

## **SOMMAIRE**

<i>Liste des figures</i>	
<i>Liste des tableaux</i>	
<i>Liste des annexes</i>	
<i>Liste des abréviations</i>	
<i>Glossaire</i>	
<b>INTRODUCTION</b>	<b>1</b>
<b>Partie I : CONTEXTE GENERAL</b>	<b>2</b>
1.1. PRESENTATION DE L'ENTREPRISE	2
1.1.1. Présentation de l'entreprise	2
1.1.2. Vocation de l'usine	2
1.1.3. Historique	2
1.1.4. Place sur le marché	2
1.1.4.1. Sur le plan international	2
1.1.4.2. Sur le plan national	3
1.1.5. Concurrence	3
1.1.6. Organisation générale	3
1.2. METHODOLOGIE D'ETUDE	5
1.2.1. Problématique	5
1.2.2. Contexte actuel du TOP et la naissance du sujet	5
1.2.3. Méthodologie de recherche	5
1.2.3.1. Hypothèse de travail	5
1.2.3.2. Méthode d'approche adoptées	6
1.3. GENERALITE SUR LE SOJA	7
1.3.1. Le soja	7
1.3.1.1. Morphologie	7
1.3.1.2. Composition de la graine de soja	7
1.3.1.3. Utilisation du soja	7
1.3.1.4. Production mondiale et nationale de soja	8
1.3.2. La matière première de la raffinerie	8
1.4. PRINCIPES DE RAFFINAGE DE L'HUILE VEGETALE	9
1.4.1. Démucilagination	9
1.4.1.1. Généralité	9
1.4.1.2. Principe et mécanisme de la démucilagination	9
1.4.2. Neutralisation	10
1.4.2.1. Généralités	10
1.4.2.2. Procédés de neutralisation	10
1.4.3. Décoloration	11
1.4.3.1. Généralité	11
1.4.3.2. Condition opératoire	11
1.4.3.3. Conduite de la décoloration	11
1.4.4. Désodorisation	11
1.5. PROCESSUS INDUSTRIEL DE RAFFINAGE DE L'HUILE BRUTE DE SOJA	13
1.5.1. Neutralisation	13
1.5.1.1. Prétraitement ou conditionnement	13
1.5.1.2. Neutralisation ou première étape de neutralisation	14
1.5.1.3. Deuxième étapes de neutralisation : reraffinage	15
1.5.1.4. Lavage	15
1.5.1.5. Séchage	16

1.5.2. Décoloration.....	16
1.5.2.1. Principe de la décoloration .....	16
1.5.2.2. Filtration .....	18
1.5.3. Désodorisation .....	18
1.5.3.1. Principe.....	18
1.5.3.2. Les étapes de la désodorisation .....	19
1.5.4. Conditionnement .....	20
1.5.4.1. Lavage fûts .....	20
1.5.4.2. Conditionnement .....	21
CONCLUSION PARTIELLE I .....	23
<b>Partie II :CONTROLE DE QUALITE DE L'HUILE ALIMENTAIRE DE SOJA.....</b>	<b>24</b>
2.1. GESTION DE LA QUALITE.....	24
2.1.1. Démarche qualité .....	24
2.1.1.1. Qualité .....	24
2.1.2.2. Niveau de la démarche qualité .....	24
2.1.2. Principes de l'hygiène alimentaire .....	25
2.2. CONTROLE QUALITE A LA RAFFINERIE.....	26
2.2.1. Contrôle qualité durant le raffinage .....	26
2.2.2. Analyses sensorielles.....	27
2.2.3. Caractéristiques physiques de l'huile .....	28
2.2.3.1. Densité.....	28
2.2.3.2. Indice de réfraction.....	28
2.2.4. Caractéristiques chimiques de l'huile.....	28
2.2.4.1. Indice d'acide et acidité.....	28
2.2.4.2. Indice d'iode.....	33
2.2.4.3. Indice de saponification .....	33
2.2.4.4. Indice de peroxyde .....	34
2.3. ORIGINE DES ANOMALIES ET DE LA NON CONFORMITE DURANT LE RAFFINAGE .....	35
2.3.1. Matières premières.....	35
2.3.1.1. Huile brute de soja.....	35
2.3.1.2. Produits chimiques .....	35
2.3.2. Méthode .....	36
2.3.3. Main d'œuvre .....	36
2.3.4. Matériels.....	36
2.3.5. Milieux.....	37
2.4. EVALUATION DE LA CONSOMMATION EN INTRANTS ET LES PERTES DURANT LE RAFFINAGE DE L'HUILE DE SOJA.....	38
2.4.1. Utilités .....	38
2.4.1.1. Eau.....	38
2.4.1.2. Vapeur .....	38
2.4.1.3. Fluide thermique .....	38
2.4.1.4. Air comprimé .....	39
2.4.1.3. Energie électrique.....	39
2.4.2. Matières consommables .....	39
2.4.3. Etude de la consommation en soude de l'usine.....	40
2.4.3.1. Quantité de soude consommée lors de la neutralisation .....	40
2.4.3.2. Quantité théorique de soude nécessaire pendant la neutralisation .....	40
2.4.4. Pertes pendant le raffinage .....	42
2.4.4.1. Pertes inévitables.....	43

2.4.4.2. Pertes évitables .....	43
2.4.4.3. Pertes au raffinage .....	43
2.5. ORIGINE DE DEGRADATION DE L'HUILE .....	44
2.5.1. Réaction de Maillard .....	44
2.5.2. Oxydation des lipides .....	44
2.5.2.1. Schéma général des réactions d'oxydation des lipides .....	44
2.5.2.2. Mécanismes des réactions .....	45
2.5.2.3. Quelques facteurs affectant l'oxydation .....	46
2.5.2.4. Conséquences de l'oxydation des lipides .....	46
CONCLUSION PARTIELLE II .....	47
<b>Partie III :LE SYSTEME HACCP :DEVELOPPEMENT ET MISE EN PLACE.....</b>	<b>48</b>
3.1. DEFINITION .....	48
3.1.1. HACCP .....	48
3.1.2. Dangers .....	48
3.1.3. Point critique et CCP .....	48
3.2. OBJECTIFS .....	49
3.3. AVANTAGES .....	49
3.4. HISTORIQUE .....	50
3.5. PRINCIPES .....	51
3. 6. ETAPES .....	52
3.6.1. 1 <sup>ère</sup> étape : Constitution de l'équipe HACCP .....	52
3.6.2. 2 <sup>ème</sup> étape : Description du produit .....	52
3.6.3. 3 <sup>ème</sup> étape : Utilisation attendue du produit .....	53
3.6.4. 4 <sup>ème</sup> étape : Etablissement du diagramme de fabrication .....	53
3.6.5. 5 <sup>ème</sup> étape : Vérification sur site du diagramme de fabrication .....	53
3.6.6. 6 <sup>ème</sup> étape : Analyse des dangers (Principe 1) .....	53
3.6.7. 7 <sup>ème</sup> étape : Identification des CCP pour la maîtrise (principe 2) .....	54
3.6.8. 8 <sup>ème</sup> étape : Etablissement des limites critiques (Principe 3).....	55
3.6.9. 9 <sup>ème</sup> étape : Etablissement d'un système de surveillance (Principe 4) .....	56
3.6.10. 10 <sup>ème</sup> étape : Etablissement des mesures correctives (Principe 5) .....	56
3.6.11. 11 <sup>ème</sup> étape : Etablissement d'une procédure de vérification (Principe 6).....	57
3.6.12. 12 <sup>ème</sup> étape : Etablissement d'un système documentaire .....	57
CONCLUSION PARTIELLE III.....	59
<b>Partie IV :ETUDE PREVISIONNELLE DE LA MISE EN ŒUVRE DU SYSTEME</b>	
<b>HACCP AU SEIN DE LA RAFFINERIE TOP .....</b>	<b>60</b>
4.1. DEMARCHE HACCP .....	60
4.1.1. Phase préliminaire : mise en place .....	60
4.1.2. Analyse des dangers (Phase 1).....	60
4.1.3. Caractérisation des points critiques (Phase 2).....	60
4.1.4. Définition du système de surveillance (Phase 3) .....	61
4.1.5. Vérification de la performance du système HACCP (Phase 4) .....	61
4.2. MANUEL HACCP .....	62
4.2.1. Constitution de l'équipe (Etape 1) .....	63
4.2.2. Description des produits (Etape 2) .....	64
4.2.2.1. Matière première .....	64
4.2.2.2. Produit final .....	64
4.2.3. Utilisation attendue du produit fini (Etape 3).....	65
4.2.4. Diagramme de fabrication après vérification sur site (Etape 4 et 5) .....	66
4.2.5. Analyse des dangers (Etape 6).....	69
4.2.6. Détermination des CCP (Etape 7) .....	72

---

4.2.7. Etablissement des limites critiques (Etape 8) .....	73
4.2.8. Surveillance des CCP (Etape 9).....	744
4.2.9. Détermination des actions correctives (Etape 10).....	74
4.2.10. Mise en place des procédures de vérification (Etape 11).....	78
4.2.11. Etablissement d'un système documentaire (Etape 12).....	78
4.3. CONTROLES SUPPLEMENTAIRES .....	78
4.3.1. Inspection du camion citerne .....	78
4.3.2. Hygiène et sécurité alimentaire.....	78
4.3.3. Critères environnementaux .....	79
4.3.3.1. Traitements et épurations des effluents .....	79
4.3.3.2. Considération des pollutions atmosphériques .....	80
4.3.3.3. Suggestions d'amélioration et recommandations.....	80
CONCLUSION PARTIELLE IV.....	81
<b>CONCLUSION G E N E R A L E .....</b>	<b>82</b>

## *liste des figures*

<b>Figure 1</b> : Organigramme de la société .....	4
<b>Figure 2</b> : Schéma de principe de la neutralisation de l'huile de soja .....	15
<b>Figure 3</b> : Schéma de principe de la décoloration .....	17
<b>Figure 4</b> : Schéma de principe de la désodorisation .....	20
<b>Figure 5</b> : Processus de lavage fûts .....	22
<b>Figure 6</b> : Processus de conditionnement de l'huile raffinée .....	22
<b>Figure 7</b> : Représentation graphique de l'Acidité Oléique .....	32
<b>Figure 8</b> : Evolution de l'Acidité Oléique de l'huile au cours du traitement .....	32
<b>Figure 9</b> : Représentation graphique de la consommation en soude pendant la neutralisation....	42
<b>Figure 10</b> : Schéma montrant la réaction de Maillard .....	44
<b>Figure 11</b> : Schéma de la réaction de l'oxydation des lipides .....	45
<b>Figure 12</b> : Arbre de décision pour la détermination d'un CCP.....	55
<b>Figure 13</b> : Diagramme de fabrication après vérification sur site .....	67
<b>Figure 14</b> : Processus de lavage fûts après vérification sur site .....	68

## **liste des tableaux**

<b>Tableau 1</b> : Analyses au cours du raffinage.....	27
<b>Tableau 2</b> : Résultats d'analyses.....	31
<b>Tableau 3</b> : Consommation de soude et acidité oléique lors de la neutralisation.....	40
<b>Tableau 4</b> : Récapitulation de la quantité théorique de soude .....	41
<b>Tableau 5</b> : Evaluation de toutes les pertes au raffinage .....	43
<b>Tableau 6</b> : Tableau récapitulatif de la mise en place d'un système d'autocontrôle.....	62
<b>Tableau 7</b> : Caractéristiques de l'huile brute dégommée .....	64
<b>Tableau 8</b> : Composition de l'huile de soja raffinée .....	65
<b>Tableau 9</b> : Spécification de qualité de l'huile de soja raffinée.....	65
<b>Tableau 10</b> : Tableau d'analyse des dangers .....	71
<b>Tableau 11</b> : Détermination des points critiques .....	72
<b>Tableau 12</b> : Liste des CCP identifiés .....	73
<b>Tableau 13</b> : Limites critiques .....	73
<b>Tableau 14</b> : Plan de contrôle pour la maîtrise des points critiques .....	77

## **liste des annexes**

<b>Annexe 1</b> : Historique du groupe TIKO.....	84
<b>Annexe 2</b> : Composition de la graine de soja.....	85
<b>Annexe 3</b> : Correspondance °Be, densité et concentration pour l'hydroxyde de sodium.....	86
<b>Annexe 4</b> : Détermination de l'indice d'acide .....	87
<b>Annexe 5</b> : Détermination de l'indice d'iode.....	88
<b>Annexe 6</b> : Détermination de l'indice de saponification.....	89
<b>Annexe 7</b> : Formulaire de l'inspection citerne.....	90
<b>Annexe 8</b> : Prescriptions d'hygiène selon FAO/OMS.....	91

## ***liste des abréviations***

<b>°Bé</b>	: Degré baumé	
<b>AFNOR</b>	: Association Française de Normalisation	
<b>AGL</b>	: Acide Gras Libre	
<b>AO</b>	: Acidité Oléique	
<b>BPF</b>	: Bonne Pratique de fabrication	
<b>BPH</b>	: Bonne Pratique d'Hygiène	
<b>CCP</b>	: Critical Control Point	
<b>CIP</b>	: Clean In Place	
<b>CP</b>	: Control Point	
<b>FAO</b>	: Food and Agriculture Organization	
<b>HACCP</b>	: Hazard Analysis Critical Control Point	
<b>HB</b>	: Huile Brute	
<b>HD</b>	: Huile Décolorée	
<b>HN</b>	: Huile Neutre	
<b>HR</b>	: Huile Raffinée	
<b>IA</b>	: Indice d'Acide	
<b>IAA</b>	: Industries Agricoles et Alimentaires	
<b>ICMSF</b>	: International Commission on Microbiological Specification for	Foods
<b>IP</b>	: Indice de peroxyde	
<b>IS</b>	: Indice de saponification	
<b>ISO</b>	: International Standard Organization	
<b>NASA</b>	: National Aeronautics and Space Administration	
<b>NF</b>	: Norme Française	
<b>OMS</b>	: Organisation Mondiale de la Santé	
<b>ONE</b>	: Office National de l'Environnement	
<b>ppm</b>	: Partie par million	
<b>T°</b>	: Température	
<b>TOP</b>	: Tiko Oil Products	
<b>UNE</b>	: Unions des Normes Espagnoles	



## Glossaire

**Action corrective** : procédure à suivre quant une déviation a lieu et que la surveillance révèle que la CCP n'est pas maîtrisée.

**Danger** : tout ce qui est susceptible de porter préjudice à la santé des consommateurs et/ou à la qualité du produit.

**Débatissage** : action d'enlever les couches de terres décolorantes déposées sur les plaques filtrantes

**Dépotage** : c'est l'action de transvaser l'huile du citerne au tank ou vice-versa.

**Ejecteur** : c'est une pièce qui sert à créer une dépression dans une enceinte close en utilisant l'effet venturi au moyen de la vapeur d'eau.

**Gestion de la qualité**: organisation du présent pour satisfaire le client ; étude du processus du travail pour corriger les défauts du passé et pour gagner sur l'avenir.

**Gommes, lécithines, mucilages** : ce sont des substances phosphorées, ou phosphatides contenues dans l'huile et qui peuvent être responsable de la décomposition hydrolytique de l'huile stockée.

**Limite critique** : critère ou paramètre qui doivent être respectés pour s'assurer que la maîtrise est effective.

**Mesure préventive** : ensemble des techniques, des méthodes, des actions, qui devrait permettre d'éliminer le danger ou de réduire le risque à un niveau acceptable.

**Soapstock** : pâte savonneuse issue de la neutralisation de l'huile brute par une solution de soude.

**Stoichiometrique** : relatif à la stoechiometrie, partie de la chimie qui étudie les proportions suivants lesquelles les corps réagissent.

**Surveillance** : séquence planifiée d'observations ou de mesure conçue pour obtenir des données précises dans le but de vérifier le respect des limites critiques.

**Vérification** : méthode, procédure et essais complémentaires utilisés pour déterminer si le système HACCP donne sur le plan de la sécurité, les résultats escomptés.

# INTRODUCTION

Depuis ces dernières années, les consommateurs Malagasy réclament des produits agroalimentaires sains et de plus en plus de qualité. Ainsi, pour faire face, des industriels recourent au renforcement de leur gestion de la qualité.

Dans le souci d'amélioration de la qualité d'huile alimentaire vendue localement, d'une part, et dans le cadre de la réalisation de la vision du groupe TIKO sur l'exportation de ses produits d'autre part, la révision de la démarche qualité s'avère indispensable.

Le présent mémoire a été orienté vers l' « étude prévisionnelle de la mise en place d'un système d'autocontrôle au sein d'une unité de raffinage d'huile alimentaire de soja ». Elle a été réalisée au niveau de la raffinerie Tiko Oil Products Antsirabe.

Ainsi, l'étude est fondée sur trois principes :

- la maîtrise du raffinage et les contrôles durant les opérations ;
- la mise en conformité vis-à-vis de l'environnement et
- la mise en place du système HACCP ou Hazard Analysis Critical Control Point qui est le système d'évaluation de la maîtrise de la qualité et la sécurité des denrées alimentaires le plus utilisé dans tous les domaines de l'agro-alimentaire.

La qualité de l'huile de soja dépend des traitements antérieurs et aussi de la réussite de toutes les opérations menées lors de son raffinage. Notre étude se limite sur le raffinage d'huile alimentaire de soja. Parmi les opérations, la neutralisation est d'une importance capitale. Par conséquent, elle doit être conduite avec le plus grand soin possible. Pour cela, les paramètres de neutralisation tels que la quantité de soude, la température, la vitesse de rotation des centrifugeuses, durée de contact, ... doivent être attentivement suivis afin de faciliter la détection des éventuelles anomalies qui peuvent nuire à la qualité d'huile obtenue.

A la fin de cette étude, les principes du système HACCP adaptés au raffinage d'huile de soja seront maîtrisés et applicables au moment opportun.

Ainsi, dans cet ouvrage, la première partie abordera le contexte général. La deuxième partie développera le contrôle qualité durant le raffinage. Et enfin, la troisième et la quatrième partie concerneront l'étude de la mise en place du système HACCP au sein de la raffinerie.

# Partie I : CONTEXTE GENERAL

## 1.1. PRESENTATION DE L'ENTREPRISE

L'huile alimentaire est en général, obtenue par extraction au solvant ou par presse de l'huile contenue dans des graines oléagineuses ou d'autres plantes ; suivie d'un raffinage de l'huile brute obtenue. L'usine TOP I ou Tiko Oil Products sur son unité de raffinage sera le sujet de notre étude.

L'huile raffinée résultant de la raffinerie doit être comestible, de bonne qualité et exempte de toutes impuretés et des substances susceptibles de nuire la santé des consommateurs ainsi que de dégradation ultérieure.

L'acidité, la couleur, l'odeur et la composition en acides gras, telles sont les caractéristiques principales exigées pour qu'une huile soit apte à la consommation.

### 1.1.1. Présentation de l'entreprise

L'huilerie T. O. P. I : "Tiko Oil Products I" fait partie du groupe T I K O. Elle est une Société Anonyme avec un chiffre d'affaire d'environ 20 milliards d'Ariary par an. C'est l'ex Société MAMISOA.

Le groupe fournit les biens et services suivants : produits laitiers, beurres/margarines, glaces, boissons, jus de fruits, huiles végétales, produits Tiko Farm, provendes (feed mill), audio visuel, travaux d'imprimerie et construction TP.

### 1.1.2. Vocation de l'usine

L'huilerie TOP a pour but :

- L'extraction et le raffinage de l'huile brute et distribution d'huile raffinée (soja, arachide, coprah,...)
- L'embouteillage, enfûtage et distribution des produits de la gamme TIKO : « Tsara Mahasalama ».

Pratiquement, dans la même enceinte, l'usine produit des margarines et des provendes pour presque tous les animaux d'élevages.

### 1.1.3. Historique

L'huilerie sous sa forme actuelle, comme on a dit auparavant provient de la Société d'Etat MAMISOA.

L'historique du groupe TIKO sera énoncé à l'annexe 1.

### 1.1.4. Place sur le marché

#### 1.1.4.1. Sur le plan international

La société importe presque la totalité d'huile brute pour alimenter la raffinerie. Elle a une large relation avec l'extérieur grâce aux importations des appareillages et des matières premières utilisées.

En plus, actuellement, dans le cadre de la réalisation de sa vision, le groupe TIKO envisage l'exportation de ses produits, y compris l'huile raffinée de soja et d'arachide.

### **1.1.4.2. Sur le plan national**

Le groupe TIKO se répartit dans toute l'île par l'intermédiaire de ses nombreuses sociétés ainsi que des agences et des points d'approvisionnement.

### **1.1.5. Concurrence**

Grâce à sa grande envergure à Madagascar et grâce aux qualités des biens et services surtout les produits alimentaires qu'il fournit, il est classé parmi les premiers et la plus grande industrie agricole et alimentaire à Madagascar.

Par conséquent, la société a une place importante dans le marché intérieur, particulièrement le raffinage, le conditionnement et la commercialisation d'huile alimentaire. L'huilerie TOP est largement leader dans son domaine à Madagascar.

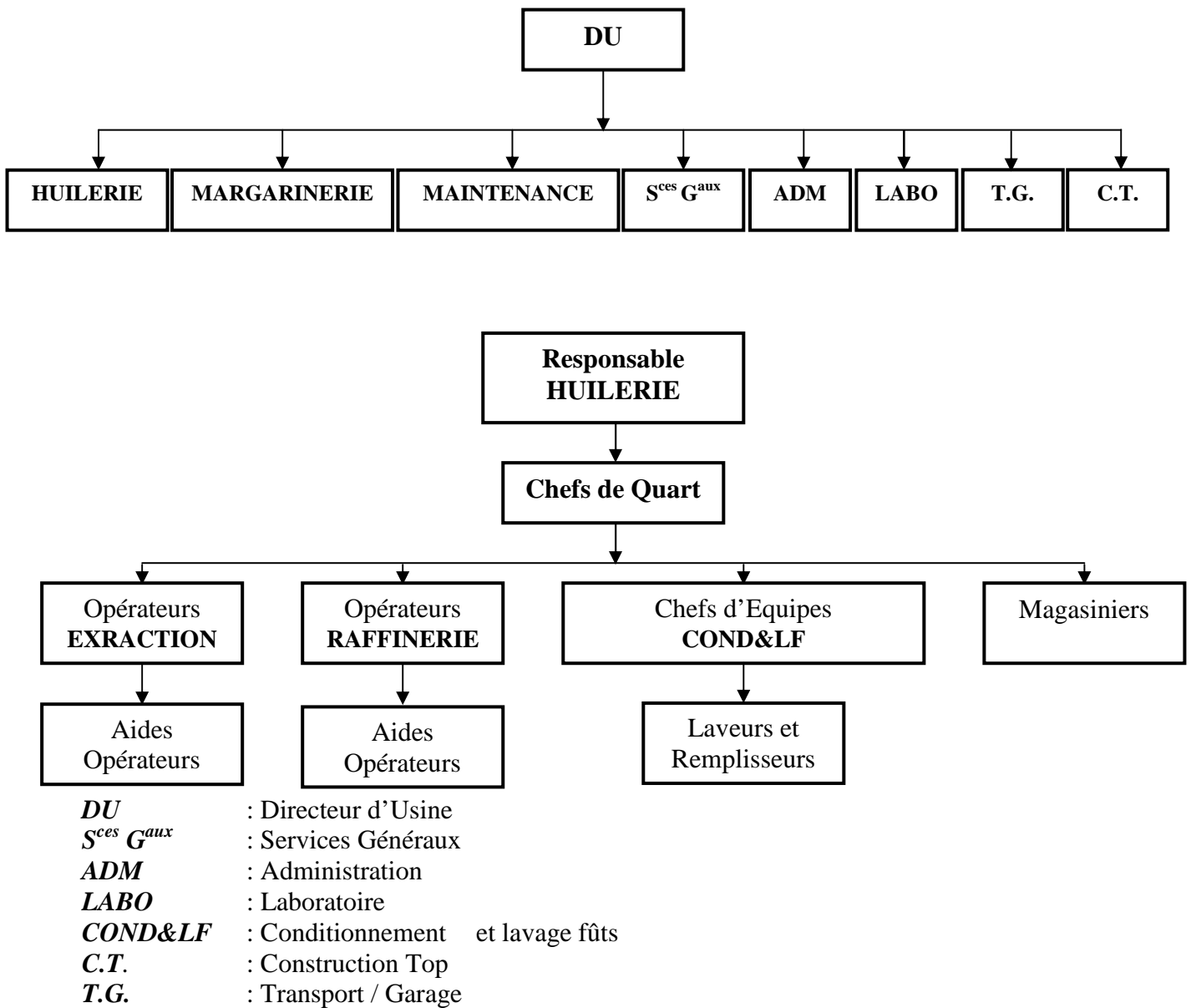
### **1.1.6. Organisation générale**

Le groupe TIKO est constitué par 18 Sociétés (sous-groupes) qui sont TOP I, TOP II, TIA, IKO, FANAMPY, TIKO Farm, TIKO Agri, MBS, Radio MADA, TIKO S.A (vente et agence), BLUEPRINT, MAGRO et ALMA.

Ce groupe est chapeauté par un Président Directeur Général et celui-ci à son tour par un conseil d'administration et un président du conseil d'administration.

Comme toute usine, TOP I est dirigée par un Directeur d'Usine qui assure le bon fonctionnement ainsi que toutes les organisations générales de la société.

L'organigramme de l'usine est schématisé à la figure 1.



**Figure 1 : Organigramme de la Société**

## 1.2. METHODOLOGIE D'ETUDE

### 1.2.1. Problématique

La non-conformité aux normes sur les caractéristiques physico-chimiques peut altérer l'huile par l'intervention de diverses oxydations et de rancissement ultérieur. De même, elle peut provoquer tôt ou tard des maladies graves chez les consommateurs comme le cancer. Les réactions d'oxydation sont responsables des odeurs indésirables de l'huile, donc un signe de qualité inférieure.

La demande des consommateurs en produits sains et hygiéniques et la tendance des agroindustriels malagasy à produire des aliments de qualité favorisent la concurrence sur le marché local qu'international. Donc, pour faire face à cette demande, la solution efficace est la livraison de produit de bonne présentation, de bonnes qualités organoleptiques et surtout physico-chimiques, pour notre cas sur l'huile alimentaire.

La problématique qui se pose, pour une unité de raffinage d'huile alimentaire est donc la suivante : Quels sont les paramètres de raffinage qui peuvent influencer la qualité et quelles sont les sources de dégradation et d'altération de l'huile et comment agir pour les maîtriser ?

### 1.2.2. Contexte actuel du TOP et la naissance du sujet

Dans le cadre de la réalisation de la vision du groupe TIKO sur l'exportation de ses produits, la révision et la mise en place d'un système d'autocontrôle pour la production d'huile alimentaire s'avère indispensable.

L'objectif global de cette étude est de produire non seulement d'huile alimentaire de bonne qualité à la fin du raffinage mais aussi de l'huile alimentaire bien contrôlée de l'amont en aval de la procédure de raffinage et de contrôle environnemental bien maîtrisé.

Malgré l'état des appareils et matériels de raffinage de l'usine TOP qu'on peut juger âgés, nous avons concentré sur le thème scientifique : « Etude prévisionnelle de la mise en place d'un système d'autocontrôle au sein d'une unité de raffinage d'huile alimentaire ». qui est l'intitulé de notre recherche.

### 1.2.3. Méthodologie de recherche

#### 1.2.3.1. Hypothèse de travail

La réalisation de l'étude est fondée sur les hypothèses suivantes :

- La qualité finale de l'huile raffinée dépend surtout de celle des matières premières (Huile Brute).
- Cette qualité est dépendante du processus de raffinage de l'huile tout au long de la chaîne de fabrication.
- A part les matières premières, les sources des anomalies et des contaminations sont l'état des appareils et matériels utilisés, le personnel qui conduit le raffinage, le milieu où s'effectuent la manipulation et la méthode adoptée pour le raffinage.

### **1.2.3.2. Méthode d'approche adoptées**

Pour réaliser le travail, après la documentation, les étapes de la démarche HACCP ont été optées et seront détaillées à la troisième partie de l'étude.

## 1.3. GENERALITE SUR LE SOJA

### 1.3.1. Le soja

Le soja appartient à la

<i>Classe</i>	: des Dicotylédones
<i>Sous-classe</i>	: des Angiospermes
<i>Ordre</i>	: des Fabales
<i>Famille</i>	: des Légumineuses Papilionacées
<i>Sous-famille</i>	: des Phaséolées
<i>Genre</i>	: Glycine max
<i>Espèce</i>	: hispida

C'est une plante légumineuse annuelle, voisine du haricot, cultivée pour ses graines oléagineuses. Originaire de l'Est de la Chine et largement cultivé à travers le monde, il décroche actuellement la première production mondiale en graine oléagineuse

La graine de soja se distingue de toute celle de légumineuse par sa richesse en matière azotée, en matière grasse et par l'absence presque complète de l'amidon (trace) [9] [19].

#### 1.3.1.1. Morphologie

Les graines, de forme presque sphérique, de couleur jaune clair, noire, brune ou verte, contiennent entre 20% et 40% de protéines. La taille des graines est exprimée par le rapport nombre de graines par unité de volume ou de masse. Elle tourne autour de 100 graines pour 18 à 20 grammes [19].

#### 1.3.1.2. Composition de la graine de soja

Le soja à 8,5% d'humidité est composé de 36,5% de protéines, 30% de matières glucidiques, 20% de matières grasses, 5% de matières minérales. Sa composition est détaillée à l'annexe 2. [19]

Le soja contient une grande quantité de matière grasse que l'on peut extraire pour la consommation humaine après raffinage de l'huile ou pour d'autres fins technologiques. En effet, l'huile de soja est riche en acides gras polyinsaturés et ne contient pas de cholestérol. Les graines de soja sont également très riches en calcium, fer, zinc, phosphate, magnésium, vitamine B et etc.

#### 1.3.1.3. Utilisation du soja

Les deux principaux produits à base de soja sont la farine et l'huile. Mais le soja est avant tout cultivé pour son huile qui est utilisée directement pour la cuisson et la friture et entre dans la composition des produits tels que la margarine et les sauces pour salade.

L'huile a des usages alimentaires, à l'état brut ou transformée (la lécithine, extraite de l'huile de soja, est utilisée en industrie pharmaceutique pour servir de revêtement de protection aux médicaments) ; et industriels (peintures, vernis, linoléum). Dans les pays où l'alimentation est carencée en protéines, la farine de soja trouve une utilisation grandissante dans l'alimentation humaine. Dans les pays industrialisés, elle est la source principale de compléments protéinés pour l'alimentation animale.

Après extraction de l'huile de soja, les flocons restants peuvent être transformés en différents produits protéiques comestibles à base de soja. La valorisation la plus courante est leur utilisation en alimentation animale sous forme de tourteaux de soja ou de provende.



#### **1.3.1.4. Production mondiale et nationale de soja**

Les Etats-Unis fournissent près de 60% de la production mondiale de soja, le Brésil 14% et la Chine 10%. [9]

Pour Madagascar, la culture de soja se rencontre surtout aux alentours d'Antsirabe. Depuis l'année 2001, le moyen Ouest a commencé à en cultiver même si cette culture ne se fait qu'à l'échelle familiale. Actuellement, le groupe TIKO, par l'intermédiaire du TIKO Agri relance la vulgarisation et la culture de soja et pour la région de Vakinankaratra, le soja annuellement produit a été de 5 189tonnes en 2002. [8].

#### **1.3.2. La matière première de la raffinerie**

En se référant à la capacité de la raffinerie, la production locale en soja ne présente qu'une très faible quantité. Par conséquent, l'usine importe la grande proportion d'huile brute qui alimente la raffinerie. L'huile brute est transportée du port de Toamasina et arrive à Antsirabe par l'intermédiaire des camions citernes. Les caractéristiques de cette huile seront données au paragraphe 4.2.2.1.

## 1.4. PRINCIPES DE RAFFINAGE DE L'HUILE VEGETALE

Avant le raffinage, le soja subit plusieurs traitements pour avoir de l'huile brute, comme la préparation des graines et l'extraction.

L'huile peut avoir une destination alimentaire ou industrielle, dans les deux cas, elle doit être traitée tant pour donner la qualité correspondante que pour faciliter sa conservation.

L'huile brute en dehors des triglycérides, peut contenir diverses substances naturelles. Il est nécessaire d'éliminer ses impuretés pour obtenir des denrées comestibles de bonne qualité.

On peut citer :

- *mucilages* : phosphatides, lécithines,...
- *pigments* : carotène, chlorophylle,...
- *acides gras libres et leurs produits d'oxydation*
- *substances qui déterminent une odeur ou un goût désagréables* : aldéhydes, cétones, hydrate de carbone non saturé,...

Le raffinage vise donc à séparer toutes ses impuretés indésirables de façon à obtenir généralement moins de 1% d'impuretés pour l'huile commerciale. Les huiles peuvent être raffinés dans des procédés en continu ou en discontinu et ce dernier devient plus important dans les usines de raffinage [2].

Le raffinage de l'huile végétale a pour objectif :

- ♦ éliminer les acides gras libres et les gommes contenus dans l'huile afin d'en améliorer le goût et la limpidité, cette opération s'effectue par la neutralisation ;
- ♦ éliminer les matière colorantes afin d'obtenir une huile incolore tout au moins de coloration très légère : c'est l'opération de blanchiment ou décoloration ;
- ♦ éliminer toutes les odeur et émanation indésirables : c'est la désodorisation.

### 1.4.1. Démucilagination

#### 1.4.1.1. Généralité

La présence des phospholipides, dont une partie est nommée communément « *lécithine* », dans les huiles brutes entraîne une difficulté lors du raffinage à cause de leur propriété émulsifiante.

Les composés phosphorés forment des précipités appelés « *mucilage* » en présence d'eau qui n'est acceptable pour la vente. Ensuite une huile mal débarrassée des gommes s'acidifie, s'oxyde et elle prend plus rapidement le goût désagréable.

#### 1.4.1.2. Principe et mécanisme de la démucilagination

Les solutions présentant de haut pH (les lessives alcalines concentrées) ou de bas pH (les acides minéraux) permettent une élimination convenable des gommes. Pour les solutions de haut pH, la démucilagination est due, d'une part à une action physique : association des phosphatides avec les savons formés in situ et simple entraînement à l'intérieur des micelles formés ; et d'autre part, à des modifications chimiques subies par les phosphatides ou les complexes phospholipidiques : modification leur donnant la possibilité de jouer un rôle dans les associations précédentes. Les phosphatides non hydratables, sont composés en majeure partie de sel de calcium et de sel de magnésium et d'acides phosphatidiques.

La démucilagination d'une huile consiste à :

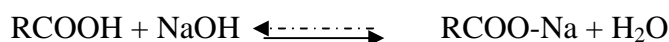
- créer des interfaces entre l'huile et l'eau,
- laisser au contact des deux phases un temps suffisant pour que les molécules de phosphatides aient le temps de s'adsorber,
- utiliser éventuellement un adjuvant intervenant chimiquement ou physiquement.

Pratiquement, on procède à l'hydratation suivie d'une centrifugation. Dans les installations modernes, on rencontre surtout les méthodes continues, l'hydratation étant aussitôt suivie de centrifugation.

### 1.4.2. Neutralisation

#### 1.4.2.1. Généralités

La neutralisation de l'huile s'effectue par voie chimique. Elle repose sur l'élimination des acides gras libres se trouvant dans l'huile par adjonction d'une lessive de soude. Par la réaction réversible dite « **réaction de saponification** », ces acides s'unissent à la soude pour donner une pâte savonneuse nommée communément « soapstock ». Lorsque l'on opère à la pression atmosphérique et à une température moyenne de 60-80°C, la réaction se déplace vers la droite.



Les acides gras libres sont des catalyseurs d'oxydation et d'hydrolyse, par conséquent indésirables dans l'huile. Généralement, l'acidité d'une huile s'exprime en acide oléique, étant donné qu'il y est toujours présent et en quantité parfois élevée. La formation des acides gras libres dans une huile est, en général, due à des phénomènes de fermentation produits par certaines enzymes qui, dans des conditions déterminées de température, scindent les glycérides en glycérine et en acides gras qui se maintiennent dissous dans l'huile et augmentent ainsi son degré d'acidité.

#### 1.4.2.2. Procédés de neutralisation

Le processus de neutralisation se déroule lui-même en deux étapes

- réaction de la soude avec des substances à éliminer
- rupture de l'émulsion et précipitation des substances neutralisées.

La solution de soude est ajoutée au corps gras préalablement porté à une température d'environ 60°C.

Les huiles brutes peuvent être raffinées dans des procédés en continu ou en discontinu. Pour les procédés discontinus, on agite pour favoriser le contact, mais lentement pour éviter une émulsion entre l'huile et le savon formé. La solution est ajoutée avec précaution pour qu'elle soit aussitôt absorbée par les acides libres et n'exerce pas de saponification des glycérides (saponification parasite). Lorsque l'opération est terminée, on soutire la solution épaisse de « pâte de neutralisation » ; l'huile neutre est soigneusement lavée à l'eau tiède plusieurs fois et centrifugée pour éliminer toute trace de savon.

Pour les procédés continus, la neutralisation a donné lieu à plusieurs méthodes dont le point commun est l'alimentation régulière en huile et en solution dont la qualité et les débits sont automatiquement contrôlés. Dans le cas de procédé ALFA LAVAL, l'huile et la solution de soude sont introduites en même temps dans une supercentrifuge. Les deux liquides sont instantanément et intimement mélangés.

Puis, après sa séparation avec la pâte savonneuse, l'huile neutre passe alors dans une deuxième supercentrifuge avec l'eau de lavage. Elle est ensuite séchée sous vide.

Le procédé de neutralisation à la soude présente plusieurs avantages :

- il est très simple et facile à appliquer
- il précipite une partie des insaponifiables qui subsistent et certains pigments, contribuant ainsi au blanchiment de l'huile.

Par contre le soapstock emporte une certaine quantité d'huile qui se traduit par des pertes.

### 1.4.3. Décoloration

#### 1.4.3.1. Généralité

Après le raffinage alcalin, certaines huiles ont toujours une couleur très foncée qui est jugée inacceptable à la consommation. Pour réduire cette couleur, l'huile est soumise à une étape de décoloration. Elle a pour objet d'éliminer les substances colorantes encore présente dans l'huile neutre : carotène, xanthophylle, chlorophylle. Elle fait intervenir un phénomène physique par adsorption sur terres décolorantes spéciales (terres activées ou charbon actif) dans des conditions déterminées d'opération (pression, temps de contact, température).

#### 1.4.3.2. Condition opératoire

La décoloration de l'huile neutre se produit par contact avec la terre décolorante avec des conditions de température, de pression et de temps bien déterminées.

a) La température a une influence notable sur la décoloration. Il a été vérifié que le pouvoir décolorant de terre est très limité à basse température, atteint son maximum vers 100°C à 125°C et baisse au-delà de cette température.

b) La répercussion dans la tension superficielle des terres a été évoquée à la grande surface superficielle qu'elles présentent et due au vidage des innombrables capillaires de leur structure en est la cause. Les conduits sont saturés d'air dans un milieu atmosphérique. Il est donc nécessaire d'évacuer l'air pour que la matière puisse agir activement comme substance adsorbante. La façon la plus simple pour évacuer l'air est de faire travailler le matériel de décoloration à une pression absolue de 40 à 60mm Hg.

c) La durée de contact huile / terre décolorante a également une influence sur le pouvoir adsorbant. Il a été vérifié expérimentalement que dans les conditions appropriées de température et de pression, l'action décolorante atteint son maximum pour un temps de contact de 30 à 40mn et s'affaiblit lentement par la suite. [2]

#### 1.4.3.3. Conduite de la décoloration

La quantité de terre activée varie 0,02 à 0,05% pour l'arachide et le tournesol, de 0,4 à 0,7% pour le maïs et de 0,6 à 0,9% pour le soja, le colza et le coton. Pour l'huile de palme, cette quantité peut atteindre jusqu'à 2%. La décoloration des huiles végétales par des terres activées donne des meilleurs résultats lorsque l'opération est conduite à une température voisine de 90°C, avec une agitation efficace de 10 à 15 minutes et l'huile est toujours traitée sous vide pour éviter l'oxydation.

L'huile, avant son envoi à la section de désodorisation, doit être privée des terres et passe donc au niveau d'un filtre.

### 1.4.4. Désodorisation

Les produits responsables de goût et d'odeur de l'huile décolorée sont généralement des substances volatiles (aldéhydes, cétones, hydrocarbures,...) apportées naturellement par les

graines mais aussi par les réactifs utilisés au cours du raffinage ou encore par des produits de dégradation du produit au cours du stockage ou de traitement d'obtention.

Le but de la désodorisation est d'enlever les substances responsables du goût et de l'odeur de l'huile par injection d'un gaz inerte qui est de la vapeur d'eau légèrement surchauffée. En outre, l'entraînement à la vapeur permet aussi la diminution de la teneur en acide gras libre de l'huile.

L'opération de désodorisation est une opération qui requiert un grand soin car d'elle dépend la qualité finale de l'huile.

Pour l'huile de soja, il est indispensable d'éliminer ces odeurs qui sont responsables, pour une grande part, de l'aversion des consommateurs.

### **Principes de base de la désodorisation**

La désodorisation est la phase finale du raffinage de l'huile brute. Les opérations ou étapes précédentes assurent l'élimination des impuretés, des acides gras libres et des matières colorantes, d'une partie des substances qui occasionnent une odeur et un goût désagréables. Toutefois, une dernière étape est nécessaire pour séparer les restes des composants non souhaités, dont la concentration est très faible, de l'ordre de 0,001% à 0,01%, mais suffisante pour nuire la qualité de l'huile.

#### a) Substances à éliminer

Les composants à éliminer par l'opération de désodorisation peuvent être classés en trois groupes :

- Hydrocarbures non saturés, tels que le squalène, présent en particulier dans l'huile de soja.
- Acides gras à faible poids moléculaire, principalement acide butyrique et caprylique, qui se trouvent, en général, déjà présents dans l'huile non traitée.
- Aldéhydes et cétones formés au cours des différentes étapes de raffinage et surtout par l'oxydation des AGL.

#### b) Conditions d'opération

Parmi les caractéristiques communes à toutes ces substances, il y a lieu de citer leur différence de volatilité par rapport aux glycérides qui constituent l'huile.

Ce fait est à la base du procédé industriel de la désodorisation, qui consiste en une distillation influencée par les facteurs déterminant les conditions d'opération : température, pression et temps. D'autre part, la distillation sera favorisée par l'intervention d'un composant inerte, comme c'est le cas de la vapeur d'eau qui modifie (augmente) la tension de vapeur des composés à distiller et abaisse leur point d'ébullition.

La quantité de vapeur d'entraînement à injecter est directement proportionnelle à la quantité d'huile à traiter et à la pression absolue d'opération, et inversement proportionnelle à la tension de vapeur de substances odorantes à une température et vitesse de vaporisation déterminées.

Ces considérations permettent de conclure que les facteurs favorisant le processus de distillation et donc de désodorisation sont :

- température aussi élevée que possible, sans atteindre toutefois la température de distillation d'une partie des glycérides et formation de polymères.
- pression de fonctionnement aussi faible que possible permettant d'abaisser la température de désodorisation. [23]

## 1.5. PROCESSUS INDUSTRIEL DE RAFFINAGE DE L'HUILE BRUTE DE SOJA

### Cas du « TOP I » ANTSIRABE

En amont de la raffinerie existe l'opération d'extraction qui consiste à extraire l'huile contenue dans la matière première. On désigne généralement le nom de « raffinage » à l'ensemble des opérations nécessaires pour passer l'huile brute en huile alimentaire de qualité et de caractéristiques bien déterminées.

L'usine utilise un procédé de raffinage en continu dont la capacité lors de sa conception est de 75 tonnes d'huile brute par jour. Le raffinage se réduit alors aux opérations suivantes :

- *prétraitement ou conditionnement*, par adjonction d'acide phosphorique en petite quantité, on arrive ainsi à séparer de l'huile les phospholipides hydrophobes ;
- *neutralisation*, ayant pour but d'éliminer les acides gras libres de l'huile et qui consiste à unir ces acides avec la soude. Elle s'effectue en deux étapes au moyen de lessive de soude de plus en plus diluée. Après chaque étape, on sépare le savon formé par centrifugation, puis un lavage suivi d'une centrifugation et d'un séchage d'huile ;
- *décoloration* par mélange d'huile avec de la « terre décolorante » et qui seront ensuite séparées aux filtres ;
- *désodorisation* qui entraîne sous vide les produits odorants par de la vapeur d'eau légèrement surchauffée [2].

#### 1.5.1. Neutralisation

La neutralisation à la soude vise essentiellement à saponifier les acides gras libres sous forme de savon nommé communément pâte de neutralisation ou « soapstock ».

Cette réaction de saponification est influencée par divers facteurs, à noter :

- Le degré de pureté de l'huile
- La température
- La concentration de la solution alcaline et le temps de saponification.

Les acides gras libres sont des catalyseurs d'oxydation et d'hydrolyse, par conséquent, indésirables dans l'huile. Les savons doivent être éliminés le plus possible car ils sont des puissants émulsifiants, ils contiennent aussi des phospholipides du conditionnement, diverses impuretés et contaminants, ainsi que d'huile neutre entraînée sous forme d'émulsion. Cette huile représente l'essentielle de perte de cette opération ; perte due à l'entraînement physique. La réaction de neutralisation est exothermique.

A l'usine TOP I, la neutralisation comporte cinq étapes qui sont :

- prétraitement ou conditionnement ou dégommage fin
- neutralisation proprement dit ou 1<sup>ère</sup> étape de neutralisation
- reraffinage ou 2<sup>ème</sup> étape de neutralisation
- lavage
- séchage

#### 1.5.1.1. Prétraitement ou conditionnement

Le terme conditionnement désigne un traitement de l'huile brute au moyen d'une hydrolyse acide, à l'acide phosphorique (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>). Au préalable, elle doit être chauffée à 90°C. L'huile ainsi « conditionnée » peut être envoyée directement à la neutralisation.

L'acide phosphorique est injecté en ligne à raison de 1 à 1.6 ‰ en volume par rapport à l'huile. L'avantage de son utilisation est qu'il forme avec les traces métalliques contenues dans

l'huile brute des complexes qui sont éliminés dans la pâte de neutralisation et dans les eaux de lavage.

Après avoir été mélangé intimement au moyen d'un mélangeur, on envoie le mélange dans une cuve de réaction où le contact entre huile/acide est d'environ au minimum 7 mn et qui a pour objet d'un dégommeage parfait, puis passe dans un échangeur de chaleur. A la sortie de celui-ci, l'huile a une température d'environ 85°C.

### **1.5.1.2. Neutralisation ou première étape de neutralisation**

Une lessive de soude titrant 24°Bé est alors injectée à l'huile conditionnée. Selon la réaction de saponification, elle réagit sur les acides organiques libres et sur l'excès d'acide phosphorique ajouté.

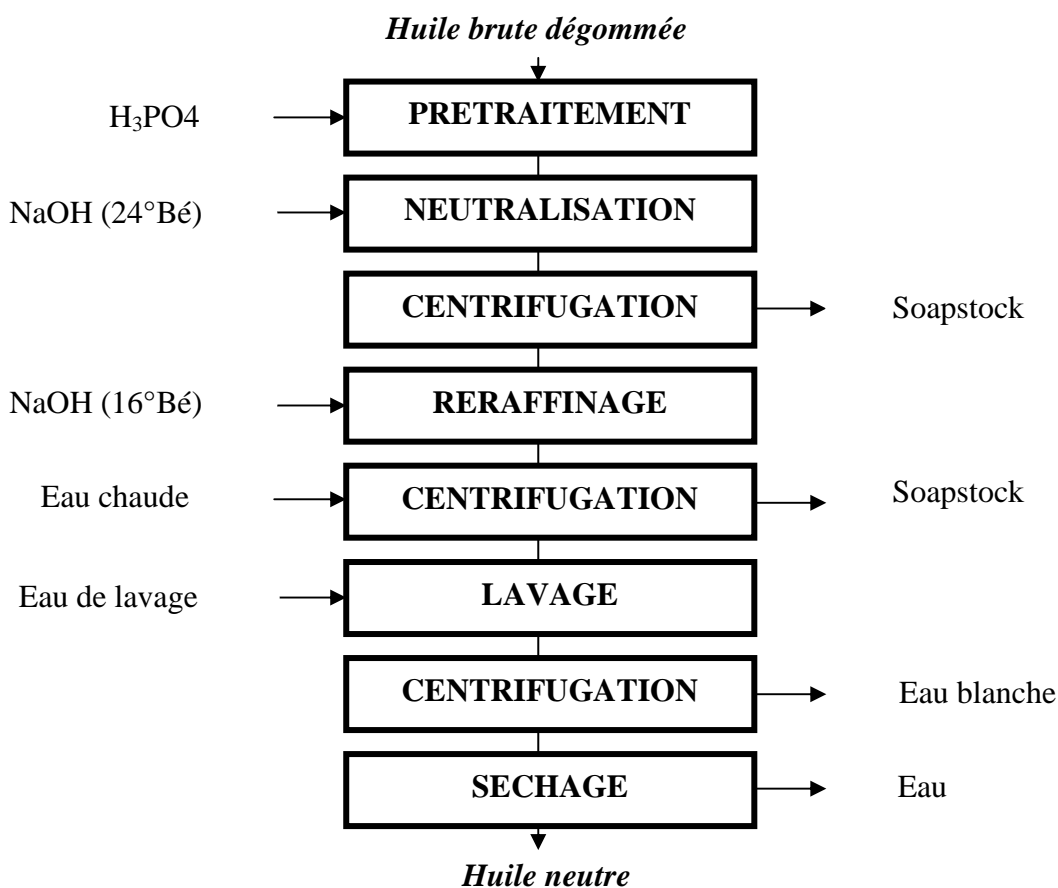
L'*annexe 3* montre la correspondance entre °Bé, densité et concentrations pour l'hydroxyde de sodium.

Le mélange huile soude passe dans le mélangeur centrifuge. La température de centrifugation de 85 à 90°C est expliquée par le but de diminuer la viscosité du savon et meilleure est son évacuation. Les savons se forment instantanément. L'huile chargée de savon entre dans un séparateur centrifuge autodébourbeur. C'est ici que sort le sous produit de la raffinerie : *soapstock*.

Un séparateur centrifuge autodébourbeur permet de provoquer la méthode de neutralisation directe, ce qui conduit aux rendements optima puisque les bols peuvent tourner 4 à 8 semaines sans nettoyage, étant donné que le temps pour un débouillage partiel est de fraction de seconde.

Avant de passer dans la section de lavage, l'huile sera chauffée d'environ 80 à 90°C.

La figure suivante montre le schéma de principe de la neutralisation



**Figure 2 : Schéma de principe de la neutralisation de l'huile de soja**  
(Cas de la double neutralisation)

### 1.5.1.3. Deuxième étape de neutralisation : reraffinage

L'huile neutralisée contient probablement de faible quantité d'AGL et d'impureté diverses (phosphatides, mucilages, etc.), elle sera donc neutralisée une deuxième fois avec une solution plus diluée de soude titrant 16°Baumé, si c'est nécessaire. Outre l'action neutralisante, la deuxième étape est utilisée pour un début de décoloration de l'huile. Il assure des avantages substantiels comme une meilleure conservation de l'huile raffinée et un fonctionnement rendu plus facile des opérations de décoloration et de désodorisation.

La quantité de soude est injectée dans l'huile neutre puis passe dans un mélangeur centrifuge, puis entre dans un séparateur centrifuge. La séparation s'effectue en présence d'eau chaude.

Signalons qu'actuellement, pour des raisons économiques et efficacité, l'usine a remplacé la deuxième adjonction de lessive de soude par un lavage à l'eau chaude pour éliminer les restes de savons.

### 1.5.1.4. Lavage

Un énergique lavage à l'eau décalcifiée élimine les traces de savon finement dispersées dans l'huile. On utilise de l'eau chaude qui évite l'écrasement des bols des centrifugeuses par dépôts de savon et de phosphate de calcium.

L'eau de lavage est injectée dans l'huile neutre, à raison de 10% par rapport à la quantité d'huile en poids, le mélange passe dans un mélangeur centrifuge, ensuite dans un séparateur centrifuge.



L'eau obtenue après centrifugation est nommée « *eau blanche* ». Elle contient de l'huile neutre (perte évitable), des substances alcalines (excès de soude, savon, etc.), des dernières traces de métaux, des phospholipides et parfois une quantité importante de matière colorante.

L'eau blanche s'acheminera aux effluents de l'usine pour être traitée puis jetée.

Un bon lavage permet à une décoloration plus efficace par la terre.

#### **1.5.1.5. Séchage**

L'eau résiduelle sera évaporée sous vide d'environ 40mm Hg, dans un sécheur d'huile. Dans cet appareil, l'huile parcourt une série de cascade sous forme de film mince de façon à faciliter l'évaporation de l'eau.

L'huile ayant été chauffée préalablement à 88°C accumule une charge thermique qui, sous le vide, provoque l'autoévaporation de l'eau. La teneur finale en eau de l'huile neutre est au maximum 0.05%.

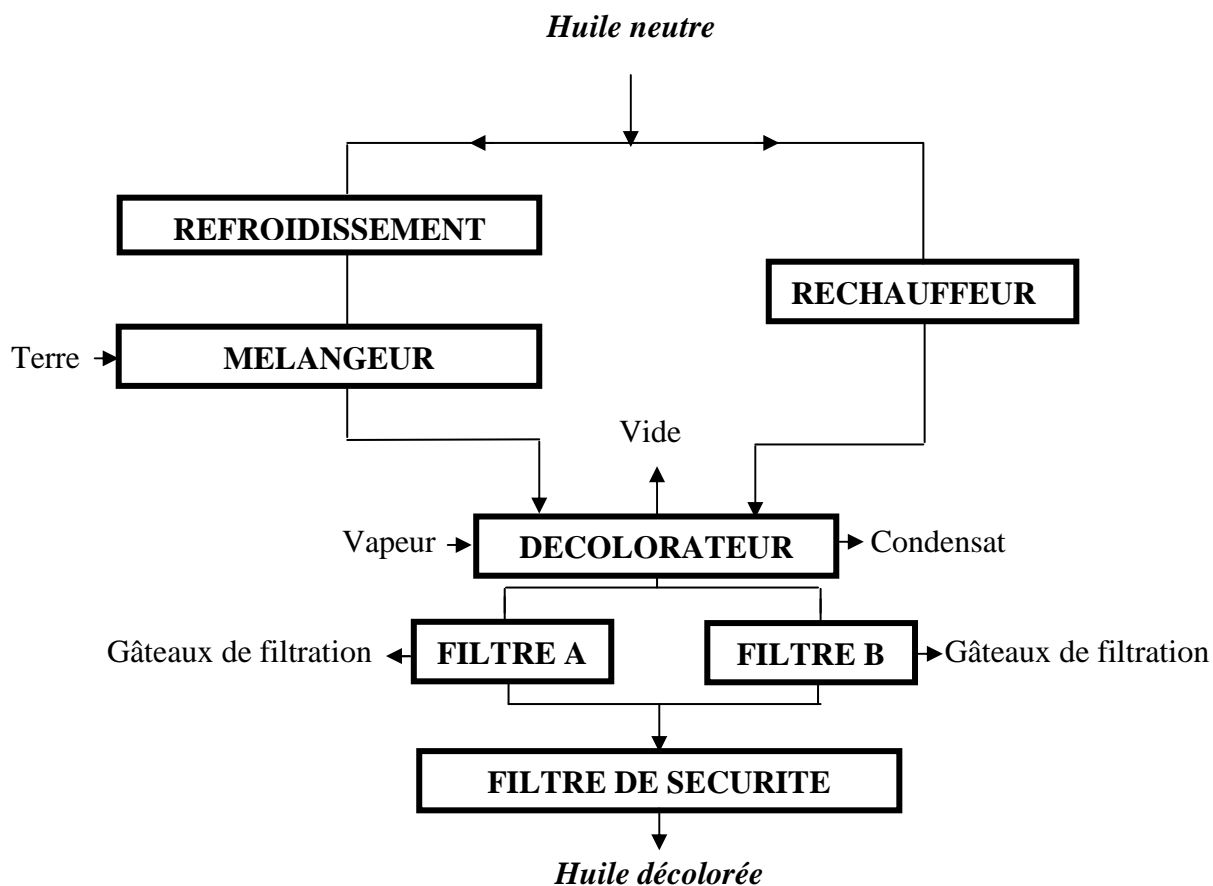
#### **1.5.2. Décoloration**

L'huile, une fois neutralisée, possède une couleur qui peut être jugée trop intense pour la consommation. Ainsi, il faut réduire le taux de matière colorante jusqu'à l'obtention de la couleur désirée. En effet les pigments de l'huile de soja ne sont que partiellement éliminés par la neutralisation alcaline. Au cours de l'opération de décoloration, on additionne à l'huile une proportion de terre décolorante qui retient les pigments par adsorption.

##### **1.5.2.1. Principe de la décoloration**

La décoloration physique se repose sur les propriétés de la terre décolorante. En effet, la capacité d'adsorption des terres est maximale pour une température comprise entre 100 et 125°C et diminue au-delà de ces limites.

La figure suivante montre le schéma de principe de la décoloration :



**Figure 3 : Schéma de principe de la décoloration**

Il existe plusieurs types de procédés de décoloration et celui utilisé au Tiko Oil Products Antsirabe que l'on va décrire est le DE SMET.

Comme la figure indique, le courant d'huile neutralisée et séchée prend 2 chemins différents :

a) Les 20% du débit

Cette portion d'huile sera refroidie au moyen d'un échangeur de chaleur qui diminue sa température à environ 50°C grâce à de l'eau de réfrigération. On procède alors à l'addition de la terre décolorante (minimum 1% par rapport au débit total de l'huile à décolorer). La terre est dosée par un système de vis sans fin.

L'huile mélangée avec la terre est alors acheminée vers le décolorateur.

b) Les 80% du débit

Cette portion d'huile sera réchauffée à la température de 120-125°C. L'huile neutre chauffée est refoulée au décolorateur pour être mélangée aux 20%.

Les deux courants sont alors mélangés dans le décolorateur. C'est un appareil du type continu qui réunit les conditions où la capacité d'adsorption des terres est maximale, c'est un réacteur fermé pourvu de chauffage à la vapeur, de dispositif d'agitation et maintenu à une pression absolue de 40mm Hg. A 100°C, l'huile commence à perdre son humidité et aussi, le pouvoir décolorant atteint son maximum au bout de 30 mn.

### **1.5.2.2. Filtration**

A la sortie du décolorateur, le mélange huile-terre est envoyé sur l'un des filtres hermétiques A et B, qui travaillent alternativement, l'un en activité et l'autre en arrêt, et donc en cours de débâtissage. Les éléments filtrants sont des plaques en acier inoxydable rigide facilement lavables et disposées dans le sens vertical. L'huile passe ensuite dans un petit filtre de sécurité avant sa désodorisation.

Après chaque arrêt du filtre, l'huile est récupérée dans un tank en soufflant au moyen de la vapeur d'eau le filtre en question. On procède ensuite au débâtissage des plaques filtrantes, c'est-à-dire à la récupération des terres, en vibrant les plaques par un système de soufflage.

Certaines vitamines sont éliminées au cours de la décoloration du fait qu'elles entrent dans la constitution des pigments responsables de la coloration de l'huile. C'est le cas justement de la vitamine E, produit antioxydant naturel de l'huile. Aussi, ajoute-t-on à l'huile de l'acide citrique, produit antioxydant à une proportion de 0.2 Kg pour 100Kg d'huile au niveau du mélangeur de terre.

### **1.5.3. Désodorisation**

De point de vue organoleptique et surtout qualité, l'huile neutralisée et lavée possède encore des odeurs inacceptables. Les produits responsables de goût et de l'odeur sont généralement des substances volatiles apportées naturellement par la matière première et aussi les produits de dégradation résultant des traitements précédents.

C'est la dernière opération de raffinage, donc on doit en prendre soin, le plus possible pour avoir de l'huile alimentaire de bonne qualité « *Tsara, Mahasalama* ».

#### **1.5.3.1. Principe**

Avant la désodorisation proprement dite, l'huile subit une désaération et un préchauffage. La température de l'huile doit être élevée progressivement jusqu'à 250°C, température de désodorisation. En même temps, l'huile doit être aussi exempte d'air, car à cette température, la présence d'air peut altérer l'huile. De ce fait, l'installation est reliée à un groupe de thermocompresseurs qui permet d'obtenir un vide de 2,5 à 5,5 mm Hg, qui désaère l'huile.

La désodorisation est une sorte de distillation par entraînement qui consiste à entraîner les vapeurs de produit volatil par la vapeur surchauffée. On arrive ainsi, à vaporiser les produits volatils à une température inférieure à sa température d'ébullition.

Plusieurs paramètres interviennent dans la désodorisation.

##### a) La quantité de vapeur injectée

Si on augmente la quantité de vapeur injectée, le temps de désodorisation diminue mais par contre le débit de vapeur doit être limité pour éviter les pertes par entraînement. La quantité de vapeur injectée doit être rigoureusement contrôlée.

##### b) La température de l'opération

Pour chaque qualité d'huile, il existe un optimum de température de désodorisation qui varie aussi selon la conception de l'appareil. Pour le cas de TOP I, avec l'huile de soja, elle est de 230°C. Cette température doit être aussi élevée que possible, sans atteindre toutefois la température de distillation d'une partie de glycérides et de formation de polymères.

## c) La durée de l'opération

Elle est fonction de la température de désodorisation. Par exemple, pour  $T=230^{\circ}\text{C}$ , la durée est d'environ  $t=90\text{mn}$ . Si la durée augmente, l'huile risquerait d'être altérée. Le temps de séjour de l'huile dans le désodoriseur doit être le plus court possible, afin de ne pas réduire sa qualité finale à cause de phénomène de polymérisation, détérioration par la chaleur et goût à produit « cuit ».

## d) La pression de désodorisation

Elle influe sur la vitesse de distillation des tocophérols et des antioxydants naturels. Cette pression de fonctionnement doit être la plus faible que possible, permettant ainsi d'abaisser la température de désodorisation.

### **1.5.3.2. Les étapes de la désodorisation**

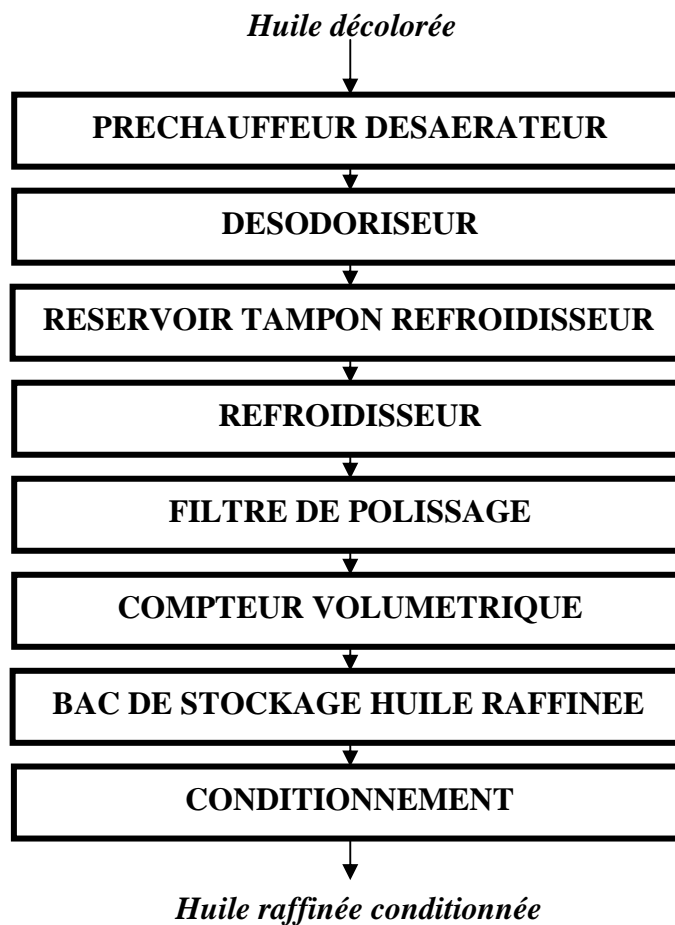
Avant d'être admise dans le compartiment central du désodoriseur, l'huile subit plusieurs étapes de chauffage au moyen d'un fluide thermique ou fluide calorporteur.

D'abord au niveau du préchauffeur où la température de l'huile est portée à  $180^{\circ}\text{C}$ . A la sortie du préchauffeur, l'huile entre dans un réchauffeur désaérateur qui porte la température de l'huile à  $250^{\circ}\text{C}$  au moyen de fluide thermique chauffé au niveau de la chaudière à haute température.

Lorsque l'huile décolorée a atteint la température de **désodorisation**, elle est transvasée dans le désodoriseur qui est un appareil discontinu avec entrée et sortie continues. Le corps de l'appareil comporte un cylindre central à partir duquel, l'huile est transférée par une pompe à vapeur appelée « pompe mammouth » dans les compartiments de désodorisation qui sont au nombre de six (6) et se trouvant sur la périphérie. Chacun des six compartiments comporte deux étages équipés d'un système d'injection de vapeur vive.

Environ toutes les **15mn**, l'huile désodorisée d'une cellule périphérique est vidangée vers le réservoir tampon refroidisseur.

La figure suivante montre le schéma de principe de la désodorisation de l'huile de soja



**Figure 4 : Schéma de principe de la désodorisation**

#### **1.5.4. Conditionnement**

A l'usine TOP Antsirabe, l'huile est conditionnée par des fûts de 200 litres et le conditionnement et le service lavage fûts est une autre unité bien séparée de l'unité de raffinage.

##### **1.5.4.1. Lavage fûts**

Avant tout remplissage, les emballages (fûts et capsules) doivent subir un lavage bien contrôlé. Après le lavage manuel de l'extérieur (avec savon et brosse) et l'enlèvement des impuretés physiques à l'intérieur, on pratique successivement :

- Une solution de NaOH à 6% pendant environ 5 mn,
- Une solution de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 5 % pendant environ 5 mn,
- Un rinçage à l'eau chaude,
- Une aspiration de l'eau restante et
- Un soufflage à l'air chaud pour sécher les fûts.

Soulignons que les solutions de lavage entrent par la grande ouverture et sortent par la petite ouverture des fûts par un système d'arrosage à pression.

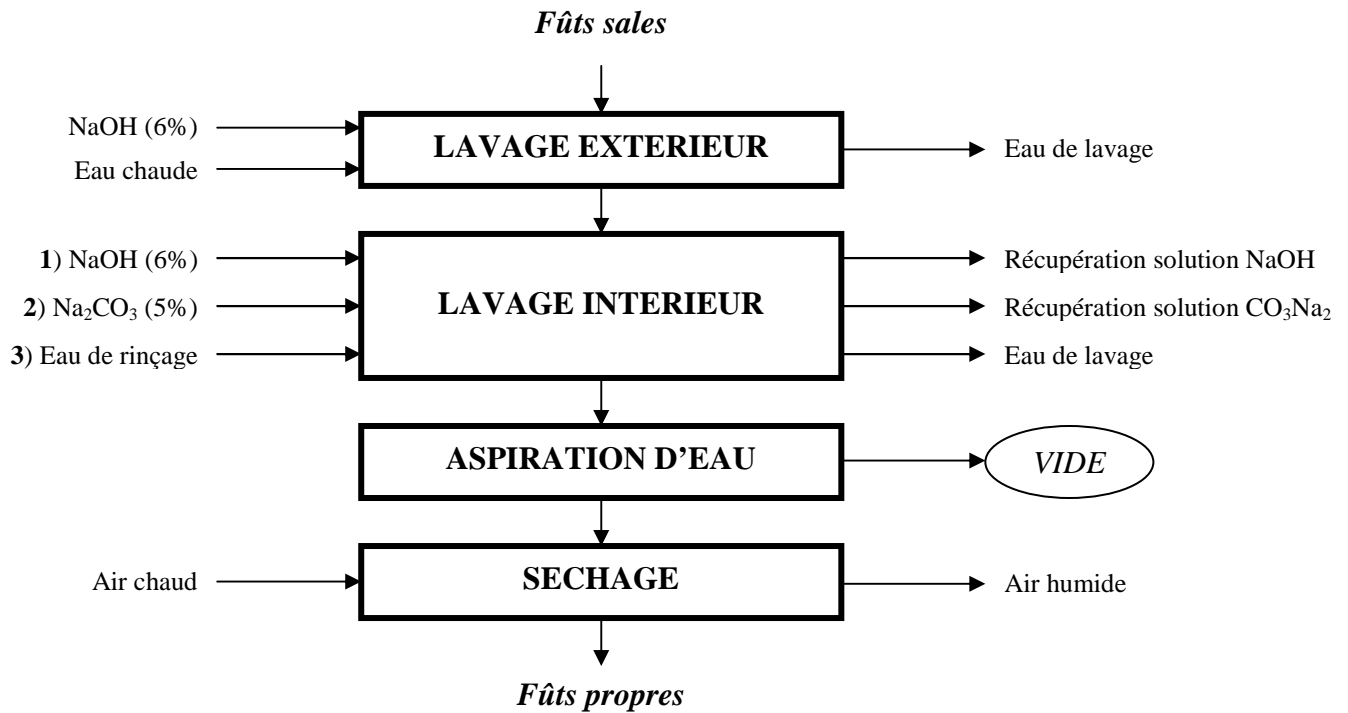
La figure 5 montre le processus de lavage fûts.

### **1.5.4.2. Conditionnement**

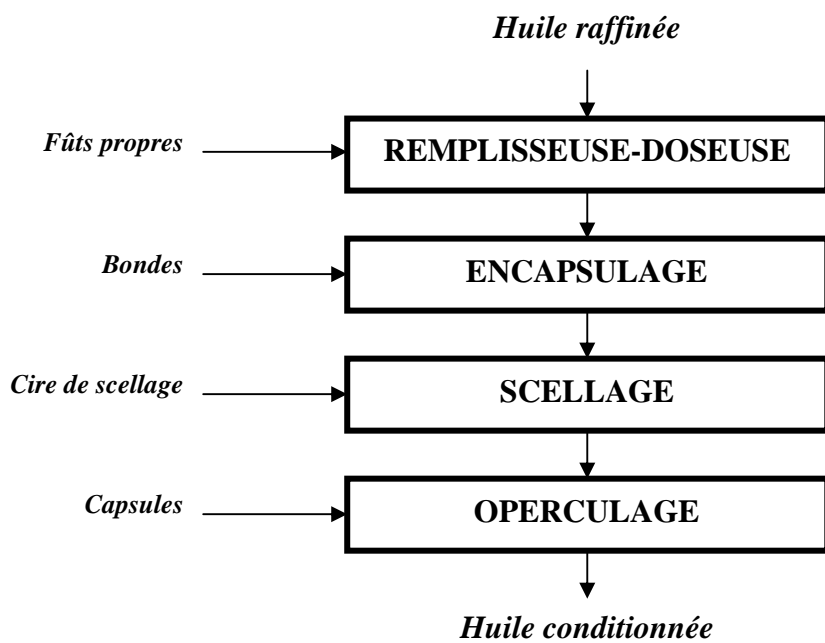
Pour le moment, suite à l'affectation de l'unité SIRCO de mise en bouteille plastique du TOP I (Antsirabe) au TOP II (Tamatave), seul le conditionnement en fûts existe à l'usine que l'on a fait notre étude.

Le conditionnement comporte quatre étapes principales et continues :

- **Une remplisseuse-doseuse** qui remplit chaque fût à un poids de 192 Kg d'huile ;
- **Un encapsulage** manuel par des capsules à pas de vis ;
- **Un scellage** manuel par de la cire rouge grenat et de le cacheter et
- **Un operculage** par un operculeuse pour en finir le conditionnement.



**Figure 5 : Processus de lavage fûts**



**Figure 6: Processus de conditionnement de l'huile raffinée**

## **CONCLUSION PARTIELLE I**

Le groupe TIKO englobe plusieurs industries agroalimentaires, l'huilerie TOP I en fait partie. Elle a pour mission, la production d'huile alimentaire, pour le moment commercialisée localement.

Les huiles végétales sont en général impropres à la consommation après leur extraction à cause de leurs acidités, leurs couleurs et leurs odeurs. Elles doivent subir alors des traitements de raffinage.

Dans la raffinerie TOP I, l'huile brute de soja, inacceptable à la consommation devient une huile alimentaire de bonne qualité ayant des caractéristiques bien déterminées.

Pour atteindre cet objectif, l'huile brute subit des séries d'opérations qui sont : la neutralisation, la décoloration et la désodorisation.



## **Partie II :**

# **CONTROLE DE QUALITE DE L' HUILE ALIMENTAIRE DE SOJA**

La qualité d'un produit constitue une des priorités dans les Industries Agricoles et Alimentaires. Elle est un concept qui répond aux critères suivants :

- La Satisfaction
- Le Service
- La Sécurité
- La Salubrité

Pour satisfaire à ces exigences, tout opérateur doit mettre en place un système de contrôle de la qualité. Le « *contrôle qualité* » est l'ensemble de programmes comprenant toutes les procédures de vérification qui incluent l'inspection, la formation et l'éducation.

La conception empirique du contrôle qualité consistait uniquement à vérifier l'état du produit fini, s'il est conforme ou non. Cette conception ne suffit plus à assurer la qualité du produit. Le contrôle doit s'effectuer au niveau de chaque étape de la chaîne de production jusqu'à la commercialisation [25].

## **2.1. GESTION DE LA QUALITE**

### **2.1.1. Démarche qualité**

#### **2.1.1.1. Qualité**

En se référant à la norme *International Standardization Organisation* (ISO 8402), la qualité est la propriété d'un produit bien ou service de donner satisfaction aux exigences de l'utilisateur. C'est le rôle essentiel de la satisfaction des consommateurs.

La qualité de l'huile alimentaire résulte de plusieurs processus : la condition culturale du soja, la condition de stockage des graines, la condition d'extraction, la durée de stockage de l'huile brute, la condition de raffinage associés éventuellement à autant de procédés de fabrication. Le degré d'oxydation, c'est-à-dire de conservation qui constitue aussi la principale qualité de l'huile alimentaire.

#### **2.1.2.2. Niveau de la démarche qualité [25]**

La démarche qualité est l'ensemble de procédures et actions effectuées dans l'entreprise en vue de tendre vers l'excellence. La première étape est de garantir la conformité du produit ou service aux exigences du marché. L'étape suivante touche la rationalisation de tous les processus à l'intérieur de l'entreprise.

Les niveaux de la démarche qualité regroupent :

- Niveau 0 : « zéro contrôle » : c'est une démarche suicidaire mais en principe il n'existe jamais car des consignes sont indispensables pour effectuer une opération quelconque.

- Niveau 1 : « contrôle de qualité » : il consiste à mettre en route une action productive, à contrôler le produit et à jeter les « mauvais ».

- Niveau 2 : « contrôle de fabrication » : à différents stades de la production, la conformité du produit à des caractéristiques supposées optimales est vérifiée.

- Niveau 3 : « maîtrise de la qualité » : elle vise à la maîtrise de différents facteurs de production ainsi que leur contribution à la qualité finale du produit.

Une démarche analogue à l'Analyse des Dangers pour la Maîtrise des Points Critiques (ADMPC) sur les « 5 M » doit être appliquée tels :

- Matières premières
- Matériels
- Méthode
- Main d'œuvre et
- Milieu

- Niveau 4 : « assurance de la qualité » c'est la démonstration éventuellement certifiée par un organisme indépendant de l'existence d'un système permettant une maîtrise permanente de la qualité.

La norme internationale ISO 8402 définit l'assurance qualité comme « l'ensemble des actions préétablies et systématiques nécessaires pour donner la confiance appropriée en ce qu'un produit ou service satisfera aux exigences données relatives à la qualité ».

- Niveau 5 : « TQM : Total Quality Management » ou gestion totale de la qualité : c'est l'application de la démarche qualité à l'ensemble du processus de l'entreprise.

### **2.1.2. Principes de l'hygiène alimentaire**

On pourrait définir l'hygiène comme un ensemble de règles et de pratiques relatives à la conservation de la santé.

Pour offrir au consommateur un aliment sain et conservable (critère d'oxydabilité pour le cas d'huile alimentaire), un certain nombre de règles d'hygiène doivent être observées. Plus précisément, l'hygiène alimentaire traite des mesures pour prévenir les altérations de la santé causées par les aliments.

Pour atteindre le niveau de la qualité voulue, il est recommandé de se baser sur les codes de Bonne Pratiques de Fabrication (BPF) et de Bonne Pratique d'Hygiène (BPH) proposés par la commission du Codex Alimentarius.

Ces normes permettent de contrôler les facteurs liés à l'environnement de travail.

Le respect du code des BPF se trouve parmi les mesures préventives prises toutes au long de la chaîne : production de matière première, fabrication des produits, distribution, conservation et vente.

Les BPF, pour notre cas sur la raffinerie d'huile alimentaire visent à éviter :

- la contamination chimique ;
- la prolifération oxydative et oxydation au cours de conservation.

Elles ont été élaborées par des prospectives orientées vers l'identification des points critiques, l'élimination des risques et la vérification de leur efficacité.

Ces interventions sont définies sous forme d'un concept appelé Intégration Linéaire de la Maîtrise de la Qualité Sanitaire (Longitudinally Integrated Safety Assurance), appelées LISA [26].

Ils sont connus sous le nom de sept principes AMCADER.

A : planifier, construire, outiller et faire fonctionner les Ateliers industriels en respectant les règles d'hygiènes correspondantes.

M : fournir de la Matière première de la plus haute qualité microbiologique, chimique et physique possible.

C : veiller au Comportement du personnel, s'entraîner à l'autocontrôle et à l'autocorrection.

A : veiller à l'Assainissement des produits dangereux pour éviter toute contamination.

D : assurer la Distribution des produits finis dans des conditions des transports, de stockage et de vente empêchant toute contamination.

E : réaliser des Examens ou analyses (microbiologiques, physiques et/ou chimique) périodiques pour dépister et remédier sans délai à tout accident.

R : Retrouver la confiance des publics dans l'innocuité des procédés d'assainissement appliqués dans l'industrie alimentaire. En effet, beaucoup de consommateurs s'inquiètent des traitements industriels qui visent pourtant à les protéger.

## **2.2. CONTROLE QUALITE A LA RAFFINERIE**

Du fait de la propriété de l'huile de soja vis-à-vis des microbes d'une part et grâce la haute température durant les traitements qu'elle subit d'autre part, le contrôle qualité à la raffinerie se concentre essentiellement à l'analyse organoleptique et physico-chimique de l'huile avant, tout au long et après le raffinage.

Le principal problème qui se pose pour l'huile alimentaire est son comportement en fonction du temps. Le rancissement et l'oxydation peuvent être retardés en saturant l'huile désodorisée avec de l'azote ou en lui incorporant des antioxydants autorisés (tocophérol, Vitamine C, ...).

Cette partie est consacrée particulièrement au contrôle qualité qui vise essentiellement à l'analyse de l'huile durant le raffinage ainsi qu'au contrôle des intrants qui entrent en jeu.

Les principales caractéristiques de l'huile sont : la densité, l'indice de réfraction, l'indice d'iode, l'indice de peroxyde, la couleur ainsi que sa composition en acides gras.

Les principaux intrants de la raffinerie sont : l'acide phosphorique et la soude caustique.

### **2.2.1. Contrôle qualité durant le raffinage**

Pour surveiller de façon continue la qualité de l'huile à chaque étape du raffinage ainsi que le bon fonctionnement des différents appareils, des analyses périodiques au laboratoire doivent être entreprises.

Le tableau suivant résume les différentes analyses au cours du raffinage.

PRODUITS	Points d'échantillonnage	Nature de l'analyse	Valeur moyenne
<i>Huile Brute</i>	Avant la neutralisation	Acidité Matières volatiles Points d'inflammation Indice de peroxyde Phosphatide	1% 0,05% 121°C 1 mEq/Kg 200ppm
<i>Huile Neutre</i>	Après séchage	Acidité Savon Matières volatiles	0,1-0,2% 35-50ppm 0,25-0,5%
<i>Huile Décolorée</i>	Sortie filtre à carton	Savon	22ppm
<i>Huile Désodorisée</i>	Avant filtre de polissage	Acidité Matières volatiles Savon Indice de peroxyde	0,05-0,1% 0,03-0,05% Max. trace 0.25-0.5
<i>Eau blanche</i>	Sortie 2 <sup>ème</sup> centrifugeuse	Teneur en huile	0,05-0,1%
<i>Soapstock</i>	Sortie 1 <sup>ère</sup> centrifugeuse	Teneur en impureté Humidité Matière grasse totale	0,2-0,5% 32-35% 40-50%

Tableau 1 : Analyses au cours du raffinage

Certaines analyses doivent être faites, cependant, elles ne sont pas entreprises au niveau du laboratoire de l'usine. C'est le cas notamment de la détermination du point d'inflammation de l'huile et des phosphatides.

En fait, les principaux points où doit être effectuée la prise d'échantillon pour faire les analyses sont les suivants :

- aux tanks de stockage d'huile brute,
- avant la neutralisation,
- après la neutralisation,
- après la décoloration,
- après la désodorisation,
- aux tank de stockage d'huile raffinée,
- avant le conditionnement et
- après le conditionnement.

### 2.2.2. Analyses sensorielles

Les tests organoleptiques sont toujours une très bonne méthode pour contrôler rapidement la qualité de l'huile. L'huile raffinée de bonne qualité doit avoir les caractéristiques organoleptiques suivantes :

- *Aspect* : limpide
- *Odeur* : inodore
- *Couleur* : jaune claire
- *Saveur* : neutre

Pour bien évaluer la qualité de l'huile raffinée ainsi que l'efficacité du traitement à chaque étape du raffinage, il est important de mesurer la couleur de l'huile traitée à chaque étape.

Pour ce faire, l'efficacité d'une décoloration est mesurée avec un colorimètre de type LOVIBOND. Avec cet appareil, l'huile est éclairée par une lumière blanche et est comparée avec des teintes qui se trouvent au fond des deux comparateurs dans le colorimètre. Chaque couleur dans les comparateurs correspond à une valeur numérique de 0 (couleur de l'eau pure) à 10 (couleur très foncée) mais la couleur de l'huile brute en général, ne dépasse pas le 2,5.

### 2.2.3. Caractéristiques physiques de l'huile

La connaissance des caractères physiques et chimiques de l'huile brute et l'huile raffinée permet d'évaluer leurs qualités, l'efficacité des appareils et de confirmer les raisons de choix du principe et circuit de l'opération de raffinage.

#### 2.2.3.1. Densité

Avec la densité, on peut se renseigner d'une part sur le degré de pureté de l'huile, et d'autre part sur le groupe auquel elle appartient. La densité varie selon l'insaturation, l'état d'oxydation et de polymérisation de l'huile.

Selon NFT 60.214(1), la mesure de la densité doit effectuer à l'aide d'un pycnomètre.

Elle est donnée par la formule :

$$d_{20} = (m_2 - m_0) / (m_1 - m_0)$$

$m_0$  : masse du pycnomètre vide

$m_1$  : masse du pycnomètre remplie d'eau

$m_2$  : masse du pycnomètre rempli d'huile

#### 2.2.3.2. Indice de réfraction

Cet indice permet de déterminer le groupe auquel appartient un corps gras. L'insaturation, l'acidité, la polymérisation, la présence des fonctions secondaires sur les molécules sont les facteurs qui peuvent influencer sur l'indice de réfraction.

Selon NFT 60.212 (2), il a été déterminé à l'aide d'un réfractomètre d'ABBE.

### 2.2.4. Caractéristiques chimiques de l'huile

#### 2.2.4.1. Indice d'acide et acidité

Par définition, l'indice d'acide est le nombre de milligramme de potasse nécessaire pour neutraliser les acides gras libres contenus dans 1 gramme de matière grasse. Elle est exprimée en acidité oléique pour le cas de l'huile de soja.

L'acidité est l'expression conventionnelle du pourcentage d'acide gras libre.

Il peut donc servir pour l'identification et pour le contrôle de corps gras et il est fonction du poids moléculaire. Il renseigne alors sur le degré d'altération d'une huile par hydrolyse de triglycérides. (Par acidification spontanée)

L'acidité peut provenir :

- de l'hydrolyse des triglycérides constitutifs des huiles

- de l'oxydation des chaînes insaturées présentes dans ces huiles.

➤ *Principe de détermination*

L'indice d'acide est déterminé par la mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange de solvant, puis le titrage des acides gras libres présent à l'aide d'une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium.

➤ *Mode opératoire, principe de calcul et formule*

L'indice d'acide est donné par la formule :

$$I A = V * N * 56.11 / m$$

Où : V : volume de potasse alcoolique employée (en ml)  
N : normalité de la potasse alcoolique  
m : masse de la prise d'essai (en gramme)

Le principe de détermination de l'indice d'acide selon la norme NFT 60.204 est donnée dans l'annexe 4.

L'acidité est donnée par :

$$\text{Acidité (\%)} = V * N * PM / (m * 10)$$

Où : PM : poids moléculaire de l'acide (PM=282 pour l'acidité oléique)  
Pour l'huile de soja, l'acidité est exprimée en **acide oléique**.

➤ *Résultats d'analyse*

Au TOP, on mesure l'acidité de l'huile à la fin de chaque étape de raffinage (huile neutre, huile décolorée et huile raffinée) et toutes les 3 heures si le raffinage se déroule normalement.

Les moyennes de résultats d'analyse (Acidité Oléique) effectuée au laboratoire interne de l'usine pendant 16 jours sont représentées dans le tableau suivant :

Désignation	AO (%)	Savon (ppm)	Indice de Peroxyde (mEq/Kg)	Couleur Max.	Observations
Moyenne des résultats d'analyses du : 02juin à 6h au 03juin à 6h					Panne vers 17h40. Pas d'échantillon. Reprise à 5h20
HB	0,850				
HN	0,097	2,04		2,5	
HD	0,097			2,5 <sup>-</sup>	
HR	0,081	0	0.64	0,5à1	
HR en fût	0,090	0	1,76	1,5 <sup>-</sup>	
Moyenne des résultats d'analyses du : 03juin à 6h au 04juin à 6h					Chaudière thermique en panne, d'où vidange et arrêt à 11h
HB	0,820				
HN	0,072	0		2,5	
HD	0,084			2,5	
HR	0,085	0		1,5	
Moyenne des résultats d'analyses du : 06juin à 6h au 07juin à 6h					Démarrage. Début de prélèvement à 02h10mn du matin
HB	0,810				
HN	0,081	0		2,5	
HD	0,100			2,5 <sup>-</sup>	
HR	-	-		-	
Moyenne des résultats d'analyses du : 07juin à 6h au 08juin à 6h					Norme de la couleur de l'HR non atteinte. D'où : récirculation
HB	-				
HN	0,084	7,40		2,5	
HD	0,112			2 <sup>+</sup>	
HR	0,100	0		1+à1,5	
Moyenne des résultats d'analyses du : 08juin à 6h au 09juin à 6h					Panne (pompe) vers 14h30, d'où arrêt. Reprise à 01h du matin : couleur HR=1 <sup>+</sup> . D'où : récirculation.
HB	0,800				
HN	0,088	25,62		2,5	
HD	0,117		0,42	2,5 <sup>-</sup>	
HR	0,092	0	0,86	1 <sup>-</sup> à1 <sup>+</sup>	
Moyenne des résultats d'analyses du : 09juin à 6h au 10juin à 6h					Panne (pompe) dans la matinée ; couleur HR=1.5 dans la soirée. D'où : récirculation
HN	0,099	26.45		2.5	
HD	0,137			2.5 <sup>-</sup>	
HR	0,107	0	0.48	1	
Moyenne des résultats d'analyses du : 10juin à 6h au 11juin à 6h					Panne pompe
HN	0,097	2,04		2,5	
HD	0,097			2,5 <sup>-</sup>	
HR	0,081	0	0,64	0,5 <sup>+</sup> à1	
Moyenne des résultats d'analyses du : 11juin à 6h au 12juin à 6h					Panne chaudière thermique dans la journée, D'où : récirculation pour atteinte couleur.
HB	0,910				
HN	0,082	14,78		2,5	
HD	0,086			2,5 <sup>-</sup>	
HR	0,082	0		0,5 <sup>+</sup> à1	

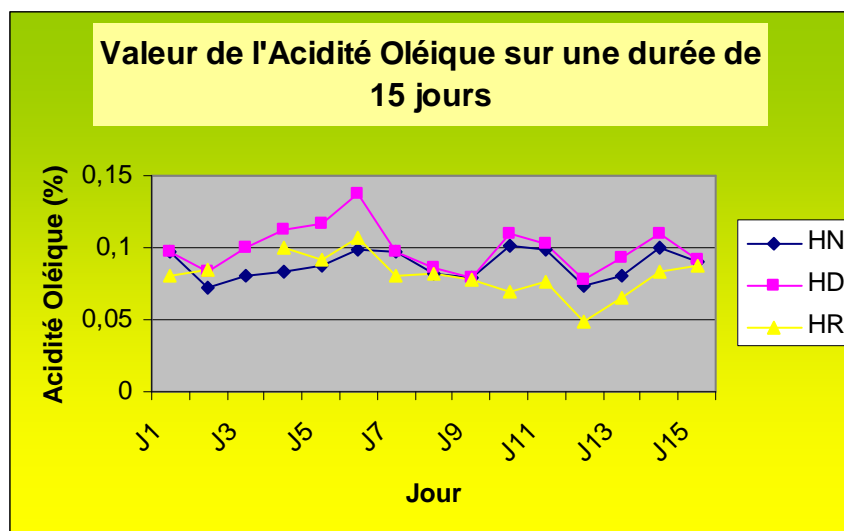


Désignation	AO (%)	Savon (ppm)	Indice de Peroxyde (mEq/Kg)	Couleur Max.	Observations
Moyenne des résultats d'analyses du : 12juin à 6h au 13juin à 6h					Couleur HR=1.5 dans la journée. D'où : récirculation.
HB	0,840				
HN	0,079	12,27		2,5	
HD	0,079			2,5 <sup>-</sup>	
HR	0,078	0	0,34	1	
Moyenne des résultats d'analyses du : 13juin à 6h au 14juin à 6h					Problème de température de la chaudière thermique vers 2h du matin : changement de couleur. D'où : récirculation
HB	0,670				
HN	0,102	1,96		2,5	
HD	0,110			2,5 <sup>-</sup>	
HR	0,069	0	0,43	1 <sup>-</sup> à1 <sup>+</sup>	
Moyenne des résultats d'analyses du : 14juin à 6h au 15juin à 6h					Panne dans la matinée, début de prélèvement à 16h05mn. Baisse de température vers 20h : changement de couleur. D'où : récirculation
HB	0,790				
HN	0,099	0		2,5	
HD	0,103			2,5 <sup>-</sup>	
HR	0,076	0	0,45	1 <sup>-</sup>	
Moyenne des résultats d'analyses du : 15juin à 6h au 16juin à 6h					Taux de savon de l'HN élevé (=80ppm) et présence de trace de savon dans l'huile raffinée dans la journée. D'où : récirculation.
HB	0,330				
HN	0,074	45,90		2,5	
HD	0,078			2,5 <sup>-</sup>	
HR	0,049	Trace	0,44	0,5 <sup>+</sup> à1	
Moyenne des résultats d'analyses du : 16juin à 6h au 17juin à 6h					Rien à signaler
HB	0,750				
HN	0,081	Trace		2,5	
HD	0,093			2,5 <sup>-</sup>	
HR	0,065	0	0,53	0,5 <sup>+</sup> à1 <sup>-</sup>	
Moyenne des résultats d'analyses du : 18juin à 6h au 19juin à 6h					Norme de la couleur non atteinte vers l'après-midi. D'où : récirculation.
HB	0,860				
HN	0,100	0		2,5	
HD	0,110			2,5 <sup>-</sup>	
HR	0,083	0		1,5	
Moyenne des résultats d'analyses du : 19juin à 6h au 20juin à 6h					Rien à signaler
HB	0,650				
HN	0,090	Trace		2,5	
HD	0,092			2,5 <sup>-</sup>	
HR	0,088	0	0,57	1 <sup>-</sup>	

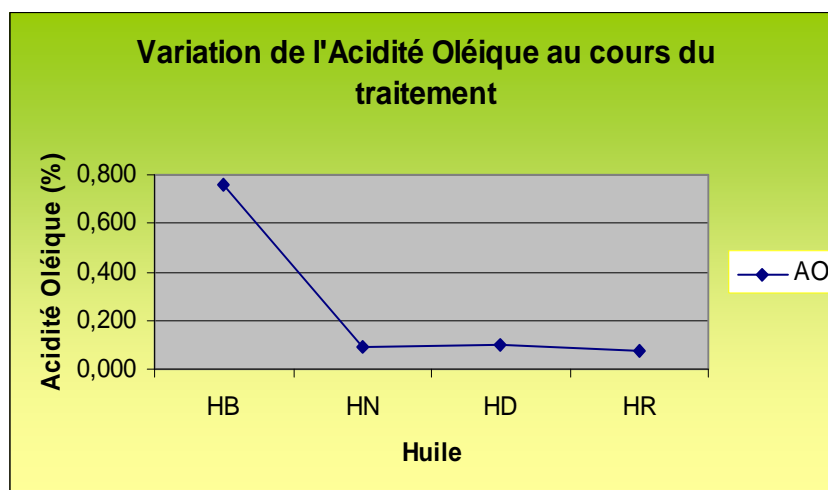
**Tableau 2 : Résultats d'analyses du 02 juin au 17 juin 2006**



Les figures suivantes montrent l'acidité oléique de l'huile pendant le raffinage :



**Figure 7: Représentation graphique de l'Acidité Oléique de l'HN, HD, HR**



**Figure 8: Evolution de l'Acidité Oléique de l'huile au cours du traitement**

➤ Interprétation et discussion

En général, l'acidité de l'huile brute dépasse légèrement la norme consignée par l'UNE ( $AO \leq 0,750\%$ ) qui est expliquée par le temps de stockage et de transport assez long.

La figure 5 met en évidence l'efficacité de la neutralisation : l'acidité passe de  $0,757\%$  (HB) à  $0,076\%$  (HR).

On note aussi une légère augmentation de l'acidité en passant de  $0,088\%$  (HN) à  $0,100\%$  (HD). Elle est due en général par la transformation de savon encore présent en AGL. Par conséquent, l'acidité libre de l'huile décolorée est toujours plus élevée que l'huile neutre.

### **2.2.4.2. Indice d'iode**

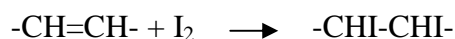
Par définition, l'indice d'iode est le nombre de grammes d'iode fixé par 100 grammes de corps gras. Il est pour 1<sup>ère</sup> importance, la caractérisation de l'huile. Il permet ainsi de mesurer le nombre de centre d'insaturation et d'évaluer les étapes finales de l'oxydation des lipides.

Il sert aussi à contrôler la pureté d'un corps gras connu et à identifier ou du moins à classer les corps gras et les produits de leur transformation.

#### ➤ *Principe de détermination*

Pour déterminer l'indice d'iode, on peut prendre la méthode de WIJS ; il s'agit d'une réaction d'addition, l'iode se fixe sur les liaisons éthyléniques des acides gras de l'huile à étudier. A un mélange de prise d'essai de matière grasse, de tétrachlorure de carbone, de réactifs de WIJS est ajouté de l'iodure de potassium en excès afin d'obtenir une addition quantitative. L'iode ainsi libéré est dosé par la solution de thiosulfate de sodium jusqu'à disparition de la couleur jaune d'iode.

L'ensemble des réactions se traduit par :



#### ➤ *Principe de calcul et formule*

L'indice d'iode est donné par la formule :

$$\text{II} = \text{V}_0 - \text{V}_1 * \text{T} * 12.69 / \text{m}$$

- T : titre de sulfate de sodium utilisé
- V<sub>0</sub> : volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc
- V<sub>1</sub> : volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour l'échantillon m.

Le mode de détermination de l'indice d'acide selon la norme NFT 60.203 est développé à l'annexe 5

### **2.2.4.3. Indice de saponification**

#### ➤ *Définition et objectif*

Par définition, l'indice de saponification est le nombre de milligrammes de potasse nécessaire pour saponifier un gramme de corps gras (NFT 60 206).

L'objectif est d'évaluer la longueur de la chaîne et contrôler la pureté de l'huile ainsi que l'aptitude de l'huile à la saponification.

#### ➤ *Principe de détermination*

Le principe consiste au traitement à la soude des esters de corps gras pour donner du savon et du glycérol suivi d'un dosage par retour.

La réaction de saponification se déroule en deux temps :

- transformation des glycérides en esters éthyliques
- saponification des esters formés

Après saponification du corps gras par la potasse alcoolique en excès, on titre la base non combinée aux acides gras pour calculer la quantité de base qui réagit avec la matière grasse.

L'annexe 6 indique le mode de détermination de l'indice de saponification.

#### **2.2.4.4. Indice de peroxyde**

L'indice de peroxyde est le nombre de microgrammes d'oxygène dans un gramme de corps gras et oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode dans la méthode décrite. Cet indice est uniquement observé au niveau de l'huile raffinée.

##### ➤ *Principe de détermination*

Par conséquent, 10 à 15 grammes de corps gras sont mélangés avec 15 ml d'acide acétique, 20 ml de chloroforme et quelques gouttes d'iodure de potassium. L'agitation homogénéise l'ensemble qui sera mise ensuite à l'obscurité pendant 15 mn. Au bout de cette période, le mélange est additionné de 100 ml d'eau distillée et 1 ml de formamide d'amidon.

La solution homogène subit une titration au thiosulfate de sodium (0.1N).

##### ➤ *Principe de calcul et formule*

L'Indice de peroxyde est alors déterminé par la formule ci-après :

$$\text{IP} = (\text{V} * \text{N} * 1\ 000) / \text{m}$$

- IP : Indice de Peroxyde [méq/Kg]  
V : Volume du thiosulfate de sodium nécessaire pour neutraliser le mélange  
N : Normalité du thiosulfate de sodium  
m : masse de la prise d'essai

## **2.3. ORIGINE DES ANOMALIES ET DE LA NON CONFORMITE DURANT LE RAFFINAGE**

Il y a différentes sortes d'anomalies et de la non-conformité durant le raffinage :

-les origines liées directement à la production : la qualité des produits utilisés, les fonctionnements des appareils et matériels, la maîtrise des paramètres de production ;

-les origines indirectement liées à la production : la production des utilités : le vide, l'air comprimé, la vapeur, l'électricité, l'eau de service,...

La classification des origines de ces anomalies sur la méthode de 5 M (Matières, Méthode, Main d'œuvre, Matériels et Milieu) permet de les éclaircir.

### **2.3.1. Matières premières**

La principale matière première alimentant la raffinerie est l'huile de soja brute dégommée, produit obtenu au terme de la dernière étape du traitement d'extraction. Les matières secondaires sont les produits chimiques (soude caustique, acide phosphorique,...) qui sont nécessaires pour le raffinage de l'huile de soja.

La qualité du produit fini dépend surtout de la qualité des matières premières.

#### **2.3.1.1. Huile brute de soja**

Sur notre étude, la matière première est l'huile brute importée, arrivée à l'usine par l'intermédiaire des camions citernes provenant de Tamatave. Pour chaque lot, largement avant l'embarquement du bateau qui transporte l'huile de son pays d'origine, une fiche de résultat d'analyse et un échantillon doivent être envoyés au laboratoire interne de l'entreprise. C'est à partir du résultat d'analyse de cet échantillon qu'on doit discuter sur la décision d'acceptation ou non du lot en question.

En effet, une exigence de la **traçabilité** des matières premières doit être faite par les responsables d'importation du groupe vis-à-vis des pays exportateurs.

Les éléments suivants doivent être au moins figurés dans cette traçabilité :

- traçabilité des graines de soja,
- types d'extraction (par solvant ou par pression),
- résultats d'analyses durant l'extraction,
- condition de transport,
- etc.

#### **2.3.1.2. Produits chimiques**

Les produits chimiques utilisés par l'usine sont approvisionnés par des fournisseurs agréés, locaux ou étrangers.

Les défauts sont causés surtout par les conditions de manipulation et de stockage (Ambiance, humidité).

Une série de substances est nécessaire pour le raffinage de l'huile de soja.

- a) Pour la neutralisation, acide phosphorique et soude caustique
- b) Pour la décoloration, terre décolorante et si nécessaire, acide citrique.
- c) Pour la désodorisation, acide citrique.

### **2.3.2. Méthode**

La Bonne Pratique de Fabrication est la méthode la plus sûre pour avoir des produits finis sains et de haute qualité. Lors du raffinage de l'huile de soja, il faut maîtriser tous les paramètres qui peuvent nuire à la qualité des produits finis et au bon fonctionnement des appareils.

- La maîtrise des températures au cours du raffinage : on doit respecter les températures à chaque étape, consignées dans le livre de procédé qui permet d'atteindre l'efficacité du raffinage (vapeur, fluide thermique, échangeur à plaque, conduits, eau chaude...).
- La maîtrise des durées d'opération.
- La maîtrise de l'adjonction d'acide phosphorique et de soude caustique ainsi que leurs préparations.
- La maîtrise du vide.
- La maîtrise de l'air comprimé pour l'ouverture et la fermeture efficace des électrovannes.
- Etc.

### **2.3.3. Main d'œuvre**

Les ouvriers doivent être conscients de l'importance de la confection de la solution de soude et que l'erreur de la mise en solution entraîne une répercussion grave sur la qualité du produit fini et sur les paramètres des appareils. On doit alors procéder à une formation ou à une sensibilisation systématique et une surveillance stricte suivie d'une obligation d'écriture et d'enregistrement.

### **2.3.4. Matériels**

Les principaux appareils et matériels utilisés à la raffinerie sont les centrifugeuses, les mélangeuses, les cuves et tanks de réaction ou tank tampon, les pompes et les appareillages de mesure ainsi que les tuyauteries qui conduisent l'huile de l'amont en aval.

Les matériels et les contenants en contact direct avec l'huile peuvent être aussi des catalyseurs d'oxydation par leurs constituants métalliques et qui rendent ardu l'opération de raffinage. Ce déclenchement d'oxydation par les métaux peut être réduit ou éliminé par le remplacement des matériaux en acier noir par des matériaux en acier inoxydable.

L'utilisation des matériels propres est une méthode préventive pour éviter toutes sortes de contamination des produits. Ainsi, tout débordement d'huile végétale ou minérale ou de carburant sera nettoyé immédiatement. Après chaque réparation ou entretien des appareils, il faut procéder aussi à une vérification stricte. Comme dans l'entretien des moteurs ou pompe, il faut éviter le contact des graisses et lubrifiants des appareils avec l'huile à traiter.

Périodiquement, il faut procéder au nettoyage spécifique de chaque type d'appareil.

- Nettoyage systématique des centrifugeuses
- CIP périodique pour l'installation toute entière
- Nettoyage périodique des plaques filtrantes (toiles métalliques)
- Procédure de nettoyage normalisée à l'unité conditionnement et lavage fûts
- etc.

### 2.3.5. Milieux

Dans une unité de raffinerie, on va définir le milieu comme les eaux, les vapeurs et l'ambiance qui entre en contact direct avec l'huile. L'état et la qualité du milieu influent considérablement à la qualité du produit à traiter.

En effet, on doit bien considérer le traitement d'eau d'alimentation de chaudière à vapeur et simultanément traitement des eaux.

## 2.4. EVALUATION DE LA CONSOMMATION EN INTRANTS ET LES PERTES DURANT LE RAFFINAGE DE L'HUILE DE SOJA

Outre l'huile brute utilisée comme matière première de la raffinerie, le raffinage utilise d'autres utilités ainsi que des matières consommables.

On peut citer :

- la soude, l'acide phosphorique et les emballages comme matières consommables
- l'eau, la vapeur, le fluide thermique, l'électricité, l'air comprimé comme utilités.

### 2.4.1. Utilités

#### 2.4.1.1. Eau

Dans toutes industries agroalimentaires y compris l'huilerie, l'eau occupe un rôle important. On peut citer l'eau de procédé et de service, l'eau de refroidissement et l'eau barométrique.

- *Eau de procédé et de services*

Elle est nécessaire en alimentation continue ou semi-continue dans des services tels que : première centrifugation et l'unité de production d'eau chaude à la neutralisation. Il y a aussi l'alimentation intermittente ou sporadique, comme pour la préparation des solutions de soude.

- *Eau de refroidissement*

Dans le circuit (récirculation) ouvert vers la tour de refroidissement. C'est une eau requise pour le service des refroidisseurs d'huile de décoloration et de désodorisation.

- *Eau barométrique*

Dans le circuit (récirculation) ouvert, muni d'une tour de refroidissement indépendante de la précédente. Eau requise comme apport d'eau froide aux condenseurs barométriques inclus dans les systèmes de production de vide de la raffinerie.

La qualité de cette eau est celle de la purge de la tour d'eau propre, polluée par des gouttes d'huiles et d'acides gras libres. Cette eau est sujette à de traitement et dont sa concentration en AGL ne doit dépasser les 200 ppm.

#### 2.4.1.2. Vapeur

C'est le fluide de transfert de chaleur le plus utilisé à la raffinerie. Elle est fournie par des chaudières.

L'usine dispose 3 chaudières pyrotubulaires pouvant travailler aussi bien manuelles qu'en automatiques. Elles fonctionnent au moyen du fuel oil. Elles peuvent produire jusqu'à 10 835 Kg/heure de vapeur à moyenne pression et 570 Kg de vapeur à basse pression. [7][12].

L'eau alimentant ces chaudières subit aussi divers traitement :

- Adoucissement de l'eau au moyen des résines échangeuses d'ions,
- Désaération de l'eau par du thiosulfate de sodium ( $\text{NaSO}_3$ ),
- Traitement à l'acide sulfurique ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) pour diminuer les précipitations d'ion calcium ( $\text{Ca}^{2+}$ )

#### 2.4.1.3. Fluide thermique

Le fluide thermique est une huile minérale et est utilisé dans la section de désodorisation pour atteindre la température de désodorisation.

Il est stocké dans un tank placé à l'atelier de raffinage de l'huile. De là, il est pompé vers une chaudière thermique placée dans la salle de chaudière. C'est une chaudière à fuel oil. Le fluide thermique s'écoule dans ses serpentins dans lesquels il est chauffé par la flamme du brûleur jusqu'à une température de 300°C. Il est ensuite acheminé vers les serpentins du désodoriseur, puis ceux du préchauffeur pour remonter dans ceux de désaérateur. Le fluide y est refroidi et passe dans le serpentin du refroidisseur d'huile. Il est pompé ensuite pour retourner vers la chaudière et boucler ainsi de suite.

#### **2.4.1.4. Air comprimé**

La production d'air comprimé au moyen de 2 compresseurs est nécessaire dans la raffinerie toute entière.

Il y a deux utilisateurs :

##### *a) Air d'instrumentation*

Pour l'actionnement des vannes de contrôle dans les sections de décoloration et désodorisation.

##### *b) Air de service*

Requis pour le service des filtres huile-terre décolorante (débatissage), dans l'étape de nettoyage ou lors de soufflage des plaques filtrantes.

#### **2.4.1.3. Energie électrique**

Comme l'eau utilisée dans toute l'usine, l'électricité est fournie par la JIRAMA par des lignes triphasées et sa tension est réduite par un transformateur. Ainsi elle sera distribuée et alimentée au tableau de moyenne tension.

#### **2.4.2. Matières consommables**

Plusieurs produits chimiques sont utilisés dans l'usine. Parmi lesquels, on peut citer :

##### a) La soude caustique

La soude utilisée pour la neutralisation, outre son action neutralisante, elle permet un début de décoloration de l'huile. Elle sert aussi à l'ajustement de pH de l'eau des chaudières et au lavage des différents matériels.

Elle aide aussi à la précipitation des métaux lourds au cours des traitements des eaux résiduaires, au nettoyage des fûts récupérés ainsi que le trempage des filtres lors de son lavage.

##### b) L'acide phosphorique

L'acide phosphorique utilisé est de qualité marchande, avec 75 à 85% de  $PO_4H_3$ . On ajoute l'acide phosphorique au cours du prétraitement de l'huile brute à raison de 1‰ par l'intermédiaire d'une pompe doseuse. L'acide phosphorique qui agit sur les phosphatides en rompant la liaison phosphoester, forme aussi avec les traces métalliques des complexes qui seront éliminés dans les pâtes de neutralisation et dans les eaux de lavage.



## c) La terre décolorante

Pour la neutralisation, on utilise généralement des argiles spéciales de type montmorillonite. Le pouvoir décolorant dépend essentiellement de la qualité des terres. Il semblerait que la structure microcristalline des argiles et des impuretés qu'elles contiennent sont les facteurs déterminants. On a constaté que la tension superficielle joue un rôle important dans l'adsorption des groupes chromophores des huiles et des graisses.

Pour éliminer l'air emprisonné dans les microcavités des terres, on travaille sous vide de 35mm Hg pour que la terre offre à l'huile une grande surface de contact.

**2.4.3. Etude de la consommation en soude de l'usine****2.4.3.1. Quantité de soude consommée lors de la neutralisation**

Les quantités de la soude pure réellement consommée ( $Q_{cn}$ ) lors de la neutralisation et l'acidité oléique de l'huile brute ( $AO_{HB}$ ) et l'huile neutre ( $AO_{HN}$ ) sont représentées dans le tableau suivant :

<b>DATE</b>	<b>19/01</b>	<b>20/01</b>	<b>21/01</b>	<b>22/01</b>	<b>23/01</b>	<b>24/01</b>	<b>25/01</b>	<b>26/01</b>
$AO_{HB}(\%)$	1,75	0,41	0,423	0,58	0,35	0,605	0,47	0,47
$AO_{HN}(\%)$	0,46	0,087	0,140	0,073	0,11	0,155	0,22	0,093
$AO_{HB}-AO_{HN}(\%)$	1,29	0,323	0,283	0,507	0,24	0,45	0,22	0,093
$HB$ traitée (kg)	26520	61940	81000	51330	71160	86150	90400	75510
$Q_{cn}$ (kg)	114,42	73,43	131,50	145,46	78,56	151,99	134,92	128,08
<b>DATE</b>	<b>27/01</b>	<b>28/01</b>	<b>29/01</b>	<b>30/01</b>	<b>31/01</b>	<b>01/02</b>	<b>02/02</b>	<b>03/02</b>
$AO_{HB}(\%)$	0,580	0,39	0,44	0,469	0,56	0,44	0,503	0,37
$AO_{HN}(\%)$	0,140	0,10	0,11	0,123	0,11	0,11	0,133	0,18
$AO_{HB}-AO_{HN}(\%)$	0,140	0,29	0,33	0,346	0,45	0,33	0,37	0,19
$HB$ traitée (kg)	90580	50650	75540	82520	50000	83970	78140	81160
$Q_{cn}$ (kg)	119,55	102,47	116,13	134,9	95,64	121,25	109,30	112,71
<b>DATE</b>	<b>04/02</b>	<b>05/02</b>	<b>06/02</b>	<b>10/02</b>	<b>11/02</b>	<b>12/01</b>	<b>13/01</b>	<b>14/01</b>
$AO_{HB}(\%)$	0,41	0,644	0,52	0,48	0,73	0,73	0,55	0,636
$AO_{HN}(\%)$	0,087	0,151	0,17	0,13	0,068	0,15	0,087	0,149
$AO_{HB}-AO_{HN}(\%)$	0,323	0,493	0,35	0,35	0,662	0,58	0,463	0,487
$HB$ traitée (kg)	57980	80760	53240	91960	97110	78130	95090	63000
$Q_{cn}$ (kg)	81,97	104,18	35,86	167,37	170,98	143,46	208,35	223,72

**Tableau 3 : Consommation de soude et acidité oléique lors de la neutralisation**

**2.4.3.2. Quantité théorique de soude nécessaire pendant la neutralisation**

## a) Principe de détermination

La quantité théorique de soude nécessaire pendant la neutralisation peut être déterminée en exploitant la définition d'indice d'acide. On a :

- La masse de l'acide gras libre :

$$M_{\text{agl}} = \text{HB}_{\text{traitée}} * \text{AO}_{\text{HB}}$$

- La quantité de soude pure nécessaire à la neutralisation :

$$M'_{\text{NaOH}}(\text{neutralisation}) = M_{\text{agl}} * 40/282$$

- Pour déplacer la réaction de saponification, il faut un excès  $\alpha$  de soude pure de 0.1% par rapport au poids d'huile traitée,

$$\alpha = \text{HB}_{\text{traitée}} * 0.001$$

D'où la quantité de soude requise pour la neutralisation :

$$M''_{\text{NaOH}} = M'_{\text{NaOH}} + \alpha$$

- Pour neutraliser l'excès d'acide phosphorique, cette quantité théorique est augmentée de 0.50 à 10%, on a donc une fourchette de quantité théorique  $Q_{\text{th1}}$  et  $Q_{\text{th2}}$

$$Q_{\text{th1}} = M''_{\text{NaOH}} + M''_{\text{NaOH}} * 0.005 \text{ et } Q_{\text{th2}} = M''_{\text{NaOH}} + M''_{\text{NaOH}} * 0.1$$

### b) Résultat

Les tableaux suivants résument les quantités théoriques de soude comparées avec la quantité réellement consommée.

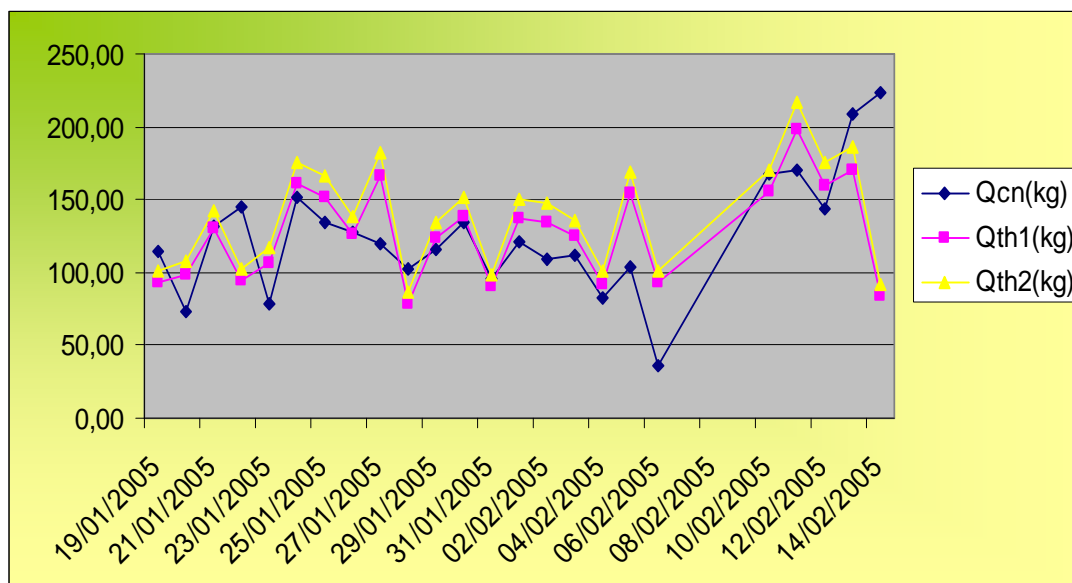
DATE	19/01	20/01	21/01	22/01	23/01	24/01	25/01	26/01
$Q_{\text{cn}}(\text{kg})$	114,42	73,43	131	145,46	78,56	151,99	134,92	128,08
$Q_{\text{th1}}(\text{kg})$	92,80	98,45	130,24	94,01	107,01	160,88	151,41	126,47
$Q_{\text{th2}}(\text{kg})$	101,57	107,75	142,26	102,90	117,12	176,08	165,72	138,43

DATE	27/01	28/01	29/01	30/01	31/01	01/02	02/02	03/02
$Q_{\text{cn}}(\text{kg})$	119,55	102,45	116,13	134,90	95,64	121,25	109,30	112
$Q_{\text{th1}}(\text{kg})$	165,92	79,06	123,29	138,10	90,16	137,05	134,56	124,37
$Q_{\text{th2}}(\text{kg})$	182,42	86,52	134,91	151,15	98,68	150,75	147,27	136,12

DATE	04/02	05/02	06/02	10/02	11/02	12/02	13/02	14/02
$Q_{\text{cn}}(\text{kg})$	81,97	104,18	35,86	167,37	170	143,46	208,35	223,72
$Q_{\text{th1}}(\text{kg})$	92,15	154,84	92,97	155,34	198,65	159,82	170,12	83,37
$Q_{\text{th2}}(\text{kg})$	100,71	169,47	101,71	170,02	217,42	174,93	186,19	91,25

**Tableau 4 : Récapitulation de la quantité théorique de soude**

Pour faciliter l'observation et pour comparer les résultats, voici une figure qui explique la consommation de la soude pendant la neutralisation :



**Figure 9 : Représentation graphique de la consommation théorique et consommation réelle de la soude pendant la neutralisation**

### c) Interprétation et discussion

La consommation de la soude  $Q_{cn}$  dans l'usine est généralement comprise entre  $Q_{th2}$  et  $Q_{th1}$ . Parfois elle est inférieure aux quantités théoriques sauf pour le cas du 19 et 22 janvier ; 13 et 14 février. Par contre, pour le cas du 20 et 23 janvier, 5 et 6 février, les  $Q_{cn}$  sont légèrement inférieures aux  $Q_{th}$ .

Comme l'opération est continue, raisonnons sur la consommation journalière moyenne du 19 janvier au 14 février. En effet, les moyennes de  $Q_{th1}$  et  $Q_{th2}$  sont respectivement 127,54 Kg et 139,64 Kg de soude, alors que  $Q_{cn}$  est de 125,17 Kg, valeur dans la plage de norme.

On peut avancer les explications et interprétations suivantes :

- Les acides gras libres dans l'huile brute ne sont pas éliminés totalement lors de la neutralisation, ce qui explique la différence  $AO_{HB}-AO_{HN}$  du tableau 3.
- Le coup de main de l'opérateur joue un rôle important dans le réglage de la pompe doseuse d'injection d'acide phosphorique et de soude caustique.
- Pour bien suivre la consommation de la soude, le prélèvement d'échantillons par le laboratoire doit être fait au moins une fois toutes les trois heures pour l'analyse de l'huile.

#### 2.4.4. Pertes pendant le raffinage

Toutes les méthodes et les étapes de raffinage entraînent des pertes que nous appelons globalement perte au raffinage.

Les pertes à chaque étape du raffinage sont généralement représentées par le pourcentage d'huile neutre entraînée par les sous-produits éliminés. L'huilier aura donc intérêt à les réduire au strict minimum pour augmenter le rendement du raffinage.

La perte au raffinage est la somme de toutes les pertes à chaque étape du raffinage de l'huile, elle est donc constituée par :

- Pertes à la neutralisation
- Pertes à la décoloration
- Pertes à la désodorisation

Parmi ces pertes, on distingue deux types :

- Pertes évitables et
- Pertes inévitables

### 2.4.4.1. Pertes inévitables

Nous avons principalement les pertes liées directement aux opérations de raffinage. Celui-ci élimine certains produits indésirables et peut induire des pertes. Ces pertes sont logiques et inévitables.

Elles sont liées principalement aux caractéristiques physico-chimiques des matières premières et à la rigueur plus ou moins grande des normes de qualité.

### 2.4.4.2. Pertes évitables

Ce sont directement les pertes liées à la capacité du raffineur, aux réglages des différents appareils (optimisation de la quantité de vapeur, soude,...), de la précision du résultat du laboratoire. Elles se produisent donc généralement dans la méthode de travail des opérateurs.

### 2.4.4.3. Pertes au raffinage

Le tableau suivant montre les pertes durant le raffinage de l'huile de soja :

NEUTRALISATION				Décoloration	Désodorisation
1 <sup>ère</sup> étape	2 <sup>ème</sup> étape	Lavage	Séchage		
0.93%	0.03%	0.03%	0.42%	0.26%	0.3%

Tableau 5: Evaluation de toutes les pertes au raffinage [13]

Les pertes à la neutralisation proviennent essentiellement :

- De l'élimination des phosphatides (mucilage)
- De la saponification des acides gras libres
- Des pertes d'huile neutre à cause de phénomènes d'émulsions
- Des pertes en triglycérides au cours de la séparation de soapstock et de l'huile
- Des pertes par entraînement des triglycérides dans l'eau de lavage
- Des pertes par le séchage trop poussé de l'huile
- Des réactions de saponification parasites affectant les triglycérides

Pour ces raisons, on est amené à déterminer le coefficient de perte à la neutralisation qui est le rapport entre la perte totale et la perte inévitable et qui doit varier de 1,15 à 2 [13].

Les pertes à la décoloration sont dues généralement à la quantité d'huile retenue par la terre décolorante après la filtration.

Les pertes à la désodorisation sont essentiellement les pertes présentées par le tocophérol et le stérol lorsque la température dépasse 230°C. Heureusement certaines pertes sont bénéfiques comme les saveurs, les hydrocarbures, les pesticides et surtout les organochlorés.

## 2.5. ORIGINE DE DEGRADATION DE L'HUILE

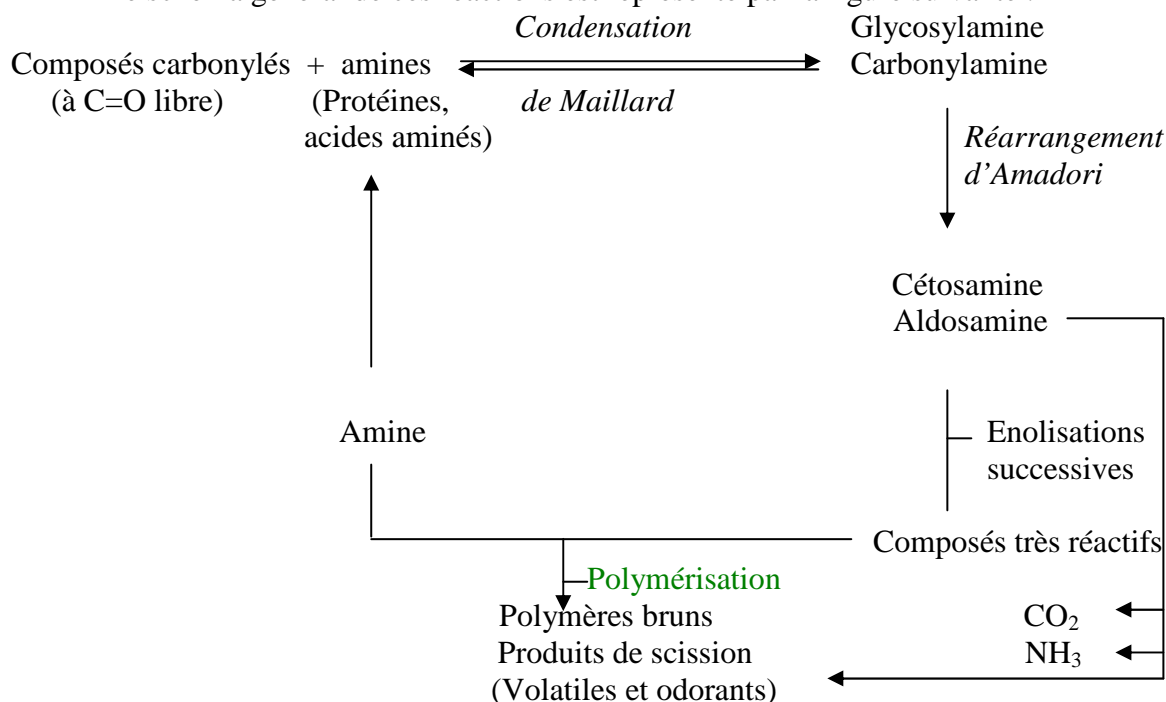
En général, c'est l'oxydation qui occupe la dégradation de l'huile mais il y a aussi ce qu'on appelle la réaction de Maillard. Pour ralentir la dégradation de l'huile au cours de sa conservation, le raffinage est destiné pour réduire au strict minimum les substrats et les catalyseurs de ces réactions. Les acides gras libres sont les premiers responsables.

Donc, il faut respecter les normes sur l'Acidité, l'Indice de Peroxyde, l'Indice de Saponification ainsi que la couleur de l'huile.

### 2.5.1. Réaction de Maillard

C'est un ensemble très complexe des réactions qui conduisent à la formation de pigments bruns et en même temps, on assiste à la production des produits volatiles.

Le schéma général de ces réactions est représenté par la figure suivante :



**Figure 10: Schéma montrant la réaction de Maillard [6] [22]**

### 2.5.2. Oxydation des lipides

#### 2.5.2.1. Schéma général des réactions d'oxydation des lipides

Les acides gras insaturés des lipides constituent les principaux substrats de ces réactions de dégradation. Les acides gras sont, soit engagés dans des triglycérides soit libres. Sous forme libre, l'oxydation est beaucoup plus vite.

L'oxydation des lipides comprend trois grandes étapes de réaction.

- Les réactions d'initiation, qui donnent lieu à la formation de radicaux libres à partir d'acides gras insaturés ou de peroxydes lipidiques (hydroperoxydage).
- Les réactions de propagation, qui se caractérisent par une accumulation de peroxyde lipidique ; ces réactions constituent l'étape d'oxydation, par l'oxygène gazeux, des lipides non saturés ; elles nécessitent l'intervention de radicaux libres, mais en créant autant qu'elles en consomment.

- Les réactions d'arrêt, par lesquelles les radicaux libres s'associent pour donner des composés non radicalaires de différents types (aldéhydes et cétones de faibles poids moléculaires). Sauf au début de l'oxydation, ces trois phases peuvent se dérouler en même temps.

La figure suivante résume le schéma général de l'oxydation [22]

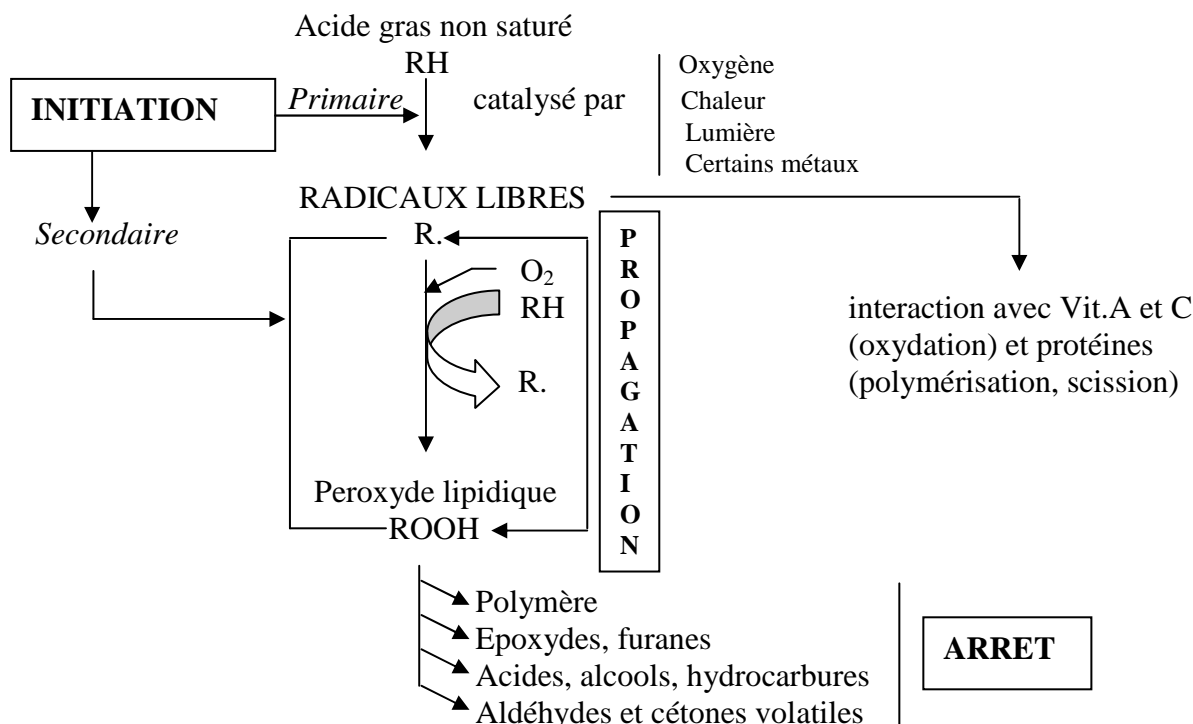


Figure 11: Schéma de la réaction de l'oxydation des lipides [6] [22]

### 2.5.2.2. Mécanismes des réactions

Des deux processus, l'autoxydation est la plus importante dans la détérioration de l'huile. Il s'agit d'une série de réactions entre l'oxygène atmosphérique et les lipides. [5]

Un radical libre  $R^\bullet$  peut être initialement produit par la chaleur, la lumière ou la radiation à partir d'une chaîne carbonée RH. L'initiation thermique accapare l'oxygène. Les radicaux libres entrent rapidement en réaction avec l'oxygène pour former un radical peroxyde  $ROO^\bullet$ . Ce dernier extrait l'hydrogène d'une autre molécule, formant un hydroperoxyde ROOH et un nouveau radical libre  $R^\bullet$ .

On peut schématiser comme suit le mécanisme des 3 réactions d'oxydation : [22]

- Initiation : production de radicaux  $R^\bullet$  ou  $RO_2^\bullet$   $k_1$
- Propagation :  $R^\bullet + O_2 \rightarrow RO_2^\bullet$   $k_2$   
 $RO_2^\bullet + RH \rightarrow RO_2H + R^\bullet$   $k_3$
- Arrêt :  $R^\bullet + R^\bullet \rightarrow 2 R_2$   $k_4$   
 $R^\bullet + RO_2^\bullet \rightarrow \text{produit non radicalaire}$   $k_5$   
 $R^\bullet + RO_2^\bullet \rightarrow 2RO_2$   $k_6$

$K_i = \{1, 2, \dots, 6\}$  est la constante de vitesse de chaque réaction

### **2.5.2.3. Quelques facteurs affectant l'oxydation**

La lumière, la chaleur, les enzymes (endogène et exogène), la concentration en oxygène, l'humidité affectent les réactions d'oxydation.

La présence d'insaturation, de ramification ou d'autres facteurs qui affaiblissent les liaisons carbone hydrogène dans le substrat augmente la vitesse d'insaturation. Par exemple, les acides gras saturés ne commencent à s'oxyder qu'à 60°C, alors que pour les acides gras insaturés, même à l'état congelé, l'oxydation peut se produire. Ainsi, les vitesses d'oxydation à 100°C des acides stéariques, oléiques, linoléiques et linoléniques sont respectivement 1(référence) ; 100 ; 1 000 à 1 500 ; 2 000 à 3 500. La formation d'insaturation par l'attaque de l'oxygène à température élevée serait l'étape initiale dans l'oxydation de ces acides [22].

En ce qui concerne l'oxydation des lipides, l'eau intervient essentiellement de trois manières :

- Sur les radicaux libres présents dans l'huile ou formés dans les premières phases de l'oxydation
- Sur les peroxydes lipidiques (hydroperoxyde)
- Sur les traces de métaux qui catalysent l'oxydation

En présence d'humidité et sous l'action de la chaleur, l'hydrolyse des liaisons esters prend place, et les acides gras libres sont libérés. A cause de leur grande solubilité dans l'eau, les acides plus courts et/ou plus insaturés sont plus oxydables.

### **2.5.2.4. Conséquences de l'oxydation des lipides [7] [10]**

L'oxydation des lipides conduit :

- à la production de composés volatils dont notamment des acides saturés, ramifiés ou non et insaturés ainsi que des aldéhydes et des cétones tous de faible poids moléculaire et d'odeurs indésirables ;
- à la destruction par les radicaux libres et les peroxydes des vitamines liposolubles de l'huile (Vitamine A surtout) ;
- à une action sur les protéines, suivie de la baisse de leur solubilité, digestibilité et valeur nutritionnelle (destruction des certains acides aminés) et effet sur la texture des protéines.

## **CONCLUSION PARTIELLE II**

Comme la qualité constitue la préoccupation majeure des industriels agroalimentaires, des analyses physico-chimiques sont entreprises tout au long du raffinage.

Malgré les pannes et problèmes d'ordre technique qu'on a constaté ; suite aux mesures prises, les résultats d'analyses restent encore à la plage des normes.

Les principales caractéristiques de l'huile qu'on doit déterminer à chaque étape du raffinage sont la couleur, l'acidité, le savon et l'indice de peroxyde de l'huile raffinée.

La quantité et la qualité des intrants (acide, soude, terre,...) qui entrent en jeu contribuent à la qualité du produit final. En effet, l'étude sur la consommation en soude effectuée montre la maîtrise des paramètres par les opérateurs.

En général, les origines des anomalies et de la non-conformité durant le raffinage sont fondées sur les 5 M (Matière, Main d'œuvre, Matériels, Moyen et Milieu). L'oxydation est le premier ennemi de la qualité de l'huile qui est la raison d'être de la bonne pratique de fabrication.



## **Partie III :**

# **SYSTEME HACCP :**

# **DEVELOPPEMENT ET MISE EN PLACE**

Le HACCP est inscrit pleinement dans la notion de qualité, il en est de même l'élément clé permettant d'évaluer les performances en hygiène de l'entreprise. C'est également un outil de gestion utilisé pour protéger la chaîne des fournisseurs des produits alimentaires y compris la transformation contre les risques de dangers biologiques, physiques et chimiques.

C'est une méthode indiquant : comment travailler proprement sans dévaloriser le produit. Cette méthode repose sur trois idées : identification du danger, probabilité d'apparition du danger et mise en place de mesures correctives.

Ce concept HACCP abandonne ainsi la conception empirique du contrôle de la qualité qui consistait uniquement au contrôle des produits finis.

### **3.1. DEFINITION**

#### **3.1.1. HACCP**

HACCP est un sigle voulant dire en anglais **Hazard Analysis Critical Control Points** ; en français cela se traduit par Analyse des Dangers et des points Critiques pour leur Maîtrise.

Le concept du HACCP constitue une approche systématique pour :

- Identification des dangers associés à la production, la transformation et la distribution d'un produit alimentaire, ainsi qu'à l'évaluation de leur sévérité et leur probabilité d'occurrence ;
- Identification des moyens nécessaires pour la maîtrise de ces dangers ;
- Assurance que les moyens de maîtrise sont mis en œuvre de façon efficace.

Selon l'ASEPT (Organisme œuvrant dans le domaine de l'hygiène et de la qualité en France), l'HACCP est une méthode permettant la réduction des risques physiques, chimiques et microbiologiques identifiables à des niveaux acceptables dans les entreprises alimentaires. Par conséquent, HACCP est un système d'assurance de la sécurité alimentaire.

#### **3.1.2. Dangers**

Dans la démarche HACCP, on désigne par « dangers » tout ce qui est susceptible de porter préjudice à la santé des consommateurs et/ou à la qualité du produit. Pour notre cas sur l'huile alimentaire, on insiste surtout à la qualité du produit.

Les dangers peuvent être d'ordre biologique, chimique ou physique. Ils peuvent contaminer le produit ou favoriser leur multiplication jusqu'à un niveau inacceptable.

#### **3.1.3. Point critique et CCP**

Le point critique ou CCP (Critical Control Points) peut se définir comme tout point, étape de procédure, point particulier où un danger peut être évité, éliminé ou réduit à un niveau acceptable par une action de maîtrise appropriée et dont l'absence de maîtrise peut engendrer un risque inacceptable pour le consommateur et/ou pour la qualité du produit.

- Si le danger peut être évité, on parle de la maîtrise totale ou CCP<sub>1</sub> et
- Si le danger n'est que réduit à un niveau acceptable, on parle d'un CCP<sub>2</sub>.

### **3.2. OBJECTIFS**

Les objectifs du concept HACCP peuvent être résumés comme suit :

- ♦ La production continue des produits sains : prévention de la transmission de maladies et d'anomalies ;
- ♦ La fourniture de documents attestant la sécurité des produits finis ainsi que de leur manipulation. Ceci raffermit la confiance entre l'entreprise et la clientèle, constitue des preuves utiles pour l'inspection réglementaire ou pour le règlement des litiges ;
- ♦ La conformité aux directives réglementaires ;
- ♦ La diminution des pertes dues aux rappels et un système efficace en terme de coûts car il y aura une réduction du rejet des produits en fin de traitement suite aux contrôles en cours de process ou pour éviter le coût de retraitement (récirculation pour le cas du raffinage d'huile alimentaire).
- ♦ Favorise le commerce international.

### **3.3. AVANTAGES**

L'application du système HACCP au contrôle de la qualité des aliments présente de nombreux avantages.

- Il peut être appliqué de façon systématique à tous les aspects de la salubrité des produits alimentaires, à savoir les risques biologiques, chimiques et physiques.
- Il est également applicable à toutes les étapes de la chaîne alimentaire, aux matières premières, aux ingrédients utilisés, à la distribution et stockage jusqu'à l'utilisation finale du produit.
- Sa mise en œuvre ne dépend pas de la taille de l'exploitation, elle s'applique efficacement à toute échelle d'exploitation, de la petite fabrique jusqu'à des grandes industries agroalimentaires.
- Il est la méthode la plus efficace pour garantir le niveau de sécurité alimentaire, donc accroître le niveau de qualité du produit fini et réduit le risque de santé publique associé à la consommation des produits alimentaires. Il est compatible avec les systèmes classiques de gestion de la qualité comme ISO 9001 Version 2000. Il accompagne et renforce ce système de gestion.
- Il renforce la confiance des clients dans la salubrité des aliments fabriqués.
- Il donne aux entreprises qui l'appliquent de la confiance en leur produit, de l'assurance et une protection de leur marque.
- Il est vérifiable et peut être audité.
- Il donne des preuves qui peuvent être utilisées en cas de litige.

### 3.4. HISTORIQUE

Le concept HACCP a pris sa naissance vers la fin des années 60 aux Etats-Unis d'Amérique. A cette époque, la société multinationale Pillsbury en collaboration avec la NASA et les laboratoires de l'armée américaine a été contrainte à assurer la sécurité microbiologique de l'alimentation des astronautes du programme spatial américain. Les méthodes traditionnelles pour assurer la salubrité des aliments ne donnent aucune garantie et ne sont fiables à 100%. Il est proposé ainsi pour la première fois en 1971, lors d'un congrès américain sur la sécurité alimentaire.

Il a été alors admis qu'un système préventif basé sur l'étude des échecs, des modes et des effets d'analyse à travers le process procurerait un niveau de sécurité élevé. C'est ainsi que le système HACCP a été adopté. Des procédures de gestion et de contrôle doivent donc être appliquées pour assurer la sécurité alimentaire au niveau des consommateurs.

Entre 1960 et 1980, les principes de l'Assurance Qualité ont été grandement adoptés par l'Industrie alimentaire en tant que système de prévention.

Dans les années 1980, d'importants événements alimentaires se produisent à l'échelle internationale entre autres l'augmentation considérable des empoisonnements et des intoxications alimentaires en Europe et aux Etats-Unis. Un système préventif de sécurité alimentaire devenait alors nécessaire. En 1984, le *Codex Alimentarius* inclut l'HACCP dans ses codes.

A l'échelle des organisations internationales, la démarche HACCP est recommandée par l'Organisation Mondiale de la Santé, la Commission internationale des Spécifications Microbiologiques pour les Aliments (ICMSF, 1988) et le *Codex Alimentarius*.

Il faut souligner que l'Union Européenne est le marché référence à l'échelle mondiale. De ce fait, l'accent sera mis sur les lignes directrices et les modalités préconisées par la commission de l'Union Européenne, qui sont équivalentes à celles proposées par le *Codex Alimentarius* et l'ICMSF.

En 1993, la première harmonisation internationale des définitions et des éléments de base a été proposée par le comité du *Codex Alimentarius* FAO/OMS qui a mis au point les sept principes de HACCP pour l'identification des dangers et leur maîtrise et présente les différentes étapes de sa réalisation. La même année, la Directive Européenne 93/43/CE sur l'hygiène des aliments a recommandé l'utilisation du système HACCP.

En 2002, le Règlement européen 1831/2003 a renforcé son application.

Le HACCP est aujourd'hui reconnu et utilisé internationalement dans les Industries Agro-alimentaires.

A Madagascar, la démarche HACCP est de nos jours devenue incontournable et obligatoire pour tous les opérateurs qui envisagent d'exporter leurs produits.

### 3.5. PRINCIPES

En total, le programme d'assurance de la qualité fondée sur le système HACCP repose sur sept principes de base.

**Principe 1 : Analyse des dangers :** Identification de tous les dangers liés à tous les stades de la chaîne alimentaire en évaluant

- sa nature,
- sa sévérité,
- sa probabilité d'occurrence et
- description des mesures préventives nécessaires pour maîtriser ces dangers.

Identifier les mesures de maîtrise de ces dangers.

**Principe 2 : Détermination des points critiques de maîtrise (CCP)** pour chaque type de dangers identifiés. Deux possibilités de maîtrise peuvent- être rencontrées :

- CCP<sub>1</sub> : possibilité de maîtrise totale du risque
- CCP<sub>2</sub> : possibilité de maîtrise partielle du risque.

**Principe 3 : Etablissement des limites critiques pour chaque CCP :** détermination des critères (tolérance, niveau cible) à respecter pour s'assurer que les CCP sont bien maîtrisés.

**Principe 4 : Etablissement d'un système de surveillance des CCP :** contrôle de l'opération qui se déroule au niveau d'un CCP s'il est correctement maîtrisé.

**Principe 5 : Etablissement des mesures correctives :** action nécessaire quand les résultats du contrôle montre un défaut de maîtrise au niveau d'un CCP déterminé c'est à dire lorsqu'un CCP n'est pas ou n'est plus maîtrisé.

- Action visant à la reprise de la maîtrise,
- Devenir des lots incriminés.

**Principe 6 : Etablissement des procédures de vérification :** ensemble d'inspections et de contrôles visant à vérifier l'effectivité et l'efficacité du système HACCP.

- Soit par des audits périodiques
- Soit par des analyses complémentaires pour vérifier l'efficacité du système.

**Principe 7: Etablissement d'un système documentaire :** système d'enregistrement qui documente le plan HACCP pour prévoir la documentation et l'archivage.

- Manuel HACCP : synthèse de résultats de mise en œuvre du système HACCP ;
- Tous les enregistrements de surveillance : les fiches de relevé ou d'analyse, le journal des incidents et le journal des mesures correctives qui ont été entreprises ;
- Résultats de vérification.

### 3. 6. ETAPES

#### 3.6.1. 1<sup>ère</sup> étape : Constitution de l'équipe HACCP

De cette équipe chargée de l'élaboration du plan HACCP va dépendre son efficacité et sa fiabilité. De ce fait, on doit constituer une équipe pluridisciplinaire qui dispose des connaissances scientifiques et un niveau d'expertise nécessaires à la finalisation des étapes de la démarche HACCP.

Les membres de l'équipe doivent aussi posséder une connaissance de la filière et du produit considéré. Cette équipe regroupera de préférence les membres suivants:

- *Le responsable de l'usine* qui coordonne les actions des différents intervenants
- *Le responsable de la production* qui maîtrise parfaitement les procédés de fabrication et aide à l'établissement du diagramme avec les conditions techniques de leur mise en oeuvre, les indicateurs,... Il donne son avis sur les objectifs technologiques tout le long du procédé. Il peut être assisté dans cette tâche par les agents de maîtrise ou le chef d'équipe.
- *Le responsable de la qualité* qui dispose des compétences en matière de raffinage d'huile alimentaire et à l'hygiène industrielle afin d'être apte à détecter tous les dangers associés à tous les stades de production.
- *Le responsable de la maintenance et de l'entretien* afin de faire connaître l'état des équipements et de ses conséquences sur la qualité du produit
- Tout spécialiste d'un domaine particulier: responsable administratif et financier, responsable achat, service logistique, transport,...

Notons qu'il est possible pour une seule personne de remplir plusieurs rôles dans la mesure où elle dispose d'informations nécessaires

Pour les unités ne disposant pas de personnel qualifié, l'appel à des spécialistes externes dans le domaine est conseillé.

En pratique, cette équipe définit les objectifs, trace le champ d'étude. les contraintes et les limites de travail. Il faut qu'elle s'assure de disposer les moyens nécessaires alloués à la mise en place du système. L'équipe établit à la fin le planning de ses réunions (évaluation du plan, sa révision, sa réactualisation)

#### 3.6.2. 2<sup>ème</sup> étape : Description du produit

Une parfaite connaissance du produit utilisé est indispensable dans la démarche HACCP. Cette étape doit faire sortir une description détaillée et la spécification des matières premières, des ingrédients et du produit. Les instructions relatives au produit doivent être figurées :

- sa nature,
- les traitements qu'il subit,
- son mode de conditionnement,
- les conditions de stockage et de distribution,
- l'instruction particulière pour la mise en consommation.

Cet audit du produit va permettre à l'équipe d'apprécier avec efficacité l'effet des facteurs liés au produit dans l'origine des dangers ainsi que les mesures nécessaires à leur maîtrise.

### **3.6.3. 3<sup>ème</sup> étape : Utilisation attendue du produit:**

Ce volet complète les informations recueillies par l'étape précédente. Elle met en exergue l'utilisation prévue du produit, cible les catégories de consommateurs. L'attention est surtout portée sur les catégories vulnérables de la population :

- les nourrissons,
- les enfants de bas âge,
- les femmes enceintes,
- les malades,
- les personnes âgées.

### **3.6.4. 4<sup>ème</sup> étape : Etablissement du diagramme de fabrication**

Le diagramme de fabrication reflète toutes les étapes de la chaîne de production, de la réception de la matière première jusqu'à l'utilisation du produit fini, y compris les temps d'attente pendant et entre les étapes, l'incorporation des matières premières ou ingrédients, de l'eau, des additifs, etc. Le diagramme doit être tracé dans les moindres détails.

Il est complété par les acquisitions des données techniques comme:

- le plan des installations et la disposition des équipements
- les mouvements des flux autour de chaque opération
- les paramètres techniques des opérations (durée, température, vitesse,...)
- les caractéristiques de l'équipement

Cette liste n'est pas exhaustive : toute information susceptible d'aider à saisir l'effet du procédé sur l'apparition ou la maîtrise des dangers doit être considérée.

### **3.6.5. 5<sup>ème</sup> étape : Vérification sur site du diagramme de fabrication**

L'équipe HACCP ne doit pas négliger cette étape pour s'assurer de la fiabilité du diagramme élaboré et le confronter à la réalité.

Cette étape permettra de détecter si une omission involontaire a été commise pendant l'élaboration du diagramme. Des corrections nécessaires doivent être apportées à cet effet. La vérification sur le terrain prend en considération tout ce qui contribue à la maîtrise de la qualité du produit:

- les locaux
- les revêtements
- les équipements
- le personnel ...

### **3.6.6. 6<sup>ème</sup> étape : Analyse des dangers (Principe 1)**

C'est l'étape clé de la démarche HACCP  
Pour une analyse correcte des dangers, quatre points seront pris en compte.

- *Nomenclature exhaustive des dangers*

Pour chaque étape considérée, il y a trois principaux types de dangers : les dangers d'ordre biologique, chimique ou physique. Tous les dangers qui pourraient menacer la sécurité des denrées alimentaires suite à une mauvaise qualité des Matières Premières ou à une défaillance pendant la fabrication ou pendant le stockage sont identifiés dans cette partie.

Pour ce faire, on se réfère :

- à l'expérience de l'usine, aux plaintes et remarques de clients, aux non conformités constatées dans la pratique ou lors des analyses.
- aux documents scientifiques et aux livres de procédés.

Un danger considéré peut être détecté au niveau de plusieurs étapes du diagramme mais avec des risques d'apparition différents.

- *Analyse des dangers*

Pour chaque danger identifié, il va falloir prendre en compte son **occurrence** (probabilité d'apparition) et sa **sévérité** c'est-à-dire la **gravité** des conséquences que peut avoir ce danger aux produits et surtout aux consommateurs. [21]

- *Analyse des causes et origines*

La méthode des 5 M est recommandée, à savoir les Matières premières, la Main d'œuvre, le Matériel, le Milieu et la Méthode.

- *Mise en place des mesures préventives*

Le but serait de maîtriser les dangers. Ce sont des actions, des techniques, des activités qui permettent de prévenir les dangers, les supprimer ou les réduire jusqu'à un niveau acceptable. On peut citer comme exemple l'hygiène du personnel, la bonne application des procédures de traitement, de nettoyage et de désinfection.

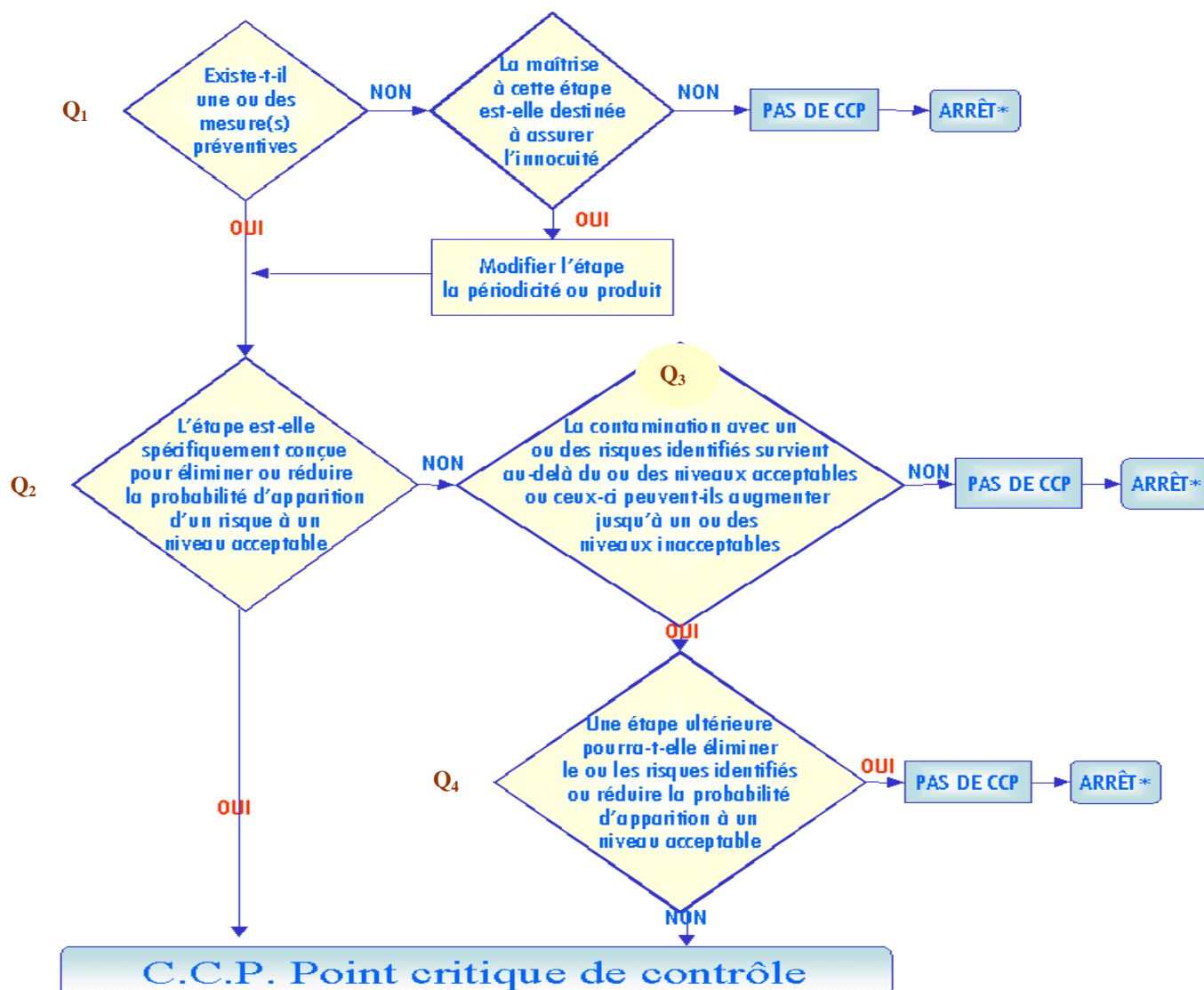
Il faut savoir que plusieurs mesures préventives pourraient être nécessaires pour la maîtrise d'un seul danger et que plusieurs dangers pourraient être maîtrisés par une mesure préventive.

Notons également qu'on peut choisir entre plusieurs mesures préventives mais ce choix doit être fait avec pertinence en tenant compte de l'adaptation de la mesure à chaque situation ainsi que du rapport coût / efficacité.

### 3.6.7. 7<sup>ème</sup> étape : Identification des CCP pour la maîtrise (principe 2)

Connaissant la définition du CCP, il ne sera considéré comme point critique tout point ou étape ou procédure qui ne prévoit pas des mesures préventives appropriées pour la maîtrise du danger identifié.

Pour cela, un arbre de décision a été proposé par le Codex Alimentarius pour déterminer si l'étape considérée est un CCP ou non. L'arbre comporte des séries de questions auxquelles il fallait répondre par étape afin de conclure la présence d'un point critique pour le contrôle ou CCP. L'arbre de décision est une procédure d'investigation et on peut représenté comme suit :



**Figure 12 : Arbre de décision pour la détermination d'un CCP**

En général, un CCP correspond

- à une matière première ou ingrédient vecteur d'un danger inacceptable
- à toute étape de la production
- à toute action concernant l'environnement de la fabrication: l'air, les paramètres de traitement, l'hygiène du personnel et etc.

### **3.6.8. 8<sup>ème</sup> étape : Etablissement des limites critiques (Principe 3)**

Pour chaque point critique identifié, il est impératif de poser des limites critiques qui constituent des critères de maîtrise des dangers.

Les limites critiques doivent être faciles à appliquer. Elles sont des valeurs établies qui permettent de séparer l'acceptabilité de la non acceptabilité. Elles s'expriment par des critères observables ou mesurables pour lesquels il faut définir les valeurs cibles et/ou les tolérances.

Ces critères peuvent être:



- des paramètres physiques (température, durée, vitesse,...)
- des paramètres chimiques (pH, Acidité Oléique,...)
- des paramètres microbiologiques
- des paramètres sensoriels (mesure chiffrée de la fraîcheur, de la couleur...)
- des résultats d'évaluation qualitative pour les valeurs non quantifiables comme le respect de la Bonne Pratique d'Hygiène.

Ces valeurs limites se réfèrent toujours aux normes existantes. Mais on peut aussi proposer un barème de notation ou des niveaux cibles plus rigoureux pour éviter les risques de dépasser les limites critiques en raison de la variabilité du procédé.

### **3.6.9. 9<sup>ème</sup> étape : Etablissement d'un système de surveillance (Principe 4)**

Cette étape est très importante pour la démarche HACCP étant donné que d'elle va permettre de s'assurer du bon respect des limites critiques, donc l'assurance de la qualité du produit élaboré. Elle définit les observations ainsi que les mesures à effectuer au niveau de chaque CCP. C'est donc un ensemble d'action programmée destiné à vérifier l'application effective des mesures de maîtrise.

L'Objectif est de vérifier si le système reste maîtrisé, si les mesures de maîtrise sont correctement appliquées. C'est à l'équipe HACCP qui trace le plan de surveillance et qui précise les moyens tirés des méthodes recommandées:

- les techniques de mesure
- le mode opératoire
- la fréquence
- le plan de prélèvement,

Le système de surveillance doit être simple et rapide de sorte que des mesures correctives puissent être prises spontanément à la suite d'une défaillance ou d'une déviation des limites critiques.

Ainsi, on préfère procéder à des observations visuelles, à des analyses physiques et/ou chimiques à côté des analyses microbiologiques qui sont prétendues trop longues. En effet, les méthodes microbiologiques disponibles actuellement ne permettent pas de réagir immédiatement pour éviter un danger. Les résultats ne sont disponibles qu'après le traitement ou la fabrication du produit. Elles ne permettent donc que des actions à posteriori (prédiction des dangers, identification des fournisseurs douteux,...)

C'est la raison pour laquelle les essais microbiologiques sont plutôt réservés à des fins de vérification de l'efficacité du contrôle des CCP.

Les relevés et les observations notés à chaque CCP doivent être impérativement archivés.

De ce fait, il est nécessaire de :

- formaliser le système de surveillance en établissant les procédures opérationnelles correspondantes,
- établir un système approprié d'enregistrement des résultats.

### **3.6.10. 10<sup>ème</sup> étape : Etablissement des mesures correctives (Principe 5)**

Ce sont des actions préétablies par l'équipe HACCP qui doivent être immédiatement appliquées dans le cas où le système de surveillance révèle une déviation, signe de la perte ou de l'absence de maîtrise d'un CCP. Elles permettent donc de restaurer dans un bref délai les conditions normales de fonctionnement.

Ces mesures peuvent définir également le devenir du produit non conforme (retraitement, déclassement, destruction, rejet,...).

Des procédures opérationnelles spécifiques doivent régir les actions correctives à mener. Il faudra également que leur mise en oeuvre et les résultats correspondants fassent l'objet d'enregistrement.

### **3.6.11. 11<sup>ème</sup> étape : Etablissement d'une procédure de vérification (Principe 6)**

Cette étape confirme si le système HACCP adopté au sein de l'unité considérée fonctionne normalement et efficacement

La procédure de vérification repose sur deux formes :

- La vérification systématique ou la validation primaire en s'aidant:
  - de l'étude détaillée des documents antérieurs ;
  - des résultats des analyses (physiques, chimiques ou microbiologiques) des produits intermédiaires ou finis au niveau de chaque CCP ;
  - des enquêtes auprès de la clientèle
- La vérification de nécessité qui consiste à revoir et/ou à réviser le système en cas d'introduction d'un nouvel élément comme la modification du procédé, d'un équipement ou changement d'une norme officielle.

Il revient à l'équipe HACCP d'organiser le système de vérification et la formalisation des procédures figurant la modalité, la périodicité et l'activité.

### **3.6.12. 12<sup>ème</sup> étape Etablissement d'un système documentaire**

Cette étape synthétise tous les stades cités auparavant. Un système documentaire pratique et précis est essentiel pour le bon déroulement du système HACCP.

Ce système documentaire peut être tranché en deux catégories:

- Etablissement du « **Manuel HACCP** » qui est le document principal du système HACCP. Il résume:
  - l'engagement de la direction en matière de sécurité alimentaire
  - les membres de l'équipe pluridisciplinaire et leurs responsabilités
  - la description du produit et son utilisation attendue
  - le diagramme de fabrication - l'identification des CCP
  - la description des dangers associés à chaque CCP et les mesures préventives mises en place
  - les limites critiques, le système de surveillance, le plan des actions correctives
  - les procédures d'enregistrement
  - les procédures de vérification du système HACCP
- Formalisation des mesures préventives, des modes de surveillance et des actions correctives:

Les autres catégories d'enregistrement qui seront à garder sont:

- les enregistrements relatifs à la surveillance des CCP : numéro des points critiques, limites critiques, déviation et actions correctives engagées, personnel responsable.
- l'enregistrement de la formation
- l'enregistrement d'audits et des réunions.

*ClicCours.com*

### **CONCLUSION PARTIELLE III**

Suite à l'étude consacrée sur le contrôle qualité et sur le système HACCP, nous pouvons affirmer sans ambiguïté que toute démarche d'assurance de qualité d'un produit doit débiter par la mise en place du dit système. En effet, c'est la meilleure méthode qui permet d'analyser les dangers liés à tous les stades de la production, aux environnements immédiats de la production et de mettre en oeuvre des mesures préventives pour garantir la sécurité du produit.

Toutefois, pour que le système fonctionne normalement et efficacement, un plan de surveillance basé sur des observations ou mesures en continu doit être élaboré au niveau de chaque point critique afin de réduire voire éliminer les dangers.

La formalisation des mesures préventives, les modes de surveillance et les actions correctives finalisent la mise en oeuvre de la démarche HACCP.

Enfin, il convient de souligner que le système de maîtrise HACCP doit en permanence s'adapter et tenir compte des changements qui peuvent survenir au sein de l'unité, également des évolutions réglementaires et des besoins accrus des clients.

## **Partie IV:**

# **ETUDE PREVISIONNELLE DE LA MISE EN ŒUVRE DU SYSTEME HACCP AU SEIN DE LA RAFFINERIE TOP**

Suite à l'embargo européen imposé en 1997 à tous nos produits d'origine animale, des industriels agroalimentaires sont obligés à revoir leurs systèmes de contrôle qualité. Par conséquent, certains d'entre eux ont recours à mettre en place un système d'autocontrôle basé sur le système HACCP.

Ce n'est pas le cas pour l'usine Tiko Oil Products Antsirabe. Pour cette unité, dans le souci d'amélioration de la qualité de produits vendus localement et suite à la réalisation de la vision du TIKO group sur l'exportation de ses produits, la mise en place du système HACCP sur le raffinage d'huile alimentaire de soja a été initié.

### **4.1. DEMARCHE HACCP**

Pour rendre efficace et pour que le système HACCP soit réalisable, quatre phases dans la mise en oeuvre du système HACCP pour le raffinage de l'huile alimentaire de soja ont été adoptées.

#### **4.1.1. Phase préliminaire : mise en place**

L'application du système doit débiter par la définition du champ d'étude et la constitution de l'équipe pluridisciplinaire. Cette phase préliminaire regroupe les cinq premières étapes de la mise en pratique du système HACCP après la définition du champ d'étude.

- Constitution d'une équipe HACCP pluridisciplinaire
- Rassembler les données relatives au produit
- Identification de l'utilisation attendue
- Description du procédé de fabrication
- Vérification sur site du diagramme de fabrication

#### **4.1.2. Analyse des dangers (Phase 1)**

Elle correspond à l'étape 6 du système HACCP: analyse des dangers et mise en place des mesures préventives (Principe 1).

#### **4.1.3. Caractérisation des points critiques (Phase 2)**

Elle constitue la 7<sup>ème</sup> et la 8<sup>ème</sup> étape de la procédure HACCP : identification des points critiques de contrôle (Principe 2) et établissement des limites critiques (Principe 3).

Clicours.COM

#### **4.1.4. Définition du système de surveillance (Phase 3)**

Elle est constituée par la 9<sup>ème</sup>, la 10<sup>ème</sup> et la 11<sup>ème</sup> étape de la démarche HACCP.

- Etablissement d'un système de surveillance des CCP (Principe 4)
- Etablissement d'un plan d'actions correctives (Principe 5)
- Etablir la documentation (Principe 6)

#### **4.1.5. Vérification de la performance du système HACCP (Phase 4)**

Cette phase sera établie après la mise en pratique proprement dite du système. Elle sera composée de la vérification de l'application du système HACCP (Principe 7) et la réalisation d'une revue du système HACCP (Système documentaire).

## 4.2. MANUEL HACCP

Le tableau suivant résume la mise en place du système d'autocontrôle dans une unité de raffinage.

PHASES	ETAPES	PROCEDURE HACCP
<i>Mise en place</i>	1	Définir le champ d'étude Définir l'équipe HACCP (équipe pluridisciplinaire)
	2	Rassembler les données relatives au produit a- Matière première b- Produit fini
	3	Identifier l'utilisation attendue
	4	Elaborer le diagramme de fabrication après Vérification sur site
	5	
<i>Analyse des dangers Mesure préventive</i>	6	Identifier les dangers et les mesures préventives - <i>Principe 1</i> a- Procéder à l'identification des dangers b- Analyser les dangers c- Identifier les conditions d'apparition des dangers (causes et origine) d- Dresser la liste des mesures permettant de les maîtriser
<i>Caractérisation des points critiques</i>	7	Identifier les points critiques de contrôle (CCP) - <i>Principe 2</i>
	8	Etablir les limites critiques pour chaque CCP (valeurs cibles, critères) - <i>Principe 3</i>
<i>Plan de contrôle</i>	9	Etablir un système de surveillance des CCP - <i>Principe 4</i>
	10	Etablir un plan d'actions correctives - <i>Principe 5</i>
	11	Etablir un système documentaire (Procédure, enregistrement) - <i>Principe 6</i>
	12	Préparer la vérification du plan HACCP - <i>Principe 7</i>

Tableau 6: Tableau récapitulatif de la mise en place d'un système d'autocontrôle

### 4.2.1. Constitution de l'équipe (Etape 1)

Pour que l'objectif de la démarche HACCP soit atteint efficacement,

- **L'approche « équipe » est la meilleure**
- **La sélection de l'équipe selon sa compétence sur**
  - ♦ La technologie alimentaire
  - ♦ La connaissance de la raffinerie d'huile alimentaire
  - ♦ L'Hygiène et la sécurité alimentaire
  - ♦ La Microbiologie alimentaire et le système de dégradabilité des lipides (Oxydation,...)
  - ♦ Le contrôle de la qualité à la raffinerie
  - ♦ Le système HACCP (après formation)
- **Choisir des membres de l'équipe dans différents services (équipe pluridisciplinaire)**

Un rôle précis sera attribué à chacun des membres et l'équipe HACCP de la raffinerie TOP I Antsirabe doit être, de préférence, composée de :

- ❖ **Directeur d'Usine :** *leader* de l'équipe HACCP.  
Il supervise les fonctions de production et de gestion qualité, fonctions en relation avec l'approvisionnement, la transformation et la commercialisation.
- ❖ **Responsable Laboratoire :** supervise les contrôles et les analyses de l'huile de l'amont en aval de la raffinerie :
- ❖ **Responsable de production :** chargé de maintenir une cohérence entre le plan et les activités de la production  
En tant que responsable de l'exploitation, il est chargé de programmer et coordonner les opérations de production ainsi que la vérification et l'examen quotidien des résultats d'analyse.
- ❖ **Responsable maintenance :** chargé de superviser:
  - l'entretien des appareils et matériels à la raffinerie
  - les opérations de nettoyage – désinfection
  - les activités de dératisation et désinsectisation
- ❖ **Responsable Administratif et Financier :** assure la comptabilisation de toutes les activités en relation avec la gestion de la qualité.
- ❖ **Un Ingénieur-conseil en technologie alimentaire :** assure la révision du manuel HACCP ; l'audit annuel du programme HACCP appliqué par la raffinerie et l'assistance technique en matière de formation et d'acquisition d'équipement et de méthodes de contrôle.  
Il assure aussi la sensibilisation du personnel de l'usine aux BPF/BPH/HACCP.



## 4.2.2. Description des produits (Etape 2)

### 4.2.2.1. Matière première [2]

La matière première alimentant la raffinerie est l'huile de soja brute dégommée, produit intermédiaire d'une huilerie toute entière, obtenu au terme de la dernière étape du traitement d'extraction. Elle est définie comme : « Produit obtenu par pression ou extraction, à l'aide d'un solvant autorisé, de graine de soja de bonne qualité, et qui a subi un traitement de dégommage par hydratation et séparation du précipité par des moyens mécaniques ou toute autre procédé physique autorisé. »

Elle est livrée en vrac à l'usine par l'intermédiaire des camions citernes. Elles sont fournies en général par les pays de l'Amérique du Nord comme l'Argentine et le Brésil.

#### a) *Caractéristique d'identification [2] [23] :*

*Densité à 20°C	0.921 - 0.925
*Indice de réfraction à 20°C	1.470 - 1.476
*Indice d'Iode	120 - 141
*Indice de saponification	189 - 195

#### b) *Spécification de qualité*

• <i>Acidité libre</i>	≤ 0,7% en acidité oléique
• <i>Teneur en eau et matières volatiles</i>	≤ 0,5%
• <i>Impuretés insolubles (dans l'éther de pétrole)</i>	≤ 0,05%
• <i>Insaponifiables</i>	< 1,5%
• <i>Teneur en phosphore</i>	≤ 0,02%
• <i>Perte au cours de neutralisation</i>	≤ 0,75%
• <i>Température d'inflammation</i>	≥ 121°C

**Tableau 7 : Caractéristiques de l'huile brute dégommée [2]**

Toutefois, pour l'Acidité Oléique, il peut s'avérer plus fort (jusqu'à 5% max.) selon la qualité des graines au départ, les conditions d'extraction et les conditions de stockage de l'Huile Brute. En revanche, la neutralisation sera plus pénible et plus coûteuse.

### 4.2.2.2. Produit final [2] [23]

Le produit final de la raffinerie est l'huile de soja raffinée pour consommation alimentaire, qu'on peut définir comme : « Produit obtenu à partir de graines de soja soumis à un traitement complet de raffinage au moyen de procédés autorisés, et exempt de tout mélange avec d'autres huiles ou graisses ».

Au TOP, l'Huile Raffinée est conditionnée dans des fûts métalliques de 200 litres.

#### a) *Caractéristique d'identification :*

*Densité à 20°C	0.919 - 0.925
*Indice de réfraction à 20°C	1.476 - 1.478
*Indice d'Iode	120 - 125
*Indice de saponification	189 - 195

b) Composition de la fraction d'acide gras (en % du poids, se rapportant à la fraction d'acide gras) [2]

Acide laurique	néant ou traces
Acide myristique	0.1 max
Acide palmitique	7.0-12.0
Acide palmitoléique	0.5max
Acide stéarique	2.0-5.0
Acide oléique	20.0-35.5
Acide linoléique	45.0-60.0
Acide linoléinique	5.0-10.0
Acide arachidique	1.0
Acide béhénique	0.5

**Tableau 8: Composition de l'huile de soja raffinée**

c) Spécification de qualité

Acidité libre	$\leq 0.1\%$ en acidité oléique
Teneur en eau et matières volatiles	$\leq 0.1\%$
Impuretés insolubles (dans l'éther de pétrole)	$\leq 0.05\%$
Indice de peroxyde	$< 1$ mEq d'O <sub>2</sub> active / Kg d'huile
Taux d'humidité	$\leq 0.1\%$

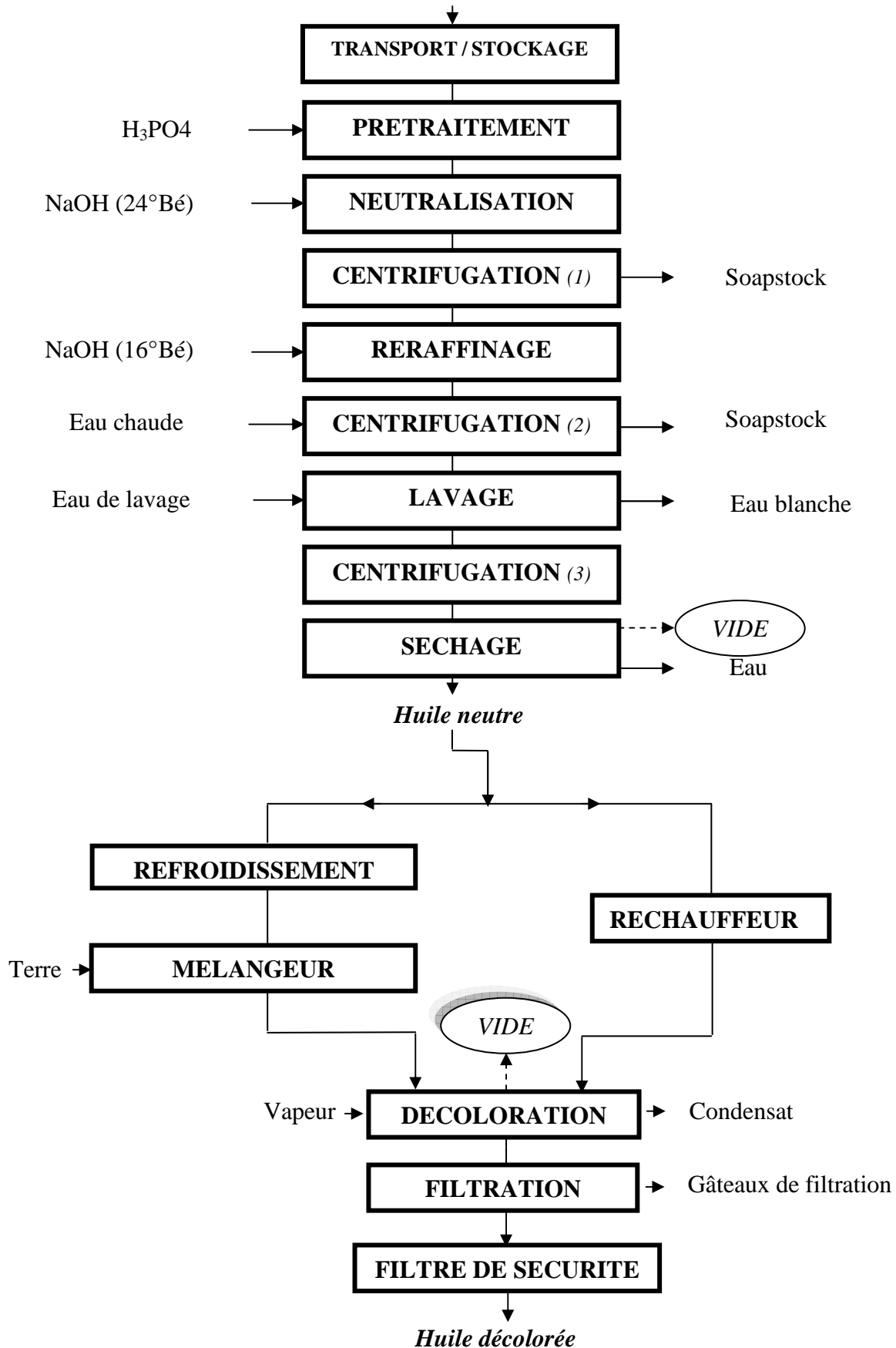
**Tableau 9 : Spécification de qualité de l'huile de soja raffinée**

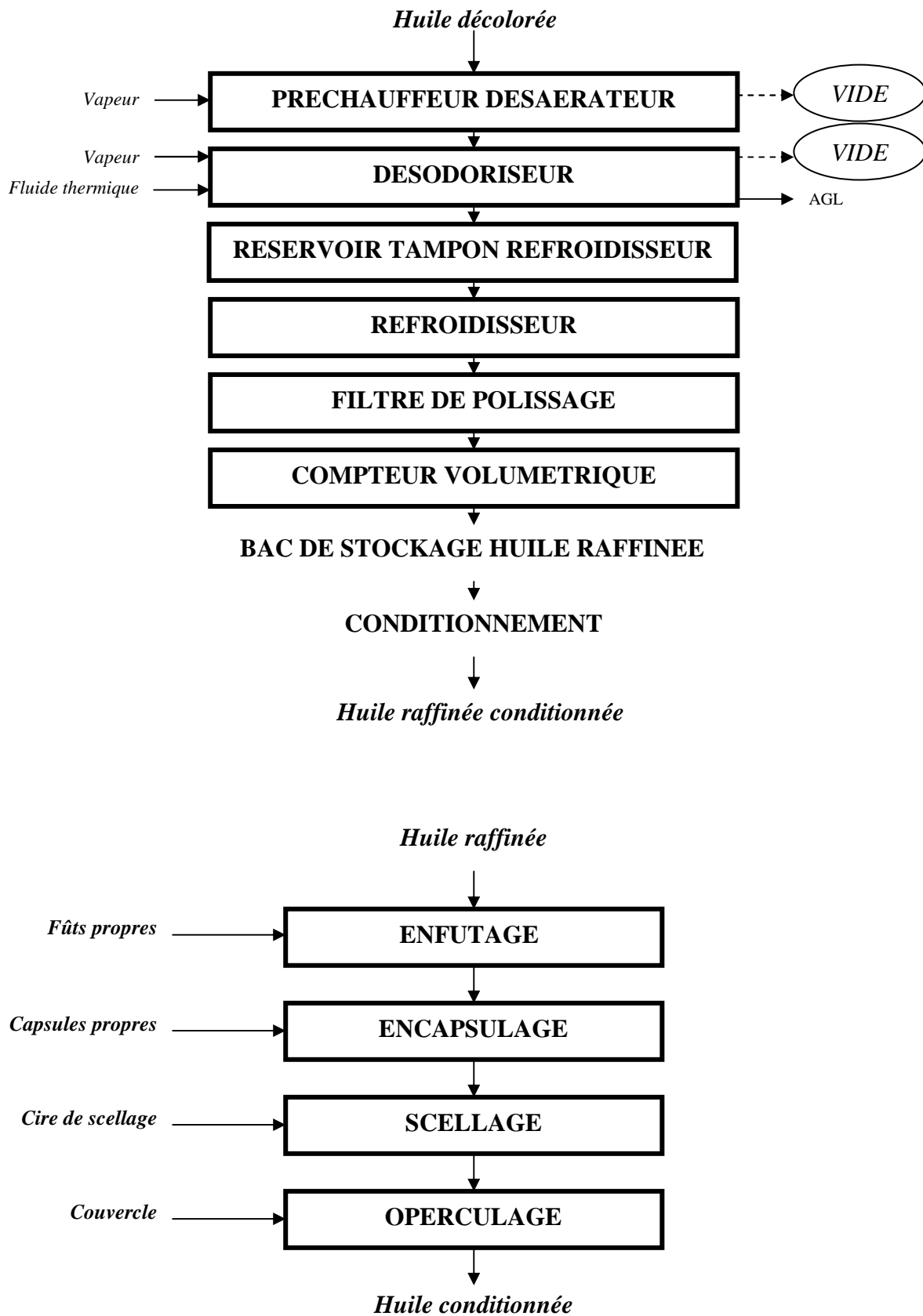
#### **4.2.3. Utilisation attendue du produit fini (Etape 3)**

- Utilisation habituelle du produit : friture, assaisonnement et pour les sauces ;
- Identification du profil du consommateur final: toute catégorie de consommateur ;
- Prévisions du stockage : température ambiante.

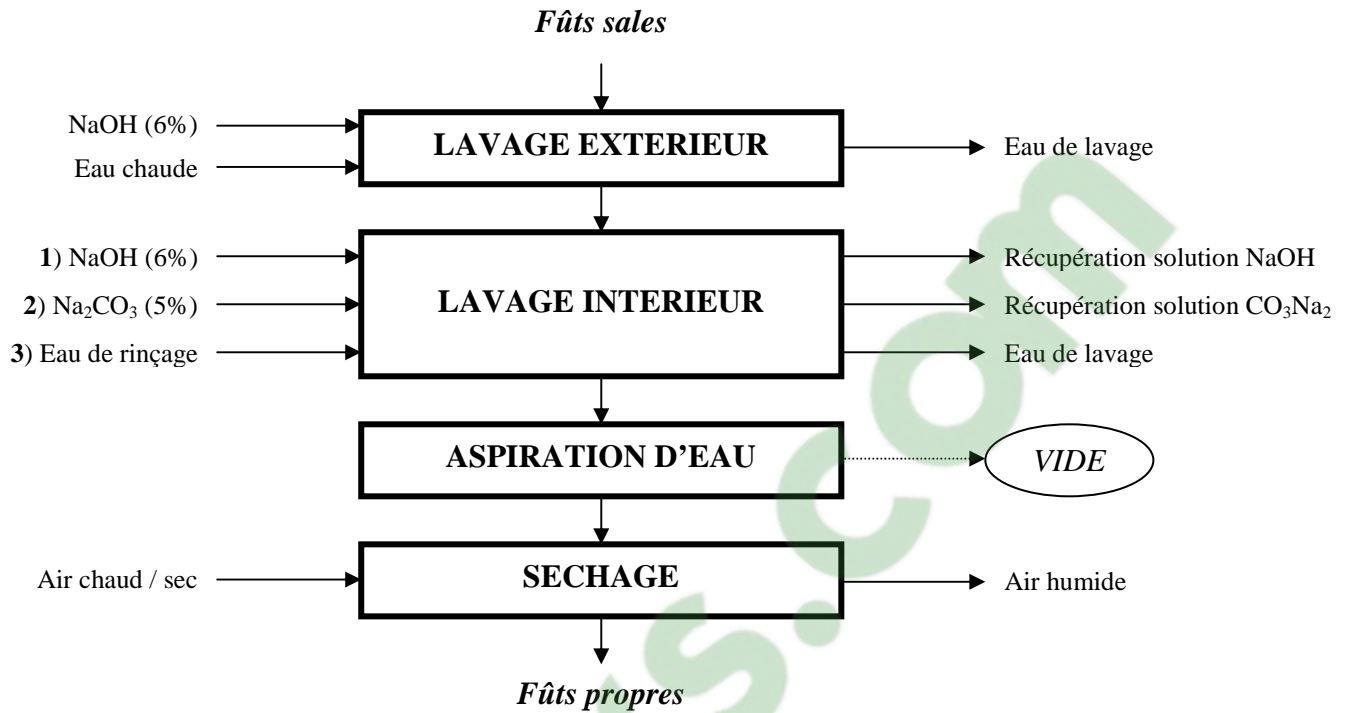
**4.2.4. Diagramme de fabrication après vérification sur site (Etape 4 et 5)**

*Huile brute dégommée*





**Figure 13 : Diagramme de fabrication après vérification sur site**



**Figure 14 : Processus de lavage fûts après vérification sur site**

#### **4.2.5. Analyse des dangers (Etape 6)**

Le principal problème qui se pose pour l'huile alimentaire est son comportement en fonction du temps. Le rancissement peut être retardé en saturant l'huile désodorisée avec de l'azote ou en lui incorporant des antioxydants (tocophérol, Vitamine C, ...). Mais la législation des antioxydants varie énormément d'un pays à l'autre.

De nombreuses méthodes donnent une image de qualité du produit au moment de l'analyse mais ne permettent pas de pronostiquer : quand l'huile deviendra inconsommable.

La méthode oxydative consiste à mesurer la période d'induction qui est le temps pendant lequel une huile peut résister à l'oxydation. C'est un test accéléré qu'on effectue normalement à partir de 100°C. Une application automatisée est connue sous le nom de « rancimat » ; à des hautes températures, les résultats ne sont pas toujours représentatifs de l'oxydation des huiles.

Par conséquent, des tests de conservation sous des conditions habituelles de stockage (température ambiante) deviennent nécessaires [23].

Les dangers qu'on a trouvé sont tous d'ordre chimique et en effet concernent généralement les proliférations oxydatives.

Etapes	Dangers	Causes - Origines	Mesures de maîtrise (5 M)
<b>1-Transport</b>	chimiques	Contamination originelle et accidentelle : - Présence de trace de carburant - Présence de trace d'hexane	- Inspection citerne - Étanchéité de la citerne - Plombage (avant et après chaque dépotage) - Respect de la BPF des traitements antérieurs.
<b>2-Prétraitement</b>	Chimique	- Persistance des phosphatides et mucilages - (ou) Excès d' H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	- BPF - Respect de la quantité de H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> injectée.
<b>3-Neutralisation</b>	Chimique	- Acidité oléique élevée - Présence de savon	- BPF - Respect de la concentration en soude et de sa proportion dosée - Bonne maintenance des appareils
<b>4-Centrifugation(1)</b>	Chimique	- Acidité oléique - Présence de savon	- BPF - Maintenance régulière de la centrifugeuse
<b>5-Reraffinage</b>	Chimique	- Présence de faible quantité d'AGL non neutralisé - Persistance des phosphatides et mucilages - Trace de savon	- BPF - Maintenance systématique
<b>6-Centrifugation(2)</b>	Chimique	- Présence de faible quantité d'AGL - Présence de savon	- BPF - Maintenance régulière de la centrifugeuse
<b>7-Lavage</b>	Chimique	- Trace de savon	- BPF
<b>8-Centrifugation(3)</b>	Chimique	- Trace de savon	- BPF - Maintenance de la centrifugeuse
<b>9-Séchage</b>	Chimique	- Teneur en eau $\geq 0,05$ %	- BPF - Respect du vide - Maintenance systématique des appareils
<b>10-Décoloration</b>	Chimique	- Présence des substances colorantes - Prolifération oxydative	- BPF - Respect de la quantité de terre
<b>11-Filtration</b>	Chimique	- Trace de terre	- BPF - Contrôle des filtres
<b>12-Filtration de sécurité</b>	Chimique	- Trace de terre décolorante	- BPF - Entretien et nettoyage périodique des filtres

Clicours.COM

<b>13-Désodorisation</b>	Chimique	- Persistance d'odeur - Prolifération oxydative	- BPF - Maintenance systématique des matériels de production de producteur de vide - Vérification systématique des isolations thermique des appareils et de la tuyauterie - Maintenance systématique de la chaudière thermique
<b>14-Filtration de polissage</b>	Chimique	- Présence des polymères	- BPF - Entretien et nettoyage périodique des filtres
<b>15-Stockage</b>	Chimique	- Attente avant conditionnement trop longue - Prolifération oxydative	- Organisation et accélération des opérations - Diminution de temps de stockage - Nettoyage systématique et dès que possible du tank de stockage d'HR
<b>16-Enfûtage</b>	Chimique	- Mauvais lavage fûts - Prolifération oxydative	- Respect de la BPH et de la BPF - Bonne conduite de l'opération de lavage
<b>17-Encapsulage</b>	Chimique	- Non étanchéité - Prolifération oxydative	- BPF - Vérification stricte de l'étanchéité
<b>18-Operculage</b>	Chimique	- Prolifération oxydative	- BPF
<b>19-Scellage</b>	Chimique	- Prolifération oxydative	- BPF
<b>20-Vapeurs</b>	Chimique Physique	- Mal fonctionnement des chaudières et/ou de la tuyauterie	- Maintenance systématiques des chaudières - Vérification sévère de la tuyauterie (fuites, isolation thermique,...)
<b>21-Système de fluide thermique</b>	Chimique Physique	- Mal fonctionnement de la chaudière thermique et/ou de la tuyauterie - Fuite d'huile thermique	- Maintenance systématiques de la chaudière thermique - Vérification sévère de la tuyauterie (fuites, isolation thermique,...)
<b>22-Système de vide</b>	Chimique Physique	- Mal fonctionnement du groupe de production de vide	- Maintenance et vérification systématique du groupe de production de vide
<b>23-Air comprimé</b>	Chimique Physique	- Mauvaise ouverture et fermeture de l'électrovanne - Passage forcé d'une étape à une autre	- Maintenance des compresseurs - Vérification systématique du bon fonctionnement de l'automatisme régulation

**Tableau 10: Tableau d'analyse des dangers**



**4.2.6. Détermination des CCP (Etape 7)**

Pour identifier les CCP, on va se référer aux questions de l'arbre de décision de la figure 12 pour la détermination des points critiques.

<i>Etape</i>	<b>Q<sub>1</sub></b>	<b>Q<sub>2</sub></b>	<b>Q<sub>3</sub></b>	<b>Q<sub>4</sub></b>	<b>CCP</b>
<i>1</i>	OUI	NON	OUI	OUI	NON
<i>2</i>	OUI	NON	NON	-	NON
<i>3</i>	OUI	NON	OUI	OUI	NON
<i>4</i>	OUI	NON	OUI	OUI	NON
<i>5</i>	OUI	NON	NON	-	NON
<i>6</i>	OUI	NON	OUI	OUI	NON
<i>7</i>	OUI	NON	OUI	OUI	NON
<i>8</i>	OUI	NON	OUI	NON	<b>OUI</b>
<i>9</i>	OUI	NON	OUI	NON	<b>OUI</b>
<i>10</i>	OUI	NON	OUI	NON	<b>OUI</b>
<i>11</i>	OUI	NON	OUI	OUI	NON
<i>12</i>	OUI	NON	OUI	OUI	NON
<i>13</i>	OUI	NON	OUI	NON	<b>OUI</b>
<i>14</i>	OUI	NON	OUI	OUI	NON
<i>15</i>	OUI	NON	OUI	NON	<b>OUI</b>
<i>16</i>	OUI	NON	OUI	NON	<b>OUI</b>
<i>17</i>	OUI	NON	NON	-	NON
<i>18</i>	OUI	NON	NON	-	NON
<i>19</i>	OUI	NON	NON	-	NON
<i>20</i>	OUI	NON	OUI	OUI	NON
<i>21</i>	OUI	NON	OUI	OUI	NON
<i>22</i>	OUI	NON	OUI	OUI	NON
<i>23</i>	OUI	NON	OUI	OUI	NON

**Tableau 11: Détermination des points critiques**

Après ces analyses des dangers, nous avons procédé à l'évaluation de chaque étape du diagramme de fabrication avec ces flux pour savoir si c'est un point critique ou non.

Six CCP ont été identifiés tout au long du raffinage.

Les points critiques, présentés dans le tableau 12, sont tous de type physico-chimique qu'on peut réduire à un niveau acceptable (CCP<sub>2</sub>) et touchent principalement les questions d'oxydabilité de l'huile et la prolifération oxydative y afférant, donc, la qualité de l'huile.

Etape	Nature du CCP
Etape 6 : <b>Centrifugation</b> (2)	1- CCP <sub>2</sub>
Etape 8 : <b>Centrifugation</b> (3)	2- CCP <sub>2</sub>
Etape 9 : <b>Séchage</b>	3- CCP <sub>2</sub>
Etape 10 : <b>Décoloration</b>	4- CCP <sub>2</sub>
Etape 13 : <b>Désodorisation</b>	5- CCP <sub>2</sub>
Etape 15 : <b>Stockage</b>	6- CCP <sub>2</sub>

**Tableau 12: Liste des CCP identifiés**

#### **4.2.7. Etablissement des limites critiques (Etape 8)**

Les limites critiques doivent être choisies de façon à ce que leur dépassement indique un glissement vers la non acceptabilité, mais bien avant l'apparition du danger.

CCP	Mesure de maîtrise	Limites critiques
<b>1-Centrifugation</b> (2)	- Savon : néant ou trace -Vitesse de rotation centrifugeuse : 115 tr/s -T° de traitement 85°C	* Savon < 50 ppm * ± 5 tr/s  * ± 5°C
<b>1-Centrifugation</b> (3)	- Savon : néant ou trace -Vitesse de rotation de la centrifugeuse au voisinage de 109 tr/s -T° de traitement 85°C	* Savon < 50 ppm * ± 5 tr/s  * ± 5°C
<b>2-Séchage</b>	-Teneur en eau < 0,05 % -Vide : 25 mm Hg	* < 0,05 % * Vide : 22.5 à 35 mm Hg
<b>3-Décoloration</b>	- T° de traitement 112,5°C - Pression : 50 mm Hg - Durée de contact Huile/Terre : 35 minutes - Couleur (LOVIBOND) : 2 <sup>+</sup>	* 100°C à 125°C * 40 à 60 mm Hg * 30 à 40 minutes  * 0 <sup>+</sup> à 1 <sup>-</sup>
<b>4-Désodorisation</b>	- Indice de Peroxyde : 0,375 mEq d'O <sub>2</sub> /Kg - AO < 0,1 % - Absence d'odeur - Couleur : 1	* 0,25 à 0,5 mEq d'O <sub>2</sub> /Kg  * AO < 0,1 % * Absence d'odeur d'haricot (inodore)
<b>5-Stockage</b>	- Indice de Peroxyde : 0,75 mEq d'O <sub>2</sub> /Kg - AO < 0,1 % - Inodore	* 0,5 à 0,99 mEq d'O <sub>2</sub> /Kg  * AO < 0,1 % * Inodore

**Tableau 13: Limites critiques**

#### 4.2.8. Surveillance des CCP (Etape 9)

Le plan de surveillance des Points Critiques de Maîtrise pour l'unité de raffinage est matérialisé par :

- ◆ un enregistrement des paramètres par chaque Opérateur. Celui-ci veille à respecter les valeurs trouvées dans le livre de procédé et les normes en vigueur.
- ◆ un contrôle continu et des enregistrements par le laboratoire interne de l'usine qui est en charge de la surveillance de l'application des directives.
- ◆ un contrôle technique et une assistance systématique suivis d'enregistrement par l'équipe de la Service Maintenance.

Pour bien mener la surveillance, on doit répondre à la question : « **QUI<sup>1</sup> FAIT QUOI<sup>2</sup>, OÙ<sup>3</sup>, QUAND<sup>4</sup> ET COMMENT<sup>5</sup> ?** »

Nous avons ainsi comme réponse, pour chaque CCP, les éléments suivants :

- <sup>1</sup>le responsable : celui qui doit effectuer l'enregistrement et le contrôle.
- <sup>2</sup>le contrôle et l'enregistrement à faire
- <sup>3</sup>localisation de l'opération à effectuer
- <sup>4</sup>la fréquence : le moment où chaque contrôle et enregistrement sont effectués
- <sup>5</sup>le moyen : le matériel ou la méthode de surveillance
- <sup>1</sup>la personne en charge : celui qui contrôle que la surveillance est bien effectué.

#### 4.2.9. Détermination des actions correctives (Etape 10)

Nous avons constaté à l'usine que les mesures correctives à mettre en œuvre lorsque la surveillance révèle la tendance vers une limite critique sont principalement la modification des paramètres de raffinage et le réglage des appareils.

Les mesures immédiates à prendre quand le CCP n'est pas maîtrisé sont en général la **récirculation** c'est-à-dire le retraitement de l'huile.

Les actions correctives consistent à l'établissement de la procédure à suivre en cas de non maîtrise d'un CCP. Elle permet à la fois de déterminer l'origine de la non-conformité et d'y remédier.

Le plan de contrôle pour la maîtrise des points critiques à la raffinerie est présenté par le tableau suivant.

N°CCP	Danger	Valeur cible	Limite critique	Surveillance	Actions correctives	Enregistrement et archivage
1 Centrifugation (2)	Chimique	IA	IA < 0.1 %	<p><u>Moyen</u> : Prélèvement d'échantillon et analyse au laboratoire</p> <p><u>Fréquence</u> : Toutes les 3 heures</p>	*Réglage de paramètres de neutralisation (Soude, température de traitement, ...)	* Un cahier d'enregistrement des analyses effectuées par le laboratoire (AO, IP, savon, Couleur et observation)
		Savon	Savon < 50 ppm			
		IP	Peroxyde < 1 mEq / Kg			
		Couleur	Max 2.5			
		T°=85°C	± 5 °C			
Vitesse de rotation : 115tr/s	± 5 tr/s					
2 Centrifugation (3)	Chimique	IA	IA < 0.1 %	<p><u>Localisation</u> : à la fin de la neutralisation</p> <p><u>Exécutant</u> : Service Laboratoire</p> <p><u>Responsable</u> : Chef de Production</p>	*Récirculation s'il y a persistance d'anomalie	* Un cahier de charge pour l'opérateur pour illustrer les paramètres et les éventuels réglages au cours du raffinage
		Savon	Savon < 50 ppm			
		IP	Peroxyde < 1 mEq / Kg			
		Couleur	Max 2.5			
		T°= 85°C	± 5 °C			
Vitesse de rotation : 109tr/s	± 5 tr/s					

N°CCP	Danger	Valeur cible	Limite critique	Surveillance	Actions correctives	Enregistrement et archivage
3 Séchage	Chimique	* Teneur en eau * Pression * T°acqise lors de l'opération antérieure	* < 0.05 % * Vide : 22.5 à 35 mmHg * T°= 80-85°C	<u>Moyen</u> : Prélèvement d'échantillon et analyse au laboratoire <u>Fréquence</u> : au moins une fois par jour <u>Exécutant</u> : Service laboratoire <u>Responsable</u> : Chef de Production	*Réglage de paramètres de neutralisation (Soude, température de traitement, eau, vide ...)  *Récirculation s'il y a persistance d'anomalie	* Un cahier d'enregistrement des analyses effectuées par le laboratoire (AO, IP, savon, Couleur et observation)  * Un cahier de charge pour l'opérateur pour illustrer les paramètres et les éventuels réglages au cours du raffinage  * Un cahier de charge pour les Maintenançiers pour enregistrer les maintenances et les entretiens des machines et appareils.
4 Décoloration	Chimique	IA Savon IP Température Couleur Pression Durée de contact (huile/terre)	IA < 0.1 % Savon : non détectable Peroxyde < 1 mEq / Kg 120 à 125°C Max 2.5 40 à 60 mm Hg 30 à 40 mn	<u>Moyen</u> : Prélèvement d'échantillon et analyse au laboratoire <u>Fréquence</u> : Toutes les 3 heures <u>Localisation</u> : à la fin de la Décoloration <u>Exécutant</u> : Service Laboratoire <u>Responsable</u> : Chef de Production	*Réglage de paramètres de Décoloration (terre décolorante, pression, températures, état de filtres ...)  *Récirculation s'il y a persistance d'anomalie	* Un cahier d'enregistrement des analyses effectuées par le laboratoire (AO, IP, savon, Couleur et observation)  * Un cahier de charge pour l'opérateur pour illustrer les paramètres et les éventuels réglages au cours du raffinage  * Un cahier de charge pour les Maintenançiers pour enregistrer les maintenances et les entretiens des machines et appareils.  * Un cahier d'enregistrement de températures pour la chaudière thermique aux services généraux

N°CCP	Danger	Valeur cible	Limite critique	Surveillance	Actions correctives	Enregistrement et archivage
<b>5 Désodorisation</b>	Chimique	IA	IA < 0.1 %	<u>Moyen</u> : Prélèvement d'échantillon et analyse au laboratoire <u>Fréquence</u> : Toutes les 3 heures <u>Localisation</u> : à la fin de la Désodorisation <u>Exécutant</u> : Service laboratoire <u>Responsable</u> : Chef de Production	*Réglage de paramètres de <b>désodorisation</b> (Vapeur injectée, températures, eau, vide ...)  *Récirculation s'il y a persistance d'anomalie	* Un cahier d'enregistrement des analyses effectuées par le laboratoire (AO, IP, savon, Couleur et observation)  * Un cahier de charge pour l'opérateur pour illustrer les paramètres et les éventuels réglages au cours du raffinage  * Un cahier de charge pour les Mainteneurs pour enregistrer les maintenances et les entretiens des machines et appareils.  * Un cahier d'enregistrement de températures pour la chaudière thermique aux services généraux
		Savon	Savon : néant			
		IP	IP < 1 mEq / Kg			
		Couleur	Max 1°			
		Pression	2 à 4 mm Hg			
		Température	245 à 250°C			
		Temps	Min 90 mn			
<b>5 Stockage</b>	Chimique	IA	IA < 0.1 %	<u>Moyen</u> : Prélèvement d'échantillon et analyses au laboratoire <u>Fréquence</u> : Tous les jours <u>Localisation</u> : au tank de stockage d'HR <u>Exécutant</u> : Service Laboratoire <u>Responsable</u> : Chef de Production	* Organisation de la production avec la demande du client * Réduction de temps de stockage * Lavage systématiques de tank de stockage d'HR et dès qu'il est vide * Vérifier systématiquement l'étanchéité du tank	
		Savon	Savon : néant			
		IP	Peroxyde < 1 mEq / Kg			
		Température	Ambiante			
		Couleur	Max 1°			
		Durée de <b>stockage</b>	Le minimum possible			

Tableau 14: Plan de contrôle pour la maîtrise des points critiques

#### **4.2.10. Mise en place des procédures de vérification (Etape 11)**

Ce sont les mesures exécutées périodiquement pour vérifier que les procédures d'autocontrôle durant le raffinage sont réalisées efficacement ; d'évaluer sa performance et de l'améliorer.

Le fabricant peut, pour cela, avoir recours aux différentes analyses, aux audits internes et aux consultations des experts.

Cette étape confirme si le système HACCP adopté au sein de l'unité de raffinage fonctionne normalement. Il revient à l'équipe HACCP d'organiser le système de vérification et la formalisation des procédures figurant la modalité, la périodicité et l'activité.

#### **4.2.11. Etablissement d'un système documentaire (Etape 12)**

Suite à l'application du système HACCP, des enregistrements doivent être effectués au niveau de chaque CCP. Ces enregistrements permettent de surveiller si les limites critiques établies sont bien respectées. De telles observations et mesures sont nécessaires afin de détecter, en temps utile, la perte ou l'absence de maîtrise d'un point critique et de mettre en place des actions correctives immédiates.

Ces enregistrements doivent être formalisés et archivés. Ainsi, l'équipe HACCP de la société doit établir des fiches d'enregistrement relatives à chaque CCP.

Les fiches doivent contenir au moins les points suivants :

- les mesures de maîtrise des CCP
- les enregistrements pour la surveillance des CCP
- les mesures correctives en cas de non-conformité des CCP
- la traçabilité

### **4.3. CONTROLES SUPPLEMENTAIRES**

#### **4.3.1. Inspection du camion citerne**

La constatation du camion citerne qui transporte l'huile, avant et après le dépotage est vivement conseillée. La citerne est considérée apte pour le transport d'huile brute après l'inspection du responsable. L'intitulée de cet audit sera détaillée à l'annexe 7.

#### **4.3.2. Hygiène et sécurité alimentaire**

En tant qu'industrie alimentaire, il est recommandé à l'entreprise de maintenir renforcées les mesures d'hygiène qui sont déjà adoptées. Il pourrait être notamment utile d'organiser des séances de resensibilisation des employés en ce qui concerne tous les aspects « hygiène alimentaire et sécurité sanitaire ». Les prescriptions d'hygiène selon FAO/OMS seront énoncées à l'annexe 8.

Pour offrir au consommateur un aliment sain et conservable, un certain nombre de règles d'hygiène doivent être observées:

- Partir d'une matière première de bonne qualité.
- Nettoyer et désinfecter le matériel qui sera en contact avec cet aliment.
- Assurer une bonne hygiène de l'ambiance.
- Ne pas négliger l'hygiène du personnel.
- Et bien sûr, respecter les normes des opérations de transformation et de conservation des aliments.

### 4.3.3. Critères environnementaux [4]

Pour avoir la reconnaissance internationale, l'autocontrôle d'une industrie est toujours accompagné d'une étude d'impact environnemental.

En octobre 2005, le SOMEAH, consultants de l'ONE a effectué un audit environnemental au sein de l'usine TOP.

Les problèmes identifiés par l'audit montrent que l'usine TOP génère d'importants problèmes environnementaux, tant pour ses employés que pour son voisinage.

Il est à noter toutefois qu'une partie de la population riveraine tire profit des matériaux en suspension dans les rejets liquides de TOP en les utilisant comme matières premières pour la fabrication de savon artisanal. Une certaine catégorie des déchets solides de TOP est également collectée (ou achetée) pour la fabrication de savon.

Par ailleurs, TOP I d'Antsirabe, avec TOP II de Toamasina, sont les principales usines de production d'huile raffinée dans le pays, et TOP I emploie plus de 200 employés.

Comme résultats de l'audit, des problèmes ont été identifiés à l'unité raffinage :

- ♦ non efficacité et dysfonctionnement de l'installation de traitement des rejets
- ♦ émanation d'odeur d'acide gras et matières volatiles sur tout le voisinage
- ♦ bruits à la salle des chaudières, lavage des fûts, ...
- ♦ nombreuses fuites de tuyauteries (vapeur, huile brute, huile raffinée)
- ♦ réseau d'assainissement partiellement non fonctionnel et avec dysfonctionnement
- ♦ vétusté des installations
- ♦ émission de fumée au niveau des chaudières
- ♦ déversement de fuel lourd dans le réseau d'assainissement
- ♦ Installation d'incinération des déchets non sécurisée

Des *solutions* ont été proposées et la réalisation est déjà initiée après la réunion de concertation avec l'entreprise.

#### 4.3.3.1. Traitements et épurations des effluents

La raffinerie est particulièrement polluante par suite de la neutralisation. L'eau de lavage de la neutralisation contient en plus des huiles entraînées, des savons, de glycérol, des phospholipides, de la soude,.... Ces effluents, en raison de leur nocivité, ne peuvent être rejetés directement sur l'environnement qu'après des traitements préalables.

Les eaux résiduaires subissent des traitements physiques et chimiques.

Lors de notre stage, nous avons constaté qu'une récupération des boues issues des traitements des effluents est possible grâce à sa richesse en matière grasse, et donc une valorisation ultérieure.

Des solutions consistent à une rénovation de l'installation de traitement des rejets et on peut citer :

- la remise en fonction de la pompe doseuse pour l'ajustement du pH des effluents ;
- l'extension ou l'installation d'un nouveau bassin de décantation et
- l'installation d'un déshuileur pour abattre efficacement le taux de huile et graisse.



#### **4.3.3.2. Considération des pollutions atmosphériques**

Rappelons que l'usine émane d'acide gras volatile lors du raffinage, plus particulièrement au stade de la désodorisation. Pour cela, la canalisation des émanations et le traitement avant évacuation dans l'atmosphère doivent être bien contrôlés. Ils pourront être canalisés via un extracteur d'air, puis filtrés par un filtre à charbon.

Ce dispositif permet d'assurer une filtration quasicomplète des odeurs. Pour ce faire, le filtre est rempli d'environ 2,5kg de charbon actif, et le pré filtre en mousse [4].

#### **4.3.3.3. Suggestions d'amélioration et recommandations**

Des mesures ont déjà été prises par l'entreprise pour la rénovation des installations. Néanmoins, l'état général de l'usine appelle à des actions globales de rénovation pour des soucis d'ordre sanitaire et de sécurité (infrastructures, équipements de sécurité, ...). De plus, l'acquisition de nouvelles technologies devra être pensée pour faire face à la globalisation et la concurrence, ainsi que pour répondre aux normes standard qui deviennent de plus en plus stricts.

Ainsi, les fuites de tuyauteries devront être réparées et de préférence celles en acier noir doivent être remplacées totalement en matière inoxydable (inox).

Le port de casque, des habits protecteurs, des lunettes, de gant hermétique et des bottes par les agents, dans les postes les plus critiques est strictement conseillé pour leur sécurité (Particulièrement lors de la préparation des produits chimiques). Ils disposent ainsi d'une douche à proximité.

## **CONCLUSION PARTIELLE IV**

La mise en œuvre du système d'autocontrôle au sein de la raffinerie TOP fondée sur HACCP commence par :

- La rénovation des infrastructures, des appareils et matériels jugés âgés ;
- La mise en conformité (du point de vue environnement) des installations existantes et les traitements des effluents ainsi que les émanations diverses.
- La maîtrise parfaite des paramètres de raffinage, de la sécurité et de l'hygiène de fabrication.

Toutes ces bases en matières de gestion de la qualité sont déjà en cours au TOP et six CCP d'ordre physico-chimique ont été identifiés lors de notre étude préliminaire de la mise en place du système d'autocontrôle (HACCP). Ces points critiques touchent principalement la qualité physico-chimique et la conservation de l'huile.

## CONCLUSION GENERALE

A Madagascar, l'huilerie TOP I est parmi les premiers producteurs d'huile alimentaire. Elle a déjà acquis le marché intérieur, mais pour le souci d'améliorer la qualité de ses produits vendus localement et pour s'introduire au niveau du marché international, la société est en train de réviser sa gestion de la qualité.

Pour ce faire, l'introduction d'un système d'autocontrôle basé sur le HACCP a été étudiée.

Par ailleurs, l'instauration de ce système qualité nécessite une bonne connaissance du raffinage d'huile alimentaire et une maîtrise totale des appareils ainsi que les paramètres y afférents.

Le raffinage est parmi l'opération la plus délicate dans une huilerie pour la raison qu'il conduit à une huile alimentaire de différentes qualités selon le choix de principes, les paramètres à suivre ainsi que la quantité et qualité des intrants à mettre en œuvre.

La qualité constitue la préoccupation majeure des industriels agroalimentaires. En effet, le contrôle qualité dans la raffinerie TOP est basé sur les analyses physico-chimiques (couleur, Indice d'acide, Indice de saponification, Indice de peroxyde) effectuées à la fin de chaque étape du raffinage : Neutralisation, Décoloration et Désodorisation.

Malgré la vétusté des appareils et des infrastructures qui sont sujets d'une grande rénovation, les résultats restent encore à la page des normes.

En général, les origines des anomalies et de la non-conformité durant le raffinage que l'on a constaté sont basées sur les 5 M (Matière, Main d'œuvre, Matériels, Moyen et Milieu).

Après la rénovation et la mise en conformité de l'installation, la méthode HACCP à mettre en œuvre passe par :

- ♦ la phase qui consiste au renforcement de la maîtrise du raffinage d'huile alimentaire et la gestion de la qualité qui entre en jeu ;
- ♦ la phase qui consiste à analyser les dangers, à définir les points critiques, ainsi que l'établissement des limites critiques pour améliorer le système de surveillance.

Ainsi, ce travail a pour intérêt d'une part, une occasion pour une amélioration de la maîtrise de la gestion de la qualité de la production d'huile alimentaire. Et d'autre part l'introduction de ce système de qualité conduit la société à une transaction plus large, le marché international.



## **BIBLIOGRAPHIE**

1. **AFNOR**, 1992, Recueil des normes françaises des corps gras, graines oléagineuses et produits dérivés, Paris 4<sup>ème</sup> édition.
2. **ANONYME**, Livre de Procédé, documentation TOP.
3. **ANONYME**, 1992, Codex Alimentarius, Vol. VIII.
4. **ANONYME**, 2005, Rapport d'audit environnemental par le SOMEAH-SOGREAH, ONE.
5. **BRODNITZ N.H**, 1968, Autoxydation of saturated fatty acids, A review.
6. **CHEFTEL J.C** et **CHEFTEL H.**, 1977, Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments, PARIS, E<sup>sc</sup> Moderne d'édition, Vol.1, PARIS.
7. **FRANCOIS R.**, 1974, Industries des corps gras, technique et documentation, Edition Lavoisier.
8. **MAEP** et **UPDR**, 2003, Monographie de la région du Vakinankaratra, Madagascar.
9. **Microsoft Corporation**, 2004, Encyclopédie Encarta (Version électronique).
10. **RAKOTOMANIRAKA M.J.**, 1995, contribution à l'étude de raffinage de l'huile de coprah, Mémoire de fin d'étude, IAA.(3)
11. **RALAIMANARIVO A.**, 1977, Etude sur les possibilités de raffinage de l'huile de palme à Madagascar, Mémoire de fin d'étude, IAA-ESSA.
12. **RALAMBOMANANA J.O.**, 1989, Influence de la fertilisation et du processus de fabrication sur la qualité de l'huile de soja, Mémoire de fin d'étude, IAA-ESSA.
13. **RANDRIAMAHEFA, N.A.**, 1983, Etude des ateliers de traitement des graines et de raffinage, Mémoire fin d'étude, IAA.
14. **RANDRIAMANANTSOA S.**, 1995, Contrôle qualité de l'huile d'une huilerie de coton : analyse physico-chimique des huiles de quatre variétés de coton et détermination des pertes et des prises de coloration au cours du raffinage, Mémoire de fin d'étude, IAA-ESSA.
15. **RANDRIANAIVONIMANANA H. D.**, 2004, Amélioration du système HACCP au sein de la filière crabe de la SOGEDIPROMA, Mémoire de fin d'étude, IAA- ESSA.
16. **RANDRIANARIJAONA A.**, 1998, Contribution à la mise en place d'un système d'autocontrôle: cas de la SOPEMO Morondava, Mémoire de fin d'étude, IAA-ESSA.

17. **RANDRIASANDRATRINIONY Y.**, 1983, Evaluation prévisionnelle du fonctionnement de l'atelier d'extraction au solvant dans la société MAMISOA, Mémoire de fin d'étude, IAA-ESSA.
18. **RASOARAHONA J.**, 1982, Huilerie de coton à Madagascar – Amélioration de procédé de raffinage et perspective d'avenir, Mémoire de fin d'étude, IAA-ESSA.
19. **VOLOLONIAINA S.**, 2005, Valorisation du lait de soja en fromagerie : cas de la fabrication de « soycheese » dans la région de Vakinankaratra, Mémoire de fin d'étude, IAA-ESSA.
20. **WOLFF J.P.**, 1968, Manuel d'analyse des corps gras, Edition Azoulay, Paris.

### SUPPORT DE COURS

21. **BAKAR II**, 2004, Traitement des eaux et épuration des effluents, cours 4<sup>ème</sup> Année, IAA-ESSA.
22. **RANDRIANALJAONA J.A.**, 2005, Chimie Biochimie Alimentaire II, cours de 5<sup>ème</sup> Année, IAA-ESSA.
23. **RAONIZAFINIMANANA B.**, 2005, Industrie des corps gras, cours 5<sup>ème</sup> Année, IAA-ESSA.
24. **RANDRIATIANA R.**, 1997, Nettoyage et désinfection, cours 5<sup>ème</sup> Année, E.S.S.A. - IAA.
25. **RASOARAHONA J.**, 2005, Gestion de la qualité, cours 5<sup>ème</sup> Année, IAA-ESSA.
26. **RAZAFINDRAJAONA J.M.**, 2004, Analyses Microbiologiques des Aliments, Cours de 4<sup>ème</sup> Année, IAA-ESSA.

### SITES CONSULTÉS

- <http://www.asept.fr> (Mars 2006)
  - <http://www.fao.org/hygiène> (Juin 2006)
- BELLOIN J.C.**, 2004, Mise en place de l'hygiène dans l'industrie agroalimentaire, FAO, 256p.
- <http://www.tiko.mg> (Juin 2006)
  - <http://www.quapa.com> (Juin 2006)

# ANNEXES

## Annexe 1 : HISTORIQUE DU GROUPE TIKO

- 1979 :** création de TIKO
- 1981 :** débuts de la construction de l'usine à Sambaina Manjakandriana
- 1982 :** création officielle de l'unité de production laitière à Sambaina
- 1982 :** première production d'yaourt, de beurre, de lait et de fromage
- 1986 :** création de l'unité fromagerie ELVAK (Elevage et Laiterie du VAKinankaratra)
- 1986 :** première production de fromage de ELVAK
- 1989 :** création de l'unité glace IKO à Sambaina
- 1989 :** Installation d'unité de fabrication d'emballage TIKO PACK à Sambaina
- 1992 :** instauration de l'usine UHT (Ultra Haute Température)
- 1993 :** production d'eau de table OLIMPIKO, de jus naturel TIKO, création de TIKO AGRI
- 1996 :** accords de partenariat avec SINPA pour multiplier le nombre d'agence
- 1999 :** création officielle de l'unité TIKO BRTON à Tanjombato, ouverture de MAGRO (MALagasy GROssiste) à Ankorondrano, ouverture Radio Mada
- 2000 :** ouverture MAGRO (Fianarantsoa, Toamasina), inauguration de l'unité de boissons hygiéniques CLASSIKO, Installation de TIKO FARM à Antsiranana
- 2001 :** installations des stations audio et audio-visuelles MBS (Anosipatrana, Toamasina, Antsirabe, Fianarantsoa, Sambava)
- 2002 :** installations des stations audio et audio-visuelles MBS (Majunga, Tuléar, Antsohihy, Antsiranana, Fort Dauphin), lancement usine de raffinerie d'huile alimentaire TOP II
- 2003 :** ouverture usine de fabrication de crèmes glacées à Antsirabe et ouverture MAGRO à Antsirabe

Source : [www.tiko.mg](http://www.tiko.mg)

**Annexe 2 : COMPOSITION DE LA GRAINE DE SOJA**

(Composition de 100 grammes de graines de soja)

	Unité	Littérature	Valeurs expérimentales
<i>Energie</i>	Kcal	416	496.35±14.85
<i>Humidité</i>	g	8.54	8.82±0.61
<i>MS</i>	g	91.55	91.18±0.61
<i>Matière minérale, dont :</i>	g	4.87	4.37±0.17
<i>Ca</i>	mg	277	269.5
<i>Mg</i>	mg	280	255
<i>P</i>	mg	704	658
<i>Zn</i>	mg	4.89	5.1
<i>MG, dont :</i>	g	19.94	21.30±0.11
<i>Cholestérol</i>	mg	0	
<i>AGS</i>	g	2.88	
<i>Acide laurique</i>	%MG	Trace	0.59
<i>Acide palmitique</i>	%MG	11.0	11.07
<i>Acide stéarique</i>	%MG	4.1	3.20
<i>Acide arachidique</i>	%MG	Trace	Trace
<i>AGI</i>	g	15.659	
<i>Acide palmitoléique</i>	%MG	Trace	
<i>Acide oléique</i>	%MG	22.0	25.29
<i>Acide linoléique</i>	%MG	54.0	53.48
<i>Acide linolénique</i>	%MG	7.5	6.37
<i>Matière Azotée Totale</i>	g	36.49	35.25±0.23
<i>Matière glucidique</i>	g	30.16 dont 9.31 fibres	30.26

**Tableau 15 : Composition de la graine de soja**

Source: USDA Nutrient Database for Standard Reference, Release 13 (1999)

[In VOLOLONIAINA]

**Annexe 3: CORRESPONDANCE °Bé, DENSITE ET CONCENTRATION POUR L'HYDROXYDE DE SODIUM**

°Bé	Densité (kg /m <sup>3</sup> )	NaOH (%)	NaOH (g /l)
2.9	1020	2	20.41
6.0	1042	4	41.71
8.8	1064	6	63.89
11.6	1086	8	86.95
14.2	1108	10	110.9
16.8	1130	12	135.7
19.2	1155	14	161.4
21.6	1175	16	188.0
23.9	1197	18	215.5
26.1	1219	20	243.8
28.2	1241	22	273.0
30.2	1262	24	303.1
32.1	1284	26	334.0
34.0	1306	28	365.8
35.8	1327	30	398.4
37.5	1349	32	431.7
39.1	1369	34	465.7
40.7	1390	36	500.4
42.2	1410	38	535.8
43.6	1430	40	572.0
45.0	1449	42	608.7
46.3	1468	44	646.1
47.5	1487	46	684.2
48.8	1506	48	723.1
49.9	1520	50	762.7

**Tableau 16 : Correspondance °Be, densité et concentration pour l'hydroxyde de sodium**



**Annexe 4 : DETERMINATION DE L'INDICE D'ACIDE**  
(NFT 60.204)

**Appareillage**

- Fiole conique 250 ml
- Burette
- Balance analytique

**Réactif**

- 1-Ethanol à 95%(en volume)
- 2-Solution éthanolique 0.5N d'hydroxyde de potassium
- 3-Phenolphtaléine éthanolique à 1%(masse volume)

**Mode opératoire**

- Neutraliser l'éthanol au moment de l'emploi à l'aide de la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium en présence de la phénolphtaléine
- Peser à 0.01g près dans la fiole conique de 250 ml, 5 à 10 de l'échantillon de corps gras
- Ajouter à la prise d'essai environ 100 ml de la solution (2) jusqu'au virage de l'indicateur coloré (3)

**Expression des résultats**

$$I A = V * N * 56.11 / m$$

Où :

- V : volume de la solution (2) exprimé en milliaire
- N : normalité de la solution (2)
- M : masse en gramme de la prise d'essai

**Annexe 5 : DETERMINATION DE L'INDICE D'IODE**  
(NFT 60.203)

**Appareillage**

- Flacon en verre en col large ou fiole conique à bouchon rodé de la capacité d'environ 300ml
- Burette
- Balance analytique

**Réactif**

- 1- tétrachlorure de carbone, exempt de matières oxydables
- 2- iodure de potassium : solution aqueuse à 100g/l, exempt d'iode et d'iodate
- 3- réactif de WIJS/ : solution de monochlorure d'iode dans un mélange d'acide acétique et tétrachlorure de carbone (9g de trichlorure d'iode dans 700ml d'acide acétique cristallisable et 300ml de tétrachlorure de carbone puis on ajoute 10g d'iode pur)
- 4- thyosulfate de sodium à 0.1 N
- 5- empois d'amidon à 1%

**Mode opératoire**

- Peser à 0.001g près, 0.1 à 3g de corps gras selon l'indice d'iode présumé dans le flacon ou dans la fiole
- Dissoudre le corps gras avec 15ml de la solution (1)
- Introduire 25ml du réactif (3), boucher, agiter doucement
- Placer le flacon ou la fiole dans un endroit sombre à 20°C +/- 5°C pendant 1heure
- Ajouter 20ml de la solution (2) et 50ml d'eau distillée
- Titres avec la solution (4) tout en utilisant la solution (5) comme indicateur
- Effectuer en même temps un essai à blanc, sans le corps gras dans les mêmes conditions

**Expression des résultats**

$$I I = 12.69 * T * (V_0 - V_1) / m$$

- Où :
- T : titre de la solution (4)
  - V<sub>0</sub> : volume de la solution (4) utilisée pour l'essai à blanc (en ml)
  - V<sub>1</sub> : volume de la solution (4) utilisée pour la détermination (en ml)
  - m : masse de la prise d'essai (en gramme)

**Annexe 6 : DETERMINATION DE L'INDICE DE SAPONIFICATION**  
(NFT 60.206)

**Appareillage**

- Fiole conique 250ml
- Réfrigérant à reflux adaptable à la fiole
- Dispositif de chauffage (plaque électrique chauffante ou autre)
- Burette
- Balance analytique

**Réactifs**

- 1-Hydroxyde de potassium éthanolique 0.5N
- 2-Acide chlorhydrique 0.5N
- 3-Phenolphtaléine 1%

**Mode opératoire**

- Peser à 0.001g près, dans la fiole conique, environ 2g de corps gras
- Ajouter 25ml de la solution (1)
- Adapter au réfrigérant la fiole contenant la prise d'essai et la solution (1)
- Porter à légère ébullition en agitant de temps en temps pendant 60mn
- Ajouter 4 à 5 gouttes de la solution (3)
- Titrer la solution savonneuse encore chaude avec la solution (2)
- Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions

**Expression des résultats**

$$IS = (V_o - V_1) * N * 56.11 / m$$

- Où :
- $V_o$  : volume de la solution (2) utilisée pour l'essai à blanc (en ml)
  - $V_1$  : volume de la solution (2) utilisée pour la détermination
  - $N$  : titre exacte de la solution (2)
  - $M$  : masse de la prise d'essai (en gramme)

**Annexe 7 : FORMULAIRE DE L'INSPECTION CITERNE**

**Usine** : Tiko Oil Products Antsirabe  
**Date** : ... / ... / ...  
**N° du véhicule** : .....  
**Responsable** : .....

**Objet : Constatation citerne**

Propriétaire sur carte grise : .....  
Adresse du propriétaire : .....  
Citerne en ALUMINIUM : .....

Genre : .....  
Marque : ..... Type : .....  
Capacité baremage (déclaration en douane): ..... litres  
Etat de chaque compartiment et des vannes de vidange : .....  
État de vanne de sécurité : .....  
Etat de la soupape de sécurité : .....  
Etat des joints des trous d'homme : .....  
Etat des joints clapets et vannes : .....  
Odeur : .....  
Etat de propreté intérieure : .....  
Emplacement des plombs de sécurité : ..... (Existence / non existence)

*Mesure prise avant chaque chargement* : Lavage par la solution de soapstock avec excès de soude, rinçage à l'eau de la JIRAMA et séchage.

**Conclusion** : *Apte pour transport huile brute ou non*

### **Annexe 8 : Prescriptions d'hygiène selon FAO/OMS dans les normes CODEX pour les aliments diététiques ou de régime Codex alimentarius, Vol IX, 1982**

- Entretien

Les bâtiments, l'équipement, les ustensiles et toutes les autres installations matérielles de l'établissement y compris les rigoles devraient être maintenus en bon état et en bon ordre. Dans la mesure du possible, les salles devraient être protégées contre la vapeur, la buée et l'excès d'eau.

- Nettoyage et désinfection

Le nettoyage et la désinfection devraient satisfaire aux prescriptions du présent Code. Afin d'empêcher la contamination des aliments, tout le matériel et les ustensiles devraient être nettoyés aussi souvent que nécessaire et désinfectés chaque fois que les circonstances l'exigent. Ils devraient être également nettoyés et désinfectés chaque fois qu'une équipe a terminé son travail.

Les précautions nécessaires devraient être prises pour empêcher la contamination des aliments pendant le nettoyage ou la désinfection des salles; du matériel ou des ustensiles avec de l'eau et des détergents, ou des désinfectants purs ou en solution. Les détergents et les désinfectants devraient convenir à l'usage auxquels ils sont destinés et être jugés acceptables par l'autorité compétente. Tout résidu laissé par ces substances sur une superficie ou du matériel susceptible d'entrer en contact avec les aliments devraient être éliminé par un rinçage à fond avec de l'eau en conformité avec la section des principes généraux d'hygiène alimentaire auxquels il est fait référence à l'alinéa du présent code, avant que la superficie ou le matériel ne soient réutilisés pour la manutention des aliments.

Immédiatement après l'arrêt du travail quotidien ou à n'importe quel autre moment si les circonstances l'exigent, les sols-y compris les rigoles, les structures auxiliaires et les murs des zones de manutentions des aliments devraient être nettoyés à fond. Les vestiaires et les toilettes devraient être maintenus en permanence en état de propreté.

Les voies d'accès et les cours situées à proximité immédiate des bâtiments devraient être maintenues en état de propreté.

- Programme de contrôle de l'hygiène

Un programme permanent de nettoyage et de désinfection devrait être prévu pour chaque établissement de façon à garantir que toutes les zones sont convenablement nettoyées et que les zones et le matériel critique font l'objet d'une attention particulière. La propreté de l'établissement devrait être confiée à un seul responsable, qui devrait de préférence être attaché en permanence à l'entreprise et dont les fonctions devraient être étrangères à la production. Ce responsable devrait connaître parfaitement les risques inhérents à la contamination, Tout le personnel affecté au nettoyage de l'établissement devrait être bien formé aux techniques sanitaires. L'exécution de chaque opération de nettoyage et de désinfection du programme devrait être notée dans un registre approprié, avec la signature du responsable et la date.

- Sous-produits

Les sous produits devraient être entreposés de façon à éviter la contamination des aliments. Ils devraient être enlevés des zones de travail aussi souvent que nécessaire et au moins une fois par jour.

- Entreposage et évacuation des déchets

Les déchets devraient être manipulés de telles manières qu'ils ne puissent contaminer les aliments ou l'eau potable. Il faudrait empêcher qu'ils ne soient accessibles aux ravageurs. Ils devraient être enlevés des zones de manutention des aliments et des autres zones de travail aussi souvent que nécessaire et au moins une fois par jour. **Immédiatement après l'évacuation des déchets, les réceptacles utilisés pour leur entreposage ainsi que tout le matériel avec lequel ils ont été en contact devraient être nettoyés et désinfectés.** La zone d'entreposage des déchets devrait également être nettoyée et désinfectée.

- Exclusion des animaux domestiques

La présence d'animaux en liberté ou qui pourraient présenter un risque pour la santé devrait être interdite dans les établissements.

- Lutte contre les ravageurs

Un programme permanent et efficace de lutte contre les ravageurs devrait être appliqué. Les établissements et leurs abords devraient faire l'objet de contrôles réguliers, afin de déceler tout signe d'infestation.

Au cas où des ravageurs pénétraient dans l'établissement, les mesures nécessaires devraient être prises pour les éliminer. Ces mesures, qui comportent un traitement par des agents chimiques, physiques ou biologiques, ne devraient être appliquées que par un personnel parfaitement au courant des risques inhérent à un tel traitement, en **particulier des dangers possibles de rétention de résidus dans le produit, ou sous** le contrôle direct de ce personnel. Ces **mesures** devraient être conformes aux recommandations de l'autorité compétente.

Les pesticides ne devraient être utilisés que si d'autres mesures de précaution ne peuvent être employées efficacement. Avant l'application de pesticides, il conviendrait de protéger tous les aliments, le matériel et les ustensiles contre une éventuelle contamination. Après application le matériel et les ustensiles contaminés devraient être entièrement nettoyés avant d'être réutilisés.

- Entreposage des substances dangereuses

Les pesticides ou toute autre substance pouvant représenter un risque pour la santé devraient porter une étiquette mettant en garde contre leur toxicité et indiquant leur mode d'emploi. Ils devraient être entreposés dans des pièces ou des armoires fermées à clé et réservées exclusivement à cet effet et ils ne devraient être distribués et manipulés que par du personnel autorisé et formé ou par des personnes placées sous le contrôle rigoureux d'un personnel qualifié. Toutes précautions devraient être prises pour éviter la contamination des aliments.

Sauf pour des raisons d'hygiène ou lorsque le traitement l'exige, aucune substance susceptible de contaminer les aliments ne devrait être utilisée ou entreposée dans les zones de manutention des aliments.

- Effets personnels et habits :

Les **effets personnels** et les vêtements ne devraient pas être déposés dans les zones de manutention des aliments.

- Hygiène du personnel et spécifications sanitaires
- Formation en matière d'hygiène :


Les directeurs d'établissements devraient organiser à l'intention de toutes les personnes chargées de la manutention des aliments une formation permanente concernant les pratiques hygiéniques de manutention des aliments et l'hygiène personnelle, afin qu'elles sachent quelles sont les précautions nécessaires pour éviter la contamination des aliments. Cette formation devrait notamment comprendre les passages pertinents du présent Code. Il faudrait tenir un registre des absences

- Examen médical :

Les personnes en contact avec les aliments au cours de leur travail devraient subir un examen médical d'embauche, si l'autorité compétente le juge nécessaire après avis médical, par suite d'une épidémie, en raison de la nature des aliments préparés dans un établissement donné ou à cause des antécédents médicaux du futur employé. Un examen médical devrait également être effectué chaque fois qu'il s'impose pour des raisons cliniques ou épidémiologiques.

- Maladies contagieuses :

La direction devrait prendre les mesures nécessaires pour qu'aucune personne reconnue ou soupçonnée d'être atteinte d'une maladie transmissible

<b>UNIVERSITE D'ANTANANARIVO</b> ECOLE SUPERIEURE DES SCIENCES AGRONOMIQUES Tél. : 22 228 67 – BP 175 – CP : 101	<b>MEMOIRE DE FIN D'ETUDE</b> <b>*DIPLOME D'INGENIEUR AGRONOME*</b> Option : Industries Agricoles et Alimentaires
<b>Tuteurs :</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Pr. Béatrice RAONIZAFINIMANANA</li> <li>• Pr. Jean RASOARAHONA</li> </ul>	<b>Organisme d'accueil :</b> <b>TIKO OIL PRODUCTS</b> B.P. : 345 Mahafaly ANTSIRABE-110- Tél. : 44 486 13 / 44 496 13
	<b>Auteur :</b> <b>Herinavalona Zoharilala ANDRIAMIARANTSOA</b> Promotion FITSINJO (2001 – 2006) <a href="mailto:azoharilala@yahoo.fr">azoharilala@yahoo.fr</a> – Tél. :033 12 850 70
<b>Titre : « Etude prévisionnelle de la mise en place d'un système d'autocontrôle          au sein d'une unité de raffinage d'huile alimentaire          (Cas de l'HUILE DE SOJA) »          TIKO OIL PRODUCTS</b>	
<h2 style="color: blue; margin: 0;">RESUME</h2> <p>Après la préparation des graines et l'extraction, le raffinage constitue la dernière étape pour obtenir l'huile alimentaire comestible et détermine son niveau de qualité.</p> <p>L'usine TOP Antsirabe est parmi les grandes industries œuvrant dans le domaine de l'huilerie. Grâce à cette image, elle a intérêt à produire non seulement d'huile alimentaire de bonne qualité mais aussi d'unité bien maîtrisée de l'amont à l'aval de sa production ; d'où l'importance majeure de cette étude.</p> <p>Le HACCP ou Hazard Analysis Critical Control Point est le système d'autocontrôle de la qualité le plus adapté aux Industries Agro-alimentaires, son rôle est d'identifier les dangers liés à la production et à la conservation des produits finis. C'est la raison qui justifie son choix et son étude au sein de l'unité de raffinage TOP I.</p> <p>Malgré la vétusté des appareils utilisés, les résultats des analyses au cours du raffinage reste encore à la plage de norme (huile raffinée : Acidité Oléique inférieure à 0.1 pourcent ; Indice de Peroxyde inférieur à 1 milliéquivalent d'oxygène actif par kilogramme d'huile ; savon : néant).</p> <p>Toutefois, des pannes et des problèmes d'ordre technique ont été rencontrés au cours du raffinage ; ce qui conduisent à une récirculation ou même jusqu'à l'arrêt de la production.</p> <p>Le système HACCP proposé pour la raffinerie TOP I, à part l'exigence de commerce international, il renforce la qualité des produits traités et facilite la mise en conformité de la Société vis-à-vis de son environnement. Sa mise en oeuvre a nécessité des dispositions préliminaires telles la mise en place et la formation de l'équipe HACCP, la sensibilisation de tout le personnel et l'amendement du Manuel Assurance Qualité.</p> <p><b><u>Mots clés</u> : raffinage ; autocontrôle ; huile alimentaires ; qualité ; HACCP ; TOP</b></p>	