Faculté des Sciences et des Techniques de
Fès

Département : Chimie

Filière : TACQ

Projet de Fin d'Etude

Sous le thème :

# Procédé de Raffinage, et Contrôle Qualité de l'Huile de SOJA

**Présenté par :**

- Zoulou Hajar

**Encadré par :**

- Mr M.Chaouqi (FST)
- Mme F.BOUSSALAMI (SIOF)

# SOMMAIRE

Introduction……...3

**Chapitre I: Aperçu sur la Société SIOF**……..…….4

1- Historique ……5

2- Présentation……..6

3- Organigramme ……..……...6

4- Produits fabriqués par la SIOF…….7

5- Nature des huiles élaborés par la SIOF……7

**Chapitre II : Raffinage et Conditionnement** ……..…….....…….....10

1-Principe du raffinage de l'huile de SOJA…….……11

1.1- Démucilagination…...……12

1.2- Neutralisation alcaline…….13

1.3- Lavage…….14

1.4- Séchage……...15

1.5- Décoloration……15

1.6- Filtration……..16

1.7- Désodorisation……...…….16

1.8- Fortification……17

2-Conditionnement …….18

2.1- Définition……18

2.2- Description des étapes de conditionnement ……...18

**Chapitre III : Contrôle de qualité** ……...……..21

I -Analyses effectuées au laboratoire sur l'huile de SOJA…….....22

1- Contrôle de l'acidité…….23

2- Taux de savons ……23

3- Dosage du phosphore……24

4- Dosages des impuretés ……24

5- Humidité de l'huile…… ..26

6- Dureté de l'eau…….…….27

7- L'excès de soude……..28

8- Analyse de la pate……28

9- Analyse de la soude…….29

10-Transmission…….…...29

II - Suivi des analyses de laboratoire .....30

Résultats et interprétations……...……....31

Conclusion…….……....33

# INTRODUCTION

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

De la graine 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 très complètes, 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.

Dans ce cadre, durant ce stage au sein de la SIOF, on s'est intéressé au suivi du procédé de fabrication de l'huile de SOJA et au contrôle de son qualité.

Mon travail sera divisé en trois chapitres, le premier chapitre concerne la présentation de l'entreprise ainsi qu'un aperçu sur son historique. Le deuxième chapitre décrira le processus de production et le conditionnement au sein de la société de SIOF. Et le dernier chapitre portera sur la description des tâches et des fonctions exécutées quotidiennement au sein du laboratoire d'analyse avec une procédure bien détaillée.

# Chapitre I

## Aperçu sur la Société SIOF

## *1. Historique*

Crée en 1961 sous forme d'une société à responsabilité limitée « SARL », la SIOF 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 la conserve des olives.

En 1966, SIOF a pu installer une raffinerie d'huile de table « Tournesol, Soja, Colza, et coton… », Avec une capacité de 12000tonnes/an.

En 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 »

En 1978, le produit de la SIOF s'est étendu dans tout le royaume grâce au premier lancement de la campagne publicitaire, à l'ouverture des dépôts aux différentes régions du royaume « Oujda, Casablanca, Marrakech, et Oued-ZEM »,au recrutement des représentants, à l'installation d'un nouveau système de décirage « élimination des cires » avec des nouveaux matériaux de remplissage et surtout au suivi permanent du marché au niveau de la qualité du produit, du prix de vente et de la concurrence.

Tout cela a permis à la société de devenir plus proche du consommateur surtout avec ses différents produits de haute qualité.

En 1980, afin d'augmenter sa production, l'entreprise a réalisé une installation de raffinage plus perfectionnée d'une capacité de30000tonnes/an.

En 1984, la société a entamé une série d'investissements pour moderniser l'outil de production.

A partir de 1985, elle s'est transformée en une société anonyme S.A, avec un capital de 30 millions de dirhams dont les actions sont reparties entre la famille LAHBABI.

En 1993, la mise en place d'une raffinerie d'huile brute à base de soja.

2002-2003, la société a installé deux chaînes de production pour la fabrication des bouteilles P.E.T.

## 2. *Présentation*

La SIOF « Société industrielle oléicole de Fès » est parmi les société 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.

La SIOF dispose de trois sites industriels :

*Le 1er se situe à la zone industrielle Sidi Brahim, s'étend sur une superficie de 20000 $m^2$,assure la trituration des olives, la production de conserves d'olives et l'extraction d'huile de grignons.

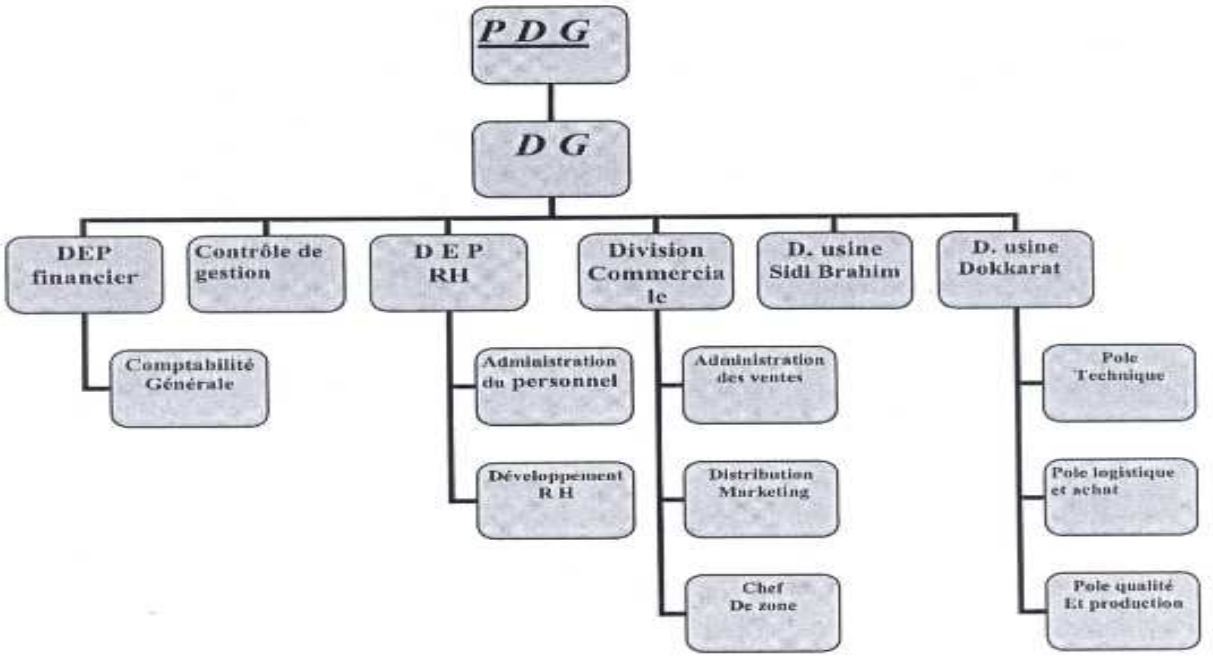
*Le 2ème situé à la zone industrielle de Dokkarat, occupe une superficie de 12000$m^2$, assurant le raffinage et le conditionnement des huiles alimentaires.

*Le 3èmesitué à Ain taoujtat « Domaine El Hamd » occupe une superficie de 20000$m^2$ , qui assurent l'extraction d'huile de grignons

Quoique la SIOF produit une large gamme d'huiles qui lui permet de toucher une large partie de consommateurs, elle subit une forte concurrence de la part de certaines sociétés oléicoles comme LESIEUR CRISTAL « Première sur les marchés des huileries au Maroc »

## 3. Organigramme

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



## 4. Les produits fabriqués par la S.I.O.F

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

| | Nom de huile | Lancé sur le marché national en |
|---|---|---|
| | SIOF | *1966* |
| | Frior | *1992* |
| | Moulay Idriss | *1993* |
| | Andalousia | *1996* |

## 5. La nature des huiles élaborées par la SIOF

**Grignon**

Les **grignons** sont un sous-produit du processus d'extraction de l'huile d'olive composé des peaux, des résidus de la pulpe et des fragments des noyaux. Les grignons sont les résidus solides résultant de l'extraction d'huile, alors que les résidus liquides sont dénommés margines. Les grignons sont séchés, broyés et traités par des solvants.

## Soja

Le soja ou le soya est une plante grimpante de la Famille des Fabacées, proche du haricot, largement cultivée pour ses graines oléagineuses qui fournissent la principale huile alimentaire consommée dans le monde.

Le terme désigne aussi ses graines, qui constituent l'un des aliments naturels les plus riches en protéines, lipides, glucides, vitamines A et B, Potassium, Calcium, Magnésium, Zinc et Fer, il contient aussi des acides gras polyinsaturés, la lécithine qui a une action hypocholestérolémiante, donc il possède des propriétés nutritives et énergétiques nécessaires pour le corps humain.

L'huile de soja est extraite des pois par broyage ou par extraction chimique. C'est une matière première intéressante parce qu'elle est chimiquement souple, abondante et renouvelable.

## Tournesol

Le tournesol ou le grand soleil est une grande plante annuelle, appartenant à la Famille des Astéracées, son nom scientifique est Helianthus annuus. C'est une plante oléagineuse très riche en huile alimentaire (environ 40% de leur composition).

Le principal domaine d'application des huiles de tournesol est l'alimentation humaine, comme huile de salade, huile de cuisine ou pour la préparation des margarines

L’huile de tournesol est extraite des graines décortiquées soit par broyage soit par extraction.

Elle est conseillée pour la prévention des maladies cardio-vasculaires par sa richesse en acides gras essentiels comme << oméga 6 >>. Elle est aussi riche en lipides que les autres huiles.

## Olive :

Le terme huile d’olive désigne exclusivement l’huile extraite du fruit de l’olivier, à l’exclusion des huiles obtenues par solvants. La dénomination huile vierge est réservée à l’huile obtenue par un procédé mécanique et à des températures qui ne détériorent pas ses caractéristiques et ses qualités organoleptiques et sa valeur nutritionnelle.

La dénomination huile raffinée correspond à l’huile dont le procédé d’obtention permet de conserver sa structure triglycérique .

Elle est aussi très riche en :

- Vitamines A, B, K et plus particulièrement en vitamines E, sachant qu’une huile d’olive vierge contient plus que 30 mg⁄100g.
- Les provitamines A (exemple de carotène).
- Les sels minéraux.

La fabrication de l’huile d’olive nécessite le passage par plusieurs étapes de la cueillette du fruit, 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 alors être conservée à l’abri de l’air et de la lumière.

# Chapitre II

## Raffinage et conditionnement

## *I. PRINCIPE DU RAFFINAGE DE L'HUILE DE SOJA*

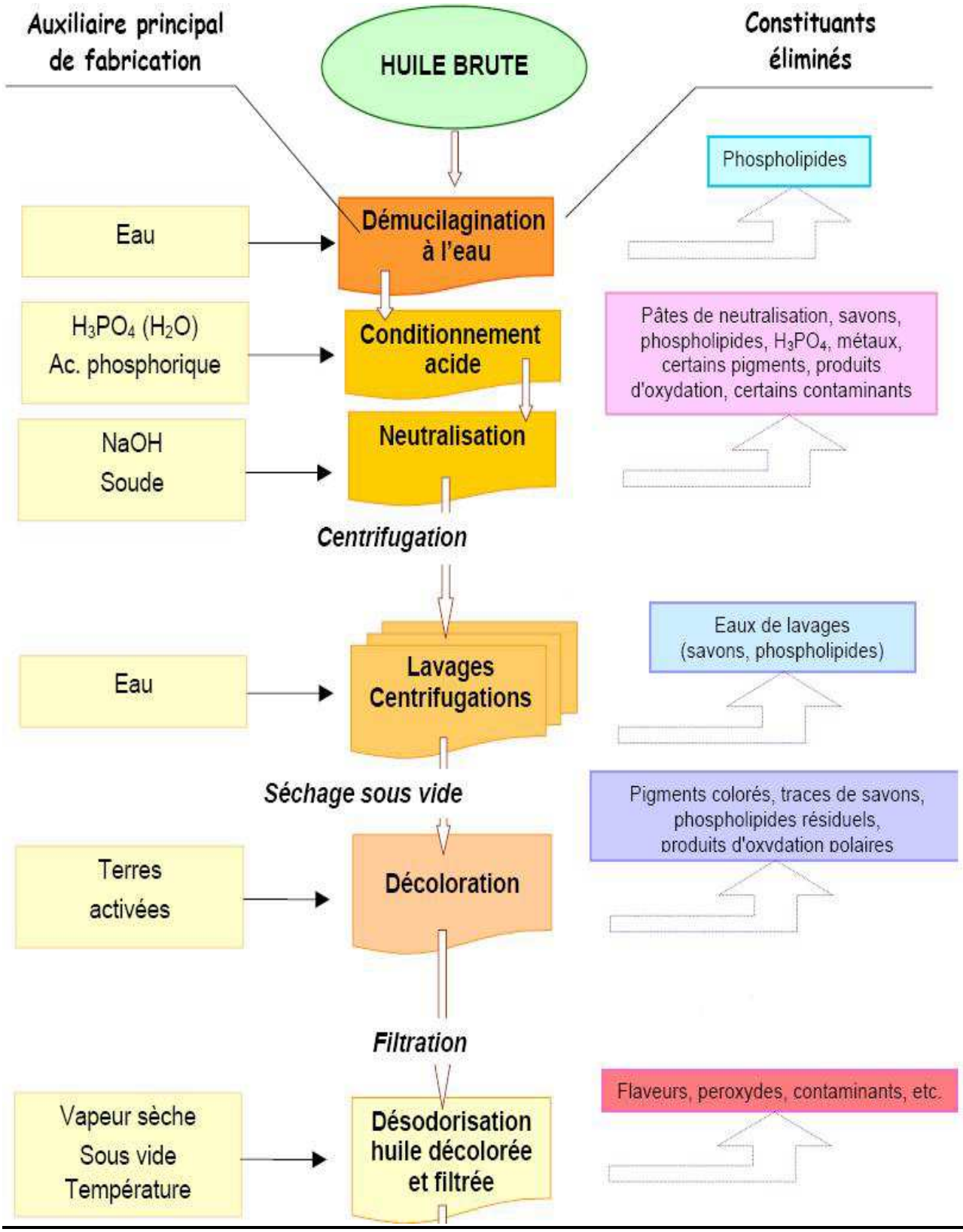
Le raffinage constitue une étape clef de la technologie de production des huiles et corps gras naturels d'origine végétale ou animale, permettant d'obtenir une qualité conforme aux exigences des différents secteurs utilisateurs : alimentation humaine, alimentation animale, cosmétique, pharmacie et lipochimie.

Le raffinage permet en effet d'obtenir conjointement une standardisation de la qualité marchande et organoleptique avec l'obtention d'huiles neutres, non peroxydées, peu colorées et désodorisées, et une garantie d'innocuité avec l'élimination efficace des éventuels contaminants chimiques (solvants organiques, métaux lourds ...) et microbiologiques pouvant être présents dans les corps gras bruts. Le raffinage apparaît comme un moyen efficace pour proposer aux consommateurs ou aux industriels, des matières premières naturelles répondant aux obligations de conformité et de sécurité.

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

| **Opération** | **Composés éliminés ou réduites en quantités** |
|---|---|
| Démucilagination | • Composés hydratables tel que les phospholipides<br>• Chlorophylle (partiellement extraite) |
| Neutralisation | • Acides gras libres<br>• Phospholipides résiduels<br>• Matières colorantes (réduites) |
| Séchage | Humidité (réduite) |
| Décoloration | • Agents colorants : chlorophylle, caroténoïdes<br>• Agents toxiques |
| désodorisation | • Acides gras libres<br>• Tocophérols (réduits)<br>• Résidus de pesticides et mycotoxines |

## Schéma général du procédé de raffinage :



## 1.1 Démucilagination

La démucilagination est la première étape du raffinage de l'huile, elle permet de dissocier les phospholipides, les complexes sucrés et autres impuretés organoleptiques de l'huile.

La présence des mucilages dans l'huile peut entrainer aussi 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 substances sont souvent liées à des métaux catalyseurs d'oxydation, désactivant les terres décolorantes et colmatant rapidement les filtres.

- 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 phospholipides peuvent provoquer des émulsions.

### 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 désodorisé) ; 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 contacte où ils restent pendant 15 à 20 minute.

### Rendement de l'opération :

Quelque 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.

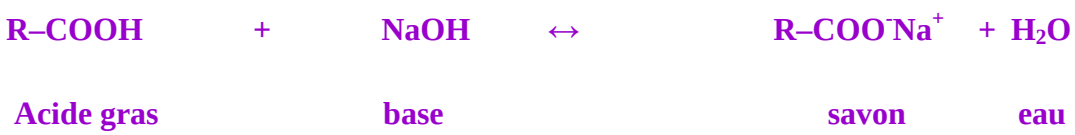
❖ **L'agitation :** une bonne agitation augmente la surface de contact et le passage des mucilages dans la phase aqueuse (entre l'acide et l'huile).

## 1.2 Neutralisation alcaline

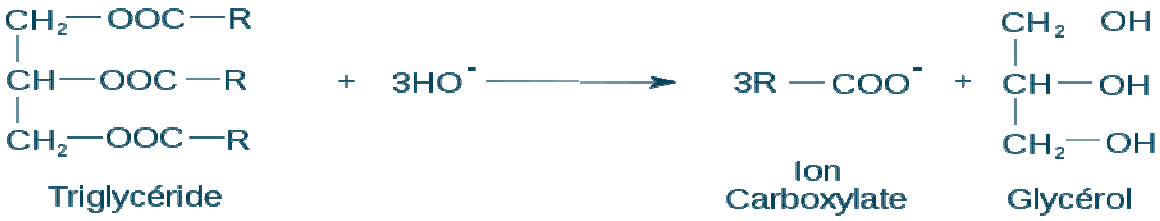
### Principe :

Cette opération vise essentiellement à neutraliser à la fois : l'acide phosphorique et les acides gras indésirables sous forme de savons appelés pâte de neutralisation.

La réaction de saponification est la suivante :




C'est une réaction équilibrée, ainsi pour déplacer l'équilibre vers la formation du savon, on ajoute une quantité bien déterminée de soude, si elle est mal dosée peut donner la saponification des triglycérides dite saponification parasite :




La soude a cette étape a d'autres effets intéressants : comme l'élimination d'un certains nombre de pigments et de métaux.

### Procédé :

Au niveau de la SIOF la neutralisation se fait comme suit :

- Injection de la soude 16 % à 18% par une pompe doseuse (V=80L /h) pour l'huile de soja (pour l'huile de grignon et du tournesol, on travail avec la soude 20%)
- Le mélange d'huile et de soude passe dans un deuxième mélangeur à grande vitesse pour éliminer tout risque de saponification parasite avant d'être envoyé vers un premier séparateur à bol auto débourbeur (centrifugeuse à 4700tr/min) destiné à séparer la pâte de neutralisation de l'huile.

Remarque :

L'acidité de l'huile neutralisée doit être inférieure à 0,04% et la teneur en savon doit être de l'ordre de 700 à 1200 ppm.

## 1.3 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.

### 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 et elle entre dans le troisième mélangeur, ensuite le mélange sera divisé en deux volumes chacun d'eux entre dans un séparateur afin d'assurer une bonne séparation

## 1.4 Séchage

C'est une étape qui consiste à éliminer l'humidité présente dans l'huile lavée, avant l'opération de décoloration, car l'humidité peut provoquer un colmatage des filtres, surtout en présence de savon.

Au niveau de la SIOF ,l'huile neutralisée sortante du lavage à environ 90°C ,est pulvérisée dans une tour verticale maintenu sous vide( 60mmHg)appelée sécheur. Ainsi l'eau dans l'huile est évaporée à une température inferieure à 100°C.

## 1.5 Décoloration

### Principe :

Cette opération vise à éliminer les pigments colorés que l'huile contient encore et que la neutralisation n'a que très partiellement détruit.la décoloration fait intervenir un phénomène physique :

L'adsorption sur des terres décolorantes : du charbon actif, des silices spéciales ou des combinaisons de ces substances.

La terre décolorante utilisé est traitée avec de l'acide (acide chlorhydrique ou sulfurique) pour améliorer leur capacité d'adsorption. Autant les substances dissoutes que celles qui sont dispersées dans l'huile peuvent se lier à la surface des adsorbants.

### Procédé :

Au niveau de la SIOF, la décoloration se fait comme suit : à la sortie du sécheur, l'huile est séparée en 2 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. ce mélange rejoint ensuite les 90% d'huile dans le décolorateur.
- Le décolorateur est constitué de deux compartiment, menu chacun d'eux d'un agitateur et un serpentins où circule de la vapeur afin que l'huile garde une température de 90°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.

## 1.6 Filtration

La séparation de l'huile et de la terre usée s'effectue par filtration .cette dernière se fait à traves un milieu poreux constitué par de la toile filtrante, dont le diamètre des pores est inferieur 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 proche ( 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.

## 1.7 Désodorisation

### Principe :

La désodorisation produit une huile à saveur neutre qui ne transmet pas d'odeur spécifique aux aliments. Ce procédé élimine aussi les restes de substances (acide gras) susceptibles de faire rancir l'huile, ce qui prolonge sa durée de conservation durant l'entreposage après son emballage.

Les huile neutralisées et décolorées obtenus présentent une odeur et un goût particulier de part leur origine et aussi en raison des traitements effectués pendant le raffinage. Le but de cette étape est donc d'effectuer un entraînement des produits odoriférants (aldéhydes, cétones...) en même temps que les acides gras volatils sans altérer les triglycérides. Pour obtenir ce résultat on effectue une distillation sous vide, à une température relativement élevé avec injection de vapeur.

### Procédé :

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

## I.8 Fortification

### Principe :

La fortification des aliments est définie comme tout traitement ayant pour but essentiel d'élever la teneur en principes nutritifs de ces aliments au dessus de la valeur considérée comme normale. La fortification des aliments avec les vitamines A et $D_3$ 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 (une quantité bien définie et précise par la réglementation) sont d'abord mélangées dans de petits bacs avec de l'huile désodorisée avant d'être injectées. A la fin l'huile raffinée est pesée puis stockée dans des citernes sous une atmosphère azoté pour éviter l'oxydation.

**Spécificité du produit :**

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

- Acidité inférieure à 0,1%.
- Teneur en phosphate inférieur à 5 ppm.
- Taux de savon égal à 0 ppm
- Teneur en vitamine A = 3000 UI/100g d'huile.
- Teneur en vitamine D=3000UI/100g d'huile.
- Absence d'humidité car c'est un agent de lipolyse.
- Absence de chlorophylle et de carotène car se sont des agents de photo –oxydation.
- Absence de fer et de cuire car se sont des catalyseurs d'oxydation.
- Absence d'odeur indésirable et de flaveur.

## II. Conditionnement

### II.1 Définition

Le magasin de conditionnement est un magasin où l'huile raffinée se remplie 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 massique.
- Une ligne 2L / 5L PET ou le remplissage est volumique

### II.2 Description des étapes du conditionnement

- **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 remplie et fermées sont amenées vers l'élément de transport (le convoyeur).

## ➢ L'étiquetage et codage

Après vient le rôle de l'étiqueteuse pour étiqueter les bouteilles en utilisant une colle spécifique chauffée à plus de 120°C.

Une fois étiquetées, elles seront datées et dirigées vers l'encaisseuse.

## ➢ L'encaissage

Finalement, les bouteilles sont dirigées vers une encaisseuse où ils seront remplis dans des cartons qui sont remis par la Formeuse, Les cartons sont par la suite fermés puis encaissés manuellement et transportés par des manutentions vers les magasins de stockage.

# Chapitre III

## Contrôle qualité de l'huile de SOJA

Les contrôleurs du laboratoire en coordination avec les conducteurs de la chaîne de production veillent à ce que des normes soient respectées. C'est pourquoi, des contrôles sont effectués par les analystes du laboratoire qui avertissent les conducteurs de la chaîne de production de toute non conformité, ce qui fera l'objet d'une intervention corrective.

## I- Analyses effectuées au laboratoire sur l'huile de SOJA

### Ces analyses sont :

- Contrôle de l'Acidité
- Taux de savon
- Dosage du phosphore
- Dosage des impurtés
- Humidité de l'huile
- Dureté de l'eau
- Excès de soude
- Analyse de la pate
- Analyse de la soude
- Transmission

## 1. Contrôle de l'acidité

***Définition :***

C'est la quantité d'acides gras exprimée conventuellement en acide oléique (en gramme) présente dans 100 g de matière grasse.

***Mode opératoire :***

Suivant ce protocole on peut calculer l'acidité :

- on met 100 ml d'alcool distillée dans une fiole de 250 ml comme solvant.
- On ajoute 2à 3 gouttes du phénophtaléine 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 :
  - 5g pour l'huile brute.
  - Plus que 10 g pour l'huile neutralisée, séchée, décolorée, filtrée, et désodorisée.

- On titre par KOH 0,1 N le mélange huile et l'alcool neutralisé jusqu'à la zone de virage ce qui signifie que tous les acides gras (acide oléique) sont neutralisées.

➢ **Expression du résultat** :

Donc l'acidité est calculée par :

$$\%AC = (282 * V) / P_E$$

* 282 : Masse molaire d'acide oléique. ($g \cdot mol^{-1}$)

* V : Volume de KOH versé. ( ml)

* $P_E$ : Prise d'essaie.(g)

## 2. Taux de savon

***Définition :***

C'est la détermination de la quantité de savon contenu dans les huiles raffinées, pour savoir si on a une perte d'huile ou non.

***Mode opératoire :***

- On met 40 ml d'acétone à 3% dans un ballon.
- On ajoute 7 gouttes de bleu de bromophénol.
- On ajoute 10 g d'huile de Séparateur 1 ou huile séché.
- On titre par HCl (0,01 N).

⇨ Lorsqu'on ajoute l'huile :

  - 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 d'une coloration jaune.

***Expression des résultats :***

**Taux da savon = (V * 3040) / $P_E$**

* 3040 : Masse molaire du savon. ($g \cdot mol^{-1}$)

* V : Volume de HCl versé. (ml)

* $P_E$ : Prise d'essaie. (g)

## 3. Dosage du phosphore

***But :***

Cette analyse a pour but de déterminer la quantité totale de phosphore contenue dans les huiles. Une partie du phosphore se trouve dans les huiles sous forme d'ester d'acide phosphorique (phospholipides).

***Mode opératoire :***

Pour cette analyse on va suivre ce protocole :

- on pèse 10g d'huile à analyser (huile séchée, huile désodorisée) dans un creuset en silice.
- On ajoute une pincée d'oxyde de magnésium, pour détruire la matière organique et minéraliser l'huile.
- On met le creuset sous feu vif jusqu'à calcination totale
- on introduit le creuset dans le four à moufle réglé à une température de 700°C pendant 1h (obtention des cendres blanches).
- Après refroidissement on verse 10 ml d'acide nitrique 10 % pour la dissolution de la cendre blanche et on chauffe pendant 5 min.
- On transvase le contenue du creuset dans une fiole à travers le papier filtre en rinçant par l'eau distillée (le creuset et le filtre) et on complète le volume par l'eau distillée jusqu'au trait de jauge de la fiole.
- On met dans des petites bouteilles 10 ml de la solution contenue dans la fiole et on ajoute 10 ml du réactif **nitro-vanado-molybdique** (solution C) qui va jouer le rôle d'un complexant du phosphore.
- La détermination du phosphore se fait par spectromètre, on met l'échantillon de témoin dans deux cuves qu'on place parallèlement dans le spectromètre, ainsi on aura la mémorisation de la ligne de bas, après on met l'échantillon analysé dans l'un des deux cuves, suivant la relation de Béer-Lombert : $A=l \times \varepsilon \times C$ avec :

ε : coefficient d'extinction molaire.

C : concentration (mol/l)

l : longueur de la cuve (1cm)

A : absorbance

***Remarque :***

La teneur en phosphore est exprimée en ppm.

**Norme : inférieure à 5 ppm.**

On utilise une longueur d'onde λ= 420 nm.

## 4. Dosage des impuretés

### *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.

### *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 cristallisoir.
- 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.
- Apres 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.

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

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

* PE : Prise d'essaie. (g)

* M : Masse de papier filtre contenant les impuretés. (g)

* T : Masse de papier filtre. (g)

## 5. Humidité de l'huile

### *Définition :*

L'humidité est déterminée par perte en poids pour un échantillon ayant séjourné un temps suffisant et à une température suffisante dans une étuve pour éliminer l'eau et les matières volatiles par vaporisation.

### *Mode opératoire :*

- On tare un petit cristallisoir M puis on pèse m=10g d'échantillon et on le met dans l'étuve pendant 3h puis on le met dans le dessiccateur pendant 5min qui va conserver l'humidité d'huile et on le pèse , soit M' la masse après l'opération de chauffage et de refroidissement.

- On répète l'opération de chauffage et de refroidissement dans le dessiccateur et de pesée jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives n'excède pas 0,002g jusqu'à M' reste constante.

### *Calcul :*

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

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

* $P_E$ : Prise d'essaie. (g)

* M : Masse de cristallisoir + échantillon à analyser après étuvage. (g)

* T : Cristallisoir vide. (g)

## 6. Dureté de l'eau

### *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.

### *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 da la solution tampon qui contient l'ammoniaque à caractère basique et qui va augmenter le pH jusqu'a 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 ($Ca^{2+}$) et ($Mg^{2+}$) se traduit avec la coloration violette.
- On titre avec une solution d'EDTA, pour complexer les ions ($Mg^{2+}$) et ($Ca^{2+}$) 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. Excès de soude

### *But :*

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).

### *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.

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

**Excès de soude = n * 5%**

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

**Le pourcentage d'excès de soude ne doit pas dépasser 10 %, la plupart du temps on le trouve entre 5% - 10%.**

## 8. Analyse de la pâte

### *But :*

Cette analyse permet de savoir s'il y a une perte dans la pâte de neutralisation.

### *Mode opératoire :*

- On introduit environ 10 g de la pâte dans un ballon taré, on joute 30 ml de dioxane pur, 7 ml d'acide sulfurique et quelques gouttes d'orange de méthyle comme indicateur.
- On met le ballon sur le chauffe ballon (réglé à 5$^{o}$C), et on laisse le mélange chauffé jusqu'au virage de coloration vers le marron. Après il est versé dans une ampoule à décanter où il y a séparation de 2 phases : phase aqueuse qui est lavée 2 fois avec 25 ml d'hexane par contre la phase qui contient la matière grasse est lavée 2 fois avec l'eau chaude, puis filtrée sur un papier filtre contenant le sulfate de sodium pour éliminer les traces d'eau ensuite on met le ballon sous le soxlet (le chauffe ballon est réglé à 10$^{o}$C), pour éliminer les traces d'huile collant sur le papier filtre.
- L'huile obtenue est mise dans l'étuve à 103$^{o}$C pendant 15 min puis refroidi dans le dessiccateur.
- On pèse la quantité de matière grasse et on détermine son acidité en ajoutant 100 ml d'alcool neutralisé par le phénophtaléine et on titre avec KOH (1N) jusqu'au virage au rose pâle.

### *Expression des résultats :*

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

$$\% \text{ Matière grasse} = (M - T) * 100 / P_E = (M_{MG} * 100) / P_E$$

$$\% \text{ Acidité} = (V * 2{,}82) / P_E$$

* $M_{MG}$ : Masse de matière grasse. (g)

* Tare : Ballon vide. (g)

* M : Masse du ballon + matière grasse. (g)

* $P_E$ : Prise d'essaie. (g)

* V : Volume de KOH versé. (ml)

**L'acidité doit être ≥ 60 % pour qu'il n'y est pas d'entraînement d'huile dans la pate**

## 9. Analyse de la soude

***Mode opératoire :***

- On pèse 5g de la soude et on ajuste le volume à 100 ml par l'eau distillée.
- On ajoute 1 à2 gouttes de phénophtaléine.
- On titre avec HCl (1,207 N) jusqu'à décoloration de la solution.

**Expression des résultats :**

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

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

## 10. Transmission

**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.

**Mode opératoire :**

- Pour faire l'étalonnage on remplie 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.**

## II - Suivi des analyses de laboratoire

Le suivi des analyses 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 afin de suivre la qualité de raffinage pour améliorer les conduites de l'opération.

Au cours de mon stage j'ai effectué plusieurs analyses et plus précisément, l'acidité, le taux de savons et l'analyse de la Soude car ces derniers connaissent une grande variation et doivent être contrôlés plus que deux fois par jour. En cas d'anomalie, l'équipe veillant sur le raffinage doit être avertie pour effectuer toutes les modifications nécessaires le plus vite possibles.

On a effectué ces analyses sur l'huile de soja durant un mois, chaque matin et on a trouvé les résultats présentés dans les tableaux suivant :

### 1. Acidité

| | HB | M | S1 | HS | ED | SD |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 1ére valeur | 0.75% | 0.81% | 0.056% | 0.12% | 0.1% | 0.86% |
| 2éme valeur | 0.83% | 1.18% | 0.066% | 0.08% | 0.12% | 0.096% |
| Moyenne | 0.72% | 0.94% | 0.04% | 0.014% | 0.09% | 0.083% |
| Normes | Maximum 2 %. | maximum 2 %. | 0,02% - 0,04 %. | 0,08% - 0,1 %. | 0,08 - 0,1 %. | 0,08 - 0,1 %. |

* HB : huile brute.

* M : huile de mélangeur.

* S1 : huile de séparateur 1.

* HS : huile séchée.

* ED : huile entrant à la désodorisation.

* SD : huile sortant de la désodorisation.

En cas d'anomalies, On doit avertir le groupe veillant sur le raffinage pour effectuer toutes les modifications le plus vite possible.

Pour S1 :

Si la valeur est supérieure à 0,04 % on doit ajouter la soude pour neutraliser l'huile, et si c'est le contraire (inférieure à 0,02%) on diminue la quantité de soude ajoutée.

Pour HS :

Elle dépend de la quantité d'acide citrique ajoutée, si cette dernière augmente l'acidité diminue et vise versa.

## 2. Taux de savons

| Etape de l'huile | S1 | HS | ED |
|---|---|---|---|
| **1ere Valeur** | 2711 ppm | 134 ppm | 0ppm |
| **2ème Valeur** | 1900 ppm | 51 ppm | 0 ppm |
| **Moyenne** | 998 ppm | 52 ppm | 0 ppm |
| Normes | Max : 1200 ppm | Max : 50 ppm | 0ppm |

On remarque qu'il y a des valeurs qui dépassent les normes, dans ce cas on va jouer sur les paramètres pour baisser la valeur de l'acidité et plus spécifiquement la contre pression : si on la diminue l'acidité diminue, et si elle augmente l'acidité augmente aussi.

IL ne Faut pas négliger l'importance da la valeur de température de l'huile et de l'eau, la valeur du vide et de la pression.

## 3. Analyse de la soude

| | Prise d'essai | % NaOH en poids | °B |
|---|---|---|---|
| **1ere Valeur** | 6.95 | 15.5 | 21.5 °B |
| **2ème Valeur** | 7.92 | 26 | 32.5 °B |
| **Moyenne** | 5.26 | 12.9 | 18 °B |

**La norme est : 18°B**

On remarque qu'il y a des valeurs qui dépassent les normes, dans ce cas on va faire une dilution de la soude.

## 4. Dosage du phosphore

Les résultats des analyses effectuées sur l'huile séchée et l'huile désodorisée, pour savoir leur teneur en phosphore provenant de l'ajout de l'acide phosphoriques, sont présentés dans le tableau suivant :

| Etape de l'huile | Huile séché | Sortie désodorisation |
|---|---|---|
| **1ere Valeur** | 7,56 | 2,54 |
| **2ème Valeur** | 2,10 | 5,9 |
| **Moyenne** | 4,88 | 3,36 |

D'après les résultats présentés dans ce tableau on remarque la présence parfois des valeurs supérieures à 5ppm (la norme). Dans ce cas le responsable de raffinage doit intervenir, Si cette augmentation est dût aux phospholipides il augmente la quantité de l'acide phosphorique et si elle est dût à l'excès de cet acide on le diminue au cours de l'étape de démucilagination.

## 5. Dosage de la pate de neutralisation

L'acidité de la pate de neutralisation est un indice qui permet de vérifier s'il y des pertes d'huile dans la pate. Les résultats de cette acidité pour la pate de SOJA sont présentés au tableau suivant :

| **Valeur** | **Acidité** |
|---|---|
| 1ere Valeur | 60% |
| 2ème Valeur | 70% |
| Moyenne | 66% |
| Normes | ≥60% |

Les résultats présentés dans ce tableau montrent que l'acidité dans la pate de neutralisation de SOJA est presque toujours dans les normes. C'est une indication qu'il n'y a pas des pertes de l'huile dans la pate.

# Conclusion

La société SIOF est parmi les entreprises qui veulent s'imposer dans le domaine de la production des huiles.

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

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

Mon stage était une occasion de mettre en valeur la formation reçue et m'a permis d'étudier de l'intérieur le fonctionnement de la société SIOF avec ses particularités humaines, techniques et organisationnelles.

Il m'a permis de me confronter à des situations réelles et c'était une occasion pour me sensibiliser aux questions relatives à la vie du travail en équipe.