



Licence Sciences et Techniques (LST)

GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

**PROCÉDÉ DE RAFFINAGE, ET L'IMPACT DE LA
TEMPÉRATURE SUR LE RENDEMENT AU NIVEAU DE LA
NEUTRALISATION DE L'HUILE DE GRIGNON D'OLIVE**

Présenté par :

◆ Samah Daho Idrissi

Encadré par :

◆ Mme. Bousellami Fatiha (SIOF)

◆ Pr. Chakroune Saïd (FST)

Soutenu Le 13 Juin 2013 devant le jury composé de:

- Pr Alilou E.H.
- Pr Touzani H.
- Pr Chakroune S.

Stage effectué à : SIOF

Année Universitaire 2012 / 2013

Sommaire

Introduction.....	3
<u>Aperçu sur la société SIOF.....</u>	4
1. Historique.....	4
2. Présentation.....	5
3. Organigramme.....	5
4. Nature de l'huile élaborée par la SIOF.....	6
Chapitre I : <u>Processus de Production et de Conditionnement.....</u>	10
1 .<u>Principe du raffinage</u>	11
1-1 Démucilagination.....	13
1-2 Neutralisation.....	14
1-3 Lavage.....	15
1-4 Séchage.....	15
1-5 Décoloration.....	16
1-6 Filtration.....	17
1-7 Désodorisation.....	17
1-8 Fortification.....	18
2. <u>Conditionnement</u>.....	19
2-1 Définition.....	19

2-2 Description des étapes de conditionnement.....	19
3. <u>Analyses effectuées au sein de laboratoire</u>	21

Chapitre II : L'impact de température de la soude sur le rendement au niveau de la neutralisation des huiles de grignon d'olive..... 23

1-Objectif..... 24

1-1les principaux facteurs influençant sur le processus de séparation de la pâte aux huiles de grignon d'olive..... 24

1-2 principales caractéristiques de l'huile de grignon d'olive..... 24

2- Expérimentation..... 25

2-1 Méthode..... 25

2-2 Résultats..... 27

2-3 Interprétation 29

Conclusion..... 31

INTRODUCTION

Le secteur agroalimentaire est un pilier de l'économie marocaine et une source importante de rentrée de devises, et l'un des secteurs qui contribuent activement à la création d'emplois.

Les huiles et les graisses ont toujours constitué une part importante de ce secteur qui ont des activités basées 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 matière première et le produit fini .

Toutes ces raisons m'ont poussé à effectuer mon stage de fin d'études dans une entreprise de renommée telle que les huileries de SIOF (Société Industrielle Oléicole de Fès).

Mon travail sera divisé : premièrement aperçu sur la société SIOF et son historique .le premier chapitre décrira le processus de production, le conditionnement et les analyses effectuées au sein de la SIOF. Et le deuxième chapitre présente la recherche que j'ai effectuée au sein de laboratoire des analyses et contrôle de qualité de SIOF, concernant l'impact de la température de la soude au niveau de la neutralisation sur le rendement de l'huile grignon d'olive.

Aperçu sur la société SIOF

1. Historique

Créé en **1961** sous forme d'une Société à Responsabilité Limitée (S.A.R.L), 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 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, avec une capacité de 12000 tonnes par 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 nécessaire au remplissage, capsulage et étiquetage des bouteilles (½ L, 1L, 2L, 5L).

En **1977**, et grâce à cette nouvelle installation, la société est devenue un complexe important pour le capsulage et l'étiquetage des produits.

En **1978**, le produit de la SIOF s'est étendu dans tout le royaume grâce au lancement de la première campagne publicitaire, l'ouverture des dépôts aux différentes régions du Royaume, le recrutement de représentants et surtout l'installation d'un nouveau système de décirage (élimination des cires) avec deux matériaux de remplissage. Tout cela a permis à la société de devenir plus proche du consommateur surtout avec ses différents produits de haute qualité.

En **1980**, et afin d'augmenter sa production, l'entreprise a réalisé une installation de raffinage d'une capacité de 30000 tonnes par an. 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 réparties entre la famille LAHBABI.

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

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

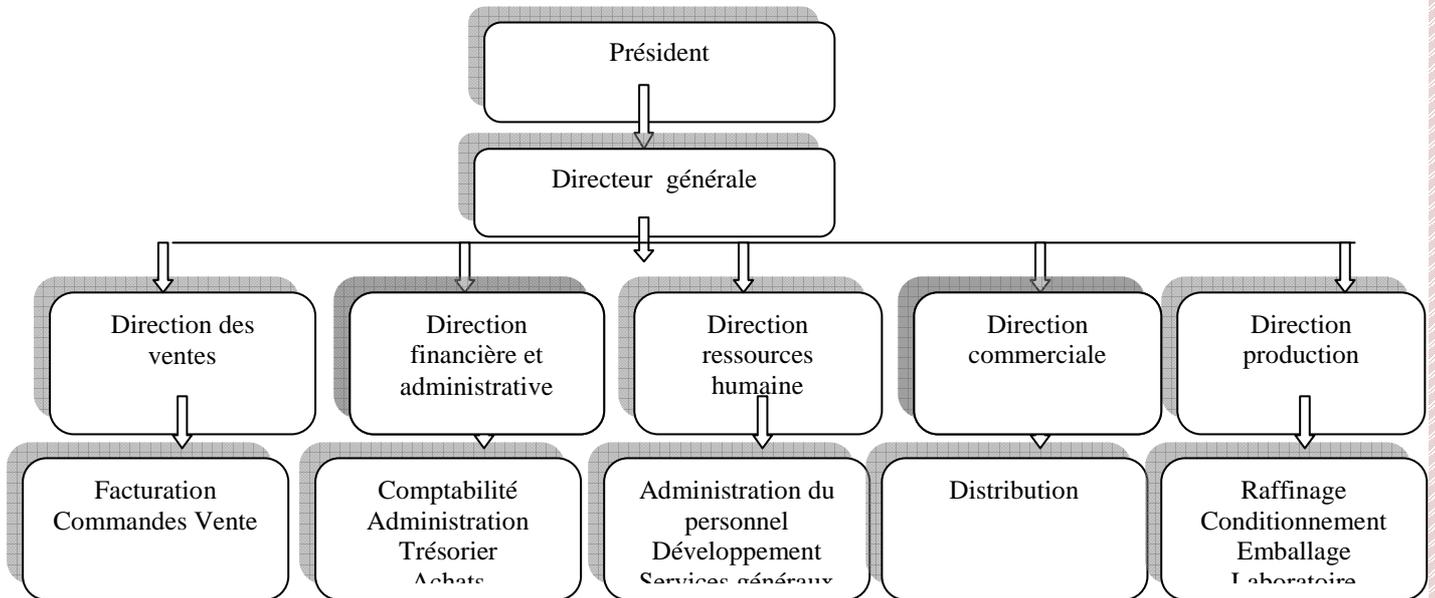
2. Présentation

La Société Industrielle Oléicole de Fès est une société anonyme à vocation agro-alimentaire pour l'extraction, le raffinage et le conditionnement des huiles alimentaires et la conserve des olives. Elle est constituée de trois sites industriels :

- ❖ Le 1^{er} est situé à la zone industrielle **Sidi Brahim**, sur une superficie de 20000 m² assurant la trituration des olives, la production des conserves d'olives et l'extraction d'huile de grignon.
- ❖ Le 2^{ème} est situé à la zone industrielle **DOKKARAT**, occupe une superficie de 12000 m² assurant le raffinage et le conditionnement des huiles alimentaires.
- ❖ Le 3^{ème} site est situé aux régions **d'Ain Taoujtate** assurant l'extraction de l'huile de grignon.

3. 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 :



4 .La nature des huiles élaborées par la SIOF

La SIOF assure la production de quatre marques des huiles :

- SIOF : huile de table raffinée à base de soja.
- Moulay Idriss : huile d'olive vierge courante.
- Andaloussia : huile de grignon raffiné.
- Frior : huile de tournesol raffiné.

Tournesol :



Le Tournesol ou le grand soleil est une grande plante annuelle, appartenant à la Famille des Astéracées, son nom scientifique *Hélianthes annuus*. C'est une plante oléagineuse très riche en huile alimentaire (environ 40% de sa 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 de graines décortiquées soit par broyage soit par extraction.

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

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 hypocholestérolémiant, donc il possède des propriétés nutritives et énergétiques nécessaires pour le corps humain.

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

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 pas ses caractéristiques et ses qualités organoleptiques et sa valeur nutritionnelle.

La dénomination huile raffiné 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 vitamine E. sachant qu'une huile d'olive vierge contient plus que 30mg /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.

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 d'olive (peau, pulpe, petits morceaux de noyau) et une certaine proportion d'eau de végétation qui contient à son tour les composants hydrosolubles de l'olive, proportion qui dépend du système utilisé pour l'extraction. Le grignon est séché, broyé et traité au solvant pour obtenir une huile dite huile de grignon.

La matière grasse du grignon est très riche en acides gras en C16 et C18 insaturés qui constituent 96% du total des acides gras et dont l'acidité libre exprimée en acide oléique.

Chapitre I

Processus de production

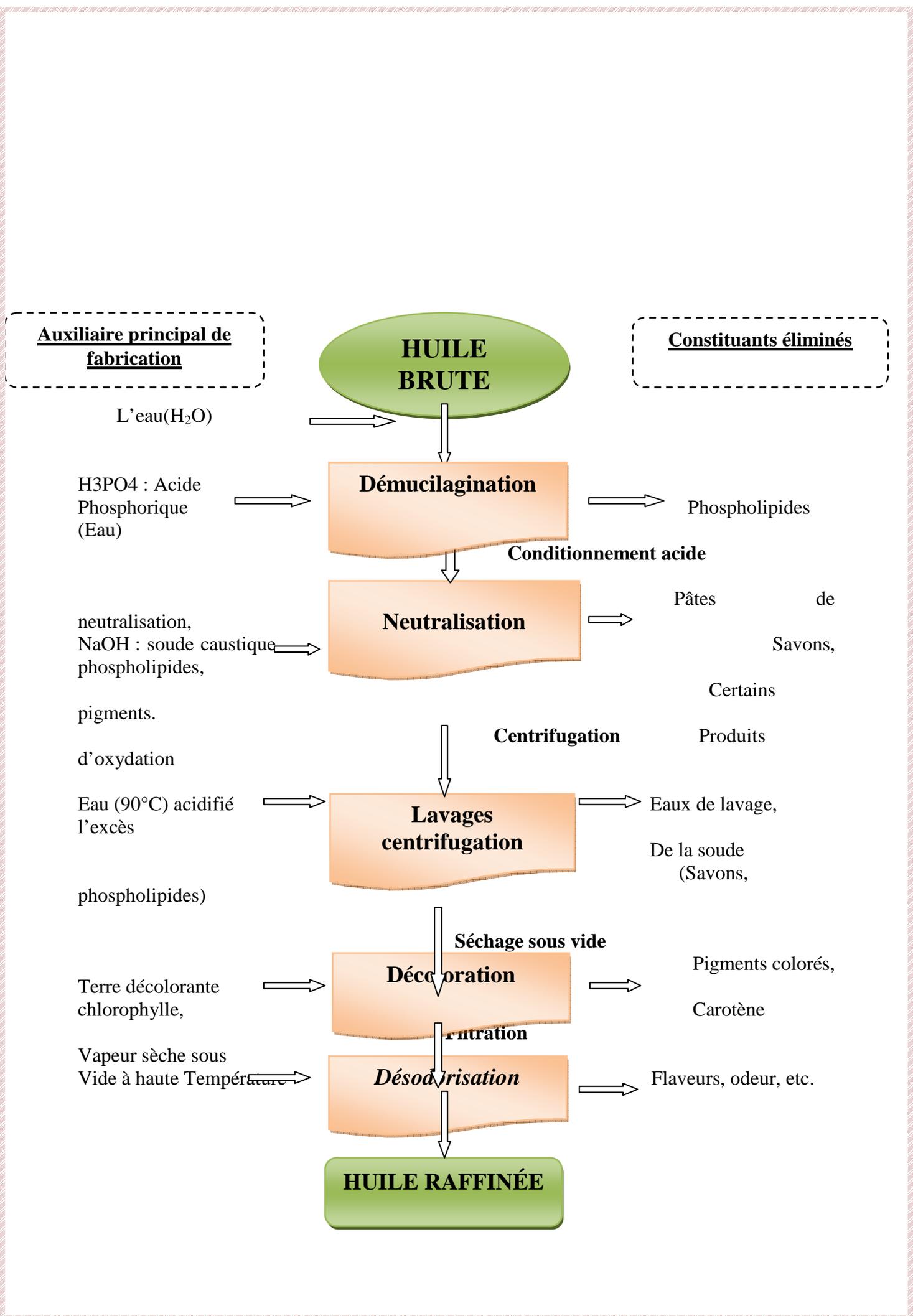
1-Principe de raffinage

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 comprend plusieurs opérations :

Les différentes huiles traitées à la **SIOF**, subissent un raffinage selon l'organigramme suivant :



1-1 Démucilagination

Principe :

La démucilagination est la première étape du raffinage de l'huile c'est une opération nécessaire, qui permet l'élimination des mucilages se sont des composés phosphorés en présence d'eau, représentés essentiellement par des phospholipides existant dans l'huile brute par l'ajout de H_3PO_4 . La teneur des mucilages dépend de la variété d'huile et du mode de trituration.

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.
- Ces phospholipides peuvent provoquer des émulsions.

Procédé :

L'huile brute venant du bac de stockage appelé cuve de lancement, filtrée dans un filtre à double corps contenant chacun d'eux un tamis pour éliminer les substances grossières.

Ensuite elle traverse un échangeur à plaques chauffé à une température aux environs de 85-90°C, par la vapeur d'eau.

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

L'huile et l'acide passent alors dans un mélangeur rapide (6000tr/min) pour la dispersion d'acide dans l'huile puis dans un mélangeur à axe vertical (bac de contact) assurant un temps

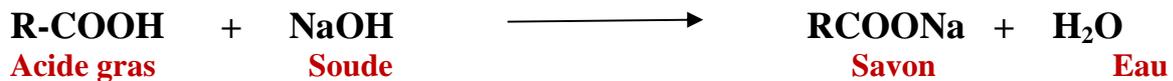
de contact d'au moins 15-20 minutes, le mélange est ensuite envoyé à l'étape de neutralisation.

1-2 Neutralisation :

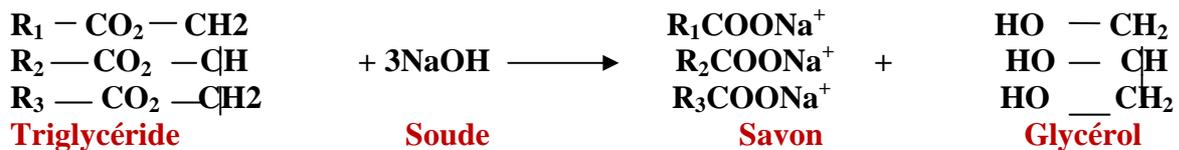
Principe :

Cette opération consiste à neutraliser l'acide phosphorique d'une part, et d'autre part vise essentiellement à éliminer les acides gras libres, qui sont indésirable dans l'huile car se sont des catalyseurs d'oxydation, sous forme de savons appelés pâtes 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 de 5% à 10%. Si la soude est mal dosée on peut avoir la saponification des triglycérides dite saponification parasite :



Procédé :

A la sortie du bac du contact, l'huile est mélangée dans un premier malaxeur avec la soude caustique 16 % à 18% injectée par une pompe doseuse.

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.

Le mélange est divisé en deux phases :

Phase lourde : pâte de neutralisation.

Phase légère : huile neutre.

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

Acidité : 0,02-0,04%.

Traces de savon : entre 1000 et 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 subisse une bonne préparation si non il se produit des émulsions importantes et une partie de savon risque de ne pas être éliminée.

Procédé :

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

- ❖ L'huile neutralisée provenant du séparateur reçoit une eau acidifiée avec l'acide citrique, passe dans un troisième mélangeur rapide, le mélange est séparé par centrifugation.
- ❖ L'huile lavée doit contenir moins de 50 ppm de savon et une acidité inférieure à 0,04%.
- ❖ Les eaux de lavage contiennent encore de l'huile qu'on récupère par décantation (environ 1 à 3% de matière grasse).

1-4 séchage :

Principe :

Cette étape consiste à éliminer l'humidité présente dans l'huile lavée car la présence des traces d'eau qui risque de diminuer l'activité de la terre décolorante et provoquer 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.

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

1-5 Décoloration :

Principe :

La décoloration ou blanchiment est une opération qui vise à éliminer les pigments colorés (chlorophylles, carotènes), une partie du phosphore, les peroxydes responsables de la couleur foncée de l'huile brute et que la neutralisation n'a que partiellement détruit. Cette opération fait intervenir un phénomène physique :

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

- **Remarque :**

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

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 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.

1-6 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 du charbon, ce qui permet le passage de l'huile seule à travers le filtre.

Procédé :

Au sein de la SIOF, l'huile sortante du décolorateur doit être débarrassée 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 filtres à poche (filtres de sécurité) pour s'assurer que l'huile ne

contient plus de la terre ou de matière en suspension. L'huile 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 huiles neutralisées et décolorées obtenues 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 élevée 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 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 entraînement à la vapeur des substances odorantes qui sont plus volatiles que l'huile.

1-8 Fortification :

Principe :

La fortification des aliments est définie comme tout traitement ayant pour but essentiel d'élever la teneur en principe nutritifs 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.

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 se 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.

2-Conditionnement

2-1 Définition

Le magasin de conditionnement est un magasin où l'huile raffinée se remplit dans des bouteilles ou bidons qui s'emballent dans des 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 0,5L et 1L PET dans laquelle le remplissage se fait d'une façon massique.
- Une ligne 2L et 5L PET où le remplissage est volumique.

2-2 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.



★ **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).

★ **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.

★ **L'encaissage :**



Finalement, les bouteilles sont dirigées 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.

3- Analyses effectuées au sein de la SIOF

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

La prise des échantillons se fait régulièrement à chaque étape de raffinage comme suit :

Echantillon	Analyses
Huile brute (B)	Acidité, taux d'impuretés
Huile déémucilaginée (M)	Acidité
Huile neutralisée (S1)	Taux de savon, acidité, excès de soude

Pâte de neutralisation	Acidité
Huile séchée (HS)	Taux de savon, acidité, taux de phosphore
Huile filtrée (F)	Acidité
Entrer de désodoriseur (ED)	Acidité, savon
Sortie de désodoriseur (SD)	Acidité, savon, transmission
Conditionnement	Acidité, taux de phosphore, indice de peroxyde
Eau de chaudière	La dureté totale
Maturateur	Acidité, taux de savon

Lors de chaque contrôle des, les responsables de laboratoire renseignent les techniciens de raffinage de toute non-conformité, ce qui fera l'objet d'une intervention corrective.

Chapitre II

Impact de la température de la soude au niveau de la neutralisation sur le rendement de l'huile de grignon d'olive

1-Objectif :

L'objectif du raffinage chimique, est de produire l'huile raffinée avec une qualité acceptable et une perte de matière ou un rendement maximal dans le procédé de raffinage.

Pour cela il faut utiliser un excès minimal de soude caustique, qui permet d'obtenir une qualité acceptable de l'huile et de réduire au maximum la saponification de l'huile neutre. Par conséquent, le contrôle du processus de raffinage de l'huile est important pour minimiser les pertes en matière.

1-1les principaux facteurs influençant sur le processus de séparation de la pâte aux huiles de grignon d'olive.

- ❖ La température de la soude utilisée.
- ❖ 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.

1-2 principales caractéristiques de l'huile de grignon d'olive.

	Huile de grignons d'olive brute	huile de grignons d'olive raffinée	Huile de grignons d'olive
Odeur et saveur		acceptable	Bonne
Couleur		Claire jaune à jaune brun	Claire jaune à vert
Aspect à 20°C pendant 24h		Limpide	Limpide
Acidité libre % m /m exprimée en oléique	Non limitée	≤ 0,3	≤ 1,0
L'indice de peroxyde		≤ 5	≤15

Teneur en eau et en matières volatiles % m/m	$\leq 1,5$	$\leq 0,1$	$\leq 0,1$
Teneur en impuretés insolubles dans		$\leq 0,05$	$\leq 0,05$

2- Expérimentation

Mon travail est divisé en deux étapes :

- La 1^{ère} est basé sur le phénomène de neutralisation. Dans cette étape on consiste à éliminé les acides gras libre par la soude caustique.
- La 2^{ème} étape où la formation des savons, et consiste à séparer la pâte de neutralisation aux l'huiles.

J'ai travaillé avec deux concentration (34-38°Bé) en fonction de température, depuis 15°C jusqu'à 80°C.

2-1 Méthode :

a- Préparation de la pâte

★ Définition :

Dans cette étape qui est caractérisée par la formation des savons à partir de la réaction de saponification est une [réaction chimique](#) transformant un [ester](#) en un [ion carboxylate](#) et un [alcool](#). Il s'agit en fait de l'[hydrolyse](#) en milieu [basique](#) d'un ester.

★ Le mode opératoire :

- On introduit 200g de l'huile brute dans un bécher, on chauffe l'huile jusqu'à 85°C, on ajoute le volume nécessaire de la soude avec une température choisie, tout en agitant jusqu'à l'apparition de deux phase (huile neutre et la pâte).
- On verse les deux phases pour les filtrer. On obtient donc une phase lourde (pâte) et une phase légère (huile neutre).

b- Acidité de la pâte de neutralisation :

★ Définition :

Cette analyse permet de savoir s'il y a une perte d'huile dans la pâte de neutralisation, en déterminant l'acidité de la pâte.

★ Le mode opératoire :

On introduit environ 10 g de la pâte dans un ballon, on ajoute 40 ml de dioxane pur, 7 ml d'acide sulfurique, 7 ml d'eau distillé et quelques gouttes d'orange de méthyle comme indicateur.

On met le ballon dans un chauffe ballon et on laisse le mélange chauffer jusqu'au virage de coloration vers le marron. Après le mélange est versé dans une ampoule à décanter, on extrait 3 fois avec 25 ml d'hexane extra pur, puis les phases organique sont rassemblées et

lavées 2 fois avec 25 ml de l'eau chaude, on filtre sur un papier filtre contenant le sulfate de sodium pour éliminer les traces d'eau dans un ballon taré, on ajoute à peu près 150 ml d'hexane et on met le ballon sous un soxlet et réfrigérant pour récupérer les traces d'huile collant sur le papier filtre et éliminer l'hexane. L'huile obtenue est mise dans l'étuve à 103°C pendant 15 min puis refroidit dans le dessiccateur.

On détermine l'acidité de la pate en ajoutant 100 ml d'alcool neutralisé par le phénophtaléine et on titre avec KOH (1N) jusqu'au virage au rose pâle.

Remarque : Acidité de la pâte doivent être ≥ 60 %

c- Acidité de l'huile neutre :

★ Définition :

C'est la quantité d'acides gras libre exprimée en acide oléique présente dans 100g de matière grasse (le degré d'acidité).

★ Le mode opératoire :

- On met dans un ballon 100ml d'alcool distillé (éthanol).
- On ajoute 2 à 3 gouttes de phénophtaléine.
- On neutralise l'alcool par KOH (0.1 N) => coloration rose.
- On ajoute une quantité d'huile à analyser (huile neutre).
- On agite un peu et en obtient une coloration jaune.
- On titre avec KOH (0.1N) jusqu'au virage. (coloration rouge)

L'acidité est calculée par :

$$\text{Acidité} = \frac{N \times V \times 282 \times 100}{PE \times 1000} = \frac{V \times 2,82}{PE} (\%)$$

- V : volume de KOH versé en L.
- N : normalité de KOH (0,1 N).
- M : masse molaire s'acide oléique (282 g / mol).
- PE : masse de la prise en essai.

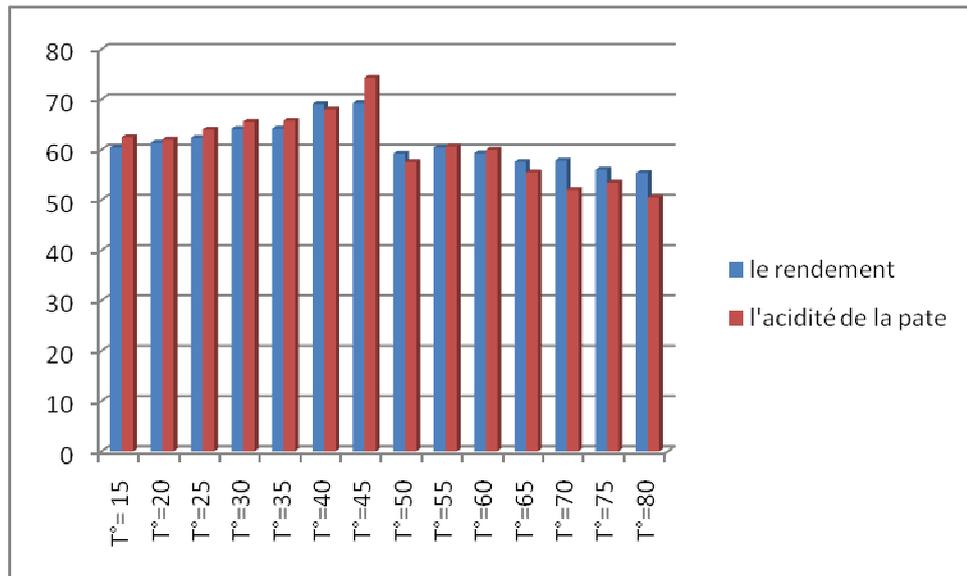
Remarque : L'acidité de l'huile de grignon d'olive neutralisée doit être $\leq 2\%$

2-2 Résultats :

➤ Pour la concentration 38 °Bé.

Température de la soude (°C)	l'acidité de l'huile neutre	l'acidité de la pate	la masse de matière grasse	le rendement (%)
15	2,5	62,5	120,93	60,47
20	2,4	62	122,73	61,37
25	2,2	64	124,74	62,37
30	1,99	65,6	128,29	64,15
35	1,9	65,8	128,34	64,17
40	1,88	68	138,2	69,10
45	1,82	74,3	138,59	69,30
50	2,4	57,55	118,48	59,24
55	2,16	60,64	120,93	60,47
60	2,35	53,43	118,64	59,32
65	2,57	55,5	115,2	57,60
70	2,55	52	115,69	57,85
75	2,77	53,43	112,1	56,05
80	2,6	50,46	110,73	55,37
la masse initiale = 200g				

➤ Tableau 1 : Représente la variation de l'acidité et le rendement en fonction de la température pour 38°Bé



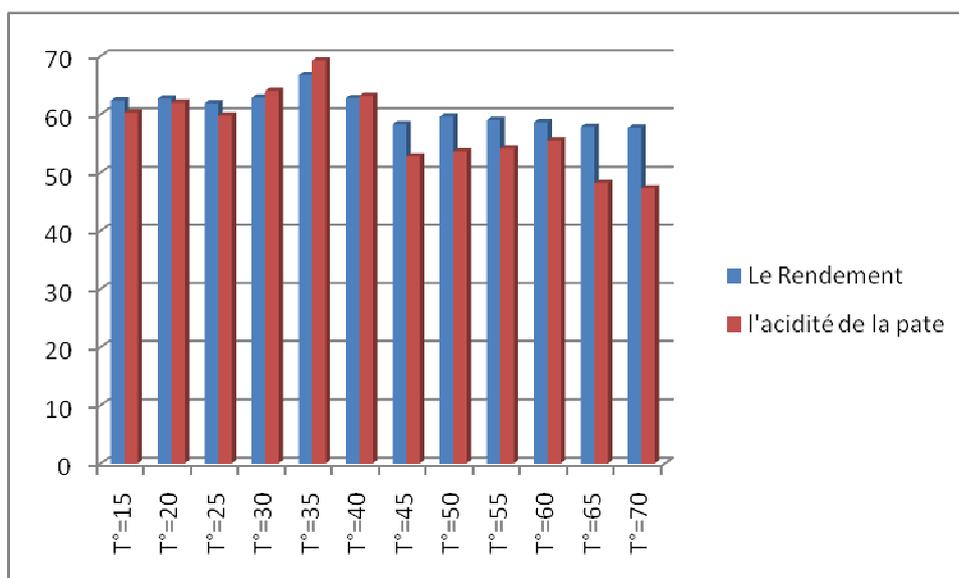
➤ **Observation :**

D'après les résultats obtenus on observe que l'acidité de la pâte et le rendement augmentent avec la température jusqu'à 45°C après ils diminuent, donc on peut dire que la bonne séparation s'effectue à 45°C où l'acidité de la pâte et le rendement sont les plus élevés.

➤ **Pour la concentration 34°Bé**

Température de la soude (°C)	l'acidité de l'huile neutre	l'acidité de la pate	la masse de matière grasse	le rendement (%)
15	2,3	60,13	124,76	62,38
20	2,25	62	125,38	62,69
25	2,18	59,8	123,8	61,90
30	2,21	64	125,71	62,86
35	1,93	69,2	133,52	66,76
40	1,9	63,16	125,57	62,79
45	2,4	52,78	116,64	58,32
50	2,3	53,59	119,04	59,52
55	2,26	54,13	118,03	59,02
60	2,19	55,5	117,27	58,64
65	2,45	48,19	115,7	57,85
70	2,69	47,3	115,4	57,70
la masse initiale = 200g				

- Tableau 2 : Représente la variation de l'acidité de la pâte et le rendement en fonction de la température pour 34°Bé.



➤ **Observation :**

D'après les résultats obtenus on observe que l'acidité de la pâte et le rendement augmentent avec la température jusqu'à 35°C après ils diminuent, donc on peut dire que la bonne séparation s'effectue à 35°C où l'acidité de la pâte et le rendement sont les plus élevés.

2-3 Interprétation :

★ **Pour la concentration de 34°Bé :**

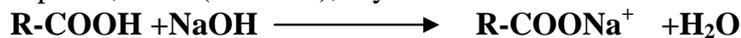
D'après les résultats du tableau N°2, on remarque que :

Le rendement en huile neutre augmente en parallèle avec l'acidité de la pâte en fonction de la température de la soude, jusqu'à la température de 35°C avec un rendement et acidité maximum.

Ensuite, lorsque la température de la solution de NaOH dépasse 35°C, on remarque que le rendement en huile neutre et l'acidité diminuent.

On peut expliquer ceci par :

La première phase, entre (15-35°C), il y a neutralisation des acides gras libres par NaOH.



La deuxième phase entre (35-70°C) en plus de la réaction de neutralisation des acides gras libres il ya hydrolyse des triglycérides constituant majoritaire de l'huile environ (98%), ce qui montre une diminution du rendement.

★ **Pour la concentration de 38°Bé :**

Les mêmes remarques et explications faites pour le NaOH 34°Bé sont valables pour le NaOH 38°Bé.

Mais on peut remarquer que la solution de NaOH 38°Bé est plus intéressante que celle à 34°Bé car le rendement de l'huile neutre en est meilleur.

En conclusion, pendant l'étape de la neutralisation de l'huile il est conseillé de travailler avec une solution de NaOH de 38°Bé et une température comprise entre 40 et 45°C.

Conclusion

Durant notre période de stage au sein d'unité de laboratoire, on a pu établir de bonnes relations et de belles rencontres avec différentes catégories de personnel de la SIOF.

On a pu mettre en considération de belles et prestigieuses valeurs telles que : la conscience professionnelle, le respect d'abord de soi même et ensuite des autres, responsabilité, la concertation, collaboration, l'assiduité, l'esprit d'équipe et de recherche, tous ça avec une grande facilité d'intégration dont l'humeur et la sincérité ne font qu'un.

Ce stage nous a permis :

- Identifier l'importance de la qualité dans le domaine agroalimentaire.
- Avoir un esprit d'analyse de qualité.

D'autre part le sujet que j'ai choisi 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 et de participer aux travaux de laboratoire et à l'évolution de la société.

REMERCIEMENTS

Je tiens à présenter mes remerciements et ma gratitude à tous ceux qui m'ont aidée de près ou de loin à l'accomplissement de ce rapport et du stage.

- ★ La direction de SIOF dans la personne de son président Directeur Générale Mr .Khalil Lahbabi pour m'avoir donné l'opportunité d'effectuer mon stage dans une prestigieuse unité industrielle.
- ★ MR. Saïd CHAKROUNE mon encadrant et professeur à la Faculté des Sciences et Techniques de Fès, qui n'a pas cessé de m'encourager pendant la durée du stage ainsi pour sa générosité en matière de formation et d'encadrement.
- ★ MR.ERRAFIK Responsable production à la société SIOF.
- ★ Mme .Fatima BOUSSELLAMI Responsable du laboratoire des analyses.
- ★ M^{lle} MOUNA et FATIMA les techniciens de laboratoire pour leur conseil durant toute la durée du stage.

D'une façon générale, je remercie tous les responsables et les ouvriers de la SIOF pour leur aide.

BIBLIOGRAPHIE

- Zoulou Hajar, 2010/2011. Rapport sous- titre : le procédé de raffinage, et contrôle de qualité l'huile de soja.
- Akhssas Amal, 2010/2011. Rapport sous-titre : Contrôle de qualité des huiles et le suivi des analyses effectuées au sein de la SIOF.
- <file:///C:/Users/usr/Desktop/siof/PresentationDe> La Société Industrielle Oléicole De Fès Dissertation.