

Licence Sciences et Techniques (LST)

Technique d'Analyse et Contrôle de Qualité

« TACQ »

**PROJET DE FIN D'ETUDES**

**Suivi des paramètres physico-chimiques de l'huile de soja  
raffinée**

Présenté par :

Hiba Khlifi

Encadré par :

Pr. Abdelhadi LHASSANI, FST Fès

Mr. ASSILI Abdallah, HSB Agadir

**Soutenu, Le 08 /07/2021 devant le jury composé de :**

Pr. Abdelhadi LHASSANI FST Fès

Pr. Amal HAUDI FST Fès

Pr. Fouad KHALIL FST Fès

**Stage effectué à : HSB Agadir**



**Année Universitaire 2020 / 2021**

## **Dédicaces**

*Je dédie ce modeste travail*

*A mes chers parents, pour tous leurs sacrifices, leurs amours, leurs soutiens et leurs prières tout au long de mes études.*

*A mes chers frères et sœurs pour leurs encouragements permanents.*

*A mes chères amies avec lesquelles j'ai partagé des moments inoubliables.*

*Merci d'être toujours là pour moi.*

## Remerciement

Je tiens à exprimer mes gratitude à tous les gens qui ont consacré de leur temps et de leur énergie afin de faciliter le déroulement de mon stage, et de me donner les informations suffisantes pour enrichir mes connaissances.

Mes sincères remerciements à :

- Le directeur générale Mr. Ahmed Oubari de m'avoir donné l'opportunité d'effectuer mon stage dans une prestigieuse unité industrielle au Maroc.
- Mr. ASSILI Abdallah responsable qualité au sein de HSB et Mr. Abdelhadi LHASSANI professeur à la FSTF pour avoir accepté d'encadrer le présent travail
- Toute l'équipe pédagogique de faculté des sciences et techniques de Fès surtout le département chimie qui n'a pas cessé de me préparer théoriquement et expérimentalement pendant ma formation, et de m'avoir donné l'occasion d'effectuer ce stage.
- Pr. Amal HAOUDI et Pr. Fouad KHALIL. Vous me faites l'honneur de siéger dans Les membres de jury
- Tout le personnel du laboratoire qualité de la société HSB pour leur accueil chaleureux, leur support permanent
- Les stagiaires et tout le personnel de HSB qui ont donné assez d'informations dans les différents départements de l'entreprise, et qui ont participé de près ou de loin au bon déroulement de ce stage.

Merci infiniment...

## Liste des abréviations

**A** : Acidité

**AG** : Acide gras

**°B** : degré Baumé est une unité de mesure indirecte de concentration

**°C** : degré Celsius, unité de mesure de température

**CE** : coefficient d'entraînement

**°F** : degré français, unité de mesure du Titre Hydrométrique d'eau

**HB** : huile brute

**HB+** : huile brute dégommée

**HD** : huile décolorée

**HDR** : huile désodorisée raffinée

**HL1** : huile lavée 1

**HL2** : huile lavée 2

**HN** : huile neutre

**HNS** : huile neutre séchée

**HPLC** : high performance liquid chromatography = chromatographie en phase liquide à haute performance

**HSB** : les huileries de Souss Belhassan

**IP** : indice de peroxyde

**ISO** : International Organisation for standardisation = Organisation internationale de normalisation

**MG** : matière grasse

**N** : normalité

**PE** : prise d'essai

**PET** : Poly téréphtalate d'éthylène

**pH** : potentiel d'hydrogéné de l'eau

**SARL** : Société à responsabilité limitée

**TA** : titre alcalimétrique

**TAC** : titre alcalimétrique complet

**TH** : dureté de l'eau

## Liste des figures

Figure 1:Fiche signalétique _____	4
Figure 2:Les unités de production _____	5
Figure 3:Etapes d'adoucissement de l'eau et de production de vapeur _____	10
Figure 4: Opérations élémentaires de raffinage _____	11
Figure 5 : Rôles des matières ajoutées _____	11
Figure 6: Logigramme de Raffinage _____	12
Figure 7 : Organigramme des analyses _____	16
Figure 8: HISTOGRAMME D'EVOLUTION d'acidité de l'huile _____	29
Figure 9 : Histogramme d'évolution des traces de savon _____	30
Figure 10: Histogramme d'évolution de taux de phosphore _____	32
Figure 11 : Courbe d'évolution de l'indice de peroxyde _____	33
Figure 12 : Courbe d'évolution d'humidité _____	33

## Liste des tableaux

Tableau I : Historique du HSB _____	3
Tableau II: Composition en acide gras _____	8
Tableau III: Teneur totale en acide gras _____	9
Tableau IV: Composition en insaponifiables de huile de soja _____	9
Tableau V: les constituants mineurs de huile de soja _____	9
Tableau VI: matériels du travail _____	17
Tableau VII : Préparation des réactifs _____	17
Tableau VIII : Les différents produits _____	18
Tableau IX: les paramètres DE HPLC _____	22
Tableau X: Nature d'eau en fonction de la valeur du pH _____	26
Tableau XI: Les moyennes des résultats du test d'acidité _____	29
Tableau XII : Les moyennes des résultats des traces de savon (ppm) _____	30
Tableau XIII: le taux de phosphore de l'huile brute et désodorisée (ppm) _____	31
Tableau XIV : Indice de peroxyde de l'huile brute et désodorisée _____	32
Tableau XV: Résultats d'Humidité _____	33

# Sommaire

Introduction générale.....	1
<b>Chapitre I : Présentation de la société</b>	
I. Historique et fiche signalétique .....	3
I.1. Historique :.....	3
I.2. Fiche signalétique : .....	4
II. Structure de la société.....	4
II.1. Certification :.....	4
II.2. Les unités de production :.....	5
II.3. Les implantations.....	5
III. L 'organigramme de la société .....	6
<b>Chapitre II : Etude bibliographique</b>	
IV. Introduction.....	8
V. Etude d'huile de Soja .....	8
V.1. Huile de Soja .....	8
V.1.1. Définition.....	8
V.1.2. Composition de l'huile de soja.....	8
VI. Techniques d'adoucissement de l'eau et de production de vapeur .....	10
VI.1. Adoucissement de l'eau .....	10
VI.2. La production de la vapeur.....	10
VII. Raffinage de l'huile de soja .....	11
VII.1. Définition.....	11
VII.2. Les opérations élémentaires de raffinage .....	11
<b>Chapitre III : Matériels et methodes</b>	
VIII. Organigramme de la méthodologie de travail .....	16
IX. Matériels et Produits .....	17
IX.1. Matériels.....	17
IX.2. Produits et réactifs.....	17

X. Echantillonnage .....	18
XI. Les Analyses physicochimiques .....	18
XI.1. Mesure de la transmittance .....	19
XI.2. Analyse de l'humidité.....	19
XI.3. Analyse d'acidité A% .....	19
XI.4. Test de savon.....	20
XI.5. Taux de phosphore .....	20
XI.6. Indice de peroxyde .....	21
XI.7. Analyse de vitamine A par chromatographie en phase liquide HPLC .....	22
XI.8. Détermination de la composition en AG par chromatographie en phase gazeuse.....	23
XI.9. Pourcentages de la matière grasse dans la pâte de neutralisation .....	23
XI.10. Pourcentage des pertes dans les eaux de lavage .....	24
XI.11. Excès de soude .....	25
XI.12. Analyses de l'eau adoucie et l'eau de chaudière.....	25

#### **Chapitre IV : Résultats et discussion**

XII. Résultats et discussion .....	29
XII.1. Evaluation de l'acidité en fonction des étapes de raffinage .....	29
XII.2. Évolution des traces de savon en fonction des étapes .....	30
XII.3. Evolution de taux de phosphore .....	31
XII.4. Evolution de l'indice de peroxyde .....	32
XII.5. Évolution de l'humidité et des impuretés en fonction des étapes .....	33
Conclusion.....	34

#### **Références bibliographiques**

#### **Annexes**

## Introduction générale

Les industries agroalimentaires concernent un très vaste champ d'activités caractérisées à la fois la nature particulière des matières premières qui sont des produits agricoles, oléagineux végétaux ou animaux qui sont soumis à des traitements destinés à éviter leurs altérations et assurer la pérennité de ces produits d'alimentation. C'est ce besoin de conserver dans le temps et dans l'espace qui a contribué à la naissance des industries alimentaires. Cependant, interviennent des opérations ayant pour but de provoquer des modifications plus profondes, rendant le produit fini très différent des matières premières mise en œuvre.

Les huiles et les graisses ont toujours constitué une part importante de ce secteur, Les huiles végétales offrent un large choix tant au niveau du goût, de l'utilisation, du prix, que de la qualité. Quelle que soit l'huile, la teneur lipidique reste identique : environ 100 %, soit près de 900 kcal/100 ml.

La différence entre les diverses huiles réside dans la qualité des acides gras qui les composent. Selon leur nature, elles sont plus ou moins riches en certains acides gras polyinsaturés qui sont dits "essentiels" car notre organisme ne peut pas les synthétiser. Elles constituent également la meilleure source de vitamine E connue pour ses propriétés antioxydantes.

Parmi ces produits, l'huile de soja qui provient d'une huile brute et qui nécessite, pour obtenir une huile comestible, le passage obligatoire par le traitement de raffinage. Ce traitement doit garantir au consommateur un produit d'aspect engageant, neutre de goût, résistant à l'oxydation, adapté à l'emploi désiré et débarrassé des substances toxiques ou nocives.

Le laboratoire joue un rôle important dans l'évaluation de la qualité de l'huile, cette dernière est assurée en analysant des échantillons chaque jour, à chaque stade de raffinage.

L'objectif de ce stage est de contribuer à l'étude physico-chimique de l'huile de soja au cours du raffinage. Dans cette optique, le mémoire est construit comme suit :

Chapitre I : une présentation de la société HSB

Chapitre II : une étude bibliographique sur l'huile de soja et le procédé de raffinage

Chapitre III : matériel et méthodes

Chapitre IV : Résultats et discussion

## **Chapitre I**

### **Présentation de la société « *Les Huileries du Souss Belhassan* »**

## I. Historique et fiche signalétique

### I.1. Historique :

La société **des huileries de Souss Belhassan** est créé en **1976** par Mr.Belhassan et construite par un groupe Italien , Son projet d'installation de l'unité industrielle fut agréé par l'administration en 1974 , les premiers travaux de fondation ont débuté en 1975. **HSB** est une entreprise opère dans le secteur Agroalimentaire, qui s'inscrit dans le diversification et l'innovation de son offre afin de satisfaire une clientèle toujours plus exigeante.

**TABLEAU I : HISTORIQUE DU HSB**

<b>Historique</b>	
1948	Création et embouteillage de la marque d'huile d'Olive Oued Souss
1976	L'entreprise fut inaugurée sous le nom des Huileries du Souss Belhassan
1992	Renouvelé des unités de Café afin d'aller plus loin dans le domaine et produire les produits de Luxe
1995	Lancement des marques Lousra et Zohor
1996	Conditionnement et création des premières marques de thé
1998	Modification de la forme juridique en une SARL Installation d'une nouvelle machine de fabrication de bouteille en PET (Poly-téréphtalate d'éthylène)
2002	Inauguration de l'unité de Ain Taoujdat
2003	Certification ISO 9001-2000
2005	Création de la marque LIO huile de table
2008	Inauguration de l'unité de Tassila à Agadir
2010	Lancement de la marque de margarine Patissor
2015	Inauguration de l'unité de Marrakech
2016	Création de HSB Savonnerie
2017	Lancement de la marque de savon Sabrina
2020	Lancement de Lio Tournesol

**HSB** est devenue l'une des rares entreprises d'Afrique à produire ses propres besoins en conditionnement PET (Poly téréphtalate d'éthylène). L'entreprise située au quartier industriel d'ANZA, occupe une superficie de 3,3 hectares, elle compte de 450 ouvriers, l'unité fonctionne 24/24.

## I.2. Fiche signalétique :

<b>Dénomination social</b>	<b>Les Huileries du Souss Belhassan</b>
<b>Forme juridique</b>	<b>SARL à associé unique</b>
<b>Date de création</b>	<b>1976</b>
<b>Capital social</b>	<b>386 850 000,00 Dhs</b>
<b>Directeur Commercial</b>	<b>Mr. M'Hamad Oubari</b>
<b>CNSS</b>	<b>168854</b>
<b>Registre de commerce N°</b>	<b>14004</b>
<b>Téléphone</b>	<a href="tel:+212528294242">+212528294242</a>
<b>Fax</b>	<a href="tel:+212528204604">+212528204604</a>
<b>Siège social</b>	<b>Rue Al MILAHA – ANZA – Agadir – Maroc</b>
<b>Email</b>	<a href="mailto:contact@hsb.ma">contact@hsb.ma</a>
<b>Site web</b>	<a href="http://www.hsbmaroc.com">www.hsbmaroc.com</a>

FIGURE 1:FICHE SIGNALÉTIQUE

## II. Structure de la société

### II.1. Certification :

L'ensemble des activités de l'entreprise ont été certifiées **ISO 9002** le 20 /11/99 puis **ISO 9001-2000** le 27/01 /03. La portée de cette certification concerne le raffinage des huiles végétales, la fabrication des préformes en PET, le conditionnement et la distribution des huiles alimentaires, la torréfaction, le conditionnement sous vide et la distribution du Café. Le renouvellement de ces certifications ISO témoigne de l'intérêt porté au maintien d'une politique qualité efficace au sein des HSB.

## II.2. Les unités de production :

La société HSB est composée de cinq unités de production distinctes :

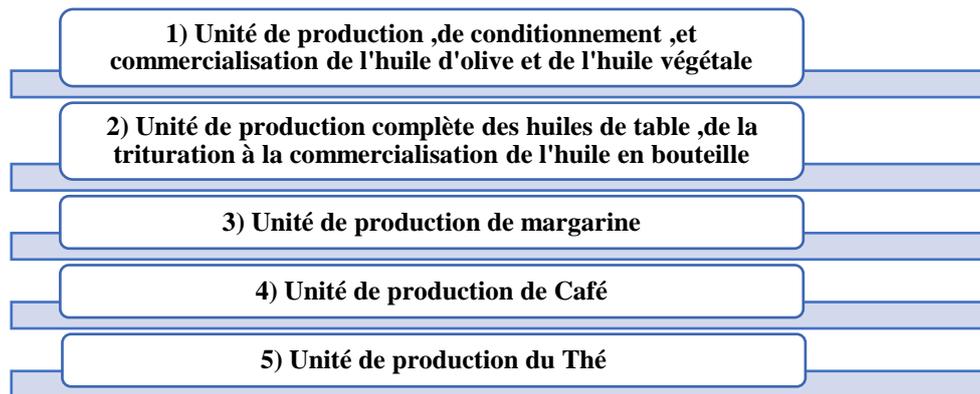


FIGURE 2:LES UNITES DE PRODUCTION

## II.3. Les implantations

Le Groupe Bel Hassan possède plusieurs usines au Maroc :

Anza Agadir : Unité de trituration, de raffinage et d'embouteillage

Tassila Agadir : Raffinage et conditionnement, margarinerie, savonnerie

Marrakech : Unité de trituration, de raffinage et d'embouteillage

Ain Taoujdate : Unité de trituration, de raffinage et d'embouteillage



### III. L'organigramme de la société

La figure suivante représente l'organigramme de l'entreprise des HSB qui donne de façon détaillé les différentes structures de la société :



**Chapitre II**  
**Etude bibliographique**

## **IV. Introduction**

Les huiles et les graisses d'origine animale ou végétale sont également appelées corps gras. Ces corps gras ont un rôle sur le plan énergétique et métabolique mais beaucoup d'entre eux sont intéressants par leur apport en acides gras essentiels et fournissent à l'organisme d'importantes vitamines liposolubles (A, D, E et K), elles appartiennent à un ensemble complexe des composés organiques naturels, les lipides. Les lipides se distinguent par l'insolubilité dans l'eau, une densité inférieure à un et un toucher onctueux. Les huiles se distinguent des graisses par leur consistance à température normale. Les huiles sont liquides, les graisses sont pâteuses ou solides. Ils sont solubles dans de nombreux solvants organiques. En règle générale, la solubilité des huiles est plus grande que celle des graisses.

## **V. Etude d'huile de Soja**

### **V.1. Huile de Soja**

#### **V.1.1. Définition**

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

#### **V.1.2. Composition de l'huile de soja**

La principale différence de l'huile de soja par rapport aux autres huiles végétales, se situe au niveau de la forme d'insaturation et de la présence d'acide linoléique (C18 :3) en quantité appréciable. Cet acide gras étant très sensible à l'oxydation, il conviendrait d'éviter au maximum le contact de l'huile avec l'oxygène de l'air.

##### **a. Composition en acides gras**

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

**TABLEAU II: COMPOSITION EN ACIDE GRAS**

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

### b. Teneur en acides gras

La teneur en acides gras insaturés de l'huile de soja étant très élevée, les molécules de **triglycérides** contiennent au moins deux acides gras insaturés et les acides gras saturés sont pratiquement en très faibles quantités, comme il est montré sur le tableau suivant :

**TABLEAU III: TENEUR TOTALE EN ACIDE GRAS**

Aliment	Lipides	Totaux Acides gras (% des AG Totaux)		
	(g/100g)	Saturés	Monoinsaturés	Polyinsaturés
<b>Huile de soja</b>	100	14,8	21,6	63,6

### c. Composition en insaponifiables

La partie insaponifiable de l'huile de soja présente 1.6% dans l'huile brute et de 0.6 à 0.7% dans l'huile raffinée. L'insaponifiable se compose essentiellement de stérols et de tocophérols comme le montre le Tableau suivant :

**TABLEAU IV: COMPOSITION EN INSAPONIFIABLES DE HUILE DE SOJA**

Insaponifiable 0.5 – 1.6%					
Stérols (en mg/100g)			Tocophérols (mg/100g)		
250-418			80-167		
Composition des stérols (en % des stérols totaux)	Cholestérol	<1	Composition des tocophérols (en % des tocophérols totaux)	$\alpha$ -tocophérol	5-10
	Stigmastérol	17-19		$\beta$ - tocophérol	2-3
	$\beta$ Sitostérol	47-59		$\gamma$ - tocophérol	44-60
	$\Delta$ 5 Avina-stérol	2-4		$\delta$ - tocophérol	30-43
	$\Delta$ 7 Stigmastérol	1-3			
	$\Delta$ 7 Avina-stérol	1-2			

### d. Les constituants mineurs

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

**TABLEAU V: LES CONSTITUANTS MINEURS DE HUILE DE SOJA**

Nature	Composés
<b>Lipidique</b>	Phosphatides hydratables et non hydratables-Glycérides partielles-AG libre
<b>Glucidique</b>	Sucres libres-Glycolipides
<b>Ions métalliques</b>	Fer (Fe)-Cuivre (Cu)-Calcium (Ca)-Magnésium (Mg)
<b>Pigments colorants</b>	Caroténoïdes-Chlorophylle-Autres pigments
<b>Produits oxydés</b>	Aldéhydes-Cétones-Peroxyde
<b>Autres</b>	Composés odorants-Matières insaponifiables -Tocophérols

## VI. Techniques d'adoucissement de l'eau et de production de vapeur

Les techniques d'adoucissement de l'eau et de production de vapeur sont des ressources essentielles dans les étapes de raffinage de l'huile.



FIGURE 3:ÉTAPES D'ADOUCCISSEMENT DE L'EAU ET DE PRODUCTION DE VAPEUR

### VI.1. Adoucissement de l'eau

L'eau traitée est l'eau de ville, il est nécessaire de l'adoucir pour éviter le dépôt de calcaire dans les équipements et les machines. L'opération consiste en une fixation des ions calcium et magnésium se trouvant dans l'eau par la résine échangeuse d'ions (résine cationique acide faible, dont les contre-ions sont des ions sodium  $Na^+$ ) qui se trouve à l'intérieur des adoucisseurs. L'adoucisseur travail par cycle dont **les ions de calcium et magnésium** se remplacent par **les ions sodium** (deux ions  $Na^+$  pour un ion  $Ca^{2+}$  ou  $Mg^{2+}$ ).

Dans HSB l'adoucissement est effectué par deux adoucisseurs, dont 2/3 est remplie par la résine au-dessus de la quelle 1/3 est remplie par l'eau de ville à adoucir et au-dessous de la résine se trouve un filtre pour empêcher les impuretés qui peuvent échapper à la résine. Après chaque 12 heures, tous les ions sodium ont été échangés (saturation), la résine ne peut reprendre son rôle qu'après avoir été régénérée. La régénération commence par un rinçage pendant une demi-heure pour éliminer les impuretés, puis par une saturation par  $NaCl$  pendant 15 minutes.

### VI.2. La production de la vapeur

HSB dispose d'une chaudronnerie composée de trois chaudières, dans lesquels on utilise comme combustible le fuel qui est stocké dans trois réservoirs dont les capacités sont respectivement de 180 tonnes, 180 tonnes et 30 tonnes. Ces réservoirs sont munis de serpentins qui servent comme système de réchauffage du fuel. Le transfert du fuel se fait vers la chaufferie au moyen d'une pompe. Le fuel nécessite  $13\text{ m}^3$  d'air en combustion. La vaporisation du fuel est une conséquence de la pulvérisation réalisée par les brûleurs en utilisant de l'air comprimée à  $P = 10$  bars. Ces chaudières produisent de la vapeur vive saturée à une température de  $300^\circ\text{C}$  à  $350^\circ\text{C}$  et une pression entre 17– 20 bars. La vapeur produite est envoyée vers le collecteur, celui-ci servira pour alimenter les différents ateliers de l'unité. Le collecteur est isolé par la laine de verre pour éviter les pertes de chaleur et les accidents de travail que peut provoquer une telle source de vapeur vive.

## VII. Raffinage de l'huile de soja

### VII.1. Définition

Dans l'unité HSB, le raffinage est l'ensemble des opérations qui servent à transformer l'huile brute en un produit comestible en éliminant les composés qui le rendent impropres à la consommation.

### VII.2. Les opérations élémentaires de raffinage

Les huiles reçues à l'état brut contiennent encore un certain nombre de composés qu'il est primordial d'éliminer pour aboutir à un produit consommable. C'est une suite d'opérations qui comprend essentiellement les étapes schématisées dans les deux figures suivantes :

Opération	Composés éliminés ou réduits
· La déémucilagination (ou dégomme)	Composés hydratables (les phosphatides)
· La neutralisation	Acides gras libres
· Le lavage	Savons résiduels
· Séchage	Humidité réduite
· Décoloration	Pigments Réduits : Carotènes +Chlorophylle
· Désodorisation	Substances odoriférantes réduites

FIGURE 4: OPERATIONS ELEMENTAIRES DE RAFFINAGE

Pour chaque étape du raffinage, il s'effectue l'addition d'une matière spécifique dans le but d'éliminer un composé indésirable et pour atteindre la bonne qualité de l'huile raffinée.

Les matières utilisées	Les composés à éliminés
Acide phosphorique $H_3PO_4$	Les phospholipides
La soude NaOH	Les acides gras libres/Les produits d'hydrolyses/Les Composés métalliques
$H_2O$ (à 80 - 90 °C)	La solvation des savons/Les traces de la soude
La terre et le charbon actif	Les colorants
L'acide citrique $C_6H_8O_7$	Le reste des phospholipides/La solvation du reste des savons
La vapeur d'eau (à 200-220 °C)	Les produits d'oxydations/Les traces d'eau

FIGURE 5 : ROLES DES MATIERES AJOUTEES

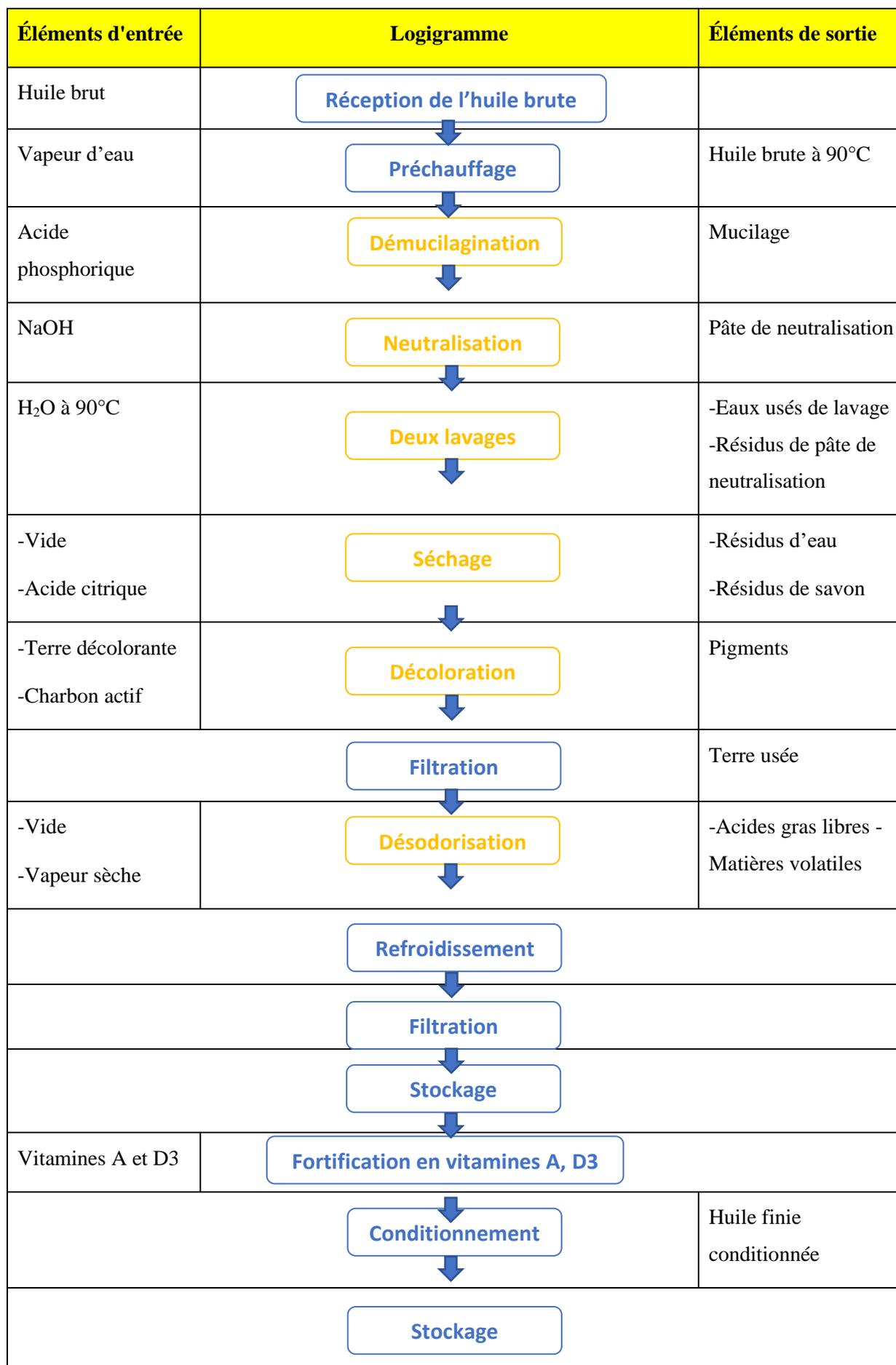


FIGURE 6: LOGIGRAMME DE RAFFINAGE

#### a. Préchauffage

Avant le traitement de l'huiles brute, cette dernière doit être chauffée pour diminuer sa viscosité ce qui se traduit par une meilleure séparation et une minimisation des pertes. L'huile est d'abord chauffée dans un échangeur à plaques par l'huile Chaude sortant de la colonne de désodorisation. Ensuite, elle entre dans un deuxième échangeur à plaques, où elle sera chauffée avec de la vapeur jusqu'à une température de 90°C

#### b. La démulcination (ou dégomme)

L'huile végétale brute contient presque 1% des produits appelés « mucilages ». Ces composés comprennent essentiellement des Phospholipides. L'élimination incomplète de ces composés provoque toute une série de difficultés : émulsion avec des pertes de l'huile dans le lavage, formation des mousses au séchage, colmatage rapide des filtres et une désactivation de la terre décolorante. La démulcination a donc pour but d'éliminer ces phospholipides par action de **l'acide phosphorique**, l'huile chaude est mélangée avec l'acide phosphorique combiné à une hydratation. L'huile et l'acide passent alors dans un mélangeur rapide et puis dans un bac de contact ce qui provoque la précipitation des phospholipides avec formation de mucilages, les deux phases ainsi obtenues sont séparées par centrifugation.

#### c. La neutralisation

Cette étape se fait par l'ajout de **la soude caustique** NaOH, car l'huile à l'état brute est acide, et devient encore plus acide suite à l'étape de dégomme, donc il faut neutraliser pour avoir un pH=7, La neutralisation permet l'élimination des acides gras sous forme des pâtes de neutralisation (qui contiennent le savon), et des mucilages. Les acides gras sont éliminés par saponification suivant la réaction suivante :  $R-COOH + NaOH \longrightarrow RCOONa + H_2O$

Cette opération se déroule dans un séparateur composé d'une assiette, les éléments lourds restent en bas et ce qui est légère monte en haut, ceci permet de séparer tout ce qui est huile de ce qui est gomme. Donc on aura la sortie de l'huile neutre et l'évacuation des gommages (pâtes de neutralisation) et d'autres impuretés (phospholipides résiduels, une partie des colorants). La solution de la soude est ajoutée avec précaution pour ne pas exercer la saponification des triglycérides (saponification parasite).

#### d. Le lavage

Une opération qui permet d'éliminer les substances alcalines (savon et soude en excès) présentes dans l'huile neutralisée par l'ajout d'une eau adoucie et chaude à 90°C pour éviter l'encrassement des bols par dépôt de savon et phosphate de calcium. Le lavage est effectué en deux stades. Dans chacun, l'eau chaude ajoutée (90°C) est introduite par une pompe doseuse.

L'huile et l'eau sont brassées dans un mélangeur rapide, puis, le mélange subit une centrifugation pour séparer l'eau de lavage de l'huile lavée. Ainsi, on obtient une huile presque entièrement débarrassée du savon.

#### e. Le séchage

L'huile après 2<sup>ème</sup> lavage contient une quantité faible d'impureté, néanmoins elle garde une certaine humidité qui doit être réduite à moins de 0.08 % pour ne pas gêner les opérations suivant surtout la filtration, L'huile lavée est séchée sous vide par pulvérisation dans une tour verticale.

#### f. La décoloration

Cette étape consiste à réduire la couleur de l'huile brute (rouge foncée) en absorbant les pigments colorés au moyen de matières absorbantes (les terres décolorantes (Tonsil) et le charbon actif). La terre décolorante est additionnée à l'huile, le mélange est chauffé à une haute température entre 90-100°C sous pression réduite.

#### g. La 1<sup>ère</sup> filtration

Cette opération consiste à débarrasser l'huile des particules fines et des terres décolorantes, se fait à l'aide de deux filtres à plaques du type NIAGARA vertical. Les deux filtres travaillent en alternance, quand l'un d'eux est saturé l'huile passe vers le 2<sup>ème</sup> filtre qui était en attente. Ensuite filtrée dans des filtres-presses pour enlever les dernières traces de terre ainsi que toutes impuretés.

#### h. La désodorisation

Les produits responsables des odeurs d'huile sont des substances volatiles (aldéhydes, alcalins, acétones, acides gras libres, hydrocarbures, peroxyde). Une fois l'huile passe par un filtre inox, il est chauffé en passant par 4 échangeurs à plaque, puis l'huile passe par des sécheurs. Le chauffage se poursuit dans le désodoriseur (Dover), par la vapeur surchauffée à 250°C. Au fur et à mesure que cette vapeur est injectée dans le serpentin en tournant le 2<sup>ème</sup> et le 3<sup>ème</sup> étage (barbotage), les substances odoriférantes qui sont plus volatiles que l'huile, maintenue sous vide (8 bars) à haute température (180-260°C) s'évaporent.

#### i. Refroidissement

L'huile sort du Dover avec une température de 250°C, il passe par les quatre mêmes échangeurs à contre-courant pour le refroidissement jusqu'à 40°C, l'huile passe par un malaxeur qui diminue la température de l'huile de soja à 25°C.

#### j. La 2<sup>ème</sup> filtration

Pour l'huile de soja on effectue une filtration dans deux filtres NIAGARA horizontale pour éliminer les impuretés accidentelles. Puis l'huile passe par 3 filtres à poche.

#### k. La fortification

L'huile finie destinée au conditionnement subit une fortification par les deux vitamines : A et D3, ces deux vitamines sont des vitamines liposolubles qui ne sont pas synthétisées en quantité suffisante par l'organisme. L'huile finie enrichie avec les vitamines A et D3, est pesée puis stockée.

Teneur en vitamine A = 3000 UI / 100g d'huile

Teneur en vitamine D3 = 300 UI / 100g d'huile

**Chapitre III**  
**Matériels et méthodes**

## VIII. Organigramme de la méthodologie de travail

Pour s'assurer de la conformité des étapes de raffinage et de la qualité de l'huile, les contrôleurs de laboratoire effectuent un ensemble d'analyses dans différentes étapes du processus de fabrication de l'huile de soja :

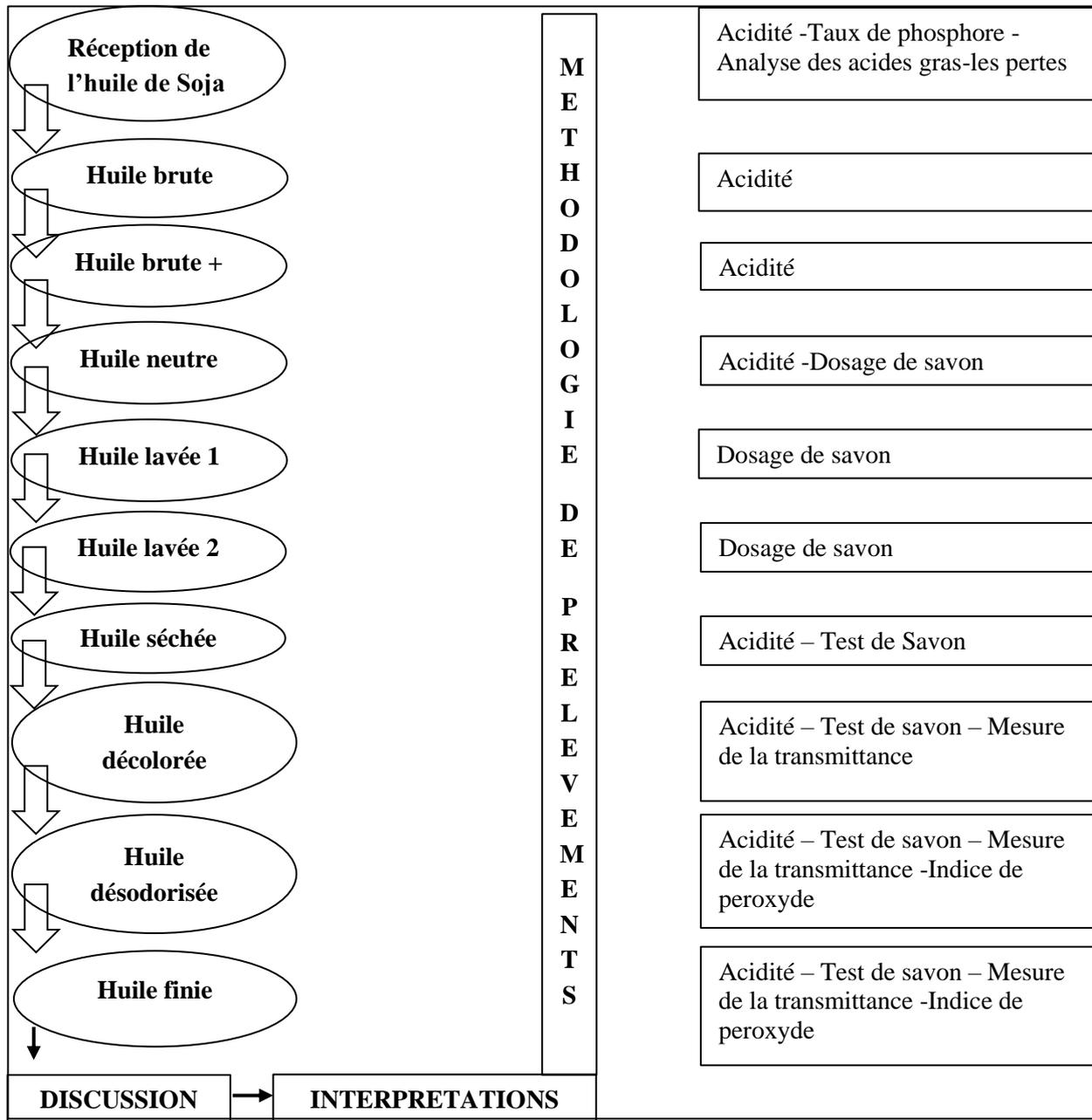


FIGURE 7 : ORGANIGRAMME DES ANALYSES

## **IX. Matériels et Produits**

### **IX.1. Matériels**

Le tableau VI présente les différents matériels du travail :

**TABLEAU VI: MATERIELS DU TRAVAIL**

Ballon	Four	Etuve	Burette graduée	Balance analytique
				
pH-mètre	Chauffe ballon	Humidimètre	Dessiccateur	Spectrophotomètre UV
				

### **IX.2. Produits et réactifs**

Les tableaux VII et VIII présentent les différents produits et réactifs du laboratoire d'analyse

**TABLEAU VII : PREPARATION DES REACTIFS**

<b>Produits</b>	<b>Préparation</b>
Alcool neutralisé	On verse une quantité de l'Alcool + Phénophtaléine + hydroxyde de sodium
Solution bleue de bromophénol neutralisée	Dans une fiole de 2000ml, on ajout 8ml de bleu de bromophénol + 80 ml d'eau distillé (pour séparer les deux phases) + acétone jusqu'à trait de jauge + Ajouter 3 goûtes d'hydroxyde de sodium (pour neutraliser).

**TABLEAU VIII : LES DIFFERENTS PRODUITS**

NaOH N/10	HCl acétonique	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Hexane	Solution Tampon	Oxyde de magnésium
					
Noir Eriochrome	Chromate de potassium	EDTA N/50	Methylorange	Nitrate d'argent N/10	Nitro-vanado-molybdique
					

## **X. Echantillonnage**

Afin d'assurer un bon déroulement des étapes de raffinage et une bonne qualité d'huile raffinée, des prélèvements d'échantillons d'huile ont été régulièrement effectués à l'atelier de raffinage au cours du process, ainsi que sur, la pâte de neutralisation, les eaux de lavage et les eaux d'alimentation.

Le prélèvement d'un échantillon adéquat et représentatif est capital afin de donner un sens à l'étude analytique ultérieure et à son interprétation

Le tableau suivant illustre les points de prélèvement sur les différents types d'échantillons.

**TABLEAU VIII : POINT DE PRELEVEMENTS D'ECHANTILLONS**

<b>Échantillons</b>	<b>Points de prélèvements</b>
Huile brute	Sortie de bac de stockage
Huile brute +	Sortie de mélangeur
Huile neutre	Sortie de séparateur
Huile lavée	Sortie de lavage 1 et 2
Huile décolorée	Sortie de la décoloration
Huile désodorisée	Sortie de la désodorisation
Pate de neutralisation	Sortie de la centrifugeuse

## **XI. Les Analyses physicochimiques**

Les analyses effectuées ont pour objectif de déterminer la qualité de l'huile brute et de suivre ses paramètres physico-chimiques au cours du processus de raffinage pour avoir un produit fini conforme aux normes de qualité.

### XI.1. Mesure de la transmittance

- **But** : S'assurer que la couleur de l'huile répond aux normes.  
En effet, la transmittance d'un milieu est la fraction de l'intensité lumineuse le traversant, plus elle est importante, plus l'huile est bien décolorée.
- **Mode opératoire** :
  - Après l'étalonnage du spectrophotomètre par l'eau distillée
  - On possède à une lecture de la transmittance de l'huile à 460 nm
- **Expression des résultats** : La valeur affichée doit être dans la marge : [85nm-93nm]

### XI.2. Analyse de l'humidité

- **But** : Mesurer le taux d'humidité (teneur en eau) dans l'huile et s'assurer qu'il est moins de 0.08 % pour ne pas gêner les étapes de raffinage.
- **Mode opératoire** :
  - On pèse 7g de l'huile finie
  - On l'injecte dans l'humidimètre, on attend 20 min jusqu'à une température de 106°C
- **Expression des résultats** : La valeur affichée par l'humidimètre est de : %H = 0,07

### XI.3. Analyse d'acidité A%

- **But** : contrôler la concentration d'acides gras libres contenus dans l'huile de soja % d'acide oléique dans l'huile.
- **Mode opératoire** :
  - On Pèse une prise d'essai dans un erlenmeyer (Annexe 3)
  - On ajoute 20 ml d'Alcool neutralisé
  - Titrage par une solution de NaOH jusqu'à virage du couleur jaune au rose.
- **Expression des résultats** : Le résultat est calculé à l'aide de la relation :

$$\%A = \frac{2,82 \cdot T}{PE}$$

Avec :

%A : le pourcentage d'acidité dans l'huile

T : la tombée de burette

PE : la prise d'essai.

#### ➤ Détermination de la quantité d'acide phosphorique ajoutée à l'huile :

On calcule le % H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> à l'aide de l'expression suivante :

$$\% H_3PO_4 = \frac{(A\%(Br+) - A\%(Br)) \cdot 98}{282}$$

Avec :

A%<sub>Br+</sub> : l'acidité de l'huile brute + H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>

A%<sub>Br</sub> : l'acidité de l'huile brute avant l'ajout de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>

M (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) = 98g/mol

M (l'acide oléique) = 282g/mol

#### XI.4. Test de savon

- **But** : Quantifier la concentration du savon dans l'huile au cours du raffinage et dans l'huile finie.
- **Mode opératoire** :
  - On met l'échantillon de l'huile dans une ballon + 30 ml de bleu de Bromophénol neutralisé
- **Expression des résultats** : Si l'huile n'est pas colorée en vert ➡ Absence de Savon.  
Si l'huile est colorée en vert ➡ Présence de savon.

Dans ce dernier cas, il faut titrer l'huile.

#### ➤ Dosage de savon

On dose l'huile qui contient le savon par HCl acétonique (0,01N) jusqu'à virage du couleur vert au jaune. Le résultat de cette analyse est calculé selon la relation suivante :

$$S_{ppm} = \frac{N \cdot V \cdot 304 \cdot 1000}{PE} = \frac{V \cdot 3040}{PE}$$

Avec :

S<sub>ppm</sub> : quantité de savon en ppm

N : la normalité = 0,01

V : la tombée de burette

PE : la prise d'essai

Et le poids moléculaire de RCOONa (obtenu de la réaction entre l'acide et NaOH) = 304 g/mol

#### XI.5. Taux de phosphore

- **But** : Quantifier la concentration des phospholipides dans l'huile.
- **Mode opératoire** :
  - On Introduit dans une capsule une prise d'essai de l'huile
  - On Ajoute 0,1g de MgO (il fixe les molécules de phosphore dans la phase minérale)
  - On fait brûler l'huile jusqu'à disparition de fumé noire (pour éliminer la phase organique)
  - On l'incinère à 900°C dans le four pendant 2h30min jusqu'à obtention de cendres blanches
  - Ajout 10 ml d'acide nitrique 10%, à l'échantillon
  - Un chauffage pendant 10 min sans évaporer à sec

- Une dilution avec l'eau distillée
- On transverse le contenu de capsule dans une fiole jaugée de 100ml et on le complète avec de l'eau distillée jusqu'à trait de jauge
- On Prend 10 ml de l'échantillon et on le verse dans un tube de colorimétrie
- On Ajoute 10 ml de réactif « Nitro-vanado-molybdique », en agitant
- On effectue un blanc dans un autre tube de colorimétrie : 10 ml de réactif + 10 ml d'eau distillée
- Une mesure au spectrophotomètre à  $\lambda=420$  nm (réglé par rapport à l'essai à blanc) par le logiciel UV WinLaB
- On fait la projection de transmittance sur la courbe d'étalonnage et on choisit la valeur correspondante
- **Expression des résultats** : On calcule le taux de phosphore à l'aide de la relation suivante :

$$TP = \frac{M \cdot V}{PE \cdot 10} = \frac{M \cdot 100}{PE \cdot 10}$$

Avec :

TP : le taux de phosphore en ppm

M : nombre de  $\mu\text{g}$  de phosphores contenus dans 10 ml de solution

V : volume de la fiole jaugée utilisée

PE : la prise d'essai.

### XI.6. Indice de peroxyde

- **But** : Détecter la présence d'oxydation d'huile.
- **Mode opératoire** :
  - On pèse l'échantillon de l'huile (10g)
  - On ajoute à l'aide d'une pipette 1 ml de solution blanc saturée d'iodure de potassium KI dissout dans l'eau distillée (cette solution ne doit pas être jaune car cela signifie que tous les anions  $\text{I}^-$  se transforme en  $\text{I}_2$ )
  - On ajoute 10ml de chloroforme et 15ml d'acide acétique
  - On La met dans l'obscurité pendant 5 min
  - On Ajoute 75 ml d'eau distillé (pour stopper la réaction) et quelques gouttes de solution d'empois d'amidon
- **Expression des résultats** : Si la solution reste blanche ➡ Absence de peroxyde  
Si la solution est colorée en violet ➡ Présence de peroxyde

Dans le cas où il y'a une coloration, on effectue un dosage.

### ➤ Dosage de peroxyde

On dose la solution colorée en violet par le Thiosulfate de sodium, puis on calcule l'indice de peroxyde à l'aide de la relation suivante :

$$IP = \frac{V \cdot 10}{PE}$$

Avec :

IP : indice de peroxyde en meqd'O<sub>2</sub>/100g

PE : prise d'essai

V : volume de thiosulfate utilisé dans l'essai (tombée de burette).

### XI.7. Analyse de vitamine A par chromatographie en phase liquide HPLC

- **But** : les huiles enrichis doivent présenter une teneur entre 2500-4000 en vitamine A et D3.
- **Mode opératoire** :
  - Préparation du Standard (Vit A palmitate) de concentration = 3ppm :  
S1= 0,15 g Vit A/ 100ml d'acétone      ➡ HPLC = 1500 ppm  
Standard = 0,2 ml de S1/ 100ml d'acétone      ➡ HPLC = 3 ppm
  - Préparation de l'échantillon : Dans une fiole de 25 ml, on pèse 2g d'huile fortifié et on complète avec l'acétone au trait
  - Injecte de 30 µl de l'échantillon après rinçage de seringue
  - Stabilisation des pics
  - Intégration des pics
- **Expression des résultats** : L'air d'échantillon = 127,11836 ; L'air de standard = 269,74  
On calcul la teneur en Vit selon la relation suivante :

$$\text{Teneur en Vit A} = \frac{100 \cdot (\text{Air ech} \cdot 3 \cdot 25)}{\text{Air Std} \cdot PE \cdot 0,55} = \frac{100 \cdot 127,11836 \cdot 3 \cdot 25}{269,74 \cdot 2 \cdot 0,55} = 3213 \text{ UI} / 100\text{g}$$

Avec :

Air ech : L'air d'échantillon

Air Std : L'air de la solution standard

PE : prise d'essai de l'huile fortifiée.

TABLEAU IX: LES PARAMETRES DE HPLC

HPLC				
Phase mobile	Longueur d'onde	Temps d'injection	Débit	Norme
Méthanol 100%	Excitation : 325 nm Emission : 480 nm	20-25 min	1ml/min	2500-4000

## XI.8. Détermination de la composition en AG par chromatographie en phase gazeuse

- **But** : Savoir la concentration des acides gras dans les huiles.
- **Mode opératoire** :
  - On pèse 1 g d'huile raffinée, on ajoute 2ml de KOH méthanolique 2N (Rôle : libéré les acides gras dans l'huile) + 10ml de méthanol
  - Chauffage sous reflux avec agitation jusqu'à ce qu'il soit limpide (pendant 10 min)
  - On transvase l'échantillon dans une ampoule à décanter contenant 10 ml de solution d'heptane on le laisse reposer, et on verse la phase aqueuse
  - Lavage 2 fois par l'eau distillée, V=20 ml chacun
  - Filtration de la solution préparer par le papier filtre et on ajoute quelques gouttes de sulfate (rôle : sécher et éliminer les traces d'eau)
  - On verse goûte à goûte la préparation dans un tube de colorimétrie
  - Injection d'un volume de 0.2  $\mu$ l de la solution obtenue dans le chromatographe en phase gazeuse
- **Expression des résultats** : Le résultat de cette analyse est obtenu sous forme de diagrammes tracés par le logiciel de la chromatographie « Compass CDS », stabilité 240°C, (Annexe 4).

## XI.9. Pourcentages de la matière grasse dans la pâte de neutralisation

- **But** : Déterminer le taux de pertes d'huile dans la pâte de neutralisation.
- **Mode opératoire** :
  - Prise d'essai  $\leq 4$
  - Ajout de l'eau distillée
  - Chauffage dans la plaque avec une agitation continue
  - On ajoute quelques goûtes d'acide sulfurique (pour décomposer la pâte qui contient l'acide gras + la soude) jusqu'à avoir une couche orange
  - On met la solution préparée dans une ampoule à décanter
  - On procède à une extraction pour séparer les deux phases liquides obtenue (Phase 1 : l'AG et Phase 2 : soude + acide sulfurique) par l'ajout d'un solvant Hexane miscible à la phase organique (Phase 1) + l'alcool qui sert à éliminer les bulles d'air)
  - Lavage deux fois avec l'eau distillée
  - On verse la dernière phase obtenue (Phase 1) dans un ballon puis on effectue une distillation pour éliminer le reste d'hexane (par évaporation de ce dernier)
  - On met le ballon dans l'étuve pendant 30 min puis dans un dessiccateur pour refroidir à l'abri d'humidité
  - On Pèse le résidu
  - On Effectue un test d'acidité .

- **Expression des résultats :** Calcule à l'aide des formules suivantes :

$$\begin{aligned} \%MG &= \frac{\text{ballon remplie} - \text{ballon vide}}{PE} \cdot 100 \\ \%A &= \frac{2,82 \cdot T}{\text{ballon remplie} - \text{ballon vide}} \\ CE &= \frac{100}{\%A} \end{aligned}$$

Avec :

%MG : pourcentage de la matière grasse

%A : pourcentage d'acidité

CE : le coefficient d'entraînement

### XI.10. Pourcentage des pertes dans les eaux de lavage

- **But :** Déterminer le taux de pertes d'huile dans les deux eaux de lavage, les eaux des lavages (surtout celles du premier) entraînent une quantité notable d'huile neutre. Des échantillons d'eau de lavage doivent être prélevés régulièrement pour un contrôle visuel de la quantité de matière grasse entraînée.
- **Mode opératoire :**
  - On met 50 ml de l'eau de lavage 1 dans une ampoule et un peu de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (favorise la séparation des deux phases et casse les émulsions)
  - On ajoute 50 ml d'acétone + 50 ml d'alcool
  - Lavage deux fois avec l'eau distillée
  - On verse la dernière phase obtenue dans un ballon puis on effectue une distillation pour éliminer le reste d'hexane
  - On Met le ballon dans l'étuve pendant 30 min puis dans un dessiccateur pour refroidir à l'abri d'humidité
  - On Pèse le résidu
  - On Effectue un test d'acidité
  - On répète la même opération avec l'eau de lavage 2 dans une autre ampoule
- **Expression des résultats :**

$$\begin{aligned} \%MG &= \frac{\text{ballon remplie} - \text{ballon vide}}{PE} \cdot 100 \\ \%A &= \frac{2,82 \cdot T}{\text{ballon remplie} - \text{ballon vide}} \\ \text{Débit} &= \frac{De}{Dh} \\ \%Pertes &: \left( \frac{\%MG \cdot \%A}{100} - \%MG \right) \cdot \text{Débit} \end{aligned}$$

Avec :

$D_e$  : Le Débit de l'eau

$D_h$  : Débit de l'huile

T : tombée de burette

### XI.11. Excès de soude

- **But** : contrôle de la quantité de soude injecter.
- **Mode opératoire** :
  - Dans un erlenmeyer de 100ml on ajoute l'huile neutralisé issue de l'étape de neutralisation (Huile + soude + acide phosphorique) et le Phénophtaléine
  - On remplit la burette par l'huile dégommée (Huile + acide phosphorique)
  - Dosage l'huile neutre
- **Expression des résultats** : Virage du couleur rouge à l'orange et l'excès de soude est exprimé en unité baromètre est égale à la Tombée de burette,  $T = 20^\circ B$ .

### XI.12. Analyses de l'eau adoucie et l'eau de chaudière

#### XI.12.1. Dureté de l'eau TH

- **But** : Déterminer la quantité de  $Ca^{2+}$  et  $Mg^{2+}$  qui reste dans l'eau. La dureté de l'eau est due à la présence des ions  $Ca^{2+}$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Fe^{2+}$ ,  $Sr^{2+}$ .  
Ces métaux sont toujours associés aux ions  $HCO_3^-$ ,  $SO_4^{2-}$ ,  $Cl^-$ . La dureté peut être bénéfique pour la santé (respecter la norme) mais elle peut être désavantagée sur le plan économique (cout élevé d'adoucissement). Elle s'exprime en termes de °Fr ou meq de  $CaCO_3$ .
- **Mode opératoire** :
  - Un volume de 50 ml d'eau adoucie
  - On ajoute 2ml de solution tampon et 1 ou 2 goûtes d'indicateur coloré : Noir d'Ériochrome (0.25% dans l'éthanol) Coloration en violet
  - On titre par EDTA N/50 jusqu'au virage en bleu
- **Expression des résultats** :  $TH (^\circ F) = 2 \cdot n$

Avec :

TH : dureté de l'eau en degré français

n = tombée de burette

$1^\circ F = 10mg CaCO_3/l = 4mg Ca^{2+}/l = 8.432mg MgCO_3/l = 2.43mg Mg$ .

➤ **Préparation de la solution tampon :**

- 34g de chlorure d'ammonium
- 285g (313 ml) d'ammoniac de densité  $d = 0.93$
- 200g de tartrate double de sodium et de potassium
- Eau distillée : 1000ml.

XI.12.2. Potentiel hydrogène de l'eau – pH

- **But :** détermination de la concentration en ions hydrogène ( $H^+$ ) présents dans l'eau.  
Le pH d'une eau est une donnée capitale, car elle fixe le % de chacune des espèces carboniques par l'intermédiaire de  $H_3O^+$ .
- **Mode opératoire :**
  - On met dans un bêcher une quantité d'eau et on mesure le pH par le pH-mètre.
- **Expression des résultats :**

TABLEAU X: NATURE D'EAU EN FONCTION DE LA VALEUR DU PH

Valeur de pH	Caractéristiques	Nature
6,5 - 8,5	Il n'y a pas de $CO_3^-$ , ni $OH^-$ , selon les réactions suivantes : $CO_3^- + H_3O^+ \longrightarrow HCO_3^- + H_2O$ et $OH^- + H_3O^+ \longrightarrow 2H_2O$ Il y a seulement du $CO_{2aq}$ et des ions $HCO_3^-$ , selon la réaction équilibrée suivant : $HCO_3^- + H_3O^+ \longleftrightarrow CO_{2dissous} + 2H_2O$	Eau adoucie
$\geq 9$	Les ions $CO_3^-$ , $OH^-$ , $HPO_4^-$ , $HS^-$ présentes dans l'eau (sont des bases)	Eau chaudière

XI.12.3. Dosage des chlorures dans l'eau

- **But :** Détermination de taux de chlore dans l'eau selon la méthode de Mohr.
- **Mode opératoire :**
  - On prélève 10 ml d'eau
  - On ajoute de 3 ou 4 gouttes de chromate de potassium à 10%, le mélange se colore en jaune
  - Dosage par nitrate d'argent N/10 (le nitrate d'argent précipite les chlorures alcalins et alcalino-terreux sous forme de chlorure d'argent)
 La fin de la réaction est repérée par l'apparition de la teinte rouge brique de l'indicateur.
- **Expression des résultats :**  $Cl(^{\circ}F) = 50. n$   
 Avec :  
 $Cl(^{\circ}F)$  : le taux de chlore en degré français  
 $n$  = tombée de burette.

#### XI.12.4. Titre alcalimétrique TA

- **But :** détermination de la concentration en carbonates ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) et en bases fortes.
- **Mode opératoire :**
  - On met 10ml d'eau dans une ballon avec quelques gouttes d'indicateur coloré Phénophtaléine
  - Titrage par  $\text{H}_2\text{SO}_4$  N/10 jusqu'à la disparition du couleur rose

- **Expression des résultats :**  $\text{TA}(\text{°F}) = 50 \cdot n$

Avec :

$\text{TA}(\text{°F})$  : titre alcalimétrique en degré français

$n$  = tombée de burette

$1\text{°F} = 3,4 \text{ mg HO}^- / \text{L} = 6 \text{ mg CO}_3^{2-} / \text{L}$

#### XI.12.5. Titre alcalimétrique complet TAC

- **But :** détermination de la concentration en ion bicarbonates ou hydrogénocarbonates  $\text{HCO}_3^-$ .
- **Mode opératoire :**
  - Dans le même ballon dans laquelle on a effectué le dosage de TA
  - On ajoute quelques gouttes de Méthyle orange et on dose par  $\text{H}_2\text{SO}_4$  N/10 jusqu'à virage du couleur rose au rouge brique.

- **Expression des résultats :**  $\text{TAC}(\text{°F}) = 50n$

Avec :

$\text{TAC}(\text{°F})$  : titre alcalimétrique complet en degré français

$n$  = tombée de burette

$1\text{°F} = 12,2 \text{ mg HCO}_3^- / \text{L}$

**Chapitre IV :**  
**Résultats et discussion**

## XII. Résultats et discussion

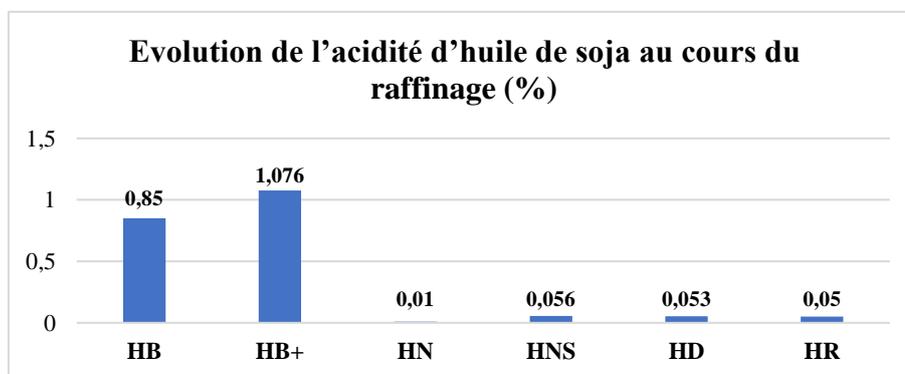
### XII.1. Evaluation de l'acidité en fonction des étapes de raffinage :

La journée 24/05/2021 a été prise comme exemple aléatoire pour discuter les résultats obtenus qui concernent l'acidité, car les autres journées suivent la même évolution. Les résultats du test d'acidité obtenus sont regroupés dans le tableau XI :

**TABEAU XI: LES MOYENNES DES RESULTATS DU TEST D'ACIDITE**

Huile	HB	HB +	HN	HNS	HD	HDR
Acidité (%)	0,85	1,02	0,01	0,05	0,05	0,05
	0,85	1,07	0,01	0,07	0,05	0,05
	0,87	1,14	0,01	0,05	0,06	0,05
Moyenne (%)	<b>0,85</b>	<b>1,076</b>	<b>0,01</b>	<b>0,056</b>	<b>0,053</b>	<b>0,05</b>
Norme (%)	2,0	1,0	0,1	0,1	0,08	0,07

Les résultats obtenus pour l'acidité Moyenne en fonction des différents échantillons de l'huile sont illustrés dans la figure 8 :



**FIGURE 8: HISTOGRAMME D'EVOLUTION D'ACIDITE DE L'HUILE**

#### • **Interprétation**

D'après ces résultats, on remarque une diminution de l'acidité au cours différentes étapes du raffinage : tout d'abord, une grande diminution de l'acidité de l'huile brute puis une diminution légère de l'acidité après séchage pour atteindre la valeur finale de 0,05 % ce qui atteste un bon déroulement des opérations de raffinage.

1. L'huile brute : L'acidité de l'huile brute est un peu élevée « 0,85% ». Cependant, elle est toujours conforme aux normes « 2% Max ». Ceci traduit le bon déroulement des opérations de stockage, l'huile brute possède d'origine une acidité élevée dû à la présence des acides gras libres issus de l'hydrolyse des triglycérides.

2. Huile dégommée : le passage de l'HB au HB+ accompagne une augmentation de l'acidité de « 0,226% ». Ceci est due à l'ajout de l'acide phosphorique dans l'huile brute pour éliminer les phospholipides non hydratables (%H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> ajouté = 0,076 %).
3. Huile neutre : L'acidité passe de « 1,076% » à « 0,01% », cette diminution au niveau du mélangeur est due à la neutralisation d'une grande partie des acides gras libres par l'ajout de la soude caustique (phénomène de saponification) d'une concentration de C(°B) = 20°B.
4. Huile séchée : le passage de « 0,01 » à « 0,056 » est lié à l'acidité de l'acide citrique ajouté dans l'étape de séchage.
5. Huile décolorée, l'acidité passe de « 0,56% » après lavage à « 0,53% », cette diminution légère est liée à l'acidité de la terre décolorante qui favorise la réaction de libération des acides gras au cas où l'huile contiendrait encore des traces de savons, mais cette valeur reste conforme à la norme (0,2 %).
6. Huile raffinée désodorisée : La diminution de l'acidité, qui passe à « 0,05 % » pour l'huile désodorisée, est due à la volatilisation des acides gras libres restants sous l'effet de la température (supérieure à 240°C) et le vide.

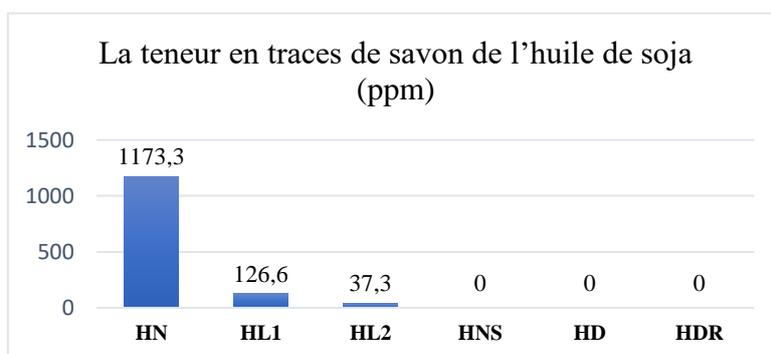
## XII.2. Évolution des traces de savon en fonction des étapes

Les résultats des traces de savons qui concernent le jour 24/05/2021 sont regroupés dans le tableau :

**TABLEAU XII : LES MOYENNES DES RESULTATS DES TRACES DE SAVON (PPM)**

Huile		HN	HL1	HL2	HNS	HD	HDR
Trace de savon	07 :30	900	145	55	0	0	0
	15 :30	1602	133	20	0	0	0
	18 :00	1018	102	37	0	0	0
Moyenne (ppm)		<b>1173,3</b>	<b>126,6</b>	<b>37,3</b>	<b>0</b>	<b>0</b>	<b>0</b>

L'évolution de taux de savon est exprimée dans la figure 9 :



**FIGURE 9 : HISTOGRAMME D'EVOLUTION DES TRACES DE SAVON**

- **Interprétation**

D'après les résultats mentionnés dans le tableau et la figure, On remarque :

L'apparition des quantités importantes de savon « 1173,3 » à la neutralisation cela est dû à la réaction de saponification à la soude des acides gras libres de l'huile démulcinée à l'acide.

Une diminution au niveau de la quantité de savon dans l'huile lavée 1 et 2 à cause de l'utilisation d'un eau adoucie et chaude (80-90°C) qui permet d'éliminer les résidus de savon, l'huile lavée 2 reste contenir des traces de savons qu'ils sont en dessous des normes de l'entreprise (100ppm), ce qui signifie qu'il n'y a pas une saponification parasite.

Les résultats obtenus lors de la décoloration montrent l'absence des traces de savon due à l'adsorption sur la terre décolorante de la quantité rémanente. S'il y a encore des traces de savon dans l'huile décolorée c'est probablement à cause d'une mauvaise séparation de l'huile neutralisée et à un colmatage des filtres Niagara lors de la décoloration.

Les résultats obtenus sur les échantillons de l'huile désodorisée sont tous égales aux normes, donc conformes à la commercialisation.

### **XII.3. Evolution de taux de phosphore**

Les résultats du taux de phosphores sont présentés dans le tableau XII :

**TABLEAU XIII: LE TAUX DE PHOSPHORE DE L'HUILE BRUTE ET DESODORISEE (PPM)**

Huile	HB	HDR
Moyenne de Taux de phosphore (ppm)	103,63	0,2
Norme	200	≤ 5

Les taux de phosphore sont déterminés par extrapolation sur une courbe de corrélation

L'appareillage UV affiche les valeurs de transmittances suivantes :

Blanc = 100,04%	HDR = 99,834%	HB = 76,2 %
-----------------	---------------	-------------

Après l'extrapolation de ces valeurs sur la courbe, on obtient les résultats suivants :

$M_{HB} = 42$	$M_{HDR} = 0,2$
---------------	-----------------

D'après ces résultats, on calcule le taux de phosphore à l'aide de formule suivante :

$$TP = \frac{M \cdot 100}{PE \cdot 10} \text{ . Avec } PE_{HB} : 4,0526g \text{ et } PE_{HDR} : 9,0193g$$

$TP_{HB} = 103,63 \text{ ppm}$	$TP_{HDR} = 0,22 \text{ ppm}$
--------------------------------	-------------------------------

Le dosage du phosphore permet d'apprécier l'efficacité de la démulcination car l'élimination des phospholipides est plus importante durant cette étape. Un taux élevé de mucilages rend difficile les autres traitements du raffinage de l'huile de soja.

L'évolution de taux de phosphore en fonction du type de l'huile, est exprimé dans la figure 10 :

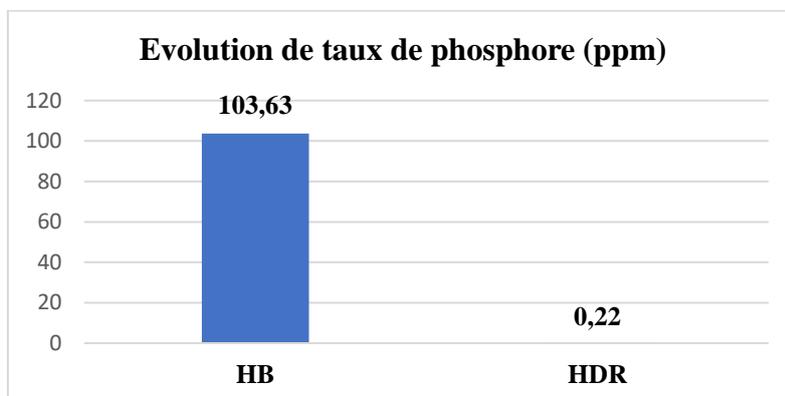


FIGURE 10: HISTOGRAMME D'EVOLUTION DE TAUX DE PHOSPHORE

#### • Interprétation

L'analyse de l'huile brute a révélé que celle-ci contient un taux en phosphore de l'ordre de « 103,63 ppm ». Ce taux est faible comparé aux normes requises « 200 ppm ». Ce taux montre que l'huile a déjà fait l'objet d'une démulcination poussée (probablement à l'eau) avant son traitement par HSB. De ce fait, il est préconisé un traitement avec une concentration minimale de  $H_3PO_4$  « 0,076% » pour assurer l'élimination des phospholipides non hydratés.

Les résultats de l'analyse effectuée sur l'huile désodorisée raffinée, révèlent une absence de phosphore ce qui répond aux exigences de l'entreprise.

#### XII.4. Evolution de l'indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est une mesure qui permet d'estimer la quantité de peroxydes présents dans une matière grasse, Les résultats du taux de l'indice de peroxyde sont présentés dans le tableau XIV :

TABLEAU XIV : INDICE DE PEROXYDE DE L'HUILE BRUTE ET DESODORISEE

Huile	HB	HDR
Indice de peroxyde (meqd'O2/kg)	4	0
Normes (meqd'O2/kg)	20	0,1

L'évolution de l'indice de peroxyde durant le raffinage, est exprimé dans la figure 11 :

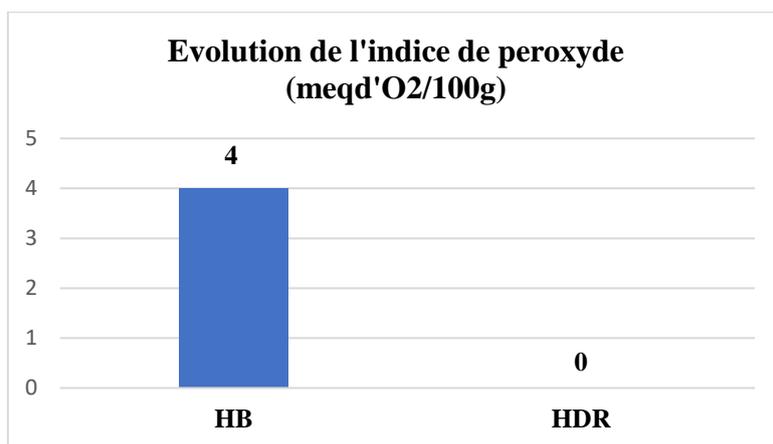


FIGURE 11 : COURBE D'EVOLUTION DE L'INDICE DE PEROXYDE

- **Interprétation**

L'indice de peroxyde qui est de « 4 meqd'O2/kg » pour l'huile brute, diminue lors du raffinage pour atteindre « 0 meqd'O2/kg » d'huile après désodorisation ce qui est inférieur à la norme 0,1 meqd'O2/kg. Ceci est dû à la transformation des peroxydes en aldéhydes et en cétones sous l'effet de la température élevée (plus de 240°C). Ces derniers sont des composés volatils éliminés par le vide et aussi l'adsorption des peroxydes par la terre décolorante.

### XII.5. Évolution de l'humidité en fonction des étapes de raffinage

Les résultats de test d'humidité est regroupé dans le tableau suivant :

TABLEAU XV: RESULTATS D'HUMIDITE

Huile	HB	HD	HDR
Humidité (%)	0,093	0,077	0,07
Normes (%)	0,2	0,2	0,08

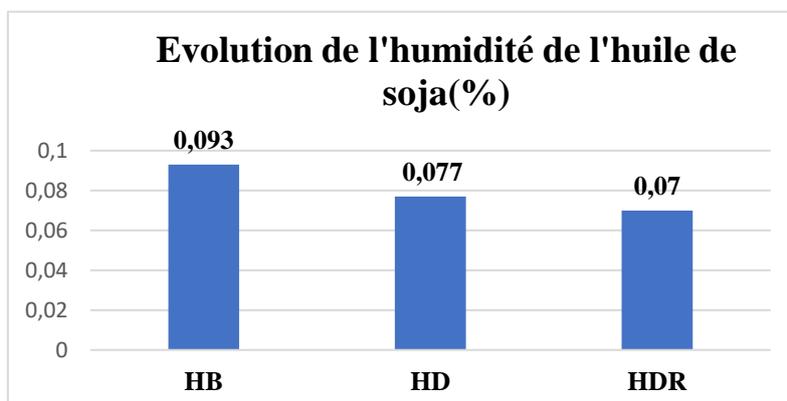


FIGURE 12 : COURBE D'EVOLUTION D'HUMIDITE

- **Interprétation :**

L'humidité lors de la décoloration et la désodorisation est diminuée ceci reflète les bonnes conditions de séchage de l'huile avant de subir la décoloration. Également l'humidité peut être retenue par la terre décolorante et après aspirée par le vide pendant l'opération de désodorisation.

## Conclusion

Le raffinage permet d'éliminer les composés indésirables de l'huile de soja brute, à savoir les phospholipides (démucilagination), les acides gras libres et pigments (neutralisation et décoloration), et les composés odorants (désodorisation).

Cependant, le raffinage reste une technologie dépendante du savoir-faire et de bonnes pratiques de conduite mais aussi, d'une connaissance suffisante des propriétés physico-chimiques spécifiques et de la stabilité des différentes huiles. Cette double maîtrise est indispensable pour adapter à chaque huile brute les paramètres opératoires qui permettront d'éliminer efficacement les composés indésirables sans dégrader ou perdre ses constituants natifs intéressants. HSB Agadir réunit cette double compétence technologique et scientifique et apporte l'environnement et l'expérience nécessaire pour développer des travaux d'optimisation et d'innovation de cette technologie.

D'après, les résultats des analyses effectuées, on peut conclure que l'unité produit une huile raffinée de bonne qualité et conforme aux normes. Cette conformité témoigne d'un raffinage effectué dans les meilleures conditions par l'unité, ainsi qu'au contrôle régulier qui s'effectue au niveau du laboratoire.

Ce stage effectué au sein de la société des huileries de Souss BelHassan m'a permis d'acquérir et d'approfondir les connaissances théoriques et pratiques dans le domaine des corps gras et leurs technologies de production et de transformation, mais aussi de connaître à l'échelle industrielle, les traitements obligatoires et indispensables que subissent les huiles avant leur consommation.

Pour conclure, j'espère à travers ce travail, avoir été à la hauteur des attentes de la société HSB ainsi qu'à ceux de mes professeurs et de mes encadrants.

## Références bibliographiques

- **ISO 660** : 1996. Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination de l'indice d'acide et de l'acidité.
- **ISO 10540-1** : 2003. Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination de la teneur en phosphore.
- **ISO 934** : 1980. Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination de la teneur en eau.
- **Jachque** (2010). Le soja. P : 4.5.
- **Le Goff** L. 1998. Raffinage des céréales, sucre, sel, huiles. Aliments dénaturés. Médecines nouvelles. 91 : 13-28.
- [Mémoire Online](#) ,par Nihad Nia (2008)
- [Anses.fr](#), **Rapport AFSSA sur l'intérêt nutritionnel des omégas 3**, par M. Charles COUET (2003)

## Annexes

### Annexe 1 : Tableau des normes de l'huile de soja raffinée :

Huile de soja raffinée	
Paramètres	Normes
Acidité (%)	$\leq 0,07$
IP (mécq d'O2/kg)	$\leq 1$
Transmittance a 460 nm (%)	85-93
Savon (ppm)	NEANT
Teneur en phosphore (ppm)	$\leq 5$

**NB :**

- Les huiles qui dépassent 93% de transmittance sont destinées aux conserveries

### Annexe 2 : Fiche technique des eaux d'adoucisseur et de chaudière

	PH	TH	Cl-	TA	TAC
<b>ADOUCISSEUR</b>	6,5-8,5	0-2	15-40	0	15-40
<b>CHAUDIÈRE</b>	$\geq 9$	0-2	$\geq 200$	$\geq 100$	$\geq 100$

### Annexe 3 : Quantités de prises d'essais pour l'analyse d'acidité

L'huile à contrôler		La prise d'essai en laboratoire
Huile de soja	Finie	56 g
	Brute	5-10 g
	Brute +	5-10g
	Séchée	56g

Annexe 4 : Fiche d'analyse des acides gras de l'huile de soja brute :

