



Licence Sciences et Techniques (LST)

# GENIE CHIMIQUE

## PROJET DE FIN D'ETUDES

Suivi des Paramètres physicochimiques  
influençant l'acidité de la pâte de neutralisation

Présenté par :

◆ Hajji Nabih Asmae

Encadré par :

◆ Pr HICHAM Zaitan (FST)

◆ Mme Fatima EL FARROUDI (SIOF)

Soutenu Le 5 Juillet 2022 devant le jury composé de:

- Pr HICHAM Zaitan

- Pr IHSSANE Bouchaib

- Pr SAFFAJ Taoufiq

Stage effectué à la Société Industrielle Oléique de Fès



Année Universitaire 2021/ 2022

FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES FES – SAISS

☒ B.P. 2202 – Route d'Imouzzer – FES

☎ Ligne Directe : 212 (0)5 35 61 16 86 – Standard : 212 (0)5 35 60 82 14

Site web: <http://www.fst-usmba.ac.ma>

## *REMERCIEMENT*

Avant tout développement de ce projet de fin d'Etudes, je remercie tout d'abord mon Dieu qui m'a donné la santé, la force, le courage, la croyance et le soutien pour accomplir ce modeste travail. Je tiens à remercier avec enthousiasme toute personne qui a contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce travail, et plus particulièrement les personnes que je cite ci-dessous :

Je tiens à remercier mon encadrant pédagogique Mr Hicham Zaitan, Professeur à la Faculté des Sciences et Techniques Fès, d'avoir bien accepté de diriger ce travail, pour sa disponibilité, pour la confiance qu'il a su m'accorder et les conseils précieux qu'il m'a prodigués tout au long de la réalisation de ce projet.

Je remercie Mme Fatima EL FARROUDI à la Siof. Pour leur collaboration et pour les bonnes conditions d'accueil dont j'ai pu bénéficier.

Je remercie également tous les membres du jury d'avoir accepté d'assister à la présentation de ce modeste travail.

je voudrais remercier tous les enseignants de la Faculté des sciences et techniques qui ont contribué à ma formation pendant ces années et particulièrement aux enseignants de la licence Génie chimique.

Je n'oublie pas de dire un grand merci à :

Mes chers parents, qui m'ont beaucoup soutenu et encouragé. qui m'ont enseigné la patience, la politesse, le sacrifice et qui ont toujours été là pour moi.

Mes frères et sœurs pour leur gentillesse et leur Serviabilité.

Mes amis qui représentent pour moi tous le sens de la sincérité et de la fidélité, et avec qui j'ai passée des moments inoubliables.

# Sommaire

Introduction .....	1
<b>Chapitre I</b> : Généralités sur la société SIOF .....	2
I. Généralités.....	3
1). Présentation de SIOF.....	3
2). Organigramme.....	3
3). Huiles fabriquées par la SIOF .....	4
4). Différentes gammes d'huile produites à la SIOF .....	4
<b>Chapitre II</b> : Procède de la production d'huile de soja.....	7
I. Raffinage .....	8
1). définition.....	8
2). Principe .....	8
3). Les étapes du raffinage de l'huile de soja.....	10
II. Conditionnement et l'emballage.....	19
1). Définition de conditionnement.....	19
2). Description des étapes du conditionnement.....	19
<b>Chapitre III</b> : Matériels et Méthodes.....	21
I. les Analyses effectuées dans le laboratoire de SIOF .....	22
1). introduction.....	22
2). but.....	22
3). les Analyses effectuées dans l'étape de neutralisation.....	23
3.1). Taux de savon.....	23
3.2). Dosage de l'acidité d'huile .....	24
3.3). Analyse de la pâte de neutralisation .....	25

<b>Chapitre IV</b> : Résultats et discussions.....	26
I. Les paramètres influencent l'étape de neutralisation.....	27
1).Suivi des paramètres influençant le taux de savon dans l'huile neutre ...	27
1.1). La variation de la contre pression .....	28
2). Suivi des paramètres influençant l'acidité de la pâte de neutralisation...	29
2.1) Variation de la température .....	29
2.2) La variation de la contre pression .....	30
2.3) La variation du temps de séparation.....	31

## *Liste des figures*

Figure 1: Organigramme de la société SIOF.....	3
Figure2 : représente les graines de soja.....	4
Figure 3 : représente plante d'olive.....	5
Figure 4: représente plante de tournesol .....	5
Figure 5 : grignon d'olive .....	6
Figure 6 : Schéma des différentes étapes du raffinage des huiles alimentaires.....	9
Figure 7: cuve de lancement.....	10
Figure 8 : Bac de contact.....	11
Figure 9 : Séparateur.....	13
Figure 10 : Séparateurs RSA 150 et OSM 800.....	14
Figure 11 : Sécheur sous vide.....	15
Figure 12 : Décolorateur.....	16
Figure13 : filtres à poches.....	16
Figure 14:Désodoriseur.....	18
Figure15 : Machine de soufflage.....	20
Figure 16: schéma de la neutralisation de l'huile.....	27
Figure 17 : l'influence de la variation de la contre pression sur le taux de savon .....	28
Figure18 : l'influence de la variation de la température sur l'acidité de la pâte.....	30
Figure 19: l'influence de la variation de la contre pression sur l'acidité de la pâte.....	31
Figure 20 : l influence de la variation du temps de la séparation sur l'acidité de la pâte..	32

## *Liste des tableaux*

Tableau1 : les différentes analyses effectuées dans le laboratoire de Siof .....	22
Tableau 2 : la variation de taux du savon en fonction de la contre pression.....	28
Tableau 3 : Effet de la Température sur pâte de neutralisation.....	29
Tableau 4 : variation de l'acidité de la pâte en fonction de la contre pression.....	30
Tableau 5 : représente effet du temps de séparation sur l'acidité de la pâte.....	31

## INTRODUCTION

Pour mettre en valeur la formation reçue, il est primordial d'effectuer un stage au sein d'une entreprise afin d'amener l'étudiant à se confronter à des situations réelles, d'élargir sa formation dans le domaine pratique, et d'avoir une idée sur la vie professionnelle.

Les huiles alimentaires sont extraites à partir des plantes oléagineuses, ces dernières sont des plantes qui fournissent des matières grasses (de l'huile), soit à partir de leurs graines, comme le colza, le Soja, le noyau de palme ou le tournesol, soit à partir de leurs fruits comme la palme et l'olive.

Parmi ces produits, l'huile de soja qui provient de l'extraction de la fève de soja, une plante légumineuse, et qui nécessite pour obtenir une huile comestible, le passage obligatoire par le traitement de raffinage qui passe par plusieurs étapes, et la neutralisation est une étape importante du processus de raffinage, elle consiste essentiellement à éliminer les acides gras libres, ces derniers sont indésirables par l'huile, car ils sont des catalyseurs d'oxydation. La neutralisation par la soude élimine les acides gras sous forme de savons appelés pâtes de neutralisation<sup>1</sup>.

Dans ce cadre, le stage du projet de fin d'étude a pour objectif de suivre les paramètres influençant l'acidité de la pâte de neutralisation et le taux de savon d'huile neutre, au niveau d'étape de neutralisation.

Le présent manuscrit est divisé en quatre grands chapitres :

Le premier chapitre est réservé à la présentation de la SIOF.

Le deuxième chapitre abordera le procédé de production d'huile de soja.

Dans le Troisième chapitre, on mettra matérielles et méthodes .et pour,

Le quatrième chapitre est réservé aux résultats et discussions.

# **Chapitre I :**

## **Généralités sur la société**

### **SIOF**

# I. Généralités

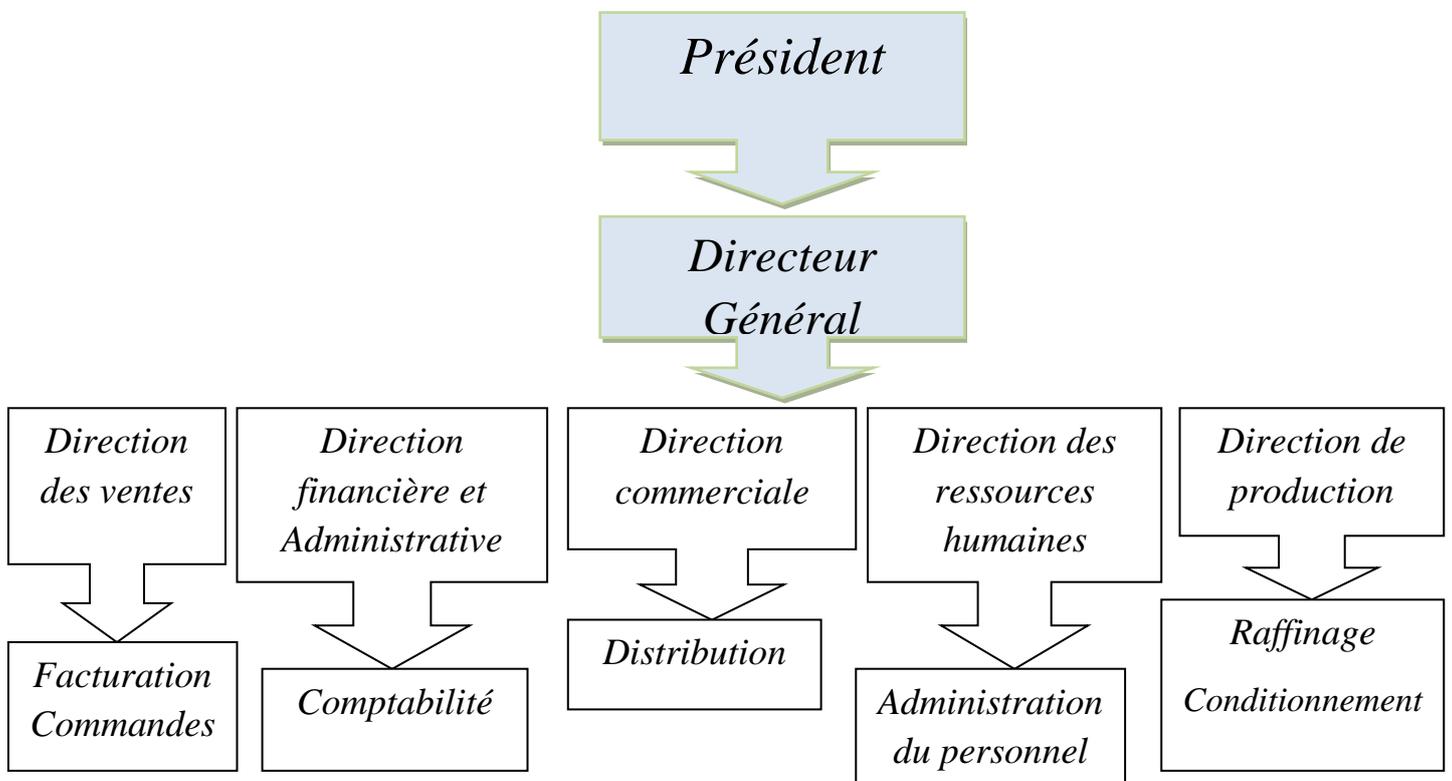
## 1. Présentation de SIOF

La Société industrielle oléicole de Fès est l'une des entreprises les plus performantes au niveau national. C'est une société anonyme qui a une destination agro-alimentaire, plus particulièrement dans le secteur de l'extraction, du raffinage et du conditionnement des huiles alimentaires. La SIOF possède trois sites industriels :

- Le premier est situé dans la zone industrielle de Sidi Brahim, occupe une superficie de 20.000 m<sup>2</sup>, a pour activité de la trituration des olives, la production de conserves d'olives et l'extraction d'huile de grignons.
- La deuxième se trouve dans la zone industrielle de Dokkarat, couvre une superficie de 12.000 m<sup>2</sup>, assure le raffinage et le conditionnement des huiles alimentaires.
- La troisième située à Ain taoujtat occupe une superficie de 20000m<sup>2</sup>, qui assure l'extraction de l'huile de grignons <sup>2</sup>.

## 2. Organigramme

L'aspect organisationnel de la SIOF ne diffère pas entièrement des types d'organisation disponible au sein d'autres établissements. Il se présente de la manière suivante :



(Figure 1): Organigramme de la société SIOF

### 3. Huiles fabriquées par la SIOF

La SIOF produit quatre types d'huiles :

- ✚ Moulay Idriss en 1993 : l'huile d'olive vierge courante.
- ✚ SIOF en 1966: l'huile de table raffinée à base de soja.
- ✚ Andalusia en 1996 : huile de grignons raffinés.
- ✚ Prior en 1992 : huile de friture, 100% tournesol.

### 4. Différentes gammes d'huile produites à la SIOF

#### a. Huile de soja

La Soja est une plante grimpante originaire d'Asie cultivée pour ses grains oléagineuses (figure 2). Elle renferme une grande quantité de protéines et constitue L'un des aliments naturels riches en glucides, potassium, calcium, Magnésium, vitamines A et D et fer.



Figure2 : représente les graines de soja

L'huile de soja extraite de la fève par broyage ou extraction chimique est jaunâtre, légère et onctueuse. Cette huile est facilement absorbée et elle est riche en vitamine E, acides gras polyinsaturés et la lécithine, elle ne supporte pas la chaleur et doit être utilisée uniquement en assaisonnement.

#### b. Huile d'olive

L'olivier existe dans une aire de culture qui définit la zone méditerranéenne, laquelle ouvre les pays orient, ceux du Maghreb, l'Espagne, la Grèce, l'Italie et la France. Cependant on trouve l'olivier en Portugal, en Californie et en Amérique du sud. L'huile d'olive, dont le bon goût et les bienfaits pour la santé sont largement reconnus, se confond avec le paysage et l'histoire du bassin méditerranéen. Simple et délicate à la fois, l'extraction de l'huile d'olive nécessite le passage par plusieurs étapes : de la cueillette, à la production d'huile, en passant par le lavage, le broyage, le malaxage, le pressurage, la décantation et le stockage. L'huile d'olive ainsi produite doit être conservée à l'abri de l'air et de la lumière. (Figure 3)



Figure 3 : représente plante d'olive

L'huile d'olive est composée d'environ 99% de matières grasses, le 1% restant constitue les composés mineurs, il s'agit des alcools, des stérols, des phénols. Elle est très riche en vitamines (A, B, K et E), en provitamine A (carotène) et en sels minéraux.

### c. Huile de tournesol

Cette plante est très cultivée pour ses graines riches en huile alimentaire (environ 40% de leur composition). L'huile de tournesol est extraite des graines soit Par Broyage ou extraction. Sa saveur est douce, elle rappelle le goût de la graine de tournesol fraîche. C'est une huile très fluide d'un jaune plus ou moins pâle. Cette huile se prête à tous les usages car elle renferme des acides gras essentiels et elle est riche en Vitamine E (tocophérol). L'huile de tournesol supporte parfaitement la chaleur et elle se conserve bien longtemps (figure 4).



Figure 4: représente plante de tournesol

L'huile de tournesol est l'huile la plus riche en acides gras essentiels de la catégorie des oméga-6. On note cependant sa pauvreté en acides gras essentiels de la catégorie des oméga-3.

#### d. Huile de grignon d'olives

Après l'extraction de l'huile d'olives, il en résulte un sous-produit, le grignon, qui renferme la plus grande partie de la matière sèche d'olive (peau, pulpe, petits morceaux de noyau) et une certaine proportion d'eau de végétation qui contient à son tour les composants hydrosolubles de l'olive, Le grignon est séché, broyé et traité au solvant pour obtenir une huile dite huile de grignon . La matière grasse du grignon est très riche en acides gras en C16 et C18 insaturés qui constituent 96% du total des acides gras. (figure 5 )



Figure 5 : grignon d'olive

**Chapitre II :**  
**Procède de la**  
**production d'huile de**  
**soja.**

# I .Raffinage

## 1. Définition

Le raffinage est l'ensemble des opérations qui servent à transformer l'huile en un produit comestible en éliminant les impuretés qui le rendent impropres à la consommation.

En effet, les huiles contiennent de nombreux composés : certains sont très utiles (vitamines, insaponifiables, ...), d'autres sont nuisibles à leur qualité (gommes, acides gras libres, pigments, agents odorants, produit d'oxydations, ...). Le raffinage consiste donc à éliminer au mieux ces composés afin d'obtenir une huile aux qualités organoleptiques et nutritionnelle satisfaisantes <sup>1</sup>.

## 2. Principe :

L'huile brute obtenue par pression mécanique et/ou extraction par solvant contient toujours des impuretés. Celles-ci doivent absolument être éliminées avec un raffinage parce qu'elles sont toxiques ou nuisible à la qualité nutritionnelle, organoleptique et à la conservation du produit. A part l'huile au sens propre sous forme de mono, di et triglycérides, acide gras libres, les phospholipides et les métaux (tels que fer et cuivre) présents à l'état de traces, une huile brute contient aussi des substances naturelles en quantités faibles, comme les colorants, les tocophérols, les produits d'oxydation etc. Mais l'huile brute peut contenir aussi des substances contaminantes, qui peuvent être toxiques (tels que pesticides, glycosides), dont la concentration va dépendre des techniques d'agriculture, des moyens employés pour le stockage. Seul le raffinage est capable d'éliminer ces composés afin d'obtenir une huile aux qualités organoleptiques et chimiques les meilleures possibles.

Le raffinage reste cependant une technologie dépendant bien sue 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 corps gras glycérides. Cette double maîtrise est indispensable pour adapter à chaque corps gras les paramètres opératoires qui permettront d'éliminer efficacement les composés indésirables, sans dégrader ou perdre les constituants utiles, tels que les acides gras polyinsaturés, les stérols ou la vitamine E.

Les différentes huiles traitées à la SIOF, subissent un raffinage selon les étapes suivant (figure 6) :

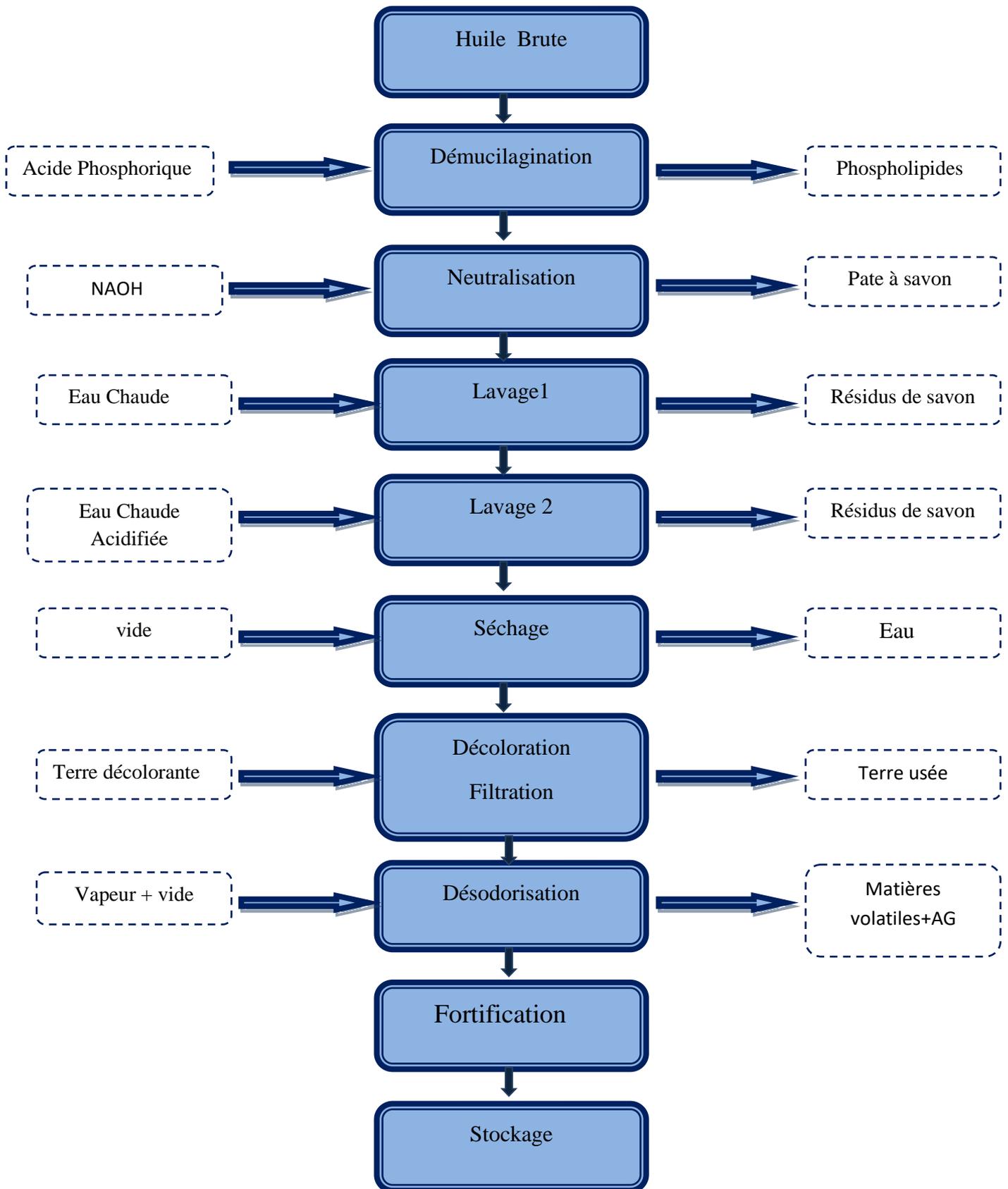


Figure 6 : Schéma des différentes étapes du raffinage des huiles alimentaires.

## 2. Les étapes du raffinage de l'huile de soja :

### a). Réception des huiles brutes :

La réception des huiles brutes passe par plusieurs étapes:

- Pesage des huiles brutes.
- Déchargement des huiles des citernes aux cuves de stockage en acier inoxydable, au moyen de tuyaux munis d'un filtre destiné à retenir les éventuels corps étrangers.
- Stockage temporaire des huiles dans les cuves de stockage, au niveau de la SIOF il y a 5 cuves de stockages (3 cuves pour l'huile de soja ,1 pour l'huile de tournesol et 1 pour l'huile de grignon).

### b. Préparation de l'huile :

L'huile brute passe par un échangeur à plaques à contre courant, elle est préchauffée à 60 °C avec l'huile désodorisée (chaude), avant de la refouler à la cuve de lancement. (figure 7)

L'huile est ensuite filtrée dans un filtre à double corps contenant chacun d'eux un tamis pour éliminer les grosses substances, puis chauffée à 85-90 °C dans un échangeur à spirale avec de la vapeur des eaux adoucies venant de la chaudière, cette opération a pour but de diminuer la viscosité de l'huile qui va être pompé vers le bac de contact.



Figure 7: cuve de lancement

### C). Démucilagination (ou dégomme) :

La démucilagination est la première étape du procédé de raffinage qui a pour but de débarrasser les huiles brutes des mucilages (ensemble de phospholipides, les lécithines, les complexes sucrés et de gomme provenant des enveloppes de la graine), la teneur des mucilages dépend de la variété d'huile et du mode de trituration .

La présence des mucilages dans l'huile peut entraîner un certain nombre d'inconvénients :

- acidification et oxydation rapide des huiles en donnant un goût désagréable.
- Réduction du rendement lors de la première opération de filtration car ceux-ci désactivent les terres décolorantes, ce qui provoque un colmatage rapide des filtres.

#### Procédé:

L'opération se poursuit par l'ajout de l'acide phosphorique par une pompe doseuse à raison de 0,1 à 0,3 % avec un débit qui dépend de la teneur en phospholipide, l'action de l'acide est optimale à une température supérieure à 80°C.

Ils sont ensuite fortement agités dans un premier mixeur pour avoir un mélange intime, après le mélange réactionnel est ramené au bac de contact (figure 8) dans lequel l'huile va séjourner 15-20 min pour qu'il y est formation des mucilages (gonflement) , le mélange est ensuite envoyé pour l'étape de neutralisation.



Figure 8 : Bac de contact

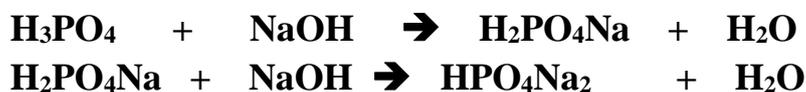
#### d). Neutralisation :

La neutralisation par la soude caustique consiste à éliminer les acides gras libres, sous forme de savons appelés pates 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, Produits d'oxydations et des contaminants divers, cette opération consiste également à neutraliser l'acide phosphorique.

##### Principe :

La soude permet de neutraliser à la fois l'acide phosphorique ajoutée pour dégommer les huiles et les acides gras en formant les savons sodiques selon les réactions suivantes <sup>3</sup> :

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



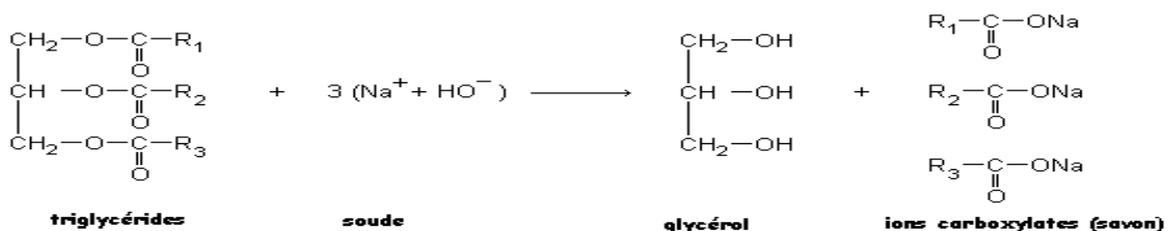
✓ La neutralisation des acides libres en formant les savons sodiques (Réaction de saponification) :



Comme se sont des acides faibles, ils requièrent un excès d'alcali pour s'assurer que la réaction soit déplacée dans le sens de la formation du savon et que l'acidité résiduelle de l'huile soit petite.

Cet excès est d'habitude entre 0,01 et 0,05 % pour les huiles de soja dégommées avec de l'acide phosphorique contenant une quantité de phosphore résiduelle inférieure à 2 ppm. S'il est mal dosé il peut produire une saponification partielle des triglycérides pour engendrer des glycérols et des savons sodiques. Cette réaction appelée « saponification parasite », est totalement nuisible car elle augmente beaucoup les pertes .

✓ Saponification parasite des triglycérides <sup>4</sup> :



### Procédé :

A l'aide d'une pompe doseuse, la soude caustique (16% à 18 %) est injectée dans l'huile sortante du bac de contact (le débit=80 l/h).

L'huile et la soude passe dans un mixeur à grande vitesse avant d'être envoyé vers un premier séparateur à bol-auto-débordeur (RSA150) (figure 9) destiné à séparer la pâte de neutralisation (phase lourde) de l'huile neutre (phase légère).

A la sortie de l'étape de neutralisation, l'huile neutralisée doit avoir les caractéristiques suivantes :

**Acidité :** 0,02-0,04%

**Traces de savon :** 600-1200 ppm.

Et l'**acidité de la pâte de neutralisation** elle doit prendre une valeur >60 %



Figure 9 : Séparateur

### e).Lavage :

Le lavage permet d'éliminer la soude en excès, le savon restant dans l'huile sortante du séparateur ainsi que les dernières traces de métaux de phospholipides et autres impuretés.

Il est essentiel que l'huile brute subisse une bonne préparation sinon il se produit des émulsions importantes et une partie de savon risque de ne pas être éliminée.

### Procédé :

La conduite de lavage au sein de la SIOF peut s'effectuer de différentes façons selon la nature d'huile:

- L'huile neutralisée de soja provenant du séparateur reçoit 10% d'eau de premier lavage chaude à 90°C acidifiée avec l'acide citrique 20% à raison 5%, ensuite, le mélange passe dans un mixeur sans risque d'émulsion, puis subit une centrifugation

pour séparer l'eau savonneuse de l'huile lavée dans un séparateur auto-débordeur de type RSA 150.

- L'huile sortante du premier lavage est réchauffée à 85-90°C, puis reçoit à nouveau 5% d'eau acidifiée avec d'acide citrique passe dans un mélangeur rapide et le mélange est séparé par centrifugation (séparateur OSM 800) (figure 10).
- L'huile lavée doit contenir moins de 50 ppm de savon et une acidité à 0,04%.



Figure 10 : Séparateurs RSA 150 et OSM 800

#### f). Séchage :

L'objectif de cette étape est de débarrasser l'huile des traces d'eau qu'elle contient avant l'opération de décoloration car l'humidité peut provoquer un colmatage des filtres.

##### Procédé :

L'huile neutralisée lavée à ensuite pulvérisée dans une tour vertical maintenue sous vide (60mmHg) appelée sécheur, l'évaporation s'effectue ainsi à une température inférieure à celle de l'évaporation normale.

A la sortie du sécheur (figure 11), l'huile doit avoir :

Une acidité inférieure à 0,04%, une humidité inférieure à 0,01% (qui était à l'entrée du sécheur entre 0,5% et 0,7%), des traces de savon inférieures à 50 ppm.



Figure 11 : Sécheur sous vide

### g). Décoloration :

Le but de cette opération est d'éliminer les pigments colorés (chlorophylles, carotènes) que l'huile contient encore, une partie du phosphore et les peroxydes responsable de la couleur foncée de l'huile brute que la neutralisation n'a que partiellement détruit.

#### Procédé :

Cette opération fait intervenir un phénomène physique : absorption sur terres décolorantes.

A la sortie du sécheur, l'huile est séparée en 2 conduites :

- Une première conduisant 90 % de l'huile vers un échangeur thermique tubulaire pour être chauffée pour atteindre une  $T^{\circ} = 100^{\circ}\text{C}$  puis vers le décolorateur.
- Une deuxième conduisant 10 % vers une cuve munie d'un agitateur : mélangeur où l'huile sera mélangée avec la terre décolorante ensuite ce mélange rejoint les 90 % d'huiles dans le décolorateur (figure12) , qui est constitué de 2 compartiments, menu chacun d'eux d'un agitateur et un serpentín où circule de la vapeur afin que l'huile garde une  $T^{\circ}$  de  $105^{\circ}\text{C}$  ,l' agitation se maintient pendant 20 min ce qui favorise le contact, un temps de contact suffisant pour que l'huile cède ses pigment ,l'huile est toujours traitée sous vide, de façon à empêcher l'oxydation favoriser par l'air.la quantité de terre utilisée est de 0,2 à 0,4% .



Figure 12 : Décolorateur

### h). Filtration :

L'objectif de cette opération est de débarrasser de l'huile de la terre décolorante qu'elle contient en suspension.

#### Procédé :

L'huile après décoloration est envoyée vers un gros filtre à plaques poreuses (appelé NIAGRA) où il y aura une séparation liquide-solide. On récupère à la fin de l'opération une huile décolorée d'une part, et d'autre part une terre usée.

La filtration de poursuit dans les filtres à poches (filtration de sécurité) (figure 13). Chacun de ces derniers contient 4 poches à toile pour s'assurer que l'huile ne contient plus de terre. Après filtration, l'huile décolorée est envoyée vers un bac de stockage qui servira comme alimentation de l'opération de désodorisation.



Figure13 : filtres à poches

### i). Désodorisation :

La désodorisation est la dernière phase du raffinage des huiles et a pour but d'éliminer les impuretés échappés aux traitements précédents ,de détruire une partie des pigments carotènes ,réduire l'acidité par entraînement des acides gras, d'éliminer d'autres produits(stéroïdes ,tocophérols ,hydrocarbures...) mais surtout d'éliminer les substances odoriférantes comme les aldéhydes et les cétones provenant de la décomposition des peroxydes instables qui donnent une odeur et une saveur désagréables à l'huile. L'évaporation et l'entraînement par la vapeur sèche d'injection se réalisent en même temps que l'évaporation des acides gras sous l'effet du vide et la haute température.

#### Procédé :

L'huile filtrée est pompée vers un échangeur à plaque où elle est préchauffée par échange thermique avec l'huile de sortie du désodoriseur 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 autre échangeur à plaque 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 210- 220 °C par le fluide thermique de la chaudière.

Après, l'huile réchauffée entre dans le désodoriseur (figure 14), comportant 5 étages, pour éliminer les composés odoriférants volatils, elle subit une injection de la vapeur sèche dans chaque étage sauf le 5<sup>ème</sup> de bas du désodoriseur considéré comme un réservoir, afin de favoriser le barbotage de l'huile (agitation continue).

L'opération se fait sous vide et à une haute température qui varie entre 220 et 260 °C).

L'huile désodorisée coule du dernier compartiment du désodoriseur vers un filtre pour éliminer les impuretés qui sont formés sous l'effet de haute température, puis elle passe par un échangeur à plaque afin de baisser sa température ensuite l'huile passe par un échangeur à spirale où le refroidissement est assuré par l'eau, elle sort avec une température inférieure à 50 °C .

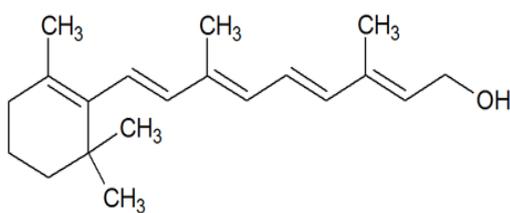


Figure 14: Désodoriseur

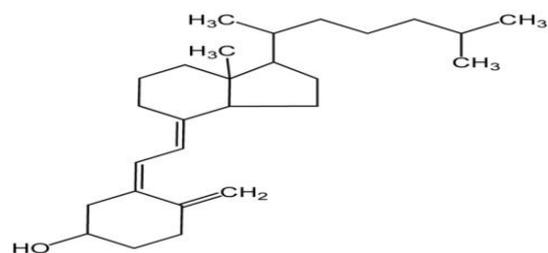
### j). Fortification :

La malnutrition due aux carences en micro nutriments surtout les vitamines A et D<sub>3</sub> affecte profondément l'état nutritionnel <sup>5</sup>, la santé et le développement d'une proportion importante de la population marocaine. Ainsi plusieurs efforts sont faits pour se dépasser de ce problème, la solution la plus connue c'est la fortification des produits alimentaires (huile, margine...Etc.) par ces deux vitamines. La fortification a pour but essentiel d'élever la teneur en principes nutritifs <sup>6</sup>.

#### Vitamine A



#### Vitamine D<sub>3</sub> :



Les vitamines A et D<sub>3</sub> sont injectées à l'huile à l'aide d'une pompe doseuse (une quantité bien définie et précisée par la réglementation : teneur en vitamine A=3000UI/100g d'huile, teneur en vitamine D<sub>3</sub> = 300UI/100g d'huile).

A la fin l'huile est stockée dans des citernes sous atmosphère azotée pour éviter l'oxydation.

## II. Conditionnement et l'emballage :

Conservation consiste à maintenir le plus longtemps possible, le plus haut degré de qualité de la denrée, en agissant sur les divers mécanismes d'altération pour ralentir ou supprimer les effets. L'emballage peut assurer simultanément la protection passive ou active des aliments. On parle d'une protection passive lorsque l'emballage constitue pour l'aliment une barrière physique contre les facteurs d'altération (humidité, oxygène ...). Quant à la protection active, elle est présentée lorsque l'emballage peut réagir avec l'environnement où est exposé le produit.

Le conditionnement de l'huile est soumis à des règles très strictes, par application des contrôles relatifs aux produits chimiques dans l'alimentation humaine (des matériaux et objets au contact des huiles ainsi que des procédés et des produits utilisés pour le nettoyage de ces matériaux).

### 1. Définition de conditionnement :

Le magasin de conditionnement est un magasin où l'huile raffinée sera remplie dans des bouteilles ou bidons qui s'emballent dans des cartons, ensuite dans des palettes, et sont déposés dans le stock des produits finis. Le magasin est constitué de deux lignes de production:

Une ligne de 1/2L et 1L. }  
Une ligne de 2L et 5L. }

### 2. Description des étapes du conditionnement :

#### a). Le soufflage :

Cette première étape contient plusieurs sous étapes :

Les préformes subissent un chauffage dans un four qui contient des lampes pour que la matière devienne moule.

Le pré soufflage avec une pression de 7 bars, s'effectue pour préparer la matière à subir une haute pression lors du soufflage.

A l'aide du dégazage, la bouteille sort du moule avec le dégagement de l'air qui donne la forme finale à la bouteille.

Une fois les bouteilles soufflées sont obtenues, elles sont acheminées par le convoyeur à air comprimé vers la remplisseuse.

Un étirage par une tige d'élongation donne à la bouteille la hauteur prévue.

Le soufflage est réalisé à une pression de 40 bars (figure 15).



Figure15 : Machine de soufflage

#### b). Remplissage et capsulage :

Cette étape consiste à remplir les bouteilles par l'huile à l'aide de la remplisseuse. Elles seront par la suite fermées dans la boucheuse. Les bouteilles ainsi remplies et fermées sont amenées vers l'élément de transport (le convoyeur)

#### C) .Codage ou Etiquetage :

L'étiqueteuse sert à étiqueter les bouteilles, en utilisant une colle spécifique chauffée à plus de 120°C. Une fois étiquetées, les bouteilles seront datées et dirigées vers l'encaisseuse.

#### d) .L'encaissement ou Mise en carton :

Finalement, les bouteilles sont dirigées vers une encaisseuse ou elles seront placées dans des cartons. Ces derniers sont par la suite fermés et encaissés manuellement et transportés par des manutentions vers les magasins de stockage.

# **Chapitre III :**

## **Matériels et Méthodes**

## I. les Analyses effectuées dans le laboratoire de SIOF :

### 1. Introduction :

Pour garantir la qualité des huiles produites, il faut veiller à la qualité des produits par plusieurs contrôles faisant intervenir les techniques de la chimie analytique instrumentale et non instrumentale.

### 2. But :

Les analyses effectuées au laboratoire de la SIOF constituent une étape primordiale qui a comme but le suivi de l'huile dès son entrée à la société à l'état brute jusqu'à la fin du processus de raffinage et la vérification de sa conformité avec les normes imposées.

Parmi ces analyses il y a celles qui s'effectuent quotidiennement à un intervalle de temps régulier et celles qui sont sur demande au cas d'un problème rencontré lors du raffinage.

La prise des échantillons se fait régulièrement à chaque étape de raffinage comme suit (Tableau 1) :

Tableau1 : les différentes analyses effectuées dans le laboratoire de Siof

Echantillon	Analyses
Huile brute (B)	Acidité, taux d'impuretés, taux d'humidité
Huile déémucilaginée(M)	Acidité
Huile neutralisée(S1)	Taux de savon, acidité
Pâte de neutralisation	Acidité
Huile séchée(HS)	Taux de savon, acidité, taux de phosphore
Huile filtré (F)	Acidité
Entrer de désodoriseur(ED)	Acidité, savon
Sortie de désodoriseur	Acidité, savon, transmission
Conditionnement	Acidité, taux de phosphore, indice de peroxyde
Eau de chaudière	La dureté totale
Maturateur	Acidité, taux de savon

### 3. les Analyses effectuées dans l'étape de neutralisation :

#### 3.1) taux de savon :

##### i. Définition :

C'est la détermination de la quantité de savon contenu dans les huiles exprimée en milligramme d'oléate de sodium dans un kilogramme de matière grasse, pour savoir si on a une perte d'huile ou non.

##### ii. Principe :

Une dissolution de l'huile dans la solution acétonique donne une coloration bleu-vert qui confirme la présence de savons dans l'huile puis un titrage avec l'acide chlorhydrique donne une coloration jaune claire.

##### iii. Mode opératoire :

- Préparer l'échantillon pour essai.
- Peser une masse inférieure ou égale à 5g
- Ajouter 100 ml de la solution acétone/eau et mélanger.
  - Si l'huile ne contient pas de savon la coloration reste jaune et on ne titre pas.
  - Si l'huile contient du savon, on a un changement de couleur de jaune en vert foncé et dans ce cas on titre avec HCl (0,01 N) jusqu'à obtention coloration jaune.

Expression du résultat :

$$\text{Taux de Savon} = \frac{3040 \times V}{PE}$$

- 3040(g/mol) : masse molaire du savon.
- V (ml) : volume (HCL) versé.
- PE(g) : prise d'essai.

### 3.2) Dosage de l'acidité de l'huile :

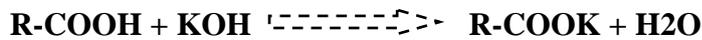
#### I. Définition :

L'acidité peut être définie comme étant le pourcentage d'acide gras exprimé conventionnellement en acide oléique.

#### II. Principe :

Il s'agit d'une dissolution de la matière grasse dans de l'éthanol, puis titrage des AGL présents au moyen d'une solution titrée de KOH en présence de phénolphaléine comme indicateur.

L'équation de la réaction est la suivante :



Acide gras    potasse

Sel

Eau

#### III. Mode opératoire :

Suivant ce protocole on peut calculer l'acidité :

- On met à peu près 100 ml d'alcool distillé dans un ballon de 250ml Comme solvant.
- On ajoute 2 à 3 gouttes de phénolphaléine comme indicateur spécifique.
- On neutralise l'alcool qui a un caractère acide par KOH de 0,1 N (Coloration rose)
- On pèse la quantité d'huile nécessaire au dosage (5 à 10 g)
- On titre par KOH 0,1N le mélange huile et alcool neutralisé jusqu'à la zone de virage ce qui signifie que tous les acides gras sont neutralisés

Expression du résultat :

$$\%AC = \frac{2,82xV}{PE}$$

- 2,82 (g/mol): Masse molaire d'acide oléique
- V (ml): volume de KOH versé
- PE(g) : prise d'essai

### 3.3) Analyse de la pâte de neutralisation :

#### i. But :

Cette analyse permet de savoir s'il y a une perte d'huile au niveau de la pâte de neutralisation en déterminant son acidité.

#### ii. Mode opératoire :

- On pèse environ 10g de pâte, on ajout 7ml d'eau, 7ml d'acide sulfurique.
- On laisse le mélange chauffer jusqu'à dissolution de la pate et virage de couleur de rouge vers le marron, avec l'agitation.
- Une fois dissoute, on place le mélange dans une ampoule à décanter ou il y a apparition des deux phases : l'huile, eau et l'acide
- Les deux phases obtenues sont mis dans un tube puis dans un centrifuge.

A la fin on calcul la teneur en acidité en % en masse dans la pâte de neutralisation selon le protocole suivant :

- On met à peu près 100 ml d'alcool distillé dans un ballon de 250 ml Comme solvant.
- On ajoute 2 à 3 gouttes de phénophtaléine comme indicateur spécifique.
- On neutralise l'alcool qui a un caractère acide par KOH de 0,1 N (Coloration rose)
- On ajoute une prise d'essai de la matière grasse d'environ 1g
- On titre par KOH 1N, le mélange huile et alcool neutralisé jusqu'à la zone de virage ce qui signifie que tous les acides gras sont neutralisés

Expression des résultats :

#### ❖ acidité de la pate :

$$\%AC = \frac{(28,2 \times V)}{PE}$$

- 28,2 (g/mol): Masse molaire
- V (ml): volume de KOH versé
- PE (g): prise d'essai

# **Chapitre IV :**

## **Résultats et discussions**

## I. Suivi des paramètres influençant l'acidité de la pâte de neutralisation et le taux de savon de l'huile neutre :

### ✓ Problématique

Ce travail porte sur la neutralisation qui est une partie importante dans les étapes de raffinage. Elle permet l'élimination des acides gras libres, les matières colorées et les phospholipides ainsi que les métaux (tels que fer et cuivre) présents à l'état de traces qui sont considérés comme des catalyseurs d'oxydation qui peuvent accompagner l'huile lors de stockage.

La neutralisation se fait par injection de la soude par une pompe. Le mélange d'huile et de soude passe dans un mélangeur à grande vitesse pour éliminer tout risque de saponification parasite avant d'être envoyé vers le séparateur à bol auto-déboureur destinée à séparer les pâtes de neutralisation.

Nous avons donc essayé de suivre les variations de l'acidité de la pâte de neutralisation et le taux du savon qui sortent du séparateur (figure :16), en fonction de la variation des trois paramètres: la température, le temps de séparation et la contre-pression de séparateur, afin de trouver les conditions optimales pour minimiser les pertes d'huile au niveau de la pâte et pour avoir le meilleur rendement lors de l'étape de neutralisation, en respectant les normes du taux de savon d'huile et de son acidité.

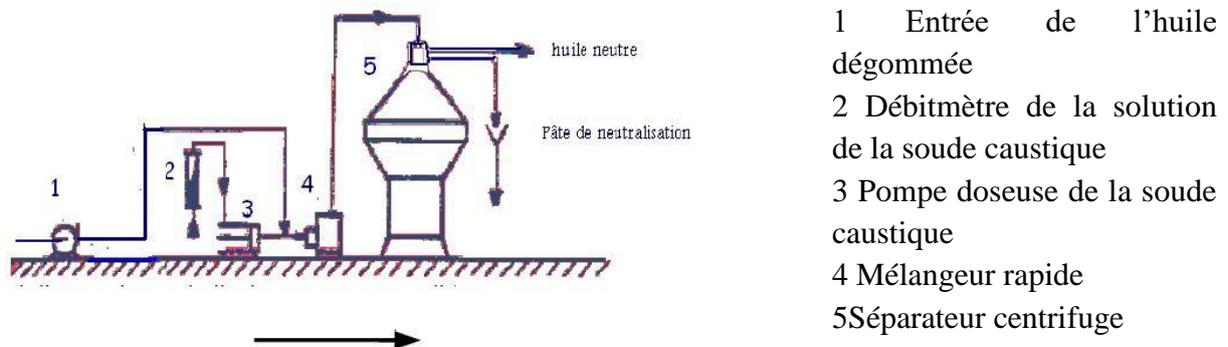


Figure 16: schéma de la neutralisation de l'huile.

### 1. suivi des paramètres influençant le taux de savon dans l'huile neutre :

Le paramètre qui influence le taux de savon :

- La contre pression

### 1.1) La variation de la contre pression :

La contre pression est un élément important et qu'il faut contrôler tout au long de notre opération. L'intervalle de variation de pression est limité entre 1bar à 2,8 bar. Si la pression n'a atteint pas 1bar, le risque de passage d'une grande quantité des savons dans l'huile neutralisée est très important.

On fixe d'abord les paramètres suivants :

- La température =86C°
- La concentration de la soude C=18°Be
- Le débit de la soude = 120L/h
- Le temps de séparation=900s

On varie la contre pression, et on obtient les résultats suivants (tableau 2 et figure 17) :

Tableau 2 : la variation de taux du savon en fonction de la contre pression

Contre pression (bar)	Taux de savon (ppm)
1.4	4332
1.5	4020
2	1148
2.4	810
2.8	800

Normes : 600\_1200ppm

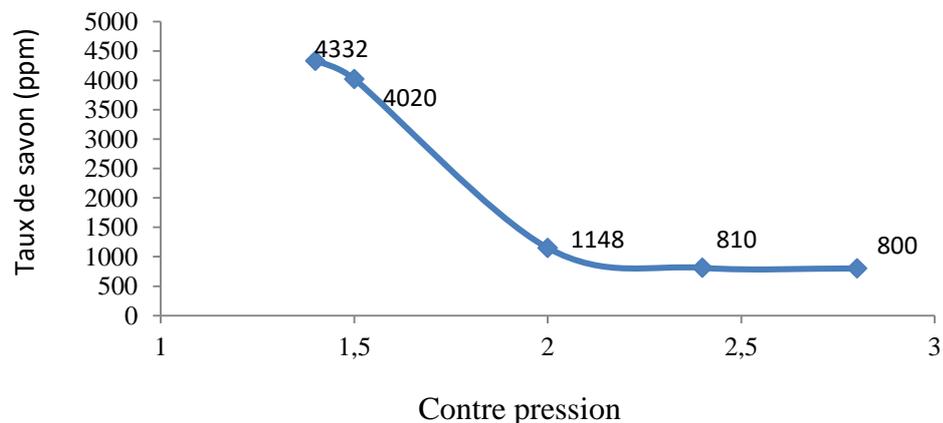


Figure 17 : l'influence de la variation de la contre pression sur le taux de savon

D'après la figure, nous remarquons qu'une augmentation de contre pression, génère une diminution de taux de savon donc pour une bonne séparation, la contre pression devra être située à une valeur supérieure à 2 bar pour éviter le passage d'une grande quantité des savons dans l'huile neutralisée.

## 2) suivi des paramètres influençant l'acidité de la pâte de neutralisation :

La valeur de l'acidité de la pâte est déterminée par des facteurs importants :

- La température
- La contre pression
- Le temps de séparation

### 2.1) Variation de la température :

La température est un facteur important pendant la neutralisation. La réaction de saponification est lente ce qui peut causer la saponification de l'huile neutre (saponification parasite) et pour cela dès le début de raffinage, l'huile brute est portée de la température ambiante (température de stockage extérieure) à une température qui a voisine les 90°C pour accélérer la réaction de saponification.

On fixe d'abord les paramètres suivants :

- La contre pression = 2 bar
- La concentration de la soude  $C=18^{\circ}\text{Be}$
- Le débit de la soude = 120L/h
- Le temps de séparation=900s

On varie la température, et on obtient les résultats suivants (tableau 3 et figure18) :

Tableau 3 : Effet de la Température sur pâte de neutralisation

Température (°C)	Acidité de la pâte(%)
90	60,33
88	61.45
86	67.36
78	59.7
70	56.32

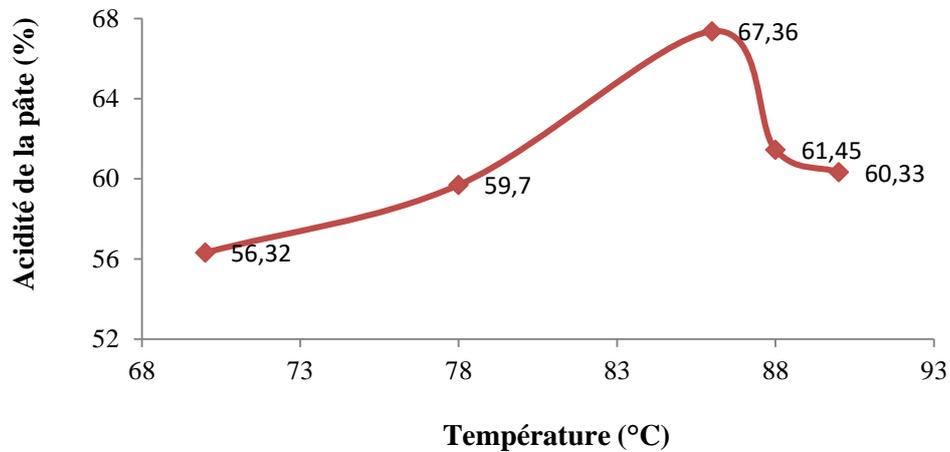


Figure18 : influence de la variation de la température sur l'acidité de la pâte

On constate que l'acidité de la pâte augmente avec la température jusqu'à une valeur optimal de l'ordre de 67,36% à  $T=86^{\circ}\text{C}$  et après elle commence à diminuer. On peut conclure qu'une bonne séparation correspond donc à  $86^{\circ}\text{C}$  où l'acidité de la pâte sera élevée et le rendement sera également élevé. Donc on doit fixer ce paramètre à cette valeur pour la suite de l'expérience.

### 2.2) La variation de la contre pression :

On fixe d'abord les paramètres suivants :

- La température =  $86^{\circ}\text{C}$
- La concentration de la soude  $C=18^{\circ}\text{Be}$
- Le débit de la soude = 120L/h
- Le temps de séparation = 900s

On varie la contre pression, on obtient les résultats suivants (tableau 4 et figure 19) :

Tableau 4 : variation de l'acidité de la pâte en fonction de la contre pression

La contre pression	Acidité de la pâte(%)
1	52
1.5	58.7
2	67.36
2.4	66.7
2.8	64.3

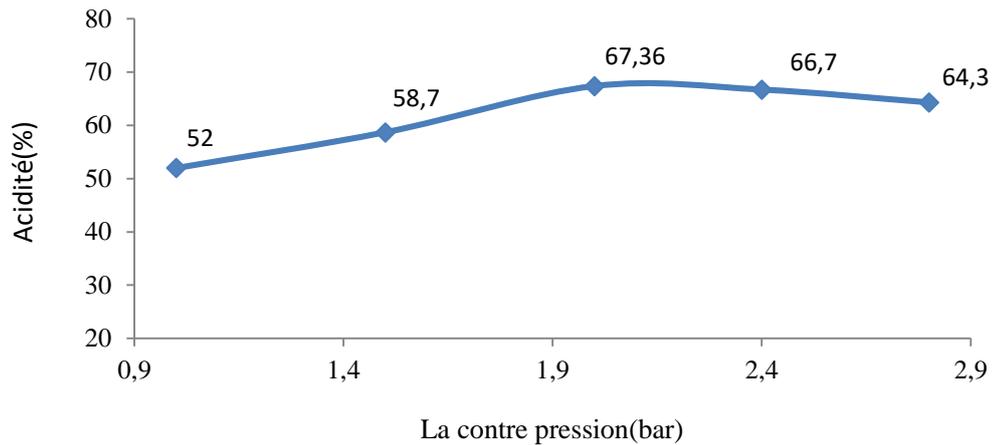


Figure 19: l'influence de la variation de la contre pression sur l'acidité de la pâte

D'après les résultats obtenus on observe que l'acidité de la pâte augmente quand la contre pression augmente, elle atteint une valeur maximale de 67,36% à 2 bar, après elle diminue. Donc la bonne séparation se fait à une pression de 2 bar où l'acidité de la pâte et le rendement sont élevés.

### 2.3) La variation du temps de séparation :

Le temps de la séparation c'est le temps nécessaire pour séparer les deux phases légères qui contiennent l'huile neutre.

On maintient constant les paramètres suivants :

- La température = 86°C
- La concentration de la soude C = 18°Be
- Le débit de la soude = 120L/h
- La contre pression = 2bar

On varie le temps de séparation, on obtient les résultats suivants (tableau 5 et figure 20) :

Tableau 5 : représente l'effet du temps de séparation sur l'acidité de la pâte

temps de la séparation	Acidité de la pâte(%)
600	60.45
900	67.36
1100	62.3
1200	60.1
1400	58.82

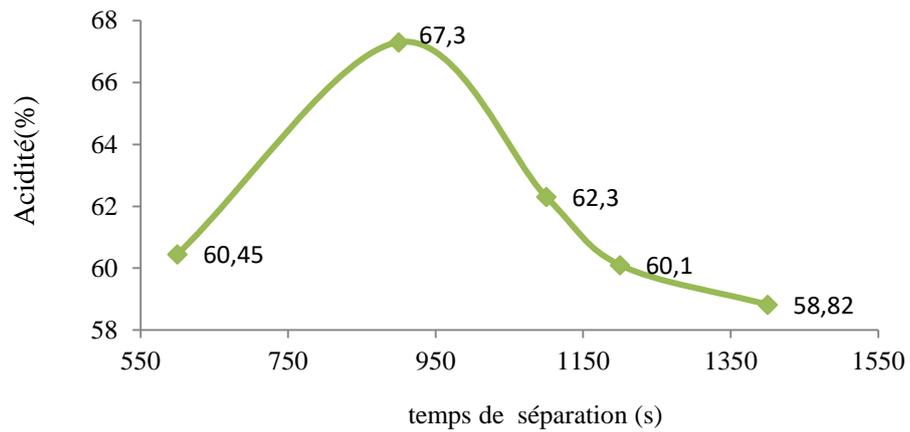


Figure 20 : influence de la variation du temps de la séparation sur l'acidité de la pâte

D'après les résultats obtenus on observe que l'acidité de la pâte augmente avec le temps de séparation, elle atteint une valeur maximale de 67,3 % à 900s, après elle commence à baisser. On peut conclure que la bonne séparation se fait à 900s ou l'acidité de la pâte et le rendement sont élevés.

## *CONCLUSION*

Ce travail porte sur la neutralisation d'huile qui est une partie importante dans les étapes de raffinage.

Nous avons réalisé un suivi de l'acidité de la pâte de neutralisation et le taux du savon en fonction de la variation des trois paramètres: la température, le temps de séparation et la contre-pression de séparateur, afin de trouver les conditions optimales pour minimiser les pertes d'huile au niveau de la pâte et pour avoir le meilleur rendement lors de l'étape de neutralisation, en respectant les normes du taux de savon d'huile et de son acidité.

Le résultats ainsi trouvés, nous a permis de conclure que les conditions optimales qui peuvent assurer une bonne séparation et de minimiser les pertes d'huile dans la pâte et aussi un taux de savon de S1 qui est bien dans la norme, lors de l'étape de neutralisation sont :

- T=86°C
- Contre pression =2 bar
- temps de séparation = 900s.

## *Références Bibliographiques*

1. X., Morin, O., Birot, C., Gaud, M., Fazeuilh, S., & Gouband, M. (2010). Raffinage des huiles et des corps gras et élimination des contaminants. *Oléagineux, corps gras, lipides*, 17(2), 86-99.
2. Schwitzer M, 1952 Procédés continus dans l'industrie des corps gras SEP PARIS
3. Bessiere, J., & Aroua, M. K. (1992). Détermination par voie électrochimique des propriétés acido-basiques et oxydo-réductrices des solutions concentrées en acide phosphorique progressivement neutralisées par la soude. *Canadian Journal of Chemistry*, 70(6), 1843-1848.
4. Kebaili, M., & Zermam, A. (2013). Analyses physicochimie de l'huile de soja au cours du raffinage au niveau de complexe prolepse de ain m'lila.
5. RAPIDE, E., & PLUS, E. VITAMINE D3 VÉGÉTALE 1000IU. *OMEGA*, 2(63), 4-69.
6. Giannotti, C. (1968). Sur la photodimérisation de l'acétate de la vitamine A. *Canadian Journal of Chemistry*, 46(19), 3025-3032.