

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

UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA BOUMERDES



Faculté des Sciences de l'Ingénieur
Département Technologie Alimentaire

Mémoire en vue de l'obtention de diplôme de Master

Filière : Génie des procédés

Option : Génie des Industries Alimentaires

Thème

*Suivi du procédé de raffinage de l'huile de Soja à l'Unité Cogral - Alger
Etude de stabilité par le test de swift*

Présentée par : DAHMOUN SAMIR

Devant le jury composé de :

M ^r . ZIDANI . S	MC B	UMBB	Examineur
M ^r . MEGDOUD . D	MA.A	UMBB	Président
M ^r . SEKOUR . B	MA. A	UMBB	Examineur
M ^r . BENAKMOUM . A	MC /A	UMBB	Encadreur

Année universitaire : 2016 /2017

SOMMAIRE

Introduction générale	1
Historique de l'Entreprise.....	2
Chapitre I : Etude bibliographique	
I.1. Les huiles alimentaires	3
I.2. Les graines oléagineuses :	4
I.3. Les caractéristiques botaniques du Soja.....	4
I.4 Intérêts agronomiques du soja	5
1.5 Les produits de la trituration du soja	5
1.6 Le soja, base de l'alimentation animale	9
1.7 Raffinage des corps gras : objectifs, procédés.....	10
1.7.1 Définition de l'huile de soja	11
1.8 Rôles et intérêt nutritionnel des huiles végétales.....	13
1.9 Stabilité des huiles alimentaires au cours de leur stockage	15
1.9.3 Fortification des huiles végétales:.....	18
I / Description Technologique des étapes du raffinage de l'huile de soja.....	19
I. 2 Compositions d'huile brute de soja	19
I.2.1 Les étapes du raffinage de l'huile de soja.....	21
I. 3 Les Utilités	31
I.4 Diagramme de Conditionnement du produit.....	31
I.5. Fabrication d'emballage	31
I.6 Inconvénients du raffinage des huiles	34
Chapitre III : Matériels et méthodes.	
3.1 / Analyses de contrôle de qualité au laboratoire.....	35
3.1.1 / Détermination de l'humidité	35
3.1.2/ Détermination de l'acidité	36

3.1.3/ Détermination des traces de savons.....	37
3.1.4/ Analyses de la pâte de neutralisation	37
3.1.5/ Détermination de l'Indice de peroxyde	38
3.1.6/ Détermination de la Transmittance.....	39
3.2 / Le test de stabilité : Test de Swift.....	40
3.3 / Contrôle de l'acide gras libre AGL	41
3.4 / Le contrôle de production durant le raffinage	42
3.5 / Les contrôles après le séchage et la décoloration.....	43
Chapitre IV : Résultat et Discussion.	
IV-1 Interprétations.....	46
IV-2 Détermination de l'Acidité et des traces de savons	47
IV- 3 Résultats de l'évolution des AGL et IP.....	50
Conclusion	52

Références bibliographique

Annexes

Liste des Tableaux

Tableau 1 : Composition nutritionnelle de la graine de soja (en pourcentage du poids total de la graine).....

Tableau 2 : Teneurs en acides gras de l'huile végétale de soja (en pourcentage des acides gras totaux)

Tableau 3: Spécifications de l'huile de soja dégommée brute.....

Tableau 4 : Composition de l'huile de soja en acides gras

Tableau 5 : Méthodes d'évaluation de l'état d'oxydation des huiles.....

Tableau 6 : Les effets des différents traitements durant le raffinage chimique.....

Tableau 7: Valeur des AGL en fonction des variables Température, Pression et AGL de l'huile brute.....

Tableau 8: Valeur de Indice de Peroxyde en fonction des AGL de l'huile brute et de l'huile traité.....

Introduction

Les huiles et les graisses ont toujours constitué une part importante de l'alimentation humaine. Les huiles végétales offrent un large choix au niveau du goût, de l'utilisation, de prix, que de la qualité. Quelle que soit l'huile, la teneur lipidique reste identique : environ 100% soit près de 900 Kcal/100 ml. La différence entre les diverses huiles réside dans la qualité des acides gras qui les composent. Selon leur nature, elles sont plus ou moins riches en certains acides gras polyinsaturés qui sont dits "essentiels" car notre organisme ne peut pas les synthétiser. Elles constituent également la meilleure source de vitamine E connue pour ces propriétés anti-oxydantes. Cependant, de plus en plus soucieux de leur ligne et de leur équilibre, les consommateurs (surtout les jeunes générations) tendent à réduire leur consommation de matière grasse. Face à cette crise, les industriels font preuve d'originalité en proposant des produits de plus en plus axés d'une part sur la particularité, et d'autre part, sur le côté naturel et authentique.

Les graisses et huiles végétales, extraites de graines et fruits oléagineux, sont utilisées principalement comme huile de table, huiles et graisses de friture, et pour la préparation de margarines et de graisses émulsionnables (shortenings). L'extraction des graisses végétales est réalisée d'abord par pression, ensuite le cas échéant par un solvant. Certaines graines sont traitées directement par solvant, sans extraction préalable par pression. Les huiles végétales dites vierges sont extraites exclusivement par pression sans l'emploi d'aucun procédé chimique.

Le soja, est une plante originaire de la Mandchourie, au nord-est de la Chine. Elle a été d'abord été cultivée comme engrais vert pour enrichir les sols, est considéré comme l'un des cinq grains qui ont été essentiels à l'essor de la civilisation chinoise, avec le riz, le blé, l'orge et le mil.

Par la suite, les recherches s'intensifient afin de sélectionner les espèces s'adaptant le mieux aux différents climats. Sa richesse en protéines végétales d'excellente qualité en fait un aliment de choix, non seulement pour nourrir l'homme mais aujourd'hui principalement pour nourrir les animaux d'élevage. De nos jours, 95 % de la production mondiale de soja (dont plus de la moitié est génétiquement modifiée) est originaire d'Amérique du Nord et du Sud, destinée principalement à l'alimentation des animaux d'élevage, ce qui fait du soja la plante oléagineuse la plus cultivée au monde. Le soja prend une place de plus en plus grande dans l'alimentation humaine. Il faut aussi considérer l'impact de sa consommation sur la santé. Il faut réfléchir à la place du soja dans notre alimentation et en quoi sa composition en fait un

aliment bénéfique pour la santé, en tenant cependant compte de controverses liées à la présence de phytoestrogènes. Il faut aussi se questionner sur les conséquences de la production mondiale de soja majoritairement OGM, pour lesquelles la prudence s'impose dans l'état actuel des connaissances.

Dans la perspective de l'amélioration de la qualité de l'huile produite par l'entreprise Cogral, dont le projet d'optimisation du procédé de décoloration de l'huile de soja.

A cet effet, notre mémoire est structuré en en plusieurs parties :

- La première partie est consacrée à la recherche et étude bibliographique sur la thématique. Dans cette même partie, nous consacrons une partie explicative à la technologie du raffinage de l'huile au sein de l'Entreprise Cogral Alger.
- La seconde partie, est dédiée aux matériels et méthodes avec les analyses effectuées au laboratoire de l'unité ainsi que le montage réalisé aux besoins de l'étude de stabilité qui est le test de swift.
- Le troisième partie du mémoire abordera, les résultats obtenus et leurs interprétations, sous forme de graphique et de tableaux.

Nous terminons le mémoire par une conclusion générale de l'état de la question et éventuellement proposition de perspectives.

1.1 Les huiles alimentaires

Les huiles alimentaires sont des matières grasses insoluble dans l'eau, soluble dans les solvants organiques tels que l'éther, le benzène... L'huile alimentaire est un liquide comestible obtenue à partir de graines ou fruits oléagineuses telles que tournesol, soja, arachide, olive... Les huiles alimentaires sont constituées à 99 % de lipides, elles ne contiennent pas d'eau et sont très caloriques. Les huiles sont un mélange de triglycérides différents dont la teneur est élevée en acides gras mono-insaturés ou polyinsaturés est bénéfique pour la santé. Les huiles alimentaires sont très utilisées en cuisine, pour assaisonner les salades (propriétés organoleptiques), comme les huiles de cuisson ou pour les fritures (Caloporteur de la chaleur). Une huile alimentaire est une huile fluide à la température de la pièce (25 °C) produite par le secteur agroalimentaire quand elle est destinée à la commercialisation. Le terme « huile de soja » désigne la substance huileuse naturelle qui est extraite des graines de soja entières. Il s'agit de l'huile la plus consommée aux Etats-Unis, où elle représente 75 % environ de la consommation totale d'huile végétale alimentaire .

1.2 Les graines oléagineuses :

1.2.1 Les oléagineux :

Les oléagineux sont des plantes cultivées spécifiquement pour leurs graines ou leurs fruits riches en matières grasses, dont on extrait de l'huile à usage alimentaire, énergétique ou industriel. • Les graines oléagineuses : issues de plantes cultivées spécifiquement pour la production d'huile : colza, tournesol, arachide, soja, sésame, noix. • Les fruits oléagineux produits par des arbres : palmier à huile, olivier, cocotier (coprah), noyé, noisetier, amandier [3].

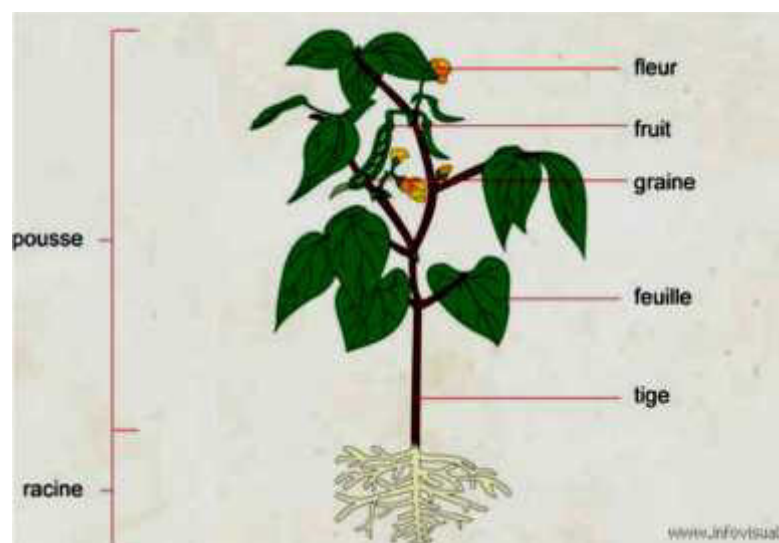


Figure 1 : Structure de la plante de soja.

1.3 Les caractéristiques botaniques du Soja

Le soja, espèce *Glycine max* (L.) Merrill, est une plante herbacée annuelle, velue, appartenant à l'ordre des Fabales, famille des Légumineuses, sous-famille des Fabacées (ou Papilionacées), tribu des Phaseoleae, genre *Glycine* L. Le soja possède un port végétatif et un appareil reproducteur caractéristique de la famille des Fabacées.

Des fruits sous forme de gousses (ou légumes) bosselées et velues, déhiscentes, de longueur et couleur variables en fonction des variétés, contenant deux à quatre graines riches en protéines (Doré et al., 2006).



Figure 2 : Parties de la graine de soja

1.3.1 Expansion du soja à travers le monde

Le soja, plante oléagineuse volubile originaire du nord-est de la Chine, doit sa fulgurante ascension à différents événements de l'Histoire. Aujourd'hui, le soja connaît une renommée mondiale, elle est devenue la plante oléagineuse la plus produite au monde tout particulièrement sur le continent américain.

1.3.2 Production mondiale de soja en chiffres

De nos jours, 95 % de la production mondiale de soja, dont plus de la moitié est génétiquement modifiée, est destinée à l'alimentation des animaux d'élevage. Les principaux producteurs sont sur le continent américain : le Brésil, les Etats-Unis et l'Argentine. Le premier est le Brésil avec 83,5 millions de tonnes de soja produits entre 2012 et 2013 (Jacque, 2013).



Figure 3 : Principaux pays producteurs de soja (en millions de tonnes) en 2012-2013

1.4 Intérêts agronomiques du soja

L'intérêt économique du soja réside principalement dans la forte proportion des graines en lipides (20 %) riches en acide gras polyinsaturés et en protéines (40%) présentant un excellent profil d'acides aminés essentiels tels que la lysine. Le soja est l'une des plantes les plus riches en protéines, les plus productives et les plus performantes pour une alimentation animale.

De plus grâce à la voie symbiotique commune à presque toutes les légumineuses, utilisée avec certaines bactéries au niveau racinaire (*Rhizobium*) le soja réalise une fixation d'azote atmosphérique ce qui fait du soja une plante nécessitant peu d'engrais azotés. Donc le soja comme d'autres légumineuses permettent de limiter l'apport azoté dans les cultures suivantes : il peut être utilisé comme « engrais vert » dans la rotation culturale avec les céréales (blé ou maïs) qui consomment bien plus d'azote que les légumineuses (Billon, Neyroumande, & Deshayes, 2009). Le soja ne requérant que peu d'engrais azoté se prête donc bien à la production biologique caractérisée par le refus de l'usage de la chimie de synthèse dans les fertilisants (Meynard & Cresson, 2011), très prisée dans la culture du soja français majoritairement destiné à l'alimentation humaine.

1.5 Les produits de la trituration du soja

Ces produits représentent à eux-seuls 91 % de la production mondiale de soja en 2009. La trituration des graines de soja est l'opération consistant à extraire l'huile des graines. Elle permet l'extraction d'huile et la production de tourteaux (Solanet *et al*, 2011).

- **1.5.1 l'Huile de soja**

La trituration consiste à trier, décortiquer, nettoyer, broyer, cuire les graines de soja et délipider les fragments d'amande à l'aide de l'hexane comme solvant. Ce solvant volatil sera séparé de l'huile brute qui elle sera récupérée (Colot & Louis, 2012).

L'huile de soja dont le premier consommateur est la Chine, est la deuxième huile la plus consommée au monde après l'huile de palme (CTA, 2011). Elle représente entre 17 et 22 % du poids sec de la graine. C'est une huile très digeste de grande qualité qui possède de la vitamine E, des phytostérols mais c'est surtout une huile alpha-linolénique qui contient une majorité d'acides gras essentiels polyinsaturés dont le pourcentage en acide alpha-linolénique est significatif (Cahuzac-Picaud, 2010) avec peu d'acides gras saturés et mono-insaturés (Lecerf, 1995). Etant donné que les acides gras mono-insaturés et polyinsaturés sont sensibles à la chaleur et se transforment en acides gras saturés, l'huile de soja doit donc de préférence être utilisée comme huile de table en préférant une huile obtenue par pression à froid pour ne pas perdre certains composés ayant un intérêt biologique tels que la vitamine E (Massy *et al.*, 2008).

On peut noter que l'huile de soja appartient à la liste non exhaustive des aliments pouvant faire varier l'INR pour les patients prenant un traitement AVK, au même titre que le brocoli, le chou vert, la laitue, le cresson, le persil, l'huile de colza, les épinards et le chou de Bruxelles (Anses, 2012).

Cependant peu consommée telle quelle en Occident, elle entre surtout dans la composition de nombreux produits issus de l'industrie agroalimentaire comme les margarines, vinaigrettes, mayonnaises et pâtes à tartiner (Roussel, 2005).

Hormis l'utilisation agroalimentaire, l'huile de soja est devenue la principale matière première pour la production de biodiesel particulièrement utilisé au Brésil (80 % du biocarburant brésilien) (Solanet *et al.*, 2011). Elle entre aussi dans la composition de bioproduits comme les solvants non toxiques et les encres d'imprimantes (Chatenet, 2007).

Raffinée, elle peut aussi être utilisée dans l'alimentation parentérale car elle est calorique et contient des acides gras essentiels (Chatenet, 2007).

L'opération de raffinage de l'huile de soja vierge permet de recueillir la lécithine de soja. Cette opération a pour objectif principal de maintenir ou améliorer les caractères organoleptiques et la stabilité des corps gras et comprend différentes étapes : démucilagination, désacidification, décoloration, désodorisation. L'huile obtenue a une saveur (goût et odeur) neutre et une coloration peu intense (Cahuzac-Picaud, 2010). Cependant ce raffinage induit parallèlement une perte plus ou moins importante de composés

ayant un intérêt biologique tels que la vitamine E (perte de 15 à 20 %), les phytostérols et les polyphénols (Lecerf, 2011).

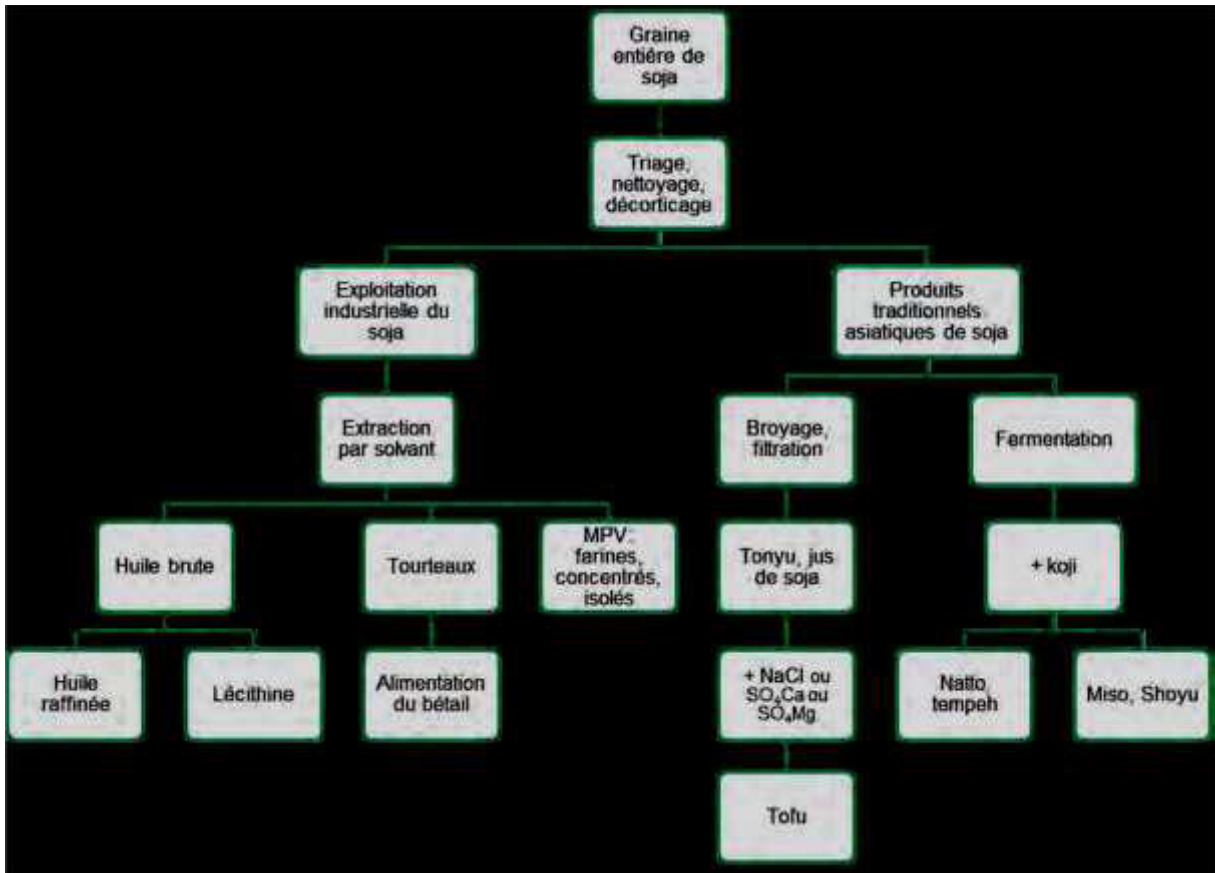


Figure 4 : Obtention des différents produits issus de la graine de soja (*Glycine max.*).

Tableau 1 : Composition nutritionnelle de la graine de soja (en pourcentage du poids total de la graine) (Chatenet, 2007).

	Poids total (%)	Poids sec (%) : 91,4 %
Eau	8	
Protéines	34,3	40 - 45
Lipides	18,7	17 - 22
Glucides totaux	31,6	38,4
• Glucides digestibles	13,6	16,4
▪ Fermentescible		4 - 6
▪ Amidon	0,7	0,8
• Fibres alimentaires	18	22
Minéraux	4,5	5,1

1.5.2 Lipides du Soja

Les graines de soja contiennent entre 17 et 22 % de leur poids sec en lipides (Lecerf, 1995). Elles sont pauvres en acides gras mono-insaturés et saturés qui eux ont un fort pouvoir

athérogène, et font partie des graines huileuses les plus riches en acides gras polyinsaturés totalisant 54 à 72 % des lipides totaux (Lecerf, 2011). Parmi eux, les acides linoléiques (oméga 6) et alpha-linoléniques (oméga 3), principaux acides gras essentiels à l'organisme car non synthétisables (Biesalski *et al.*, 2010), sont les mieux représentés (Snyder *et al.*, 1987). Les acides gras polyinsaturés permettent la synthèse de dérivés supérieurs et de métabolites (prostaglandines, leucotriènes) sous l'action d'enzymes (désaturase, élongase) et interviennent dans la constitution des tissus et des membranes cellulaires de l'organisme. Mais la teneur en lipide des graines est très variable en fonction de la variété de soja et des conditions de cultures (Bhardwaj *et al.*, 2003).

Tableau 2 : Teneurs en acides gras de l'huile végétale de soja (en pourcentage des acides gras totaux) (Lecerf, 2011).

Acides gras saturés	11 - 21
• Acide stéarique	3 - 6
• Acide palmitique	8 - 13
Acides gras mono-insaturés	17 - 27
• Acide oléique	17 - 26
Acides gras polyinsaturés	54 - 72
• Acide linoléique	50 - 62
• Acide alpha-linolénique	4 - 10

Même si la ration lipidique ne devrait pas dépasser 35 % des apports énergétiques journaliers, la qualité lipidique reste un point essentiel dans la prévention des maladies cardiovasculaires. Le rapport idéal Oméga 6/Oméga 3 = 5, correspond bien à la composition de l'huile de soja ce qui est fort bénéfique dans la prévention des pathologies cardiovasculaires. A l'inverse, un excès d'oméga 6 conjoint à un apport insuffisant d'oméga 3 avec un rapport Oméga 6/Oméga 3 > 15 peut induire une baisse de HDL-cholestérol diminuant leur effets protecteurs cardiovasculaire et antiathérogène, et surtout augmenter l'agrégation plaquettaire et donc augmenter le risque d'accident cardiovasculaire (Chevallier, 2009).

Ainsi, une alimentation suffisante en acides gras polyinsaturés de la classe des omégas 3 a un effet hypotriglycéridémiant et augmenterait la concentration en HDL-cholestérol avec une alimentation riche en oméga 3 (certaines huiles végétales comme l'huile de soja et l'huile de colza, les poissons gras). Ces acides gras ont aussi une action anti-agrégante plaquettaire et améliorent la fonction contractile du muscle cardiaque en agissant sur la fonction

adrénergique et sur les canaux ioniques membranaires des cellules ioniques (Chevallier, 2009). Ils auraient aussi une action hypotensive effective chez les sujets hypertendus.

La fraction lipidique de l'huile de soja est de grande qualité car elle renferme également des composés ayant un intérêt sur le plan biologique : des phytostérols, de la vitamine E surtout sous forme de gamma-tocophérol et des sphingolipides.

L'opération de raffinage de l'huile de soja permet de recueillir la lécithine de soja, mélange ou fractions de phospholipides (phosphatidylcholines, phosphatidyléanolamines, phosphatidylsérines, phosphatidylinositols), dépourvus de cholestérol, combinés à d'autres composés tels que les glycolipides et les lipides neutres (Chanussot, 2008). Cette fraction lipidique représente 0,5 à 0,6 % de la graine (Roussel, 2005).

La lécithine de soja est bénéfique pour lutter contre la formation de l'athérosclérose. En effet, tout comme l'huile issue de sa fabrication, c'est une source importante d'acides gras polyinsaturés de la classe des omégas 3 avec principalement l'acide alpha-linolénique, acide gras essentiel, qui grâce aux propriétés anti-agrégante plaquettaire et antiathérogène par augmentation du taux de HDL-cholestérol, permettent de limiter la formation de plaques d'athérome. Elle apporte également une quantité importante de choline qui pourrait constituer une importante protection contre les maladies cardiovasculaires en augmentant l'élimination d'homocystéine, composé issu du métabolisme de la méthionine (Chanussot, 2008). En effet l'hyperhomocystéinémie représente un important facteur de risque cardiovasculaire en provoquant l'altération des cellules endothéliales, une augmentation de l'oxydation des LDL-cholestérol et une hyper-agrégation plaquettaire (Arnesen *et al.*, 1995 ; McCully, 1996). Cette hyperhomocystéinémie peut également être corrigée par l'apport de folates, dérivés de la vitamine B9 hydrosoluble (Biesalski & Grimm, 2010). Les quantités importantes de choline et d'inositol, vitamine B semi-essentielle, apportées par la lécithine permettent également d'intervenir sur le métabolisme hépatique des graisses, favorisant l'élimination par le foie du cholestérol en excès (Hubert, 2006). La lécithine de soja est aussi une source de vitamine E et A, aux propriétés antioxydantes (Chanussot, 2008). Toutefois selon l'Anses, même si la lécithine de soja ne présente pas de toxicité particulière, le manque d'étude réalisée sur un grand nombre de sujets et avec un suivi régulier ne permet pas d'établir une absence de toxicité au long cours (Avis de l'Anses, 2011).

1.6 Le soja, base de l'alimentation animale

Depuis les années 1960 la mondialisation des échanges a conforté la position du soja comme source de protéines indispensables à la ration de base pour l'alimentation animale au

détriment des protéagineux européens (féverole, lupin, pois). En Europe, le développement de l'élevage intensif repose sur une alimentation concentrée en énergie (céréales) et en protéines (tourteaux de soja) (Billon *et al.* 2009).

Le soja est donc un aliment très performant pour tous les types d'élevage : il est maintenant le principal ingrédient protéique dans l'alimentation animale mais l'Europe est dépendante à 98 % des importations de soja (en 2009-2010) (Solonet *et al.*, 2011) et occasionne indirectement de réels impacts négatifs sur les pays d'Amérique du Sud où la culture de soja est intensive. Cette dépendance de l'Europe vis-à-vis du soja peut directement générer des problèmes sanitaires. En octobre 2008, les baisses de rendements des cultures de soja au Brésil ont illustré le manque d'autonomie de la France en soja. La France a dû importer du soja chinois qui s'est révélé frelaté à la mélamine, résine dont l'intérêt frauduleux est d'augmenter artificiellement le taux de protéines (Billon *et al.*, 2009).

Le soja ancestral à l'origine d'une grande diversité alimentaire possède une image d'authenticité et de naturel très différente de celle du soja majoritairement produit aujourd'hui. Ce soja qui possède des qualités nutritionnelles et agronomiques indéniables a été génétiquement modifié donnant naissance à un modèle agricole rentable, productif et standardisé mais cependant particulièrement destructeur. Le soja plante oléagineuse la plus produite au monde et plante génétiquement modifiée la plus cultivée au monde satisfait les besoins des activités d'élevage industriel afin de proposer de la viande « bon marché » au niveau mondial.

1.7 Raffinage des corps gras : objectifs, procédés

Le raffinage a pour but de maintenir ou d'améliorer les caractères organoleptiques (goût et odeur neutres, limpidité, couleur jaune clair), nutritionnels et la stabilité des corps gras. Pour ce faire, il met en œuvre plusieurs étapes pour éliminer des composés indésirables (gommes, cires, acides gras libres, pigments, traces métalliques, composés odorants volatils) et les contaminants potentiellement présents dans les matières premières, tout en maîtrisant la formation de nouveaux composés indésirables par hydrolyse, oxydation ou isomérisation. La conduite du procédé peut au besoin s'adapter aux usages ultérieurs qui seront faits des huiles raffinées produites : un usage alimentaire (ou cosmétique/pharmaceutique) conduira le raffineur à optimiser son procédé afin de conserver les constituants d'intérêt nutritionnel (acides gras polyinsaturés, vitamine E) ; pour un usage technique, le procédé s'adaptera aux emplois visés (par exemple, dans le cas d'un procédé ultérieur de trans estérification pour la production d'esters méthyliques d'huiles végétales, biocarburant). Il existe deux types de

raffinage : chimique et « physique », qu'il conviendrait mieux d'appeler « distillation neutralisante ».

Le raffinage chimique élimine les acides gras libres par une étape de neutralisation à la soude la distillation neutralisante élimine ces composés indésirables (désacidification) par distillation sous vide poussé avec injection de vapeur. Les figures 5 et 6 présentent respectivement les différentes étapes d'un raffinage par voie chimique et par distillation neutralisante, en précisant les principaux composés éliminés à chaque étape.

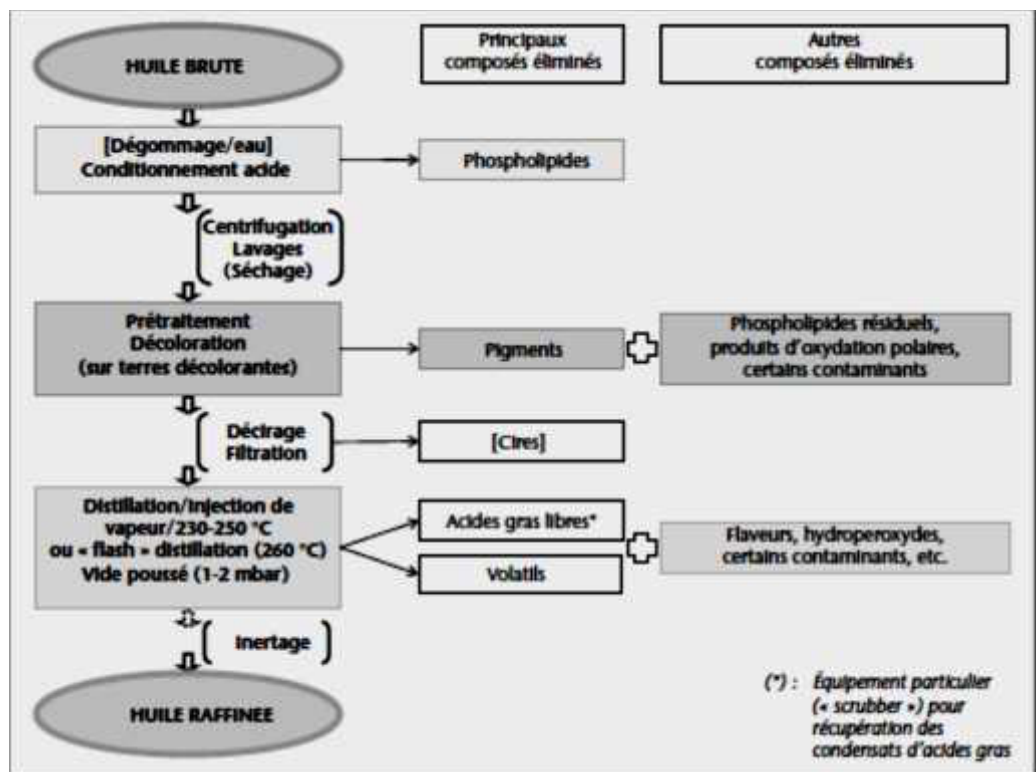


Figure 5. Raffinage par voie chimique : étapes et composés éliminés.

1.7.1 Définition de l'huile de soja

L'huile de soja est fluide et d'un jaune plus ou moins foncé suivant la nature des graines et les procédés d'extraction. Fraîche, elle a une saveur assez prononcée d'haricot qui s'atténue peu à peu. Elle est riche en acides gras poly-insaturés et notamment en acide gras essentiel alpha-linolénique. Elle est recommandée pour les assaisonnements.

Sa richesse en lécithine la rend précieuse pour la reconstitution des cellules nerveuses et cérébrales, sa bonne digestibilité en fait une bonne remplaçante de l'huile d'olive pour ceux qui ne peuvent la tolérer (Cossut *et al.*, 2002).

Raffinage chimique		Raffinage « physique »	
Étapes	Conditions selon capacités équipements pilote (25 kg ou 1 t)	Étapes	Conditions selon capacités équipements pilote (25 kg ou 1 t)
Dégommage	3 % d'eau 70 °C, 30 min	Prétraitement	0,1 % acide phosphorique, (1 % d'eau) 60 ou 70 °C, 45 min
Conditionnement acide	0,1 % acide phosphorique 60 ou 70 °C, 45 min		
Neutralisation	Soude 3N (ou 1N) 70 ou 75 °C (80 °C), 30 min		
Centrifugation, lavages, séchage		Centrifugation séchage	
Décoloration	0,5-1 % de terres 90 °C, 40 mbar, 40-45 min	Décoloration	1 % de terres 90 °C, 40 mbar, 40-45 min
Filtration		Filtration	
Désodorisation	Essais 25 kg : 180 °C 6 h et 220 °C 4 h, 0,5 et 1,5 %/h de vapeur, 3 mbar Essais 1 t : 180 °C, 2 h 30 ou 220 °C, 3 h, 0,5 %/h de vapeur, 3 mbar 220 °C, 1-4 h, 1 %/h de vapeur, 3-4 mbar	Distillation neutralisante	Essais 25 kg : 240 °C, 3 h, 0,5 et 1,5 %/h de vapeur, 3 mbar Essais 1 t : 240 °C, 2 h 30-4 h, 1 %/h de vapeur, 4 mbar

Figure 6. Raffinage par distillation neutralisante (raffinage « physique ») : étapes et composés éliminés.

1.7.2 Origine de l'huile de Soja

Le soja [*Glycine max* (L.) Merrill] appartient à la famille des Fabacées, sous-famille des Faboideae, tribu des Phaseoleae, sous tribu des Glycininae, genre *Glycine* (Rasolohery, 2007).

1.7.3 Composition de l'huile de soja

La principale différence de l'huile de soja par rapport aux autres huiles végétales, se situe au niveau de la forme d'insaturation et de la présence d'acide linoléique (C18:2) en quantité appréciable. Cet acide gras étant très sensible à l'oxydation, il conviendrait d'éviter au maximum le contact de l'huile avec l'oxygène de l'air.

L'huile brute de soja est définie en termes d'humidité, impuretés, teneur en phosphatides, en acides gras libres et aussi en termes de couleur, caractéristiques d'oxydation et traces métalliques (Tableau I) (Platon, 1988).

Tableau 3: Spécifications de l'huile de soja dégommée brute (Platon, 1988).

Humidité et impuretés volatiles	0,3 % maximum
Acides gras libres	0,75 % maximum
Phosphatides (exprimés en Phosphore)	0,02 % maximum
Matières insaponifiables	1,5 % maximum
Point d'éclair	12 1°C minimum

1.7.4 Composition en acides gras

La composition moyenne en acides gras de l'huile de soja est donnée dans le tableau II.

Tableau 4 : Composition de l'huile de soja en acides gras (Platon, 1988).

Types d'acides gras	Pourcentage	
Acide palmitique (C16: 0)	11,5	%
Acide stéarique (C18: 0)	4,0	%
Acide oléique (C18: 1, cis)	25,0	%
Acide linoléique (C18: 2, cis : cis)	51,5	%
Acide linoléique (C 18: 3)	7,5	%
Acide arachidique (C20: 0)	0,5%	

La teneur en acides gras insaturés de l'huile de soja étant très élevée, les molécules de triglycérides contiennent au moins deux acides gras insaturés et les glycérides di et tri-saturés sont pratiquement absents ou en très faibles quantités (**Platon, 1988**).

L'utilisation des huiles varie selon leur coupe grasse :

- Une huile riche en acides gras saturés ou monoinsaturés (notamment avec acide oléique) peut être chauffée jusqu'à 180, 200°C.
- Une huile riche en acide gras polyinsaturés supporte moins bien la chaleur. Les acides gras polyinsaturés se dénaturent et deviennent néfastes pour la santé.

1.8 Rôles et intérêt nutritionnel des huiles végétales

1.8.1 Rôles physiologiques

Sources de lipides pour l'organisme, les huiles végétales jouent un rôle primordial dans l'organisme. Ils participent au renouvellement des membranes cellulaires et interviennent

dans le fonctionnement de plusieurs systèmes physiologiques (cardiovasculaire, immunitaire, agrégation plaquettaire, rénal...).

Les huiles végétales sont également conductrices de plusieurs vitamines dans le corps humain, notamment de vitamine E qui est recommandée pour ses vertus antioxydantes. Elle neutralise les radicaux libres et prévient de ce fait le vieillissement des cellules (derme, globules rouges, vaisseaux sanguins, ...).

1.8.2 Rôle nutritionnel

En 2010, l'AFSSA (Agence Française de Sécurité Sanitaire des Aliments) a réévalué l'apport lipidique à 35% à 40% des Apports Nutritionnels Conseillés (ANC).

Les huiles végétales, quelle que soit leur provenance, ont une valeur énergétique de 9 kcal/gr soit 37,6 kj. Elles ont un réel intérêt pour le corps humain. Les graisses présentes dans les huiles, notamment les mono insaturées et les polyinsaturées, apportent les oméga (3,6,9) et les vitamines (A, D, E) utiles au bon fonctionnement de l'organisme.

Les huiles végétales ne sont surtout pas à proscrire dans les régimes alimentaires. Elles permettent en effet, de contrebalancer les graisses dites saturées, cachées dans notre alimentation (lait, beurre, viande, fromage...). Consommées en excès, celles-ci engendrent en effet, des déséquilibres physiologiques (mauvais cholestérol, artères bouchées, vieillissement prématuré des cellules...).

1.8.3 Les huiles de type oléique (C18:1 ω 9, ou n-9)

Une huile de type oléique est riche en acide oléique, qui possède 18 atomes de carbone pour 1 liaison éthylénique, d'où la dénombration C18:1. Sa composition chimique moléculaire présente une double liaison carbone/carbone en position 9 par rapport au carbone Oméga.

Une huile de type oléique est principalement constituée de triglycérides à base d'acide oléique. C'est un acide gras appartenant à la famille des Oméga 9.

Ex : huile d'olive, huile de prune, huile de noisette..

1.8.4 Les huiles végétales de type linoléique (C18:2 ω 6 ou n-6)

Une huile de type linoléique est riche en acide linoléique qui possède 18 atomes de carbone pour 2 doubles liaisons éthylénique, d'où la dénombration C18:2. Sa composition chimique moléculaire présente deux doubles liaisons carbone/carbone dont la première est en position 6 par rapport au carbone Oméga. C'est un acide gras appartenant à la famille des Oméga 6.

Une huile de type linoléique est riche en triglycérides à base d'acide linoléique.

Ex : huile de soja, tournesol, huile de noix, huile de chanvre

✓ **Les huiles végétales de type linoléinique (C18:3 ω3 ou n-3)**

Une huile de type linoléinique est riche en acide linoléinique qui possède 18 atomes de carbone pour 3 doubles liaisons éthylénique, d'où la dénombration 18:3. Sa composition chimique moléculaire présente trois doubles liaisons carbone/carbone dont la première est en position 3 par rapport au carbone Oméga. Cette huile est constituée de triglycérides à base d'acide linoléinique. C'est un acide gras appartenant à la famille des Oméga 3.

1.9 Stabilité des huiles alimentaires au cours de leur stockage

Les huiles végétales, du fait de leur richesse en acides gras mono- et/ou polyinsaturés, sont sujettes à des réactions chimiques telles que l'isomérisation et l'oxydation des acides gras. L'isomérisation conduit à la génération d'acides gras trans qui, s'ils sont consommés en excès, sont associés à une augmentation du risque de maladies cardiovasculaires, d'où les recommandations de l'ANSES (2005, 2009) visant à limiter leur consommation à moins de 2 % de l'apport énergétique total. La peroxydation lipidique, quant à elle, est un ensemble complexe de réactions qui se produisent en présence d'oxygène et conduisent à ce que l'on appelle couramment le rancissement. Ses répercussions économiques peuvent être importantes puisqu'il aboutit à la perte de denrées alimentaires devenues souvent inconsommables en raison de l'altération de la flaveur. Au plan nutritionnel, l'oxydation des huiles conduit peu à peu à une perte de leur qualité, en raison notamment de la dégradation partielle des AG indispensables et des vitamines E et A (sous la forme de son précurseur). On suspecte également une toxicité potentielle de certains composés de dégradation oxydative des acides gras insaturés, dont les monomères cycliques, les polymères, les furanes ou le 4-hydroxynonéal (HNE), particulièrement en cas de dégradation oxydative associée à une dégradation thermique. Enfin, lorsque ces huiles sont incorporées dans des produits alimentaires, il est à craindre des réactions de co-oxydation initiées par les produits d'oxydation des acides gras, pouvant notamment conduire à une perte en acides aminés essentiels et à une diminution de la digestibilité des protéines.

La stabilité oxydative des huiles dépendra en particulier de leur teneur et de leur composition en acides gras insaturés (AGI). Ainsi, les huiles les plus insaturées seront les moins stables à l'oxydation, et ce d'autant plus que le nombre de doubles liaisons sur les acides gras est élevé. Ainsi, l'huile de tournesol (plus de 85 % d'AGI dont 60 % d'AGPI) sera plus oxydable que l'huile de colza (environ 90 % d'AGI dont 20 à 30 % d'AGPI) ou l'huile de tournesol oléique (environ 90 % d'AGI dont moins de 10 % d'AGPI). Cette stabilité sera également dépendante

de la teneur en tocophérols dans l'huile (dont vitamine E), susceptibles d'exercer une action protectrice antioxydante (Frankel, 2007 ; Graille, 2003).

1.9.1 Oxydation des lipides

Les principales réactions d'oxydation des lipides insaturés sont complexes mais bien connues (Frankel, 2007 ; Jeantet et al., 2006). On peut les représenter schématiquement à la figure 2. Elles constituent une suite de réactions en chaîne qui aboutissent à l'accumulation d'hydroperoxydes (LOOH). Les réactions d'initiation sont spontanées mais naturellement lentes en conditions douces. En revanche, elles sont fortement accélérées par une élévation de la température, un éclaircissement du produit ou encore la présence d'ions métalliques qui vont réagir avec des hydroperoxydes déjà présents dans l'huile pour former des radicaux initiateurs de l'oxydation.

L'état d'oxydation dans lequel se trouve une huile peut être mesuré de diverses manières, selon que l'on dose l'apparition des produits primaires d'oxydation (diènes conjugués, hydroperoxydes) ou des produits secondaires (polymères, composés volatils...), la consommation d'oxygène ou des acides gras insaturés, ou encore la co-oxydation d'autres substrats, tels que des pigments ou des protéines. Le tableau 1 présente les diverses méthodes et normes françaises ou internationales actuellement disponibles.

Tableau 5 : Méthodes d'évaluation de l'état d'oxydation des huiles.

Marqueurs d'oxydation	Méthodes
Niveau d'insaturation	Indice d'iode (mesure colorimétrique) (Norme AFNOR NF EN ISO 3961)
Profil en acides gras	Dosage par chromatographie en phase gazeuse après méthanolyse des triglycérides (Norme AFNOR NF EN ISO 12966-2 et 5508)
Teneur en acides gras libres	Indice d'acide par colorimétrie (Norme AFNOR NF EN ISO 660)
Teneur en diènes conjugués	Mesure par spectrophotométrie UV (Norme AFNOR NF EN ISO 3656)
Taux de peroxydes	Indice mesuré par iodométrie (Norme AFNOR NF EN ISO 3960) ou potentiométrie (ISO 27107)
Présence d'aldéhydes	Indice de <i>para</i> -Anisidine par spectrophotométrie (Norme AFNOR NF EN ISO 6885) Test TBA (acide 2-thiobarbiturique) par spectrophotométrie
Taux de polymères	Mesure directe par chromatographie liquide haute performance d'exclusion (AFNOR NF EN ISO 16931) ou par viscosité
Taux de composés polaires	Chromatographie liquide d'absorption et gravimétrie (Norme AFNOR NF EN ISO 8420)
Composés volatils	Mesure par chromatographie en phase gazeuse de l'espace gazeux (AOCS Recommended Practice Cg 1-83, 4-94)
Rancidité	Analyse sensorielle avec juges experts (AOCS Recommended Practice Cg 2-83)

La diversité des techniques avec leurs limites, leurs sensibilités et leurs spécificités rend difficile la comparaison des résultats. L'analyse sensorielle reste bien sûr la méthode de choix puisqu'elle est la seule à rendre compte parfaitement de l'état d'acceptabilité mais elle reste lourde à mettre en œuvre. Chaque mesure apporte ainsi une information partielle sur un phénomène global, l'idéal étant d'évaluer l'état d'oxydation par plusieurs méthodes complémentaires, permettant de suivre en parallèle la formation des produits primaires et secondaires (Cuvelier et Maillard, 2007 ; Frankel, 1998).

1.9.2 Stabilisation de la qualité des huiles au cours du stockage

Plusieurs facteurs vont intervenir pour favoriser ou au contraire freiner les réactions d'oxydation de l'huile. Les conditions du stockage telles que la chaleur et la lumière vont bien sûr augmenter la vitesse d'auto-oxydation. Mais celle-ci dépend en premier lieu de la composition en acides gras de l'huile, en particulier en AGPI, et de sa composition en composés mineurs pro-oxydants tels que des traces d'ions métalliques ou de pigments comme les chlorophylles. Au contraire, l'oxydation est réduite en présence de tocophérols ou autres composés phénoliques antioxydants. Ainsi, les huiles végétales naturellement riches en tocophérols et les huiles peu ou pas raffinées telles que l'huile d'olive riche en divers composés phénoliques, sont naturellement protégées par les antioxydants endogènes.

La vitesse d'oxydation dépend également 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, les hydroperoxydes exerçant alors une fonction d'initiateurs de radicaux, surtout s'ils sont en contact avec des ions métalliques. Si l'huile est incorporée dans un produit formulé, alimentaire ou cosmétique, d'autres paramètres pourront intervenir, notamment l'état de dispersion de l'huile, la nature des interfaces avec l'huile, la présence de sel ou de tensio-actifs. Conserver les huiles dans de bonnes conditions permet donc de maintenir leur qualité nutritionnelle, en garantissant une teneur en acides gras insaturés et la préservation des vitamines, ainsi que leur qualité sensorielle, en retardant l'apparition des composés volatils responsables de la note rance et premiers signes perceptibles d'une dégradation de l'huile. Ainsi, limiter l'exposition à la lumière, à la chaleur ou réduire la disponibilité de l'oxygène en inertant les huiles sous azote s'avèrent être des moyens efficaces pour lutter contre leur oxydation. S'y ajoute une protection par les antioxydants dont certains, endogènes aux matières premières dont sont issues les huiles, seraient source d'une stabilisation renforcée s'ils étaient mieux valorisés.

1.9.3 Fortification des huiles végétales:

La malnutrition due aux carences en micronutriments surtout les vitamines A et D 3 affecte profondément l'état nutritionnel, la santé et le développement d'une proportion importante de la population marocaine. Ainsi plusieurs efforts sont faits pour se dépasser de ce problème, la solution la plus connue est la fortification des produits alimentaires (huile, margarine...etc.) par ces deux vitamines : Vitamine A et Vitamine D3 :

La fortification ou l'enrichissement des aliments est une opération qui consiste à ajouter des micronutriments aux aliments. Elle est définie comme l'addition d'un ou plusieurs nutriments à un aliment ; qu'ils y soient naturellement présents ou non. Elle concerne notamment les aliments communément consommés tels la farine, le sel, l'huile de table, etc.

La fortification des aliments est également connue sous différentes appellations (enrichissement, restauration, etc.). C'est une opération qui consiste à ajouter à un aliment les nutriments qu'il aurait pu perdre durant le processus de sa fabrication et de sa conservation. La fortification de l'huile avec la vitamine A et D3 est une stratégie efficace pour lutter contre les troubles dus aux carences.

I / Description Technologique des étapes du raffinage de l'huile de soja

- **I. 2 Compositions d'huile brute de soja :**

- ✓ **Composition en acides gras (compositions major) :**

Cette fraction saponifiable est représentée la majorité d'huile de soja (97%), elle composée essentiellement de triglycérides ou bien des acides gras estérifiés. La composition d'huile de soja en triglycérides dépend du climat, de la variété, de la latitude et degré de maturité des graines. Les pourcentages moyennes des acides gras saturés de l'huile de soja est 14.5% (Acide palmitique, acide stéarique), 23% pour les acides gras mono-insaturés (Acide oléique, acide érucastique), et 59% pour les acides gras polyinsaturés (Acide α -linoléique, acide linoléique) [13].

- ✓ **Composants mineurs :**

Cette partie de huile de soja peut représenter des constituants nutritionnelles bénéficiaire pour l'alimentation humaine, comme les vitamines tel que les vitamines E (tocophérols), les vitamines K. Cette partie renferme en outre des constituants qui doivent être obligatoirement éliminés durant le raffinage comme les acides gras libres et les pigments colorants.

- ✓ **Les phospholipides :**

Ils peuvent représenter 3% (maximum) de l'huile de soja (30 % de lécithine, 30 % de céphaline et 40 % d'inositol); Ils se présentent dans l'huile sous forme:

- Hydratables: Ces formes contiennent un groupe fortement polaire, ce sont en particulier la phosphatidyl choline et la phosphatidyl éthanol amine qui sont aisément éliminés;
- Non hydratables: Ce sont les sels de calcium et de magnésium des acides phosphatidiques et des phosphatidylinositols [11].

- ✓ **Les acides gras libres (FFA) :** Sont des acides gras non estérifiés. Ils sont naturellement présents dans la graine où ils participent aux réactions biochimiques de la liposynthèse. Ils proviennent également de réactions d'hydrolyse enzymatique qui se produisent dans les huiles brutes soit au cours de leur obtention, soit au cours de leur stockage. La quantité des acides gras libres est tout dépend la condition préliminaire l'huile de soja, mais généralement elle possède une valeur de 1% à 10% (exprimée en % d'acide oléique) [11].

- ✓ **Sucres libres et glycolipides (lipides azoté) :** Ils proviennent des glucides présents dans les graines au moment de la récolte. Certains de ces composés forment avec l'eau des solutions colloïdales communément appelées mucilages et qui sont émulsifiantes.

Les mucilages précipitent en présence d'alcali: La neutralisation chimique le fait donc disparaître complètement [11].

- ✓ **Glycérides partiels** : Ils portent généralement la fonction ester, souvent considérés comme des agents émulsifiants très gênants, ils peuvent entraîner des pertes importantes lors des centrifugations qui entrent dans le procédé de raffinage [11].
- ✓ **Tocophérols et stérols** : La partie insaponifiable de l'huile représente 1,6 % de l'huile brute. Elle se compose essentiellement de stérols et de tocophérols [12].
- **Tocophérols** : Ce sont des anti-oxygènes (antioxydants). La teneur en tocophérols dans une huile de soja brute est de l'ordre de 150 à 280 mg pour 100 g d'huile. Après raffinage, la teneur se situe à 90 à 150 mg pour 100 g d'huile, ils sont remarquables pour leur protection contre le rancissement de toutes les huiles végétales tel que huile de soja [11].
- **Les stérols** : Il s'agit de molécules complexes à plusieurs cycles avec une fonction alcool, dont le principal représentant est le cholestérol. Ils sont retrouvés soit à l'état libre ou combiné avec un acide gras. Les végétaux contiennent des stérols qui leur sont spécifiques Comme le Campesterol présent dans l'huile de soja. Une partie de ces stérols est entraînée à la vapeur lors de la désodorisation [11].
- ✓ **Caroténoïdes** : Le β -carotène (pigment rouge-orangé) est un Pigments lipophiles sensibles aux rayons ultraviolets et à la chaleur, les caroténoïdes et plus particulièrement le trans- β -carotène, sont des précurseurs de la vitamine A.

La chlorophylle (pigment jaune) est présente à un degré moindre, dans les huiles de soja. la chlorophylle et ces dérivés sont dotées d'un pouvoir photosensibilisateur, alors qu'à l'obscurité elle possède une activité antioxydante. C'est l'une des raisons pour lesquelles il est conseillé de conservé les huiles alimentaires tel que huile de soja à l'abri de la lumière.

Les huiles végétales non raffinées en contiennent en général de faibles quantités. Les caroténoïdes sont en grande partie éliminés au cours du raffinage [14].

- ✓ **Produits oxydés** : Aldéhydes, cétones, peroxyde et les autre produits oxydés pur présente dans l'huile brute de soja, et leur quantités se varié et tout dépend a ses conditions préliminaires, tel que la procédé de traitement et le stockage.
- ✓ **Les métaux** : Malgré la faible quantité des métaux dans l'huile de soja, mais il est très nécessaire de les éliminés car leur influence catalytique pour les réactions d'oxydation notamment la réaction de l'auto-oxydation.

I.2.1 Les étapes du raffinage de l'huile de soja :

Le raffinage c'est un processus comprend plusieurs opérations, soit physiques ou chimiques :

- 1- Dégommage ou Démucilagination : élimination des gommes et des phospholipides.
- 2- Neutralisation alcaline : éliminer les acides gras libres.
- 3- Décoloration: enlever les pigments colorants (la chlorophylle et les β - carotène).
- 4- Filtration : éliminer la terre décolorante.
- 5- Désodorisation: élimination des odeurs, des produits volatils et des acides gras libres.

▪ **Dégommage :**

Il convient de noter que cette étape doit être effectuée avec le plus grand soin de façon à hydrater la presque totalité des phospholipides.

La réception d'huile brute à la raffinerie se fait dans le premier tank D-280-00 après il passe par l'échangeur à plaque E-280-01, c'est un échangeur (Huile brute / Vapeur) par la mise en place de la pompe P-280-01, L'échangeur de chaleur va nous servir à augmenter la température d'huile brute vers les environs de 50 vers 60 °C, la vapeur utilisée pour l'échange de chaleur va perdre sa température élevée et se condenser puis sera récupérée dans le ballon D-540. On augmente la température d'huile brute pour accélérer la réaction chimique qui s'appelle la démucilagination des Phospholipides (rendre les phospholipides non hydratés à hydratés). Puis on ajoute de l'acide citrique 30% ou bien l'acide phosphorique 85 % à des dosages qui sont comme suit :

- Dosage de l'acide citrique : de 0.1 à 0.2 %(en masse).
- Dosage de l'acide phosphorique : de 0.03 à 0.09 %(en masse).

Il faut noter que pour chaque dosage chimique, on a un mixeur et un réacteur.

Pour ce dosage l'huile sera transférée vers le mixeur M-280-01 qui sert à mixer l'huile végétale avec l'acide phosphorique qui est dosé avant le mixeur par une pompe doseuse la P-280-02, après l'huile sera transférée vers le réacteur D-280-01 qui va nous servir à assurer un temps de contact entre 20 et 30 min. On appelle cette étape le dégomme, c'est-à-dire on rend l'huile Hydrophile qui était avant Hydrophobe ou bien autrement dit dissociation des phospholipides.

▪ **Neutralisation :**

La neutralisation se fait selon les différentes étapes qui suivent:

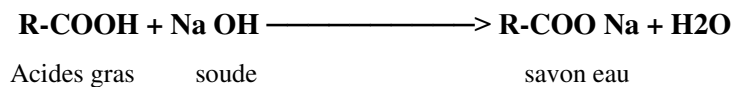
1. La neutralisation alcaline.
2. La séparation.
3. Lavage.

4. Le séchage.

▪ **La neutralisation alcaline :**

Il est recommandé d'utiliser de l'eau distillée pour préparer les solutions de soude et pour nettoyer les deux séparateurs.

Au niveau de cette étape l'huile sera dosée par la soude pour éliminer toute sorte d'acide gras libre suivant la réaction suivante :



En ce qui concerne le raffinage, on distingue deux méthodes suivantes :

- Long mix

- Short mix

Long mix: A la sortie du réacteur D-280-01 une quantité légère de la soude caustique sera dosée à l'aide de la pompe P-280-03 dans le mélangeur M-280-02, la quantité de la soude caustique (la concentration est de 20 %) est réglée à l'aide du contrôleur FIC-003. A l'aide de la pompe P-280-04 le mélange huile acidifiée-soude est envoyé vers les maturateurs D-280-05 A/B, passant par l'échangeur E-280-02 qui est un échangeur tubulaire (huile Neutralisé / huile Acidifiée), l'huile neutralisée est récupéré à la sortie des maturateurs, puis passe par l'échangeur tubulaire E-280-07 (huile neutralisé / huile désodorisée), l'huile neutralisée est refroidie jusqu'à 25°C à l'aide TIC-002 dans l'échangeur de chaleur E-280-04 au moyen de l'eau glycol. Le temps de contact entre l'huile acidifiée et la soude caustique est entre 20 à 30 minutes. À l'intérieur du réservoir D-280-05 de réaction, le mélange est gardé sous agitation légère. Après cette étape l'huile neutralisée va être pompé vers le séparateur centrifuge S-280-01, cela séparera tous les composés lourds (les gommés, cires et la pate savonneuse) aux légères (huile).

- **Short mix :** Pour cette méthode l'huile acidifiée mélangée avec la soude caustique et passe du mixeur M-280-02 vers le séparateur directement (by-pass le maturateur) ; mais avec une compensation de température d'environ de 80°C.

▪ **La séparation :**

Le séparateur est sous forme d'un Bol qui tourne à 720 tr / min levé par l'effet de la pression. Le Bol est équipé des ailettes qui ont des trous pour dégager la pate savonneuse (phase lourd). Le principe de fonctionnement du séparateur est la force centrifuge.

L'huile pénétrant dans le séparateur sera divisé en deux phase suivent la densité sous l'action de la force centrifuge du séparateur S280-01 ; la phase légère est l'huile neutralisé, et l'autre

lourde est sous forme des gommés (qui engendre les sels de savons ; les phospholipides; et les métaux lourds) cette dernière phase est dirigée par le bas vers le bac D-280-06 en suite vers le premier bac du soap stock le D-328-01 par la pompe P-280-07, par contre la phase légère (huile neutralisée) est dirigée par le haut du séparateur vers l'échangeur E-280-05.

Les paramètres à vérifier avant le démarrage du séparateur :

- Vérifier le niveau d'huile de moteur.
- Vérifier la pression d'eau de process (2.8 à 3bar)
- L'existence de l'air comprimée de turbine et des électrovannes.

Les paramètres à vérifier au cours du démarrage de séparateur :

- Remplir le Bol avec de l'eau chaude à une température entre les 80 jusqu'au les 85°C (l'eau chaude pour aider le séparateur à former la phase lourde).

Les paramètres à vérifier après le démarrage du séparateur :

- La pression d'entrée inférieure à 1, si la pression d'entrée est supérieure à 1 on aura un colmatage du séparateur.
- Réglage de la pression de sortie d'huile entre 3 et 4 bar, si la pression de est supérieure à 4 bar on a un échappement d'huile avec les rejets et si la pression de sortie est inférieure à 3 bar on a un échappement de savon avec l'huile.
- On ouvre le diaphragme entre 0 et 50 % et on peut aller au-delà de 50 %.
- Vérification des vannes manuelles d'alimentation et de répulsion d'huile.
- Vérification de la fermeture des vannes manuelles d'eau.
- Patienté jusqu'à que le séparateur attendre les 720 tr / min.
- L'ampérage est égale à 50 A, si l'ampérage est supérieur à 50 A on aura un bouchage du séparateur.
- On procède au démarrer de 2ème séparateur en suivant les mêmes étapes précédentes.
- Mettre le 1erséparateur en production.
- Enfin vérifier les gommés et huile sortant et en cas d'anomalie manipulé sur la turbine ou les paramètres de dosage.
- L'huile passe à la prochaine étape (lavage).

- **Le lavage** : Dans l'étape de lavage, l'huile est chauffée à 95°C au moyen de vapeur dans le réchauffeur E-280-05 qui est un échangeur huile / vapeur, contrôlé par TIC-004.

On va laver notre huile avec de l'eau chaude, qui est dosée par l'eau d'osmose chaude à une température de 85 °C de 7 à 10 % à l'huile qui contient toujours des traces de pâte savonneuse. Pour brûler la pâte savonneuse et éliminer les traces de la soude caustique on va doser l'huile lavée par l'acide citrique (17 % en masse) d'une quantité de 30 Kg / h.

L'eau et l'huile seront mélangées dans le mélangeur M-280-03 ensuite pompées vers un petit réacteur D-280-010 et on le laisse entre 15 à 20 min, en suite va passer vers le 2ème séparateur S-280-02. Dans lequel on va séparer la phase lourde (les eaux de lavage) et la phase légère (l'huile lavée).

Les conditions de travail sont comme suite :

- Température d'entrée égale à 95 °C.
- Pression d'entrée égale à 2 bars.
- Pression de sortie égale à 3 bars.
- Le diaphragme ouvert de 25 à 40 % maximum.

Les eaux de lavage vont diriger vers le décanteur D-280-07.

- **Le séchage** :

L'huile rentrant dans le bac D-280-08 ou le DRYER s'étale à l'intérieure du bac ce forme des chapeaux chinois pour faciliter l'aspiration par le système de vide d'humidité qui est englobé dans la phase de huile ; l'huile séchée se dirige vers l'étape de décoloration ou vers le D-310-01 dans le cas de nécessité ou d'anomalie par la pompe P-280-09.

- **Les conséquences de séchage :**

- Éliminer l'humidité résiduelle sous un vide de 50 à 80 mbar.
- Huile neutre lavée séchée (environ 0.10 % d'humidité).

- **Description du système de vide du DRYER :**

La vapeur rentre dans le premier booster à une pression de 9 bars ; le 1er booster est lié avec l'échangeur (échangeur de chaleur) E-280-06 et au même temps avec le DRYER D-280-08,

ce booster est menu d'un étranglement au milieu, par la suit la vapeur injecté va traverser l'étranglement qui va créer une différence de pression entre la pression de la rentrée et la sortie P1 et P2 ($P1 \neq P2$). Le système va essay d'équilibré cette différence en aspirant de la matière (l'air) de l'enceinte de DRYER (création de vide), la vapeur va passer du premier booster vers l'échangeur E-280-06 ; ce dernier qui est alimente par l'eau glycol à une température de 5 °C dans le but de refroidie et condense la vapeur ; ce qui va crée un choc thermique ; donc une chute de température et par l'utilisation de la règle de gaz parfait on aura une chute de pression $PV = NRT$; donc une autre différence de pression entre la P2 et la P3 (la pression dans le condensateur P3). Ce phénomène va crée une deuxième aspiration au niveau de condensateur qui s'impose sur le 1er booster qui va pousser par la suite l'aspiration au niveau du DRYER et nous crée le vide désiré sous une pression de 75 mbar.

La vapeur condenser va être versé dans le bac D-280-07 (le bac florentin) de telle sorte que la tuyauterie soit juste avec le niveau d'eau du bac pour évite toute aspiration au niveau de ce dernier par le système du condensateur, donc il joue un rôle d'un baromètre (stabilisateur de Pression) La vapeur qui n'arrive pas à se condenser, sera aspirée par le deuxième booster 280-02 (un petit éjecteur), c'est un petit booster qu'il y a le même principe du 1er booster, donc la différence de pression va aspiré la vapeur qui s'échappe du condensateur et les éjectés vers l'atmosphère.

▪ **La décoloration :**

Après l'étape de séchage vient cette étape, elle comprend à la fois l'absorption physique par une terre décolorante activée et l'absorption chimique. Cette opération vise à éliminer les pigments colorés que la neutralisation n'a que partiellement détruits. Elle fait intervenir un phénomène physique : l'adsorption sur des terres décolorantes, du charbon actif, des silices spéciales ou des combinaisons de ces substances. Les terres activées, en général, ne possèdent aucun pouvoir décolorant à l'état naturel. Ce sont des argiles "plastiques". L'activation consiste à transformer les silicates en silice colloïdale qui possède un fort pouvoir adsorbant. Cette transformation est réalisée par voie chimique, par l'action d'acide fort à des températures variant de 80 à 130°C. Leur activité est beaucoup plus forte que celle des terres naturelles. Les études ont montré que leur activité est très bonne vis-à-vis des β -carotènes, des chlorophylles et des aldéhydes.

De plus, ces terres sont plus faciles à régénérer. De nombreuses méthodes ont été proposées pour réactiver des terres décolorantes utilisées, comme par exemple par l'oxydation humide ou la combinaison d'un traitement thermique et de l'action d'acides forts.

Ces terres décolorantes sont utilisées pour la décoloration à fort pouvoir d'adsorption et pour la purification d'un grand nombre de différentes substances organiques principalement non-polaires. La plupart de ces terres décolorantes sont d'origine naturelle et proviennent le plus souvent de l'économie agricole.

Les charbons actifs sont produits à partir de substances carbonées comme par exemple le charbon, le coke, les poussières de bois, la tourbe, le bois carbonisé, les enveloppes de noix de coco, et aussi les enveloppes de riz et de soja. En général, les charbons actifs renferment 95 à 98% de charbon, mais leur caractère spécifique vient de leur grande porosité.

L'activation est conduite par voie chimique, sous l'action d'acides oxygénés peu volatils, des acides phosphoriques, du chlorure de zinc, des carbonates potassiques, ou par activation gazeuse par l'air, la vapeur ou dioxyde de carbone (CO₂). Cette activation développe la structure capillaire et débouche les pores obstrués par des goudrons. Le charbon est imprégné par l'agent choisi puis séché avant d'être calciné à une température allant de 400 à 1000 °C.

Leur activité est très forte particulièrement pour adsorber des carotènes, néanmoins plusieurs études ont montré qu'ils sont aussi très actifs pour réduire les teneurs en peroxydes et en phospholipides.

La décoloration des huiles végétales fluides donne les meilleurs résultats lorsque l'opération est conduite à des températures comprises entre 80 et 120°C pour des temps de contact de 15 à 30 minutes. Une agitation efficace favorise le contact et permet de limiter le temps de réaction. L'opération s'effectue toujours sous vide léger de façon à empêcher l'oxydation qui est favorisée par la dispersion de l'huile sur les particules d'absorbant.

La réduction de la quantité de terres activées utilisées passe aussi par l'optimisation des conditions opératoires et des procédés.

Cette opération comprend à la fois l'absorption physique sur une terre décolorante activée et l'absorption chimique:

- Elimination des matières colorantes
- Elimination des phospholipides et savons résiduels
- Elimination des traces métalliques
- décomposition des peroxydes.

▪ **Les différentes étapes de la décoloration :**

L'huile laver et sécher passe au bac de réception de cette étape (le D-310-01).

Notre huile va être séparée en deux parties :

- 25% sert à liquéfier la terre décolorante.
- 75% suit son chemin dans la section de décoloration.

Cette 75% passe par la suite à l'échangeur E-310-02 c'est un échangeur tubulaire (huile décolorée / huile désodorisée) puis vers l'échangeur à plaque E-310-01 c'est un échangeur (huile décolorée / vapeur), sert à augmenter la température d'huile décolorée vers les 120°C.

On va doser par la suite de l'Acide Citrique (17% en masse) d'une quantité de 0.03%, ce mélange (huile décolorée / Acide Citrique) passe dans le mixeur M-310-01 et par la suite dans le dégazeur D-310-03 qui sert à éliminer tout gaz indésirable dans l'huile à l'aide d'un système de vide et un agitateur, et ensuite l'huile sera dirigée vers le décolorateur D-310-01.

La partie 25% qui reste sera dirigée vers un Hopper le D-310-04 par une vis sans fin qui sert à doser la terre décolorante qui se trouve dans le D-310-05 avec la part 25%. Puis la terre liquéfiée sera transférée vers le décolorateur à l'aide de vide.

▪ **Le rôle de la terre décolorante :**

C'est une terre argile traiter par de l'acide citrique pour augmenter la polarisation de cette terre. A l'aide du phénomène d'adsorption, la terre quillâtes les pigments de couleur.

L'acide citrique à come but de bruler tout trace de :

- Savon.
- la soude caustique.
- et les phospholipides.

▪ **Les paramètres à vérifier pour assurer une bonne décoloration :**

Pour assurer une bonne décoloration il faut vérifier que :

- la température supérieure à 85 °C.
- la pression de vide est inférieure à 100 mbar.
- un temps de contact entre 70 et 75 % du niveau de décolorateur.
- la quantité et la qualité de terre décolorante dosée.
- Dosage de charbon actif :

Le charbon actif sera dosé d'une quantité de 20% de la quantité total de la terre décolorante dosée.

▪ **La filtration :**

Pour cette étape on a 3 filtres Niagara qui sont comme suit :

- Le F-311-A
- Le F-311-B
- Et le F-311-C

Chaque filtre contient 22 plaques filtrante diviser en deux partie, chaque partie contient 11 plaques rangé du grande vers la tout petite.

- **Principe de la filtration :** L'huile mélangée avec la terre provenant de la section décoloration circule dans les filtres pour former une pré- couche (le gâteau), c'est elle la responsable de la filtration.

Déroulement de la filtration :

- **Le remplissage des filtres :** Les filtres seront remplis d'huile d'un autre filtre (ou bien l'huile décolorée) jusque l'over-flow des filtres.

Filtration à nuage : C'est une étape principale de la filtration où le filtre sera en recirculation (circuit fermé) avec le décolorateur pendant 5min. pour la formation du pré-couche.

Lorsque le temps est atteint, on doit vérifier sur le saïte glass la clarté d'huile. Au-delà de 5min, si l'huile n'est pas toujours claire sur le viseur donc il y a un problème dans les plaques ou le déroulement de la filtration.

Filtration à claire : C'est l'étape de production dans la quelle le filtre reste pendant 4 heures au maximum (ou bien la pression dans le filtre dépasse les 3 bars ou le poids dépasse les 800 Kg). On peut mesurer la pression à l'aide d'un manomètre et le poids par un radar.

L'huile sera dirigée vers le D-311-01 après qu'elle sera filtrée, puis il passe par les trois polysh filtres pour éliminer résidus de la terre.

Lorsque le filtre atteint l'une des trois conditions précédente, il sera arrêté.

Arrêt du filtre : Drainage du filtre : Le filtre sera vider grâce à une pression d'air de 6 bars vers le D-311-03 jusqu'au niveau bas.

Soufflage du filtre :

Le filtre sera exposer à une pression de vapeur de 4 bars pendant une période de 25 à 40 min suivant la qualité de la terre usée pour sécher la terre accumulée dans le filtre (on appel ce phénomène le soufflage à vapeur ou bien le Steam-Blowing). L'huile sera transférée vers le D-311-02 A.

✓ **Déchargement de la terre usée :**

A la fin du soufflage des filtres, la terre sera déchargée vers l'extérieur en ouvrant une vanne et on démarré la vibration des plaques filtrante, et le cycle se reprend.

✓ **Les paramètres à vérifier pour assurer une bonne filtration :**

- La pression est égale à 3 bars.
- La température au delà de 85 °C.
- La quantité de la terre dosée (0.5 % de la quantité d'huile et ça dépendra de la qualité d'huile).
- L'état des plaques filtrantes.

▪ **Désodorisations :**

C'est la dernière étape du raffinage, la désodorisation met en oeuvre une série d'opération :

- La désaération destinée à éliminer l'oxygène dissout dans l'huile, par chauffage sous pression réduite.
- Le préchauffage, par échange thermique avec l'huile chaude désodorisée.
- La désodorisation qui consiste à injecter de la vapeur sèche dans l'huile maintenue sous vide (260 à 800 Pa) à haute température (220 à 260°C) pendant un temps relativement long (1 h 30 à 2 h). Il s'agit donc d'un entraînement à la vapeur des substances sapides ou odorantes qui sont plus volatiles que l'huile. La quantité de vapeur consommée varie entre 15 et 100 kg/tonne d'huile à désodoriser. L'augmentation de la quantité de vapeur injectée permet de diminuer le temps de désodorisation, mais le débit de vapeur est limité par l'entraînement mécanique de gouttelettes d'huile. D'autres composés sont aussi entraînés avec les substances odorantes, tels les acides gras libres.

▪ **Les paramètres à vérifier pour assurer une bonne désodorisation:**

- Avoir une huile décolorée ne contenant plus des traces des savons et des terres de blanchiment, de l'ordre de 3 ppm de phosphore, de l'ordre de 0,02 ppm de chlorophylle et pratiquement plus des traces métalliques.
- Utiliser des températures de l'ordre de 220- 240°C, dans un désodoriseur en acier inox.
- Une quantité de vapeur de l'ordre de 2000 m³/m³ d'huile par heure à 230°C.
- Refroidir l'huile après désodorisation à l'abri complet de l'air. Il est recommandé lors de la sortie de l'huile de saturer l'huile avec de l'azote.
- Enfin, injecter 0,005 % d'acide citrique pour complexer des dernières traces métalliques. L'action de l'acide citrique est controversée et son action n'a pas pu être mise on évidence de façon certaine.

▪ **Les étapes de la désodorisation :**

Au début l'huile décolorée passe vers le bac de réception de la section de désodorisation D-316-01 qui sera pompée par la suite vers l'échangeur de chaleur à plaque (huile / vapeur) E-316-02 (c'est un échangeur pour le Start up) qu'il sera ouvert juste au démarrage pour aider HP à chauffer l'huile rapidement (la vapeur utiliser pour l'échange de chaleur sera condensée au niveau du condensateur). Après l'huile sera dirigée vers l'échangeur tubulaire (huile / huile) E-316-01, on appel ce procédé System récupération de la chaleur. Après le chauffage d'huile elle sera dirigée vers la colonne de désodorisation. Elle entre dans le 7ème compartiment (compartiment G), c'est le dernier compartiment de la colonne ou se trouve un serpentín qui va échanger la température entre l'huile désodorisée sortante et l'huile décolorée entrante, cette dernière va ressortir pour entrer une nouvelle fois dans la colonne en passant par l'échangeur à plaque E-316-03 (huile / vapeur) pour atteindre la température nécessaire pour la désodorisation.

Description de la colonne : Chaque compartiment se compose des lignes de barbotage et autre mamotique.

- **Lignes de barbotage :** Ils serrent à augmenter la surface de contact entre le vide et l'huile.
- **Lignes mamotiques :** Serrent à assurer le Over-flow entre les compartiments (le déplacement d'huile barbotée d'un département à l'autre).

- ✓ **Le barbotage :** Le barbotage Se fait par l'injection de la vapeur sèche (de 1.5 à 2.5 bars) à la colonne D-316-01. Chaque compartiment est lié au collecteur de vide D-316-02. Ce collecteur de vide est lié à son tour au Scrabble D-316-03.
- ✓ **Système de vide :** Le collecteur D-316-02 collecte les produits à poids moléculaires élevés et les envoie vers D-280-02 et D-316-01. Le Scrabble D-316-03 collecte à son tour les produits à poids moléculaires faibles.

En sortant de la colonne, l'huile désodorisée passe en sortant sur l'échangeur E-316-01 pour élever la température d'huile décolorée entrant, après vers l'échangeur E-280-07 pour élever la température d'huile neutraliser (dans le cas ou on n'aura pas d'huile neutralisée, l'huile désodorisée passe vers le système de décoloration ou se trouve l'échangeur E-310-02). Puis l'huile désodorisée va vers l'échangeur E-310-04 A (huile / eau froide).

Ensuite vers l'échangeur E-316-04 B (huile / eau glycol) où la température d'huile atteint les 40°C, elle sera dirigée vers les polysh filters pour éliminer les résidus polymères.

Enfin vers les bacs de stockages d'huile désodorisée.

Remarque : En sortant de la colonne de désodorisation l'huile subit une injection de l'acide citrique (joue le rôle d'un agent conservateur) et en plus d'acide citrique on ajoute de l'azote pour protéger l'huile de l'oxydation.

✓ **Les paramètres à vérifier pour une bonne désodorisation :**

- Température alentour de 230 °C.
- Pression de 2.5 à 10 mbar (pour crier le vide).
- Pression de barbotage égale à 2 bars.

I. 3 Les Utilités :

✓ **Eau de procès :**

Dans les étapes de raffinage l'eau de procès est utilisée pour :

- Dilution de l'acide citrique (30 % pour Neutra / 17 % bleach).
- Lavage de l'huile (chaude 85°C).
- Aide le bol pour que le séparateur fonctionne bien Lavage de ce dernier.
- Atteindre la concentration désirée de la soude.

✓ **Pression d'air :**

Le rôle principal de la pression d'air est le soufflage des filtres (drainage) et la manipulation des vannes pneumatiques.

Parfois le soufflage des lignes (au niveau de la tuyauterie du Scrabble) Vapeur.

✓ **Vapeur :**

- Méga Steam : vapeur d'une pression de 9 bars destiné pour le vide.
- LowSteam 1: vapeur d'une pression de 1.5 à 2.5 bars pour le barbotage.
- LowSteam 2:vapeur d'une pression de 4 bars pour le soufflage des filtres et le serpentin du décolorateur.
- LowSteam 3: vapeur d'une pression de 3 bars pour les échangeurs à plaque et (entre 1.5 et 2 bars) pour les échangeurs tubulaires [2

I.4. Fabrication d'emballage :

Les bouteilles et les bidons utiliser au conditionnement des huiles de Lesieur Cristal, Se fabriquent a Lesieur Cristal on utilise deux genres de matières premiers, les préformes=PET (polyéthylène téréphtalate) ou le PEHD (polyéthylène haut densité).

▪ **Fabrication d'emballage PET (voir figure**

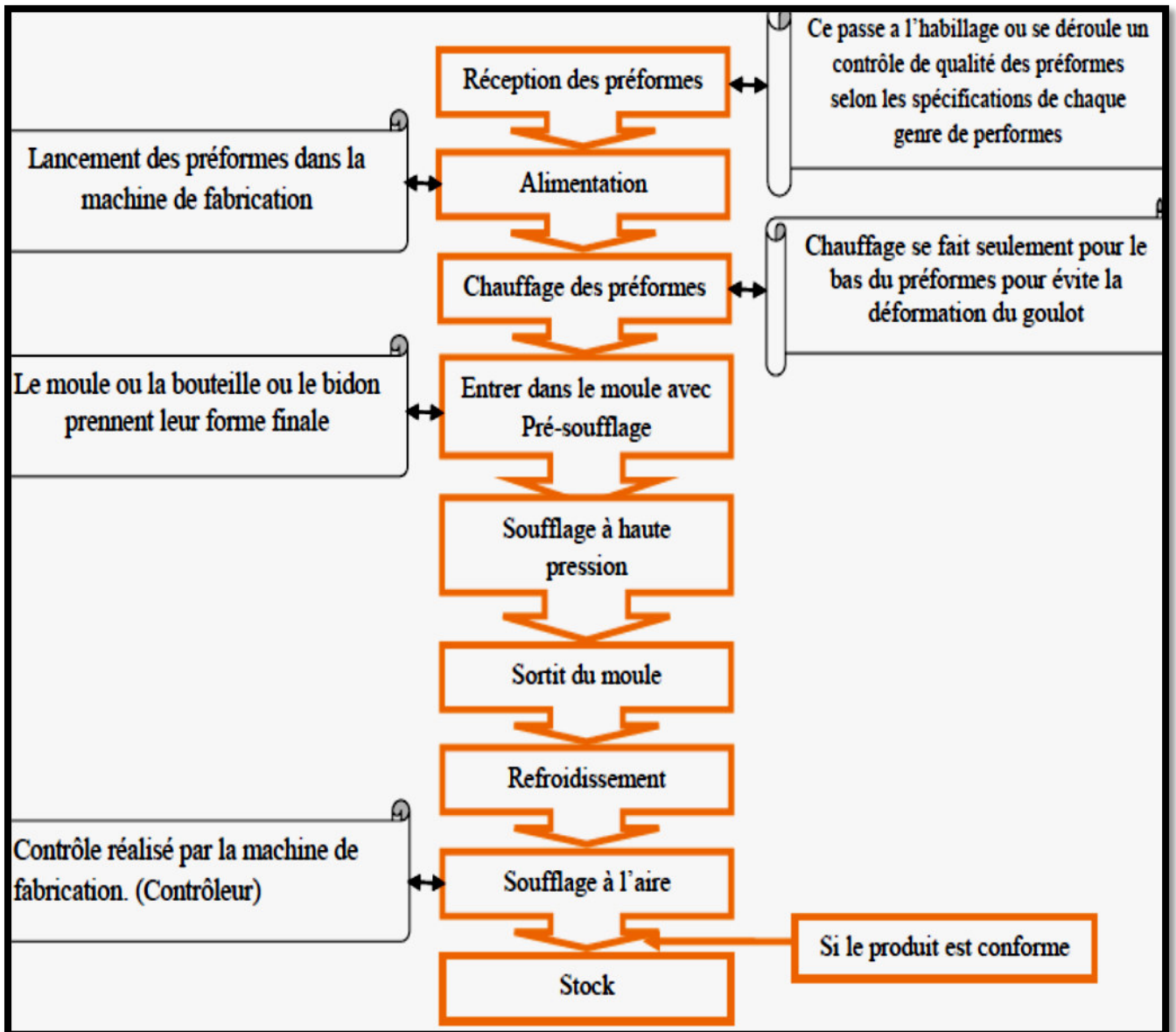


Figure 7 : Schéma technologique de fabrication du PET

Fabrication d'emballage PEHD : (voir figure

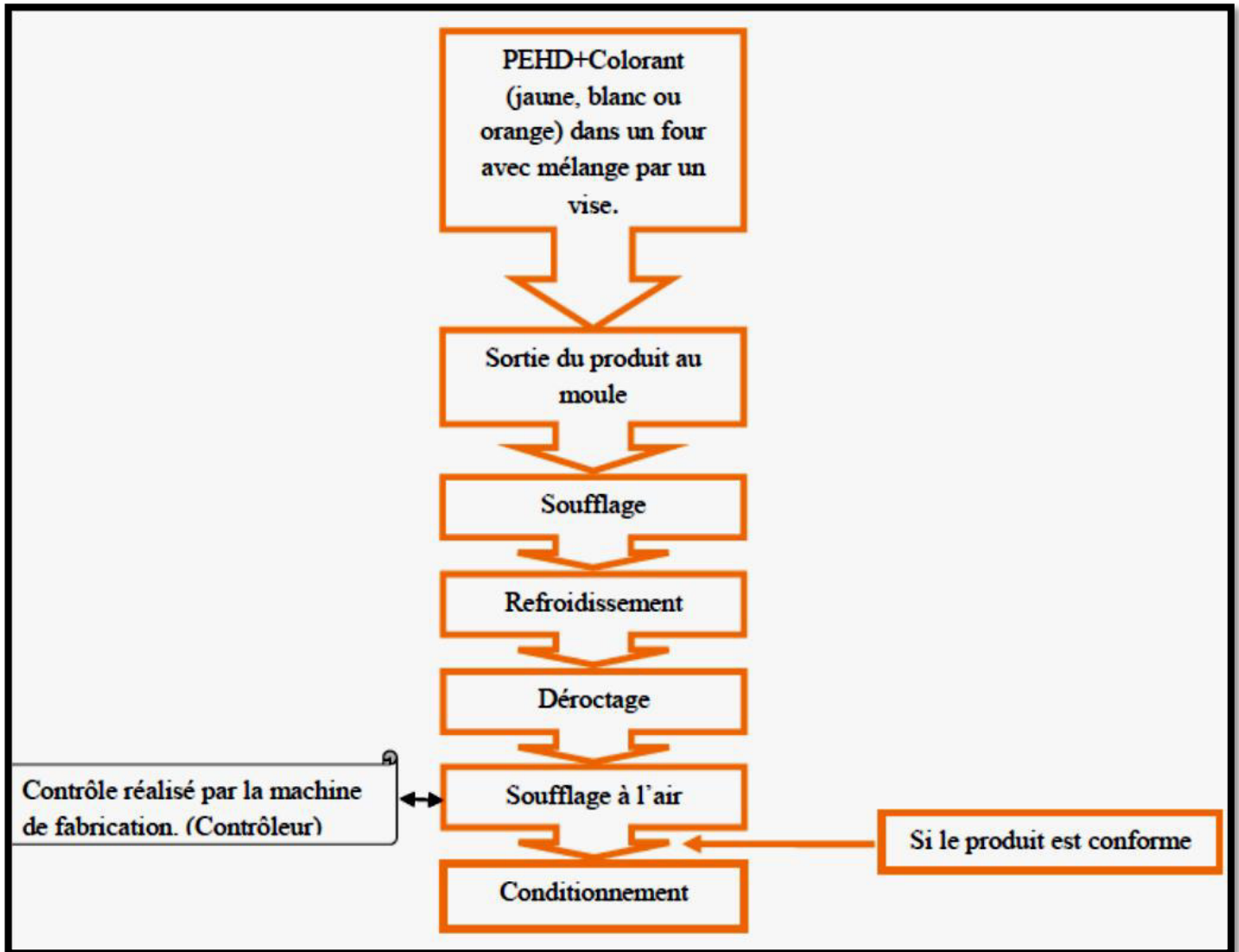


Figure 8 : Schéma de fabrication du PEHD

1.4 Diagramme de Conditionnement du produit

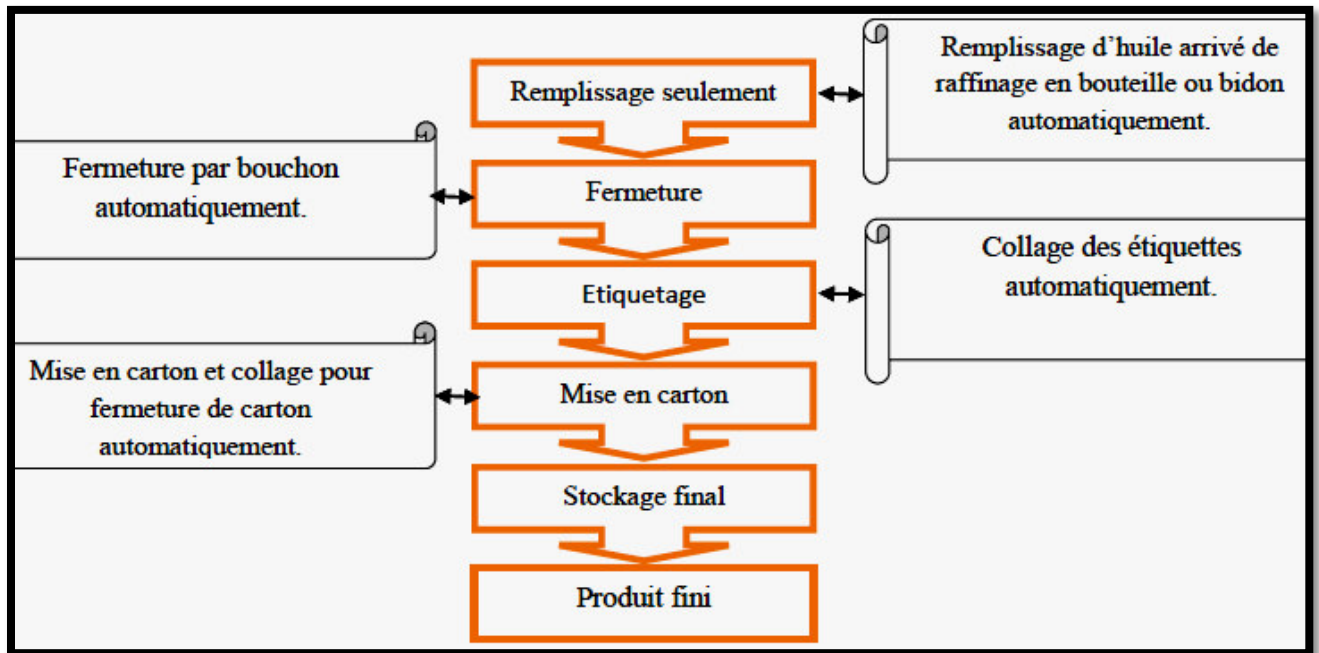


Figure 9 : Schéma technologique du conditionnement

1.5 Inconvénients du raffinage des huiles :

Les inconvénients liés au raffinage sont:

- Modification qualitative de la composition de l'huile au préjudice des nutriments essentiels (protéines, acides gras insaturés, minéraux et oligo-éléments, fibres);
- Destruction de la vitamine E à fort pouvoir antioxydant.
- Transformation de la structure moléculaire des acides gras; - Saturation d'une partie des acides gras insaturés, qui deviennent inactifs sur le plan biologique (maladies cardiovasculaires et surcharge pondérale).

3.1 / Analyses de contrôle de qualité au laboratoire :

Les analyses effectuées au laboratoire de la société Cogral, ont le rôle de garantir la qualité des huiles produites, en faisant des contrôles qui se basent sur des techniques de la chimie analytique.

- Analyse de AGS %.
- Contrôle de chlorophylle.
- Indice de peroxyde.
- Contrôle du phosphore.
- L'indice de saponification.
- Indice d'iode.
- Contrôle de l'humidité.
- Contrôle de couleur.

Dans notre étude, nous nous sommes intéressés, à la stabilité de l'huile raffiné durant son stockage et par la même aux analyse effectué au sein de l'unité qui son l'Acidité et les traces de savon durant les différents stades de la production.

3.1.1 / Détermination de l'humidité :

✓ **Définition :** L'humidité de l'huile est la quantité d'eau perdue après étuvage d'une prise de l'échantillon pendant un temps suffisant dans une étuve réglée à une température de 103 °C.

✓ **Appareillage :** Dessiccateur. - Balance. - Etuve réglée à 103 °C

✓ **Mode opératoire :** On tare un petit cristalliseur, ensuite on pèse 10 g d'échantillon d'huile.

On met le cristalliseur dans une étuve réglée à 103 °C pendant deux heures.

Puis, on met le cristalliseur dans le dessiccateur contenant le sulfate de sodium pendant 5 min afin d'éliminer les dernières traces d'eau. On répète l'opération de chauffage et de refroidissement dans le dessiccateur en pesant à chaque fois le cristalliseur jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives ne dépasse pas 0.002 g.

✓ **Calcul :**

Avec :

m_0 = La masse de l'échantillon avant étuvage.

m_1 = La masse de l'échantillon après étuvage.

3.1.2/ Détermination de l'acidité :

✓ **Définition :** L'acidité de l'huile est la quantité d'acides gras libres exprimée en pourcentage d'acide oléique.

✓ **Réactifs :** · Alcool éthylique 95%. - · Phénolphtaléine. - · KOH 0.1N.

✓ **Mode opératoire :** Dans un ballon de 250 ml, On met à peu près 100 ml d'alcool.
· On ajoute 2 à 3 gouttes de phénolphtaléine. · Ensuite, on neutralise cette solution par une solution de KOH 0.1N jusqu'à l'apparition d'une coloration rose pâle. Puis, on pèse à peu près 10 g d'huile et on titre par une solution d'hydroxyde de potassium de normalité 0.1 N.

✓ **Calcul :**

$$\% \text{ acidité} = \frac{TB \cdot N \cdot PM}{PE} \times 100$$

$$\% \text{ acidité} = \frac{TB(\text{ml}) \cdot 0.1 \cdot 282}{PE} \times 100$$

$$\% \text{ acidité} = \frac{TB(\text{ml}) \cdot 2.82}{PE}$$

Avec :

· TB = tombée de burette.

· PE = prise d'essai en gramme.

· N = Normalité de KOH = 0.1 N.

PM = poids moléculaire de l'acide oléique = 282 g/mol

	Opération effectuée	Normes
L'huile de soja	Neutralisation	= 0.02%
	Séchage	0.06 - 0.1%
	Décoloration	= 0.1%
	Désodorisation	< 0.06%

3.1.3/ Détermination des traces de savons :

✓ **Définition :** C'est la détermination de l'alcalinité exprimée en oléate de sodium, donc c'est la quantité de savons contenue dans la matière grasse.

✓ **Réactifs :** Solution acétonique. - Bleu de bromophénol. - HCL 0.01N.

✓ **Mode opératoire :** Dans un ballon de 250 ml, On introduit 40 ml d'une solution acétonique. On ajoute 7 à 8 gouttes de bleu de bromophénol jusqu'à l'apparition d'une coloration jaune.

On introduit une prise d'essai de 10 g d'huile. Ensuite, on titre avec une solution d'acide chlorhydrique de normalité 0.01 N.

✓ **Calcul : Teneur en savon exprimé en mg d'oléate de sodium pour un Kg d'huile :**

$$\text{Taux de savon} = \frac{\text{TB(ml)} \cdot 3040}{\text{PE}}$$

Avec :

TB = tombée de burette.

PE = prise d'essai en gramme.

N = Normalité de HCL = 0.1 N.

PM = poids moléculaire de l'oléate de sodium = 304 g/mol.

	Opération effectuée	Normes
	Neutralisée	1200 – 1400 ppm
Huile de soja	h- Séchée	< 50 ppm
	décolorée	0 ppm
	désodorisée	0 Ppm

3.1.4/ Analyses de la pâte de neutralisation :

✓ **Définition :** Cette analyse a pour but de déterminer la quantité de la matière grasse éliminée et l'acidité de la pâte.

✓ **Réactifs :** Alcool neutralisé en présence de phénolphtaléine. - KOH 1N. - Hexane. - Orange de méthyle. - 1'acide sulfurique. -- Dioxane pur.

✓ **Mode opératoire :** On met environ 10 g de la pâte dans un ballon, On ajoute 30 ml de dioxane pur, 7 ml d'eau distillée, 7 ml d'acide sulfurique et quelques gouttes d'orange de méthyle. On chauffe le mélange jusqu'au virage de la coloration vers le marron, puis le mélange est transvasé dans une ampoule à décanter ou il y a séparation des deux phases :

La phase aqueuse est lavée trois fois avec 25 ml d'hexane.

La phase contenant la matière grasse est lavée trois fois avec l'eau chaude, puis filtrée sur papier filtre contenant le sulfate de sodium afin d'éliminer les traces d'eau existantes.

Le mélange (hexane – matière grasse) est mit dans un rotavapeur pour éliminer l'hexane par une distillation sous vide. L'huile obtenue est mise dans l'étuve à 103 °C pendant 15 min puis refroidit dans un dessiccateur. On pèse la quantité da la matière grasse, on ajoute 100 ml

d'alcool neutralisé en présence de phénolphthaléine puis on titre avec KOH (1N) jusqu'à virage au rose pâle afin de déterminer l'acidité de l'huile.

✓ **Calcul :**

$$\% \text{ acidité} = \frac{(m - m_0) \cdot N \cdot 28.2}{PE}$$

Avec :

m_0 = La masse du ballon vide.

m = La masse du ballon remplie de la matière grasse.

PE = Prise d'essai.

TB = tombée de burette en ml.

N = Normalité de KOH = 1N.

✓ **Normes :**

La pâte doit avoir :

_ Une acidité $\leq 60\%$.

_ $30\% \leq$ Pourcentage de matière grasse $\leq 40\%$.

3.1.5/ Détermination de l'Indice de peroxyde :

✓ **Définition :** En présence de l'oxygène de l'air, les acides gras insaturés entrant dans la composition des corps gras s'oxydent en donnant des peroxydes. Ce phénomène a lieu au cours du stockage des corps gras : C'est le rancissement. La détermination de la quantité des peroxydes d'un corps gras montre son altération par oxydation. C'est peroxydes se décomposent ultérieurement en dérivés carbonylés, aldéhydes, hydrocétone (responsables de l'odeur de rance) et en divers produits oxygénés (alcools, acides...etc.).

✓ **Principe :** Le principe de la méthode repose sur le traitement d'une prise d'essai, en solution dans l'acide acétique du chloroforme, par une solution d'iodure de potassium, puis le titrage de l'iode par une solution titrée de thiosulfate de sodium. Le dosage des peroxydes formés se fait indirectement en présence d'iodure de potassium.

✓ **Réactifs :**

Chloroforme privé d'oxygène.

Acide acétique privé d'oxygène.

Iodure de potassium.

Thiosulfate de sodium 0.02 N.

Empois d'amidon se prépare par mélange d'un gramme d'amidon dans 100 ml d'eau.

✓ **Mode opératoire :** Prendre une prise d'essai de 1 à 2 g d'huile dans un flacon. Ajouter 10 ml de chloroforme, 15 ml d'acide acétique et 1 ml d'iodure de potassium saturé. Boucher le flacon, agiter pendant une minute et abandonner 5 min à l'abri de la lumière. Ajouter environ 75 ml de l'eau distillée. Titrer l'iode libéré par une solution de thiosulfate en agitant vigoureusement en présence d'empois d'amidon récemment préparée. Effectuer parallèlement et simultanément de la même façon un essai à blanc.

Remarque :

Si le résultat de l'essai à blanc excède 0.05 ml de solution de thiosulfate de sodium 0.01N, de nouveaux réactifs doivent être préparés.

✓ **e- Calcul :**

Avec :

V0 = Le volume de thiosulfate de sodium pour l'essai à blanc.

V1 = Le volume de thiosulfate de sodium pour la prise d'essai.

N = Normalité de thiosulfate.

PE = La masse de la prise d'essai en g.

3.1.6/ Détermination de la Transmittance:

✓ **But:** Ce contrôle a pour but de s'assurer que la couleur de l'huile répond aux normes.

✓ **Principe :** Le contrôle de la transmittance (ou coloration) consiste à doser la coloration de l'huile à l'aide d'un spectrophotomètre.

✓ **Mode opératoire :**

Après la mise à zéro du spectromètre (étalonnage) par de l'eau distillée, la coloration doit être 100 ou 99.99 % pour avoir un bon étalonnage. On procède à la lecture de la transmittance à 420 nm par l'échantillon mis dans une cuve en quartz.

✓ **Calcul :** La couleur de l'huile est mesurée à partir d'un colorimètre et elle peut aussi être donnée par la formule :

$$\% \text{ coloration} = \text{Transmittance} + 30$$

Type de l'huile	Normes de coloration
Huile de soja	78 à 86 %
Huile de tournesol	85 93 %

3.2 / Le test de stabilité : Test de Swift

On chauffe notre échantillon dans un bain –marie jusque à fusion et la rende homogène par agitation énergétique, dans un ballon en verre on pèse 1000 ml, ajoute 1 ml , mesure à la pipette , la solution d'indicateur 10ml d'eau distillée.



Figure 10 : Dispositif (de laboratoire) d'étude de la stabilité de l'huile de soja brute et raffinée

Le ballon contenant 700 ml d'huile de soja, est placé sous chauffage thermostaté c'est à dire à température constante de $98^{\circ}\text{C} \pm 02^{\circ}\text{C}$, l'agitation en continue grâce à agitateur magnétique à et relie à un autre tube contenant la solution indicatrice (rouge de crésol) à l'aide d'un tube en caoutchouc et on fait passer l'oxygène à la vitesse de 8 litre a l'heure soit environ 50 à 60 bulles à la minuté .on détermine à la fois le temps ou bout duquel les produit volatiles formés au cours de l'oxydation et entraines par le courant d'oxygène dans la solution d'indicateur ,provoquent l'abaissement du ph de cette solution qui vire du carmin au jaune , et on suivi l'indice de peroxyde au cours de ce temps . Les résultats sont exprime par la durée en heure entre le début de l'essai et l'observation du virage.

3.3 / Contrôle de l'acide gras libre AGL :

Principe :

Cette méthode permet la mesure de l'acidité oléique (acide gras libre) d'une huile végétale, les corps gras sont essentiellement constitués de triglycérides c'est-à-dire qu'ils contiennent dans la même molécule trois fonctions ester.

Les corps gras sont des triesters (RCOO)-CH₂-CH(RCOO)-CH₂-(RCOO) du glycérol (propane-1, 2, 3-triol) CH₂OH-CHOH-CH₂OH et d'acides gras.

Les corps gras en s'hydrolysant naturellement donnent naissance à des acides gras libres (AGL) et à des glycérols. La mesure de l'acidité libre d'un corps gras est un des meilleurs moyens de déterminer son altération par l'hydrolyse.

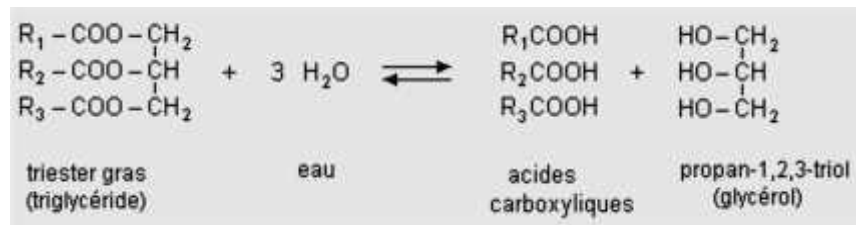


Figure : Réaction d'hydrolyse des triglycérides

L'hydrolyse basique des triglycérides à chaud permet de récupérer le triol (glycérol) et le savon.

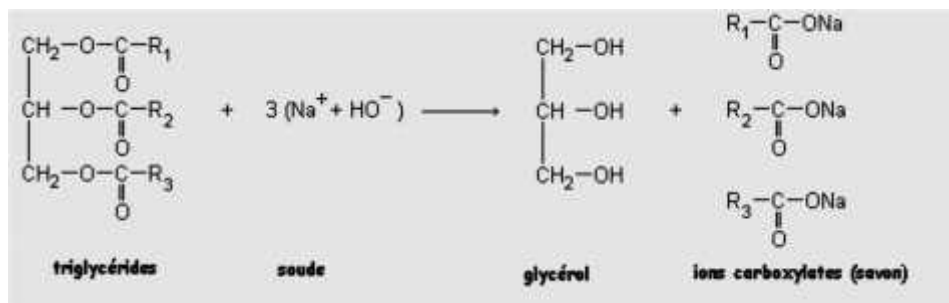


Figure Réaction de saponification des triglycérides.

Un savon est un mélange de carboxylates R-COO⁻ + M⁺, dérivés d'acides gras; M⁺ est Na⁺ ou K⁺ (suivant l'utilisation de soude ou de potasse). Après précipitation adéquate, un solide de formule RCOONa ou RCOOK forme le savon.

L'acidité est le pourcentage d'AGL (les acides gras libres) exprimés conventionnellement selon la nature du corps gras.

En ce qui concerne l'huile de soja, l'acide le plus dominant est l'acide oléique de Mw = 282g/mol sur lequel on va se baser pour effectuer notre analyse.

La référence de la méthode de contrôle est l'AOCS, qui se base sur l'extraction des acides gras de l'huile par l'alcool bouillant et leur titrage par la soude (NaOH).

Equipements et verreries :

- Erlenmayer de 250 ml. • Eprouvette de 100 ml. • Burette.

Réactifs:

- Alcool éthanol (95° - 97°) Neutralisé. • Phénophtaléine. • NaOH 0.1N

Mode opératoire :

a) Peser dans un erlenmayer :

- Entre 20 - 25 gramme d'échantillon pour : S1 - S2 - drayer - bleach - déso : huile provenant du séparateur&sécheur, l'huile décolorée et désodorisée
- Entre 03 - 05 gramme huile brute « soja ».

b) Ajouter 50 ml du solvant "éthanol neutralisé".

c) Chauffer l'échantillon une minute entre (40-50) °C.

d) Ajouter 02 gouttes de phénol phtaléines indicateur coloré.

e) Titrer le mélange sous agitation avec NaOH 0,1N jusqu'à l'apparition de la première coloration rose permanente (milieu basique).

f) La couleur doit rester pendant 30 secondes sous agitation.

Calcul :

$$\text{AGL \%} = N * V * 28.2 / \text{Prise d'essai}$$

V : Chute de la burette

N : Normalité de la soude.

3.4 / Le contrôle de production durant le raffinage

L'huile brute:

Nous avons déjà indiqué l'importance de la valeur de l'extinction spécifique à 232 nm, qui est une caractéristique permettant d'avoir une bonne idée de la qualité de l'huile brute de soja.

Les conditions climatiques, le moment de la récolte sont des facteurs qui sont directement en relation avec la qualité de l'huile et à l'origine de l'activité des 3 systèmes enzymatiques: lipase, lipoxygénase, phospholipase. Les huiles dégradées sont caractérisées par une forte teneur en FER, CHLOROPHYLLE, PRODUITS OXYDES, et la difficulté de traitement à la démucilagination.

3.5 / Les contrôles après le séchage et la décoloration:

C'est après le séchage et la décoloration que sont effectuées la plupart des analyses relatives à la marche des lignes de neutralisation.

- L'huile de soja raffinée :

- Conditionnement et neutralisation

* Addition de 0,5 pour 1000 de H₃PO₄ (base 100 %)

* Utiliser l'acide dilué à 25 %

* Temps de contact env. 30 mn

* Addition de soude caustique 2 - 4 N (80 - 160g/l)

* Température env. 80°C

- Première Centrifugation

- Premier Lavage

* Eau douce 7,5 % en poids quelques minutes * Température 90 – 95°C

- Deuxième centrifugation

- Deuxième Lavage

* Eau douce 7 %

* Température 90 – 95°C

- Troisième centrifugation

- Séchage

* Vide 30 — 60 torr

* Température env. 90°C

- Décoloration

* Température env. 90°C

* Vide env. 80 torr

* Terres décolorantes 0,7 — 0,9 %

* Temps de contact env. 30 min

- Filtration

* Utilisation de filtres automatiques ou semi-automatiques

- Desodorisation

Le stockage intermédiaire de l'huile décolorée n'est pas conseillé. Il convient de limiter le temps au maximum.

* Température 235 — 240°C

- * Vide 2 — 3 torr
- * Temps de séjour 90 min
- * Quantité de vapeur injectée env. 25 Kg/tonne
- * Refroidissement sous vide
- * Injection d'acide citrique
- Saturation à l'aide de l'Azote

Tableau 6 : Les effets des différents traitements durant le raffinage chimique

Composés gras altérés/artefacts formés		Produits éliminés/réduits
Extraction aux solvants	1. Solvants résiduels en petite quantité 2. Modifications mineures des huiles si chauffage excessif	
Démucilagination		1. Produits hydratables non gras, principalement hydrates de carbone et protéines partiellement extraits 2. Lipides non glycéridiques hydratables tels que phospholipides partiellement extraits 3. Chlorophylle (partiellement extraite), surtout si l'acide phosphorique est utilisé
Neutralisation alcaline		1. Acides gras libres et autres produits extraits 2. Phospholipides résiduels extraits 3. Composés protidiques réduits ¹ 4. Matières colorantes réduites ¹
Décoloration	1. Formation d'acides gras conjugués et destruction de peroxydes.	1. Caroténoï des extraits 2. Chlorophylle et ses produits de décomposition extraits 3. Pigments analogues au gossypol extraits 4. Agents toxiques, tels que hydrocarbures aromatiques polycycliques extraits (si on utilise le charbon actif en quantité)
Désodorisation	1. Formation d'isomères géométriques pour les acides sensibles 2. Formation de dimères linéaires et cycliques et de polymères	3. Acides gras libres, produits de décomposition des peroxydes, principes colorants et leurs produits de décomposition éliminés. 4. Stérols et esters de stérols réduits ¹ 5. Tocophérols réduits 6. Résidus de pesticides et mycotoxines totalement extraits
Hydrogénation	1. Saturation partielle 2. Formation d'isomères de position et géométriques 3. Formation de dimères linéaires et cycliques et de polymères	
Frigélisation	1. Augmentation des triglycérides insaturés	
Interestérisation au hasard	1. Réarrangement des triglycérides en une distribution au hasard plus poussée (to a more random distribution)	

Spécification de l'huile de soja après désodorisation

Acidité oléique	$\leq 0,07 \%$
Humidité	$\leq 0,04 \%$
Impuretés solides	néant
Savon	néant
Phosphore	$\leq 3 \text{ ppm}$
Fer	$\leq 0,1 \text{ ppm}$
Cuivre	$\leq 0,05 \%$
Transmission à 420 nm	$\geq 70 \%$
Dégustation	≥ 8

Résultats et Discussions

IV-1 Interprétations

- L'acidité libre permet, de contrôler le niveau de dégradation hydrolytique, enzymatique ou chimique, des chaînes d'acides gras des triglycérides. Ceci est à l'origine d'acides gras libres et de glycérides partiels (mono et diglycérides).

L'acidité libre exprimée en pourcentage d'acide oléique. Une acidité élevée est le résultat d'une oxydation poussée, qui se traduit par un rancissement de l'huile et qui est due à la dégradation des acides gras insaturés (acide oléique et linoléique) et à la production de composés secondaires d'oxydation dont certains ont été prouvés nuisibles à la santé (aldéhydes, cétones, radicaux libres, hydroperoxydes).

- L'indice de peroxyde (IP), s'exprime en milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme d'huile (meq O₂ /kg d'huile). Il estime l'état d'autoxydation de l'huile ; c'est un mécanisme lent mais inéluctable. En effet, les corps gras peuvent s'oxyder en présence d'oxygène et de certains facteurs favorisant (température élevée, eau, enzyme, trace de métaux Cu, Fe...). Cette autoxydation ou rancissement aldéhydique conduit dans un premier temps à la formation de peroxydes (ou hydroperoxydes) qui se décomposent ultérieurement en dérivés carbonylés aldéhydes et hydrocétones (responsables de l'odeur de rance) et en divers produits oxygénés (alcools, acides...).
 - Les coefficients d'extinction K₂₃₂ et K₂₇₀, sont calculés respectivement à partir de l'absorption à 232 et 270 nm, avec un spectrophotomètre UV en dissolvant l'échantillon dans le cyclohexane. Δk a été calculé à partir de l'absorbance à 266, 268 et 274 nm.

Les valeurs de l'IP ≤ 20 meq O₂/Kg d'huile ne signifient pas toujours l'absence du phénomène d'oxydation. Le recours à la détermination des coefficients (K₂₃₂, K₂₇₀) d'absorbance dans l'ultraviolet, renseigne sur la présence ou l'absence de produits d'oxydation secondaire dans l'huile. Les hydroperoxydes des premiers stades de l'oxydation absorbent à 232 nm, alors que les produits d'oxydation secondaires tels que les cétones insaturées-dicétones absorbent au voisinage de 270 nm.. L'absorbance dans l'ultraviolet est un moyen d'évaluation de l'état de conservation de l'huile. C'est également un indicateur sur la douceur de la méthode d'extraction et sur l'oxydation par surexposition de l'huile à l'air lors de la trituration. Plus l'extraction se fera à température basse (<28°) et moins il y aura de contact avec l'air pendant l'extraction, et plus les valeurs de K₂₃₂, K₂₇₀, seront faibles.

IV-2 Détermination de l'Acidité et des traces de savons lors des étapes de production à Cogral Alger

1. Lors de la Neutralisation

Acidité	Temps (h)
0.07	1
0.06	2
0.08	3

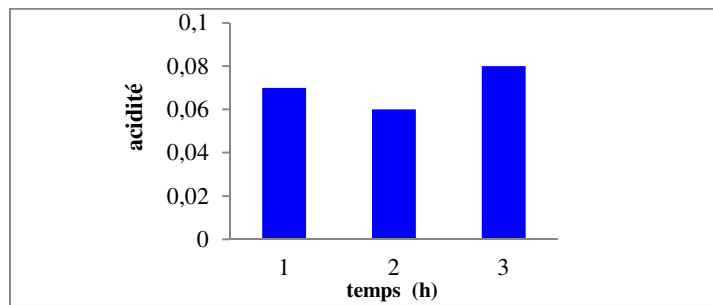


Figure 11 : histogramme Indice d'acide lors de la neutralisation

Trace de savon (ppm)	Temps (h)
608	1
722	2
653	3

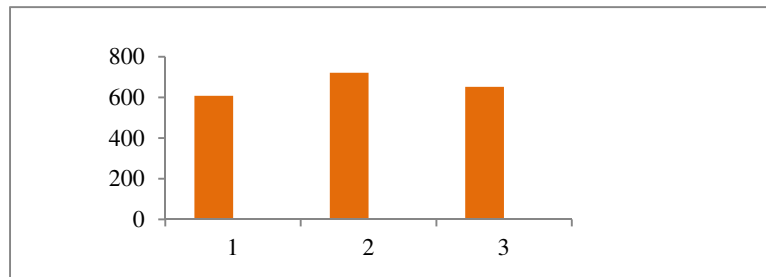


Figure 12 : histogramme traces de savon lors de la neutralisation

2 Lors du lavage

Acidité	Temps (h)
0.06	1
0.07	2
0.06	3

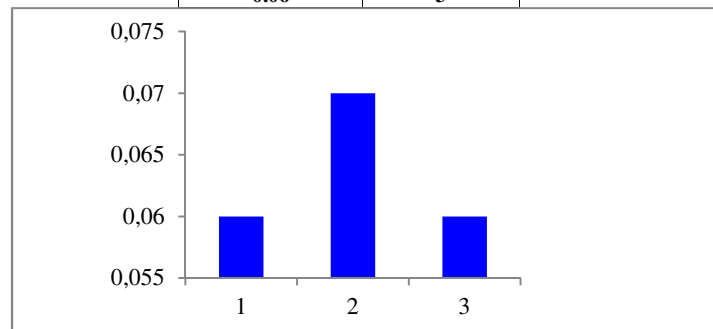


Figure 13 : histogramme Indice d'acide lors du lavage

Trace de savon (ppm)	Temps (h)
57	1
76	2
68	3

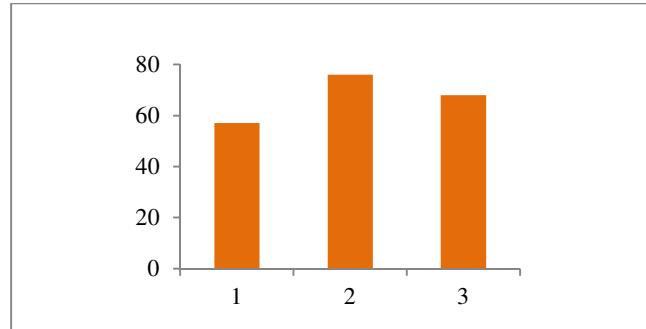
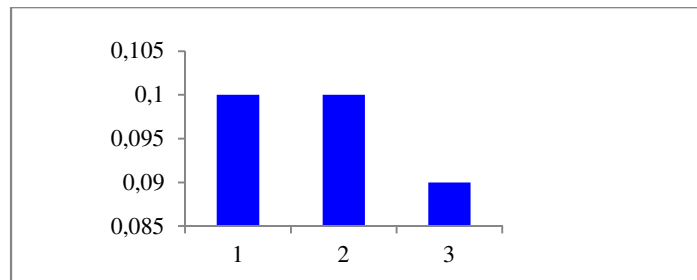


Figure 14 : histogramme traces de savon lors du lavage

3 Lors du Séchage

Acidité	Temps (h)
0.1	1
0.1	2
0.09	3

Figure 15 : histogramme Indice d'acide lors du Sechage



Trace de savon	Temps (h)
7.6	1
3.8	2
15.2	3

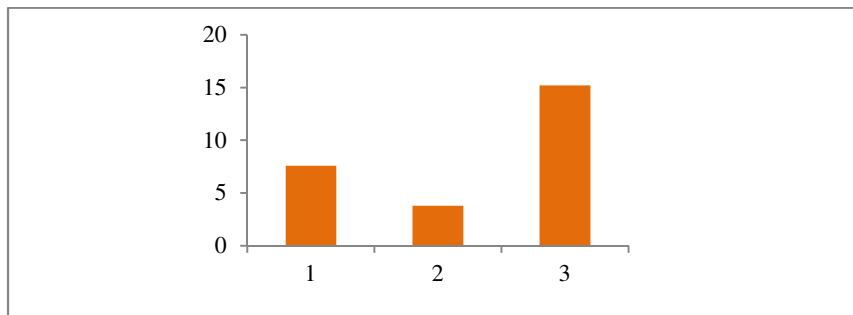


Figure 16 : histogramme traces de savon lors du sechage

4. Lors de la Décoloration

Acidité	Temps (h)
0.06	1
0.08	2
0.09	3

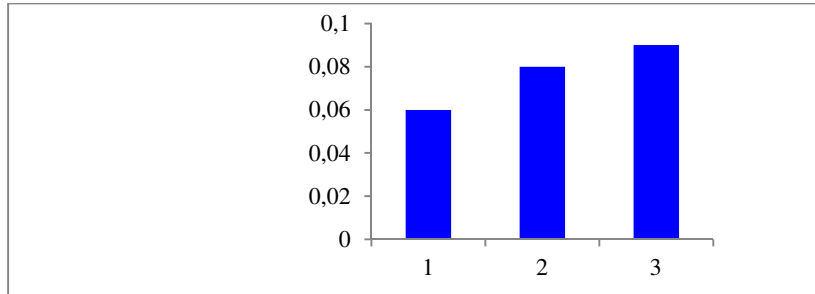


Figure 17 : histogramme Indice d'acide lors de la Décoloration

Trace de savon	Temps (h)
2.1	1
2.1	2
9.5	3

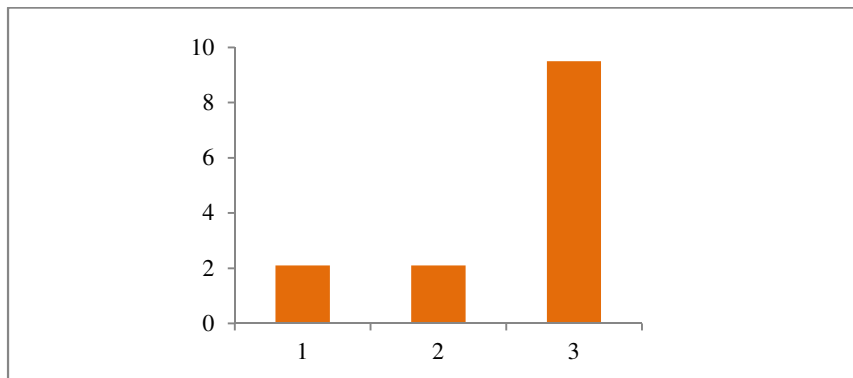


Figure 18 : histogramme traces de savon lors de la décoloration

IV- 3 Résultats de l'évolution des AGL et IP

Les résultats des analyses de AGL et de IP réalisées sont regroupés dans les deux tableaux suivants (tableau 8 et tableau 9) :

Tableau 7: Valeur des AGL en fonction des variables Température, Pression et AGL de l'huile brute.

Date d'Analyse	% AGL H.Brute	Les variables	Huile Neutralisé	Huile Désodorisé
22/05/2017		Pression mBar		21
		Température °C	62	246
		AGL %	0,090	0,037
30/05/2017		Pression mBar		33
		Température °C	63	241
		AGL %	0,092	
12/06/2017		Pression mBar		13,6
		Température °C	55	242
		AGL %	0,1	0,044
27/06/2017		Pression mBar		4,7
		Température °C	65	242
		AGL %	0,053	0,028
11/07/2017		Pression mBar		5,1
		Température °C	63	244
		AGL %	0,124	0,052

A noter que :

- le temps de séjour est de 20 minutes pour la neutralisation et d'un niveau de 70% pour la désodorisation,
- Concentration de la soude caustique : 20% (en masse)
- La quantité de phosphore résiduelle dans l'huile dégomée : moins de 2 ppm
- Le débit de l'huile traité : 25000Kg/h

Tableau 8: Valeur de Indice de Peroxyde en fonction des AGL de l'huile brute et de l'huile traité.

Date d'analyse	Huile brute		Huile traitée	
	AGL (%)	IP(m.equi O2/Kg)	AGL (%)	IP(m.equi O2/Kg)
22/05/2017	0,47	1,8	0,037	0,43
30/05/2017	0,47	1,8	0,055	0,8
12/06/2017	1,03	2,39	0,052	0,79

Discussion :

Du tableau, on peut tirer les conclusions suivantes :

Une relation intime entre la valeur d'AGL de l'huile brute et celle de l'huile traitée.

En effet, lorsque la valeur d'AGL de l'huile brute est élevée celle de l'huile traitée l'est aussi et inversement (avec température et pression respectées).

Dans le cas où les conditions de travail (température et pression) ne sont pas respectées. Ceci peut altérer la valeur d'AGL finale.

Du tableau 9 on peut également conclure une relation entre la valeur de IP et celle de AGL de l'huile traitée.

A une valeur élevée de AGL correspond une valeur également élevée de IP et inversement.

Ceci peut être expliqué comme suit :

Dans le cas où la valeur de AGL finale est élevée ceci conduit à une oxydation rapide des acides gras libres en formant des peroxydes d'où élévation de l'indice de ceux-ci.

Conclusion

Le soja prend une place de plus en plus grande dans l'alimentation humaine car l'industrie agroalimentaire l'inclut dans de nombreux aliments de consommation courante. Il a d'abord été à l'origine de produits traditionnels asiatiques fermentés comme la sauce soja, ou non fermentés comme le tofu. La graine de soja possède en effet une composition exceptionnelle : 40 % de protéines et 20 % de lipides riches en acides gras polyinsaturés, ainsi que des micronutriments qui apporteraient au soja, par une action synergique, des propriétés préventives à l'égard des maladies cardiovasculaires et des cancers. Il possède cependant des isoflavones, phyto-estrogènes qui peuvent interagir avec les récepteurs oestrogéniques de l'organisme et induire des effets biologiques. Cependant les effets induits des isoflavones liés aux récepteurs oestrogéniques sont soumis à différentes variables comme les conditions d'exposition (âge, état de santé, dose et durée d'exposition), les cibles biologiques ou encore les aptitudes métaboliques de chacun.

Ce travail, montre globalement que le procédé de raffinage (par voie chimique ou « physique ») est le plus souvent très efficace pour garantir la sécurité sanitaire des huiles et corps gras raffinés et leur conformité avec les exigences réglementaires. Les conditions d'élimination optimales de certaines catégories de contaminants sont maintenant bien connues (solvants résiduels, traces métalliques, HAP, la majorité des substances phytosanitaires susceptibles de contaminer les oléagineux, etc.) ; mais d'autres, notamment les nouveaux contaminants potentiels plus ou moins résistants au raffinage, réclament des études spécifiques et une optimisation réaliste des procédés : nouvelles substances actives phytosanitaires. C'est pourquoi, l'identification de critères physicochimiques indicatifs d'un probable comportement de composés potentiellement dangereux pour la santé.

Le travail réalisé, a porté sur le raffinage de l'huile de soja et plus particulièrement au niveau des sections de neutralisation et de désodorisation s'effectuent l'élimination des acides gras libres. D'après les résultats obtenues, on peut tirer les constatations suivantes :

- ✓ La relation entre les valeurs de AGL de l'huile brute et celle traitée.

En effet, une valeur élevée des AGL de l'huile brute entraîne une élévation de la valeur de FFA de l'huile traitée. Aussi, la relation entre la valeur de IP et celle des AGL de l'huile traitée. En effet, une valeur des AGL, élevée, conduit à une oxydation rapide, générant des peroxydes (indice de Peroxyde élevé). En fin, les résultats des enquêtes rappelées plus haut démontrent des valeurs de AGL généralement dans les normes, tant que les conditions de travail sont respectées. Rappelons que la teneur en acides gras libres est un indice de qualité très important : plus elle base, plus l'huile est stable et mieux elle se conserve.

Références bibliographique

Jacque, M. (2013, 06 Juin). Du Brésil à l'Inde, l'explosion mondiale de la culture du soja. *Les Echos*. Consulté le 13 Novembre, 2013

Meynard, J.-M., & Cresson, C. (2011). Le Conseil Scientifique de l'Agriculture Biologique identifie 8 priorités de recherche-développement. *NESE(35)*, pp. 27-40. Consulté le 11 Novembre, 2013

Billon, A., Neyroumande, E., & Deshayes, C. (2009). *Vers plus d'indépendance en soja d'importation pour l'alimentation animale en Europe - cas de la France*. ENESAD et WWF-France. Consulté le 10 Novembre, 2013

Colot, C., & Louis, H. (2012). *Les protéines de soja et leur utilisation en agroalimentaire*. Consulté le Janvier 08, 2013, sur <http://www.univ-rouen.fr/ABISS/L3CAB/soja/index.htm>

Cahuzac-Picaud, M. (2010). Les huiles végétales, intérêt diététique et gastronomique. *Phytothérapie(8)*, pp. 113-117. Consulté le Avril 09, 2013

CTA. (2011). *Note de synthèse - mise à jour 2011: le secteur des oléagineux*. (A. I. analysé, Éd.) Consulté le Janvier 11, 2013, sur [http://agritrade.cta.int/fr: http://agritrade.cta.int/fr/Agriculture/Produits-de-base/Oleagineux/Note-de-synthese-mise-a-jour-2011-Secteur-des-oleagineux#page=/\(from\)/\(until\)/11-01-2013/\(sortby\)/date/\(search\)/cross/\(nodeid\)/7586/\(commodities\)/7805](http://agritrade.cta.int/fr: http://agritrade.cta.int/fr/Agriculture/Produits-de-base/Oleagineux/Note-de-synthese-mise-a-jour-2011-Secteur-des-oleagineux#page=/(from)/(until)/11-01-2013/(sortby)/date/(search)/cross/(nodeid)/7586/(commodities)/7805)

Anses. (2012). *Teneur par constituant pour 100 grammes d'aliment comestible, vitamine K*. Consulté le 02 Novembre, 2013, sur Table de composition nutritionnelle Ciqual 2012: <http://www.ansespro.fr>

Chatenet, C. (2007). Le soja, une plante étonnante, un aliment incontournable. *Actualités pharmaceutiques(469)*, p. 37. Consulté le Décembre 14, 2012

Massy, Z., Brazier, M., Housieaux, E., Kamel, S., & Wattel, A. (2008). Le Cholestérol. *Le Moniteur des pharmacies(2747)*. Consulté le Avril 10, 2013

Lecerf, J.-M. (2011). Vegetable oils: Particularities and usefulness. *Médecine des maladies Métaboliques*, 5(3), pp. 257-262. Consulté le Avril 03, 2013

Roussel, M. (2005). *De l'aliment au complément alimentaire, les miracles du soja*. Alpen Editions. Consulté le 20 Novembre, 2012

Solanet, G., Levard, L., Castellanet, C., & Feret, S. (2011). *L'impact des importations européennes de soja sur le développement des pays producteurs du Sud*. Paris ; Nogent-sur-Marne: CFSI ; Gret.

Lecerf, J.-M. (1995). L'intérêt nutritionnel du soja. *Nutrition clinique et métabolisme*(9), p. 137. doi:10.1016/S0985-0562(05)80091-3

Lecerf, J.-M. (2007). Phytoestrogènes et os: de nouvelles données. *Cahiers de nutrition et de diététique*(42), pp. 207-217. Consulté le 18 Janvier, 2013

Biesalski, H. K., & Grimm, P. (2010). *Atlas de poche de nutrition* (éd. 4e). Paris: Lavoisier. Consulté le Janvir 24, 2013

Bhardwaj, H., Hamama, A. A., Rangappa, M., Joshi, J. M., & Sapra, V. T. (2003). Effects of soybean genotype and growing location on oil and fatty acids in tofu. *Plant Foods for Human Nutr*, 58(3), pp. 197-205. Consulté le Mars 21, 2013

Chevallier, L. (2009). *Nutrition: principes et conseils* (éd. 3e). Masson. Consulté le Mars 12, 2013.

Chanussot, F. (2008). *Lécithine, métabolisme et nutrition*. Lavoisier. Consulté le 09 Avril, 2013.

Arnesen, E., Refsum, H., Bonna, H., Ueland, P., Forde, O., & Nordrehaug, J. (1995). Serum total homocysteine and coronary heart disease. *Int J Epidemiol*(24), pp. 704-709. Consulté le 12 Avril, 2013

Avis de l'Anses relatif aux risques liés à l'utilisation de boissons autres que le lait maternel et les substituts du lait maternel dans l'alimentation des nourrissons de la naissance à 1 an, Saisine n° 2011-SA-0261 (Anses 5 Février, 2013). Consulté le 16 Octobre, 2013

Biesalski, H. K., & Grimm, P. (2010). *Atlas de poche de nutrition* (éd. 4e). Paris: Lavoisier. Consulté le Janvir 24, 2013

Hubert, J. (2006). *Caractérisation biochimique et propriétés biologiques des micronutriments du germe de soja – Etude des voies de sa valorisation en nutrition et santé humaines*. Thèse de doctorat, École doctorale des Sciences Ecologiques, Vétérinaires, Agronomiques et Bioingénieries, Qualité et sécurité des aliments, Toulouse. Consulté le Décembre 18, 2012

McCully, K. (1996). Homocysteine and vascular disease. *Nat Med*(2), pp. 386-389. Consulté le 12 Avril, 2013

Billon, A., Neyroumande, E., & Deshayes, C. (2009). *Vers plus d'indépendance en soja d'importation pour l'alimentation animale en Europe - cas de la France*. ENESAD et WWF-France. Consulté le 10 Novembre, 2013

Solanet, G., Levard, L., Castellanet, C., & Feret, S. (2011). *L'impact des importations européennes de soja sur le développement des pays producteurs du Sud*. Paris ; Nogent-sur-Marne: CFSI ; Gret.

Berset C, Cuvelier M.E. Méthodes d'évaluation du degré d'oxydation des lipides et de mesure du pouvoir antioxydant. *Science des Aliments* 1996 ; 16 : 219-245.

Berset C. Pigments phénoliques : structures, stabilité, marché des colorants naturels et effets sur la santé. In: P. Sarni-Manchado, V. Cheynier (coord.), *Les polyphénols en agroalimentaire*. Paris : Lavoisier, 2006.

Cuvelier ME, Latino-Martel P. Additifs antioxygènes. In : B de Reynal (coord.), *Additifs et auxiliaires de fabrication dans les industries alimentaires, 4^e édition*. Paris : Lavoisier, 2009 : 183-214.

Cuvelier ME, Maillard M.N. Revue : Comment évaluer l'efficacité des antioxydants alimentaires ?. *Science des Aliments* 2007 ; 27 : 259-282.

Frankel, EN. *Lipid oxidation*. The Oily Press LTD, Dundee, 1998.

Frankel E.N. Antioxidants in food and biology. Dundee : The Oily Press LTD, 2007.

Gunstone F. *Oils and fats in the food industry. Food industry briefing series*. Oxford : Ed. Wiley-Blackwell, 2007.

Graille J. *Lipides et corps gras alimentaires*. Collection Sciences & Techniques agroalimentaires, Ed. Tec&Doc, Paris : Lavoisier, 2003.

Jeanet R, Croguennec T, Schuck P, Brulé G. *Science des aliments- Biochimie-Microbiologie-Procédés-Produits. Vol.1 Stabilisation biologique et physico-chimique*. Ed. Tec&Doc, Paris : Lavoisier, 2006.

Labuza T, Dugan L. Kinetics of lipid oxidation in foods. *CRC Critical Reviews in Food Technology* 1971 ; 2 : 355-405.

Ramli F. Valorisation des antioxydants du colza, du soja et du tournesol dans le but de protéger les acides gras polyinsaturés des huiles correspondantes au cours de la conservation et de la friture profonde. Thèse de Doctorat de l'Institut des Sciences et Industries du Vivant

et de l'Environnement (AgroParisTech), spécialité Sciences et Procédés Alimentaires, Massy, 20 juillet 2010.

Le monde du soja : Jean-Pierre BERTRAND, Catherine LAURENT, Vincent LECLERCQ, Edition La Découverte, Repères, 1984.

Documentation de l'usine AFIA.

Encyclopédie WIKIPEDIA.

Sciences et Techniques des Aliments, Soumis par M. EL ATYQY le mer, 15/12/2010, Accès internet : [http:// www.azaquar.com](http://www.azaquar.com).

Alimentation et nutrition humaines, Henri Dupin, Jean-Louis Cuq, 1992 ESF éditeur ISBN 2.7101.0892.5 - Google Livre.

La Qualité Et Son Évolution Dans Le Poisson Frais, Edité par H.H. Huss, Laboratoire de technologie, Ministère de l'agriculture et des pêches, Danemark ; FAO1999.

Biochimie Agroalimentaire. Accès internet : [http:// www. biochim-agro.univ-lille1.fr](http://www.biochim-agro.univ-lille1.fr).

LIPIDES, AE/22lipi.doc/27/08/99.

Noguchi N. et al., 2002. The specificity of lipoxygenase-catalyzed lipid peroxidation and the effects of radical-scavenging antioxidants. *Biol. Chem.*, 383, 619-626.

Pereira E.D.J., Panek A.D. & Eleutherio E.C.A., 2003. Protection against oxidation during dehydration of yeast. *Cell Stress Chaperone*, 8, 120-124.

Berrim Hamza, 2012/2013. Analyse et Contrôle de la Qualité: Mise en valeur des huiles de soja, Mémoire Master Académique.

Suivi et comparaison des paramètres physico-chimiques de l'huile de soja raffinée chimiquement et enzymatiquement, produites par Cévital. [En ligne]-Accès internet : <http://www.memoireonline.com>.

Claudine Robert-Hoarau ;Alimentation santé Alimentation plaisir une question d'équilibre, Edition Lanore - Google Livre.

Kahina Bouhadjar, 2011/2012 ,chimie de l'environnement, Etude de l'effet des antioxydants naturels et de synthèse sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge, Mémoire Master Académique.

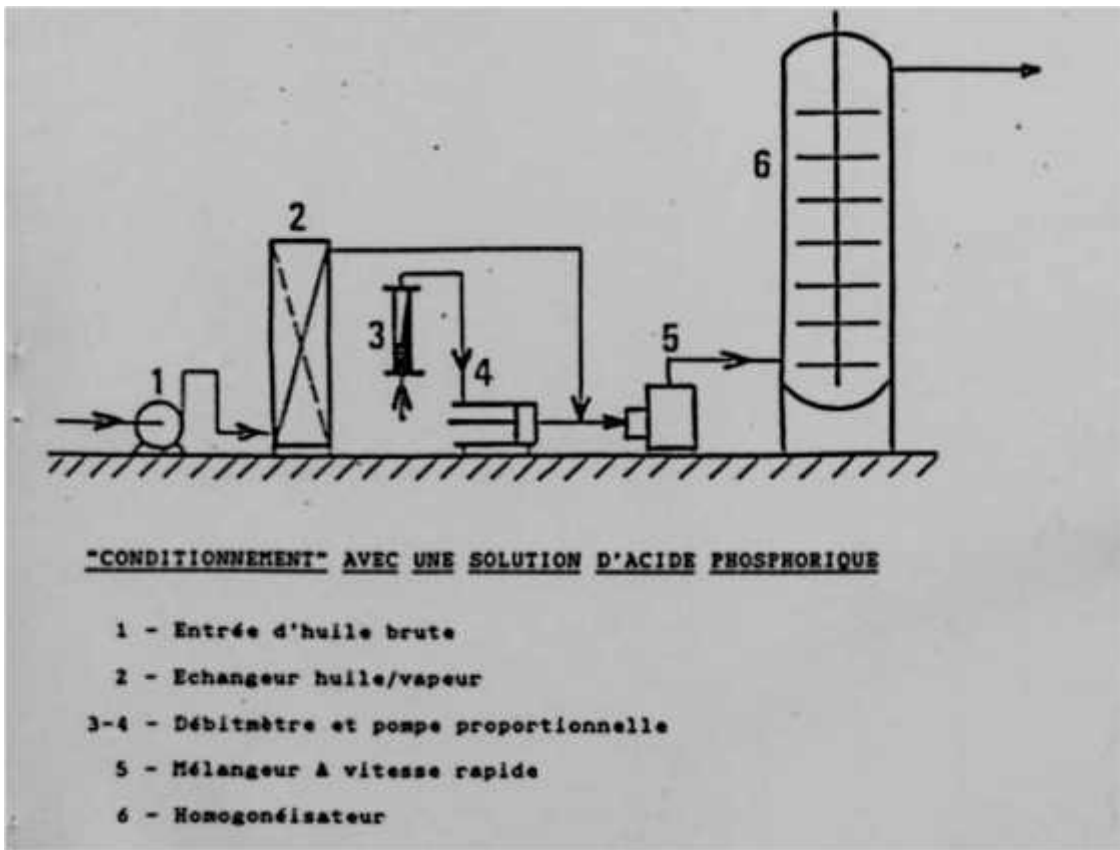
Technologies des corps gras (huiles et graisses végétales), Xavier PAGÈS-XATART-PARÈS
Responsable du département Technologie et environnement de l'ITERG (Institut des corps
gras), Ingénieur-chimiste, 10/07/2012.

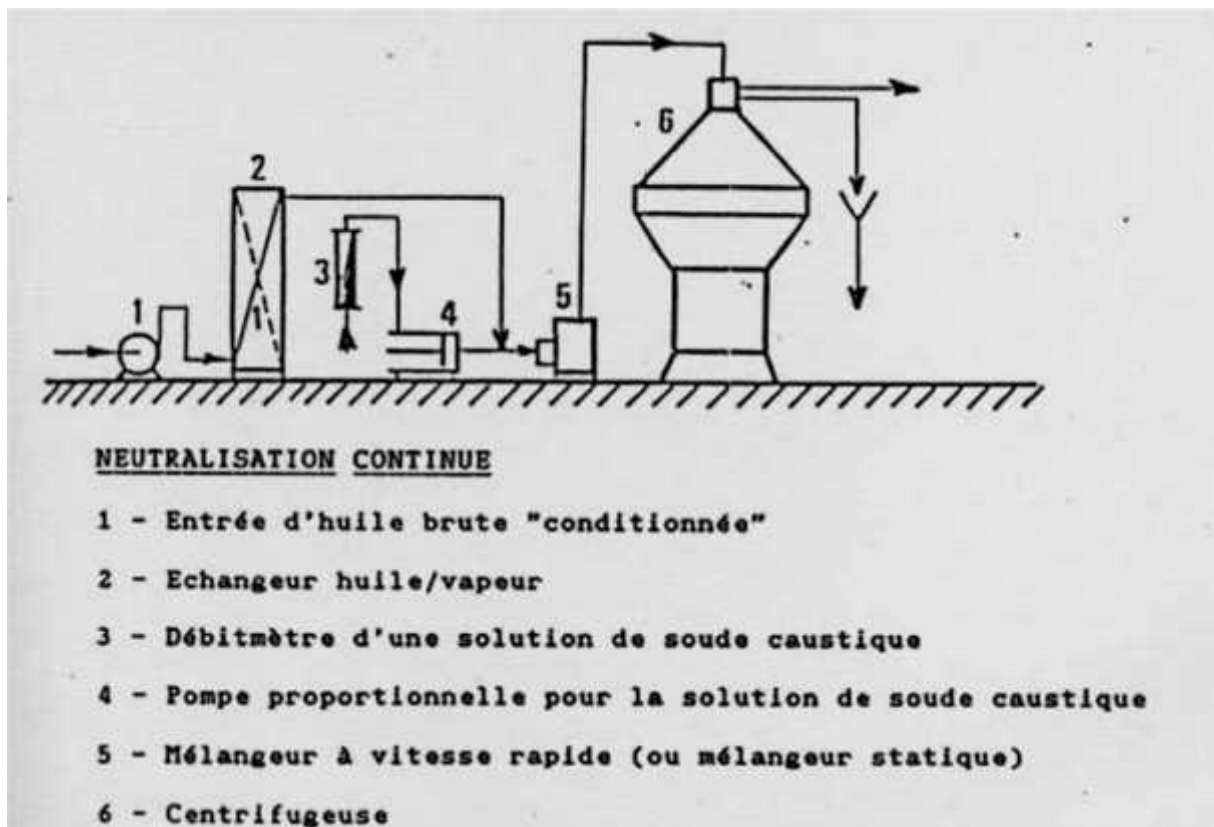
Baccalauriat professionnel Industries de Procédés , Etude d'un procédés industriel, session
2013.

Les huiles végétales : 2 000 plantes oléagineuses répertoriées ; Institut Français des Huiles
Vegetales Pures, mise à jour du 10/12/05, site : <http://institut.hvp.free.fr>.

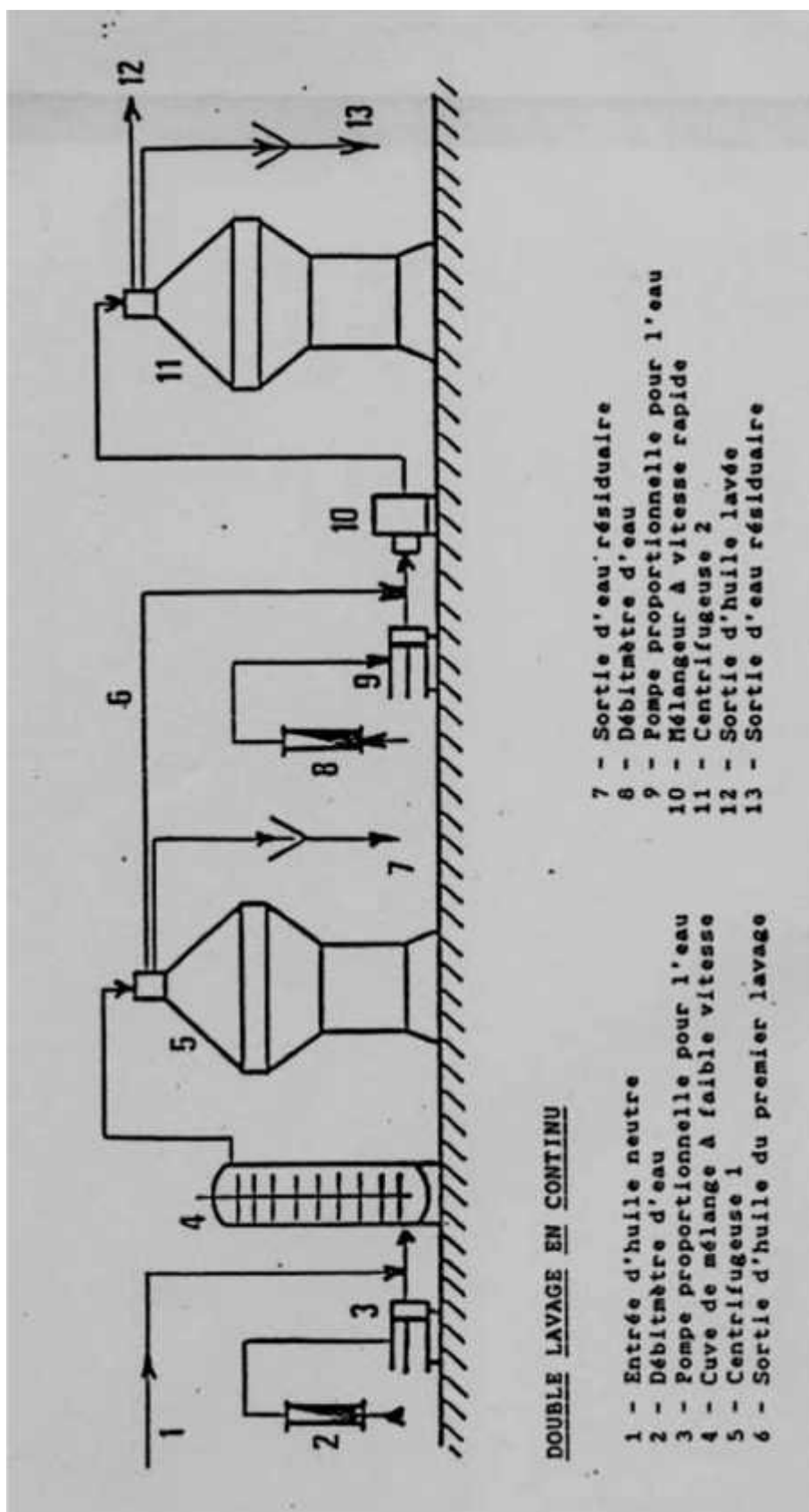
Les Huiles Alimentaires ; Accès internet : [http:// www.bio-c-bon.eu](http://www.bio-c-bon.eu).

Annexes 1



Annexe 2

Annexe 3



DOUBLE LAVAGE EN CONTINU

- 1 - Entrée d'huile neutre
- 2 - Débitmètre d'eau
- 3 - Pompe proportionnelle pour l'eau
- 4 - Cuve de mélange à faible vitesse
- 5 - Centrifugeuse 1
- 6 - Sortie d'huile du premier lavage

- 7 - Sortie d'eau résiduaire
- 8 - Débitmètre d'eau
- 9 - Pompe proportionnelle pour l'eau
- 10 - Mélangeur à vitesse rapide
- 11 - Centrifugeuse 2
- 12 - Sortie d'huile lavée
- 13 - Sortie d'eau résiduaire

Annexe 4**SPECIFICATIONS DE L'HUILE DE SOJA APRES DESODORISATION**

Acidité oléique	≤ 0,07 %
Humidité	≤ 0,04 %
Impuretés solides	néant
Savon	néant
Phosphore	≤ 3 ppm
Fer	≤ 0,1 ppm
Cuivre	≤ 0,05 %
Transmission à 420 nm	≥ 70 %
Dégustation	≥ 8
Teneur en oxygène	≤ 80 mm Hg
Indice de peroxyde	≤ 0,1 meq/kg

Annexe 5SPECIFICATIONS DE L'HUILE DE SOJAAPRES SECHAGE

Acidité oléique	≤ 0,1 %
Humidité	≤ 0,08 %
Phosphore	≤ 5 ppm
Savon (méthode WOLFF)	≤ 50 ppm

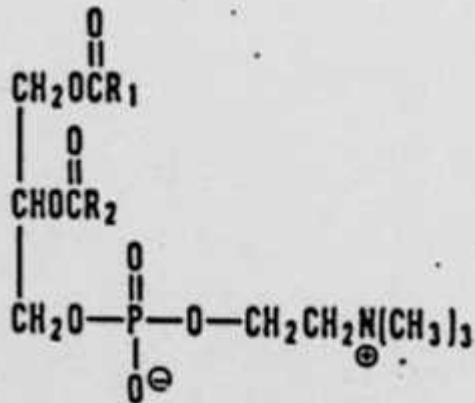
APRES DECOLORATION

Savon	0
Phosphore	≤ 3 ppm
Chlorophylle	≤ 0,02 ppm
Acidité oléique	≤ 0,1 %

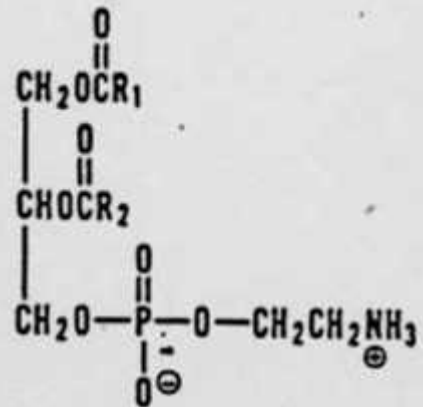
Annexe 6

FORMULES CHIMIQUES DES 3 PRINCIPALES PHOSPHATIDES

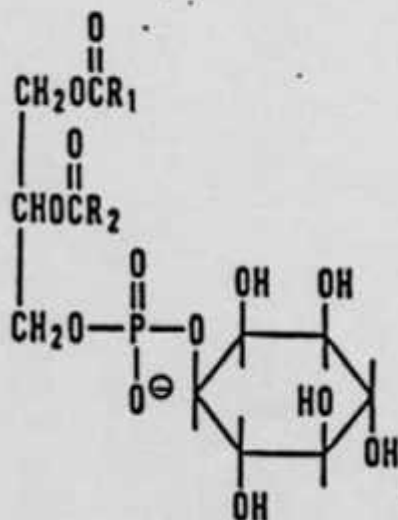
DES LECITHINES DE SOJA



Phosphatidylcholine



Phosphatidylethanolamine



Phosphatidylinositol

R_1 and $R_2 = \text{C}_{15}-\text{C}_{17}$
hydrocarbon
chains.