



UNIVERSITE SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH
FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES
Département de chimie



Licence Es-Sciences et Techniques (LST)

TECHNIQUES D'ANALYSE ET CONTROLE DE QUALITE (TACQ)

PROJET DE FIN D'ETUDES

L'effet de la soude caustique sur la décoloration de l'huile de soja

Présenté par :

- ✿ Berkani oumaima

Encadré par :

- ✿ Pr Skalli Mohammed Khalid (FST-FES)
- ✿ Mlle El Farroudi Fatima (SIOF)

Soutenu Le 15 Juin 2015 devant le jury composé de:

- ✿ Pr. Skalli Mohammed Khalid (FST-FES)
- ✿ Pr. Chaouki Mohammed (FST-FES)
- ✿ Pr. Assouik Jamal (FST-FES)

Stage effectué à SIOF

Année Universitaire 2014 / 2015

FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES FES

☐ 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>

DEDICACES

Je dédie ce modeste travail en premier lieu à mes parents qui n'ont rien épargné quant à mon éducation et à ma formation, et qui n'ont jamais cessé de m'encourager pour faire de mieux.

- Au personnel de **SIOF** Qui m'ont épaulé durant la période de stage.
- A mes formateurs Qui m'ont soutenu en témoignage de notre reconnaissance, pour toute la sollicitude et les encouragements qu'ils n'ont cessé de me prodiguer.
- A mes ami(e)s et mes collègues qui m'ont beaucoup encouragé, je les souhaite le bonheur et la réussite dans leurs vies.

REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier Allah le tout puissant et miséricordieux, qui m'a donné la force et la patience d'accomplir ce modeste travail.

Je tiens à exprimer mes remerciements sincères aux nombreuses personnes ayant contribué de près ou de loin à l'aboutissement de ce projet de fin d'études.

Je souhaite adresser mon premier remerciement à **Mr Errafik Younes**, Directeur adjoint de la société industrielle oléicole de Fès pour m'avoir donné l'opportunité de réaliser ce stage.

Je tiens à remercier au même titre mon encadrante de stage **Mlle ElFarroudiFatima** pour ses précieux conseils, ainsi que la compréhension et l'entière disponibilité dont elle a fait preuve à l'égard de mon rythme de travail.

De même j'exprime mes profonds remerciements à l'ensemble des fonctionnaires de la SIOF, pour m'avoir prêté main forte, et préconisé des conseils louables et précieux durant les différentes étapes du stage que j'ai eu à effectuer parmi eux.

Je présente une grande reconnaissance à mon Encadrant **Mr le Professeur skalliMohammed Khalid** qui a suivi ce travail avec un grand intérêt. C'est grâce à son aide que ce travail est mené bien à terme.

Ainsi, je tiens à remercier les membres de jury **Mr le Professeur Chaouqimohammed** et **Mr le Professeur Assouik Jamal** qui ont accepté de jurer mon projet fin d'étude.

Je ne peux laisser passer cette occasion sans rendre hommage à tout le corps professoral et administratif de la faculté des sciences et techniques de Fès.

Enfin, je tiens à remercier toute personne ayant contribué, de près ou de loin à l'achèvement de mon projet fin d'étude.

LISTE DES TABLEAUX

<u>Tableau 1</u> : Caractéristique de l'huile de soja.....	5
<u>Tableau 2</u> : Composition de l'huile de soja en acide gras.....	5
<u>Tableau 3</u> : Composition de l'huile de tournesol en acide gras.....	6
<u>Tableau 4</u> : Composition de l'huile d'olive en acide gras.....	7
<u>Tableau 5</u> : Les analyses effectuées sur chaque étape de raffinage.....	17
<u>Tableau 6</u> : Les normes de l'acidité de l'huile de soja à quelques étapes de raffinage.....	18
<u>Tableau 7</u> : Les normes du taux de savon de l'huile de soja à quelques étapes de raffinage..	19
<u>Tableau 8</u> : Les normes de l'humidité de quelques huiles.....	20
<u>Tableau 9</u> : Résultat de la solution préparée à partir de la soude en pastille pour les trois concentrations.....	23
<u>Tableau 10</u> : Le volume de NaOH à ajouter pour la neutralisation d'une l'huile brute d'acidité 0.52.....	26
<u>Tableau 11</u> : Variation de rendement, d'acidité de l'huile et de la pâte et taux de savon d'huile neutralisée avec différente concentrations.....	27
<u>Tableau 12</u> : Variation de rendement, d'acidité d'huile et la transmittance et taux de savon d'huile décolorée avec différente concentration.....	30

LISTE DES FIGURES

<u>Figure 1</u> : Organigramme de la société SIOF.....	3
<u>Figure 2</u> : Les divers produits de la SIOF.....	4
<u>Figure 3</u> : Schéma montrant les différentes étapes du raffinage des huiles alimentaires.....	9
<u>Figure 4</u> : Les machines du lavage.....	12
<u>Figure 5</u> : Décolorateur.....	13
<u>Figure 6</u> : SIDEL la machine qui réalise le soufflage.....	15
<u>Figure 7</u> : Remplissage SERAC.....	16
<u>Figure 8</u> : Etiqueteuse KORNES.....	16
<u>Figure 9</u> : Casseuses SAMOVI.....	16

SOMMAIRE

Introduction.....	1
-------------------	---

PARTIE 1 : Présentation de la société

I. Présentation.....	2
II. Historique.....	2
III. Organigramme.....	3
IV. Les huiles alimentaires.....	3
1. Définition.....	3
2. Composition.....	4
V. Les huiles élaborées par la société.....	4

PARTIE 2 : Description du processus de raffinage et du conditionnement

Chapitre 1 : Processus de raffinage de l'huile de soja

I. Principe du raffinage.....	8
II. Description du processus de raffinage industriel.....	8
1. Démucilagination.....	10
2. Neutralisation.....	11
3. Lavage.....	12
4. Séchage.....	12
5. Décoloration.....	13
6. Filtration.....	13
7. désodorisation.....	14
8. Fortification.....	14

Chapitre 2 : Emballage et conditionnement

I. Définition.....	15
II. Description des étapes de conditionnement.....	15

Chapitre 3 : Les analyses effectuées au sein de laboratoire

I. Introduction.....	17
II. Les analyses effectuées au sein de laboratoire sur l'huile de soja.....	18
1. Contrôle de l'acidité.....	18
2. Contrôle des savons.....	28
3. Analyse de la pâte de neutralisation.....	19
4. Humidité.....	20
5. Dosage des impuretés.....	20
6. Dureté de l'eau.....	21
7. Transmission.....	21
8. Excès de soude.....	22

PARTIE 3 : l'effet de la soude caustique avec différente concentration sur la décoloration de l'huile de soja

I.	Introduction.....	23
	1. Objectif de sujet.....	23
	2. Expérimentation.....	23
II.	Description de l'étude.....	23
	1. Préparation de la soude caustique.....	23
	2. Neutralisation.....	24
	3. Lavage.....	27
	4. Séchage.....	27
	5. Décoloration.....	27
	<u>Conclusion</u>	34

INTRODUCTION

La fabrication des huiles alimentaires fait partie des industries agroalimentaires qui ont des activités basés sur des matières premières qui sont des produits agricoles végétaux ou animaux, un enchaînement bien défini de différentes opérations unitaires traduit un procédé qui relie la matièrepremière et le produit fini.

De la gaine à l'huile raffinée, les technologies d'obtention et de transformation des huiles doivent garantir parfaitement la qualité et fournir en final un produit répondant à des spécifications trèscomplètes, ces technologie ont évolué pour répondre à cette problématique et intégrer les contraintes actuelles de l'industrie ; de rentabilité et de respect de l'environnement.

L'objectif de ce stage est de permettre en tant qu'étudiante, de développer une interactivité et une synergie entre la formation théorique et l'expérience pratique. Mon choix s'est porté sur SIOF en raison de son excellente réputation et sa bonne position sur le marché.

Dans ce cadre, et durant ce stage au sien de la SIOF, l'intérêt a été porté sur l'effet de la soude soit en excès ou en défaut sur la décoloration de l'huile de soja.

Ce travail est présenté en trois parties, lapremière concerne la présentation de l'entreprise. La deuxième décrira le processus de production et le conditionnement au sien de la société de SIOF et aussi portera sur les analyses effectué au sien de laboratoire de la SIOF. Et la dernière présent la partie expérimentale réaliser au niveau du laboratoire de la société.

PARTIE 1

Présentation de la société

I. Présentation

La SIOF « Société Industrielle Oléicole de Fès » est l'une des sociétés les plus performantes à l'échelle nationale, c'est une société anonyme à vocation agro-alimentaire plus exactement dans le domaine de l'extraction, raffinage, conditionnement des huiles alimentaires et conserve des olives.

La SIOF dispose de trois sites industriels :

- Le 1er site se situe en zone industrielle Sidi Brahim, s'étend sur une superficie de 20000 m² et assure la trituration des olives, la production de conserves d'olives et l'extraction d'huile de grignon.
- Le 2ème est situé en zone industrielle **Dokkarat**, et occupe une superficie de 12000 m², assure le raffinage et le conditionnement des huiles alimentaires.
- Le troisième site est situé à **Ain Taoujtate** et assure l'extraction d'huile de grignons

Le groupement SIOF « Dokkarat » possède un complexe qui comprend :

- un matériel d'extraction de l'huile de grignon.
- Un matériel de raffinage des huiles alimentaires.
- Une unité de fabrication d'emballage et conditionnement de produits.
- Un réseau de distribution

La société dispose de plusieurs dépôts dans les principales villes marocaines : Oujda, Casablanca, Oued Zem, Marrakech et Tétouan

II. Historique

SIOF est créée en 1961 sous forme d'une société à responsabilité limitée (SARL), c'est une réalisation familiale qui n'a pas cessé de développer ses moyens, de diversifier et d'améliorer la qualité de ses produits.

Au départ l'activité initiale de la société était simplement la pression des olives, l'extraction de l'huile de grignon et le conserve des olives.

1966 : SIOF a pu installer une raffinerie d'huile de table avec une capacité de 12000 tonnes/an.

1972 : la société a intégré dans ses activités une usine de fabrication des emballages en plastique et un nouvel atelier pour les matériaux nécessaires au remplissage, capsulage et étiquetage des bouteilles (½ L, 1L, 2L, 5L).

1977 : cette nouvelle installation a permis de devenir un complexe important pour le capsulage et l'étiquetage des produits

1978 : Le produit de la SIOF s'est étendu dans tout le royaume grâce au premier lancement de la campagne publicitaire, l'ouverture des dépôts aux différentes régions du royaume. Tout cela a permis à la société de devenir plus proche au consommateur surtout avec ses différents produits de qualité.

1980 : afin d'augmenter sa production, l'entreprise a mis en place une installation de raffinage d'une capacité de 30000 tonnes par an.

A partir de **1985** : elle s'est transformée en société anonyme (SA) avec un capital de 51 millions de dirhams dont les actions sont réparties entre la famille LAHBABI.

1993: l'entreprise a mis en place une raffinerie d'huile brute à base de soja.

2003-2004 : la société a installé deux chaînes de production des bouteilles (types de plastiques), Pour le conditionnement des huiles en format 0.5L, 1L 2L et 5L.

Aujourd'hui, la société se trouve devant une concurrence de plus en plus accrue, lui imposant d'adopter une gestion et un management plus moderne pour être compétitive tant au niveau national qu'international.

III. 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 :

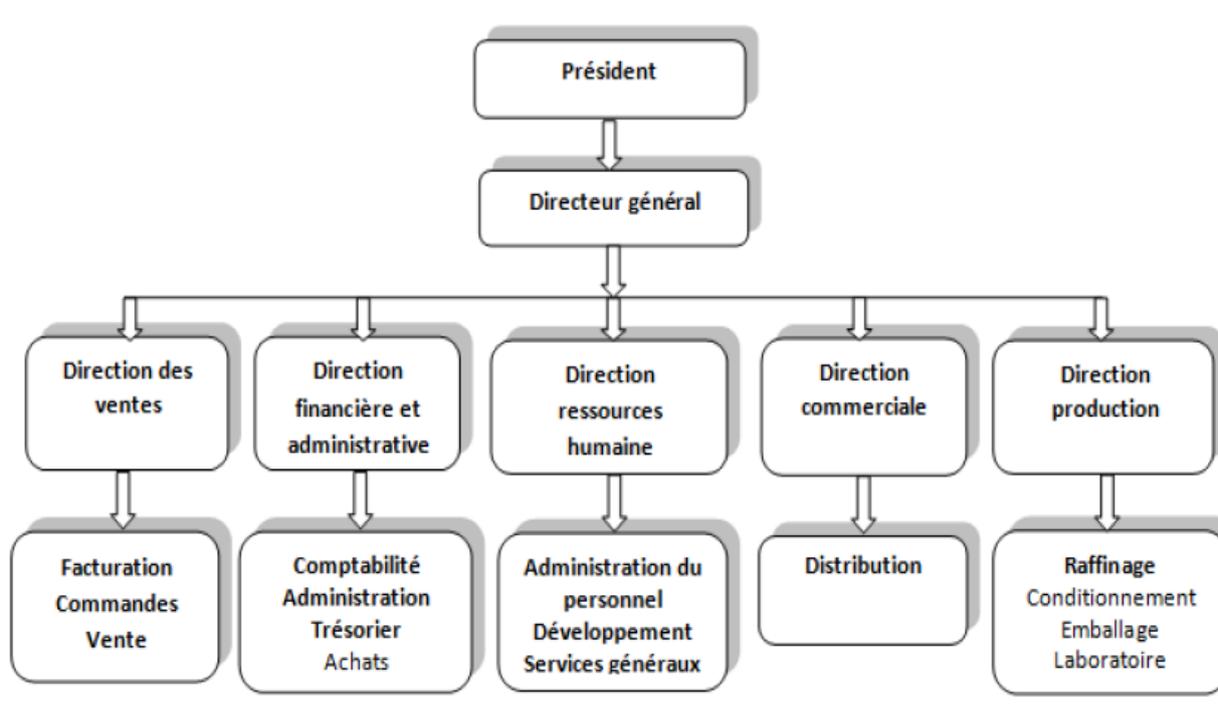


Figure 1 : Organigramme de la société SIOF

IV. Les huiles alimentaires

1) Définition

L'huile est un terme générique désignant des matières grasses qui sont à l'état liquide à température ambiante et qui ne se mélangent pas à l'eau.

Les huiles sont des liquides gras, visqueux, d'origine animale, végétale, minérale ou synthétique. Elles se différencient des graisses qui sont pâteuses dans les conditions normales d'utilisation.

2) Composition

L'huile est composée de :

- Les acides gras libres

Les acides gras libres ne sont pas fixés à une molécule de glycérol et sont des lipides peu assimilables par l'homme.

La teneur d'une huile en acide gras libre s'exprime par l'acidité oléique.

Le raffinage permet notamment de retirer ces acides gras libres.

- L'insaponifiable

Fraction qui ne peut pas être transformée en savon.

Il est composé suivant les huiles de :

- Vitamines (A, D, E sous forme de tocophérols)

- Différents stérols (l'analyse de ces composants donne une carte génétique de l'huile et permet une identification sûre des huiles)

- Des cires

- D'hydrocarbures naturels (carotène, scalène,...)

- Les triglycérides

Un triglycéride est composé de 3 acides gras fixés sur une molécule de glycérol.

Les acides gras sont composés d'une chaîne d'atomes de carbone (6 à 24), sur ces atomes de carbone sont fixés des atomes d'hydrogène.

V. Les huiles élaborées par la SIOF

La SIOF produit une large gamme de produits qui lui permet de toucher une large partie des consommateurs sur le marché.

Les quatre catégories d'huile produites par la SIOF sont :

- ✚ « **SIOF** » : huile de table raffinée à base de soja.
- ✚ « **FRIOR** » : huile de tournesol raffinée.
- ✚ « **MOULAY IDRIS** » : huile d'olive vierge courante.
- ✚ « **ANDALOUSSIA** » : huile de grignon et d'olive raffinée.

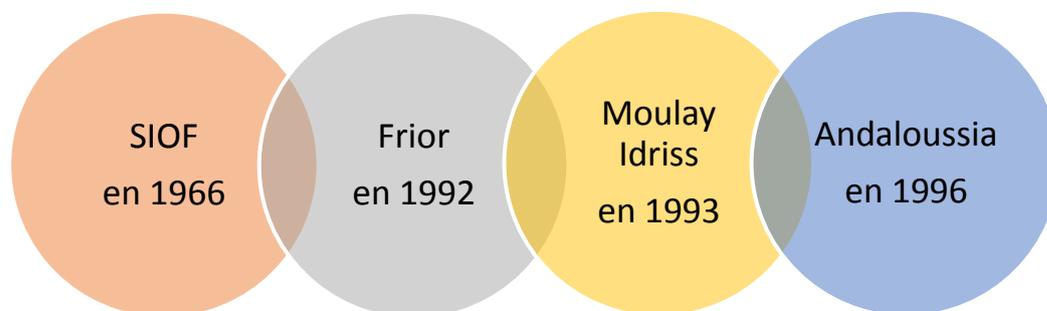


Figure 2 : Les divers produits de la SIOF

❖ Huile 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.

Sa richesse en lécithine la rend précieuse pour la reconstitution des cellules nerveuses et cérébrales, sa bonne digestibilité en fait une bonne remplaçante de l'huile d'olive pour ceux qui ne peuvent la tolérer, Les grands pays producteurs de soja sont : les Etats-Unis, le Brésil, l'Argentine et la chine.

L'huile de soja contient de l'acide oléique (23 %), de l'acide linoléique (51 %), et de l'acide alpha-linoléique (8 %). C'est une source naturelle importante d'acides gras insaturés des familles des oméga-6 et des oméga-3.

L'huile brute de soja est définie en termes d'humidité, impuretés, teneur en phosphatides, en acides gras libres et aussi en termes de couleur, caractéristiques d'oxydation et traces métalliques :

Tableau 1 : Caractéristique de l'huile de soja

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

Tableau 2 : Composition de l'huile de soja en acides gras

<u>Type d'huile</u>	<u>Sa composition</u>
<u>L'huile de Soja</u>	<ul style="list-style-type: none">- 14,4% d'acides gras saturés.- 23% d'acides gras mono-insaturés.- 57,9% d'acides gras polyinsaturés.- 6,8% d'acide linoléique (Oméga-3).- 51% d'acide linoléique (Oméga-6).

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

Elle diffère des autres huiles végétales par le niveau de la forme d'insaturation et la quantité appréciable d'acide linoléique (C18 :3), ce dernier est très sensible à l'oxydation donc vaut mieux éviter le contact de l'huile avec l'oxygène.

Plus le degré d'insaturation augmente, plus la vitesse de dégradation des acides gras est importante.

❖ Huile de tournesol



L'huile de tournesol est extraite des graines soit ParBroyage 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). D'une couleur jaune d'or, elle a une légère odeur de noisette. L'huile de tournesol supporte parfaitement la chaleur et elle se conserve bien longtemps.

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.

Tableau 3 : Composition de l'huile de Tournesol en acides gras

<u>Type de l'huile</u>	<u>Sa composition</u>
<u>L'huile de Tournesol</u>	<i>-67% d'acide linoléique (C18:2 w-6 polyinsaturé). -19,7% d'acide oléique (C18 :1 w-9 mono-insaturé). -6% d'acide palmitique (C16 :0 saturé). -5% d'acide stéarique (C18 :0 saturé).</i>

❖ Huile d'olive



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.

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.

***Remarque :** « Moulay Idriss : huile non raffinée »

Tableau 4 : composition de l'huile d'olive en acides gras

<u>Type de l'huile</u>	<u>Sa composition</u>
<u>L'huile d'olive</u>	-14% d'acide gras saturés. -74% d'acides gras mono-insaturés (acide oléique). -8% d'acides gras polyinsaturés. -Vitamines : A, D, E et K. -Autres composés.

❖ Huile de grignon



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 de l'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, proportion qui dépend du système utilisé. Le grignon est séché, broyé et traité au solvant pour obtenir une huile dite 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. Les grignons sont très vulnérables à l'oxygène atmosphérique responsable de l'altération des propriétés organoleptiques.

PARTIE 2

Description du processus du raffinage et du conditionnement

Chapitre 1 : Processus du raffinage de l'huile de soja

I. Principe du raffinage

Le raffinage est l'ensemble des opérations qui servent à éliminer les produits indésirables de l'huile brute en un produit comestible en éliminant les impuretés qui le rendent impropres à la consommation en l'état.

En effet, les huiles contiennent de nombreux composés : certains sont très utiles comme les vitamines, d'autres sont nuisibles (gommes, acides gras libres, pigments, agents odorants, ...)

Le raffinage consiste donc à éliminer au mieux ces composés afin d'obtenir une huile aux qualités organoleptiques et chimiques satisfaisantes.

Il existe deux types de raffinage :

- ✓ *Le raffinage chimique.*
- ✓ *le raffinage physique.*

Le choix entre raffinage physique et chimique se fait en fonction de la nature de l'huile, de sa qualité et des objectifs visés.

L'huile brute peut contenir des substances contaminants, qui peuvent être toxiques, et dont les concentrations dépendent des techniques d'agriculture, de l'impact de l'environnement, des moyens utilisés pour le séchage et le stockage. Seul le raffinage est capable d'éliminer ces composés.

II. Description du processus de raffinage industriel

Au niveau de la société industrielle oléicole de Fès, deux lignes de production séparées l'une de l'autre sont à distinguer :

- La 1ère ligne est réservée au raffinage des huiles de tournesol et celle de grignon.
- La 2ème ligne est réservée à l'huile brute de soja.
- Les deux lignes suivent les mêmes étapes à l'exception de quelques différences (prédecirage et decirage pour l'huile de tournesol et de grignon).

Le raffinage effectué au niveau de SIOF est un raffinage chimique qui se fait selon les opérations élémentaires suivantes :

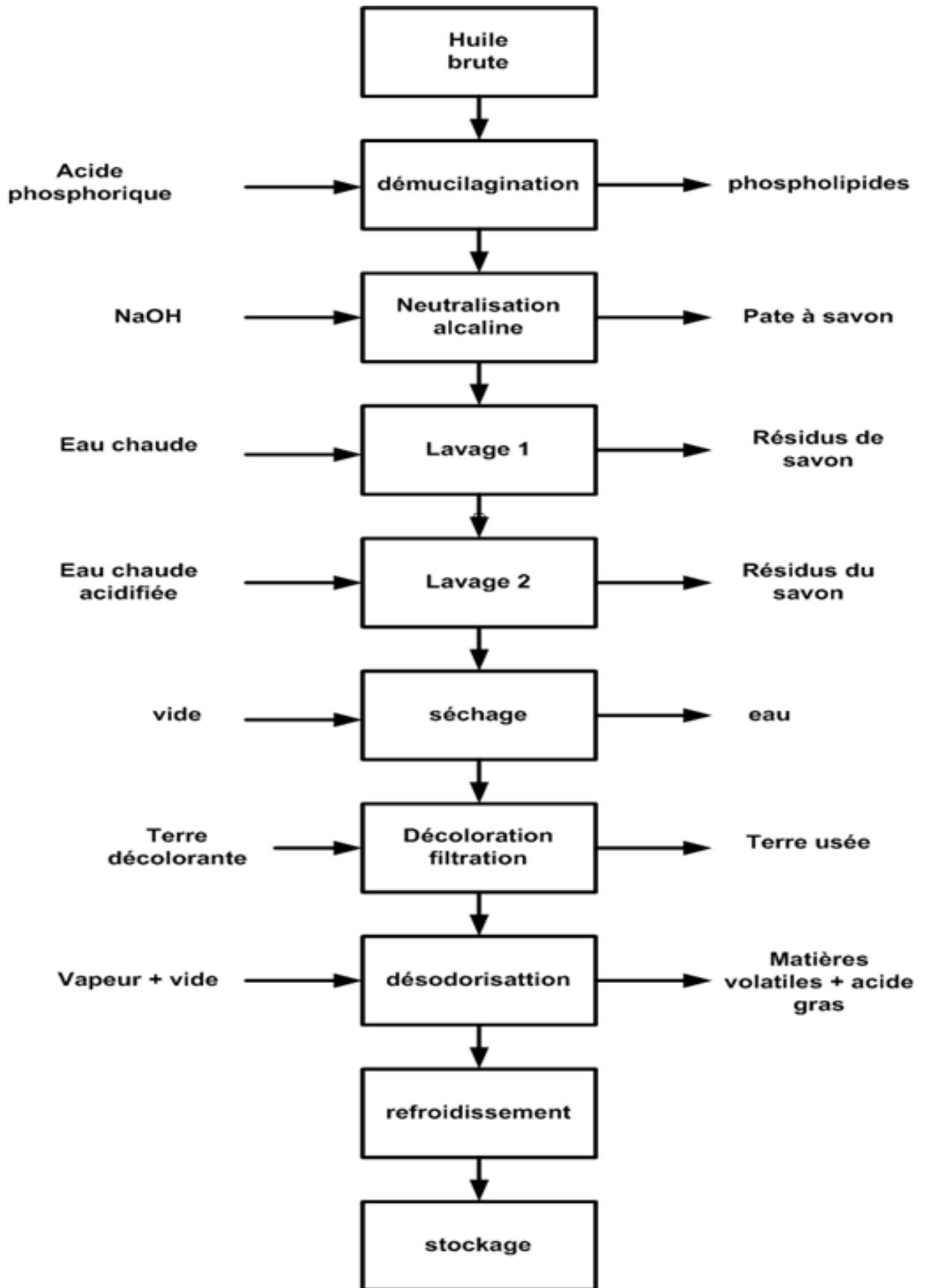


Figure 3 : Schéma montrant les différentes étapes du raffinage des huiles alimentaires

1. Démucilagination

Principe

Cette opération consiste à éliminer de l'huile brute, les phospholipides, les lécithines, les pigments, les impuretés mécaniques.... L'ensemble de ces produits est souvent désigné sous le nom de gommages, qui sont nuisibles à la santé, à la conservation et aux opérations du raffinage de l'huile, ces gommages sont hydrolysés grâce à un acide et se détachent alors des triglycérides.

L'ensemble des phospholipides et des gommages est dénommé "mucilage". La présence de ces substances dans l'huile entraîne un certain nombre d'inconvénients :

- De nombreux essais ont montré qu'une huile mal raffinée (mal débarrassée de ces phospholipides) s'acidifie, s'oxyde et prend plus rapidement un goût désagréable.
- Ces phospholipides peuvent provoquer des émulsions.
- Les composés phosphorés en présence d'eau forment des précipités dits mucilages qui ne sont pas admis dans une huile livrée à la consommation.
- Ces substances sont souvent liées à des métaux catalyseurs d'oxydation ; désactivant les terres décolorantes et colmatant rapidement les filtres.

Par ailleurs, l'élimination incomplète des composés phosphorés peut avoir comme conséquence de créer des difficultés dans les étapes ultérieures du raffinage : émulsion, désactivation de la terre décolorante et colmatage rapide des filtres, inhibition de la décoloration thermique lors de la désodorisation.

Procédé

Dans la société SIOF, l'opération de démucilagination se fait comme suit :

L'huile brute venant du bac de stockage est chauffée au moyen d'un échangeur thermique à plaque (le chauffage de l'huile brute est assuré par un transfert de chaleur avec l'huile déjà désodorisée) ; avant de la refouler à la cuve de lancement où le débit de l'huile brute est régulé.

L'huile est ensuite filtrée dans deux filtres à double corps afin de la débarrasser des impuretés solides qu'elle peut contenir.

Après, l'huile est chauffée à 90° C par la vapeur, dans un échangeur thermique à spiral.

Ensuite, l'opération se poursuit par injection de l'acide phosphorique par une pompe doseuse. L'huile et l'acide passent alors dans un premier mélangeur, puis dans un bac de contact où ils restent pendant 15 à 20 minutes.

Rendement de l'opération

Quel que soit l'agent de la démucilagination employé, le rendement de l'opération dépend généralement de :

- ✚ **La température** : une élévation de la température favorise la rupture de l'émulsion d'où une meilleure élimination des mucilages et une diminution des pertes. Cependant, une augmentation excessive de la température ne doit pas dépasser 90°C.
- ✚ **Le temps** : il est variable selon la quantité des mucilages dans l'huile brute. Il doit être de l'ordre de 15 à 20 min.
- ✚ **L'agitation** : une bonne agitation augmente la surface de contact et le passage des mucilages dans la phase aqueuse (entre l'acide et l'huile).

3. Lavage

Principe

Cette opération permet d'éliminer les substances alcalines (savon et soude) présentes dans l'huile sortante du séparateur de neutralisation, ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides et autres impuretés. Il est essentiel que l'huile brute subi une bonne préparation sinon il se produit des émulsions importantes et une partie de savon risque de ne



pas être éliminer. *Le lavage s'effectue par l'eau chaude et l'acide citrique.*

Figure 4 : Les machines du lavage

Procédé

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

❖ L'huile de soja neutralisée subit un seul lavage, elle reçoit de l'eau chaude et de l'acide citrique dilué ensuite le mélange passe dans un mixeur pour subir une centrifugation pour séparer l'eau savonneuse de l'huile lavée dans séparateur auto-déboureur.

Remarque :

- ✓ Les eaux de lavage contiennent encore de l'huile qu'on récupère par décantation (environ 1 à 3% de matière grasse).
- ✓ Pour l'huile de soja le lavage effectue en deux séparateurs.
- ✓ L'acide citrique facilite le lavage par action sur les savons et par augmentation de leur densité.
- ✓ L'huile lavée doit avoir une acidité inférieure à 0,04%.
- ✓ L'eau du lavage doit être la plus chaude possible (environ 90°C).

4. Séchage

Principe

Cette étape consiste à éliminer l'humidité présente dans l'huile lavée car la présence des traces d'eau qui diminue l'activité de la terre décolorante et provoque le colmatage rapide des filtres.

Procédé

La technique de séchage est simple, l'huile neutralisée sortant du lavage à une température de 90°C est pulvérisée dans une tour verticale maintenue sous vide à une pression de 0,6 à 0,8 bar appelé sécheur.

A la sortie du sécheur on doit avoir :

- ❖ Une acidité inférieure à 0,04%.
- ❖ Une humidité inférieure à 0,1% (qui était à l'entrée du sécheur entre 0,5 et 0,7%).
- ❖ Des traces du savon inférieures à 50 ppm.
- ❖ Un pourcentage en mucilages ne dépassant pas 10 ppm.

5. Décoloration

Principe

Après le séchage, l'huile passe à la décoloration qui vise à éliminer les peroxydes, les produits secondaires d'oxydation et essentiellement les pigments colorés (les chlorophylles et les carotènes). Elle fait intervenir le phénomène d'adsorption sur la terre décolorante et le charbon actif.



Figure 5 : Décolorateur

Procédé

Au niveau de la SIOF, la décoloration se fait comme suit : l'huile à la sortie du sécheur est séparée en deux conduites :

- Une première conduisant 90% de l'huile directement vers un échangeur thermique à spiral puis vers le décolorateur.
- Une deuxième conduisant 10% d'huile vers un mélangeur (une petite cuve munie d'un agitateur) où elle sera mélangée avec de la terre décolorante. Ce mélange rejoint ensuite les 90 % d'huile dans le décolorateur.

- Le décolorateur est constitué de deux compartiments, menu chacun d'eux d'un agitateur et un serpentin où circule de la vapeur afin que l'huile garde une température de 100°C-110°C, et avec une agitation efficace qui favorisera le contact pendant 20 min. l'huile est toujours traitée sous vide, de façon à empêcher l'oxydation favorisée par l'air.

Remarque :

- ❖ Pour l'huile de grignon, la décoloration se fait par du charbon actif car il est plus efficace.

6. Filtration

Principe

L'huile qui sort de la décoloration passe à la filtration. cette dernière se fait à travers un milieu poreux constitué par de la toile filtrante, dont le diamètre des pores est inférieur au diamètre des particules de la terre, ce qui permet le passage de l'huile seule à travers le filtre.

Procédé

Au sien de la SIOF, l'huile sortante du décolorateur doit être débarrassé de la terre qu'elle contient en suspension, pour cela, l'huile passe tout d'abord dans un gros filtre à plaque, puis dans deux autres petits filtres à poche (filtres de sécurité) pour s'assurer que l'huile ne contient plus de terre ou de matières en suspension. L'huile filtrée est ensuite stockée dans un réservoir.

7. Désodorisation

Principe

Cette opération a pour but d'éliminer les substances volatiles comme les aldéhydes et les cétones provenant de la décomposition des peroxydes instables, qui donnent une odeur et une saveur désagréables à l'huile, ainsi que les acides gras libres encore présents dont certains sont très sensibles à l'oxydation et d'éliminer aussi d'autres produits (stérols, tocophérol, hydrocarbures...).

Procédé

Après la filtration, l'huile arrive avec une température de 70°C elle passe dans une série d'échangeurs pour que sa température atteigne 240°C. Puis l'huile est acheminée vers ledésodoriseur où on injecte de la vapeur sèche dans l'huile qui est maintenue sous vide. Ils'agit donc d'un entrainement à la vapeur des substances odorantes qui sont plus volatiles quel'huile.

8. Fortification

Principe

La fortification des aliments est définie comme tout traitement ayant pour but essentiel d'élever la teneur en principe nutritive de ces aliments au-dessus de la valeur considérée .la fortification des aliments avec des vitamines A et D₃, est une stratégie très efficace pour lutter contre les troubles dus aux carences en ces deux vitamines

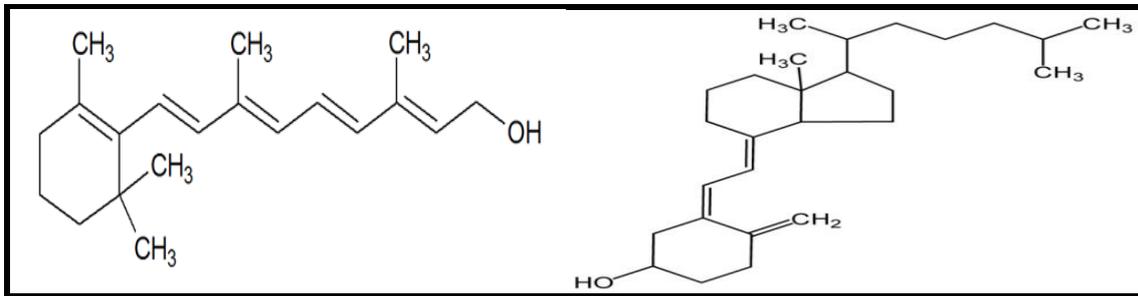
Procédé

Après la désodorisation, et à l'aide d'une pompe doseuse on injecte à l'huile de la vitamine A et D₃. Ces vitamines ajoutées d'une quantité bien définie par la réglementation, sont d'abord mélangées dans des petits bacs avec de l'huile désodorisée avant d'être injectées. Après

l'huile raffinée est pesé puis stockée dans des citernes sous une atmosphère azotée pour éviter l'oxydation.

Vitamine A

Vitamine D3



Spécificité du produit

Après tout ce long processus du raffinage le produit doit avoir les critères suivants :

- ❖ Acidité inférieure à 0,1%.
- ❖ Teneur en phosphore inférieure à 5ppm.
- ❖ Taux de savon égale à 0ppm.
- ❖ Absence d'humidité car c'est un agent de lipolyse.
- ❖ Absence de chlorophylle et de carotène car ce sont des agents de photo oxydation.
- ❖ Absence de fer et de cuivre car ce sont des catalyseurs d'oxydation.
- ❖ Absence d'odeur indésirable et de flaveur.

Chapitre 2 : Emballage et Conditionnement

I. Définition

L'emballage assure la protection des aliments, il constitue une barrière physique contre les facteurs d'altération (humidité, oxygène ...).

Le magasin de conditionnement est un magasin où l'huile raffinée se remplit dans des bouteilles ou bidons qui s'emballent dans les cartons ensuite dans des palettes et se déposent dans le stock des produits finis. Le magasin est constitué de deux lignes de production :

- Une ligne ½ L / 1 L PET dans laquelle le remplissage se fait d'une façon manuelle.
- Une ligne 2L / 5L PET où le remplissage est volumique.

II. Description des étapes du conditionnement

❖ Fabrication d'emballage

Elle consiste à la fabrication de l'emballage plastique et la mise en bouteille de l'huile raffinée.



Figure 6 : SIDEL la machine qui réalise le soufflage

❖ **Remplissage et capsulage :**

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

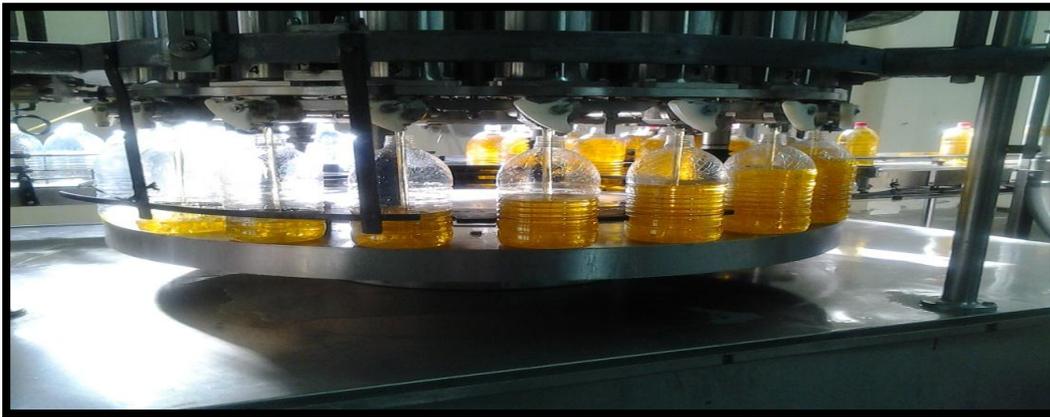


Figure 7: Remplisseuse SERAC

❖ **L'étiquetage et codage :**

Après vient l'étape d'étiquetage les bouteilles en utilisant une colle spécifique chauffée à plus de 120°C.

Une fois les bouteilles sont étiquetées, elles sont dirigées vers l'encaisseuse.



Figure8: Etiqueteuse KORNES

❖ L'encaissage :

Finalement, les bouteilles sont dirigés vers une casseuse où elles seront remplies dans des cartons qui sont remis par la formeuse, les cartons sont par la suite fermés puis encaissés manuellement et transportés vers les magasins de stockage.



Figure9 :Casseuses SAMOVI

Chapitre 3 : Les analyses effectuées au sein de laboratoire

I. Introduction

Le rôle du laboratoire dans l'usine, intervient à tous les niveaux depuis la réception des huiles brutes jusqu'à l'obtention d'une huile raffinée, par des analyses effectuées soit sur demande dans le cas d'un phénomène anormal, soit dans un intervalle de temps régulier (deux fois par jour) afin de suivre la qualité du raffinage pour améliorer les conduites de l'opération.

Lors de chaque contrôle des analyses, les responsables de laboratoire renseignent les techniciens de raffinage en cas de non-conformité, ce qui fera l'objet d'une intervention corrective. La prise des échantillons se fait régulièrement à chaque étape de raffinage par le service de laboratoire comme suit :

Tableau 5 : Les analyses effectuées sur chaque étape de raffinage

Echantillon	Analyses
Huile brute (HB)	Acidité, taux d'impuretés
Huile déémucilaginée (HM)	Acidité
Huile neutralisée (S1)	Taux de savon, acidité, excès de soude
Pate de neutralisation	Acidité
Huile séchée (HS)	Taux de phosphore, taux de savon, acidité
Huile filtrée (HF)	Acidité
Entrée de désodoriseur (ED)	Acidité, taux de savon
Sortie de désodoriseur (SD)	Acidité, taux de savon, transmission
Conditionnement	Acidité, taux de phosphore, indice de peroxyde

II. Les Analyses effectuées au laboratoire sur l'huile de SOJA

1) Contrôle de l'acidité

a) Définition

Cette analyse permet de contrôler l'acidité libre de tous types d'huiles (soja, tournesol, grignon d'olive et olive), brute, au cours de raffinage et raffinée.

b) Mode opératoire

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

N.B : si l'acidité de l'huile à analyser est élevée, on dose par une solution de KOH 1 N.

c) Expression des résultats

$$\% \text{ acidité} = (V * 2.82) / PE$$

- V : Volume de la solution de KOH (ml).
- PE : Prise d'essai (g).
- 2.82 : Masse molaire de l'acide oléique (C₁₈H₃₄O₂) * La normalité de KOH.

d) Normes

Tableau 6 : Les normes de l'acidité de l'huile de soja à quelques étapes du raffinage.

	Opération effectuée	Normes
<u>L'huile de soja</u>	Neutralisation	≈ 0.02%
	Séchage	0.06-0.1%
	Décoloration	≈ 0.1%
	Désodorisation	< 0.06%

2) Contrôle des savons

a) Définition

Cette analyse permet de déterminer le taux de savon dans l'huile en ppm.

b) Mode opératoire

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

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

c) Expression des résultats

$$\text{Taux da savon} = (V * 3040) / PE$$

- 3040 : Masse molaire du savon ($C_{17}H_{33}COO^- , Na^+$) * La normalité de HCL.
- V : Volume de HCl versé.
- PE : *Prise d'essai*.

d) Normes

Tableau 7 : Les normes du taux de savon de l'huile de soja à quelques étapes du raffinage.

	Opération effectuée	Normes
<u>L'huile de soja</u>	Neutralisation	1200-1400 ppm
	Séchage	< 50ppm
	Décoloration	0 ppm
	Désodorisation	0 ppm

3) Analyses de la pâte de neutralisation

a) Définition

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

b) Mode opératoire

- On met environ 10 g de la pâte dans un ballon, On ajoute 40 ml de dioxane pur, 7 ml d'eau distillée, 7 ml d'acide sulfurique et quelques gouttes d'orange de méthyle.
- On chauffe le mélange jusqu'au virage de la coloration vers le marron, puis le mélange est transvasé dans une ampoule à décanter où il y a séparation des deux phases :
- La phase aqueuse est lavée trois fois avec 25 ml d'hexane.
- La phase contenant la matière grasse est lavée trois fois avec l'eau chaude, puis filtrée sur papier filtre contenant le sulfate de sodium afin d'éliminer les traces d'eau existantes.
- Le mélange (hexane – matière grasse) est mis dans un rotavapeur pour éliminer l'hexane par une distillation sous vide.
- L'huile obtenue est mise dans l'étuve à 103 °C pendant 15 min puis refroidit dans un dessiccateur.
- On pèse la quantité de la matière grasse, on ajoute 100 ml d'alcool neutralisé en présence de phénolphaléine puis on titre avec KOH (1N) jusqu'à virage au rose pâle afin de déterminer l'acidité de l'huile.

c) Expression des résultats

Le pourcentage de la matière grasse est déterminé par la relation suivante :

$$\% \text{ Matière grasse} = (M - T) * 100 / PE = (MMG * 100) / PE$$

- **MMG**: Masse de matière grasse (g).
- **Tare** : Masse du Ballon vide (g).
- **M** : Masse du ballon + matière grasse (g).
- **PE**: Prise d'essai (g).
- **V** : Volume de KOH versé (ml).

d) Normes

La pâte doit avoir :

- ❖ Une acidité $\geq 60\%$.
- ❖ $30\% \leq$ Pourcentage de matière grasse $\leq 40\%$.

4) L'humidité

a) Définition

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

b) Mode opératoire

- On tare un petit cristalliseur, ensuite on pèse 10 g d'échantillon d'huile.
- On met le cristalliseur dans une étuve réglée à 103 °C pendant deux heures.
- Puis, on met le cristalliseur dans le dessiccateur contenant le sulfate de sodium pendant 5 min afin d'éliminer les dernières traces d'eau.
- On répète l'opération de chauffage et de refroidissement dans le dessiccateur en pesant à chaque fois le cristalliseur jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives ne dépasse pas 0.002 g.

c) Expression des résultats

Le pourcentage d'humidité du corps gras est donné par la formule :

$$\% \text{ humidité} = (PE - (M - T) / PE) * 100$$

- PE : Prise d'essai (g).
- M : Masse du cristalliseur + échantillon à analyser après étuvage (g).
- T : Masse du cristalliseur vide (g).

d) Normes

Tableau 8 : Les normes de l'humidité de quelques huiles

Type de l'huile	Normes
L'huile d'olive vierge	Inférieure à 0.2 %
L'huile d'olive raffinée	Inférieure à 0.1 %
L'huile de grignon d'olive	Inférieure à 0.1 %

5) Dosage des impuretés

a) Définition

La teneur en matière insolubles : poussière et autres matières étrangères non solubles dans l'Hexane dans des conditions spécifiées, est exprimé en pourcentage massique.

Ces impuretés comprennent les matières minérales, les hydrates de carbone, les matières azotées, diverses résines, les savons de calcium, les acides gras oxydés, les lactones d'acides gras...etc.

b) Mode opératoire

- On rince le papier filtre avec l'hexane puis on le sèche dans l'étuve et on le laisse refroidir dans le dessiccateur qui va le conserver contre l'humidité avant de le tarer dans un cristalliseur.
- 20 g de l'échantillon sont placés dans un erlenmeyer, auquel on ajoute 150 ml d'hexane. Le tout est agité pendant quelques minutes. Ensuite, le mélange est laissé au repos à une température avoisinant 20 °C durant 30 minutes.
- Ensuite le mélange est filtré sur papier filtre préalablement taré, et lavé avec l'hexane afin d'éliminer la totalité de la matière grasse.
- Après filtration, le papier filtre est séché à l'air libre, puis à l'étuve pour se débarrasser de la totalité du solvant.
- On le laisse refroidir dans le dessiccateur puis on le pèse.

c) Expression des résultats

La teneur en impuretés insolubles est exprimée en pourcentage massique par la relation suivante

$$\% \text{ d'impuretés} = (M - T) / PE * 100$$

- PE : Prise d'essai. (g)
- M : Masse de papier filtre contenant les impuretés. (g)
- T : Masse de papier filtre. (g)

6) Dureté de l'eau

a) Définition

La dureté de l'eau est principalement causée par la présence d'ions Calcium (Ca^{2+}), Magnésium (Mg^{2+}) et Bicarbonate (HCO_3^-) dans l'eau.

Une eau dure peut poser des problèmes d'entartrage des appareils et des canalisations d'eau chaude. Il est possible de réduire la dureté de l'eau de tour et de la chaudière en l'adoucissant par un système de résines échangeuses d'ions.

b) Mode opératoire

Le protocole suivi dans cette analyse est :

- Dans un erlenmeyer rincé par l'eau à analyser on verse 100 ml de cette eau.
- On ajoute 5ml de la solution tampon qui contient l'ammoniaque à caractère basique et qui va augmenter le pH jusqu'à pH=10, à ce pH l'EDTA devient de la forme Y⁴⁻ .

- On ajoute quelque gouttes de noir d'eriochrome qui a une coloration bleu foncé, sa complexation avec (Ca²⁺) et (Mg²⁺) se traduit avec la coloration violette.
- On titre avec une solution d'EDTA, pour complexer les ions (Mg²⁺) et (Ca²⁺) en relâchant le noir d'eriochrome c'est ce que signifie la coloration bleu foncé pendant le point de virage.

La dureté est donnée en degré français (°F) en prenant : 1 ml d'EDTA versé = 2 °F.

7) Transmission

a) Définition

C'est un test qui est effectué sur les huiles désodorisées et qui définit le pourcentage de la coloration par rapport à l'eau distillée.

Ce test vise à mesurer la transmittance à une longueur d'onde de 420 nm en prenant l'eau comme référence.

b) Mode opératoire

- Pour faire l'étalonnage on remplit deux cuves par l'eau distillée.
- On prend la cuve en amont et on la lave par l'alcool et on la met dans l'étuve.
- On la sort de l'étuve et on la lave avec l'huile à analyser 2 fois puis on la remplit par l'huile.
- On essuie bien la cuve et on la met dans le spectrophotomètre (visible).
- La valeur de transmittance est lue directement.

La coloration de l'huile doit être dans les environs de 80% (Huile Soja), Dans la plupart des cas on la trouve dans les normes.

8) Excès de soude

a) Définition

Le but de cette manipulation est d'évaluer l'efficacité de l'opération de neutralisation, l'excès de soude doit être contrôlé pour qu'il n'y est pas de perte dans l'huile neutralisée (saponification parasite).

b) Mode opératoire

- on prélève dans un bécher 100ml d'huile du mixeur avant le séparateur S1 (huile + acide phosphorique + la soude).
- on ajoute 2ml de la solution alcoolique de thymolphtaléine comme indicateur coloré(0,4 de thymolphtaléine pour 100ml de d'alcool) et on agite énergiquement.
 - Si le mélange ne change pas de couleur c'est qu'il n'y a pas d'excès de soude.
 - Si le mélange se colore en vert, c'est qu'il y a présence de soude, et dans ce cas, on effectue des ajouts de 5 ml répétés de volumes d'huile brute (même origine) pour la neutralisation de la soude jusqu'à la décoloration par agitation énergétique.

c) Expression des résultats

Le pourcentage d'excès de soude est exprimé par le volume d'huile brute ajoutée :

$$\boxed{\text{Excès de soude} = n * 5\%}$$

n : nombre de fois d'ajout de 5 ml d'huile brute.

PARTIE 3

**L'effet de la soude caustique avec
différente concentration sur la
décoloration de l'huile de soja**

I. Introduction

Après la démulcination, l'huile subit une neutralisation des acides gras libres indésirables. La neutralisation débarrasse l'huile de la quasi-totalité des phospholipides restants et élimine les traces métalliques. Elle joue aussi un effet décolorant.

Après l'ajout de la soude, l'huile passe par plusieurs étapes (séparation, lavage, séchage) jusqu'à l'étape de décoloration qui sert à éliminer les pigments colorés (chlorophylles, carotènes) que l'huile contient encore, et que la neutralisation n'a que partiellement détruit.

1) Objectif du sujet

L'Etude de l'effet de soude caustique avec différentes concentrations sur l'étape de décoloration.

2) Expérimentation

Ce travail est divisé en deux étapes :

- La 1^{ère} étape est basée sur le phénomène de neutralisation. Dans cette étape on consiste à éliminer les acides gras libres par la soude caustique avec différentes concentrations.
- La 2^{ème} étape est basée sur l'effet de la soude sur la décoloration de l'huile.

II. Description de l'étude

1) Préparation de la soude caustique

Pour la concentration de 16 °Be :

Préparation de la solution à partir de la soude en pastille:

On a 124.4 g → 1000ml

X → 100 ml

$$\text{Donc } X = \frac{100 * 124.4}{1000} = 12.44 \text{ g}$$

On pèse 12.44 g de la soude en pastille et on complète en agitant avec l'eau distillé jusqu'à 100 ml.

La même méthode sera répétée pour la concentration 18°Be et 20°Be.

<u>La concentration</u>	16 °Be	18 °Be	20 °Be
<u>X</u>	12.44g	14.5g	16.67g

Tableau 9 : Résultat de la solution préparée à partir de la soude en pastille pour les 3 concentrations

Pour vérifier que ma solution est bien préparée je dois faire l'analyse de la soude par la méthode suivante :

- On pèse 5g de la soude et on ajuste le volume à 100 ml par l'eau distillée.
- On ajoute 1 à 2 gouttes de phénophtaléine.
- On titre avec HCl (1,207 N) jusqu'à décoloration de la solution.

Expression des résultats :

$$\boxed{\%NaOH = (4 * 1,207 * V) / PE}$$

NB : Le % de la soude est converti en degré baumé en utilisant des tables.

La même méthode sera répéter pour la concentration 18°Be et 20°Be.

2) Neutralisation

La neutralisation est une étape très intéressante car elle élimine les acides gras libres, les matières colorées et les traces de métaux qui peuvent accompagnés 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.

➤ Les facteurs influençant le processus de décoloration

- La concentration de la soude en degré baumé (°Bé).
- La quantité de la soude qu'il faut ajouter.
- La température de l'huile située entre 85-90°C.

➤ A l'échelle laboratoire

❖ Les calculs effectués

La concentration de la soude caustique joue un rôle intéressant dans le rendement de l'huile de soja chose qu'on a essayé de prouver avec la totalité des expériences qu'on a effectué.

✓ Calcul du volume de NaOH à ajouter pour la neutralisation :

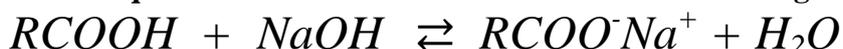
Donnés :

- Acidité d'huile brute=0,52.
- Acidité d'huile neutre=0.01-0.02 / 0.03-0.04 / 0.05-0.06
- Quantité d'huile neutre= 300 ml
- Concentration de la soude caustique=16, 18, 20°Bé.
- H₃PO₄ 1%.
- L'excès de soude=0.
- La masse molaire de l'acide oléique=282g/mol.
- La masse molaire de la soude=40 g/mol.
- La masse molaire de l'acide phosphorique=98 g/mol.

Pour calculer cette quantité :

Il faut prendre en considération la neutralisation des acides gras libres et de l'acide phosphorique, donc on doit chercher deux masses.

❖ **La quantité nécessaire à la neutralisation des acides gras libres :**



- On a une mole d'acide gras réagit avec une mole de soude, donc :
 $n(\text{NaOH}) = n(\text{RCOOH})$

Alors $\frac{m(\text{NaOH})}{M(\text{NaOH})} = \frac{m(\text{RCOOH})}{M(\text{RCOOH})} \rightarrow m(\text{NaOH}) = m(\text{RCOOH}) * \frac{M(\text{NaOH})}{M(\text{RCOOH})}$

- Puisque l'acide oléique est l'acide gras le plus abondant dans les huiles brutes, donc on obtient :

1

$$m(\text{NaOH}) = m(\text{acide oléique}) * \frac{M(\text{NaOH})}{M(\text{acide oléique})}$$

Sachant que: $\% \text{ acidité} = \frac{m(\text{acide oléique})}{\text{Débit}} * 100$

Alors : $m(\text{acide oléique}) = \% \text{ acidité} * \frac{\text{Débit}}{100}$

Or, à La sortie du séparateur, l'acidité doit passer de 0,52 à 0,04, donc on doit neutraliser (0,52_0,04)= 0,48%

D'où, $m(\text{acide oléique}) = 0,48 * \frac{0,3}{100}$

$$m(\text{acide oléique}) = 0,00144 \text{ Kg}$$

En remplaçant cette masse dans l'équation 1, on obtient :

$m(\text{NaOH}) = 0,00144 * \frac{40}{282} \rightarrow$

$$m_1(\text{NaOH}) = 0,00020 \text{ Kg}$$

Donc la quantité de soude nécessaire à la neutralisation des acides gras libres est 0,00020 Kg pour un débit d'huile est égale à 0,3 l

- ❖ La quantité de soude nécessaire à la neutralisation de l'acide phosphorique :



- On a deux moles de soude réagissent avec une mole d'acide phosphorique, donc :

$$n(\text{H}_3\text{PO}_4) = \frac{n(\text{NaOH})}{2} \rightarrow \frac{m(\text{H}_3\text{PO}_4)}{M(\text{H}_3\text{PO}_4)} = \frac{1}{2} \frac{m(\text{NaOH})}{M(\text{NaOH})}$$

$$m(\text{NaOH}) = 2 * m(\text{H}_3\text{PO}_4) * \frac{M(\text{NaOH})}{M(\text{H}_3\text{PO}_4)}$$

Or, H₃PO₄:1%, donc:

1 Kg de H₃PO₄ → 1000 Kg de l'huile

m (H₃PO₄)= 0,0003 Kg → 0,3 Kg de l'huile

D'où,

$$m_2(\text{NaOH})=2*0,0003*\frac{40}{98}\rightarrow$$

$$m_2(\text{NaOH})=0,00024 \text{ kg}$$

❖ Alors la masse de soude totale nécessaire à la neutralisation par heure est égale :

$$m_T = m_1 + m_2 \text{ alors } m_T = 0,00020 + 0,00024$$

Donc; **$m_T = 0.00044 \text{ Kg.}$**

Pour [NaOH] = 16°Be

D'après la table des masses volumiques, on a pour une concentration de soude est égale à 16 °Be, la masse volumique est égale à 164,4 g / l (Voir annexe)

Donc $\rho(\text{NaOH})=124,4 \text{ g / l} = 0,1244 \text{ Kg/l}$

$$\text{Et puisque : } \rho = \frac{m}{v} \rightarrow \rho(\text{NaOH}) = \frac{m_T(\text{NaOH})}{v(\text{NaOH})} \rightarrow v(\text{NaOH}) = \frac{m_T(\text{NaOH})}{\rho(\text{NaOH})}$$

Alors $v(\text{NaOH}) = 0,00044 / 0,1244$

Donc **$v(\text{NaOH}) = 0,0035 \text{ l} = 3,5 \text{ ml}$**

❖ Résultats expérimentaux :

Avec une même huile brute et de la même façon on calcule le volume nécessaire de la soude à ajouter pour la neutralisation pour les concentrations 18°Be et 20°Be :

Tableau 10 : Le volume de NaOH à ajouter pour la neutralisation d'une huile brute d'acidité 0,52

<u>Concentration (°Be)</u>	<u>Volume de soude à ajouter pour la neutralisation (ml)</u>
16°Be	3,5
18°Be	3.03
20°Be	2.99

✓ L'ajout de la soude caustique 16°Be sur l'huile de soja :

❖ Mode opératoire de la neutralisation par la soude caustique :

- On pèse 300 g de l'huile de soja (déjà mixée par l'acide phosphorique) dans un bécher.

- On pose le bécher sur une plaque chauffante et on laisse l'échantillon chauffer jusqu'à la température fixée (la température est contrôlée à l'aide du thermomètre).
- Ensuite, on verse à l'aide d'une pipette le volume de la soude (voir tableau) tout en agitant à une température constante.
- Puis, On verse le mélange dans des tubes et on les met dans la centrifugeuse en fixant le temps de séparation.
- La pâte de neutralisation se forme et on observe la formation de deux phases séparées (l'huile et la pâte dessus).
- On récupère l'huile neutralisée et on fait un dosage de son acidité afin de vérifier la diminution de l'acidité d'huile brute et on fait aussi un dosage de taux de savons.
- On fait l'analyse de la pâte de neutralisation.

❖ Les résultats obtenus

Tableau 11 : Variations de rendement, d'acidité d'huile et de la pâte et taux de savon d'huile neutralisée avec différente concentration

	<u>Acidité</u>	<u>Taux de savon</u>	<u>Pâte</u>
16 °Bé	0.016%	2100ppm	72%
	0.031%	1654ppm	69%
	0.059%	1567ppm	61%
18 °Bé	0.014%	2124ppm	71%
	0.034%	1694ppm	66%
	0.061%	1345ppm	59%
20 °Bé	0.012%	2216ppm	73%
	0.038%	1748ppm	68%
	0.065%	1236ppm	64%

➤ Observation

D'après les résultats obtenus, on observe que lorsque l'acidité de l'huile neutralisée augmente, l'acidité de la pâte de neutralisation et le taux de savon diminuent progressivement pour les trois concentrations.

➤ Interprétation

D'après les observations, on peut dire que pour une faible quantité de la soude ajoutée pendant la neutralisation, résulte une faible quantité de savon et un faible rendement de la pâte.

3) Lavage

Après faire sortir l'huile de la centrifugeuse, on passe à l'étape de lavage pour éliminer les traces de savon et les phospholipides et l'excès de soude résultant de la neutralisation.

❖ Mode opératoire

- On met l'huile dans une ampoule à décanter, et on fait un lavage avec 25ml de l'eau chaude + quelques gouttes de l'acide citrique.

- Une fois il y a l'apparition de deux phases bien séparées, on laisse découler la phase aqueuse.
- Après on doit faire le test de savon de l'huile lavée pour s'assurer que le % de savon dans cette l'huile inférieure à 50 ou égale à 0 ppm.
 - ✓ Si $TS \leq 50$ ppm ou $TS = 0$ ppm, donc l'huile est prête pour être séchée.
 - ✓ Si non, on doit répéter le lavage encore une fois avec 25 ml de l'eau chaude jusqu'à la disparition des savons.

4) Séchage

Après l'étape de lavage on dépose l'huile lavée dans l'étuve pendant 2h c'est le temps nécessaire pour éliminer tous les traces de l'eau restant dans l'huile.

Une fois l'huile bien séchée (une faible humidité), on peut passer à l'étape de la décoloration avec la terre décolorante.

5) Décoloration

Le procédé de décoloration est basé sur le phénomène d'adsorption, il est influencé par plusieurs paramètres. Il s'agit d'un phénomène qui se traduit par une modification de concentration à l'interface de deux phases non miscibles. Il existe deux types de processus d'adsorption : adsorption physique et adsorption chimique. Le processus de décoloration des huiles alimentaire fait intervenir l'adsorption physique, qui se fait sans modification de la structure moléculaire et parfaitement réversible.

L'adsorption est une réaction légèrement exothermique, et non instantanée. Les liaisons entre l'adsorbant et le produit coloré est relativement faible. Le pouvoir adsorbant de l'agent décolorant n'est pas sélectif vis-à-vis des pigments, la terre permet également l'élimination de toute trace restante du savon ou de l'eau. Cependant, si la teneur de l'huile en un de ces deux composés est relativement élevée en raison d'un défaut lors de la neutralisation ou de séchage, on assiste à un engagement total de la terre ajoutée dans l'adsorption de ces éléments en laissant de côté les pigments et les substances colorantes.

➤ Les facteurs influençant le processus de décoloration

Afin d'améliorer le rendement du processus de décoloration et de filtration des huiles. Il faut tout d'abord maîtriser les différents paramètres influençant le processus de décoloration :

- Agent de décoloration

L'agent de décoloration le plus utilisé par la SIOF est la terre activée (sepigel et pro active).

Les principales caractéristiques de la terre qui influencent le processus de décoloration sont les suivantes :

- ✓ **La granulométrie de la terre** : Plus la taille des particules est grande, plus la surface de contact est faible, c'est pour cette raison, il faut utilisée des terres caractérisées par une granulométrie la plus faible que possible.
- ✓ **Acidité de la terre** : L'activation de la terre naturelle s'effectue par un acide fort ce qui permet d'augmenter considérablement la surface de contact. Mais à la fin de ce traitement, la terre doit être bien lavée pour éliminer le maximum d'acide et sels métalliques qui se sont formés.
- ✓ **Humidité** : L'humidité de la terre ne doit pas dépassée 12%, si elle dépasse ce taux, le contact de huile avec la terre forme une sorte de granule de taille importante ce qui diminue la surface de contact (huile/terre) et crée des problèmes lors de la filtration.

- ✓ **Quantité de la terre décolorante** : La quantité de la terre décolorante employée est un paramètre très déterminant, elle est fonction de la concentration des colorants, leur nature ainsi que de la présence d'impuretés comme les traces de savon et des produits d'oxydation qui peuvent persister dans les huiles. Elle doit être assez suffisante afin d'atteindre une transmission d'au moins 50%.

- **Nature du milieu**

La température et la pression du vide au niveau du décorateur, constituent des facteurs déterminants du processus de décoloration :

- ✓ **Température du décorateur** : La décoloration des huiles par les terres activées donne les meilleurs résultats lorsque l'opération est réalisée à une température variant entre 100°C et 115°C. Une fois la température dépasse 120°C, l'oxydation des huiles devient plus importante ce qui peut affecter la qualité de l'huile.
- ✓ **Pression du vide** : La décoloration sous vide permet d'éviter les phénomènes d'oxydation qui sont plus intenses lorsque l'huile est agitée. En effet, le vide sert d'une part à éliminer l'air et l'humidité libre au cours de la pulvérisation du mélange de la terre avec l'huile. D'autre part, il favorise la dispersion de l'huile sur la terre.

- **Temps de séjour**

Le temps de séjour est un facteur très important à maîtriser dans le processus de décoloration. En effet, un temps de séjour insuffisant ne permet pas une adsorption parfaite des pigments. Un temps de séjour qui dépasse les tolérances peut entraîner l'oxydation des triglycérides.

➤ **A l'échelle laboratoire**

❖ **Mode opératoire**

Pour commencer l'étape de la décoloration, on doit tout d'abord calculer la quantité de la terre décolorante à ajouter suivant les étapes suivantes :

- On doit calculer la masse d'huile séchée qu'on a.
- On applique la relation suivante pour déterminer la masse de la terre nécessaire pour avoir une bonne décoloration.

$$\mathbf{M_{terre} = M_{huile} * 0.6 / 100}$$

- A l'aide d'une plaque chauffante, l'huile obtenue est chauffée à une température voulue tout en agitant.
- On ajoute la terre décolorante et on laisse l'action de la terre un temps bien déterminé (temps de séjour = 20 min).
- Après on passe à l'étape de filtration pour séparer l'huile décolorée de la terre décolorante, cette méthode permet au laboratoire de simuler les conditions de décoloration.

❖ Les résultats obtenus

Tableau 12 : Variations de rendement, d'acidité d'huile et de la transmittance et taux de savon d'huile décolorée avec différente concentration

	<u>Acidité de l'huile neutralisée</u>	<u>Acidité de l'huile décolorée</u>	<u>Taux de savon</u>	<u>Transmission</u>
16 °Bé	0.016%	0.052%	0ppm	40%
	0.031%	0.074%	0ppm	44%
	0.059%	0.091%	0ppm	53%
18 °Bé	0.014%	0.053%	0ppm	41%
	0.034%	0.073%	0ppm	45%
	0.061%	0.092%	0ppm	50%
20°Bé	0.012%	0.054%	0ppm	42%
	0.038%	0.072%	0ppm	46%
	0.065%	0.094%	0ppm	49%

➤ Observation

C'est bien évident que le taux de savon égale à 0 ppm, car toute la quantité de savon qu'on a au début est éliminée pendant l'étape de lavage, et on observe aussi que l'acidité de l'huile décolorée augmente par 0.03-0.04 par rapport à l'acidité d'huile neutralisée, ce qui permet l'augmentation de la décoloration d'huile.

➤ Interprétation

Après l'analyse des observations, on peut dire que pour un faible pourcentage d'acidité de .neutralisation (grande quantité de soude), on obtient une mauvaise décoloration car la terre n'arrive pas à éliminer tous les pigments colorés présents dans l'huile, et ça revient à la grande quantité de soude encore présent dans l'huile.

CONCLUSION

La Société Industrielle Oléique de Fès est parmi les entreprises qui veulent s'imposer dans le domaine de la production des huiles. C'est dans ce cadre que SIOF est appelée d'une part, à développer ses procédés de production sur le plan qualitatif, d'autre part à améliorer sa capacité pour satisfaire les besoins des consommateurs.

Pour aboutir à cette fin, plusieurs démarches ont été entreprises, à savoir l'installation d'un équipement sophistiqué et l'application d'une bonne gestion des ressources disponibles tant humaines que matérielles.

Le chemin devant SIOF s'annonce très long pour que ce statut occupe le marché national, cependant plusieurs pas sont à accomplir comme la qualité qui s'impose comme une nécessité impérieuse pour toute unité de production.

Le thème de ce stage était un ajout essentiel de ma formation, J'ai acquis des nouvelles connaissances, et les résultats qu'on a obtenus sont satisfaisants.

Ce stage au sein de la société SIOF m'a permis de maîtriser un procédé important qui est le raffinage des huiles notamment l'huile de soja. Ce stage m'a fourni une méthodologie de travail et un esprit de conclusion et de critique des problèmes associés à ce domaine. C'était une occasion pour me sensibiliser aux questions relatives à la vie du travail en équipe.