fabrication de la margarine (Cossut *et al.*, 2002 ; Kartika, 2005). La différence entre ces diverses huiles réside dans la qualité des acides gras qui les composent, leur quantités et leur nature, certains d'entre eux, dits polyinsaturés sont « essentiels » à notre organisme qui ne peut les synthétiser (Frénot et Vierling, 2002).

Ces huiles sont, à l'état naturel, accompagnées d'antioxydants tels que les pigments caroténoïdes, les tocophérols « vitamine E », et les composés phénoliques (Schimidt et Pokornny.,2005) qui permettent de préserver leur qualité et de minimiser l'accumulation des composés indésirables (Li *et al.*,2018) comme les phospholipides et pigments colorés... dont l'élimination est indispensable pour obtenir un produit fini répondant aux normes en vigueur. (Cuvillier et Maillard, 2012).

La transformation des graines en huile commerciale met en œuvre une succession d'étapes de trituration des graines, exercée dans des unités de transformation appelées "huileries" afin d'aboutir à un produit brut suivi par un raffinage qui consiste en une série d'opérations qui présentent chacune ses objectifs. Il existe plusieurs types de raffinages dont

Le choix se fait en fonction de la nature de l'huile, de sa qualité et des objectifs visés (Pagès-Xatart-Parès, 2008).

De la graine à l'huile raffinée et transformée, la maîtrise du procédé et des technologies spécialisées doivent intégrer les aspects de sécurité sanitaire et garantir un produit exempt de tout contaminant et conforme aux limites fixées par la réglementation (Pages., 2010). Ces technologies ont su évoluer pour répondre à cette problématique et intégrer les contraintes actuelles de l'industrie de rentabilité et de respect de l'environnement (Pagès-Xatart-Parès, 2008).

Dans l'objectif de faire un suivi et contrôle des paramètres physico-chimiques des huiles végétales « soja et tournesol », raffinées par le procédé chimique à différents niveaux « l'huile brute, dégommée, décolorée et désodorisée » en vue d'un meilleur contrôle de la qualité, nous avons effectué un stage pratique au niveau du complexe CEVITAL de Bejaïa.

Ce mémoire est organisé en deux parties :

Une partie bibliographique consacrée à des généralités sur les huiles végétales et les corps gras, et la description de la matière première ainsi que le procédé de raffinage chimique.

Une partie pratique consacrée à la présentation de la méthodologie adoptée pour la réalisation de ce travail et à la discussion des différents résultats obtenus en comparaison aux normes d'entreprise.

## **1. Généralités sur les corps gras**

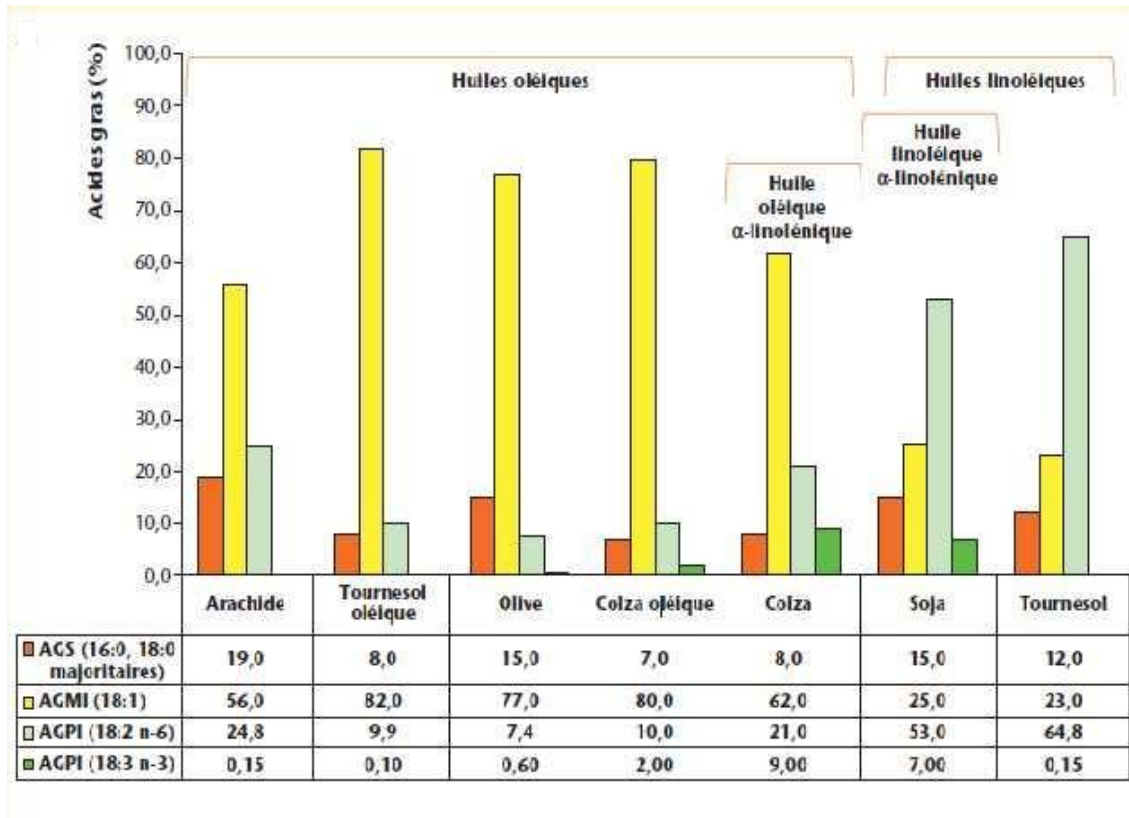
### **1.1. Définition**

Les corps gras, qui correspondent à la partie « graisses neutres » de la fraction lipidique sous forme de microgouttelettes dans certains tissus animaux et végétaux, sont des substances composées d'une grande variété de constituants tels que les triglycérides aux propriétés apolaires et hydrophobes (Gornay, 2006), phospholipides, stérols, tocophérols, etc (Pagès X, Morin O., 2012)

### **1.2. Classification des corps gras selon leur composition**

Selon leurs compositions en acides gras, les corps gras d'origine végétale « huiles, graisses, beurres, végétaux » se répartissent entre différentes familles, et selon les critères de caractérisation de ces familles, elles peuvent être plus ou moins nombreuses (Dubois et *al.* 2008), mais il en existe quatre principales (figure 1) (Pagès X, Morin O., 2012) :

- Famille oléique ou les acides gras mono-insaturés (AGMI), sont majoritaires : 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), les acides gras polyinsaturés (AGPI), sont majoritaires : huiles de soja, de tournesol, de germe de maïs et de pépins de raisin ;
- Famille  $\alpha$ -linoléique ou cet acide gras (C18:3 oméga-3/AGPI) est présent en quantité significative : huiles de colza, de soja, de noix et de lin ou cet acide gras est majoritaire ;
- Famille des corps gras riches en acides gras saturés (AGS) avec leurs principaux représentants (C12:0, C16:0, C18:0) présents en quantité moyenne: les huiles de palme, les huiles de palmiste et de coprah riches en acide laurique (C12:0)...etc.



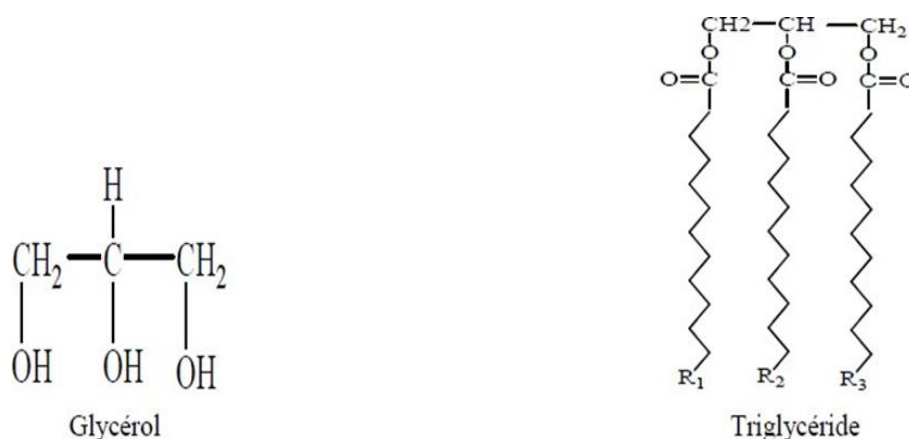
**Figure 1:** Classement de quelques huiles végétales par catégorie d'acides gras (Pages X, Morin O., 2012)

### 1.3. Composition des corps gras

#### 1.3.1. Les constituants majeurs

##### ➤ Triglycérides

Les triglycérides sont très largement majoritaires « 95-99 » (Pages X, Morin O., 2012). Ce sont des triples esters d'acides gras et de glycérol. Il s'agit de molécules très hydrophobes. Formés d'un glycérol qui est un triol, il pourra donc par estérification avec des acides gras donner des mono esters, des diester ou encore, des triesters (mono-, di- ou triglycérides) (Figure 2) (Cuvelier *et al.*, 2004).



**Figure 2 :** Structure d'un glycérol et d'un triglycéride (Keirsse Julie, 2003)

### ➤ Acides gras

Plus de 1000 acides gras différents, de sources végétales, animales ou microbiennes ont été identifiés, mais une vingtaine seulement est communément rencontrée dans l'alimentation. (Werner J.B, *et al.*, 2010).

D'après Malewiak *et al.* en 1992, les AG sont des mono-carboxyliques, généralement à chaîne linéaire et à nombre pair d'atome de carbone. Ils peuvent être saturés ou insaturés :

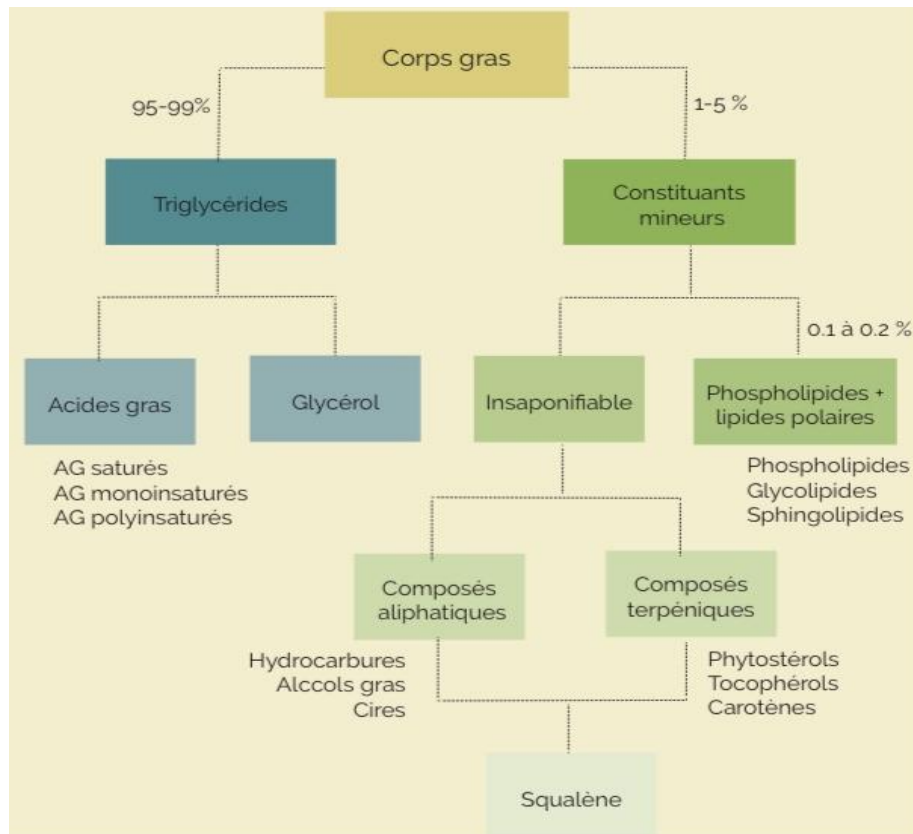
- **Acides gras saturés (AGS) :** Ce sont des AG ayant des atomes de carbones totalement saturés en hydrogène de formule  $\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_n\text{-COOH}$ ,  $n$  allant de 2 à 20 rarement plus. (Mendy .F., 2016).
- **Acides gras insaturés (AGIS) :** Ils peuvent présenter une ou plusieurs doubles liaisons, ils sont mono insaturés ou poly insaturés (Naudet.M, 1992).L'insaturation augmente «l'encombrement» de la chaîne carbonée, et la rend moins souple, Voilà pourquoi les acides gras insaturés (avec des doubles liaisons ou insaturation) donnent des corps gras liquides « les huiles » (Mendy .F ., 2016).

### 1.3.2. Les constituants mineurs

La fraction insaponifiable représente en général 2 à 10 % des corps gras. Elle est constituée d'un ensemble de familles de composés chimiques (hydrocarbures, tocophérols, tocotriénols, phytostéroïdes, composés phénoliques,) mais aussi de pigments comme les caroténoïdes qui peuvent avoir un pouvoir antioxydant (Pagès et Morin, 2012). Ces composés

ont plusieurs rôles, certains peuvent être responsables de la couleur, de l'odeur de l'huile, avoir une activité vitaminique, d'autres peuvent intervenir dans la conservation des corps gras (Ollivier et Ollivier., Artaud. ,2015).

La figure ci-dessous fait référence à l'ensemble des constituants des corps gras



**Figure 3 :** Composition panoramique des corps gras et importance relative des principales classes de composés. (ITERG)

#### 1.4. Propriétés physiques et chimiques des corps gras

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



**Tableau I : Propriétés physico-chimiques des corps gras et leurs caractéristiques**

<b>Paramètres physico-chimiques</b>	<b>Caractéristiques</b>	<b>Références</b>
Etat naturel et aspect	- Solide ou liquide, cela dépend du nombre de carbone et d'insaturation qu'il contient	(DENISE, 1982)
Solubilité	- Diminue avec la longueur de la chaîne hydrocarbonée et augmente avec l'insaturation pour une température (T°C) donnée	(TOUISOT, 1974)
Point de fusion (point de solidification)	- Permet d'apprécier le degré de pureté - S'élève avec la longueur de la chaîne hydrocarbonée dans le cas AGS et s'abaisse avec le nombre de doubles liaisons pour AGIS	(KESSOUS, 1993 ; GRAILLE, 2003)
Densité	- Dépend de la composition chimique, et de la T - Augmente avec l'augmentation d'indice d'iode et indice de saponification	(FRANCOIS, 1974)  (BENNANIBA, 2003)
Viscosité	- Dépend de la composition chimique et de la T - Augmente avec l'augmentation du poids moléculaires et diminue avec l'augmentation de la T °	(KARLESKIND, 1992)
Indice d'iode	- Permet de calculer l'insaturation totale de la graisse	(FRANCOIS, 1974)
Indice de peroxyde	- Renseigne sur le degré d'oxydation et le nombre d'AG constituants le corps gras à analyser	
Indice d'acide	- Permet la neutralisation des corps gras	(DEBRUYNE, 1999)
Insaponifiable	- Caractérise un corps gras grâce à sa constitution (colorants caroténoïdes, chlorophylle, stérols, tocophérols et divers alcools aliphatiques ou cyclique)	

### 1.5. Intérêts nutritionnels des corps gras

L'intérêt nutritionnel des corps gras est directement lié aux quatre principaux rôles physiologiques des lipides (Pagès et Morin, 2012) :

- **Reserve d'énergie** : stockés sous forme de triglycérides dans les tissus adipeux, les lipides constituent ainsi une réserve énergétique mobilisable (1g de lipides donne environ 9,3 Kcal par contre les hydrates de carbone (les sucres) fournissent 4Kcal).
- **Un rôle structural** : les acides gras servent à la synthèse d'autres lipides, notamment les Phospholipides qui forment les membranes autour des cellules et des organelles. La composition en acides gras de ces phospholipides donne aux membranes des propriétés physiques particulières (élasticité, viscosité).
- **Un rôle de messenger** : les acides gras sont les précurseurs de plusieurs messagers intra et extracellulaires. Par exemple, l'acide arachidonique est le précurseur des eïcosanoïdes, hormones intervenant dans l'inflammation et la coagulation sanguine.
- **Un rôle de transport de vitamines** : les corps gras alimentaires véhiculent quatre vitamines liposolubles : A, D, E et K .

## 2. Généralités sur les huiles végétales

### 2.1. Définition officielle d'une huile végétale selon la Pharmacopée Européenne (Bodjolle-D'Almeida, 2018)

Les huiles grasses végétales sont principalement des triglycérides d'acide gras sous forme solide ou liquide. Elles peuvent contenir de petites quantités d'autres lipides tels que des cires, des acides gras libres, des glycérides partiels ou des substances insaponifiables. Elles sont obtenues à partir des graines, du fruit ou du noyau de plantes diverses par pression et/ou extraction au moyen de solvants, puis sont éventuellement raffinées et hydrogénées.

Les huiles végétales comestibles sont consommées directement sous forme d'huiles raffinées ou bien indirectement à partir des produits de l'agroalimentaire (Pagès, 2008), elles ont en effet une température critique ou « point de fumage » au-dessus de laquelle il ne faut pas la chauffer sinon il va y avoir formation de composés toxiques.

### 2.2. Classes des huiles végétales selon leur origine:

Dans les huiles végétales, les acides gras insaturés « mono- et poly-insaturés » sont généralement prédominants, ce qui explique, qu'elles soient liquides à température ambiante (Mendy., 2016).

On trouve plusieurs classes des huiles et des graisses alimentaires :

- **Huiles végétales fluides** : Dont l'état est liquide a température ambiante « huile d'arachide, de colza, de germes de maïs, de tournesol, de soja et d'olive ».
- **Huiles végétales concrètes « graisses »**: Dont l'état est solide a température ambiante coprah « provenant de la noix de coco », huile de palme.
- **Huiles et graisses d'origine animale** : « animaux terrestres » : saindoux « graisse de porc », suif « graisse de bœuf ou de mouton », huile de cheval et graisse d'oie (Uzzan, 1992).

### 3. Qualité d'une huile alimentaire

La qualité des huiles alimentaire est caractérisée par leurs propriétés physiques (Shahidi *et al*, 2005), nutritionnelles, organoleptiques parmi les aspects qualitatifs d'une huile les plus importants sont sa composition et sa stabilité oxydative. Du fait de leur richesse en acides gras mono insaturés et/ou polyinsaturés, les huiles sont sujettes à des réactions chimiques telles que l'isomérisation et l'oxydation (Cuvelier et Maillard, 2012) responsables d'odeurs et composés indésirables rendant l'huile impropre à la consommation (Choe et Min, 2006). Elles peuvent aussi subir des dégradations par hydrolyse chimique et/ ou enzymatique, par polymérisation (dans le cas des huiles de friture) et plus rarement par isomérisation ou cyclisation. (ITERG, 2018)

La vitesse d'oxydation dépend de la qualité initiale de l'huile, en particulier de sa concentration en hydroperoxydes qui réduira d'autant plus le temps d'induction qu'elle est élevée (Marie-Elisabeth Cuvelier et Marie-Noëlle Maillard, 2012).

Les huiles végétales alimentaires peuvent être différenciées suivant le procédé d'obtention des huiles et leur degré de raffinage. On distingue ainsi selon le **Codex Alimentarius (1999)**, (Bodjolle D'Almeida., 2018).

- **L'huile vierge** est une huile obtenue à partir des matières premières d'une qualité particulière par des moyens mécaniques (par exemple, pression à froid, centrifugation).
- **L'huile raffinée** est une huile obtenue par pression et/ou extraction au moyen de solvants, suivie soit d'un raffinage alcalin puis d'une décoloration et d'une désodorisation éventuelle, soit d'un raffinage physique.
- **L'huile hydrogénée** est une huile obtenue par pression et/ou extraction au moyen de solvants, suivie soit d'un raffinage alcalin soit d'un raffinage physique, puis d'une décoloration éventuelle, suivi d'un séchage, d'une hydrogénation puis encore d'une décoloration et d'une désodorisation.

### 3.1. Facteurs influençant la qualité d'une huile

- Présence des acides gras libres et la chlorophylle : Ces composés présents dans l'huile ont un effet promoteur de l'oxydation (Choe et Min, 2006)
- Le degré d'insaturation des acides gras : Plus les huiles sont riches en acides gras insaturés, plus l'huile sera sensible à l'oxydation (Parker *et al*, 2003) ce qui peut limiter la durée de conservation de l'aliment (SEKOUR, 2012).
- Les composés antioxydants : la présence des antioxydants « ex vitamine E appelée tocophérol » ralenti la vitesse d'oxydation (Choe et Min, 2006).
- La présence de beta-carotènes : En captant l'énergie lumineuse elle aide à protéger l'huile contre l'oxydation.
- La concentration en hydro-péroxydes affecte directement la qualité de l'huile car plus la concentration sera élevée plus le temps d'induction sera réduit et par conséquent la vitesse d'oxydation augmentera (Marie-Elisabeth Cuvelier et Marie-Noëlle Maillard, 2012).
- l'exposition de l'huile à la lumière : Elle favorise la formation de radicaux libres, initiateurs de réactions radicalaires en chaîne.
- la température de conservation de l'huile : Elle joue un rôle majeur dans la dégradation de l'huile. En effet, une augmentation de la surface d'huile disponible à l'oxygène engendre une augmentation linéaire de l'indice peroxyde (Going, 1968). Ainsi, une augmentation de la température de l'huile de 21°C à 49°C, au terme de 7

semaines de stockage induit une augmentation de l'indice peroxyde de 8 à 100 méq O<sub>2</sub>/kg d'huile pour l'huile de soja raffinée.

- Présence de corps étrangers dans les récipients et particulièrement les métaux comme le fer et le cuivre.

### 3.2. Produits formés au cours de l'oxydation des huiles

#### ➤ Produits primaires

On trouvera principalement les hydro-péroxydes qui donnent par leur instabilité des réactions secondaires et produisent ainsi des alcools, acides, aldéhydes, cétones ...etc (Sohn et ohshima, 2010). Sa concentration affecte directement la qualité de l'huile car plus la concentration sera élevée plus le temps d'induction sera réduit et par conséquent la vitesse d'oxydation augmentera (Marie-Elisabeth Cuvelier et Marie-Noëlle Maillard, 2012).

#### ➤ Produits secondaires

Les hydro-péroxydes étant des molécules instables et sous l'effet de la chaleur ou des métaux donnent naissance à des produits secondaires comme les composés volatils qui sont à l'origine de la modification de l'odeur des produits oxydés (Joaquín et Carmen, 2002; Villère et Genot, 2006).

### 3.3. Lutte contre les facteurs susceptibles d'altérer la qualité d'une huile alimentaire

Certains additifs alimentaires sont autorisés par la législation pour lutter contre certains facteurs d'altérations dans des proportions bien définies :

#### Contre l'activité des métaux :

-Le sorbitol, acide phosphorique, acide citrique.

#### Contre l'oxydation :

-Galate de propyle, galate d'acétyle (a dose de 0.1-0.2).

-Palmitate d'ascoryle (a dose de de 0.01-1g \1000g de corps gras.

## **4. Etudes de deux huiles à usage alimentaire « soja et tournesol »**

### **4.1. Huile de soja**

#### **4.1.1. Description de la plante et de la graine de soja**

Le soja est une plante herbacée, une légumineuse classée dans la catégorie des oléo-protéagineux, appelée ainsi à cause de la teneur élevée de sa graine en lipides et en protéines.

Elle produit des fruits qui se présentent sous forme de gousses velues contenant des graines jaunes avec quelques reflets verdâtres, arrondies, lisses au toucher et légèrement grasses, ce sont les fèves de soja (Roussel, 2005).



**Figure 4** : Photographies du soja **a** : Plante, **b** : Gousse verte **c** : Graines

#### **4.1.2. Composition de la graine soja**

Les graines de soja constituent une excellente source de protéines de haute valeur nutritive (en moyenne 30 à 40%) et d'acides aminés. Elles contiennent aussi environ 20% de masse lipidique et 35% de glucides avec la masse huileuse et les phospholipides comme composants les plus importants (Debruyne, 2001). Elles sont aussi riches en vitamines hydrosolubles (B1, B2), et en vitamines liposolubles A, D, et E mais aussi en minéraux comme le magnésium, fer, phosphore.

### 4.1.3. Composition de l'huile de soja

Les triglycérides constituent plus de 95% des composés lipidiques de l'huile de soja, les autres composés sont les phospholipides et les diacylglycérols (Karlesking, 1992).

L'huile de soja est une huile polyinsaturée à environ 58% et la teneur en acide gras saturés est de 15% (Pistor, 2013). La matière huileuse contient des acides linoléiques et alpha linoléique, des acides oléiques, des acides palmitiques et des acides linoléiques avec des acides gras saturés de 9-22 (Rizzo et Baroni, 2018)(tableau II). Ces acides gras sont très sensibles à l'oxydation qui mène à la dégradation organoleptique et fonctionnelle de l'huile affectant directement sa qualité (m'baye *et al* ,2012).

La constitution de l'huile de soja en acide gras est présentée dans le tableau ci-dessous :

**Tableau II:** Composition de l'huile de soja en acide gras (Debruyne, 2001).

Acide gras			Teneur (% massique)
Saturé	Acide Laurique	C12 :0	Trace
	Acide Myristique	C14 :0	< 0,5
	Acide Palmitique	C16 :0	7 à 12
	Acide Stéarique	C18 :0	2 à 5,5
	Acide Arachidique	C20 :0	1,0
	Acide béhénique	C22 :0	0,5
	<b>Total</b>		10 à 19
Insaturé	Acide Palmitoléique	C16 :1	< 0,5
	Acide Oléique	C18 :1	20 à 50
	Acide Linoléique	C18 :2	35 à 60
	Acide Linoléique	C18 :3	2 à 13
	Acide Eicosénoïque	C20 :1	1,0
	<b>Total</b>		81 a 90

Le tableau III énumère les constituants mineurs de l'huile de soja :

**Tableau III** : Constituants mineurs de l'huile de soja (Platon, 1988).

Nature	Composé
<b>Lipidique</b>	Phosphatides hydratables et non hydratables -Glycérides
	Partiels
	Acides gras libres
<b>Glucidique</b>	Sucres libres et glycol lipides
<b>Ions métalliques</b>	Fer, cuivre, calcium, magnésium
<b>Pigments</b>	Caroténoïdes, chlorophylle et autres pigments
<b>Produits oxydés</b>	Aldéhydes, cétones, peroxydes
<b>Autres</b>	Composés odorants
	Matières insaponifiables (hydrocarbures, alcools terpéniques, stérols)
	Tocophérols.

## 4.2. Huile de tournesol

### 4.2.1. Description de la plante et de la graine de tournesol

Le tournesol est une plante oléagineuse annuelle dont le nom scientifique est *Helianthus annuus*. Son appellation provient de sa tendance à se tourner vers le soleil pendant la journée, alors que son nom scientifique fait référence à la forme caractéristique de son inflorescence composée, ou capitule « fleurs sans pédoncules »: en grec *Helios* qui signifie soleil et *Anthos* qui signifie fleur (Kartika, 2005). Sa période de récolte est du début de Septembre au début d'Octobre (Pistor, 2013).





**Figure 5** : Photographies du tournesol **a**:Plante, **b**:Graines.

La graine de tournesol est en réalité un akène, fruit sec indéhiscent situé dans l'inflorescence appelée capitule. Elle est généralement constituée d'une amande et d'une coque ou d'un péricarpe (Ayerdi Gotor, 2008).

#### **4.2.2. Composition de la graine de tournesol**

La graine de tournesol est ainsi essentiellement constituée de lipides, de protéines, d'une fraction ligno-cellulosique et de polysaccharides non cellulosique (Kartika, 2005).

#### **4.2.3. Composition de l'huile de tournesol**

L'huile de tournesol est composée essentiellement de triglycérides (98 à 99%) et d'une faible proportion de substances diverses regroupées sous le terme de fraction insaponifiable (cires, tocophérols, stérols) (Karlesking, A.1992).

L'huile de tournesol est caractérisée par sa teneur importante en AG insaturés 87% contre 13% d'acides gras saturés (Tableau IV).

**Tableau IV** : Composition en acides gras de l'huile de tournesol (KARLSKIND, 1992)

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

La teneur en insaponifiables de l'huile de tournesol est décrite dans le tableau V.

**Tableau V** : Composition en insaponifiable de l'huile de tournesol (KARLSKIND, 1992).

<b>Insaponifiables</b>	<b>Concentration (mg/100g de c.g)</b>
<b>-Teneur en stérols</b>	325-5,5
<b>-Teneur en tocophérols</b>	44-120
<b>-Teneur en hydrocarbures</b>	15-20
<b>-Teneur en alcools</b>	100

Afin d'approfondir nos connaissances sur l'exploitation des graines oléagineuses et la production des alimentaire tout en assurant conformité et traçabilité des produit destinés au consommateurs dans l'industrie agroalimentaire, nous avons effectué un stage chez CEVITAL au sein de l'unité de l'huilerie et suivi le procédé de raffinage chimiques de deux types d'huiles soja et tournesol .

## **5. Présentation du Complexe CEVITAL spa. Béjaïa**

### **A. Implantation**

Le complexe agroalimentaire CEVITAL est le plus grand complexe privé en Algérie, c'est 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 créé en Mai 1998 et implantée dans l'enceinte portuaire de Béjaïa qui s'étend sur une superficie de 45 000m<sup>2</sup>, constituée de différentes directions et services.

### **B. Missions**

Le groupe CEVITAL spa de Bejaia a pour objectif l'enrichissement du marché national en huile, margarine et sucre, grâce à ces divers projets réalisés qui se présentent comme suit :

**Tableau VI** : Représentation des activités au sein de l'industrie de CEVITAL

<b>Activités</b>	<b>Capacité de production</b>
<b>Raffinage des huiles</b>	1.800 tonnes / jour
<b>Raffinage de sucre</b>	1.600 tonnes/ jour
<b>Production de margarines et d'huiles végétales</b>	1.600 tonnes/ jour
<b>Eau minérales et boissons</b>	–
<b>Fabrication d'emballage en P.E.T (polyéthylène Téréphtalate) et conditionnement</b>	–

<b>Epuration des eaux usées</b>	–
<b>Traitement des pâtes de la neutralisation</b>	–

### **C. Objectifs**

Les objectifs visés par CEVITAL spa peuvent se présenter comme suit :

- L'extension de ses produits sur tout le territoire national ;
- L'importation de graines oléagineuses pour l'extraction directe des huiles brutes ;
- L'optimisation de ses offres d'emploi sur le marché du travail ;
- Encouragement des agriculteurs par des aides financières pour la production locale de graines oléagineuses ;
- La modernisation de ses installations en termes de machines et technique pour augmenter le volume de sa production ;
- Positionner ses produits sur le marché étranger par leurs exportations.

### **D .Les différentes huiles brutes traitées par Cevital sont:**

**Les huiles fluides :** Nécessitent un raffinage physique et chimique (soja, Tournesol, colza, maïs).

- **Fleurial:** 100% tournesol enrichie en vitamines A et D3 (mémoire PET)
- **Oléol :** 100% tournesol
- **Soya :** 100% soja Canola : 100% colza
- **Elio :** Mélange de soja et tournesol
- **Elio 2 :** Mélange d'huile
- **Elio 3 :** 55% tournesol, 40% soja et 59% olive
- **Olivia :** 100% huile d'olive
- **Fridor :** 100% tournesol

**Les huiles hydrogénées:** Subissent uniquement un raffinage physique:

- **HBO** : Hydrogen Bean Oil (Huile de soja hydrogénée);
- **HPO** : Hydrogen Palm Oil (Huile de palme hydrogénée);
- **CPO** : Crude Palm Oil (Huile brute de palme);
- **ODF** : Oleïne Doublement Fractionnée;
- **STEARINE** : Huile destinée à la production de la margarine, provenant du fractionnement de l'huile de palme par cristallisation à sec à 28°C.

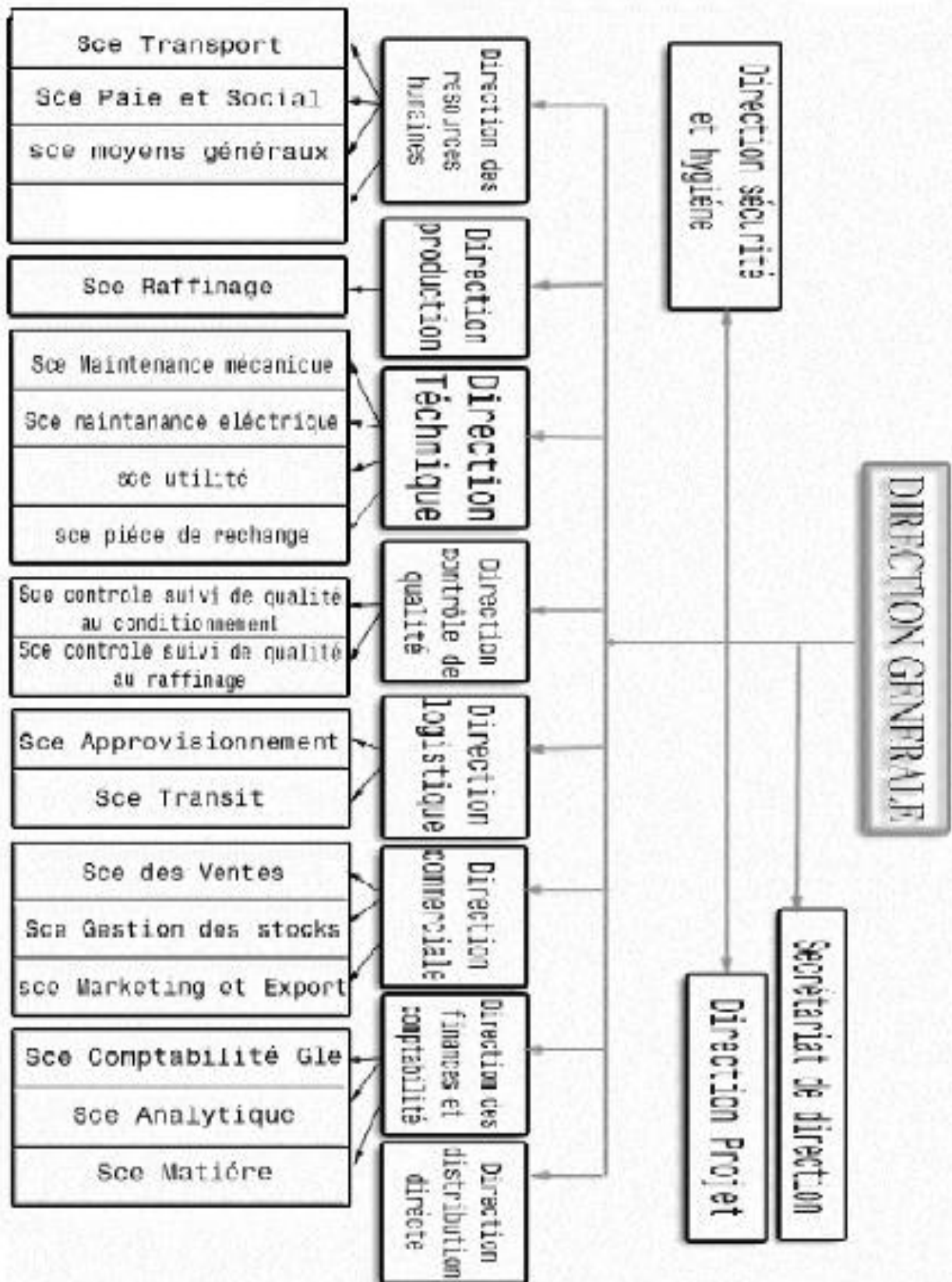


Figure 6 : Organigramme du complexe Cevital.

## **6. Procédé industriel de production d'une huile végétale alimentaire**

La préparation des graines, l'extraction par solvant et le raffinage des huiles sont, en effet, autant d'étapes qui ont une influence significative sur les teneurs en constituants mineurs des huiles brutes et raffinées. (Régis *et al.*, 2016).

### **6.1 Trituration des graines oléagineuses**

#### **6.1.1. Préparation des graines**

- **Décorticage**

Les graines sont, lorsque cela est nécessaire, décortiquées. On sépare ainsi les coques des graines par une série d'opération mécanique.

- **Nettoyage**

Cette étape permet d'éliminer les matériaux étrangers avec des machines qui travaillent avec circulation d'air, ce qui réduit les quantités d'air usée. (Jacques Evrard *et al.*, 2007). En plus des épierreurs qui séparent en continu les pierres se trouvant dans le flux de graines de soja. Des tambours tamiseurs vibrants ou rotatifs de grand débit sont aussi utilisés pour éliminer les autres impuretés.

- **Broyage – laminage**

Il permet de fractionner les graines entières en des dimensions optimales. Elle s'effectue sur des broyeurs lamineurs à cylindres lisses ou cannelés.

- **Cuisson**

Cette opération assure la préparation de la pâte en vue d'en faciliter la sortie de l'huile.

De plus, c'est un traitement thermique (90 à 100°C) qui favorise la destruction de certaines substances nuisible à la qualité de l'huile et du tourteau et prépare la pâte d'où va être extraite l'huile en question (Jacques Evrard *et al.*, 2007).

NB : Un dé-pelliculage des graines est parfois utilisé soit pour faciliter le pressage des graines (Dijkstra et Segers, 2007) ou dans une optique nutritionnelle (par exemple, pour l'amélioration de la digestibilité des tourteaux).

### **6.1.2. L'extraction de l'huile des graines oléagineuses (tournesol et soja) :**

L'huile contenue dans la graine est extraite selon deux méthodes :

- Extraction mécanique par pression.
- Extraction chimique par solvant (le plus souvent utilisé est l'hexane).

#### **6.1.2.1. Principe de l'extraction mécanique**

Le pressage est réalisé à chaud en ce qui concerne la production à l'échelle industrielle, la température de l'huile extraite peut atteindre jusqu'à 112°C (Vadke et Sosulski, 1988) générée par les forces de friction (Kemper, 2005). Certains Paramètres peuvent en effet influencer l'extraction par pression comme la granulométrie, teneur en eau, durée de cuisson et pression.

Une presse à vis est utilisée pour pousser la graine dans une cavité en forme de tonneau. La vis compresse la graine et l'huile sort par les ouvertures, alors que les débris « ou la poudre » restent dans le tonneau. A la sortie, l'huile est tamisée et séchée par pulvérisation sous vide, elle disposera toujours des qualités diététiques de la graine mère.

Le tourteau obtenu est qualifié de « gras », sa teneur en huile résiduelle étant de l'ordre de 10 à 20% (Matthäus, 2012), pour que l'huile soit prête à la consommation une suite d'opérations doit être mise en œuvre sous le nom de raffinage afin d'éliminer les composants non désirables.

La qualité de la matière première (graine ou fruit) en entrée de processus est essentielle pour pouvoir garantir la qualité de l'huile produite (Pagès et Morin, 2012).

#### **6.1.2.2. Principe de l'extraction par solvant**

Le principe consiste en la récupération de l'huile résiduelle dans le tourteau par procédé chimique et ne laissant que 0,5% à 0,7% d'huile dans la matière première. C'est un processus de diffusion du solvant dans les cellules des matériaux oléagineux « dissolution de l'huile dans le solvant » influencé par certains paramètres comme la température et la viscosité.

L'hexane circule à contre-courant dans l'extracteur en présence du tourteau, ensuite, par distillation ou entraînement à la vapeur on élimine ce solvant du mélange obtenu pour le



recupérer par la suite pour de nouvelles utilisations,, cette opération est répétée sur le tourteau pour extraire un maximum d'huile ,ce dernier est valorisé en tant que nourriture pour les animaux (Kartika, 2005 -Evon, 2008). Son utilisation augmente non seulement les rendements d'extraction en huile mais aussi les quantités de micronutriments (Fine et joffre, 2015)

### 6.2. Raffinage des huiles végétales

#### 6.2.1. Définition générale du raffinage

Le raffinage consiste en un certain nombre de traitements qu'on fait subir a une huile brute pour aboutir à un produit pur, non peroxydé, neutre et peu coloré. D'après la littérature, le raffinage entraînerait des pertes en tocophérols allant de 0–82 % et 32–38 % pour des huiles brutes soja et tournesol (Fine *et al.*, 2015). C'est un traitement de purification qui permet d'obtenir une huile de qualité et qui répond aux exigences réglementaires (Cossut *et al.*, 2002 ; Sarr, 2009 ; Régis *et al.*, 2016).

Choisies selon l'origine, la qualité et la composition de l'huile brute (Bauer *et al.*, 2010), Il s'opère de trois manières, qui sont :

- Raffinage enzymatique : c'est la méthode la plus récente qui consiste en un raffinage physique ou une phospholipase est employé pour convertir des phosphatides non hydratés en leur forme hydratés, insoluble dans l'huile et les séparés par une centrifugation continue (Young *et al.*, 2006).
- Raffinage physique : Procède par distillation des acides gras à haute température « 240-260°C » sous vide poussé « 2 à 3 mbar » avec injection d'une petite quantité de vapeur, dans un équipement de type désodoriseur, contenant lui-même un condenseur dimensionné pour récupérer efficacement les acides gras qui distillent
- Raffinage chimiques : Qui se divise lui-même en deux (02) types, qui sont :

o Raffinage chimique à chaud. o Raffinage chimique à froid.

#### 6.2.2. But du raffinage

Le raffinage vise à préserver les caractères organoleptiques, nutritionnels ainsi que la stabilité des corps gras (Cahuzac-Picaud, 2010) en mettant en œuvre des étapes afin d'éliminer les 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.

### 6.2.3. Procédé du raffinage chimique

Ce type concerne les huiles douces comme l'huile de soja et de tournesol (Bauer *et al.*, 2010)

#### 6.2.3.1. Démucilagination

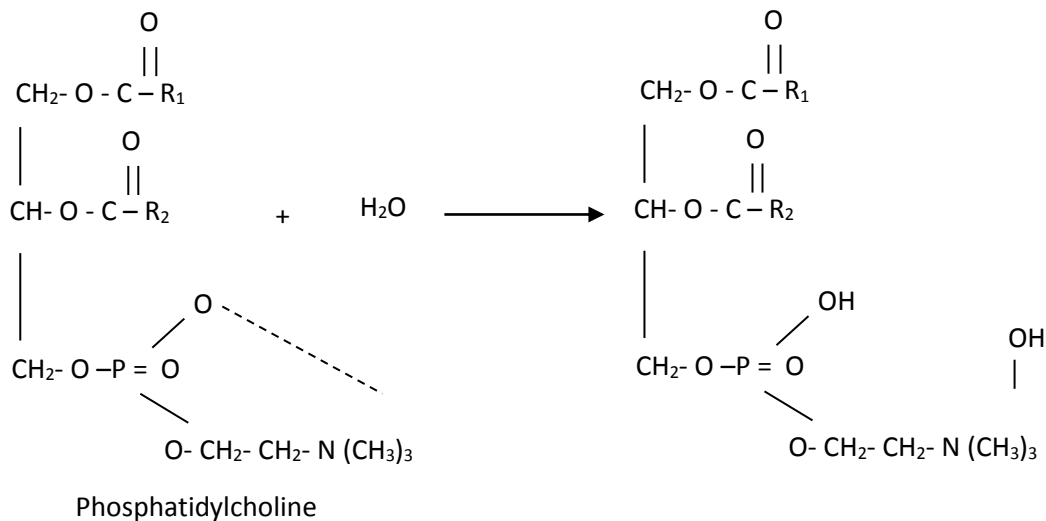
L'huile brute contient de 1 à 3 % de produits appelés couramment mucilages qui favorisent l'oxydation. Ce sont essentiellement des phospholipides qui présentent des propriétés émulsifiantes bien connues entraînant une augmentation des pertes au raffinage (Pagés *et al.*, 2012). Cette étape vise à éliminer les phospholipides par action de l'acide citrique ou l'acide Phosphorique. Cette opération est nécessaire pour éviter des problèmes lors du raffinage à savoir :

- Perte de l'huile au stade de lavage par emprisonnement de la matière grasse entre les Pôles hydrophiles,
- Risque de formation de mousse au niveau du séchage,
- Colmatage du filtre et inhibition de la terre décolorante,
- Liaison avec des métaux qui sont des catalyseurs d'oxydation,
- Ce sont des tensioactifs créant des émulsions,
- Désactivation des terres décolorantes.

L'huile brute est préchauffée à 60°C avec l'huile désodorisée dans un échangeur à plaque contre-courant, puis à 85-90°C avec de la vapeur d'eau dans un échangeur à spirale (à contre-courant).

Cette huile contient des teneurs en phosphore de l'ordre de **200 ppm** est mélangée à l'acide phosphorique **42%**(1 kg par tonne d'huile). Après agitation dans un mixeur on obtient un mélange réactionnel qui est ramené au bac de contact ou il va y avoir un conditionnement.

Voici la réaction qui représente l'étape de démucilagination :



**Figure 7** : Réaction de démucilagination

### 6.2.3.2 Neutralisation

Ce traitement peut se faire à chaud ou à froid :

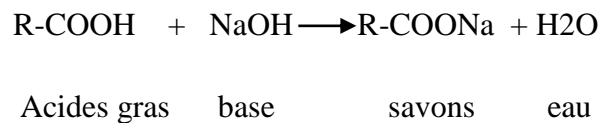
- **Neutralisation à chaud** Cette neutralisation s'applique à la gamme des huiles sans cire exemple : soja, colza,...
- **Neutralisation à froid** On parle de neutralisation à froid du fait que cette huile renferme des cires telle que l'huile tournesol, et qu'elle ne requière pas de chauffage avant le premier ajout de l'acide citrique pour ne pas solubiliser les cires.

Les huiles prétraitées sont à cette étape débarrassées de leurs acides gras libres(AGL) par saponification. Industriellement, on introduit dans l'huile dégommée à l'acide, une quantité calculée de lessive basique, généralement à la soude (NaOH).

L'étape de neutralisation génère des effluents basiques chargés d'huile entraînée et une quantité notable de savons ou soap stocks qu'il est nécessaire de traiter par cassage acide avant valorisation, ce traitement à la soude élimine les phospholipides, certains résidus indésirables (certains composés phytosanitaires, des traces de composés protidiques, de métaux) et réduit la couleur de l'huile par destruction partielle des pigments (Pagés *et al.*, 2012). La réaction donne un mélange de savon et de gommages qu'on appelle soap stock.

Dans un séparateur à bol auto le mélange est divisé en deux phases :

Phase lourde représentant les pâtes de saponification (phospholipides, pigments colorants, métaux) et la phase légère présentant l'huile neutre contenant les traces de savons.



**Figure 8 :** Réaction de neutralisation

Paramètres à vérifier lors de cette étape

- Température
- Concentration des produits chimiques
- Séparation
- Temps de maturation
- Précision du dosage

### **6.2.3.3 Lavage**

L'huile neutralisée contient des substances alcalines (traces de savons) ainsi que les dernières traces de métaux des phospholipides et autres impuretés qu'il faut éliminer (Denise, 1992). Pour cela, de l'eau chaude à environ 90 °C est injectée dans l'huile, mélangée puis séparée dans une centrifugeuse. L'ajout de l'acide citrique 30% est facultatif et dépend surtout de la qualité du traitement lors de la neutralisation « savons et phosphore ».

### **6.2.3.4 Séchage**

L'huile lavée a une humidité comprise entre 0.5% et 0.7 % qui doit être réduite à moins de 0.08 % par séchage & sous vide à travers une pulvérisation dans une tour verticale maintenue sous pression 50 mbar et à une température de 90 °C (Ballerini, 2011), car cette eau, surtout en présence des savons, peut provoquer un colmatage rapide des filtres utilisés au cours de la décoloration.

### **6.2.3.5. Décoloration**

Cette étape appelée aussi blanchiment a un rôle « nettoyant » essentiel dans la purification des huiles (Pagés *et al.*, 2012) elle vise à éliminer les pigments colorés : (chlorophylle, beta carotène, xanthophylle) par le phénomène d'adsorption chimique au moyen d'une terre décolorante ou adsorption physique par utilisation du charbon actif. L'huile neutralisée est chauffée à 105°C dans un échangeur tubulaire puis mélangée à cette

terre décolorante avant de passer dans un réacteur « décolorateur » travaillant sous vide **50mbar** pour être maintenue sous agitation durant 15 à 20 minutes.

Paramètres à vérifier lors de cette étape :

- Température
- Taux de terre décolorante
- Temps de contact
- Précision du dosage et qualité de la terre décolorante

### 6.2.3.6. La filtration

Cette phase a pour but de séparer la terre chargée de pigments de l'huile décolorée à l'aide de filtres avec des pores d'un diamètre suffisant pour empêcher le passage des matières solides. « Filtres de Niagara, filtre à cricket et filtre à poche » afin d'obtenir une huile limpide débarrassée de toutes impuretés solides (Denise, 1992), cette dernière sera envoyée vers le bac tampon dont la température est de 95°C.

### 6.2.3.7. Décirage ou winterisation

Le but de ce traitement est d'enlever les cires des huiles qui en contiennent par cristallisation et séparation comme dans notre cas nous avons l'huile de tournesol. (Pagés *et al.*, 2012).

- L'Huile passe dans des cristalliseurs ou maturateurs, Sous une agitation et un refroidissement à une température qui varie de 8 à 16 °C ; elle en sort à 8 °C et ensuite est passée vers un bac de rétention et puis un échangeur de chaleur qui élève la température jusqu'aux environs de 18°C.
- Acheminée vers des filtres horizontaux, les cires sont retenues dans les mailles, l'huile filtrée quant à elle est envoyée vers le bac tampon ou elle va être chauffée dans un échangeur de chaleur à plaque dont la température est de 80°C.

### 6.2.3.8. La désodorisation :

Etant la dernière étape du raffinage elle permet d'éliminer les impuretés qui ont pu échapper aux traitements précédents, tel que : acides gras libres et des autres produits (stérols, tocophérols, hydrocarbures...), mais surtout les substances volatiles odoriférantes

(aldéhydes et des cétones ) afin qu'elle soit plate de goût et d'odeur, souhait du consommateur actuel (Pagés *et al.*, 2012).

Il y a injection de la vapeur sèche dans l'huile sous vide à l'eau déminéralisée à 230°C et 1.75 bar. L'huile filtrée est pompée vers un échangeur à plaque où elle est préchauffée avec l'huile de sortie du désodorisateur, le chauffage se poursuit dans ce dernier en évaporant au fur et à mesure les substances odoriférantes qui sont les plus volatiles. Les condensats sont refroidis pour obtenir l'huile acidifiée tandis que l'huile finie est filtrée, refroidie, enrichie en vitamines (cas tournesol) pesée puis stockée sous atmosphère azotée pour éviter l'oxydation.

Paramètres à vérifier lors de cette étape :

- Pression
- Température
- Quantité de vapeur d'injection t
- Temps de séjour

### 6.2.3.9. Refroidissement

L'huile à ce stade passe à travers un échangeur de chaleur. L'ajout de l'acide citrique permet une bonne conservation de plus longue durée, après une dernière filtration l'huile raffinée est refroidie en suite elle est dirigée vers le conditionnement.

NB : il peut y avoir une étape intermédiaire en cas de besoin avant la décoloration en injectant de l'acide citrique dans l'huile chauffée préalablement à 90°C. L'action de l'acide citrique est de parfaire le dégommage et d'éliminer les traces de savons résiduelles afin d'éviter le colmatage des filtres et d'éviter la désactivation de la terre décolorante.

Le tableau ci-dessous représente une étude comparative entre le raffinage chimique de l'huile de tournesol et soja.

**Tableau VII** : représentation de la différence entre le raffinage chimique à chaud et à froid

	<b>Huile de soja</b>	<b>Huile de tournesol</b>
<b>Type de raffinage</b>	A chaud	A froid
<b>Température de l'huile brute</b>	Chauffée à une température (85 C° à 90 C°)	Température ambiante (20°C à 25°C)
<b>Démucilagination (mélangeur)</b>	Dosage H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 20 à 30 minutes	
<b>Neutralisation</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Ajout de NaOH.</li> <li>- Séparation (90 à 100 C°).</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Refroidissement (7 à 8 C°).</li> <li>- Ajout de NaOH.</li> <li>- Cristallisation (5 à 6 C°) pendant 8 heures.</li> <li>- Préchauffage de 16 à 18 C°.</li> <li>- Séparation (90 à 100 C°).</li> </ul>
<b>Lavage</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- L'ajout de l'acide citrique + l'eau chaude.</li> <li>- L'élimination des savons.</li> </ul>	
<b>Séchage</b>	- Sous vide.	
<b>Décoloration</b>	- Ajout de la terre décolorante selon la teneur de l'huile en pigments colorés.	
<b>Désodorisation</b>	- Élimination des produits odorants par des colonnes à distiller 234C° sous vide, la pression entre 3 à 5 mbar.	

#### 6.2.4. Avantages et inconvénients du raffinage chimique

➤ **Les avantages**

- Permet de raffiner les huiles même si elles subissent un début de dégradation.
- la neutralisation à la soude facilite la décoloration et la désodorisation et consomme donc moins de terre décolorante.

- possibilité de récupérer l'huile acide à partir de la distillation des pâtes neutralisée.
- **Les inconvénients**
  - Une quantité de soude caustique excessive peut causer une saponification et des pertes d'huile supplémentaires.
  - Le procédé chimique utilise d'importantes quantités de produits chimiques agressives qui peuvent avoir un impact négatif sur l'environnement.
  - les eaux de lavages entraînent avec elle une quantité notable d'huile neutralisation.→(Bertoli et *al.*, 2010).
  - Saturation d'une partie des acides gras insaturés, qui deviennent inactifs sur le plan biologique (perte de l'activité vitaminique E), et favorise les maladies métaboliques de surcharge (maladies cardio-vasculaires).

## 7. Le conditionnement

Selon le règlement européen n 854/2004 le conditionnement désigne la mise en place des denrées alimentaires dans un contenant en contact direct avec la denrée concernée afin d'assurer leur conservation et leur transfert depuis le lieu de fabrication jusqu'aux consommateurs.

L'entreprise CEVITAL dispose de quatre chaînes de conditionnement :

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

### 7.1. Etapes du conditionnement (Fedali, 2013) :

- **Fabrication des préformes** : lors de cette opération La graine PET est séchée, fondue sous forme de pâte puis injectée dans des moules pour former des préformes.
- **Refroidissement et Soufflage** : Les préformes seront chauffées dans un four à infrarouge à une température programmée ensuite refroidies a 25 et soufflée à 40 Bar à l'intérieur du moule, puis orientées automatiquement avec de l'air comprimé vers les remplisseuses rotatives



- **Filtration** : Avant de remplir les bouteilles d'huile finie, il faut passer par un filtre qui possède des cartouches filtrantes
- **Remplissage, étiquetage et datage**: Les bouteilles remplies et bouchonnées doivent porter une étiquette où sont mentionnées les informations suivantes : le nom du produit, la composition, l'additif ajouté, conseils d'utilisation, la date de fabrication et le nom du fabricant (CEVITAL spa) et l'adresse.
- **Fardeuse et palettisation** : Les bouteilles sont enveloppées avec du film Cellophane thermo rétractable puis passent dans le four de la fardeuse pour former les fardeaux, sont orientés automatiquement vers une remplisseuse rotative puis vers une bouchonneuse et enfin vers palettiseuse afin d'être stockés.
- **Banderole et stockage** : avant de stocker les bouteilles d'huile finie, les fardeaux doivent être entourés de banderole  
(L'emballage vient sous ce titre)

Plusieurs auteurs ont confirmé que les contacts prolongés entre l'aliment et l'emballage peuvent influencer les propriétés thermomécaniques de ce dernier, ils faudrait donc faire des études de la compatibilité contenant-contenu au cours de la conservation du produit (Zaki, 2008; Severin et *al.*, 2011; Rizzo et *al.*, 2014). C'est pour cette raison que l'évaluation de l'inertie de ce matériau plastique au contact des denrées alimentaire est régie par des normes internationales qui permettent d'assurer la sécurité sanitaire de l'emballage au contacte d'aliment.

C'est pour cette raison que l'évaluation de l'inertie de ce matériau plastique au contact des denrées alimentaire est régie par des normes internationales qui permettent d'assurer la sécurité sanitaire de matériau on contacte d'aliment.

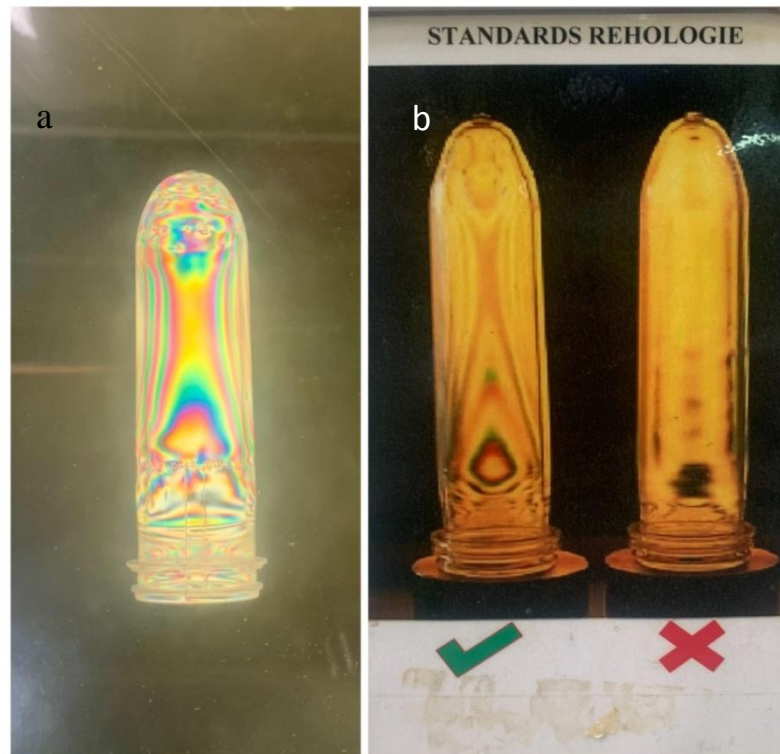
### 7.2. Critères d'utilisations des emballages

Pour qu'un plastique soit utilisé comme emballage alimentaire, il doit satisfaire certaines critères parmi ces dernières on cite (Reyne, 1991). :

- Etanchéité et imperméabilité absolue ;
- Non miscibilité des constituants de cette matière avec l'huile ;
- Non absorption et non sensibilité aux radiations lumineuses ;

- Non toxicité, stérilité et bonne résistance mécanique ;
- Présentation d'une qualité hygiénique adaptée aux exigences de sécurité alimentaire

Voici une image qui représente les préformes fabriquées chez CEVITAL, l'image « a » montre un réel échantillon stérile passé sous lumière UV, conforme qui répond aux critères et aux normes de l'entreprise comme l'indique l'image « b » qui sert de référence.



**Figure 9 :** image illustrant une réelle préforme et la préforme référentielle (CEVITAL) a : image réelle, b : préforme référentielle.

### 7.3. Traitement des coproduits générés à partir du raffinage

Le raffinage des corps gras génère divers coproduits dont la valorisation énergétique devient une voie intéressante en raison du coût croissant du pétrole (Pagès-Xatart-Parès, 2008) :

- Pâtes de neutralisation issues du raffinage chimique : Après dilution, elles sont traitées à l'acide, ce qui provoque la transformation des savons en acides gras (Denise, 1992 ; Kartika, 2005).

- Terres décolorantes usagées : Elles peuvent être traitées par des solutions alcalines pour une récupération partielle destinée à être mélangée aux huiles acides comme elles peuvent être incinérées.
- Condensats de désodorisation sont les principaux sous-produits., ils sont récupérés dans un décanteur pour éviter d'envoyer à l'égout une eau chargée en matière grasse (Denise, 1992).
- Les eaux de lavages : elles subissent un dégraissage et une neutralisation à la soude ou la chaux avant d'être envoyées à l'égout (Denise, 1992).
- Gommages ou mucilages.
- Graisses d'effluents aqueux.
- Acides gras du raffinage physique.

Les déchets engendrés par les différentes opérations de productions et de raffinement sont traités au niveau du complexe qui compte une station d'épuration pour eau, quant aux déchets qualifiés d'huile acides ou d'acides, ils sont revendus aux producteurs de savons, de peinture, et de mastic.....etc. 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.

### **8. Protocoles de nettoyage au sein de l'unité de raffinage des huiles : (Fedali, 2013)**

L'agent d'entretien doit veiller à la propreté de tous les sols, surface, escaliers et les équipements se trouvant dans chaque niveau des unités de fabrication et conditionnement d'huile :

- Nettoyage des sols de la raffinerie et du conditionnement d'huile (2fois/jour).
- Nettoyage des caniveaux (1fois/3mois pour la raffinerie, 1fois/semaine pour le conditionnement d'huile).
- Nettoyage des surfaces (les murs, les portes, les poignées de porte, les surfaces vitrées).
- Nettoyage des escaliers (les escaliers métalliques).
- Nettoyage des équipements de la raffinerie et du conditionnement d'huile (filtres, les réacteurs et bac tampons, souffleuse, remplisseuse,...etc.).

Les personnes chargées de l'évaluation doivent contrôler visuellement et évaluer la propreté (des équipements, des sols,...etc.) du conditionnement d'huile après chaque opération de nettoyage et renseigner la fiche de contrôle.

## 9. Qualité et Certification

Les règles imposées par le marché international, font de la certification ISO 14001, une pièce nécessaire dont se sert CEVITAL agro-industrie afin de s'inscrire dans le plan national, voire mondial de la protection de l'environnement et d'accéder à un marché mondial de libre échange équitable. Le sucre et les huiles CEVITAL sont des produits dont le système qualité de fabrication est certifié ISO 22000 par Bureau VERITAS (Société qui procède aux inspections, audits, tests et analyses afin de les certifier, évaluer leurs conformité et conseiller). Cette industrie donne une grande importance au contrôle de la qualité de ses produits. Pour cela, elle suit également les exigences établies par la certification ISO 9000, qui définit les critères pour un système de management de la qualité.



**Figure 10** : Les 4 principes essentiels de l'ISO 22000:2018

### 9.1. Outils du système de sécurité alimentaire chez CEVITAL

Afin d'éviter la régression et la fiabilité de ses produits, CEVITAL a adopté des méthodes qui garantissent la protection du consommateur

La méthode des 5M :

Cette méthode regroupe les bonnes pratiques d'hygiène et de fabrication lors de l'approvisionnement de la fabrication et la distribution et assure donc un bon déroulement des activités de l'entreprise

Les cinq sources potentielles constituant la méthode des 5M

- Main d'œuvre : collaborateurs, compétences, etc.
- Matières : composants entrant dans l'élaboration d'un produit, etc.
- Matériels : moyens de production, outils, équipements, etc.
- Méthodes : techniques, modes opératoires, procédures, etc.
- Milieu : environnement de travail, etc.

### 9.2. Plan HACCP

L'un des éléments clés de la norme ISO 22000 dont l'objectif principal est de déterminer les dangers qui menacent la sécurité des produits destinés au consommateur et de les maîtriser par des moyens systématiques et vérifiés (figure 11).



**Figure 11** : les 7 principes du système HACCP

# **Partie**

# **Expérimentale**

L'objectif de cette présente étude est de faire le suivi et contrôle des paramètres physico-chimiques de l'huile de soja et de l'huile tournesol lors des différentes étapes de leur raffinage, de l'huile brute jusqu'au produit finis. Ce suivi consiste en une série d'analyses effectuées au niveau du laboratoire de la raffinerie d'huile du complexe CEVITAL qui assure au final un produit conforme destiné à la consommation.

### **1. Echantillonnage**

L'échantillonnage consiste à faire des prélèvements des deux huiles « soja et tournesol » au sein de l'atelier de raffinage « CEVITAL » lors des différentes étapes du procédé de raffinage chimique avec l'aimable assistance des laborantins. Ces échantillons ont été prélevés sur une ligne de raffinage d'une capacité de « 1000 tonnes » pour l'huile de soja et « 800 tonnes » pour l'huile de tournesol.

Des prélèvements d'échantillons d'huile de soja et tournesol sont effectués afin de réaliser une évaluation de la qualité physico-chimique.

Le but de ces prélèvements est d'évaluer la qualité physico-chimique de nos deux types d'huiles, soja et tournesol.

Le premier prélèvement d'échantillon se fait sur l'huile brute à partir des cuves à l'intérieur du navire. Par contre les autres prélèvements sont effectuée à la sortie du :

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

Le tableau ci-dessous résume les points de prélèvements et toutes les analyses physico-chimiques effectuées sur les deux huiles (soja et tournesol).

**Tableau VIII :** Les analyses physico-chimiques effectuées aux différentes étapes du raffinage.

<b>Echantillons</b>	<b>Points de prélèvements</b>	<b>Analyses</b>
Huile brute	Entrée de la ligne	<ul style="list-style-type: none"><li>• Acidité,</li><li>• couleur,</li><li>• chlorophylles,</li><li>• humidité,</li><li>• phosphore,</li><li>• traces de savon,</li><li>• indice de peroxyde,</li><li>• Chromatographie en phase gazeuse « CPG ».</li></ul>
Huile neutralisée <ul style="list-style-type: none"><li>• Soja</li><li>• Tournesol</li></ul>	Mélangeur Séparateur	<ul style="list-style-type: none"><li>• Acidité,</li><li>• Traces de savon</li></ul>
Huile séchée	Sortie du sécheur	<ul style="list-style-type: none"><li>• Acidité,</li><li>• humidité,</li><li>• phosphore,</li><li>• cires (Tournesol).</li></ul>
Huile décolorée	Sortie de la décoloration	<ul style="list-style-type: none"><li>• Acidité,</li><li>• couleur,</li><li>• traces de savon,</li><li>• humidité,</li><li>• cires (Tournesol).</li></ul>



Huile désodorisée	Sortie de la désodorisation	<ul style="list-style-type: none"><li>• Acidité,</li><li>• couleur,</li><li>• chlorophylle,</li><li>• phosphore,</li><li>• traces de savon,</li><li>• humidité,</li><li>• impuretés,</li><li>• indice de peroxyde,</li><li>• cires (Tournesol).</li></ul>
-------------------	-----------------------------	---

### 3. Détermination des indices chimiques

#### 3.1. Détermination de l'acidité (ISO3960, 2007)

##### a. Définition

L'acidité d'une huile est exprimée conventionnellement en pourcentage d'acide gras oléique et palmitique prédominant dans le corps gras.

##### b. Principe

Cette méthode consiste en une neutralisation des acides gras par une base (solution de NaOH) en présence de phénol phtaléine comme indicateur coloré.



##### c. Mode opératoire

10 g de l'huile ont été analysées, 75 mL de solution d'alcool neutralisé (éthanol) et quelques gouttes de phénolphtaléine ont été introduites dans un erlenmayer. Ce mélange a été ensuite titré avec une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) (0,1N) jusqu'à l'apparition d'une coloration rose persistante durant environs 10 secondes. Le volume de NaOH utilisé pour la neutralisation a été noté.

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

$$\mathbf{A\% = M.V.N/P.10}$$

Avec,

**A%** : Acidité exprimée en pourcentage

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

**N**:Normalité de NaOH (0,1N)

**V**:Volume de NaOH nécessaire au titrage (ml)

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

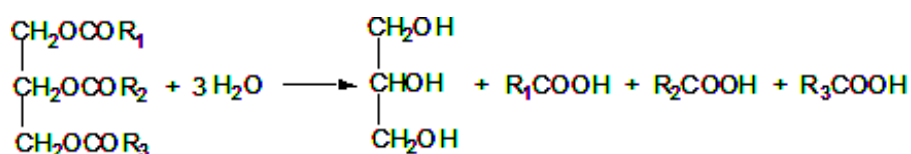
## 3.2. Détermination de l'Indice de Saponification (ISO3657, 2002)

### a. Définition

L'indice de saponification est la quantité en milligramme (mg) d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour saponifier les acides gras libres présents dans un (1) gramme de corps gras.

### b. Principe

Le principe de la méthode repose sur l'ébullition de l'huile à analyser avec un volume précis et en excès de la solution standard de KOH selon les réactions suivantes :



Les acides gras libérés réagissent avec le KOH :



L'excès de KOH est titré par une solution titrée de HCl :



### c. Mode opératoire

2 g de l'huile analysées ont été introduits dans un ballon à fond rond, puis 25 ml

d'une solution de KOH éthanolique (0,5 N) ont été ajoutés à l'aide d'une burette. Après fermeture, le ballon a été déposé sur un chauffe ballon surmonté d'un réfrigérant à reflux. Le mélange précédent a été laissé bouillir pendant une heure. Une fois refroidi, un titrage a été réalisé par une solution d'acide chlorydrique HCl (0,5 N) après ajout de quelques gouttes de phénolphthaléine jusqu'à la disparition de la couleur rose et la réapparition de la couleur initiale du mélange (transparente). Le volume de la chute de la burette a été noté.

Un essai à blanc sans corps gras a été réalisé dans les mêmes conditions expérimentales.

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

$$I_s = (V_0 - V_1) \cdot N \cdot 56,1/P$$

Avec,

**I<sub>s</sub>** : Indice de saponification en mg KOH/g d'acide gras

**V<sub>0</sub>** : Volume d'HCl utilisé pour l'essai à blanc (mL)

**V<sub>1</sub>** : Volume d'HCl utilisé pour l'échantillon à analyser (mL)

**N** : Normalité de la solution d'HCl (0,5 N)

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

**56,1** : Masse molaire du KOH (g/mol)

### 3.3. Détermination du taux de phosphore (AOCS, 1992)

#### a. Définition

Exprimé en ppm de phosphore. Le dosage colorimétrique du phosphomolybdate (colorimétrie bleue) est la méthode la plus sensible qui convient particulièrement bien au dosage de phosphore dans les huiles raffinées.

#### b. Principe

L'huile et les phosphatides qu'elle contient sont calcinés en présence d'oxyde de zinc, il en résulte la transformation du phosphore organique en phosphore minérale (phosphate de zinc).

Un dosage spectrophotométrie (colorimétrie bleue) a été réalisé dans le visible du nouveau complexe formé (phospho-molybdate) suite à l'addition de molybdate.

### **c. Mode opératoire**

Après pesage de 3g d'huile dans une capsule en platine, il y a eu addition de 0.5g d'oxyde de zinc. La capsule a ensuite été mise pour calcination dans le four à moufle à 600°C pendant 2 heures. Après refroidissement, 5mL de HCL concentré à 37,5% et 5 ml d'eau distillée ont été ajoutés. Le mélange obtenu a été chauffé jusqu'à ébullition. Après refroidissement la solution a été filtrée dans une fiole de 100 ml et neutralisée par addition de quelques gouttes de KOH à 50% jusqu'à apparition d'un trouble blanc (KCl), une deuxième neutralisation a été effectuée par une solution d'HCl concentré jusqu'à obtention d'une solution limpide, le reste du volume a été complété avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge. 10 ml de cette solution ont été pipetés dans une fiole de 50 ml, puis il y a eu ajout de 8 ml de sulfate d'hydrazine plus 2 ml de molybdate de sodium avec complétion par de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge. Ensuite La fiole a été mise au bain marie bouillant pendant 15 min. Après refroidissement la lecture de l'absorbance s'est faite dans le visible à 650 nm à l'aide d'un spectrophotomètre UV-VIS EVOLUTION™ 300.

-Un essai à blanc a été effectué dans les mêmes conditions.

#### **- Préparation des solutions étalons**

0, 1, 2, 4, 6, 8 et 10 ml de la solution diluée (contenant 0,01 mg par ml) ont été pipetés respectivement dans des fioles de 50 ml ou il y a eu ajout de 8ml de sulfate d'hydrazine et 2ml de molybdate de sodium, l'eau distillée a été additionnée jusqu'aux traits de jauges. Les 6 fioles ont été mises dans un bain-marie bouillant pendant 15mn. Après refroidissement, la lecture des absorbances de ces solutions a été effectuée à l'aide d'un spectrophotomètre UV-VIS EVOLUTION™ 300 à 650 nm. Ensuite une courbe d'étalonnage a été tracée en axe des abscisses les mg/ml de phosphore et en axe des ordonnées l'absorbance.

La teneur en phosphore en mg de la solution a été déduite à partir de la courbe d'étalonnage étudiée.

#### **-Traçage de la courbe d'étalonnage**

La courbe d'étalonnage de la teneur en phosphore a été tracée à l'aide d'une solution d'hydrogénophosphate de potassium (1,0967 g dans 250ml d'eau distillée). Cette solution comprend 1mg de phosphore par ml.

5 ml de cette solution a été pipeté dans une fiole de 500 ml et le reste a été complété avec l'eau distillée, cette dernière solution contient 0,01 mg de phosphore par millilitre.

### -Expression des résultats

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

$$\text{Phosphore (\%)} = \frac{10 (A \times B)}{P \times V}$$

$$\text{Phosphore (ppm)} = \text{phosphore (\%)} \times$$

Avec,

**A** : Quantité de phosphore en mg de l'échantillon.

**B** : Quantité de phosphore en mg de l'essai à blanc.

**P** : La masse de la prise d'essai en grammes.

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

**NB** : 1% = 10000 ppm

### 3.4. Détermination de la chlorophylle (AOCS, 1989)

#### a. Définition

Cette méthode est utilisée pour déterminer la teneur en pigments chlorophylliens (principalement la phéophytine A) dans l'huile végétale, elle est exprimée en mg de phéophytine dans 1 kg d'huile "mg/kg (ppm)".

### b. Principe

La teneur en chlorophylle est mesurée par dosage spectrométrique, cette méthode est applicable aux huiles neutralisées et blanchies mais ne l'est plus aux huiles hydrogénées, désodorisées et aux produits finis car dans ces huiles traitées le maximum d'absorption ne se produit pas à 670 nm.

### c. Mode opératoire

Un essai a blanc a été effectué par remplissage de la cuve en quartz de tétrachlorure de carbone CCl<sub>4</sub> (témoin) et lecture de l'absorbance du blanc à 400nm, après rinçage de la cuve, elle a été remplie d'huile chauffée au voisinage de 30°C. Les absorbances de l'huile par rapport au tétrachlorure de carbone sont lus à 630, 670 et 710 nm.

#### - Expression des résultats

La teneur en chlorophylle exprimée en ppm est donnée par la formule suivante :

$$\text{Chlorophylle (ppm)} = \frac{[A_{670} - (A_{630} + A_{710})/2]}{0,1086 \times L}$$

Avec,

**A** : Désigne l'absorbance à la longueur d'onde indiquée.

**L** : La longueur de la cuve en centimètre (1 cm).

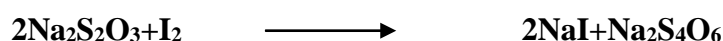
### 3.5. Détermination de l'indice de peroxyde (ISO3960, 2007)

#### a. Définition

L'indice de peroxyde est la quantité d'oxygène actif, exprimé en milli équivalent, contenu dans un 1g de corps gras et oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode .Sa détermination nous renseigne sur le degré d'oxydation de l'huile.

### b. Principe

Le principe de la méthode repose sur le traitement d'une prise d'essai huile en solution d'acide acétique et du chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI). Le titrage d'iode libéré se fait par une solution de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré selon la réaction suivante.



### c. Mode opératoire

Dans un erlenmeyer, un mélange a été préparé contenant 5g d'huile, 12mL de chloroforme 18mL d'acide acétique et 1 ml d'iodure de potassium (KI saturé). Après agitation pendant une minute et repos pendant 5 minutes, 75 ml d'eau distillée et quelques gouttes d'empois d'amidon ont été additionnés au mélange précédent. Après homogénéisation de ce dernier, nous avons procédé a un titrage par une solution de thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) (0,01 N) jusqu'à ce qu'elle soit transparente. Parallèlement, un essai à blanc (sans huile) a été effectué.

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

$$\text{IP} = \text{N} \cdot (\text{V}_1 - \text{V}_0) \cdot 1000 / \text{P}$$

Avec,

**IP:** Indice de peroxyde en  $\text{mgO}_2/\text{Kg}$

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

**V<sub>1</sub>:** Volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour le titrage (ml)

**V<sub>0</sub>:** Volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisée pour l'essai à blanc (ml)

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

### 3.6. Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques d'acides gras (ISO 5508, 1990)

#### a. Définition

C'est une technique d'analyse qualitative et quantitative, elle permet de connaître les nombres de constituants dans un mélange homogène.

### **b. Principe**

La dérivation des acides gras en esters méthyliques est la technique la plus utilisée pour l'analyse des lipides par chromatographie en phase gazeuse. Le choix de la méthode s'effectue en fonction des acides gras à analyser : présence d'acides gras libres, d'acides gras à chaîne courte, d'acides gras à fonction alcools ou acides... (Berdeaux *et al.*, 1998 ; Ollivier *et al.*, 2015).

La plupart des méthodes d'estérification se réalisent en présence d'un excès d'alcool, L'alcool le plus généralement utilisé étant le méthanol, on parle d'analyse d'esters méthyliques d'acides gras (**Figure A-5-2**).

Les techniques de préparation des esters méthyliques sont relativement nombreuses, celle utilisée, c'est la méthode de transméthylation rapide à température ambiante en conditions alcalines (potasse méthanolique) (Ollivier *et al.*, 2015).

### **c. Mode opératoire**

0.5 g d'huile ont été dissouts dans 5 ml d'hexane a l'intérieur d'un tube en verre avec addition de 0.5 ml de solution méthanolique d'hydroxyde de potassium (KOH méthanolique), puis le tube a été agité pendant 30 seconde et passé a la centrifuge à 300 Tr/ min pendant 5 minute.

A l'aide d'une micropipette ,2 gouttes de surnageant (transparent) ont été prélevés et déposés dans un vial pour l'injecter dans la l'appareil Agilent Technologies 6890N.

#### **- Expression des résultats**

La composition en acide gras est représentée sous forme d'un chromatogramme (**Figure A-5-3 et A-5-4**), et un tableau détaillé des constituants de l'huile analysé affiché numériquement par l'appareil Agilent technologies.

## **4. Détermination des indices physique**

### **4.1. Détermination de la couleur (ISO 15305, 1998)**



### **a. Définition**

La couleur joue un rôle important dans l'évaluation de la qualité d'un aliment. En effet, elle est liée aux principaux constituants qui sont déterminées à leur maximum d'absorption. Les chlorophylles et les caroténoïdes sont les principaux pigments rencontrés dans l'huile, et qui peuvent être affectés par de mauvaises conditions d'entreposage et aussi par le processus d'oxydation.

### **b. Principe**

La détermination de la couleur est effectuée par un colorimètre automatique « LOVIBOND<sup>R</sup> série PFX-i » constitué de deux séries de lames colorées : jaune et rouge, il consiste à faire une comparaison entre la couleur de la lumière transmise à travers une couche de graisse liquide et la couleur de la lumière provenant de la même source, transmise à travers des lames colorées standardisées.

### **c. Mode opératoire**

Une cuve en verre de LOVIBOND a été remplie par un échantillon d'huile (1 pouce pour l'huile brute et ¼ pour l'huile décolorée et désodorisée), ensuite elle a été placée dans le colorimètre. La couleur de l'échantillon a été déterminée par une comparaison avec les lames de couleur standard.

#### **- Expression des résultats**

Les résultats s'expriment en termes de nombre d'unités jaune et rouge nécessaires pour l'obtention de la couleur correspondante.

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

Avec,

**J** : la couleur jaune.

**R** : la couleur rouge.

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

### **4.2. Détermination de l'humidité (ISO 662, 1998)**

### a. Définition

C'est la perte en masse subie par l'échantillon après chauffage à  $103\text{C}^{\circ} \pm 2\text{C}^{\circ}$  exprimée en pourcentage pendant 2 heures.

### b. Principe

Le principe est basé sur la détermination du poids d'une prise d'essai avant et après séchage à l'étuve à une température de  $103^{\circ}\text{C}$  pour une durée de deux heures.

### c. Mode opératoire

20 g d'huile ( $P_1$ ) ont été pesés et mis dans un bécher préalablement séché à l'étuve ( $P_0$ ). (Le bécher a été refroidi dans un dessiccateur et taré). Ce dernier contenant l'huile a été mis dans une étuve réglée à  $103\text{C}^{\circ}$  pendant 2 heures. Après refroidissement de l'échantillon passe dans un dessiccateur, après pesage le poids du bécher a été noté ( $P_2$ ).

#### - Expression des résultats

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

$$\text{Humidité \%} = \frac{(P_1 - P_2)}{(P_1 - P_0)} \times 100$$

Avec,

$P_1$  : Poids du bécher avec la matière grasse avant étuvage.

$P_2$  : Poids du bécher avec la matière grasse après étuvage.

$P_0$  : Poids du bécher vide.

### 4.3. Détermination des cires « test à froid $0\text{C}^{\circ}$ »

#### a. Définition

Les cires sont des mélanges complexes d'esters, d'acide gras à longues chaînes, et d'alcools supérieurs ( $\text{C}_{18}$  à  $\text{C}_{30}$ ) présents naturellement dans l'huile de tournesol à l'état pur.

### **b. Principe**

Consiste à solidifier les cires par refroidissement à basse température (0 C°).

### **c. Mode opératoire**

Dans un bécher, une quantité de l'huile raffinée a été mise à chauffer, pendant quelques minutes, et laisser refroidir. L'huile a été versée dans un flacon en verre et déposer dans un bain marie à 0 C° pendant 5 heures et 30 minutes.

#### **- Expression des résultats**

La présence des cires se caractérise par l'apparition d'un trouble, alors que l'absence des cires donne un aspect clair et limpide à l'huile

Notre intérêt c'est porté en premier lieu sur la détermination des résultats de certains paramètres physico-chimiques correspondant aux deux types d'huiles suivant chaque étape de raffinage de façon indépendante. Ensuite nous avons suivi l'évolution individuelle de chacun de ces paramètres de l'huile de soja et de tournesol au cours même du procédé.

## 1. Résultats d'analyses physico-chimiques au cours du raffinage

Les moyennes des résultats des analyses physico-chimiques effectuées sont illustrées dans les tableaux IX, X, XI, XII, XIII, XIV et les résultats détaillés des analyses sont mentionnés dans l'annexe, le tableau A-5-1 et A-5-2.

### 1.1. Huiles brutes (soja et tournesol)

Après une CPG, les résultats d'analyse sont représentés dans le tableau IX.

**Tableau IX :** La composition en acide gras des huiles brutes sur CPG (soja et tournesol).

Acide gras	(soja) %	Norme ISO	(tournesol) %	Norme ISO
<b>Ac. Myristique C14 : 0</b>	0,07	ND - 0,2	0,06	ND - 0,2
<b>Ac. Palmitique C16 : 0</b>	10,50	8,0 - 13,3	6,06	5,6 - 7,6
<b>Ac. Stéarique C18 : 0</b>	4,70	2,4 - 5,4	3,82	2,7 - 6,5
<b>Ac. Oléique C18 : 1</b>	22,52	17,7 - 26,1	21,55	14,0 - 39,4
<b>Ac. Linoléique C18 : 2</b>	52,25	49,8 - 57,1	66,53	48,3 - 74,0
<b>Ac. Linolénique C18 : 3</b>	7,81	5,5 - 9,5	0,09	ND - 0,2
<b>Ac. Arachidique C20 : 0</b>	0,39	0,1 - 0,6	0,25	0,2 - 0,4
<b>Ac. Eicosénoïque C20 : 1</b>	0,21	ND - 0,3	0,16	ND - 0,2

D'après les résultats présentés dans le tableau ci-dessus, la composition en acide gras des deux huiles brutes (soja et tournesol) obtenus sont conformes aux normes du **Codex Alimentarius**.

Nous constatons que l'huile de soja est riche en acide linoléique (oméga-6) et linolénique (oméga-3), alors que l'huile tournesol est riche en acide linoléique (oméga-6), mais est cependant relativement pauvre en acide gras de type oméga-3.

Selon les résultats de l'analyse effectuée sur les huiles brutes (soja et tournesol), nous constatons que l'ensemble des résultats obtenus sont conformes aux normes de l'entreprise. Ce qui explique la bonne qualité de ces huiles, donc elles peuvent subir les différentes étapes de raffinage afin d'obtenir une huile prête à la consommation.

Les résultats des analyses physico-chimiques effectuées sur les huiles brutes (soja et tournesol) sont représentés dans le tableau X.

**Tableau X** : Résultats des analyses physico-chimiques des huiles brutes (soja et tournesol).

Analyses		Soja		Tournesol	
		Résultats	Norme ISO	Résultats	Norme ISO
Acidité (%)		0,9	1,25 Max	0,45	2 Max
Indice de peroxyde (meq O <sub>2</sub> /Kg)		5,4	15 Max	4,02	15 Max
Humidité (%)		0,09	0,2 Max	0,12	0,2 Max
Couleur (1pouce)	Jaune	70	50	40	–
	Rouge	4,2	5	2,4	–
Phosphores (ppm)		102	250 Max	78	250 Max
Chlorophylles (ppm)		8,47	8 Max	0,56	–
Trace de savon (ppm)		45	–	45	–

D'après les résultats obtenus pour l'acidité des huiles brutes (soja et tournesol), nous pouvons déduire que ces huiles importées sont conformes aux normes de bonne qualité.

Nous constatons également que l'indice de peroxyde est faible (5,4 meqO<sub>2</sub>/kg et 4,02meqO<sub>2</sub>/kg respectivement pour l'huile soja et de tournesol), ce qui signifie qu'il n'y avait pas d'oxydation très importante au cours du stockage de l'huile.

Nous remarquons aussi la présence de pigments colorés (chlorophylle,  $\beta$ -carotène, xanthophylle) et, de petites quantités d'humidité (0,09% et 0,12% respectivement pour l'huile soja et de tournesol) qui seront éliminées au cours du raffinage.

Nous notons aussi une présence importante de phosphores (102ppm et 78ppm respectivement pour l'huile soja et de tournesol) dont le taux est inférieur à la norme d'entreprise, ces derniers seront éliminés principalement au cours de l'étape de dégomme.

On détecte aussi des trace de savons ce qui est tout à fait normal ce paramètre n'a pas de norme précise du au faite que le savon vos être éliminé lors du raffinage.

Selon les résultats de l'analyse effectuée sur les huiles brutes (soja et tournesol), nous constatons que l'ensemble des résultats obtenus sont conformes aux normes de l'entreprise. Ce qui explique la bonne qualité de ces huiles, donc elles peuvent subir les différentes étapes de raffinage afin d'obtenir une huile prête à la consommation.

### 1.2. Les huiles déémucilaginées (soja et tournesol)

Les résultats des analyses physico-chimiques effectuées sur les huiles déémucilaginées (soja et tournesol) au niveau du mélangeur 2 et les séparateurs "S1-5" sont représentés dans le tableau XI.

**Tableau XI** : Résultats des analyses physico-chimiques des huiles déémucilaginées (soja et tournesol)

	Huile au niveau du mélangeur 2	Huile séparée				
<b>Analyses</b>	<b>Acidité (%)</b>	<b>Trace de savon (ppm)</b>				
<b>Soja</b>	0,08%	S <sub>1</sub> = 921	S <sub>2</sub> = 912	S <sub>3</sub> = 972	S <sub>4</sub> = 98	S <sub>5</sub> = 90
<b>Norme ISO</b>	–	< 1000				
<b>Tournesol</b>	0,06%	S <sub>2</sub> = 395		S <sub>3</sub> = 62		
<b>Norme ISO</b>	–	< 500				

D'après les résultats obtenus, les valeurs de l'acidité présentent une stabilité, ainsi que les valeurs des traces de savon au niveau des séparateurs «S1, S2, S3 », et une diminution des valeurs au niveau « S4, S5, S3 ».Les traces de savon au niveau des séparateurs répondent aux exigences de l'entreprise, ce qui correspond à une bonne séparation.

### 1.3. Les huiles séchées (soja et tournesol)

Les résultats des analyses physico-chimiques effectuées sur les huiles séchées (soja et tournesol) sont représentés dans le tableau XII

**Tableau XII** : Résultats des analyses physico-chimiques des huiles séchées (soja et tournesol).

	<b>Phosphores (ppm)</b>	<b>Trace de savon (ppm)</b>	<b>Humidité (%)</b>	<b>Impuretés (%)</b>	<b>Test à froid</b>
<b>Soja</b>	1,3	62	0,01	Néant	–
<b>Norme ISO</b>	5	50	< 0,05	< 0,05	–
<b>Tournesol</b>	3,5	60	0,04	Néant	Limpide
<b>Norme ISO</b>	10	50	< 0,05	< 0,05	–

D'après les résultats des analyses effectuées, nous constatons que l'ensemble des résultats obtenus sont conformes aux normes de l'entreprise.

Le résultat du "cold test" effectué sur l'huile de tournesol montre que l'huile est conforme à la norme exigée (limpide). Ceci montre le bon déroulement du décirage, et par conséquent la bonne élimination des cires.

Après séparation et lavage de l'huile neutralisée, les traces de savon sont toujours présentes mais avec quantités plus faible (60 ppm et 62 ppm respectivement pour l'huile soja et de tournesol), ceci est dû à l'ajout de l'acide citrique, qui réagit avec les savons en donnant un sel facilement éliminé.

Après le séchage de l'huile lavée et séparée à une température élevée, l'humidité et les impuretés sont éliminées, ceci traduit l'efficacité de l'opération de séparation/lavage, séchage.

#### **1.4. Les huiles décolorées (soja et tournesol)**

Les résultats des analyses physico-chimiques effectuées sur les huiles décolorées (soja et tournesol) sont représentés dans le tableau XIII.

**Tableau XIII** : Résultats des analyses physico-chimiques des huiles décolorées (soja et tournesol).

<b>Analyses</b>	<b>Acidité (%)</b>	<b>Trace de savon (ppm)</b>	<b>Couleur (1/4 pouce)</b>		<b>Phosphores (ppm)</b>	<b>Test à froid</b>	<b>Chlorophylles (ppm)</b>
			<b>Jaune</b>	<b>Rouge</b>			

<b>Soja</b>	0,22	0	70	8,6	0,2	–	0,06
<b>Norme ISO</b>	–	0	–	–	2 Max	–	< 0,05
<b>Tournesol</b>	0,28	0	12	1	0	Limpide	0
<b>Norme ISO</b>	–	0	–	–	2 Max	–	< 0,05

D’après les résultats des d’analyses effectuées sur les huiles décolorée (soja et tournesol), nous constatons l’absence de trace de savon et des cires, la diminution du taux de phosphore et de la teneur en chlorophylle comparé aux résultats précédent (tableau 11 et 12), ce qui reflète l’efficacité de la décoloration.

### 1.5. Les huiles désodorisées (soja et tournesol)

Les résultats des analyses physico-chimiques effectuées sur les huiles désodorisées (soja et tournesol) sont représentés dans le tableau XIV.

**Tableau XIV** : Résultats des analyses physico-chimiques des huiles désodorisées (soja et tournesol).

<b>Analyses</b>		<b>Soja</b>		<b>Tournesol</b>	
		<b>Résultats</b>	<b>Norme ISO</b>	<b>Résultats</b>	<b>Norme ISO</b>
<b>Acidité (%)</b>		0,08	0,3 Max	0,07	0,3 Max
<b>Indice de peroxyde (meq O<sub>2</sub>/Kg)</b>		0	10 Max	0,4	10 Max
<b>Humidité (%)</b>		Néant	0,2 Max	Néant	0,2 Max
<b>Couleur (1pouce)</b>	<b>Jaune</b>	7	12	4	12
	<b>Rouge</b>	0,7	1,2	0,5	1,2
<b>Phosphores (ppm)</b>		0	0	0	0
<b>Chlorophylles (ppm)</b>		0	0	0	0
<b>Impureté (%)</b>		Néant	0,05 Max	Néant	0,05 Max
<b>Trace de savon (ppm)</b>		0	0,005 Max	0	0,005 Max



D'après les résultats obtenus, l'acidité a diminué énormément et elle est inférieure à la norme, ce qui s'explique par l'élimination des acides gras libres par l'effet de la température (245°C) et leur aspiration par le vide.

L'indice de peroxyde est très faible et cela est dû à la destruction des peroxydes sous l'effet de la haute température (245 C°).

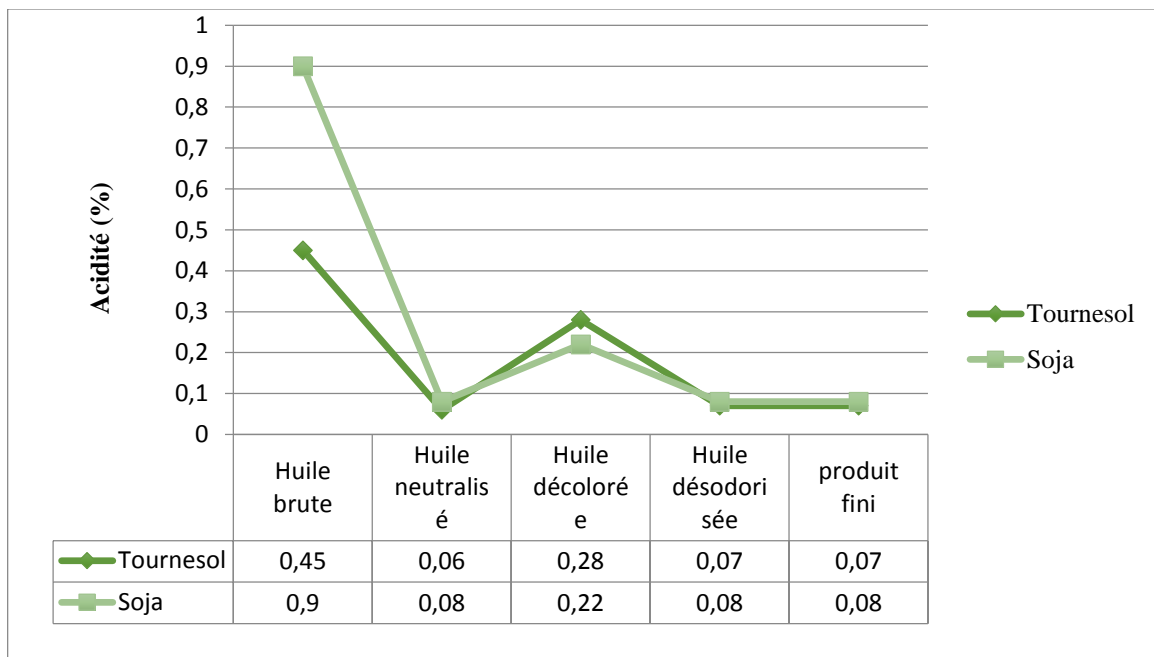
Nous constatons aussi l'élimination de l'humidité, du phosphore et les chlorophylles grâce à l'effet thermique et filtration du procédé de raffinage

L'absence d'impuretés dans l'huile désodorisée est due au bon déroulement de la filtration (Figure A-3-6) (efficacité des filtres «Niagara", "Criquet", "Poches »).

## 2. Evolution des paramètres physico-chimiques des huiles de soja et de tournesol au cours du raffinage chimique

### 2.1. Evolution de l'acidité au cours des étapes du raffinage

L'analyse de l'acidité des huiles brutes et des huiles traitées (séparées, décolorées et désodorisées) et les produits finis "Fleurial" "Elio", réalisées au cours du raffinage chimique des huiles de soja et de tournesol, a donné les résultats ci-dessous :



**Figure 12:** Evolution de l'acidité au cours des différentes étapes du raffinage chimique des huiles de soja et de tournesol.

D'après les résultats ci-dessus, on constate :

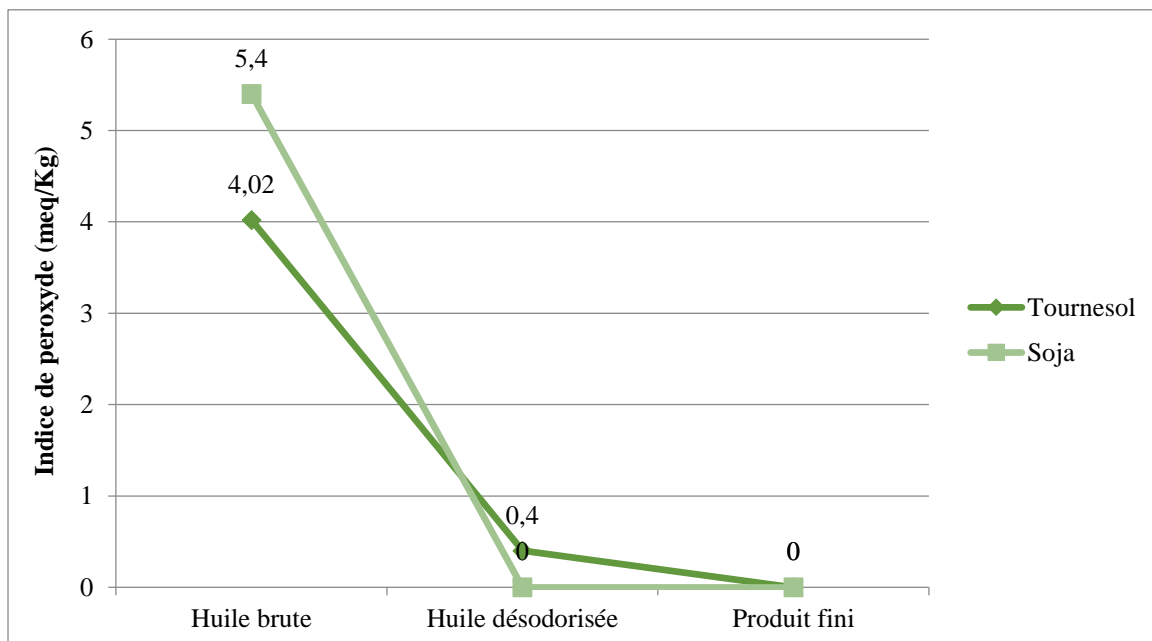
Une diminution marquée de l'acidité de 0,9% à 0,08% pour le soja et de 0,45% à 0,06% pour le tournesol après les premières étapes du raffinage, cela peut être expliqué par la neutralisation des acides gras libres par la soude. Puis une augmentation légère de 0,22% et 0,28% à la décoloration due à la transformation des savons en acides gras libres par l'action de la terre décolorante et aussi à l'acidité minérale de cette dernière.

Dans la dernière étape du raffinage, qui est la désodorisation, nous remarquons la diminution de l'acidité de 0,08% et 0,07%, ceci s'explique par la transformation des acides gras libres de l'état liquide à l'état volatile sous l'effet de la température et leur aspiration sous vide.

Pour les produits finis "Fleural" "Elio", on remarque la stabilité du paramètre d'acidité étudié.

### 2.2. Evolution de l'indice de peroxyde au cours des étapes du raffinage

Les résultats de la détermination de l'indice de peroxyde sont résumés dans la figure ci-dessous :



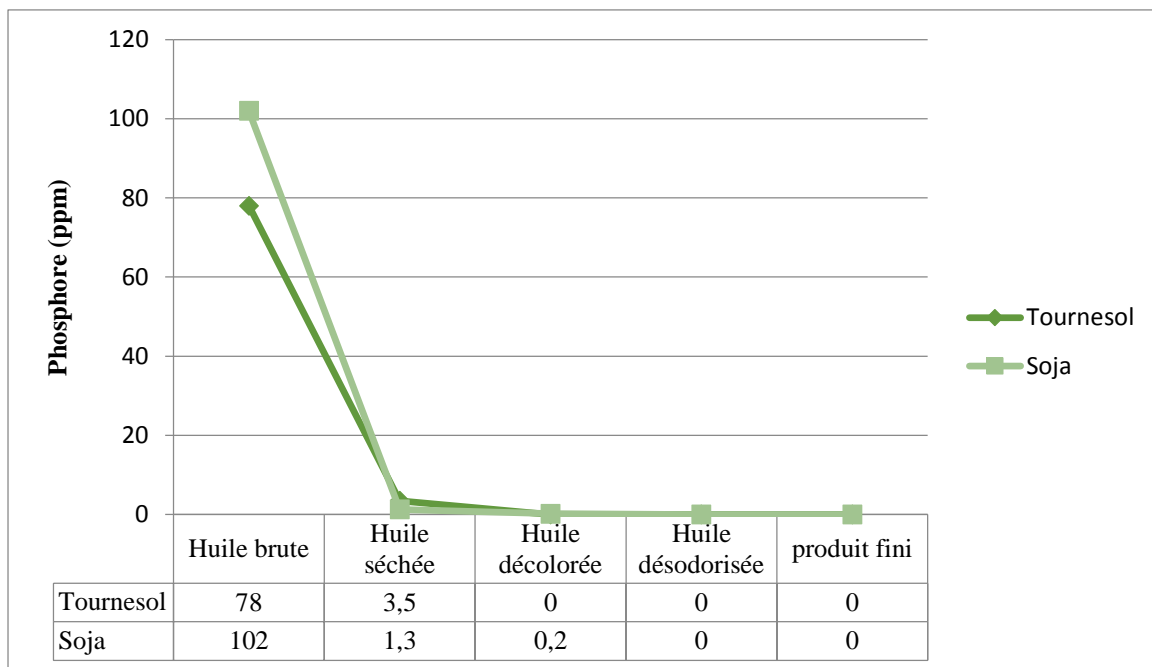
**Figure 13** : Evolution de l'indice de peroxyde au cours des différentes étapes du raffinage chimique des huiles de soja et de tournesol.

D'après les résultats ci-dessus, on constate :

Une diminution marquée de l'indice de peroxyde de 5,4 meqO<sub>2</sub>/Kg à 0meqO<sub>2</sub>/Kg pour le soja et de 4,2 meqO<sub>2</sub>/Kg à 0,4 meqO<sub>2</sub>/Kg pour le tournesol après la décoloration, Une teneur très faible en indice de peroxyde est observée pour le produit fini "Fleurial" et une teneur nulle pour le produit fini "Elio", ce qui signifie l'absence d'altération de la matière grasse (oxydation des acides gras libres).

### 2.3. Evolution des phosphores au cours des étapes du raffinage

La détermination du taux de phosphore des huiles brutes et des huiles traitées (séchées, décolorées et désodorisées) et les produits finis "Fleurial" "Elio", obtenues à différents stades du raffinage de l'huile de soja et de tournesol, a donné les résultats présentés dans la figure ci-dessous :



**Figure 14:** Evolution des phosphores au cours des différentes étapes du raffinage chimique des huiles de soja et de tournesol.

D'après les résultats ci-dessus, on constate :

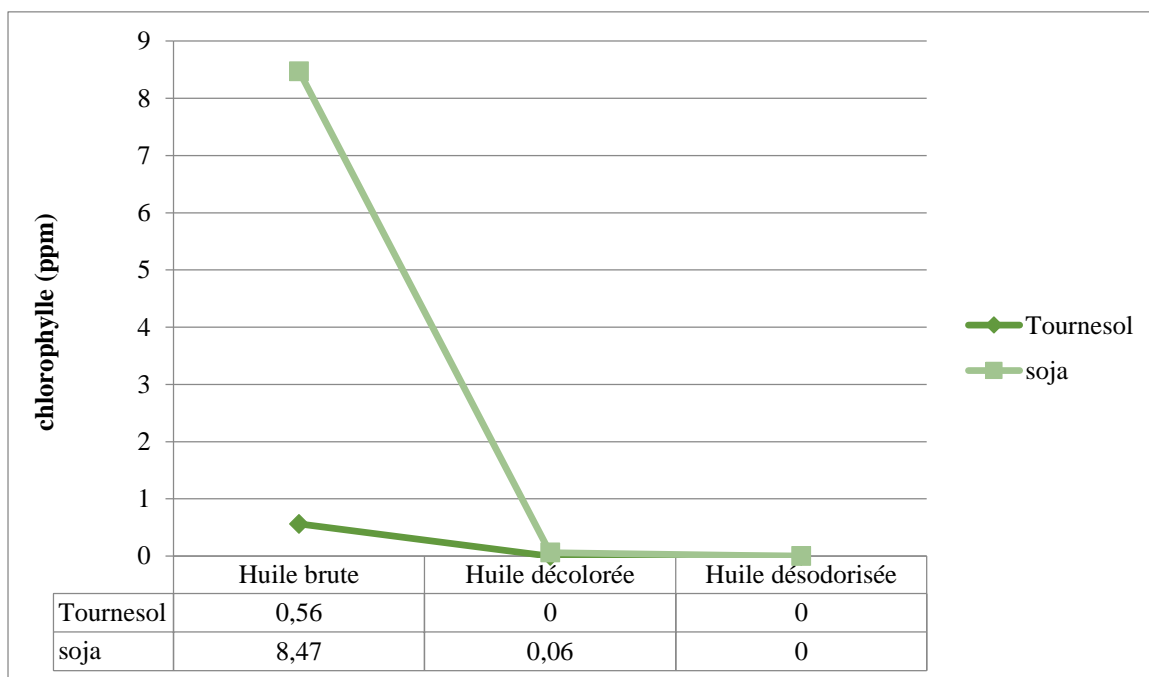
Que la teneur en phosphore est d'abord de 102 ppm pour l'huile brute de soja et de 78ppm pour l'huile brute de tournesol, l'élimination se poursuit au cours des étapes ultérieures de raffinage "séparation, lavage", pour atteindre une valeur de 1,3 à 3,5 ppm (l'huile séchée).

La réduction du taux de phosphore se poursuit au niveau de la décoloration.

Enfin, cette teneur s'annule pour l'huile désodorisée, ainsi que pour les produits finis cela s'explique par l'effet de la température et l'efficacité des filtres.

### 2.4. Evolution de la chlorophylle au cours des étapes du raffinage

La détermination du taux de chlorophylle des huiles brutes et des huiles traitées (séchées, décolorées et désodorisées) et les produits finis "Fleurial" "Elio", obtenus à différents stades du raffinage chimique de l'huile de soja et de tournesol, a donné les résultats présentés dans la figure ci-dessous :



**Figure 15:** Evolution de la chlorophylle au cours des différentes étapes du raffinage chimique des huiles de soja et de tournesol.

Selon les résultats ci-dessus, on constate :

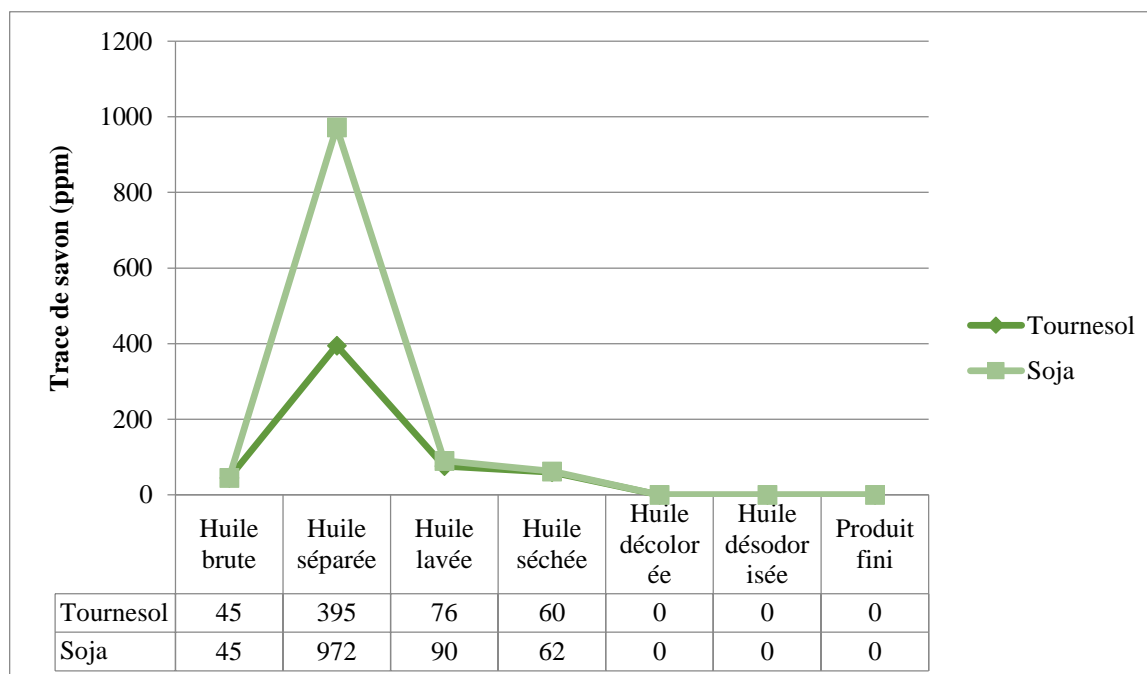
La teneur en chlorophylle de l'huile brute de tournesol est différente de celle de l'huile brute de soja.

Il ressort que l'huile brute subit une élimination importante de la chlorophylle au niveau de la décoloration.

L'élimination totale de la chlorophylle se fait au niveau de la désodorisation par le biais de la température et du vide

### 2.3. Evolution des traces de savon au cours des étapes du raffinage

La détermination de la teneur en traces de savons formées à l'étape de neutralisation pour les huiles analysées (soja et tournesol) est indiquée dans la figure ci-dessous:



**Figure 16 :** Evolution des traces de savon au cours des différentes étapes du raffinage chimique des huiles de soja et de tournesol.

D'après les résultats ci-dessus, on constate :

Que l'apparition des savons à la neutralisation est due à la réaction de saponification des acides gras libres par la soude (NaOH) de l'huile déémucilaginée à l'acide citrique.

L'huile séparée contient une teneur importante (972 ppm et 395 ppm respectivement pour l'huile soja et de tournesol) en traces de savons qui sont formées durant la neutralisation.

Après le lavage, la quantité de savon diminue d'une façon importante (90 ppm et 76 ppm), Ce qui explique la diminution de la quantité des traces de savons au niveau de l'huile séchée jusqu'à l'huile décolorée pour atteindre la valeur nulle (0 ppm).

Pour les produits finis "Fleurial" "Elio", les traces de savons ne restent nulles, montrant que les conditions de stockage n'influencent pas sur ce paramètre.

### Discussion générale

La grande diversité des ressources oléagineuses met à disposition des secteurs utilisateurs une grande variété de corps gras (Odile Morin, Xavier Pagès-Xatart-Parès 2012). Dans le monde 91 % des besoins en huiles alimentaires sont assurés par 6 cultures qui sont par ordre d'importance soja, palme, tournesol, cotonnier et arachide, les 9 % sont les huiles rares à usages industriels: coprah, amande, ricin, lin (Cherfaoui, 2011).

Les huiles sont des matières grasses onctueuses, insolubles dans l'eau et soluble dans les solvants organiques « chloroforme, l'hexane,... », elles sont généralement liquide a température ambiante (Lambert.,2005), .Extraites à partir des graines issues des plantes oléagineuses , elles sont donc d'un grand intérêt nutritionnel (pages et Morin, 2012), certaines d'entre elles sont appelées aussi oléo-protéagineuses du fait de leur haute teneur en protéines comme par exemple les graines de tournesol et de soja dont le nom botanique et la famille de leurs plantes sont respectivement *Helianthus annuus* de la famille des Astéracées et *Glycine max* de la famille des Fabacées.

On reconnaît des similitudes qualitatives et des divergences quantitatives concernant certains composés de l'huile de soja et tournesol ,en effet ces deux dernières sont riches en acides gras mais la teneur diffère entre les deux ,selon Odile Morin et Xavier Pages-Xatart-Pares (2012) l'huile de tournesol contiendrait 12% d'AGS ,23% d'AGMI ,et des AGPI a 64% d'acide linoléique (18:2) connu sous le nom d'oméga 6 en plus de 0,15 % d'acides linoléique (18:3) connu sous le nom d'oméga 3 , contrairement a l'huile de soja qui serait constituée de 15% d'AGS , 25% d'AGMI ,et des AGPI avec 53% d'acide linoléique et 7% d'acide linoléique. Étant aussi pourvues de tocophéols et tocotriénols connus sous le nom de la vitamine E, la teneur varie toujours de 70-100mg/100g d'huile pour le tournesol, a 80-170mg/100g d'huile pour le soja.

Leur constitution est aussi faite de triglycérides appelée fraction saponifiable « 98 a 99% pour le tournesol (Karlesking, 1992) et 95 % pour le soja » et d'une fraction insaponifiable tel que les cires et stérols pour le tournesol (Karlesking, 1992) et les phytostérols, traces d'hydrocarbures ,les chlorophylles et les caroténoïdes en plus des phospholipides ( Karlesking, 1992).

Leurs profils en acides gras les rend aussi sensibles a l'oxydation ou d'autres réactions chimiques (Cuvelier et Maillard ,2012) responsables de l'apparition de composés nocifs tels que les hydro-peroxydes (Sohn et Ohchima, 2010) qui peuvent eux même donner des composés

volatils responsables de mauvaises odeurs (Marie-Elizabeth, Cuvelier et Marie Noelle Maillard, 2012).

Certaines huiles peuvent être consommées brutes après leur trituration pendant que d'autres doivent impérativement être raffinées (Constantin *et al.*, 2010) comme l'huile de tournesol et l'huile de soja qui ont été sélectionnées afin de réaliser cette étude au sein de l'entreprise CEVITAL.

L'extraction de la matière huileuse du soja et de tournesol se fait par solvant ce qui augmente leur rendement en micronutriments (Fine et Joffree, 2015) elles sont raffinées juste après afin d'être purifiées et répondre aux normes de la qualité (Régis *et al.*, 2016) cette opération a aussi une influence sur les constituants mineurs de l'huile raffinée (Régis *et al.*, 2016) en éliminant les composés indésirables « cires, acides gras libres, pigments, traces métalliques... » (Constantin *et al.*, 2010).

Dans le but de faire un suivi du contrôle qualité de ces huiles au cours de leurs raffinages, des analyses physico-chimiques ont été effectuées sur des échantillons prélevés à partir d'étapes clés afin de s'assurer de la bonne qualité du produit destiné aux consommateurs et le bon fonctionnement du procédé de raffinage ;

Ainsi la première étape est l'analyse de l'huile brute qui arrive par bateau de l'étranger pour vérifier sa qualité et sa fiabilité, si les résultats d'analyse ne sont pas conformes aux normes, l'huile va être rejetée dans le cas contraire l'huile va être approuvée apte à être raffinée.

Le constat visuel réalisé sur les deux produits brutes est une étape préliminaire qui donne une idée globale sur l'huile importée, l'huile de soja présente une couleur qui vire vers le rouge justifiée par la présence de la  $\beta$ -carotène, par contre la couleur jaune de l'huile de tournesol est due à sa richesse en chlorophylle.

La présence d'une forme mousse dans l'huile de soja révèle la présence de phospholipides cela dit la formation de sédiments justifierait une longue période de stockage, concernant l'huile de tournesol, une formation de dépôt noirâtre révèle la présence de cires.

En premier lieu, les résultats de la CPG effectués sur les huiles brutes (soja et tournesol), indiquent que l'ensemble des résultats obtenus sont conformes aux normes de l'entreprise affirmant ainsi leurs bonnes qualités. La composition en acide gras de ces deux huiles révèle qu'il s'agit effectivement des huiles citées (soja et tournesol). La détermination de la composition de l'acide gras est un outil exploité pour assurer l'authenticité des graisses et des huiles et la



caractérisation de graisses comestibles et huiles (Rohman *et al.*, 2017), en particulier pour vérifier l'absence d'acide gras spécifique de certaines huiles (Vigneron, 1992). L'analyse a affirmé que l'huile de soja est riche en acide linoléique (oméga-6) qui serait responsable d'obésité en cas de présence en excès dans l'organisme (Ailhaud *et al.*, 2006) et linoléique (oméga-3), alors que l'huile tournesol est riche en acide linoléique (oméga-6).

L'acide linoléique serait responsable d'obésité en cas de présence en excès dans l'organisme (Ailhaud *et al.*, 2006), tandis que certaines études ont conclu qu'il y aurait une relation entre la carence en acide linoléique, et le système immunitaire du cerveau et sa plasticité (Madore *et al.*, 2014). La littérature montre qu'un déséquilibre oméga-6/3 de notre régime alimentaire favorise l'apparition d'un taux de triglycérides et de glucose à jeun trop élevés, cholestérol-HD et l'hypertension (Hermier *et al.*, 2010).

En faisant une étude comparative entre nos résultats et ceux obtenus par Benzine Anissa en 2020 chez CEVITAL nous avons déduit que le profil en acides gras était similaires et conformes aux normes de l'entreprise.

Conformément aux résultats des analyses il apparaît que l'acidité de l'huile de soja est de 0,9% qui est inférieure à la norme maximum d'entreprise 1,25%, L'huile de tournesol a une valeur de 0,12 qui est aussi inférieure à la norme maximum d'entreprise.

En comparant notre travail à celui d'Otmani Lynda et Meddour Souad réalisé chez CO.GB la belle en 2018 concernant l'huile de soja nous avons constaté une légère différence qui est de 0.705% avec une norme de 2% max.

La comparaison sur l'huile de tournesol quant à elle est faite avec ceux de Benyoub Warda et Ifri Yamina obtenus en 2012 chez CEVITAL, elle nous a indiqué une différence avec une valeur de 0.45 % par rapport à la norme 2% max.

L'acidité d'une huile est un paramètre qualitatif important dans l'industrie, étant donné que la teneur en acides gras libres a un effet direct sur la stabilité de l'huile végétale (Sadoudi, 2014). L'acidification réduit la qualité et la valeur marchande de l'huile (Hubert *et al.*, 2017). Présents initialement sous la forme de triglycérides, leur forme change en AGL au cours de la transformation par hydrolyse responsable de l'augmentation de l'indice d'acides.

Dans l'évolution de l'acidité au cours des différentes étapes du raffinage chimique des huiles de soja et de tournesol, la diminution de l'acidité est de 0,9% à 0,08% pour le soja et de 0,45% à 0,06% pour le tournesol après les premières étapes du raffinage, cela est expliqué par la

neutralisation des acides gras libres par la soude (j.Denis 1998). . Puis une augmentation légère de 0,22% et 0,28% à la décoloration due à la transformation des savons en acides gras libres par l'action de la terre décolorante et aussi à l'acidité minérale de cette dernière.

Dans la dernière étape du raffinage, qui est la désodorisation, nous remarquons la diminution de l'acidité de 0,08% et 0,07%, ceci s'explique par la transformation des acides gras libres de l'état liquide à l'état volatile sous l'effet de la température et leur aspiration sous vide.

En effet, la désodorisation à haute température augmente la volatilité des substances à éliminer, ce qui permet l'entraînement des acides gras libres (Kartika, 2005 ; Pages-Xatart-Pares, 2008).

Un indice de peroxyde faible est observé (5,4 meqO<sub>2</sub>/kg et 4,02 meqO<sub>2</sub>/kg respectivement pour l'huile soja et de tournesol) comparé aux normes. L'indice de peroxyde exprimé en milliéquivalent d'oxygène par kg d'huile, est un moyen de mesurer l'oxydation lipidique (Ryan *et al.*, 1998), il est utilisé pour évaluer l'état de conservation d'une matière grasse,

L'attaque des huiles par l'oxygène conduit à des dégradations organoleptiques et fonctionnelles, (M'baye, 2012), les premiers composés formés au cours de l'oxydation sont les peroxydes qui subissent d'autres réactions pour donner des aldéhydes, des cétones et des acides qui sont responsables du défaut de rance de l'huile (Sohn et Ohsima, 2011).

Son évolution au cours des étapes du raffinage chimique des huiles de soja et de tournesol indique une diminution marquée de l'indice de peroxyde de 5,4 meqO<sub>2</sub>/Kg à 0 meqO<sub>2</sub>/Kg pour le soja et de 4,2 meqO<sub>2</sub>/Kg à 0,4 meqO<sub>2</sub>/Kg pour le tournesol après la décoloration, ceci s'explique par l'élimination d'agents oxydants, tel que les métaux et les AGL présents dans l'huile brute par la terre décolorante, et l'effet de la haute température, lors de la désodorisation (Evrard *et al.*, 2007).

Après avoir effectué une comparaison avec le travail de Benyoub warda et Ifri Yamina en 2012, il s'est avéré que les résultats se ressemblent par la diminution progressive de l'indice de peroxyde pour les deux types d'huiles car le soja a un indice de 5,4 à l'état brut pour une norme de 15 max et 0,16 à l'état désodorisé pour une norme de 1 max, le tournesol présente quant à lui un indice de 4,8 à l'état brut pour une norme de 15 max et 0,36 à l'état désodorisé pour une norme de 1 max.

La mesure du phosphore indique une présence importante de phosphatides (102 ppm et 78 ppm respectivement pour l'huile soja et de tournesol) avec un taux inférieur à la norme d'entreprise, L'eau en contact des phosphatides hydratables forme des hydrates qui sont insolubles

dans l'huile qui sédimentent (Rodriguez, 1999). L'ajout de l'acide phosphorique réagit avec les phosphatides non hydratés qui sont composés en majeure partie de sels de calcium et de magnésium en formant des précipités de phosphates de calcium ou de magnésium et la libération d'acide phosphorique (Dijkstra, 1998).

Dans la figure de l'évolution des phosphores au cours des différentes étapes du raffinage chimique des huiles de soja et de tournesol on constate que la teneur en phosphore est d'abord de 102 ppm et 78ppm respectivement pour l'huile brute de soja et tournesol, l'élimination se poursuit au cours des étapes ultérieures de raffinage "séparation, lavage", jusqu'à atteindre une valeur de 1,3 à 3,5 ppm (l'huile séchée) par l'ajout d'une concentration minimale d'acide citrique mono-hydraté qui joue un rôle de chélateur et rend les phosphatides non hydratés en hydratés pendant le dégommeage chimique (Ayerdi Gotor *et al.*, 2016).

La réduction du taux de phosphore se poursuit au niveau de la décoloration par le principe d'adsorption des ions du phosphore sur la terre décolorante (Wei *et al.*, 2004). Enfin, cette teneur s'annule pour l'huile désodorisée, ainsi que pour les produits finis cela s'explique par l'effet de la température et l'efficacité des filtres.

La comparaison avec le travail de B.Warda et I.Yamina (2012) révèle une différence moyenne au niveau du sécheur avec nos résultats obtenus, l'indice de phosphore présente une valeur de 102 à l'état brut pour une norme de 250max et 4,5 pour une norme de 5 à l'état séché pour l'huile de soja, concernant l'huile de tournesol l'indice est de 188 à l'état brut pour une norme de 250max et 2,75 pour une norme de 5 à l'état séché.

L'analyse suivante révèle la présence de pigments colorés (chlorophylle,  $\beta$ -carotène, xanthophylle) éliminée au cours du lavage et la décoloration et de petites quantités d'humidité (0,09% et 0,12% respectivement pour l'huile soja et de tournesol). L'humidité vient de l'huile lavée au cours du lavage ce qui provoque une augmentation de l'acidité, elle sera éliminée au niveau du sécheur. La chlorophylle et les caroténoïdes sont des paramètres de qualité importants car ils se corrélaient avec la couleur qui est un attribut de base pour la qualité d'une huile. Leur grandeur dépend de différents facteurs tel que la maturité des fruits, les conditions climatiques, le type de sol et les procédures d'extraction (El Harfi *et al.*, 2015), Selon Grati en 1999, la chlorophylle serait liée aux phénomènes oxydatifs par leurs actions catalytiques, pro-oxydantes en présence de la lumière et antioxydants à l'obscurité.

Nous constatons à partir de l'évolution de la chlorophylle au cours des différentes étapes du raffinage chimique que la quantité de chlorophylles de l'huile brute de tournesol est différente

de celle de l'huile brute de soja (0.56 ppm et 8,47 ppm), vu que cette dernière est plus riche en pigments.

L'huile brute subit une élimination importante de la chlorophylle au niveau de la décoloration, cela est dû à leur adsorption par la terre décolorante. Ce type d'adsorption fait appel à des réactions chimiques telles que la carbonisation en utilisant l'acide sulfurique, l'oxydation en présence d'oxygène, ou encore la réduction au moyen de l'anhydride sulfureux (Denis, 1992). Les dernières traces de chlorophylles sont éliminées par l'effet de la haute température et du vide.

La comparaison avec le travail B.warda et I.Yamina révèle que leurs résultats diffèrent des nôtres, concernant l'humidité, la valeur à l'état brute est de 0,12 avec une norme de 0,5 max pour le soja et 0,077 avec une norme de 0,5 max pour le tournesol, elle sera finalement éliminée au cours de la désodorisation pour les deux types d'huiles.

En ce qui concerne la chlorophylle, la comparaison s'est effectuée avec le travail de Benzine Anissa en 2020 pour l'huile de tournesol, à l'état brut, cette huile a une teneur moyenne  $0,33 \pm 0,083$ , la valeur s'annule à l'état désodorisé ce qui correspond à nos résultats.

D'autres parts, les traces de savons contenues dans l'huile brute ne sont pas très importantes vu qu'elles doivent être éliminées lors de la première étape de raffinage.

L'évolution de ce paramètre au cours du raffinage montre une augmentation significative de la quantité de savons dans l'huile séparée (972 ppm et 395 ppm respectivement pour l'huile soja et de tournesol), L'apparition des savons à cette étape est due à la réaction de saponification des acides gras libres par la soude (Cossut *et al.*, 2002 ; Werner *et al.*, 2010). Après le lavage, la quantité de savons diminue d'une façon importante (90 ppm et 76 ppm), jusqu'à atteindre la valeur nulle (0 ppm), Les analyses réalisées sur les deux huiles décolorées ont révélé l'absence complète de traces de savons, et cela est à l'origine de la bonne séparation lors de l'étape de centrifugation. Cette diminution et annulation sont le résultat de l'ajout de l'acide citrique après le lavage qui réagit avec les savons en donnant un sel facilement éliminé.

En confrontant les résultats de ce paramètre avec ceux de Agoune Laldja et Belarbi Nouara effectués chez CEVITAL en 2012 nous constatons une certaine différence pour les deux types d'huiles au cours de la neutralisation, la valeur est de 901 ppm pour le soja et 692 ppm pour tournesol.

La couleur est une caractéristique importante pour déterminer l'acceptation visuelle d'une huile (Parry *et al.*, 2006), elle est due à la présence de quelques pigments (Mehmood *et al.*, 2013),

les valeurs de la couleur sont satisfaisantes dans la plupart des échantillons étudiés, elles sont conforme aux normes mise par l'ISO (1998) qui est de 16 pour la couleur jaune et 2 pour la couleur rouge, nos résultats présentent des valeurs non conformes jusqu'à la désodorisation, et d'après Mehmood *et al.*, (2013), cela est probablement tributaire à la mauvaise décoloration réalisée pendant le raffinage des deux huiles, ou bien à la présence du phosphore qui selon Chew *et al.*, (2017), il provoque la formation d'une couleur foncée. L'intensité de la couleur diminue au fur et a mesure du procédé, l'huile désodorisée présente des résultats conformes de (7 jaune - 0,7 rouge) pour le soja et (4 jaune- 0,5 rouge) pour le tournesol.

La comparaison de nos résultats avec ceux de Agoune Laldja Belarbi Nouara en 2012 révèle une ressemblance par rapport a la diminution progressive pour les deux huiles analysées l'intensité étant élevée au début (70 pour le jaune -4,3 pour le rouge ) pour le soja et (24 jaune - 1,9 rouge) ,sa diminution va jusqu'à atteindre (10 jaune – 1,2 rouge ) pour le soja et ( 7 jaune -0,9 rouge ) concernant le soja .

La diminution de paramètre s'explique par l'action de la terre décolorante (décoloration chimique) sur les pigments colorés (chlorophylle,  $\beta$ -carotène, xanthophylle) par le phénomène d'adsorption (Gibon et Tirtiaux, 1998).

Même si les huiles contiennent de faibles teneurs en composés indésirables, le raffinage permet d'éliminer une grande partie d'entre elles. Une mise au point de l'influence des conditions opératoires du raffinage sur l'élimination de ces contaminants est toutefois nécessaire afin d'améliorer la maîtrise du procédé et de disposer de données fiables et actualisées permettant de vérifier le respect des réglementations en vigueur (F.Lacoste *et al.*, 2005), C'est pourquoi, l'identification de critères physicochimiques indicatifs d'un probable comportement de composés potentiellement contaminants au cours des procédés de raffinage constitue un outil d'orientation préalable intéressant.(Xavier Pages., 2010).

### **Conclusion et perspectives**

L'industrie des corps gras représente un investissement important vu la diversité des produits commercialisés à partir de l'exploitation des matières premières importées. Notre stage effectué au sein de l'unité de l'huilerie CEVITAL.

nous a permis d'observer de très près le travail qui s'y déroule, nous avons contribué à l'étude de l'évolution de la qualité de l'huile de soja et tournesol au cours du raffinage chimique « a chaud et a froid » qui reste une technologie dépendante du savoir faire et des bonnes pratiques de conduite mais aussi, d'une connaissance suffisante des propriétés physico- chimiques spécifiques et de la stabilité des différentes huiles.

Cette double maîtrise est indispensable pour adapter à chaque huile brute les paramètres opératoires et éliminer un maximum d'impuretés en respectant une série d'étapes qui sont la démulcination, neutralisation alcaline, Lavage et séchage, décoloration et la désodorisation et finalement l'obtention d'une huile pure dépourvue de composés indésirables.

Ainsi il apparait que l'huile brute de tournesol comparativement à l'huile de soja est moins riche en mucilages et en pigments colorés.

Le raffinage des deux huiles étudiées (soja et tournesol) présente une différence notable ; l'huile brute de soja subit une neutralisation à chaud par contre celle du tournesol requiert une neutralisation à froid, car il subit un décirage vu sa richesse en cires.

D'après les résultats des analyses (acidité, couleur, humidité, impuretés, cires, indice de peroxyde, traces de savons, chlorophylle, phosphore...) effectuées sur les deux huiles, nous pouvons conclure que l'unité produit une huile raffinée de qualité salubre, et conforme aux normes de l'entreprise.

Cette conformité témoigne d'un raffinage effectué dans les meilleures conditions par l'unité grâce à certaines techniques acquises par expérience des ingénieurs de la raffinerie, sans oublier le matériel sophistiqué dont elle dispose, et aussi au contrôle régulier qui s'effectue au niveau du laboratoire à chaque étape du raffinage.

Notre stage nous a non seulement permis d'acquérir et des connaissances dans le domaine des corps gras, leurs technologies de production et de transformation à l'échelle industrielle ainsi que les traitements obligatoires que subissent les huiles avant leur consommation mais aussi de constater la prise de conscience des entreprises du concept qualité, vu la conformité de la plupart des produits analysés, chose qui doit devenir l'une de

leurs principales préoccupations afin de faire face à la concurrence à laquelle elles sont confrontées.

En perspectives :

- Il serait judicieux que l'entreprise CEVITAL puisse, dans le cadre de la prise de conscience écologique, mettre en place des emballages recyclables ou compostables afin de générer moins de déchets et contribuer à préserver un environnement sain et durable.
  
- Il serait convenable aussi de mettre au point des tests de migration quantitatifs et plus approfondis concernant les interactions entre le produit et l'emballage.
  
- Enfin dans le but de réduire le cout des importations de l'huile brute il serait souhaitable de songer à l'implantation locale des graines et de développer des unités de triturations.

**Ailhaud G., Massiera F., Weill P., Legrand P., Alessandri J.M., Guesnet P., (2006).** Temporal changes in dietary fats: role of n-6 polyunsaturated fatty acids in excessive adipose tissue development and relationship to obesity. *Progress in Lipid Research*, 45, 203-236.

**Ayerdi Gotor, A., M. Berger, F. Labalette et al. (2008).** Variabilité des teneurs et compositions des composés mineurs dans l'huile de tournesol au cours du développement du capitule. Partie II - Phytostérols. *OCL-Oleagineux Corps Gras Lipides* 15: 400-406.

**Cahuzac-Picaud, M. (2010).** Les huiles végétales, intérêt diététique et gastronomique. *Phytothérapie*(8), pp. 113-117.

**Choe, E. (2008)** Effects and mechanisms of minor compounds in oil on lipid oxidation. dans: *Food Lipids, Chemistry, Nutrition, and Biotechnology*, Third Edition. Eds Akoh, C., C., Min, David, B, CRC Press, Boca Raton, USA, pp 449-475

**Choe, E., & Min D. B.,(2006).** « Mechanisms and Factors for Edible Oil Oxidation ». *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety* 5 (4): 169-86.

**Cuvelier ME, Maillard MN. (2012).** Stabilité des huiles alimentaires au cours de leur stockage. *19(2)* :125-132 .

**Cossut J., Defrenne B., Desmedt C., Ferroul S., Garnet S., Roelstraete L., Vanuxeem M., Vidal D., (2002).** Les corps gras : Entre tradition et modernité. Dess Qualimapa (Gestion de la Qualité Nutritionnelle et Marketing des Produits Alimentaires), Institut Agro-Alimentaire de Lille Université des Sciences et Technologies de Lille, Institut d'Administration des Entreprises de Lille, pp 21-64.

**Debruyne, I. 2001.** Soja: transformation et aspects industriels. *Techniques de l'ingénieur*. F6030. pp: 1-12.

**Denise J.(1992).** Raffinage des corps gras. In : "Manuel des corps gras ", Paris. ISBN : - 85206-662-9. P. 789- 88.



- Dubois V, Breton S, Linder M, et al.,(2008)** Proposition de classement des sources végétales d'acides gras en fonction de leur profil nutritionnel. *Oléagineux Corps gras Lipides* ; 15 : 56–75.
- F. Lacoste,H.Lechat,X.Pages,J.N. Arnaud,E. Brenne,B. Soulet,B. Camisuli,C. Birot,S. Fazeuilh,J. Escabasse.,(2005).**Contrôle des composés indésirables dans les huiles végétales et mise en place d'observatoires ITERG, Pessac, France.
- Fedali ,Yamina .(2013).**Contribution au management des risques dans certains secteurs d'activités en algerie –cas de l'agroalimentaire –Université El Hadj Lakhdar -BATNA .
- Fine F, Joffre F. (2015).** Impact de la trituration et du raffinage sur la teneur en micronutriments des huiles végétales, Communication présentée au cours de la journée GLN sur le thème : consommations et fonctionnalités des lipides. Nouveaux horizons, Paris, France.
- François Mendy .(2016)** Un regard passionné sur les lipides et les matières grasses EDP Sciences .
- Going, L. (1968)** Oxidative deterioration of partially processed soybean oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 45, pp 632-634.
- Hermier J.D., Huneau F., Tomé D., Mariotti F., (2010).** Évaluation de l'intérêt nutritionnel d'isolats de protéines de colza chez le rat et l'Homme: application à la prévention du syndrome métabolique. *Oléagineux, corps gras, lipides*, 17(5), 325-332.ITERG, Pessac, France
- ITERG,(2018)** la technologie des corps gras, FRANCE.
- J. J. Baudet, C. Ledermann, D.Rivaud, Matté Is, L. Lot, F. Kay, P. Montigny.,(2012)** Des grains aux huiles et protéines végétales, Filière française des huiles et protéines végétales, PROLEA, Paris.
- Jennifer Régis ,Florent Joffre, Frédéric Fine.,(2016)** Impact de la trituration et du raffinage sur la teneur en micronutriments des huiles végétales de colza, soja et tournesol ,ITERG publié par EDP sciences ,PESSAC France .
- Joaquín V, Carmen D. (2002).** Oxidative stability of virgin olive oil *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* (104). p 661–676.

- Julien GORNAY.,(2006)** Transformation par voie thermique de triglycérides et d'acides gras. Application à la valorisation chimique des déchets lipidiques. Thèse doctorat. Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy, France.
- Karleskind A. (1992).** Manuel des Corps Gras. Ed.Tech & Doc,Paris, Tome 1 et Tome II.1579.
- Kartika IA.** (2005). Nouveau procédé de fractionnement des graines de tournesol : expression et extraction en extrudeur bi-vis, purification par ultrafiltration de l'huile de tournesol. Thèse de Doctorat de Sciences des Agroressources. L'institut national polytechnique, Faculté de Chimie Agro-Industrielle, Toulouse, p 339.
- Laguerre M et al.,(2007).** Evaluation of the stability of antioxidants to counteract lipid . oxidation: Existing methods, new trends and challenges.Press in Lipid Research,p244-282.
- Landrier JF. (2011)**Vitamine E et physiologie du tissu adipeux. *Oléagineux Corps gras Lipides* ; 18 : 83–87.
- Li, J., Liu, J., Sun, X., & Liu, Y. (2018).** The mathematical prediction model for the oxidative stability of vegetable oils by the main fatty acids composition and thermo gravimetric analysis. *LWT*, 96, 51–57.
- List, G. R., Wang, T., Shukla, V., K.S., (2005)** Storage, handling, and transport of oils and fats. dans: *Edible Oil and Fats Products: Processing Technologies in Bailey's Industrial Oil and Fat Products 6th Edition*. Eds Shahidi, F., volume 5, pp 191-229.
- Lolita BODJOLLE-D'ALMEIDA. (2018)** . Intérêt des plantes issues de la biodiversité brésilienne et africaine dans les soins capillaires Université d'Aix-Marseille –Faculté de Pharmacie p 15.
- M'baye B. K., Alouemine S. O., Lô B. B., Bassene E., (2012).** Étude de l'effet de la température sur les huiles alimentaires en mauritanie : dosage des indices de peroxyde Rev. Ivoir. Sci. Technol., 19:26–33.

**Madore C., (2014).** Nutritional n-3 PUFAs deficiency during perinatal periods alters brain innate immune system and neuronal plasticity-associated genes. *Brain Behavior and Immunity*, 41, 22-31.

**Malewiak M I, Leynaud. Rouaud C ,Berthier A M, et Yvonne S., (1992)**

**Matthäus, B. (2012).** Oil technology dans: *Technological Innovations in Major World Oil Crops*, volume 2 . Eds Gupta, S. K., Springer, New York, USA, pp 23-92.

**Nathasha,Rombaut ., (2013)** Etude comparative de trois procédés d'extraction d'huile : aspects qualitatifs et quantitatifs : application aux graines de lin et aux pépins de raisin ,UTC ,P35 -38.

**Naudet, M.,(1992).** Manuel des corps gras, Tome 1. Ed technique et documentation, Lavoisier, Paris

**Odile Morin ., Xavier Pagès-Xatart-Parès (2012) .** Huiles et corps gras végétaux : ressources fonctionnelles et intérêt nutritionnel , ITERG , France .

**Pages X, Morin O, Birot C et al. (2010)** Raffinage des huiles et des corps gras et élimination des contaminants Oleagineux *Corps gras Lipide*;17:86-99.

**Pagès-Xatart-Parès, X. (2008).** Technologies des corps gras (huiles et graisses végétales) Paris: institut national de la recherche agronomique.

**Parker, T. D., Adams, D. A., Zhou, K., Harris, M., Yu, L., (2003)** Fatty acid composition and oxidative stability of cold-pressed edible seed oils. *Journal of food science*, 68, pp 1240-1243.

**Pistor.,(2013).** Huiles et graisses. .Huile de soja p 28-39.article

**Rahmani M.(2007).** Méthodes d'évaluation de la stabilité oxydative des lipides. Institut Agronomique et vétérinaire Hassan II Département des sciences Alimentaires et Nutritionnelles : les techniques de laboratoire, 2 : p 18-20.

**Régis,J , Florent ., Joffre et Fine,F. (2016).** Impact de la trituration et du raffinage sur la teneur en micronutriments des huiles végétales. ITERG, Publié par EDP sciences , France.

**RIZZO V.,TORRI., LICCIARDELLO F., PIER GIOVANNI L., MURATORE G .,(2014).** « Quality change of extra virgen olive oil packaged in colured polyethylene terephthalate botles stored under different lighting conditions ». packaging technology and science, 27,437-448.

**Rizzo, G., & Baroni, L. (2018).** Soy, Soy Foods and Their Role in Vegetarian Diets. *Nutrients*, 10(1), 43.

**Sadoudi Rabah.,(2014).** conséquences métaboliques de la consommation de l'huile de tournesol thermo-oxydée chez le rat blanc, thèse de doctorat, ENSA, Alger .

**Sahbaz,A., Ersan, and S.Aydin .,(2014).** Effet of Nigelle sativaoil on post operative peritoneal adhesion formation .journal of Obstetrics and Gynaecology Research ,40(2) :p.532\_537.

**Schmidt S., Pokorony J., (2005).** Potentiel application of oilseeds as sources of antioxidants for food lipids- a review. *Journal of Food Science*, 23, 93-102.

**Sekour B.,(2012).** Phytoprotection de l'huile d'olive vierge (H.O.V.) par ajout des plantes végétales (thym, ail, romarin). *Mag. Université de Boumerdes*, 127 p.

**Servina,I .,A M.Riquet ,M.C Chagona.,(2011).** Evaluation et Gestion des Risques \_matériaux d'emballage à contact alimentaire, *Cahier de nutrition et diététique*,46,pp59\_66.

**Shahidi F et Zhong Y.,(2005).** Lipid oxydation: measurement methods. *Bailey's Industrial Oil and Fat Products*, p. 357-386.

**Sohn, J. H., et Ohshima, T. (2010).** Lipid oxidation, odour, and colour of fish flesh. *Handbook of Seafood Quality, Safety and Health Applications*:96-108.

**Uzzan A., (1992).** Les corps gras in : Dupin H, Jean-Louis C, Malewiak M-I, Leynoud-Rouaud C, Berthier A-M. *alimentation et nutrition humaine*. Ed ESF. P 887, 906, 907, 1248.

**Véronique OLLIVIER , , France Jacques Artaud .,(2015)** analyses des macromolécules biologiques, éditions T.I, Marseille, France

**Werner J.B, Raphael B, JURG L, ALAIN E (ED),,(2010).** Science et technologie des aliments. Principes de chimie des constituants et de technologie des procédés. Ed Presse polytechniques et universitaires romandes

**Writ.,(2007).**le soja est-il une alternative idéal à la viande et ou lait de vache .Rubrique blog 1\_2.

**Xavier Pages, Odile Morin, Céline Birot, Marie Gaud, Stéphane Fazeuilh et Morgan Gouband., (2010)** Raffinage des huiles et des corps gras et élimination des contaminants

**Yang, R., Zhang, L., Li, P., Yu, L., Mao, J., Wang, X., & Zhang, Q.,(2018).** A review of chemical composition and nutritional properties of minor vegetable oils in China. *Trends in Food Science &Technology*, 74, 26–32.

**Zaki,O., (2008).**contribution à l'étude et à la modélisation de l'influence des phénomènes de transferts de masse sur le comportement mécanique de flacons en polypropylène ,thèse de doctorat en génie de procédés université de paris \_Est ,paris , n °185.

**Acide gras insaturé :** est un acide gras qui comporte une ou plusieurs doubles liaisons carbone-carbone.

**Acide gras saturé :** est un acide gras ayant des atomes de carbone totalement saturés en hydrogène. Chaque carbone porte le maximum d'hydrogènes possible. On ne peut pas ajouter d'hydrogène à la molécule ; elle est saturée.

**Akène :** Fruit sec indéhiscent contenant une seule graine, n'adhérant pas au péricarpe.

**Capitule :** Inflorescence constituée de nombreuses petites fleurs très serrées, situées côte à côte et portées par de très courts pédoncules insérés sur un vaste réceptacle commun.

**Caroténoïde :** Sont des pigments naturels présents dans les aliments d'origine végétale photosynthétique, et responsable de la couleur jaune à rouge des fruits et fleur.

**Chlorophylle a et b :** Sont des pigments vert liposolubles, notamment du fait de la présence de la chaîne phytyle.

**Cire (cérides):** Ce sont classiquement des esters d'acides et d'alcools gras présents en très faible proportion, par exemple < 0,3% dans l'huile de tournesol brute. Elles sont responsables de l'apparition de trouble à température ambiante.

**Désolvanteur :** Est un appareil permettant une élimination du solvant dans le tourteau par chauffage à pression atmosphérique et entraînement à la vapeur.

**Indéhiscent :** Se dit d'un fruit qui ne s'ouvre pas spontanément à maturité.

**Les échangeurs :** l'échangeur de chaleur est un dispositif permettant de transférer de l'énergie chimique d'un fluide vers un autre sans les mélanger .le flux thermique traverse la surface d'échange qui sépare les fluides.

**Les mélangeurs :** ce sont des bacs où s'effectue le brassage pendant plusieurs dizaines de minutes afin d'augmenter le contact acide/huile ou soude/huile.

**Les séparateurs :** ce sont des machines assurant la séparation de constituants d'un mélange comme par exemple séparer les pâtes de neutralisation de l'huile neutralisée.

**les filtres de Niagara et les filtres à Crickets:** Ils se composent d'une cuve renfermant plusieurs tubes en inox entourés d'une sous-toile de drainage et d'une housse filtrante serrée et fixée par un collier par exemple la terre décolorante associée à l'huile passent d'abord par deux filtres Niagara qui fonctionnent en alternance afin d'éliminer la terre usée ,l'huile qui sort passe ensuite par deux filtres à crickets et le filtrat est dirigée ensuite vers les filtres à

poches.

**Filtres a poches :** il sert a éliminer les fines particules échappées de la première opération de filtrage l'huile est acheminée par l'effet de pression.les sédiments se collent sur la toile filtrante et forment un gâteau alors que l'huile passe vers le bac de stockage.

**La colonne de désodorisation:** c'est un bac sous vide qui assure l'évacuation des substances volatiles (aldéhydes et cétones) et des acides gras libres qui sont récupérés par condensation en haut de la colonne grâce a un système de pulvérisation a l'aide des acides gras déjà refroidis.

**Molécule hydrophobe :** Qui évite l'eau. (Les molécules hydrophobes typiques sont des chaînes organiques saturées ou aromatiques, et sans insolubles dans l'eau).

**Percolation :** Passage d'une substance à travers une matière absorbante.

**Péricarpe :** Paroi du fruit enveloppant la graine ou l'amande. (Le péricarpe comprend l'épicarpe [peau ou écorce], le mésocarpe [chair ou pulpe, parfois comestible] et l'endocarpe [paroi du noyau, par exemple].)

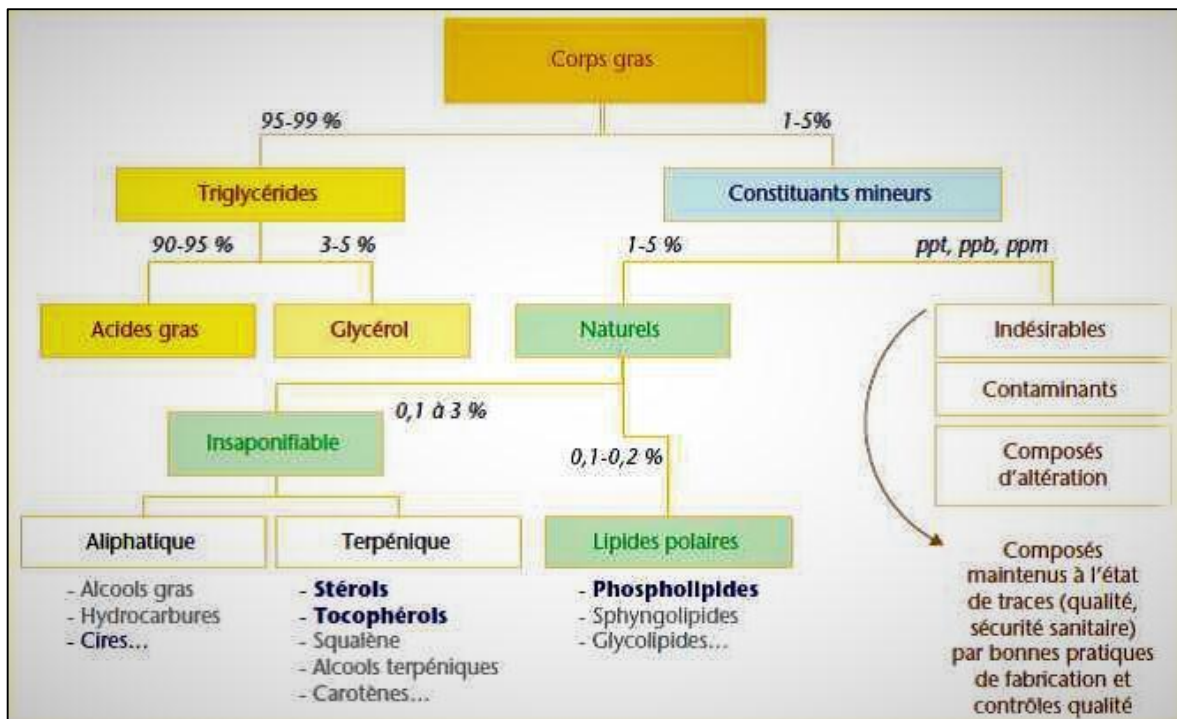
**Tocophérol :** Substance ayant une activité vitaminique E.

**Tourteaux :** sont les résidus solides de l'extraction de l'huile des graines ou des fruits oléagineux. Ce sont les coproduits de la trituration, procédé de fabrication de l'huile. Ils représentent généralement de 50 à 75 % de la masse des graines.

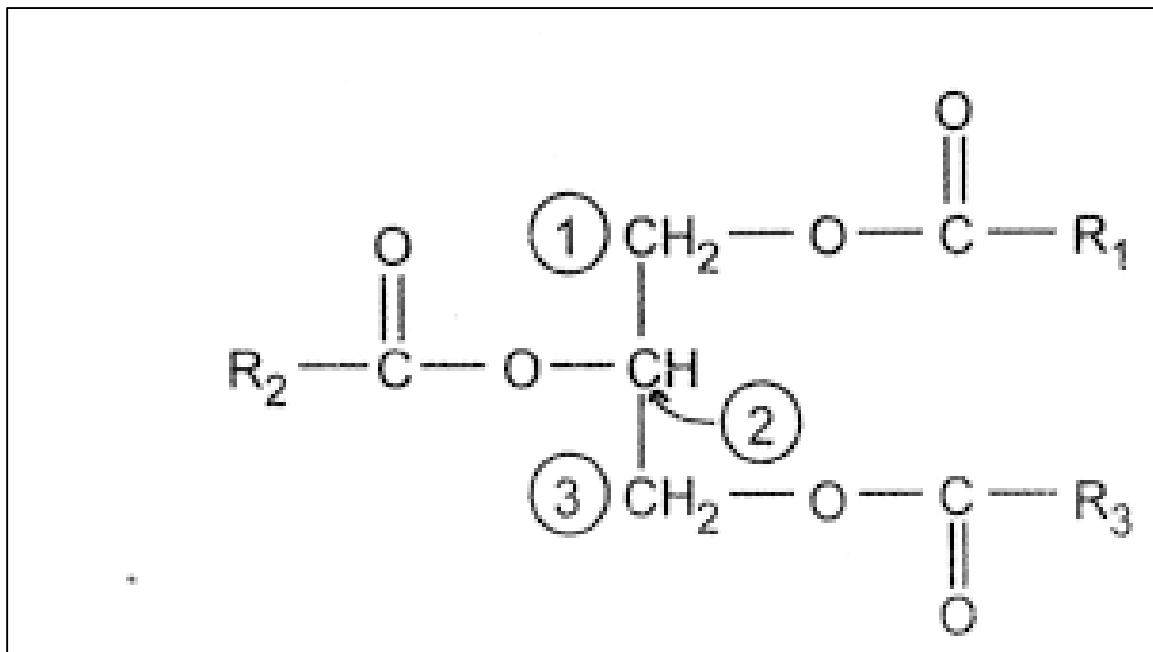
**Trituration :** La trituration est une opération de broyage par friction, combinant un mouvement de frottement et une forte pression.

« Nous avons pris conscience que la technologie n'est pas un problème, elle s'achète. La vraie richesse n'est pas la matière première, c'est surtout le savoir, le savoir-faire et la connaissance. »

## Annexe 1 : Généralité sur les corps gras

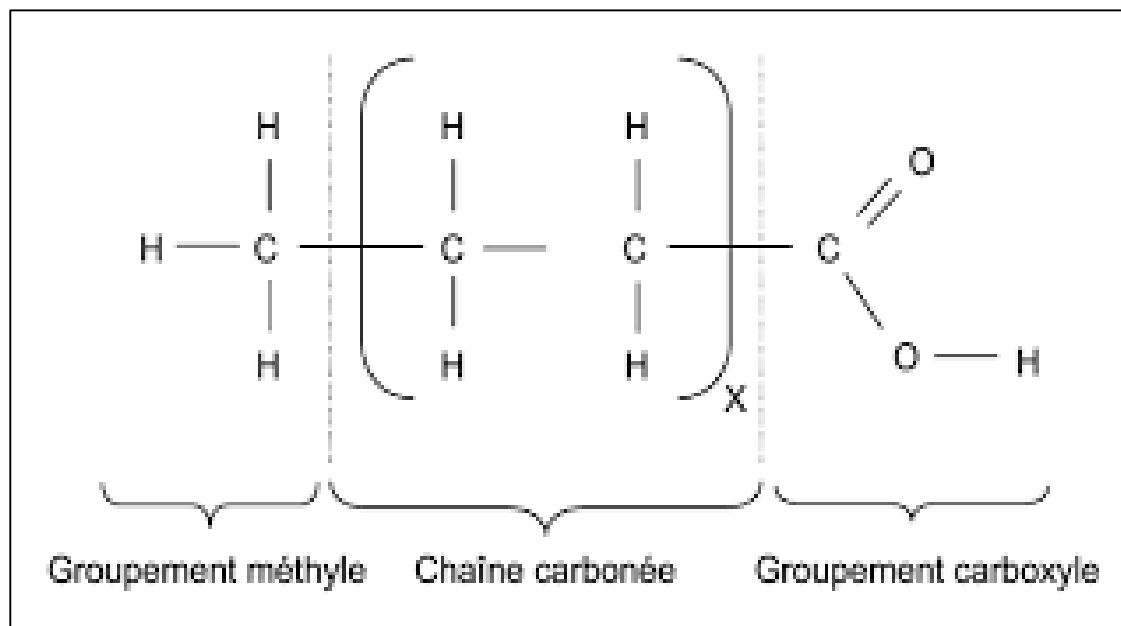


**Figure A-1-1 :** Composition panoramique des corps gras et importance relative des principales classes de composés (Morin *et al.*, 2012).



**Figure A-1-2 :** Structure d'un triacylglycérol (triglycéride) (Alais *et al.*, 2008).





**Figure A-1-3 :** Structure générale d'un acide gras (Gornay, 2006).

**Tableau A-1-1 :** Caractéristiques physiques de quelques huiles végétales.

Huile	Point de fusion(°C)	Densité	Viscosité
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

## Annexe 2 : Matière première

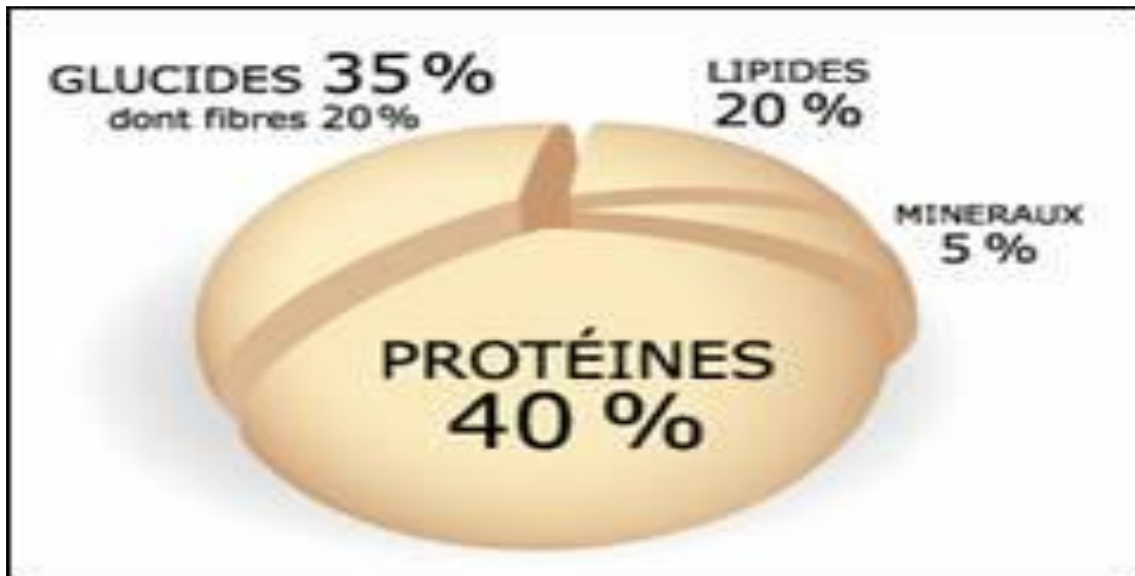


Figure A-2-1 : Composition de la graine de soja (Boislève, 2010).

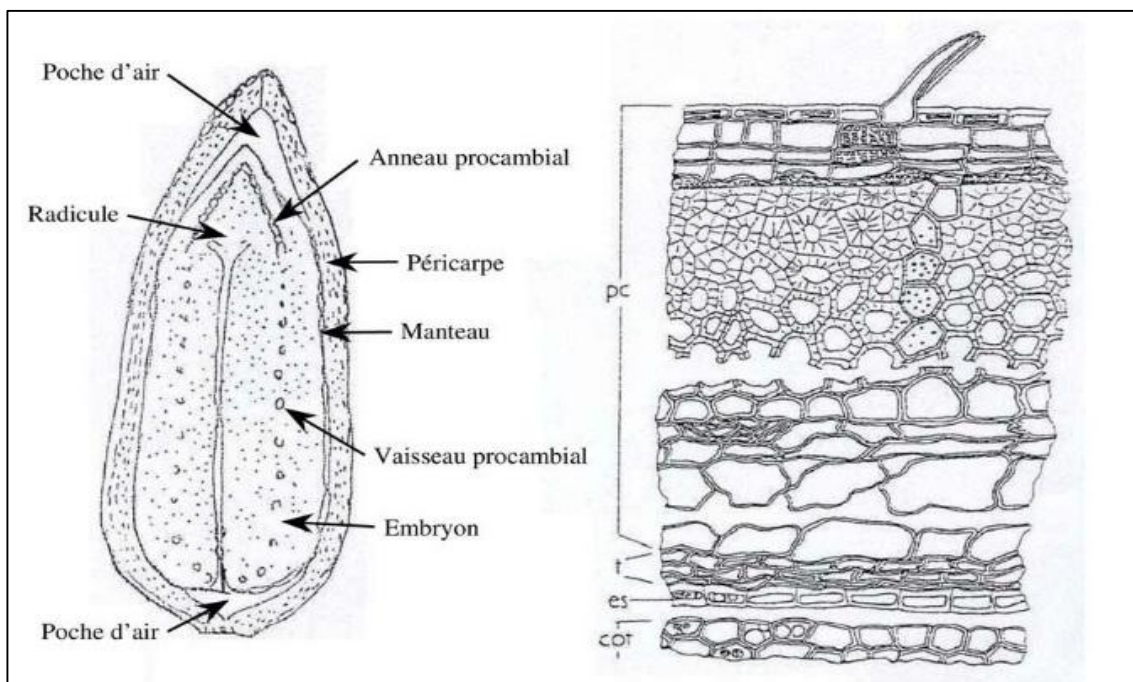


Figure A-2-2 : Graine de tournesol et coupe transversale du péricarpe (pc), du tégument séminal (t), de l'endosperme (es) et des cotylédons (Kartika, 2005).

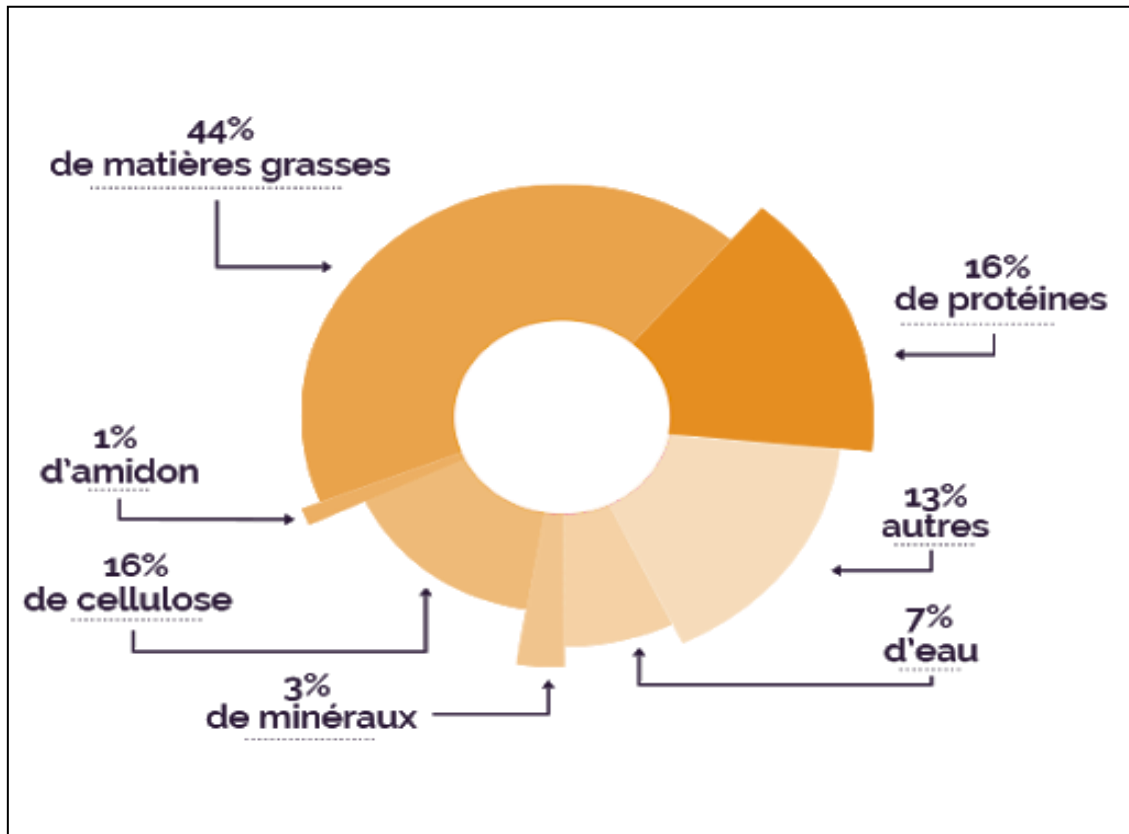
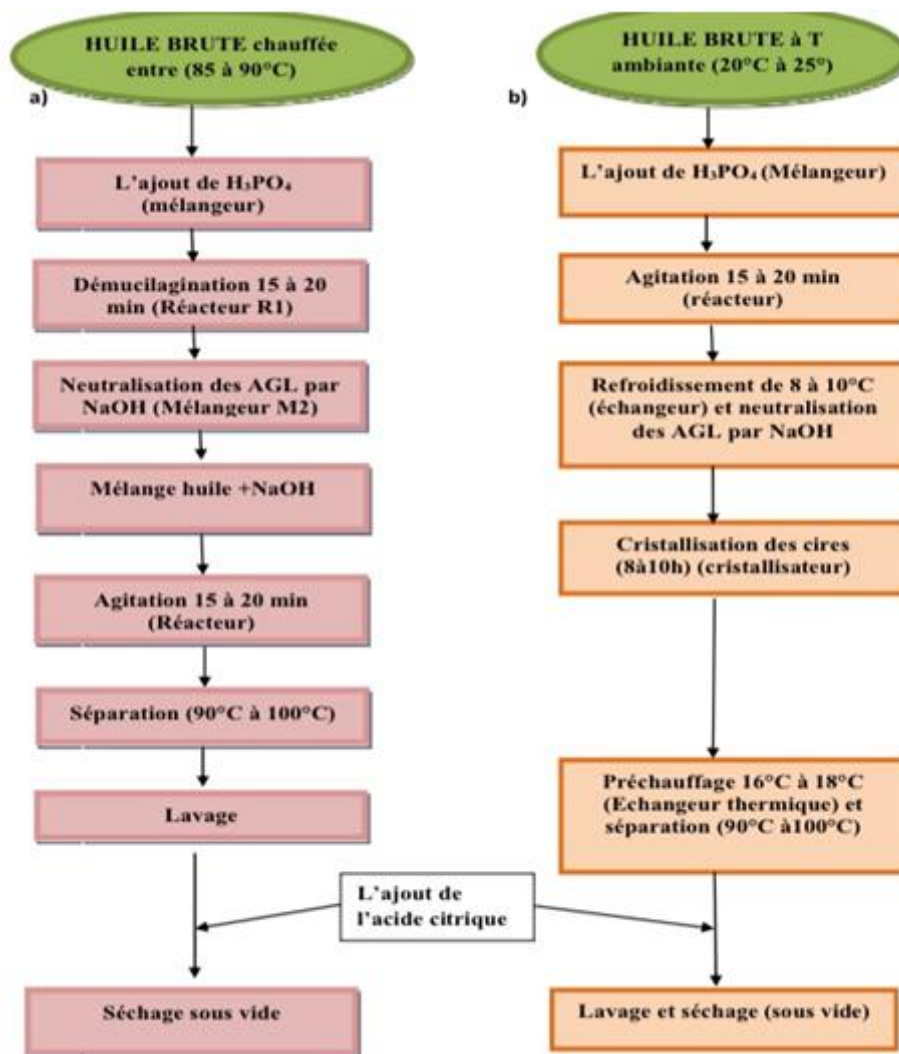


Figure A-2-3 : Composition de la graine de tournesol (Terres Univia, 2020).

### Annexe 3 : Raffinage des deux huiles (soja et tournesol)

**Tableau A-3-I : Composants indésirables dans les huiles brutes (Pagès, 2008).**

Composants indésirables dans les huiles brutes (applications alimentaires)			
Composants	Quantités	Origine	Conséquences
Acides gras libres	0,3 à 0,5 %	Hydrolyse des TG	Goût, Hydrolyse
Phosphatides	0,2 à 1,8 %	Composants naturels	Aspect trouble Dépôt de résidus Goût Coloration de l'huile au chauffage
Produit d'oxydation	Variable	Auto-oxydation	Goût indésirable Stabilité Couleur - Nutrition
Aromes	< 0,1%	Composants naturels  Auto-oxydation	Odeur – Goûts
Cires	N* 100 mg/ kg	Composants naturels	Huile trouble
Pigments	N* 10 mg/ kg	Composants naturels	Couleur, stabilité de l'huile
Métal (fer, cuivre)	N mg/ kg	Composants naturels  Contamination	Catalyseurs d'oxydation
Contaminants Métaux lourds, Pesticides, PAH, Mycotoxines	N* 10 mg par tonne	Contamination	Santé



**Figure A-3-1** : Différence entre le raffinage chimique a chaud et a froid. (a : a chaud, b : a froid).

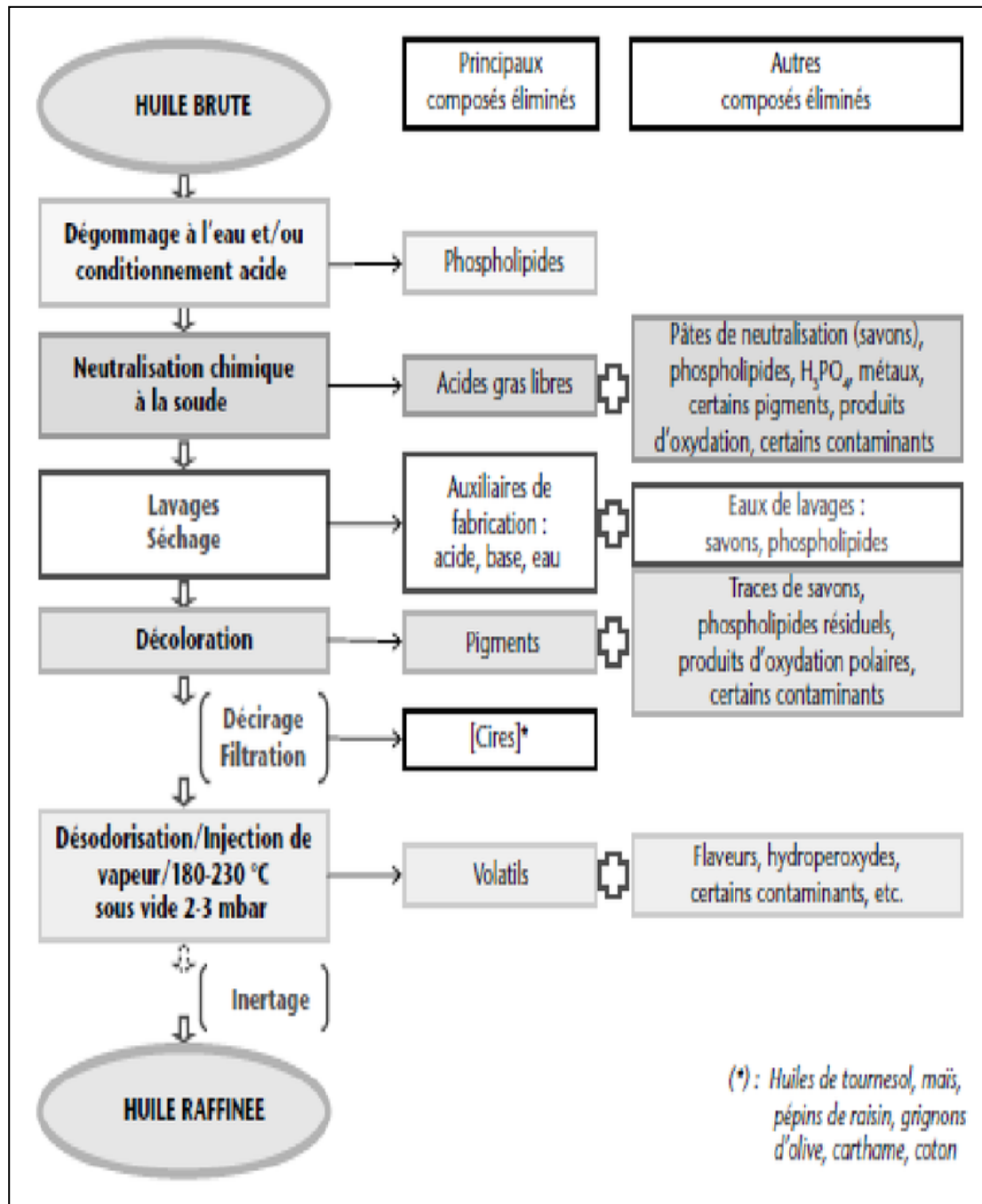


Figure A-3-1 : Raffinage par voie chimique : étapes et composés éliminés (Pages et al., 2010).

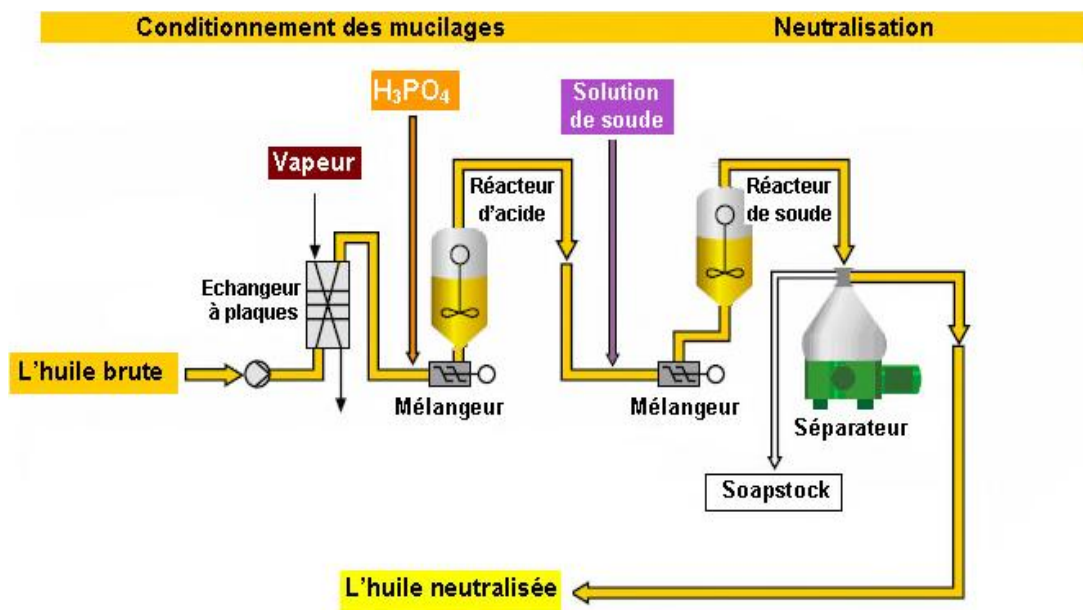


Figure A-3-2 : Démucilagation et neutralisation à chaud (Cevital, 2021)

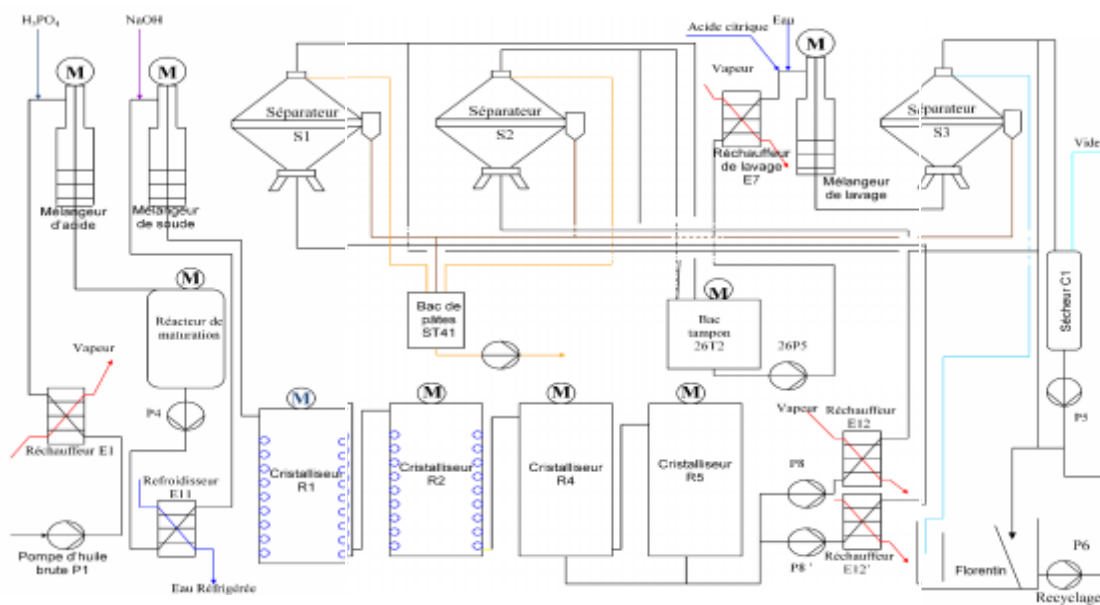


Figure A-3-3 : Démucilagation et neutralisation à froid (Cevital, 2021)

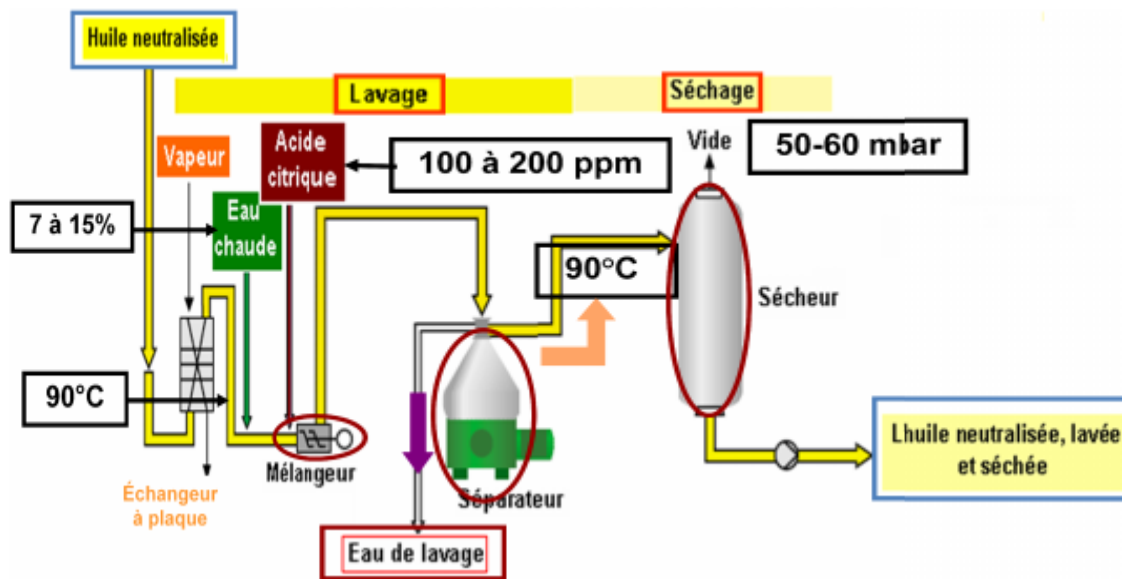


Figure A-3-4 : Schéma de lavage et séchage (Cevital, 2021).

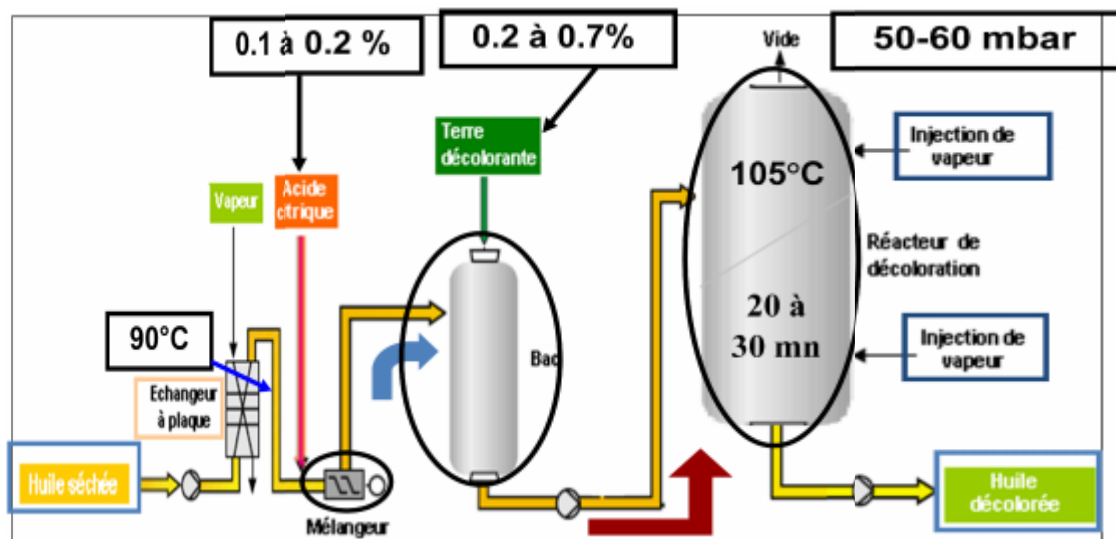


Figure A-3-5 : Schéma de la décoloration (Cevital, 2021).



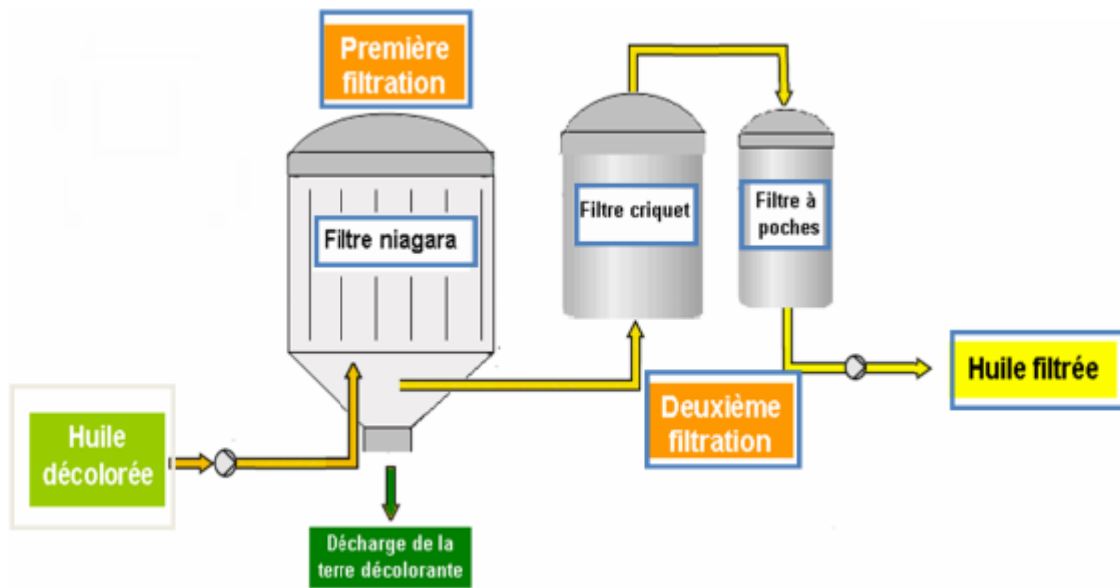


Figure A-3-6 : Schéma de filtration de l'huile décolorée (Cevital, 2021).

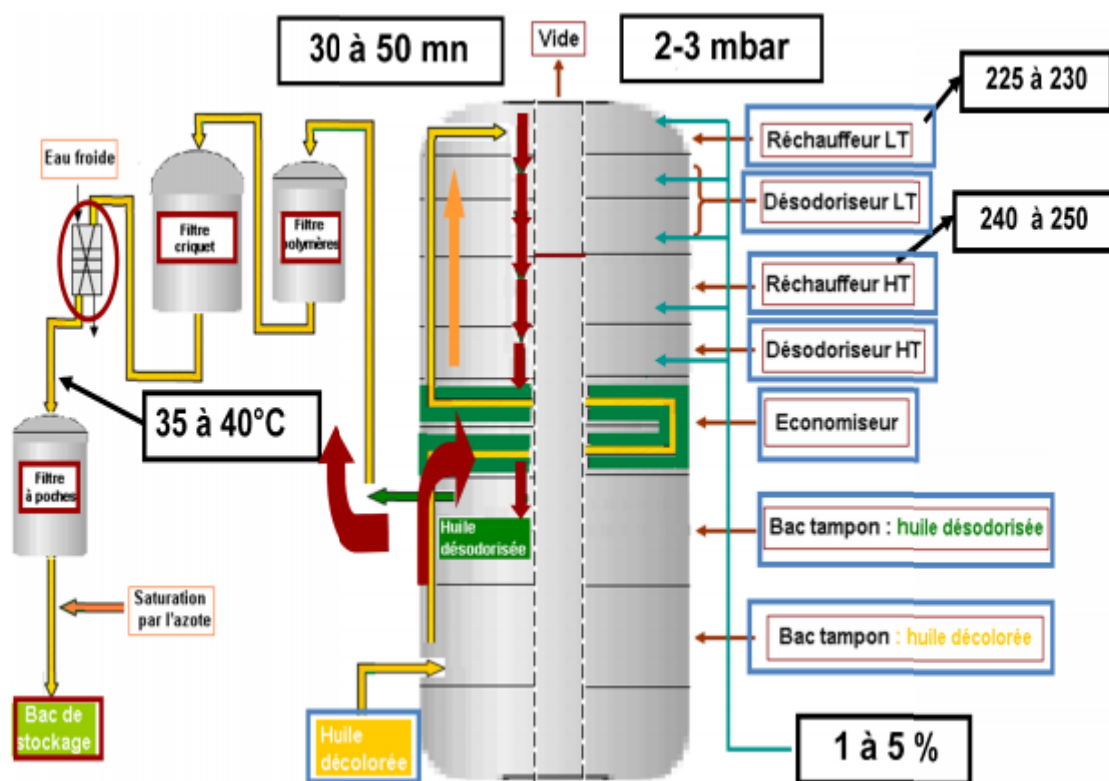


Figure A-3-7 : Schéma de la désodorisation (Cevital, 2021).

## Annexe 4 : matériels et réactifs

Pour Contrôler la qualité des produits, le complexe **Cevital** est doté de cinq (05) laboratoires, présentés en tableau ci-dessous :

**Tableau II : Laboratoires du complexe Cevital.**

<b>Deux laboratoires pour les huiles</b>	Laboratoire de la raffinerie : dans lequel on suit le procédé du raffinage par des analyses physico chimiques
	Laboratoire de conditionnement : il est destiné au contrôle physico chimique de produit fini.
<b>Un laboratoire pour la margarine</b>	Conçu pour l'analyse des margarines.
<b>Un laboratoire pour le sucre</b>	Il est destiné à suivre le procédé de raffinage du sucre.
<b>Un laboratoire de microbiologie</b>	Conçu pour les analyses microbiologiques du sucre, margarine.

### 1. Réactifs chimique utilisées

- Acétone.
- Alcool Ethylique à 96 %.
- Acide acétique à 98%.
- Acide chlorhydrique à 37,5%.
- Acide chlorhydrique à 1N (Solution de H Cl à 1 N à partir de H Cl à 37,5 % : Prendre sous haute 81,72 ml de H Cl et verser rapidement dans 400 ou 500 ml d'eau distillé et ajuster au trait de jauge à 1000 ml).
- Acide chlorhydrique acétonique à 0,01 N (Solution de HCL à 1 N à partir de HCL à 37,5% : 10 ml HCL 1N dans 1000 ml acétone).
- Bleu de Bromophénol à 0,2 % (0,2 gr de bleu de bromophénol dans 100 ml d'acétone).
- Chloroforme.

- Empois d'amidon à 1% (1 gr d'amidon dans 100 ml d'eau distillé).
- Hydroxyde de potassium à 1N (Solution alcoolique de K OH à 1 N à partir de K OH à 85% : 66 gr de K OH dans 1000 ml d'eau distillé).
- Hexane.
- Iodure de potassium
- Méthanolique d'hydroxyde de potassium (Dissoudre 1,3gr d'hydroxyde de potassium dans 10 ul de méthanol).
- Molybdate de sodium (Dissoudre 1,25 gr de Molybdate dans l'eau distillée + 14 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (d = 1,83) ajuster à 50 ml d'eau distillée.
- Oxyde de zinc.
- Phénolphtaléine à 1% (1 gr de phénol phtaléine dans 100 ml d'alcool éthylique à 96° (neutraliser et distillé) et agiter jusqu' à dissolution.
- Soude à 0,1 N (Solution de Na OH à 1 N à partir de Na OH à 98% : Peser 4,08 gr de NaOH à 98 % et les dissoudre dans l'eau distillé à pH neutre et compléter à 1000 millilitre).
- Sulfate d'hydrazine à 0,015% dans l'eau distillée.
- Thiosulfate de sodium à 0,01 N (Solution de thiosulfate de sodium à 0,01 N à partir de Na<sub>2</sub> S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> à 0,1 N : Prendre 100 ml de la solution à 0,1 N à l'aide d'une fiole de 100 ml classe A et la transvaser dans la fiole de 1000 ml. Rincer la fiole deux fois avec l'eau distillé, mettre les eaux de rinçage dans la fiole de 1000 ml et ajuster au trait de jauge avec toujours de l'eau distillé.
- Tétrachlorure de carbone.

## 2. Matériels utilisés



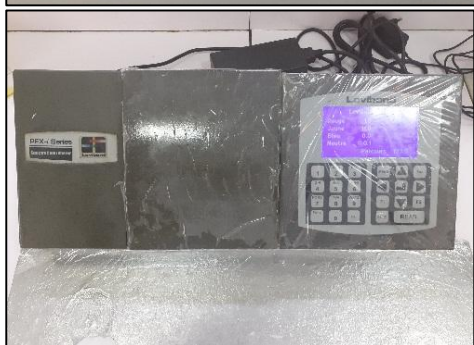
**Plaque chauffante**



**Dessiccateur**



**Bain-marie**



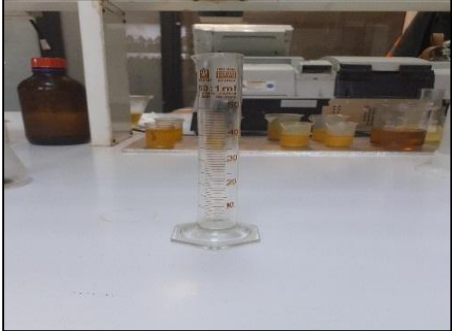
**Colorimètre LOVIBOND**



**Etuve réglée**



**Ampoule à décanter**



**Eprouvette graduée**



**Spectrophotomètre**



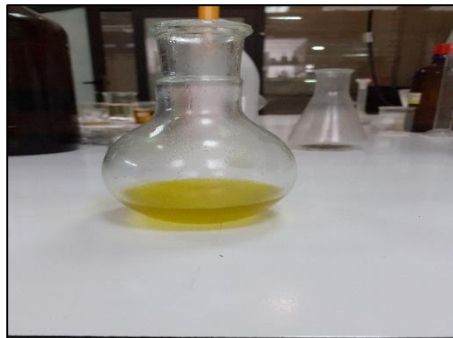
**Becher**



**Balance analytique**



**Pipettes et Entonnoir**



**Ballon**



**Vortex**



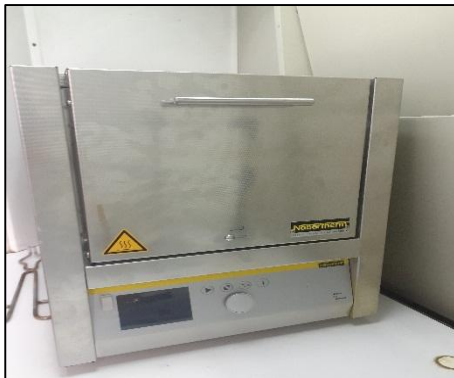
**Erlenmeyer**



**Fiole jaugée**



**Capsule**



**Four à moufle Nabertherm**



**Chromatographe Agilent Technologies**

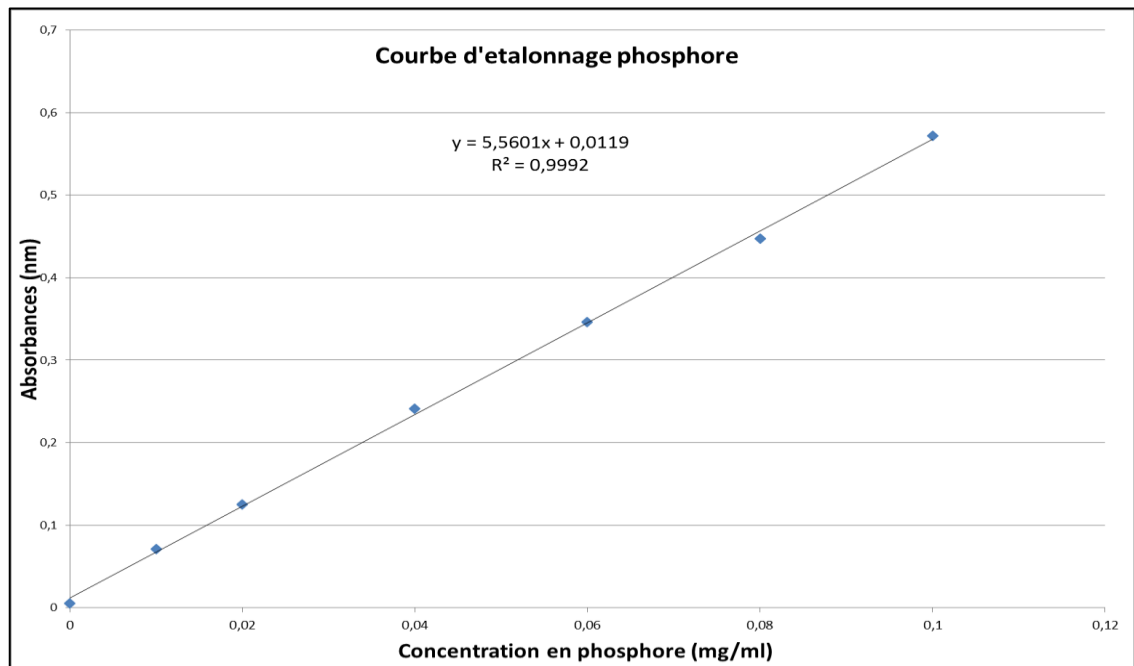


Figure A-5-1 : Courbe d'etalonnage du phosphore (Cevital, 2020).



## Annexe 5 : Résultats et discussions

Tableau A-5-1 : Tableau récapitulatif des résultats des analyses physico-chimiques de l'huile de soja au cours du raffinage chimique.

Étapes		Huile brute		Huile au niveau du M <sub>2</sub>		Huile séparée		Huile séchée		Huile décolorée		Huile désodorisée et produit fini "Elio"	
Analyses													
Acidité(%)	E1	1,2		0,09		–		–		0,24		0,086	
	E2	0,8		0,08		–		–		0,23		0,079	
	E3	0,7		0,07		–		–		0,19		0,075	
Moyenne		0,9		0,08		–		–		0,22		0,08	
Trace de	E1	47		–		/		64		0		0	
	E2	42		–		/		63		0		0	
savon (ppm)													
Moyenne		45		–		/		62		0		0	
Couleur		<b>J</b>	<b>R</b>	<b>J</b>	<b>R</b>	<b>J</b>	<b>R</b>	<b>J</b>	<b>R</b>	<b>J</b>	<b>R</b>	<b>J</b>	<b>R</b>
	E1	75	4,4	–	–	–	–	–	–	67	8,8	9	0,9
	E2	70	4,2	–	–	–	–	–	–	71	8,6	5	0,4
	E3	65	4	–	–	–	–	–	–	72	8,4	7	0,8
Moyenne		70	4,2	–	–	–	–	–	–	70	8,6	7	0,7
Taux de phosphore (ppm)	E1	100		–		–		0,9		0,15		0	
	E2	102		–		–		1,2		0,19		0	
	E3	104		–		–		1,8		0,26		0	
Moyenne		104		–		–		1,3		0,2		0	
Teneur en chlorophylle	E1	7,94		–		–		–		0,07		0	
	E2	8,97		–		–		–		0,06		0	

(ppm)	E <sub>3</sub>	8,50	–	–	–	0,05	0
<b>Moyenne</b>		8,47	–	–	–	0,06	0
<b>Humidité (%)</b>	E <sub>1</sub>	0,093	–	–	0,009	Néant	Néant
	E <sub>2</sub>	0,089	–	–	0,010	Néant	Néant
	E <sub>3</sub>	0,088	–	–	0,011	Néant	Néant
<b>Moyenne</b>		0,09	–	–	0,01	Néant	Néant
<b>Impuretés (%)</b>	E <sub>1</sub>	–	–	–	Néant	Néant	Néant
	E <sub>2</sub>	–	–	–	Néant	Néant	Néant
	E <sub>3</sub>	–	–	–	Néant	Néant	Néant
<b>Moyenne</b>		–	–	–	< 0,05	Néant	Néant
<b>Indice de peroxyde (meq O<sub>2</sub> / Kg)</b>	E <sub>1</sub>	6,05	–	–	–	–	0
	E <sub>2</sub>	5,10	–	–	–	–	0
	E <sub>3</sub>	5,05	–	–	–	–	0
<b>Moyenne</b>		5,4	–	–	–	–	0
<b>Aspect</b>		–	–	–	Clair	Clair	Clair
<b>Goût</b>		–	–	–	–	–	Exempte
<b>Odeur</b>		–	–	–	–	–	Exempte

E : Echantillon, J : Jaune, R : Rouge, / :1 seul échantillon.

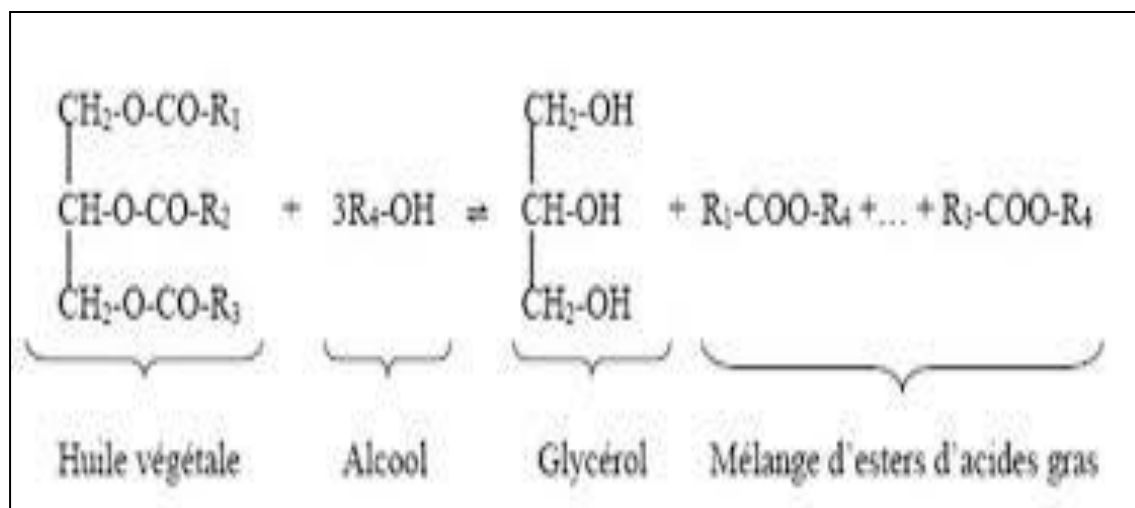
**Tableau A-5-2 :** Tableau récapitulatif des résultats des analyses physico-chimiques de l'huile de tournesol au cours du raffinage chimique.

<b>Etapes</b>	<b>Huile brute</b>	<b>Huile au niveau du M<sub>2</sub></b>	<b>Huile séparée</b>	<b>Huile séchée</b>	<b>Huile décolorée</b>	<b>Huile désodorisée et produit fini "Fleurial"</b>
<b>Analyses</b>						

<b>Acidité(%)</b>	<b>E<sub>1</sub></b>	0,46	0,07	–	–	–	–	–	–	0,292	0,076		
	<b>E<sub>2</sub></b>	0,44	0,06	–	–	–	–	–	–	0,282	0,069		
	<b>E<sub>3</sub></b>	0,45	0,05	–	–	–	–	–	–	0,272	0,065		
<b>Moyenne</b>		0,45	0,06	–	–	–	–	–	–	0,282	0,07		
<b>Trace de savon (ppm)</b>	<b>E<sub>1</sub></b>	47	–	/	/	63	0	0					
	<b>E<sub>2</sub></b>	42	–	/	/	59	0	0					
	<b>E<sub>3</sub></b>	46	–	/	/	58	0	0					
<b>Moyenne</b>		45	–	/	/	60	0	0					
<b>Couleur</b>		<b>J</b>	<b>R</b>	<b>J</b>	<b>R</b>	<b>J</b>	<b>R</b>	<b>J</b>	<b>R</b>	<b>J</b>	<b>R</b>	<b>J</b>	<b>R</b>
	<b>E<sub>1</sub></b>	45	2,6	–	–	–	–	–	–	15	1,3	4,7	0,59
	<b>E<sub>2</sub></b>	40	2,5	–	–	–	–	–	–	10	0,8	3,4	0,42
	<b>E<sub>3</sub></b>	35	2,1	–	–	–	–	–	–	11	0,9	3,9	0,49
<b>Moyenne</b>		40	2,4	–	–	–	–	–	–	12	1	4	0,5
<b>Taux de phosphore (ppm)</b>	<b>E<sub>1</sub></b>	80	–	–	–	0,9	0	0					
	<b>E<sub>2</sub></b>	79	–	–	–	1,2	0	0					
	<b>E<sub>3</sub></b>	75	–	–	–	1,8	0	0					
<b>Moyenne</b>		78	–	–	–	3,5	0	0					
<b>Teneur en chlorophylle (ppm)</b>	<b>E<sub>1</sub></b>	0,54	–	–	–	0	0						
	<b>E<sub>2</sub></b>	0,55	–	–	–	0	0						
	<b>E<sub>3</sub></b>	0,59	–	–	–	0	0						
<b>Moyenne</b>		0,56	–	–	–	0	0						
<b>Humidité (%)</b>	<b>E<sub>1</sub></b>	0,14	–	–	–	0,02	Néant	Néant					
	<b>E<sub>2</sub></b>	0,13	–	–	–	0,045	Néant	Néant					
	<b>E<sub>3</sub></b>	0,09	–	–	–	0,055	Néant	Néant					
<b>Moyenne</b>		0,12	–	–	–	0,04	Néant	Néant					

<b>Impuretés (%)</b>	<b>E<sub>1</sub></b>	–	–	–	Néant	Néant	Néant
	<b>E<sub>2</sub></b>	–	–	–	Néant	Néant	Néant
	<b>E<sub>3</sub></b>	–	–	–	Néant	Néant	Néant
<b>Moyenne</b>		–	–	–	<0,05	Néant	Néant
<b>Indice de peroxyde (meq O<sub>2</sub> / Kg)</b>	<b>E<sub>1</sub></b>	4,02	–	–	–	–	0,35
	<b>E<sub>2</sub></b>	4,03	–	–	–	–	0,46
	<b>E<sub>3</sub></b>	4,01	–	–	–	–	0,39
<b>Moyenne</b>		4,02	–	–	–	–	0,4
<b>Aspect</b>		–	–	–	Clair	Clair	Clair
<b>Goût</b>		–	–	–	–	–	Exempte
<b>Odeur</b>		–	–	–	–	–	Exempte

**E** : Echantillon, **J** : Jaune, **R** : Rouge, / : 1 seul échantillon.



**Figure A-5-2** : Réaction d'alcoolyse ou d'estérification d'une huile végétale (Diallo et al., 2010).

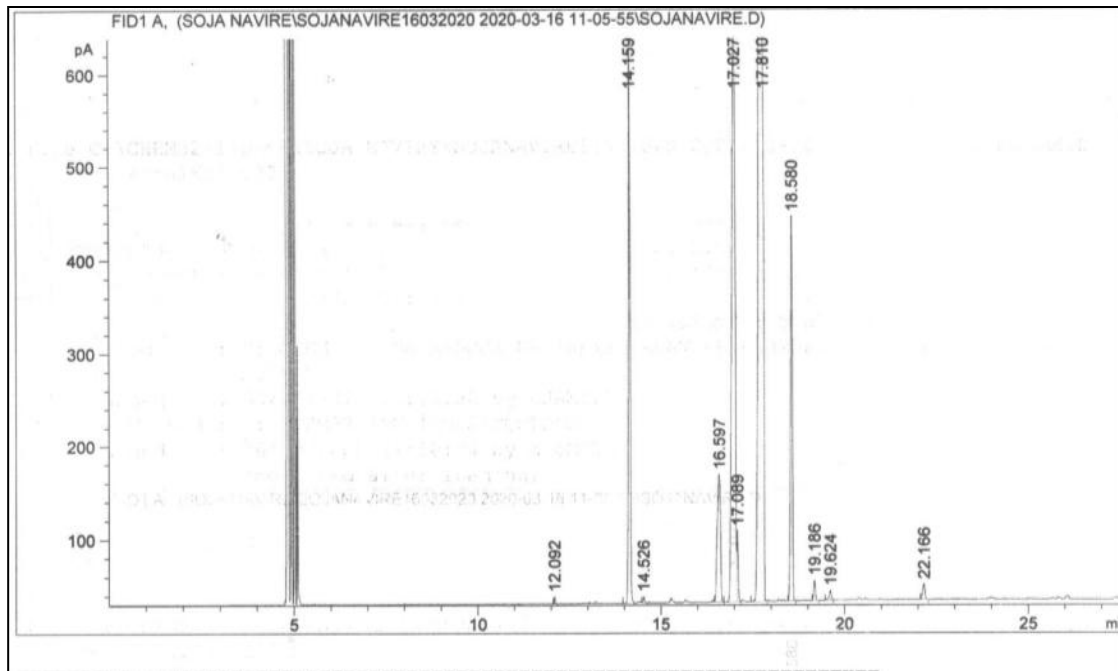


Figure A-5-3 : Chromatogrames CPG de l'huile de soja (Cevital, 2021).

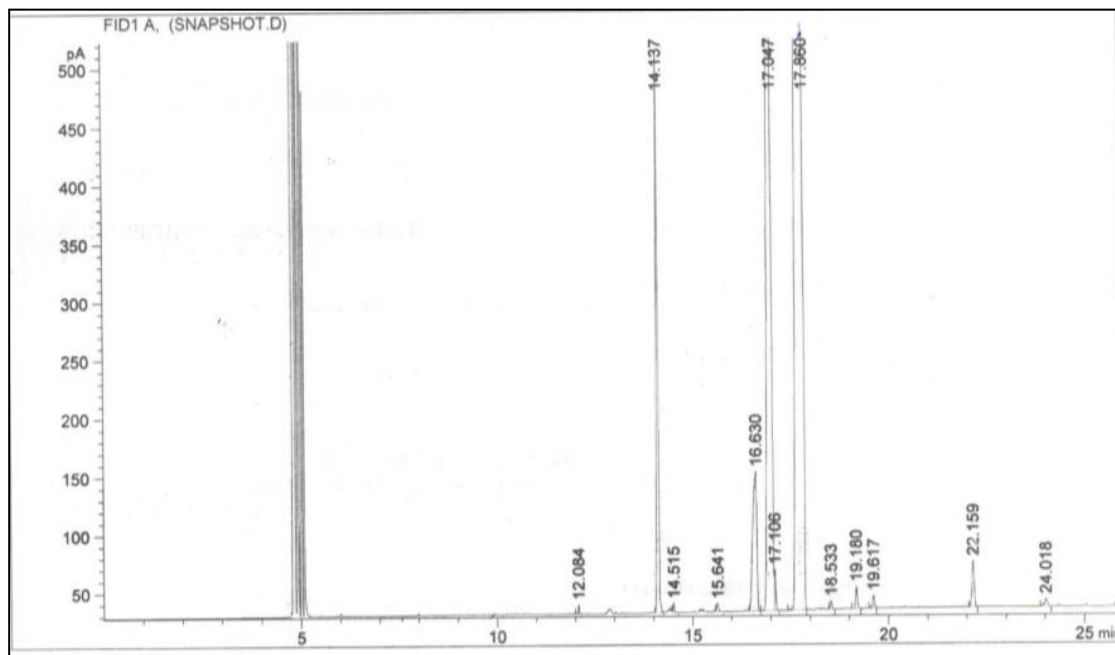


Figure A-5-4 : Chromatogrames CPG de l'huile de tournesol (Cevital, 2021).

## Annexe 6 : complexe Cevital





**Elio 1 L**



**Elio 2 L**



**Elio 5 L**

***Elio**, est une huile élaborée avec des huiles 100% végétales, garanties sans cholestérol.*

*Ce mélange équilibré d'huiles finement sélectionnées, rend notre huile unique.*

*De plus, la qualité de son raffinage vous permet de réussir vos plats préférés.*

*Le processus de production d'**Elio** est certifié **ISO 22000**.*

***Elio** existe en formats : 1L, 2L et 5L.*

***Elio** est composée de mélange d'huile de Soja et d'huile de Tournesol.*

	Bouteilles/fardeau	Bouteilles/palette	Fardeaux/palette
Elio 1 L	10	900	90
Elio 2 L	6	450	75
Elio 5 L	2	168	84



Complexe Agro-alimentaire,  
Nouveau quai, port de Béjaïa, 06000 Béjaïa, Algérie.  
Tél. : + 213 (0) 34 20 20 00  
Fax : + 213 (0) 34 21 27 73  
Email : info@cevital.com  
Site : www.cevital-agro-industrie.com



Figure A-6-1 : fiche du produit « elio » Cevital



Fleurial 1 L



Fleurial 1,8 L



Fleurial 4 L

**Fleurial** est une huile premium 100% tournesol. Elle est pure, légère et digeste, sans cholestérol, riche en vitamine A, D et E et en Oméga 6.

**Fleurial** est disponible en plusieurs formats : 1L, 1,8L et 4L.

Elle est conditionnée dans des bouteilles pratiques et ergonomiques, grâce aux poignets qui sont disponibles sur les formats 1,8L et 4L qui offrent un bon maintien de la bouteille ainsi qu'un dosage maîtrisé de l'huile.

L'huile **Fleurial** résiste aux hautes températures et peut être utilisée jusqu'à 10 fois à une température maximale conseillée de 180°C.

**Fleurial** est un produit dont le système qualité de fabrication est certifié **ISO 22 000**.

	Fardeaux/palette	Bouteilles/palette	Bouteilles/fardeau
Fleurial 1 L	150	900	6
Fleurial 1,8 L	80	480	6
Fleurial 4 L	120	240	2



Complexe Agro-alimentaire,  
Nouvelau quai, port de Béjaïa, 06000 Béjaïa, Algérie.  
Tél. : + 213 (0) 34 20 20 00  
Fax : + 213 (0) 34 21 27 73  
Email : info@cevital.com  
Site : www.cevital-agro-industrie.com







Figure A-6-3 : Position Géographique du complexe Cevital Bejaia



Figure A-6-4 : photo de quelques huiles alimentaires de Cevital



<b>Noms et prénoms :</b> Melle. Hamaili Ikram Mr. Boudjabi Amin Ramzi	<b>Date de soutenance :</b> 14 /07/ 2021
<b>Thème :</b> Contrôle qualité de deux huiles alimentaires tournesol et soja au cours du raffinage au sein de l'industrie CEVITAL	
<b>Résumé :</b>  Les huiles brutes de tournesol et soja sont des huiles de nature végétale. Extraites à partir des graines de tournesol et soja, elles nécessitent le passage obligatoire par le traitement de raffinage, pour pouvoir être consommée car la quantité d'impuretés qu'elles contiennent peuvent être préjudiciable à la santé humaine. Le présent travail réalisé au niveau du complexe CEVITAL à pour objectif la caractérisation et le suivi de l'évolution des paramètres physico-chimiques lors des différentes étapes de raffinage chimique à partir de l'huile brute jusqu'à l'huile désodorisée (acidité, humidité, indice de peroxyde, la couleur, les traces de savons, les cires,) pour garantir huile finie de qualité salubre et conforme aux normes préservant ses propriétés nutritionnelles et organoleptiques. Les résultats obtenus révèlent que le procédé chimique est stable et facile à mettre en œuvre, ce qui traduit l'efficacité du suivi et des traitements appliqués à différents stades du raffinage.	
<b>Mots clés :</b> huile de tournesol, huile de soja, raffinage chimique, paramètres physico-chimiques, acidité, indice de peroxyde, traces de savons.	
Laboratoire d'analyse physico chimique de la raffinerie d'huile du complexe Cevital	
<b>Jury d'évaluation :</b>  Président du jury : Mme Halmi S <span style="float: right;">MCB.UFM Constantine 1</span> Encadreur : Mme GHORRI S. <span style="float: right;">MCB.UFM Constantine 1</span> Examineur : Mme Benchiheub M <span style="float: right;">MCB.UFM Constantine 1</span>	