



UNIVERSITE SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH

FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES

Département de chimie

Licence Sciences et Techniques (LST)

Techniques d'Analyse et Contrôle Qualité

TACQ

PROJET DE FIN D'ETUDES

Effet de la soude caustique sur la décoloration d'huile de soja

Présenté par :

◆ DAHHANE Salma

Encadré par :

◆ Mlle EL FARROUDI Fatima (Société)

◆ Pr BOUAYAD Abdeslam (FST)

Soutenu Le 16 Juin 2015 devant le jury composé de:

- Pr BOUAYAD Abdeslam

- Pr CHAKROUNE Said

- Pr KANDRI RODI Youssef

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



Sommaire

Introduction	1
I-Présentation de la Société Industrielle Oléicole de FES « SIOF »	2
1) Huiles fabriquées par la SIOF.....	5
2) Description du processus de raffinage de l'huile de soja	5
a) Huile de soja.....	5
b) Introduction au raffinage.....	6
c) Composés à éliminer et l'intérêt des matières utilisées lors du raffinage.....	6
d) Etapes de raffinage.....	8
e) Les analyses effectuées sur chaque étape de raffinage.....	12
f) Les normes de conformité de l'huile décolorée et fini de soja	13
II- L'optimisation de la concentration de soude pour une meilleure décoloration	14
1) Neutralisation de l'huile de soja par la soude caustique.....	15
a) Préparation de la soude caustique à différentes concentrations.....	16
b) Méthode de travail	20
c) Résultats et discussion.....	25
Conclusion.....	25
2) Décoloration de l'huile de soja.....	26
a) Méthode de travail	26
b) Résultats et discussion.....	27
Conclusion.....	27
Conclusion	28



Références

webliographiques.....29

Introduction

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

Parmi ces produits, l'huile de soja qui provient de l'extraction de la fève de soja, une plante légumineuse, et qui nécessite pour obtenir une huile comestible, le passage obligatoire par le traitement de raffinage qui passe par plusieurs étapes, et la décoloration est une étape importante du processus de raffinage, elle consiste à éliminer les matières colorantes présentes dans les huiles en ajoutant une terre décolorante qui adsorbe les pigments, dont l'objectif est de produire une huile raffinée avec une qualité acceptable.

Dans ce cadre, j'avais l'honneur d'effectuer mon stage de fin d'étude au niveau du service laboratoire au sein de la Société Industrielle Oléicole de Fès (SIOF), l'une des unités les plus connues au niveau de notre région, sous le thème d'effet de la soude caustique sur la décoloration d'huile de soja. C'était une véritable occasion pour compléter la formation théorique et l'enseignement dynamique acquis à travers notre département de chimie, et d'avoir un contact avec le monde industriel durant une période d'un mois et demi.

Dans ce but, mon étude se tient principalement sur trois grandes parties. La première partie est réservée à la présentation de la SIOF. La seconde partie abordera le processus du raffinage au sein de la SIOF ainsi que les analyses effectuées. Dans la troisième partie, on mettra l'accent sur l'effet de la soude caustique sur l'huile décolorée.



Présentation de la société



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 1^{er} est situé à la zone industrielle **Sidi Brahim**, assurant la trituration des olives, la production des conserves d'olives et l'extraction d'huile de grignons.
- Le 2^{ème} est situé à la zone industrielle **DOKKARAT**, assurant le raffinage et le conditionnement des huiles alimentaires.
- Le 3^{ème} site est une ferme localisée dans les régions **d'Ain Taoujtate** assurant l'extraction de l'huile de grignon.

La **SIOF** a implanté cinq dépôts permettant une bonne distribution des produits sur les différents points du royaume comme suit :

- Dépôt Casablanca
- Dépôt Oujda
- Dépôt Marrakech
- Dépôt Oued-Zem
- Dépôt Tétouan

Le groupement **SIOF** 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

I. Organigramme de la SIOF:

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:

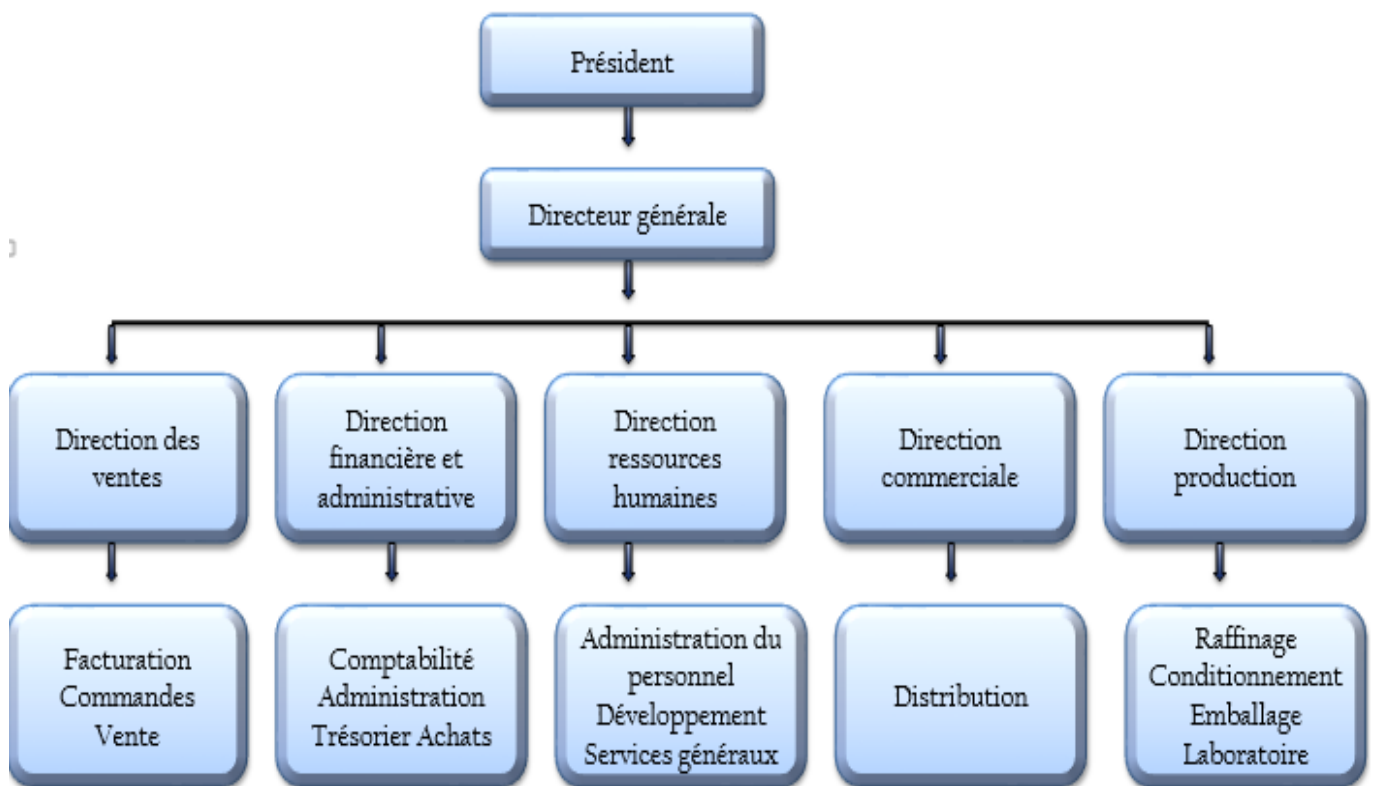
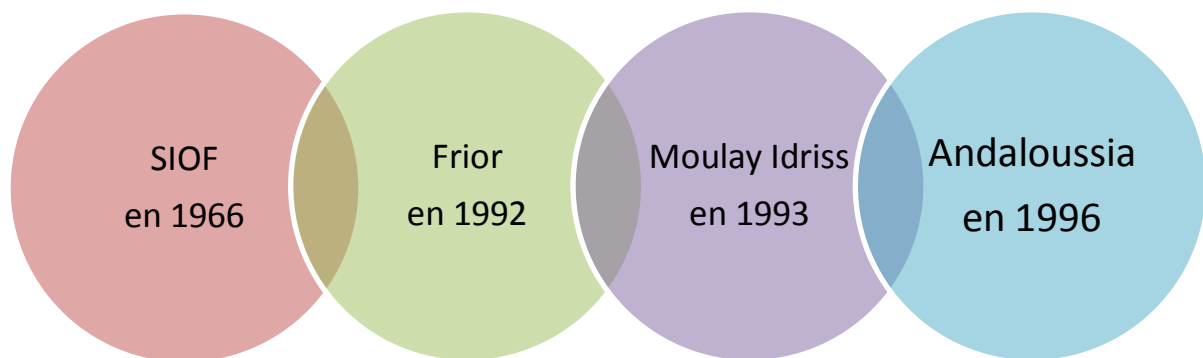


Figure 1 : L'organigramme de la SIOF

1) Huiles fabriquées par la SIOF :

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

- **Moulay Idriss** : l'huile d'olive vierge courante.
- **SIOF** : l'huile de table raffinée à base de **soja**.
- **Andaloussia** : huile de **grignons** raffinés.
- **Frior** : huile de friture, 100% **tournesol**.



2 - Description du processus de raffinage de l'huile de soja

a) Huile de 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.

L'huile de soja est une huile végétale extraite du soja, utilisée dans l'alimentation. Elle 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.

La teneur en acides gras insaturés de l'huile de soja étant très élevée, les molécules de triglycéride contiennent au moins deux acides gras insaturés et des glycérides 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 (C 18 : 3°), ce dernier est très sensible à l'oxydation donc vaut mieux éviter le contact de l'huile avec l'oxygène.



Figure 2: Graines de Soja

b) Introduction au raffinage

L'objectif du raffinage des huiles végétales est de fournir des huiles répondant à la demande du consommateur et de l'industriel utilisateur :

- * Pour le consommateur que nous sommes, il s'agit de proposer une huile qui soit saine, d'aspect limpide et brillant, peu colorée et de caractéristiques organoleptiques neutres.

- * Pour les industriels de l'agroalimentaire, l'huile doit satisfaire les exigences d'un cahier de charges très complet. Une excellente qualité du produit, une traçabilité des lots, l'absence de contaminants et de composés indésirables ainsi qu'une bonne stabilité du produit sont des critères exigés.

c) Composés à éliminer et l'intérêt des matières utilisées lors du raffinage

Les huiles reçues à l'état brut contiennent encore un certain nombre d'impuretés qu'il est primordial d'éliminer pour aboutir à un produit consommable.

Tableau 1 : Constituants mineurs contenus dans les huiles brutes de soja

<i>Classification de substance</i>	<i>Représentation typique</i>	<i>Effet détérioration</i>
<i>Produits d'hydrolyse</i>	Acides gras libres, Glycérides partiels	Oxydation, pertes des huiles neutres
<i>Composés Phosphorés</i>	Lécithine, céphaline, phosphatidylinositols, acides phosphatiques	Apparence de goût, oxydation
<i>Produits d'oxydation</i>	Aldéhydes volatiles, cétones, hydrocarbures	Odeur et goût
<i>Colorants</i>	Carotènes, chlorophylle	Couleur et oxydation
<i>Antioxydants</i>	Tocophérols, stérols	Anti-oxydation

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

Tableau 2: L'intérêt des matières utilisées

<i>Les matières utilisées</i>	<i>Les composés à éliminés</i>
<i>H₃PO₄ acide phosphorique</i>	<ul style="list-style-type: none"> • Les phospholipides
<i>NaOH la soude caustique</i>	<ul style="list-style-type: none"> • Les acides gras libres • Les produits d'hydrolyses • Composés métalliques
<i>H₂O à une température (80-90 °C)</i>	<ul style="list-style-type: none"> • La solvataion des savons • Les traces de la soude
<i>La terre et le charbon actif</i>	<ul style="list-style-type: none"> • Les colorants
<i>C₆H₈O₇ l'acide citrique</i>	<ul style="list-style-type: none"> • Le reste des phospholipides • La solvataion du reste des savons
<i>La vapeur d'eau (à 200-220 °C)</i>	<ul style="list-style-type: none"> • Les produits d'oxydation • Les traces d'eau

d) Etapes de raffinage

● Démucilagination

L'huile brute contient une certaine quantité de produits appelés couramment mucilages. Ces constituants sont complexes mais représentent essentiellement des phospholipides dont la teneur dépend de la variété d'huile et du mode de trituration : ils peuvent représenter 0,5-1% de l'huile de soja.

La démucilagination a pour but d'éliminer les phospholipides par action de l'acide phosphorique. Cette opération est nécessaire pour éviter des problèmes lors du raffinage à savoir :

- ✓ Oxydation de l'huile et dégagement d'une odeur indésirable,
- ✓ Perte de l'huile au stade de lavage par emprisonnement de la matière grasse entre les pôles hydrophiles,
- ✓ Risque de formation de mousse au niveau du séchage,
- ✓ Colmatage du filtre et inhibition de la terre décolorante,
- ✓ Inhibition de la décoloration thermique lors de la désodorisation...

L'huile brute est préchauffée à 60°C avec l'huile désodorisée dans un échangeur à plaque contre courant, puis à 85-90°C avec de la vapeur d'eau dans un échangeur à spirale (à contre-courant).

L'huile de soja brute contenant des teneurs en phosphore de l'ordre de 200 ppm est mélangée à l'acide phosphorique 42% (à raison de 1 kg par tonne d'huile). Elle est ensuite fortement agitée dans un mixeur pour avoir un mélange intime. Après le mélange réactionnel est ramené au bac de contact dans lequel l'huile va séjourner 30 min pour qu'il y soit conditionnement des mucilages (gonflement).

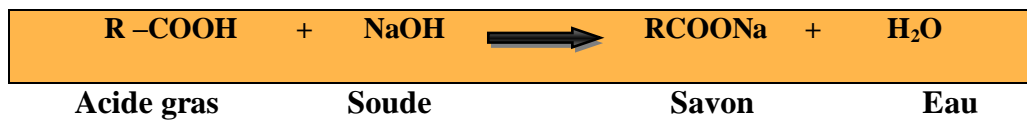
● Neutralisation

L'huile brute contient toujours des acides gras libres qu'il faut éliminer, ces derniers sont indésirables car ils sont des catalyseurs d'oxydation.

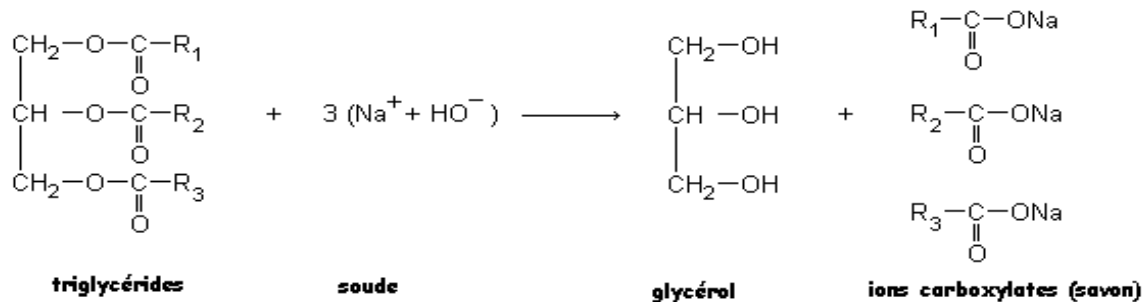
La neutralisation à la soude est très intéressante car elle élimine aussi les matières colorées et les traces de métaux qui peuvent accompagner l'huile lors du stockage.

Pour se faire, l'huile venant de la démulcination est mélangée avec de la soude caustique de concentration égale à 16-18°Be. La quantité de soude, qu'il faut ajouter, doit tenir compte de la quantité d'acide phosphorique utilisée et de l'acidité de l'huile.

La réaction d'équilibre chimique entre les acides gras libres et la soude est la suivante :



Pour déplacer l'équilibre dans le sens d'une neutralisation complète, il est nécessaire d'employer un léger excès de soude de l'ordre de 5 à 10%. Cet excès doit être bien dosé afin d'éviter les pertes par saponification parasite des triglycérides :



Le mélange réactionnel à une température de 85-90° est acheminé vers un mixeur pour parfaire la réaction de neutralisation, puis dans un séparateur à bol auto-débourbeur RSE 90. Le mélange est divisé en deux phases :

- ✓ Phase **lourde** : pâtes de saponification
- ✓ Phase **légère** : huile neutre

● Lavage

C'est l'opération permet d'éliminer les substances alcalines (savon et soude en excès) présent à la sortie de la turbine de neutralisation, ainsi que les derniers traces de métaux, de phospholipides et autres impuretés.



Il est essentiel que l'huile brute ait subi une bonne démulcination. Dans le cas contraire, il peut se produire des émulsions importantes et une partie du savon risque de n'être pas éliminée.

L'huile provenant du séparateur reçoit l'eau du premier lavage (10%) à une température de 90°C, l'ensemble est brassé dans un mixeur sans risque d'émulsion. la séparation des eaux savonneuses est effectuée sur un séparateur Auto-déboureur de type RSE 90.

L'huile sortant du premier lavage est réchauffée à 85-90°C, elle reçoit à nouveau 5% d'eau acidifiée avec d'acide citrique (30%), passe dans un mélangeur rapide et le mélange est séparé par centrifugation (séparateur OSM 8004).

● Séchage

L'huile lavée a une humidité comprise entre 0.5 et 0.7 %. Elle doit être réduite à moins de 0.08 % pour ne pas gêner les opérations qui suivront. Car cette eau, surtout en présence de savon, peut provoquer un colmatage rapide des filtres utilisés au cours de l'opération de décoloration.

L'huile sort du lavage à environ 90 °C. Elle est séchée sous vide par pulvérisation dans une tour verticale maintenue sous une pression, ce qui provoque l'évaporation de l'eau à des températures n'atteignant pas les 100°C.

● Décoloration

Cette étape a pour objectif de réduire les pigments colorés à savoir : le caroténoïde et la chlorophylle par adsorption moyennant la terre décolorante.

L'huile neutralisée est pompée vers l'échangeur tubulaire pour être chauffée à environ 100°C, l'ajout de la terre décolorante varie en fonction de l'huile traitée (pour l'huile de soja : 0.2-0.7% de terre), puis l'ensemble terre- huile passe dans le décolorateur à 110°C, munit d'un agitateur qui assure un bon contact entre l'huile et la terre et empêche les dépôts au fond du décolorateur.

A la sortie de la décoloration, le mélange huile- terre est filtré dans un filtre à plaque des filtres de polissage pour éliminer les pigments en suspension.

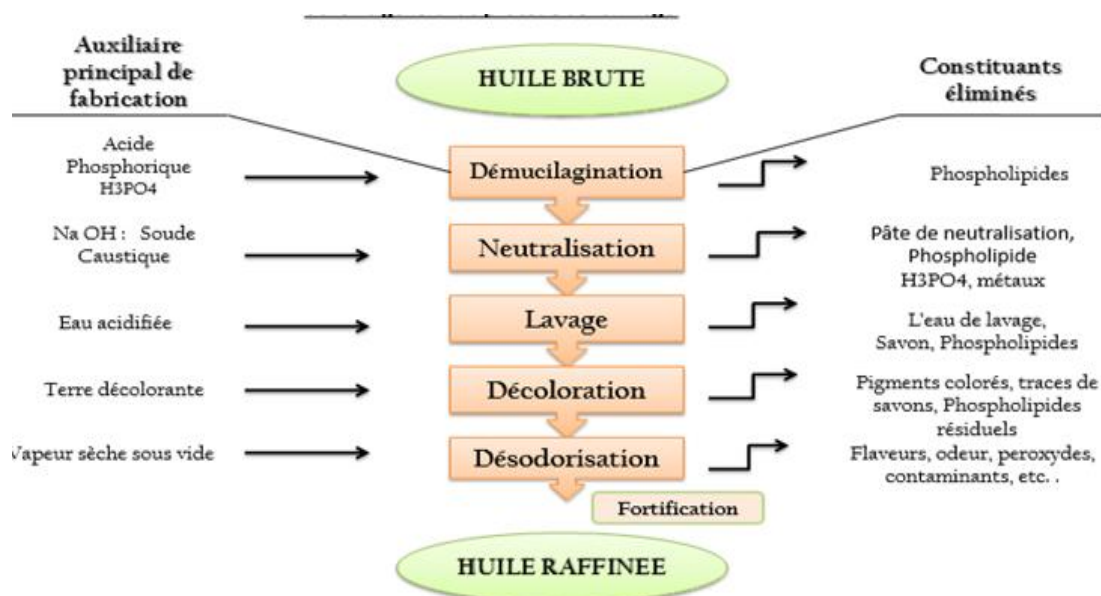
● Désodorisation

La désodorisation est la dernière étape du raffinage des huiles, elle a pour but l'élimination des impuretés qui ont pu échapper aux traitements précédents, la destruction d'une partie des pigments carotènes, la réduction de l'acidité par entraînement des acides gras, l'éliminer des autres produits (stérols, tocophérols, hydrocarbures...), mais surtout l'élimination des substances odoriférantes, ces dernières sont des aldéhydes et des cétones, dont l'injection de la vapeur sèche se réalise en même temps que l'évaporation des acides gras sous l'effet du vide et la haute température.

L'huile filtrée est pompée vers un échangeur à plaque où elle est préchauffée par échange thermique avec l'huile de sortie du désodorisateur, le chauffage se poursuit dans ce dernier composé de 5 étages, par la vapeur sèche de l'eau déminéralisée à 230°C et 1.75 bar. Au fur et à mesure que cette vapeur est injectée (barbotage), les substances odoriférantes qui sont plus volatiles que l'huile maintenue sous vide à haute température 220-230°C, s'évaporent.

Les condensats des substances volatiles sont refroidies pour obtenir l'huile acidifiée tandis que l'huile finie est filtrée, refroidie, enrichie avec les vitamines **A** (3000 UI/100g d'huile) et **D** (300 UI/100gd'huile), pesée puis stockée sous atmosphère azoté pour éviter l'oxydation.

Schéma récapitulatif des procédés de raffinage



e) Les analyses effectuées sur chaque étape de raffinage :

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

Tableau 3 : Les analyses effectuées au laboratoire pour chaque étape de raffinage

<i>Prélèvement</i>	<i>Analyse classique</i>
Huile brute	-Acidité, -Taux de phosphore
Huile déémucilaginée	-Acidité, -Calcul du pourcentage H ₃ PO ₄
Huile neutralisée	-Acidité, -Taux de savons, Excès de soude
Pâte de neutralisation	-Acidité, -Taux de matière grasse
Huile lavée 1	-Taux de savons
Eau de lavage 1	-Acidité, -Taux de matière grasse, -Calcul des pertes
Huile lavée 2	-Taux de savons
Eau de lavage 2	-Acidité, -Taux de matière grasse, - calcul des pertes
Huile séchée	-Acidité, -Taux de savons, -Taux de phosphore, -Humidité
Huile décolorée et filtrée	-Acidité, -Taux de phosphore, - Transmittance (couleur), -Contrôle visuel des traces des particules de terre
Huile désodorisée	-Acidité, -Trace de savons, -Taux de phosphore, -Transmittance (couleur), - Contrôle visuel des traces des particules de terre, -Indice de peroxyde
Huile finie (prête à l'envoi)	-Acidité, -Trace de savons, -Taux de phosphore, -Transmittance (couleur), - Contrôle visuel des traces des particules, - Indice de peroxyde, -Température,

f) Les normes de conformité de l'huile décolorée et finie de soja

L'huile raffinée doit être conforme aux normes du manuel qualité des huileries :

Analyse classique	Normes de l'huile décolorée	Normes de l'huile finie
Acidité	<0.1%	<0.1%
Transmittance à 420 nm	30%	78-86%
Savon	<50 ppm	0 ppm
Terre	Pas de traces de terre	Pas de traces de terre

Tableau 4: Les normes de qualité d'après le manuel de la SIOF :

Le contrôle des résultats et des analyses acquis de chaque prélèvement se fait selon des normes bien désignées.

Les contrôleurs du laboratoire en coordination avec les conducteurs de la chaîne veillent à ce que les normes soient respectées. C'est pourquoi, lors de chaque contrôle des analyses, les contrôleurs du laboratoire renseignent les conducteurs de la chaîne de production lors de toute non conformité, ce qui fera l'objet d'une intervention corrective.



L'optimisation de la concentration de soude pour une meilleure décoloration

Pour trouver les conditions optimums d'une bonne décoloration, nous avons effectué une expérience avec différentes concentrations de la **soude caustique** sur l'huile de soja tout en analysant la transmittance avant et après la décoloration.

Pour cela on fixe les paramètres suivants :

- Acidité d'huile brute égale à 0.55 %
- La température d'huile à neutraliser égale à 90°C
- Le temps de séparation égal à 300 s = 5 min

Et on fait varier :

- L'acidité de l'huile neutralisée : de 0,01- 0,06 %
- La concentration de la soude caustique : 16, 18 et 20 °Be.

1) Neutralisation de l'huile de soja par la soude caustique :

L'opération de neutralisation d'huile par la soude caustique est une opération clé du procédé du raffinage des huiles. En effet, la concentration de la soude dépend de l'acidité d'huile brute : plus que l'acidité d'huile brute est élevée plus qu'il faut une concentration en degré baumé élevée. L'huile brute contient toujours des acides gras libres à éliminer, ces derniers sont indésirables dans l'huile car ils sont des catalyseurs d'oxydation. En plus cette même huile a subi, avant sa neutralisation, une opération de dégomme par l'acide phosphorique pour éliminer les impuretés indésirables. Donc l'objectif de la neutralisation par la soude caustique est **double** : neutraliser l'acide phosphorique et neutraliser les acides gras sous forme de savons appelés « pâtes de neutralisation » qui comprennent outre les savons de sodium et la soude, de l'eau, du sel, des phosphates de sodium, des mucilages, de l'huile neutre entraînée, des colorants, des produits d'oxydation et des contaminants divers.

Remarque :

On utilise la soude caustique (hydroxyde de sodium) pour la fabrication du savon noir, la potasse (hydroxyde de potassium) sert à la production de savons pâteux ou liquides (savon de Marseille liquide) cbc

Les différents paramètres influençant cette neutralisation sont :

- l'acidité de l'huile brute
- la concentration de la soude utilisée
- la température de l'huile à neutraliser
- Le temps de séparation

a) Préparation de la soude caustique à différentes concentrations :

Soude caustique est, comme son nom l'indique un produit caustique. Son nom chimique est **l'hydroxyde de sodium**. C'est une base, et une matière importante de l'industrie chimique, capitale pour le contrôle d'un milieu alcalin ou la régulation d'acidité dans un procédé, on la trouve aussi solide sous forme de paillettes ou de pastilles.

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

La **SIOF** reçoit une soude caustique **49° Be** qui correspond à un pourcentage en poids égal à **48,41%**, Et la dilution s'effectue on ajoutant de l'eau selon la relation suivante :

$$C_i \cdot V_i = C_f \cdot V_f$$

- C_i : concentration Initiale correspondant au % poids de NaOH.
- C_f : concentration finale correspondant au % en poids de NaOH.
- $C_i = 49^\circ \text{Be} = 48,41\%$
- C_f (concentration voulue) = 16, 18 et 20 °Be.

Résultats expérimentaux :

On calcul le volume initial de la soude à préparer par la formule suivante :

$$V_i (\text{NaOH } 49^\circ \text{Be}) = (C_f / C_i \cdot V_f)$$

Les résultats sont exprimés dans le tableau suivant :

Tableau 5 : volume initial utilisé de la soude concentrée (49°Be) pour la dilution.

[NaOH] en °Be	NaOH % en poids	Vi (L)
16	11.06	0,2284
18	12.69	0,2621
20	14.35	0,2964

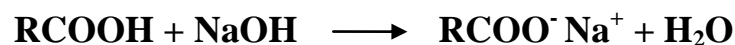
Calcul du volume de NaOH à ajouter pour la neutralisation :

Données:

- Acidité d'huile mélangée : 0.55 % oléique
- Acidité d'huile neutre : varie de 0.01 à 0.06 %
- Débit d'huile mélangée égal à 300 ml/h = 0,3 l/h.
- Concentration de la soude caustique égale à 16, 18 et 20°Be.
- La masse molaire de l'acide oléique égale à 282g/mol.
- La masse molaire de la soude égale à 40 g/mol.
- La masse molaire de l'acide phosphorique égale à 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 :

$$n(\text{NaOH}) = n(\text{RCOOH})$$

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

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

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

❶

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

Sachant que:

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

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 0,06, donc on doit neutraliser (0,52_0,06)= 0,46 %

D'où,

$$M(\text{acide oléique}) = 0,46 \frac{0,3}{100}$$

$$M(\text{acide oléique}) = 0,00138 \text{ Kg}$$

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

$$m(\text{NaOH}) = 0,00138 \frac{40}{282}$$

$$m_1(\text{NaOH}) = 0,00019 \text{ Kg}$$

Donc la quantité de soude nécessaire à la neutralisation des acides gras libres est **0,00019 Kg** pour un débit d'huile est égale à **0,3 l/h**.

❖ 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 :

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

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

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

Or, H_3PO_4 : 1‰, donc:

1 Kg de H_3PO_4 → 1000 Kg de l'huile

$m(\text{H}_3\text{PO}_4) = 0,0003$ Kg → 0,3 Kg de l'huile

D'où,

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

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

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

$$m_T = m_1 + m_2$$

$$m_T = 0,00019 + 0,00024$$

$$m_T = 0,00043 \text{ Kg.}$$

Pour $[\text{NaOH}] = 16^\circ\text{Be}$

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.

Donc :

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

Et puisque :

$$\rho = \frac{m}{v} \quad \rightarrow \quad \rho(\text{NaOH}) = \frac{m(\text{NaOH})}{v(\text{NaOH})}$$

$$\rightarrow v(\text{NaOH}) = \frac{m_T(\text{NaOH})}{\rho(\text{NaOH})}$$

$$v(\text{NaOH}) = 0,00043 / 0,1244$$

$$v(\text{NaOH}) = 0,00345 \text{ l} = 3,45 \text{ ml}$$

Résultats expérimentaux:

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

Tableau 6 : Les volumes de NaOH à ajouter pour la neutralisation d'une huile brute

« d'acidité **0,55** » :

<i>Concentration (*Be)</i>	<i>Volume de soude à ajouter pour la neutralisation (ml)</i>
16	3,45
18	2,96
20	2,58

c) Méthode de travail :

- On pèse 300 g de l'huile de soja mélangée avec H_3PO_4 dans un bécher.
- On la porte à l'ébullition jusqu'à une température fixe $90^\circ C$ (la température est contrôlée à l'aide du thermomètre).
- Après, on verse le volume de la soude (voir tableau 6) tout en agitant à une température constante.
- Une fois le mélange est bien homogénéisé et la courte période de temps de réaction est passée, on verse le mélange dans des tubes et on les met dans la centrifugeuse en fixant le temps de séparation (5min).
- La pate de neutralisation se forme et on observe la formation de deux phases séparées (l'huile et la pate dessous).
- Ensuite, on récupère l'huile neutralisée et on fait un dosage de son acidité afin de vérifier la diminution de l'acidité d'huile brute vers des valeurs $\leq 0,06$ et on fait aussi un dosage de taux de savons.
- Par la suite, on lave l'huile avec une eau chaude ($90^\circ C$) et de l'acide citrique pour se débarrasser de toute trace de savon et on refait un dosage de taux de savons pour déterminer la quantité de savon contenue dans l'huile lavée.
- Puis, on met l'huile dans l'étuve pendant 2h pour éliminer toute trace d'eau.
- Pour finir, on mesure les transmittances d'huile neutralisée avant la décoloration en fonction de la longueur d'onde 420 nm.

d) Mode opératoire des analyses effectuées :

♣ Dosage de l'acidité de l'huile

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

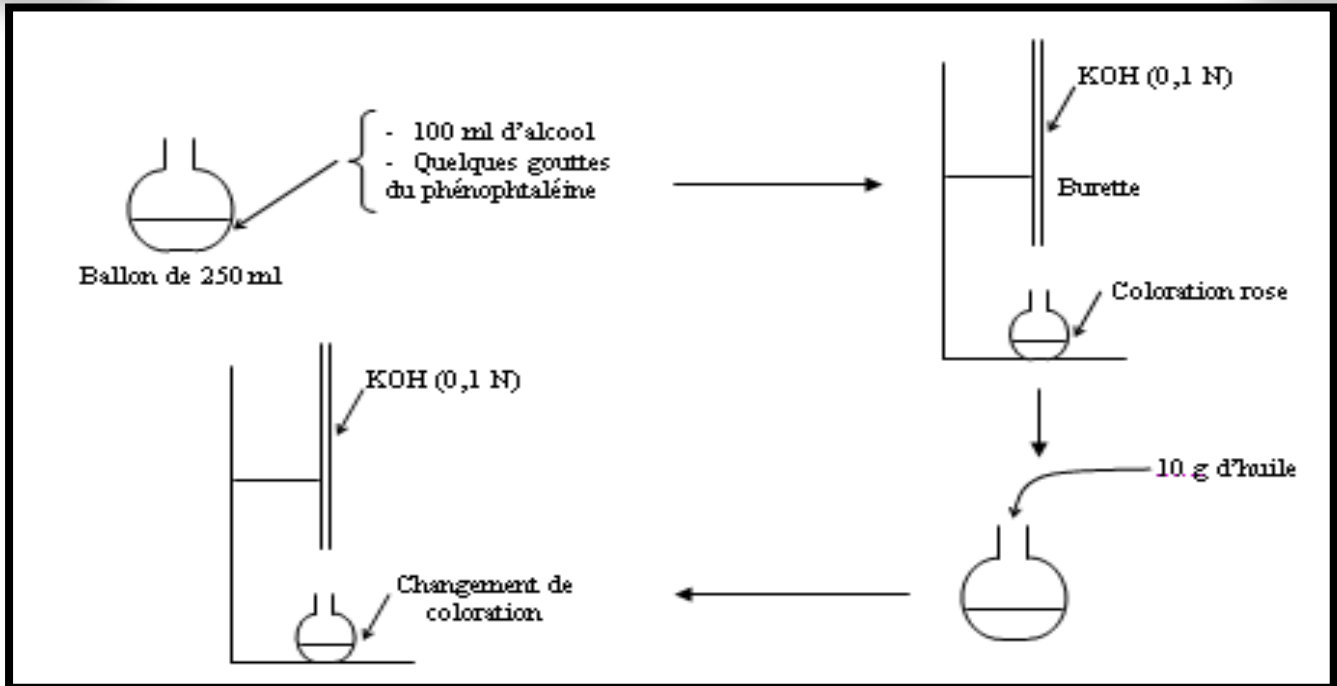
Suivant ce protocole on peut calculer l'acidité :

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

Expression du résultat:

$$\%AC = 2,82 (V / PE)$$

- 2,82 : Masse molaire d'acide oléique ($C_{18}H_{34}O_2$)
 - V : volume de KOH versé
 - PE : prise d'essai d'huile
- ✓ Pour l'acidité de 0.06% à 18°Be :
- $$\%AC = 2,82 (0,13 / 6,36)$$
- $$\%AC = 0.06$$



Les étapes de dosage de l'acidité de l'huile

♣ Dosage du taux de savon

C'est la détermination de savon contenu dans la matière grasse par addition, à l'huile, la solution acétone puis titrage avec l'acide chlorhydrique, pour savoir si on a une perte d'huile ou non.

Suivant ce protocole on fait le dosage du taux de savon :

- On prend un ballon dans lequel on met 40 ml de l'acétone à 3%
- On ajoute 7 gouttes de BBT
- On ajoute 10g d'huile
- On titre par HCl (0,01N)

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 coloration de jaune en **vert foncé** dans ce cas on titre par HCl jusqu'à obtention d'une coloration jaune.

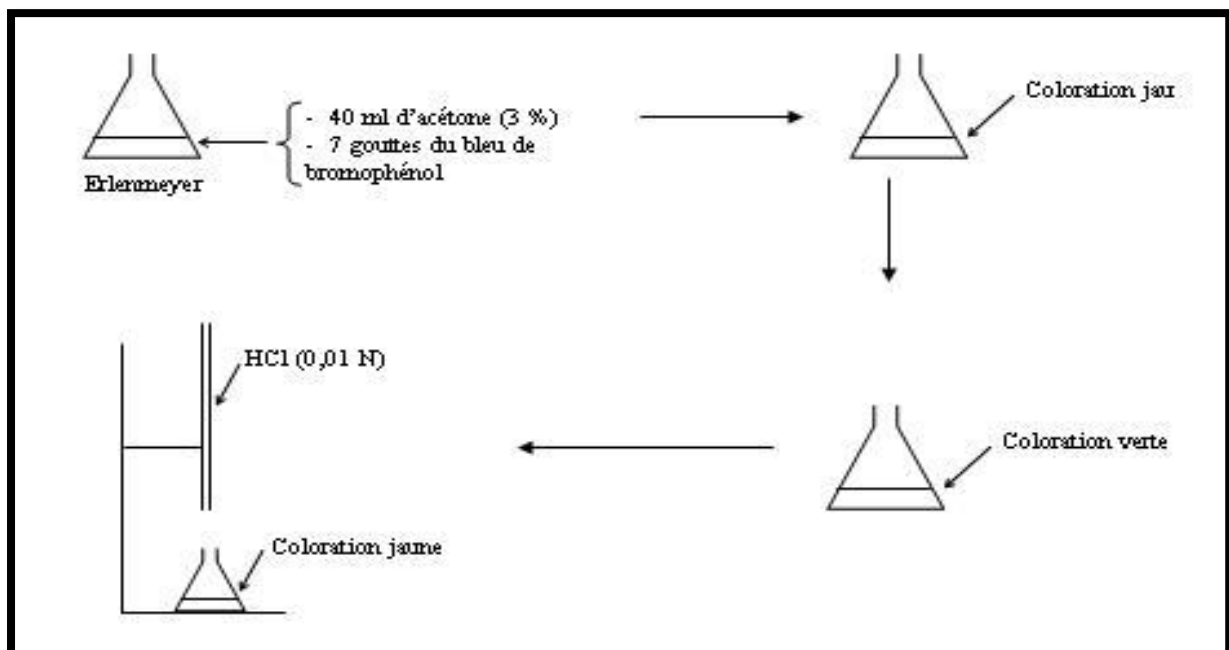
Expression des résultats :

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

- 3040 : masse molaire du savon ($C_{17}H_{33}COO^{-}, Na^{+}$)
 - V : volume de HCl
 - PE : prise d'essai d'huile
- ✓ Pour une même huile d'acidité égale à 0.06% et avec une concentration de soude égale à 18°Be :

$$\text{Taux de savon} = (1,44 / 5,42) 3040$$

$$\text{Taux de savon} = 811,4 \text{ ppm}$$



Les étapes de dosage du taux de savon de l'huile

- ♣ **Analyse de la pâte de neutralisation :**
- On pèse environ 10g de pâte ;
- Puis on ajoute 40 ml de dioxane ;
- 7ml d'eau ;
- 7ml d'acide sulfurique ;
- quelques gouttes d'orange de méthyle comme indicateur.

- On laisse le mélange chauffer jusqu'à dissolution de la pâte et virage de couleur de rouge vers le marron.
- Une fois dissocié, on place le mélange dans une ampoule à décanter ou il y a séparation des deux phases, on récupère la phase aqueuse dans une autre ampoule à décanter.
- On lave la phase organique 2 fois avec 30 ml d'hexane, la phase aqueuse sera lavée par la suite 2 fois avec 25 ml d'eau distillée puis filtrée sur un papier filtre contenant le sulfate de sodium pour éliminer les traces d'eau existantes.
- Le mélange hexane-matière grasse est mis dans un rot à vapeur pour éliminer l'hexane par une distillation sous vide.
- L'huile obtenue est mise dans l'étuve à 103°C pendant 15 min puis dans un dessiccateur.
- On dose l'acidité de la pâte.

♣ **Dosage de l'acidité de la pâte**

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

Expression des résultats:

❖ **acidité de la pâte :**

$$\%AC = (28,2 \ V) / PE$$

- 28,2 : Masse molaire d'acide oléique ($C_{18}H_{34}O_2$)
- V : volume de KOH versé
- PE : prise d'essai d'huile

✓ Avec les mêmes paramètres d'acidité égale à 0.06% et une concentration de 18°Be :

$$\%AC = (28,2 * 4,3) / 2,1$$

$$\%AC = 57,75$$

♣ Contrôle de la Transmittance

Cette analyse a pour but de s'assurer que la couleur de l'huile répond aux normes.

Après la mise à zéro du colorimètre par de l'eau distillée procéder à une lecture de transmittance à 420 nm pour l'échantillon.

c) Résultats et Discussion

D'après plusieurs essais répétitifs avec une même huile mélangée et de la même façon (sauf que le volume nécessaire pour la neutralisation varie « voir tableau 6 »), on regroupe les résultats dans le tableau ci-dessous :

Tableau 7 : variation de la concentration de la soude en fonction de l'acidité, taux de savon, de la

Concentration de la soude	16°Be			18°Be			20°Be		
	0.01/0.02	0.03/0.04	0.05/0.06	0.01/0.02	0.03/0.04	0.05/0.06	0.01/0.02	0.03/0.04	0.05/0.06
Acidité									
Taux de savons	2015.1	1070	842	2897	1230	811.4	2500	946.8	560.3
Pâte	66.46	63	58	61	58	57.75	58	55.75	52
Transmittance	2.1	5.3	4.6	2.2	5.7	3.8	3.5	7,7	8,3

pâte et la transmittance d'huile de soja avant décoloration :

Conclusion

On observe que la transmittance augmente quand la concentration de soude augmente, elle atteint une valeur maximale de **8.3 à 20°Be**, ce qui rend 20°Be une concentration de soude optimum pour cette huile.

On peut dire que la soude caustique réduit la couleur de l'huile par destruction partielle des pigments colorants.

2) Décoloration d'huile de soja

Cette opération vise à éliminer les pigments de l'huile (chlorophylle et pigments caroténoïdes), nuisibles à sa couleur et à sa conservation, que la neutralisation n'a que très partiellement détruits.

Pendant cette étape, sont aussi adsorbés des produits primaires et secondaires d'oxydation, des métaux, des savons, des composés phosphatidiques et poly aromatiques ainsi que certains composés moins profitables, comme les tocophérols.

À cet effet, l'huile préalablement chauffée au dessus de 111°C et déshydratée, est traitée par la terre décolorante

Les différents paramètres influençant cette décoloration sont :

La décoloration est influencée par l'effet de **la température**, de **la période de la décoloration**, de **la quantité**, de **l'activité de la terre décolorante** et de **temps de séjour**.

La pression partielle de l'oxygène joue un rôle important, en particulier à des températures plus hautes, la présence d'oxygène à un effet défavorable.

a) Méthode de travail

On met l'huile dans un bêcher, on chauffe sans agitation jusqu'à 111°C. On ajoute un pourcentage de terre décolorante et on laisse sous agitation pendant 20 minutes. Après, on procède à la filtration à l'aide d'un papier filtre pour récupérer l'huile décolorée.

Enfin, l'huile est analysée par un spectrophotomètre (UV- visible) mono faisceau à lecture avec une cellule en quartz. On mesure les



digital
cellule en
On
les

transmittances de l'huile en fonction de la longueur d'onde (420nm).

b) Résultats et Discussion

Après la mesure de la transmittance de l'huile à différentes acidités et concentrations, on rassemble les résultats dans le tableau ci-dessous :

Tableau 8 : Variation de la concentration de la soude en fonction de l'acidité d'huile, taux de savons et de la transmittance d'huile de soja après décoloration

Concentration de la soude	16°Be			18 °Be			20°Be		
	0.01/0.02	0.03/0.04	0.05/0.06	0.01/0.02	0.03/0.04	0.05/0.06	0.01/0.02	0.03/0.04	0.05/0.06
Acidité	0.01/0.02	0.03/0.04	0.05/0.06	0.01/0.02	0.03/0.04	0.05/0.06	0.01/0.02	0.03/0.04	0.05/0.06
Taux de savons	0 ppm	0 ppm	0 ppm	0 ppm	0 ppm	0 ppm	0 ppm	0 ppm	0 ppm
Transmittance	11.65	15.2	18	12.83	15	24.22	16.61	22.7	32.4

Conclusion

Les résultats obtenus ont montré que la bonne décoloration se fait avec une NaOH = 20°Be et une quantité de terre (0.7%) où la transmittance est élevée.

Enfin, les résultats des enquêtes rappelées plus haut démontrent des valeurs de transmittance généralement dans les normes tant que les conditions de travail sont respectées.



Conclusion

Mon stage au sein de la **Société Industrielle Oléicole de Fès** 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.

D'après l'étude, on a pu conclure que la soude caustique a un effet positif sur la décoloration de l'huile de soja, elle réduit partiellement la couleur de l'huile en éliminant les pigments colorants qui peuvent gêner l'étape de la décoloration et qui vont nécessiter un pourcentage en terre décolorante élevé.

En se basant sur les expériences effectuées, durant mon stage au sein de la société, on est arrivé à atteindre que la meilleure concentration de soude est à **20°Be**.



On peut conclure que plus que l'acidité de l'huile est élevée plus qu'il faut une concentration en degré baumé de soude caustique élevée.

Références webographique

<http://www.univ-usto.dz/fac-chimie/images/biblio/IBM/SEGHIERYoucef.pdf>

http://www.memoireonline.com/01/09/1883/m_Suini-et-comparaison-des-parametres-physico-chimiques-de-lhuile-de-soja-raffineechimiquement-et-enz3.html

<http://www.est-usmba.ac.ma/Rabi/PFE/sfe1011.pdf>

http://greenstone.lecames.org/collect/theft/index/assoc/HASHf7e8.dir/CS_00463.pdf

<http://e.guimberteau.free.fr/Site/TS/Chimie/D2%20TP1.htm>