

SOMMAIRE

Remerciements

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Introduction : 1

Chapitre1 : 2

Présentation du secteur agroalimentaire au Maroc et de l'organisme d'accueil 2

I. Présentation du secteur Agroalimentaire au Maroc : 3

II. Présentation de l'organisme d'accueil : 3

1. Historique et domaine d'activité : 3

2. Activités de l'entreprise HSB : 4

3. Marques commercialisées par HSB : 4

4. Sites de production : 5

5. Fiche technique : 5

6. Organigramme de l'entreprise : 6

7. Unités de production au site HSB ANZA Agadir : 7

Chapitre 2 : 8

Suivie de processus du raffinage chimique des huiles végétales brutes..... 8

I. Huiles végétales alimentaires : 9

1. Huile de Soja 9

2. Huile de Tournesol 10

II. Processus du raffinage des huiles végétales brutes 11

1. Définition et rôle de raffinage : 11

2. Processus industriel du raffinage des huiles végétales brutes (Soja et Tournesol) 12

a) Réception des huiles brutes 13

b) Démucilagination (dégommage) 13

c) Neutralisation alcaline 14

d) Décoloration	17
e) Filtration	18
f) Désodorisation	19
g) Décirage	20

Chapitre 3

Étude de la variabilité des paramètres chimiques de neutralisation..... 22

I. Matériels et méthodes	23
1. Dosage de l'excès de soude	23
2. Contrôle de l'acidité	23
3. Dosage des savons :	24
4. Analyse des eaux de lavages	25
5. Analyse de la pâte de neutralisation	26
II. Résultats et interprétations	27
Recommandations	34
Conclusion générale.....	35

Références bibliographiques

INTRODUCTION

Les huiles et graisses végétales jouent un rôle majeur, nous les consommons directement sous forme d'huile raffinée ou vierge, ou bien indirectement via nombreux produits de l'industrie agroalimentaire. Aujourd'hui, cette filière affronte de nombreux défis: Les exigences du consommateur qui sont plus fortes et plus nombreuses de point de vu quantité et qualité.

L'entreprise alors doit répondre aux exigences du consommateur, qui impose la qualité organoleptique, la qualité sanitaire et la qualité marketing en adoptant des stratégies permettant d'améliorer sa compétitivité sur le marché de travail.

Les HUILERIES DE SOUSS BELHASSAN déploient un grand effort pour convaincre le consommateur de leur qualité, et améliorer leurs produits, ainsi pour répondre aux règles imposées par l'ONSSA « Office Nationale De Sécurité Sanitaire Et Alimentaire »

L'objectif de ce présent travail est de suivre les différents processus du raffinage chimique des huiles végétales, ainsi d'étudier la variabilité des paramètres chimiques de l'étape de neutralisation.

Chapitre1

Présentation du secteur agroalimentaire au Maroc et de l'organisme d'accueil

I. Présentation du secteur Agroalimentaire au Maroc :

Le secteur agroalimentaire est l'un des piliers industriels moteurs de l'économie marocaine. Il est le premier secteur industriel du pays bénéficiant d'une forte demande nationale et internationale.

Les grandes phases de la chaîne de valeur de l'industrie agroalimentaire sont les producteurs agricoles et les entreprises de transformation ou de fabrication de produits alimentaires.

L'industrie agroalimentaire marocaine compte quelques 1600 entreprises qui offrent plus du tiers des emplois permanents du secteur industriel soient, 120.000 personnes.

Ce secteur diffère des autres secteurs en raison du caractère saisonnier de la production des récoltes, de l'élevage, des facteurs climatiques et de sa grande diversité d'activités de transformation de matière première et de fabrication des denrées.

En particulier, le secteur des huiles alimentaires est un secteur promoteur vu la disponibilité des matières premières et le positionnement géographique du Maroc. En effet, le secteur oléicole joue un rôle très important sur le plan socio-économique marocain. Il contribue activement à la fixation des populations en milieu rural puisqu'il couvre 16% des besoins de consommation du pays en huiles végétales alimentaire et contribue à l'équilibre de la balance commerciale en assurant une entrée en devises de l'équivalent d'un milliard de dirhams au titre des exportations d'huiles de table et d'huiles d'olives.

II. Présentation de l'organisme d'accueil :

1. Historique et domaine d'activité :

Crée en 1976 par BELHASSAN est construite par un groupe italien, les HUILLERIES DE SOUSS BELHASSAN est une entreprise familiale, située au quartier industriel d'ANZA Agadir sur une superficie de 3.3 hectares, comptant 500 effectifs et fonctionnant 24h/24.

Jusqu'à la fin des années 90 et sous le régime administratif des quotas, l'entreprise n'avait droit qu'à 3.5% de la quantité totale des huiles de tables importées au Maroc. Un tel environnement freinait énormément le développement de l'organisation et ne donnait aucune

marge de manœuvre à la recherche de l'amélioration de la gestion de l'outil de production qui ne tournait alors qu'à moins de 50% de sa capacité et à une fréquence irrégulière et imprévisible.

En 1990, la libération (l'élimination du régime de quotas, la disparition du bureau marocain des approvisionnements) avait favorisé l'expansion de la société, et l'augmentation de la capacité de 100 à 400 tonnes par jour grâce à l'acquisition de nouvelles machines de raffinage (Séparateur, Dover...). Aussi, et pour plus d'autonomie, la société s'est équipée des machines de fabrication des préformes et de soufflage pour la fabrication des emballages en PET (1/2 L , 1L ,2L , 3L , 5L) et devenir d'une des rares entreprises en Afrique à acquérir ce genre de matériel produisant ses propres besoins.

2. Activités de l'entreprise HSB :

- Raffinage, conditionnement et distribution des huiles alimentaires.
- Trituration des graines oléagineuses.
- Importation, conditionnement et distribution du thé vert.
- Importation, conditionnement et distribution du café.
- Distribution : détergent et Margarine.
- Fabrication des emballages en plastiques.

3. Marques commercialisées par HSB :

La figure ci-dessous représente les marques commercialisées par l'entreprise HSB :



Figure 1 : Marques commercialisées par l'entreprise HSB

- **LOUSRA** : Huile de table à base de soja enrichie en vitamines A et D3.
- **LIO** : Huile de table à base de soja enrichie en vitamines A et D3.
- **DEL CY** : Huile de table.
- **RAKIA** : Huile de table.
- **ZOHOR** : Huile de tournesol pur.
- **OUED SOUSS** : Huile d'olive.
- **SINIA, AL HAYAT, AL AHRAME** : Thé emballé.

4. Sites de production :

HSB de Fès : s'occupe de la trituration des olives, des graines de soja et de tournesol, ainsi que l'extraction de l'huile d'olive de grignon, raffinage chimique, soufflage et conditionnement;

HSB d'ANZA : dont l'activité principale est le raffinage chimique des huiles alimentaires, l'emballage du thé et la torréfaction du café;

HSB de TASSILA : se distingue principalement par la production d'hydrogène, le fractionnement, l'inter-estérification et la production de la margarine.

5. Fiche technique :

Le tableau suivant représente la fiche technique de l'HSB :

Tableau 1 : Fiche technique de l'entreprise HSB

Dénomination sociale	LES HUILLERIES DE SOUSS BELHASSAN
Date de création	1976
Siège social	BP 135 Rue Al MILAHA ANZA, AGADIR
Président directeur général	Mr. Ahmed AMSROUY BELHASSAN
Site web	http://www.Leshuilleriesdusouss.com
Téléphone	05 28 20 45 02/ 05 28 20 45 06
Production	400 tonnes par jour
Certifications	ISO 9001 et ISO 9002

6. Organigramme de l'entreprise :

La figure ci de-dessous représente le diagramme de la société HSB

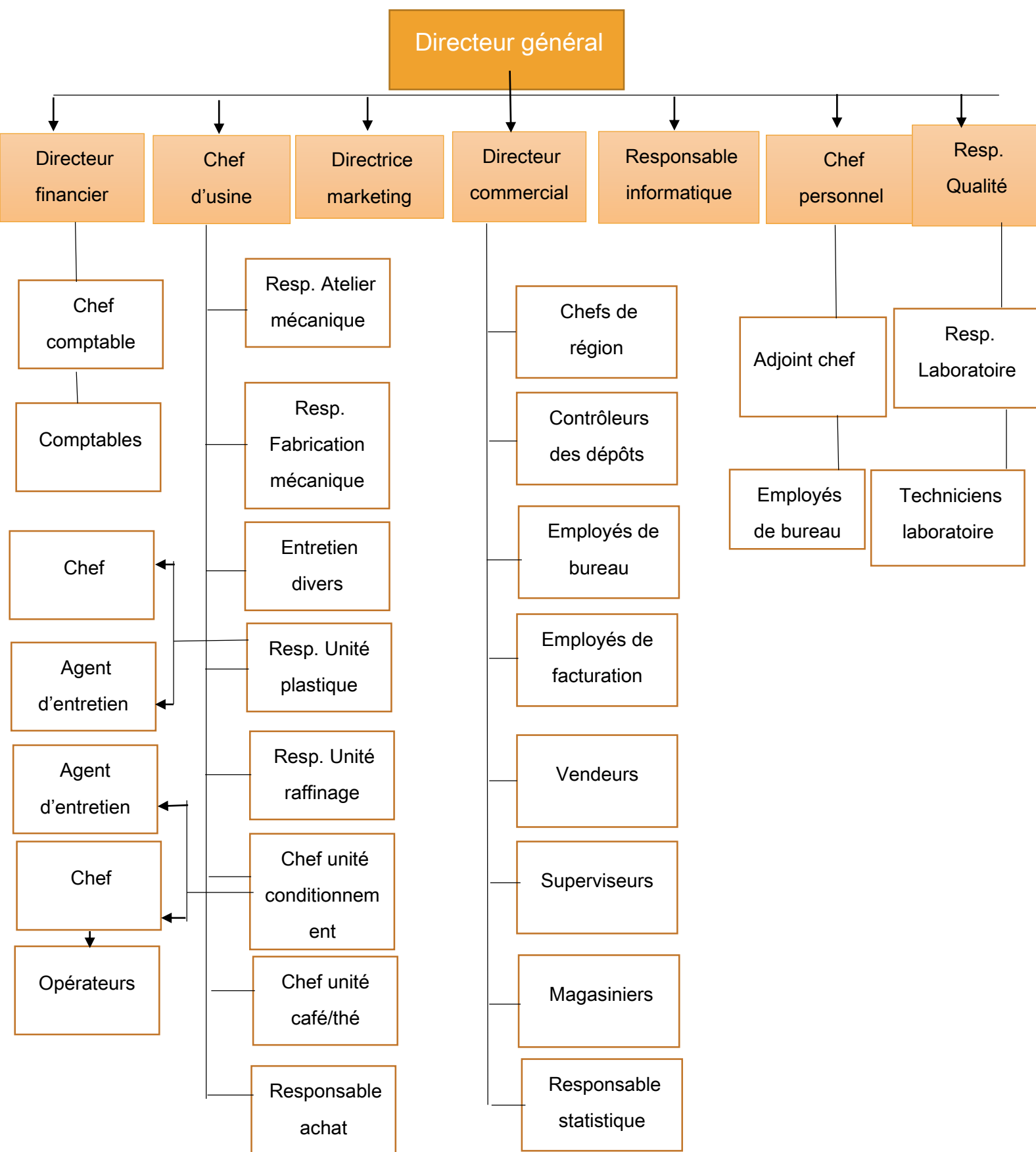


Figure 2 : Organigramme de la société HSB

7. Unités de production au site HSB ANZA Agadir :

7-1 Unité de raffinage des huiles brutes

Le raffinage consiste à éliminer les impuretés de l'huile brute provenant de la trituration. Cette opération nécessite une série de traitements destinés à transformer l'huile végétale brute d'un côté, les tourteaux de l'autre.

7-2 Unité de production du plastique

La matière première utilisée pour la fabrication des bidons est le polyéthylène, ces matières résistent à des hauts volumes de pressions ce qui rend le bidon un peu plus élastique.

Toutes les matières premières proviennent des pays de l'Europe et plus précisément de l'Italie, la France et l'Allemagne. Le marché allemand est le plus qualifié dans ce domaine grâce à la qualité qu'il expose.

7-3 Unité de conditionnement et fabrication d'emballage

Les Huileries du Souss possèdent trois lignes de conditionnement des huiles :

- 1. Conditionnement des bouteilles de 1 litre et 0.5 litre pour l'huile d'olive OUED SOUSS*
- 2. Conditionnement des bouteilles de 2 litres et 5 litres.*
- 3. Conditionnement des bouteilles de 2 litres et 5 litres forme DELCY*

Chapitre 2

Suivie de processus du raffinage chimiques des huiles végétales

I. Huiles végétales alimentaires :

1. Huile de Soja

*La graine de soja (*Glycine max*) issue de la famille des légumineuses et*

*Sous-famille des **papilionacées**, c'est une plante annuelle qui est connue depuis près de 4 milles ans. C'est de loin le premier oléagineux à être consommé, fournie principalement par les États-Unis, le Brésil et la Chine. (Figure 3 : Graine de soja)*

La graine de soja est riche en lipides (de 18 à 20%), fibres, lécithine et vitamines A et E.

A partir de cette graine, on peut extraire :

** L'huile de soja.*

** Lait de soja.*

** La crème.*



Figure 3: Graine de soja

L'huile de soja renferme une quantité appréciable des acides gras saturés et insaturés ce qui la rend plus attractive sur le marché du consommateur. Elle est riche en **acide linoléique** (acides gras polyinsaturés oméga-6) d'environ **54%**, et a plus de tendance à s'oxyder et à rancir.

La partie insaponifiable de l'huile de soja représente 1,6% dans l'huile brute et de 0,6 à 0,7% dans l'huile raffinée. Elle se compose essentiellement de stérols et de Tocophérols.

Les constituants mineurs de l'huile de soja, dont certains doivent être obligatoirement éliminés durant le raffinage, sont regroupés dans le tableau 2 :

Tableau 2: Constituants mineurs de l'huile de soja

Nature	Composé
Lipidique	Phosphatides (phospholipides)
	Acides gras libres
Glucidique	Sucres libres et glycolipides
Ions métalliques	fer(Fe), cuivre(Cu), Calcium, Magnésium
Pigments colorants	Caroténoïdes, chlorophylle et autres pigments
Produits oxydés	Aldéhydes, cétones, peroxyde

2. Huile de Tournesol



Figure 4: Plante de tournesol

Helianthus annuus : c'est une grande plante annuelle appartenant à la famille des *Asteraceae*, cultivée dans toutes les parties tempérées et chaude du monde. Elle est surtout présente en Afrique du Sud et au Maroc. Les travaux d'amélioration génétique et de sélection ont permis de renforcer sa résistance au froid et à la sécheresse. Son développement est favorisé par une pulviométrie peu abondante pendant la période de floraison et de fructification. La

quantité de chaleur que reçoit la plante pendant la maturation des graines se révèle déterminante : une température trop élevée peut réduire la teneur en huile de moitié.

La croissance de tournesol est très rapide, la tige atteint à terme une taille qui varie entre un trois mètres et la capitule peut avoir, en sa terminaison, un diamètre de 10 à 30 cm.

Ses graines ont une teneur en huile comprise entre 30 et 50%, c'est une huile riche en acides gras polyinsaturée (**acides linoléiques**) d'environ 67% et en vitamine E. (Figure 4 : Graine de tournesol).

II. Processus du raffinage des huiles végétales brutes

1. Définition et rôle de raffinage :

Le procédé de raffinage des huiles brutes consiste à corriger des défauts non désirés, comme l'acidité, la couleur, l'odeur et la saveur. C'est l'ensemble des opérations qui servent à transformer l'huile brute en un produit comestible et à obtenir une huile aux qualités organoleptiques et chimiques satisfaisantes, en éliminant les substances indésirables et nuisibles à la qualité de l'huile.

L'huile de Soja et de Tournesol subissent le même processus du raffinage sauf une seule étape d'exception chez l'huile de Tournesol : c'est l'étape de **Décirage** qui vient juste après l'étape de désodorisation.

2. Processus industriel du raffinage des huiles végétales brutes (Soja et Tournesol)

Diagramme de fabrication de l'huile de table

La figure suivante présente le diagramme de fabrication des huiles végétales brutes (Soja et Tournesol) :

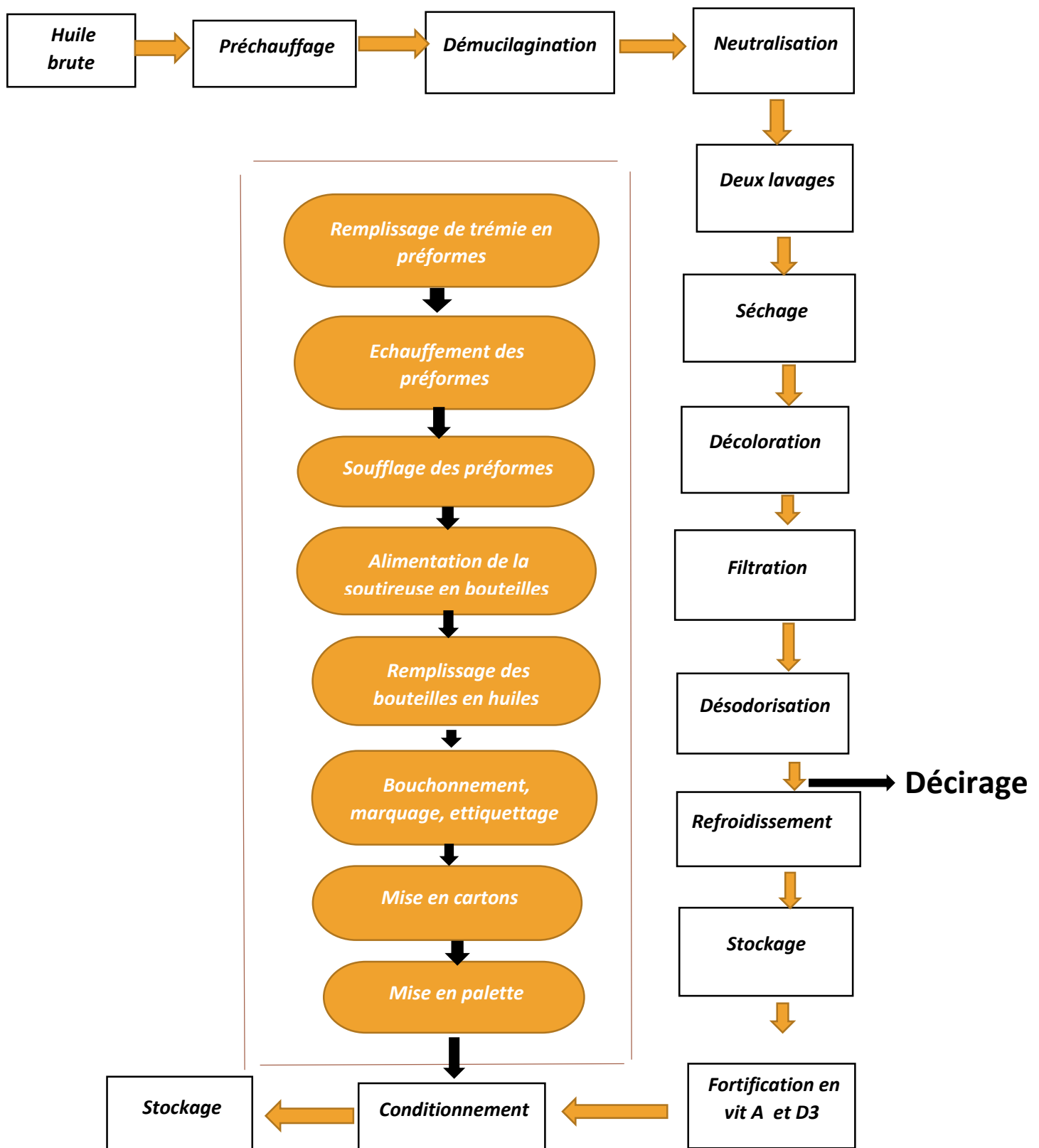


Figure 5 : Diagramme de fabrication des huiles végétales (Soja et Tournesol)

a) Réception des huiles brutes

- Pesage de l'huile brute;
- Stockage des huiles dans des tanks de stockage par un débit situé généralement entre 8 et 10 tonnes par heure.

b) Démucilagination (dégommage)

i. But

La démucilagination est la première étape du raffinage de l'huile, elle permet de débarrasser

Les huiles brutes des substances dites mucilages qui sont des phospholipides non hydratables, des glycérides liés à l'acide phosphorique et autre impureté contenues dans l'huile brute.

L'élimination parfaite du phosphore est une opération très importante pour obtenir une bonne qualité de l'huile.

Les principaux inconvénients des phospholipides sont présentés comme suit :

- Ils provoquent des émulsions.
- Ils réduisent le rendement lors de la première opération de filtration car ils désactivent les terres décolorantes, ce qui provoque un colmatage rapides des filtres.
- Leur présence conduit à des phénomènes de mousse lors de l'opération de désodorisation ; une huile raffinée mal débarrassée de ces phospholipides s'acidifie, s'oxyde et prend rapidement un goût désagréable.

ii. Procédé

Dans l'entreprise HSB, l'huile passe par un échangeur à plaques à contre-courant, elle est préchauffée à 60°C avec l'huile désodorisée chaude (l'huile raffinée).

L'huile est ensuite chauffée à 85 -90°C dans un échangeur sous la vapeur des eaux adoucies venant de la chaudière, cette opération a pour but de diminuer la viscosité de l'huile qui va être pompée vers le bac de contact. C'est l'étape de préchauffage.



Figure 6: Huile brute

Ensuite, l'opération se poursuit par injection de l'acide phosphorique commercial à 75% par une pompe doseuse. L'huile et l'acide sont ensuite fortement agités dans un premier mixeur pour avoir un mélange intime, avant de le refouler vers le bac de contact dans lequel il va séjourner pendant 30 minutes, le temps de séjour est important pour le gonflement des mucilages afin d'obtenir une bonne séparation.



Figure 7: Huile brute+ acide



Figure 8: Bac de contact

Remarque La quantité de l'acide phosphorique ajoutée dépend de la teneur de l'huile en phospholipides, par exemple, pour l'huile de soja qui est riche en phospholipides la quantité d'acide ajoutée est supérieure à celle utilisée pour l'huile de grignon qui contient moins de phospholipides.

c) Neutralisation alcaline

La neutralisation est composée de trois phases : **Neutralisation, deux Lavages, Séchage**

➤ Neutralisation

i. But

L'élimination des acides gras libres est l'opération la plus importante du raffinage. La neutralisation par la soude caustique élimine les acides gras sous forme de savons appelés communément pâtes de neutralisation, qui comprennent outre les savons de sodium et la soude, de l'eau, du sel, des phosphates de sodium, des mucilages, de l'huile neutre entraînée, des colorants, des produits d'oxydation et des contaminants divers.

ii. Procédé

La neutralisation se fait comme suit :

A l'aide d'une pompe doseuse, la soude caustique (entre 18 à 25 degré Baumé) est injectée dans l'huile sortante du bac de contact.

Pour éliminer tout risque de saponification parasite (saponification partielle), le mélange d'huile et de soude passe dans un mixeur à grande vitesse avant d'être envoyé vers un séparateur (centrifugeuse de 4500 tours/min) destiné à séparer la pâte de neutralisation (phase lourde) de l'huile (phase légère).

Les réactions qui ont lieu lors de ce processus sont :

✚ La neutralisation de l'excès d'acide phosphorique :



✚ La neutralisation des acides gras libres en formant les savons sodiques :

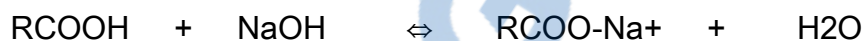


Figure 9 : Séparateur



Figure 10: Huile neutre

Remarque : * le degré Baumé indique la concentration d'une solution.

* La centrifugation est une technique de séparation des éléments d'un mélange en le faisant tourner à grande vitesse.

➤ **Lavage**

i. **But**

Le lavage a pour but d'éliminer les substances alcalines (savons et soude en excès), ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides et autres impuretés.

L'eau utilisée dans l'étape de lavage est adoucie dans des adoucisseurs pour éviter l'encrassement des bols par dépôt de savons et de phosphate de calcium, et pour éviter le colmatage des filtres. Et elle doit être bien chauffée (de 90 à 95°C) dans des chaudières afin d'éliminer la formation des émulsions et préserver la température des opérations suivantes.

ii. **Procédé**

L'huile neutralisée reçoit 10% d'eau chaude à 90°C. Ensuite, le mélange passe dans un mixeur, puis subit une centrifugation pour séparer l'eau savonneuse de l'huile lavée, cela est se fait en deux étapes :

- Le premier lavage : se fait dans un séparateur et donne une huile lavée qui ne dépasse pas 200 ppm de savons.
- Le deuxième lavage a lieu dans un autre séparateur donnant une huile qui ne dépasse pas 50 ppm de savons.



Figure 11: Huile lavée

➤ **Séchage**

i. **But**

Cette opération a pour but d'éliminer l'humidité présente dans l'huile lavée, car l'humidité diminue l'activité de la terre décolorante dans l'étape de décoloration et peut provoquer aussi un colmatage rapide des filtres dans l'étape de filtration, surtout en présence de savon.

ii. **Procédé**

L'huile lavée à une température de 90°C à 95°C est mélangée avec une quantité d'acide citrique à 20% (l'acide citrique facilite le séchage et élimine les dernières traces de savons et

considéré comme un agent antioxydant). Puis, le mélange est pulvérisée dans une tour verticale maintenue sous vide dite sécheur.

Figure 12 : Huile séchée



d) Décoloration

i. But

La décoloration est une étape qui consiste à éliminer les peroxydes et les pigments colorés (Caroténoïde et chlorophylle) que la neutralisation n'a que très partiellement détruit. Le phénomène physique qui intervient est l'adsorption sur des terres décolorantes et du charbon actif.

ii. Procédé

Après le séchage, l'huile est séparée en deux conduites :

- Presque 90% de l'huile séchée passe directement vers le décolorateur.
- 10% de l'huile sortante de séchage passe vers un mélangeur (10% de l'huile séchée+ charbon actif +terre décolorante), pour avoir un bon mélange il faut un temps de contact d'environ 20 min, puis le mélange rejoint les 90% de l'huile dans le décolorateur.

L'opération se fait à une température de 90 à 100°C et sous vide (pour empêcher l'oxydation qui est favorisée par la dispersion de l'huile sur les particules de la terre).

Une agitation efficace assure un bon contact entre l'huile et la terre, elle empêche aussi les dépôts au fond du décolorateur et permet de limiter le temps de réaction à 30 min.



Figure 13 : Mélangeur



Figure 14 : Décolorateur

e) Filtration

i. But

La filtration se fait dans des filtres à plaques, elle a pour but de séparer l'huile de la terre usée à travers un milieu poreux constitué d'une toile métallique filtrante, dont le diamètre des pores est inférieur au diamètre des particules de la terre ce qui permet le passage de l'huile et non la terre à travers le filtre. On utilise des filtres Niagara verticales et une terre décolorante qui diffère de la terre utilisée pour le décirage.

ii. Procédé

L'huile sortante de la décoloration doit être débarrassée de la terre usée qu'elle contient en suspension.

On utilise des filtres à plaques appelés NIAGRA. Les plaques permettent la filtration de leurs deux côtés. Elles envoient ensuite l'huile par un canal central qui rejoint une conduite en provenance de toutes les plaques, après l'huile sort du filtre.

Après la filtration sur plaques, et pour s'assurer que l'huile ne contient plus de terre ou des matières en suspension, on la fait passer dans des filtres à presse «filtration de sécurité». L'huile filtrée est ensuite stockée dans un réservoir.

Remarque : Quand le filtre est chargé en terre usée, le gâteau se dépose sur les plaques et la filtration devient difficile, donc il doit être débarrassé de son gâteau. Pour cela, on envoie de la

vapeur chaude pour le séché, puis les plaques vont faire tomber le gâteau séché qui sera envoyé dans un bassin puis vers les déchets.



Figure 15 : Filtration



Figure 16 : Huile décolorée et filtrée

f) Désodorisation

i. But

La désodorisation, comme son nom l'indique, a pour but d'éliminer les substances volatiles comme les aldéhydes et les cétones, qui donnent une odeur et une saveur désagréables à l'huile, ainsi que les acides gras libres encore présents dont certains sont très sensibles à l'oxydation.

ii. Procédé

L'huile décolorée venant du réservoir de stockage est pompée vers un échangeur à plaque (N°1) où elle sera préchauffée par l'huile déjà désodorisée jusqu'à une température de 140°C. Elle est ensuite envoyée vers un dégazeur où elle va subir une désaération et élimination des traces d'eau sous l'effet du vide. Puis l'huile passe par un échangeur à plaque (N°2) où elle sera chauffée par l'huile désodorisée, après elle passe par un échangeur tubulaire (huile- vapeur jusqu'à une température de 190°C).

Ensuite, l'huile s'écoule dans un réchauffeur d'huile qui permet son chauffage à une température d'environ 210-220°C.

Après, l'huile réchauffée entre dans le désodoriseur qui comporte 5 étages, il est de forme cylindrique verticale, l'huile subit une injection de la vapeur d'eau dans chaque étage sauf le 5ème de bas du désodoriseur, car elle est considérée comme un réservoir, afin de favoriser le barbotage de

l'huile (agitation continue). L'opération se fait toujours sous vide et soumise à une haute température qui varie entre 235 et 240°C.

L'huile désodorisée coule du dernier compartiment du désodoriseur vers un filtre pour empêcher les impuretés qui sont formés sous l'effet de haute température, puis elle passe par l'échangeur à plaque (N°2), puis vers l'échangeur à plaque (N°1) pour diminuer sa température, ensuite elle se refroidit encore par son passage dans un échangeur à plaque (l'huile désodorisée - l'huile brute à 25°C), enfin l'huile passe par un 2ème échangeur à spiral ou le refroidissement est assurée par l'eau, elle sort avec une température inférieure à 50°C.

Finalement, l'huile se dirige vers les filtres de sécurité (filtres à presse) qui permettent de donner une huile brillante. Cette dernière opération est appelée le **polissage de l'huile**. Cette étape concerne l'huile de soja car pour l'huile de Tournesol on procède à une étape de Décirage.



Figure 17: Huile désodorisée

Remarque

La désodorisation est la dernière étape du raffinage, l'huile raffinée passe ensuite vers des citernes de stockage puis subit une étape de fortification : injection de l'huile par les vitamines A et D3. Ensuite, l'huile finie passe au conditionnement.

g) Décirage

i. But

Des huiles, telles l'huile de tournesol ou l'huile de grignon d'olive contiennent des cires qui sont des esters d'acides gras. A basse température, ces cires confèrent un aspect trouble à

l'huile. Il est donc essentiel d'éliminer ces éléments avant la mise en bouteille et la commercialisation de l'huile.

ii. Procédé

Au niveau de la société HSB l'étape le décirage est la dernière étape du raffinage pour l'huile de Tournesol.

Vers la fin du raffinage, l'huile de tournesol désodorisée subit un refroidissement pour cristalliser les cires, puis elle passe par une étape de filtration à l'aide des filtres Niagara horizontales en utilisant une terre de filtration qui va capter les cires.

La figure ci-dessous présente les différentes étapes du raffinage de l'huile de tournesol :

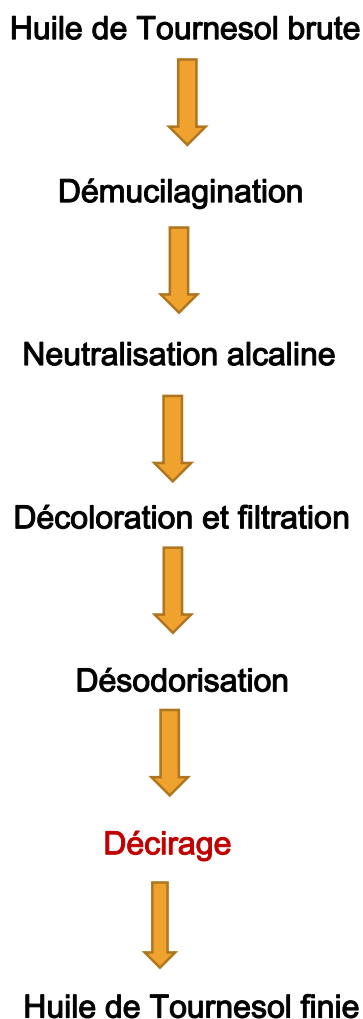


Figure 18 : Les étapes du raffinage de l'huile de tournesol

Chapitre 3

Étude de la variabilité des paramètres chimiques de neutralisation

Objectif de contrôle qualité

Comme toute industrie agroalimentaire, le site industriel HSB se doit d'avoir un système de contrôle qualité optimale.

Ainsi, le laboratoire de l'usine assure ces contrôles de qualité en intervenant presque à tous les niveaux depuis la réception des huiles brutes jusqu'à l'obtention d'une huile raffinée prête à être conditionnée; et ceci par des analyses effectuées soit sur demande dans le cas d'une anomalie, soit dans un intervalle de temps régulier afin de suivre la qualité du raffinage. Et pour ce fait, plusieurs types d'analyses chimiques sont effectués dans toutes les étapes de raffinage. Je me suis intéressée par l'étape de neutralisation, alors dans ce présent travail je vais citer toutes les analyses concernant cette étape.

I. Matériels et méthodes

1. Dosage de l'excès de soude

a) Principe

Le principe de ce dosage est de s'assurer que la réaction durant l'étape de neutralisation soit déplacée dans le sens de formation du savon et que l'acidité résiduelle de l'huile soit petite.

Cette analyses se fait dans l'unité du raffinage et non pas dans le laboratoire de qualité.

b) Mode opératoire

On met dans un erlenmeyer 100 ml de l'**huile neutre**, puis on ajoute la **phénolphtaléine** et on titre par l'**huile brute acidifiée** jusqu'à ce que la couleur de l'huile revienne au même couleur de l'huile de burette (même couleur de l'huile brute acidifiée).

2. Contrôle de l'acidité

a) Principe

Déterminer la quantité d'acides gras libres exprimés en pourcentage d'acide oléique.

b) Mode opératoire

On prend une prise d'essai d'échantillon d'huile et on ajoute une quantité d'**alcool éthylique** à 95% préalablement neutralisé et deux gouttes de **phénolphtaléine** (indicateur de coloration).

On agite puis on effectue un titrage par la **soude caustique** (0,1 N) jusqu'à l'apparition d'une couleur rose permanente.

➤ **Calcul**

$$\% \text{ Acidité} = \frac{TB \cdot N \cdot PM}{PE} * 100 \quad \longrightarrow \quad \% \text{ Acidité} = \frac{TB \cdot 0,1 \cdot 282}{PE} * 100$$

Donc : $\% \text{ acidité} = \frac{TB \cdot 2,82}{PE}$

Avec :

- TB = tombée de burette (en ml)
- PE = prise d'essai en gramme.
- N = Normalité de NaOH = 0.1 N.
- PM = poids moléculaire de l'acide oléique = 282 g/mol.

3. Dosage des savons :

a) Principe

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

b) Mode opératoire

Dans un erlenmeyer de 250 ml, on pèse une quantité d'huile à dosée, on additionne un volume d'une solution diluée : solvant de titrage constitué d'**acétone 2%** et le **bleu de bromophénole** comme indicateur de coloration, puis on titre par une solution acétonique d'**acide chlorydrique 0,01N** jusqu'au virage au jaune de l'indicateur (boucher l'erlenmeyer et agiter énergiquement en fin de titrage).

Remarque :

Pour l'huile décolorée et désodorisée on effectue seulement un test de savon et non pas un dosage (car elles ne contiennent pas des savons) : une quantité d'huile à tester additionnée par la solution de **solvant acétonique** et le **bleu de bromophénol**, l'absence de traces de savon est indiquée par le non virage au bleu de l'indicateur.

c) Calcul

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

$$savon = \frac{TB \cdot N \cdot PM}{PE} \quad \longrightarrow \quad savon = \frac{TB \cdot 0,01 \cdot 304}{PE}$$

Donc : $Taux\ de\ savon(ppm) = \frac{TB \cdot 3040}{PE}$

Avec :

- TB = tombée de burette.
- PE = prise d'essai en gramme.
- N = Normalité de HCL = 0.1 N.
- PM = poids moléculaire de l'oléate de sodium = 304 g/mol

4. Analyse des eaux de lavages

a) Principe

Quantifier les pertes en matière grasse entraînées par les eaux de lavages.

b) Mode opératoire

On met 50 ml d'eau de lavage dans une ampoule à décanter contenant déjà 100 ml d'alcool, on ajoute quelques gouttes de H₂SO₄ 25%, puis on ajoute de 50 ml à 100 ml d'hexane et on sépare les deux phases. Ensuite, on effectue deux lavages successifs d'eau distillée, puis on récupère la solution dans un ballon en lavant l'ampoule avec l'hexane pour enlever toutes traces de matière grasse. On évapore l'hexane par distillation puis on met le ballon dans l'étuve.

c) Calcul

% Pertes en huile = [%MG*%A(MG)/100-%MG]* %eau de lavage

Avec $\%MG = (P'-P) \cdot 100 / PE$

$$\%A(MG) = TB \cdot 2,82 / (P'-P)$$

- MG : matière grasse
- A (MG) : acidité de la matière grasse

- P : poids de ballon vide
- P' : poids de ballon+ huile extraite
- PE : prise d'essai (50 ml d'eau de lavage)
- TB : tomber de burette

Remarque :

On suit le même mode opératoire pour l'eau de lavage 2.

5. Analyse de la pâte de neutralisation

a) Principe

Quantifier les pertes en huiles dans la pâte de neutralisation

b) Mode opératoire

On pèse dans un bécher 5g à 10g de la pâte de neutralisation, on dissout dans 100 ml d'eau distillée. Ensuite, on ajoute quelques gouttes de **H₂SO₄ à 25%**.

On porte le bécher sur plaque chauffante à agitateur magnétique jusqu'à l'obtention d'une couche bruleuse. On verse la solution dans une ampoule contient déjà 50 ml à 100 ml d'**alcool** en lavant le bécher avec l'**hexane**.

On effectue deux lavages successifs d'eau distillée, puis on récupère la solution dans un ballon en lavant l'ampoule avec l'hexane pour enlever toutes traces de matières grasses, on évapore l'hexane puis on met le ballon dans l'étuve.

c) Calcul

La relation qui calcul les pertes de l'huile dans la pâte est la suivante : **CE = 100/ A (MG)**

Avec : $A \text{ (MG)} = (p' - p) \cdot 2,82/T$

- CE : coefficient d'entraînement (pertes en huiles dans la pâte de neutralisation).
- MG : la matière grasse.
- TB : tomber de burette
- P' : poids de ballon+ huile extraite
- P : poids de ballon vide

II. Résultats et interprétations

1. Dosage de l'excès de soude

L'histogramme et le tableau ci-dessous représentent les résultats de dosage de l'excès de soude de trois échantillons pendant l'étape de neutralisation de l'huile de soja :

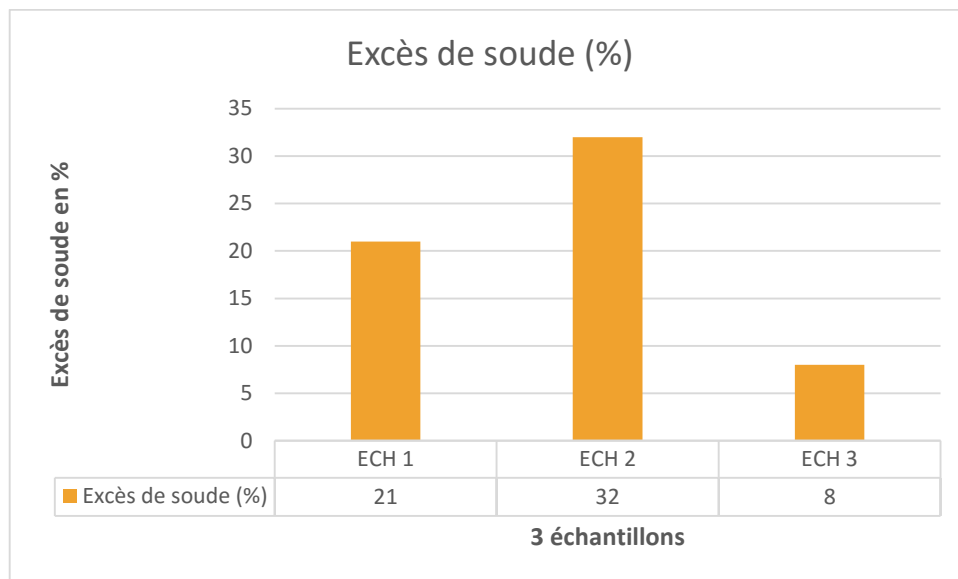


Figure 19 : Dosage de l'excès de soude

Remarque : l'excès de soude doit être adapté à l'acidité de l'huile brute et généralement ne doit pas dépasser 24%.

Ces résultats montrent la variabilité de pourcentage de l'excès de soude. Dans l'échantillon 2 et 3 les résultats de dosage sont non conformes car ils ne respectent pas la norme (24%). La quantité de soude à ajouter doit être adaptée à l'acidité de l'huile brute pour éviter toute saponification parasite.

2. Contrôle de l'acidité

L'histogramme et le tableau ci-dessous représentent les résultats de pourcentage d'acidité pour deux échantillons pendant les étapes du raffinage chimique de l'huile de Soja :



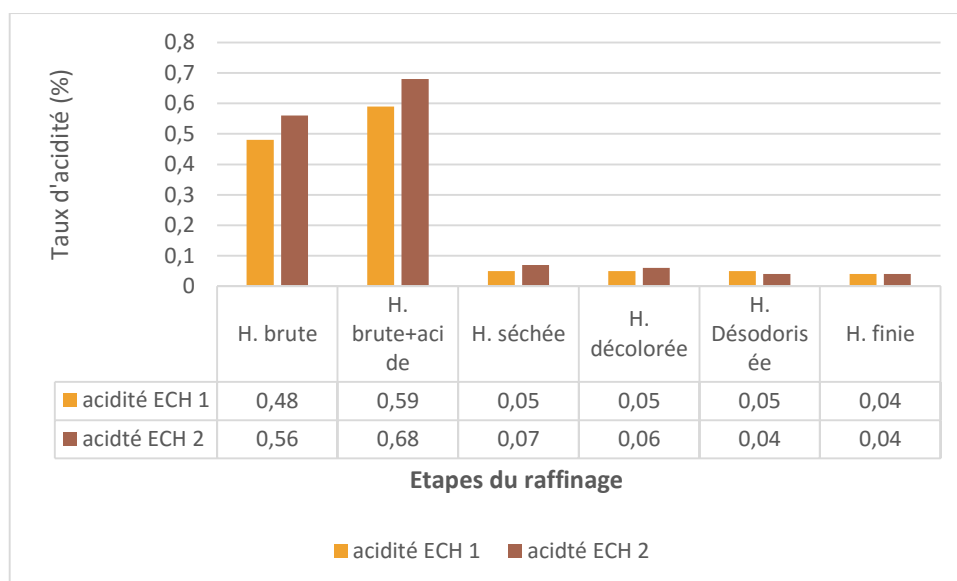


Figure 20: Dosage de taux d'acidité en %

Le tableau ci-dessous présente les normes de taux d'acidité pour les différentes étapes du raffinage :

Tableau 3 : Normes de taux d'acidité en %

	Huile brute	Huile brute + acide	Huile séchée	Huile décolorée	Huile désodorisée	Huile finie
Normes d'acidité en %	0,7	0,8	0,06	0,08	0,05	0,07

Pour l'échantillon 1 : Concernant l'huile brute on trouve le pourcentage d'acidité égale à 0,48%. Dans la deuxième étape du raffinage (dégommage), on remarque l'augmentation de taux d'acidité (0,59%) suite à l'ajout d'acide phosphorique afin d'éliminer les gommages et les phospholipides et d'autres substances indésirables.

Durant les étapes du raffinage et jusqu'à l'huile finie, on observe que la teneur d'acide phosphorique diminue jusqu'à avoir une huile avec un taux d'acidité égale à 0,04%.

Pour l'échantillon 2, le taux d'acidité diminue de 0,7% jusqu'à 0,04%, avec une augmentation d'acidité de 0,68% pour l'huile brute + H₃PO₄.

Donc, au cours des étapes du raffinage l'acidité doit diminuer afin d'avoir une huile finie avec un taux d'acidité qu'il ne faut pas dépasser 0,07%.

3. Dosage de savon

L'histogramme et le tableau ci-dessous représentent les résultats de dosage de savon sur deux échantillons pendant trois étapes du raffinage chimique de l'huile de Soja (étape de neutralisation, lavage 1 et lavage 2).

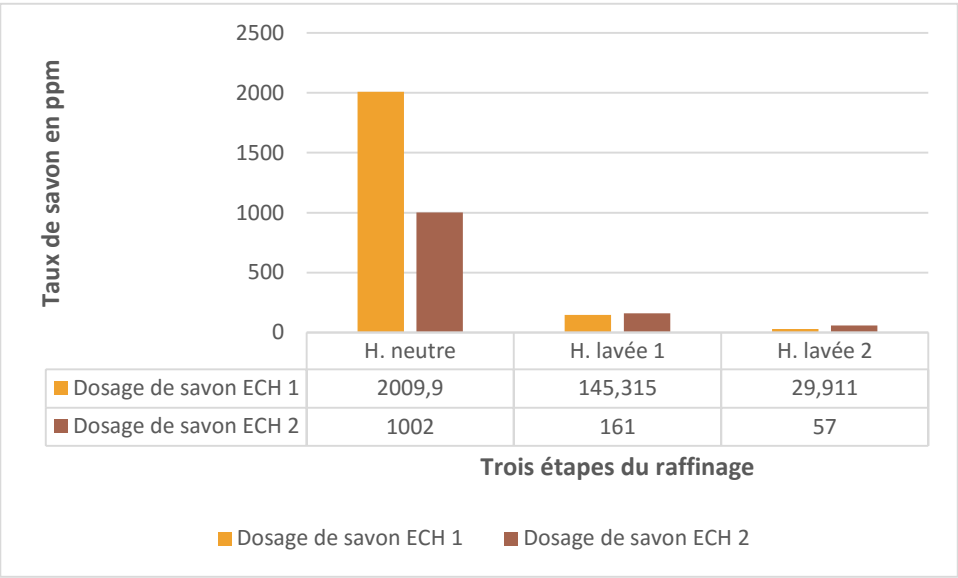


Figure 21 : Dosage de la teneur en savon en ppm

Le tableau ci-dessous présente les normes de la teneur en savon pour l'huile neutre, lavée 1 et lavée 2 :

Tableau 4 : Normes de la teneur en savon (ppm)

	Huile neutre	Huile lavée 1	Huile lavée 2
Normes de la teneur en savon (ppm)	1200	200	50

Juste après l'étape de neutralisation, on obtient une huile neutre riche en savon, car lors de la séparation de l'huile et la pâte de neutralisation, la pâte ne capte pas la totalité des savons, donc il reste une quantité de savon dans l'huile neutre qui va être éliminer par les deux lavages et la suite des étapes du raffinage, mais cette teneur en savons ne doit pas dépasser 1200 ppm (partie

par million : unité des savons) pour l'huile neutre, **200 ppm** pour l'huile lavée 1 et **50 ppm** pour l'huile lavée 2.

Pour l'échantillon 1 : Le savon augmente jusqu'à **2009,9 ppm** pour l'huile neutre, et commence à diminuer jusqu'à 29,911 ppm pour l'huile lavée 2. L'augmentation de savons dans l'huile neutre est due à l'augmentation de la quantité de soude ajoutée lors de l'étape de neutralisation : après l'ajout de la soude et lors de la séparation de l'huile et la pâte de neutralisation, l'huile capte une grande quantité de savon.

Donc, l'excès de soude influence sur le taux de savon. Si l'excès de soude est augmenté le taux de savon sera augmenté. L'excès de soude ne doit pas dépasser 24%. Ainsi l'état de séparateur influence sur l'opération, si le séparateur est mal réglé il ne va pas séparer efficacement les deux phases.

Pour l'échantillon 2 : Concernant l'huile neutre, le taux de savon est égal à 1200 ppm; pour l'huile lavée 1, la teneur en savon égal à 161 ppm et pour l'huile lavée 2, cette teneur est de **57 ppm**, donc il y a une augmentation de savon qu'elle peut être due à un mal réglage de séparateur qui sépare l'huile lavée 2 et l'eau de lavage, ou les mélangeurs de l'huile et l'eau ne sont pas bien fonctionnés.

4. Analyse des pertes en huile dans les eaux de lavages

L'histogramme et le tableau ci-dessous représentent les résultats d'analyses des pertes en huile effectuées sur trois échantillons d'eau de lavage 1 et d'eau de lavage 2 :

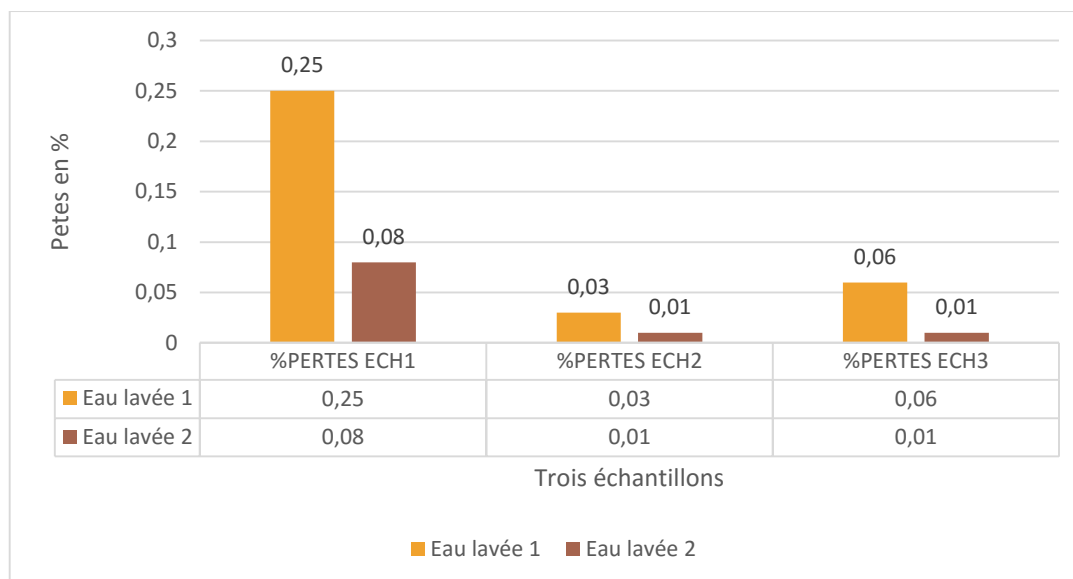


Figure 22 : Analyses des pertes en huile dans les eaux de lavage

Le tableau ci-dessous présente les normes des pertes en huile dans l'eau de lavage 1 et 2 :

Tableau 5 : Normes des pertes en huiles dans les eaux de lavage en %

	Eau de lavage 1	Eau de lavage 2
Normes des pertes en huiles en %	0,2	0,1

Pour l'échantillon 1 : On observe des pertes qui dépassent la norme (0,25% de pertes), donc cela revient à l'augmentation de la teneur en matière grasse dans l'eau de lavage 1 (MG= 5,32%). Dans l'eau de lavage 2, le taux de pertes en huile est égal à 0,08%.

Pour l'échantillon 2 et 3 les résultats ne dépassent pas la normes, ils sont conformes.

Le tableau ci-dessous représente la relation entre les pertes en huile et la teneur en matière grasse et l'acidité de cette matière grasse dans l'eau de lavage 1 et 2 pour trois échantillons :

Tableau 6 : La relation entre les pertes en huile et de la teneur en MG et le % de l'acidité de la MG pour les eaux de lavages :

	Eau de lavage 1			Eau de lavage 2		
	ECH 1	ECH 2	ECH 3	ECH 1	ECH 2	ECH 3
% MG	5,32	2,06	2,62	2,46	0,43	0,48
% A (MG)	3,39	67,14	57,46	1,83	16,99	23,54
% Pertes	0,25	0,03	0,06	0,08	0,01	0,01

AVEC : MG (matière grasse) ; A (acidité)

D'après ces résultats on trouve que la teneur en matière grasse dans les eaux de lavage est en fonction de la teneur en pertes (si la MG est augmentée on va avoir des pertes en huiles dans les eaux de lavage). Ainsi le % de la MG est en fonction de l'acidité de cette MG : si l'acidité diminue les pertes augmentent.

5. Analyse de la pâte de neutralisation

L'histogramme et le tableau ci-dessous résument la **variabilité des paramètres chimiques de l'étape de neutralisation** de l'huile de Soja sur trois échantillons :

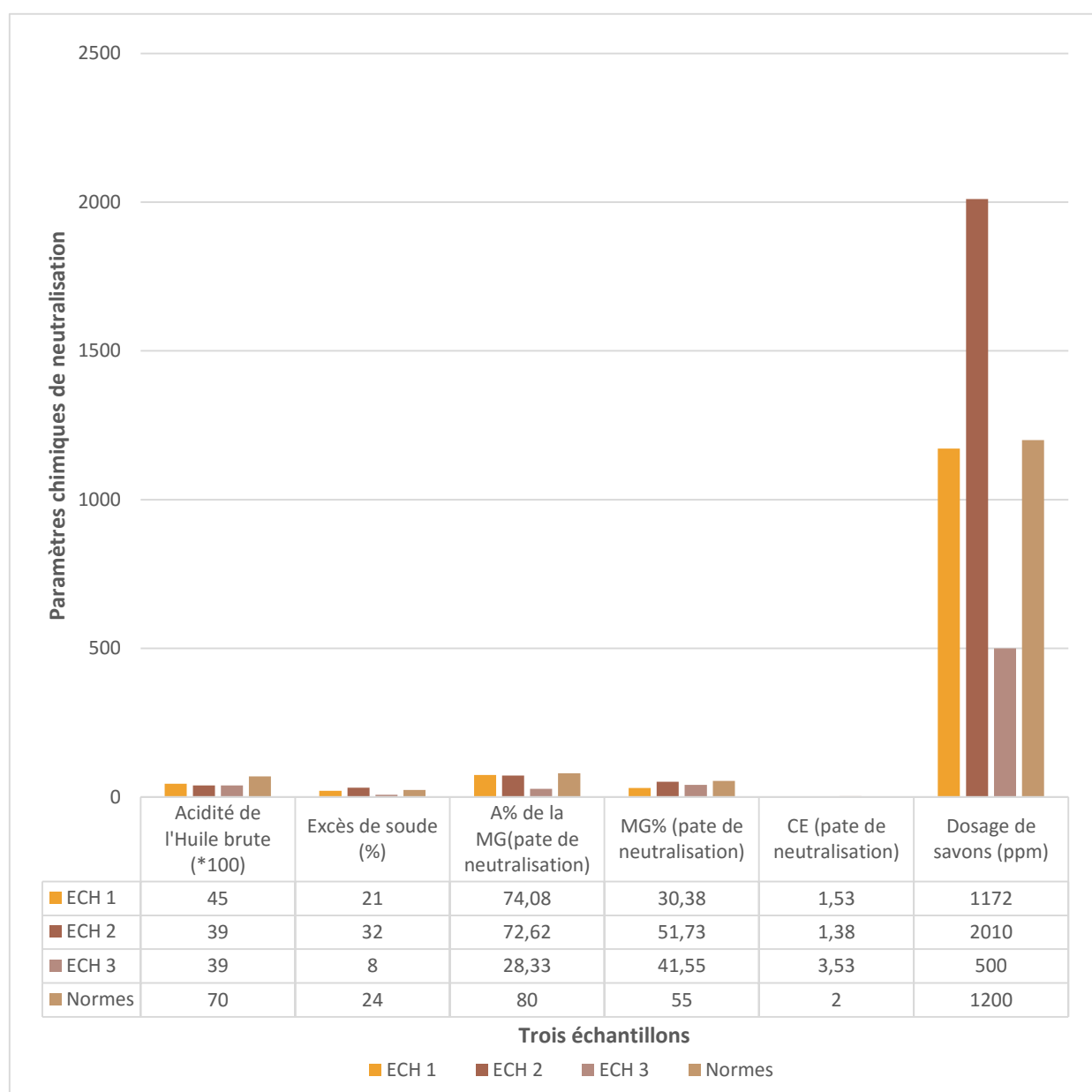


Figure 23 : variabilité de paramètres chimiques de neutralisation

Interprétation et discussion

L'acidité de l'huile brute est un facteur important et sa détermination est nécessaire à la poursuite des opérations de raffinage, car cette acidité nous renseigne sur la quantité de soude qu'il faut ajouter et qu'elle ne doit pas dépasser d'environ 24%.

L'augmentation de taux de savon dans l'**échantillon 2** est due à la réaction de **saponification totale** entre l'huile et NaOH. Au cours de neutralisation, la soude transforme les acides gras libres qui se trouvent dans l'huile en savons sodiques, et comme la quantité de soude est plus élevée (32%) la soude va attaquer les acides gras propres à l'huile;

Ainsi le réglage de séparateur peut justifier l'augmentation de la teneur en savon : si le séparateur ne subit pas d'entretien ou il n'est pas bien réglé, il permet à l'huile de capter une quantité inhabituelle de savon.

Dans l'échantillon 3, le coefficient d'entraînement CE (indique les pertes en huiles dans la pâte de neutralisation) dépasse la norme (3,53%).

La matière grasse de la pâte est composée : de grandes quantités en savons; la quantité de l'huile dispersée dans la pâte lors de la séparation et les acides gras libres qui ne sont pas transformés en savons.

Si l'acidité de cette pâte est plus élevée (74,08 dans l'échantillon 1 et 72,62% dans l'échantillon 2) on peut conclure que la MG de la pâte est riche en savons et il n'y a pas beaucoup de pertes en huiles dans la pâte (les acides gras sont transformés en savons donc les savons ont une acidité plus élevés)

Si l'acidité de la pâte est diminuée (28,33% dans l'échantillon 3) on peut conclure que la réaction de **saponification est partielle** et il y a la formation des petites quantités de savon. Et lors de la séparation la pâte capte le savon et encore de l'huile (d'où la valeur de 3,53% de pertes), et cela est justifié dans les résultats de l'échantillon 3 (8% de soude et 500 ppm de savon dans l'huile).

Dans l'échantillon 1 : on est dans le cas parfait, d'où le respect des normes de toutes les paramètres chimiques.

III. Recommandations

- ✚ Respecter la concentration et la quantité de soude à ajouter;
- ✚ Éviter la neutralisation parasite (ou la saponification partielle) par un réglage permanent et augmentation de la vitesse des mélangeurs pour avoir un mélange bien homogénéiser entre la soude et l'huile;
- ✚ Nettoyage et entretien du séparateur huile neutre-pâte de neutralisation et le séparateur huile lavée-eau de lavage;
- ✚ Respecter le temps de contact huile-soude, huile-eau de lavage;
- ✚ Bon traitement des eaux de lavage;
- ✚ Contrôle régulier des paramètres : le débit, la température et la pression de chaque opération;
- ✚ Maintenance périodique et réparation des machines par un technicien spécialisé ou changement de la machine dans le cas d'une grave anomalie.

Conclusion générale

A mon avis, la clé d'une bonne maîtrise du procédé de la production repose en grande partie sur une coopération complète, surtout le service production et qualité, c'est-à-dire une implication du personnel dont les ouvrières et les ouvriers.

On bref, dans le domaine d'industrie il n'y a rien de parfait et on ne peut pas avoir un rendement de production de 100%.

Cette étude nous montre la variabilité des paramètres chimiques de neutralisation, et la difficulté de régler toutes ces paramètres à la fois. C'est pour cette raison l'entreprise essaye de respecter les normes afin de préserver le même rendement de production et par conséquent préserver son nom dans le marché commercial.

Références bibliographiques

 www.Wikipédia.com

 Livre : Raffinage de l'huile de soja; Auteur : J.F.PLATON

 www.techniques-ingenieur.fr

 www.ITERG.com

 www.memoiresonline.com

ANNEXE :

❖ Normes de taux d'acidité en %

	Huile brute	Huile brute + acide	Huile séchée	Huile décolorée	Huile désodorisée	Huile finie
Normes d'acidité en %	0,7	0,8	0,06	0,08	0,05	0,07

❖ Normes de la teneur en savon (ppm)

	Huile neutre	Huile lavée 1	Huile lavée 2
Normes de la teneur en savon (ppm)	1200	200	50

❖ Normes des pertes en huiles dans les eaux de lavage en %

	Eau de lavage 1	Eau de lavage 2
Normes des pertes en huiles en %	0,2	0,1

❖ Normes des paramètres chimiques de la pâte de neutralisation :

	A de la MG en %	MG en %	CE
Normes	80	55	2