



**UNIVERSITE SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH**  
**FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE FES**



**Projet de fin d'études**

**Licence Sciences & Techniques**  
**«Bioprocédés, Hygiène & sécurité alimentaires»**

**Contrôle de qualité et suivi des analyses pour  
l'huile de soja au sein de la SIOF**

-Mlle SERRHINI Yasmina

-Pr TAZI Abdelali (FSTF)

-Mme EL FARROUDI Fatima (SIOF)

**Soutenu le : 11 juin 2019**

Devant le jury composé de :

- Pr Tlemçani CHENDID Rachida
- Pr TAZI Abdelali

**Année universitaire**  
**2018/2019**

# Remerciements

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

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

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

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

Je tiens vivement à remercier mon encadrant de stage **Mme EL FAROUDI Fatima** pour le soutien permanent qu'elle a apporté non seulement par les moyens qu'ils ont mis à ma disposition mais aussi et surtout par ses conseils précieux et par l'entière disponibilité dont elle a fait preuve à l'égard de mon rythme de travail.

Mes remerciement également au Mr Le professeur **TAZI Abdelali** mon encadrant et professeur à la Faculté des Sciences et Techniques de Fès pour son soutien et ses conseils.

Je remercie également **Mme Tlemçani Rachida** qui a accepté de juger mon travail.

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

***Liste des abréviations :***

**AG : acide gras**

**HB : huile brute**

**S1 : huile de séparateur 1**

**HS : huile séchée**

**HD : huile désodorisée**

**ED : huile entrant à la désodorisation.**

**SD : huile sortant de la désodorisation.**

# Sommaire

<b>Introduction.....</b>	<b>1</b>
<b>I. Présentation de la SIOF.....</b>	<b>2</b>
1. Les huiles élaborées par la SIOF.....	3
a) <i>huile de soja</i> .....	3
b) <i>huile de tournesol</i> .....	4
c) <i>huile d'olive</i> .....	4
d) <i>huile de grignon</i> .....	5
<b>II .Processus de production de l'huile de soja .....</b>	<b>6</b>
1) <i>Introduction au raffinage de l'huile de soja</i> .....	7
2) <i>Etapas de raffinage de l'huile de soja</i> .....	7
a. <i>Préchauffage</i> .....	7
<i>Démucilagination</i> .....	8
b. <i>Neutralisation</i> .....	8
c. <i>Lavage</i> .....	9
d. <i>Séchage</i> .....	9
e. <i>Décoloration</i> .....	9
f. <i>Désodorisation</i> .....	10
g. <i>Fortification</i> .....	10
3) <i>Conditionnement</i> .....	10
<b>III. Contrôle et suivi des analyses effectuées au sein de la SIOF .....</b>	<b>12</b>
1) <i>analyses effectuées au laboratoire</i> .....	13
a) <i>Dosage de taux de savon</i> .....	14
b) <i>Dosage de l'acidité</i> .....	14
c) <i>Dosage de phosphore</i> .....	15
d) <i>Détermination de l'indice de peroxyde</i> .....	16
e) <i>Humidité de l'huile</i> .....	16
f) <i>Dosage des impuretés</i> .....	17
g) <i>Excès de la soude</i> .....	18
h) <i>Transmission</i> .....	18
2) <i>Le suivi des analyses physico-chimique de l'huile de soja</i> .....	19
a) <i>Dosage de taux de savon de l'huile de soja</i> .....	19
b) <i>Dosage de l'acidité de l'huile de soja</i> .....	21
c) <i>Pate de neutralisation de l'huile de soja</i> .....	23
d) <i>Dosage de phosphore de l'huile de soja</i> .....	23
<b>Conclusion .....</b>	<b>26</b>
<b>Références bibliographiques .....</b>	<b>27</b>

## *Introduction*

Les huiles végétales représentent un vaste ensemble très varié de corps gras d'origine, de composition, de qualité et de goût différents. Celles-ci sont présentées selon leurs caractéristiques physico-chimiques, leur mode de fabrication, leur composition en acides gras, en vitamines, en composés mineurs, leur intérêt nutritionnel et leur usages.

Les huiles végétales sont extraites de divers fruits charnus, grains comme le soja, le colza, le tournesol... et fruits à coque.

Parmi ces produits, l'huile de soja qui provient de l'extraction de la fève de soja, c'est l'huile végétale la plus consommée, Elle nécessite un traitement de raffinage. Différents procédés peuvent être utilisés pour ce dernier, le plus couramment utilisé et le plus fiable pour obtenir une huile de soja de bonne qualité, c'est le raffinage chimique. Ce procédé est réalisé à travers des analyses chimiques définies en termes d'humidités, impuretés, teneur en phosphatides, en acides gras libres et aussi en termes de couleur, caractéristiques d'oxydation et traces métalliques.

Dans ce cadre, j'avais l'honneur d'effectuer mon stage de fin d'études au niveau du laboratoire au sein de la société industrielle oléicole de Fès (SIOF), l'une des entreprises innovantes dans le secteur agroalimentaire marocain. L'objectif de mon stage est de contrôler la qualité de l'huile de soja en effectuant des analyses au laboratoire. C'était une occasion pour accomplir la formation théorique et d'avoir une expérience et un contact avec le monde industriel.

Le présent rapport comporte trois parties. La première partie concerne la présentation de l'entreprise. La seconde partie exposera le processus de production de l'huile de soja. Et la troisième partie examine les analyses effectuées et leur suivi sur l'huile de soja au laboratoire pour déduire la qualité de cette huile.

# I. Présentation de la SIOF

La société industrielle oléicole de Fès (**SIOF**) est l'une des entreprises les plus pertinentes dans le marché économique, et dans l'industrie agroalimentaire que ce soit à l'échelle nationale ou internationale. C'est une société anonyme à vocation agro-alimentaire plus exactement dans le domaine d'extraction, raffinage, conditionnement des huiles alimentaires et conserves des olives.

La SIOF dispose de 3 sites industriels :

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

La SIOF offre à ses clients une large gamme de produits appréciés des consommateurs marocains et internationaux des huiles, des olives, des câpres, de la harissa et de citron confit.

Elle assure le raffinage des produits suivants :

- **SIOF** : l'huile de table raffinée à base de **soja** (à partir de 1996)
- **Moulay Idriss** : l'huile **d'olive** vierge courante (à partir de 1993)
- **Andaloussia** : huile de **grignon** raffinée (à partir de 1996)
- **SIOF tournesol** : huile de friture 100% **tournesol** (à partir de 1992)

Le groupe **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.

## 1. Les huiles élaborées par la SIOF :

### a) Huile de soja :

L'huile de soja ou soya est une huile végétale extraite de soja, utilisée dans l'alimentation. Depuis quelques années, elle est aussi utilisée dans la production de biodiesel, principalement aux états- unis, c'est l'huile végétale alimentaire la plus consommée.

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

Elle présente selon l'AFSSA, un ratio Omega-6/Omega-3 de 6,7 (un taux un peu trop élevé). Les molécules de triglycérides contiennent au moins deux acides gras insaturés et des glycérides saturés sont pratiquement absents ou en très faible quantité.

#### **b) Huile de tournesol :**

L'huile de tournesol est une huile végétale extraite de grains de tournesol sous une pression à froid. Elle est composée à 98% de triesters d'acide gras et 2% des stérols ( $\beta$ -sitostérol) + tocophérol (vitamine).

La composition en acides gras de l'huile de tournesol utilisée pour l'alimentation humaine est la suivante(en% massique) :

- **Acide linoléique** : (C 18 :2  $\omega$ -6 polyinsaturé) : 70%
- **Acide oléique** : (C18 :1  $\omega$ -9 mon insaturé) :20%
- **Acide palmitique** : (C16 :0 saturé) :6%
- **Acide stéarique** : (C18 :0 saturé) :5%
- **Autres** : 2%

#### **c) Huile d'olive :**

L'huile d'olive est la matière grasse extraite des olives (fruits de l'olivier) lors de la trituration dans un moulin à l'huile. Elle est un des fondements de la cuisine méditerranéenne et peut être sous certaines conditions, bénéfique pour la santé.

L'extraction de l'huile d'olive nécessite le passage par plusieurs étapes : la cueillette du fruit, à la production d'huile, en passant par le lavage, le malaxage, le pressurage, la décantation et le stockage.

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

#### **d) Huile de grignon :**

Après extraction de l'huile d'olive il en résulte un sous produit, le grignon, qui renferme la plus grande partie de la matière sèche de l'olive (peau, pulpe, petits morceaux de noyau) et une certaine proportion d'eau de végétation qui contient à son tour les composants hydrosolubles de l'olive, proportion qui dépend du système utilisé. Le grignon qui est sec, broyé et traité au solvant pour obtenir une huile dite de grignon.

La matière grasse du grignon est très riche en acides gras en C16 et C18 insaturés qui constituent 96% du total des acides gras. Les grignons sont très vulnérables à l'oxygène atmosphérique responsable de l'altération des propriétés organoleptiques.

# **II. PROCESSUS DE PRODUCTION DE L'HUILE DE SOJA**

## 1) Introduction au raffinage :

Le raffinage est l'ensemble des opérations qui servent à transformer l'huile brute en un produit comestible en éliminant les impuretés qui le rendent impropres à la consommation. L'huiles brutes obtenues, renferment un certains nombre d'impuretés indésirables, responsable du gout et de l'odeur désagréables et de leur mauvaise conservation.

Le but de raffinage est d'éliminer les AG libres, les produits d'oxydation, les arômes désagréables, les colorants, les produits toxiques (tels que les pesticides et glycosides), mais également les phospholipides, ainsi que les métaux (tels que le fer et le cuivre) présents à l'état de traces et généralement liés à des composés organiques.

L'activité principale de la **SIOF** est le raffinage des huiles brutes reçues de COSTOMA (compagnie de stockage marocaine) qui distribue l'huile brute venant de plusieurs pays à citer ; le Canada, le Brésil et l'Argentine, aux diverses huileries du Maroc.

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

Classification de substance	Représentation typique	Effet détérioration
Produit d'hydrolyse	AG libres, Glycérides partiels	Oxydation, pertes des huiles neutres
Composés phosphores	Lécithine, cephaline, phosphatidylinositols, acides phosphatiques	Apparence de gout, oxydation
Produit d'oxydation	Aldéhydes volatiles, cétones, hydrocarbures	Odeur et gout
Colorants	Carotène, chlorophylles	Odeur et oxydation
Antioxydants	Tocophérols, stérols	Anti oxydations

## 2) Les étapes de raffinage :

Le raffinage s'effectue selon les opérations élémentaires suivantes : **(Figure 1)**

### **a) Préchauffage :**

Avant leur traitement, les huiles brutes doivent être chauffées, en deux temps, à une température de 70 - 85°C. L'huile est d'abord envoyée vers un échangeur de chaleur à plaques où elle va échanger la chaleur par récupération avec de l'huile désodorisée. A la sortie de ce premier échangeur, l'huile brute à une température voisine de 65°C. Ensuite, l'huile brute passe dans un échangeur thermique à serpentin, faisant chauffer cette dernière par de la vapeur. L'huile quitte l'échangeur à une température comprise entre 85 à 90°C, alors que la vapeur perd sa chaleur

latente et une partie de sa chaleur sensible avant de sortir de l'échangeur sous forme de condensats à 80°C.

### **b) Démucilagination** : (ou dégomme)

La démucilagination a pour but d'éliminer **les phospholipides** par action de **l'acide phosphorique H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>**. Ils peuvent représenter **0,5-1% de l'huile de soja**. Cette opération est nécessaire pour éviter des problèmes lors du raffinage à savoir :

- Oxydation de l'huile (les phospholipides sont souvent liés à des métaux lourds catalyseurs d'oxydation) 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.
- Risque de formation de mousse au niveau du séchage.
- Inhibition de la décoloration thermique lors de la désodorisation...

**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). Le mélange est ensuite envoyé à l'étape de neutralisation.

### **c) Neutralisation** :

**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.

L'huile venant de la démucilagination est mélangée avec de **la soude caustique**, 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. Cette acidité dépend de la nature de l'huile, de son origine, des conditions de la récolte, des techniques de trituration et de la durée de stockage.

Les conditions de concentration et de quantité de soude sont très importantes car une fausse quantité de soude peut entraîner des conséquences :

- Une faible quantité de soude ajoutée permet la présence des acides gras libres dans l'huile de neutralisation ce qui augmente l'acidité d'huile.
- Un excès de soude peut non seulement neutraliser les acides gras, mais aussi attaquer l'huile neutre par une saponification parasite ce qui va diminuer le rendement.

Le mélange réactionnel à une température de 85-90° qui va être divisé en deux phases :

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

**d) Lavage :**

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

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 savonneuse est effectuée sur un séparateur Auto-débourbeur 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).

**e) Séchage :**

Le but de cette opération est sécher l'huile neutralisée en la pulvérisant dans une tour verticale sous vide pour éliminer les traces d'humidité (qui diminue l'activité de la terre décolorante) et éviter les pertes d'huile par hydrolyse. À la sortie du sécheur on doit avoir :

- Une acidité inférieure à 0,3%.
- Une humidité inférieure à 0,1 % (qui était à l'entrée du sécheur entre 0,5 et 0,7 %)
- Des traces du savon inférieur à 50 ppm
- Un pourcentage en mucilage ne dépassant pas 10 ppm.

**f) Décoloration :**

Le but de cette étape est d'éliminer les pigments de l'huile : **carotène et chlorophylle**, une partie du phosphore, les peroxydes responsables de la couleur foncée de l'huile brute et qui sont nuisible à sa couleur et sa conservation et que lors l'étape de neutralisation, sont partiellement détruits. Cette décoloration dite aussi blanchiment. Cette décoloration est favorise par l'intervention d'un phénomène physique : **adsorption, sur des terres décolorantes actives, de la quantité des agents décolorants en fonction de la coloration initiale et de la nature des pigments.**

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.

À 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.

**g) Désodorisation :**

Cette étape est vise à éliminer les impuretés qui ont pu échapper lors des traitements précédent, la destruction d'une partie des pigments carotènes, la réduction de l'acidité par entraînement des acides gras, l'élimination 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.

Cette opération consiste à injecter de la vapeur sèche dans l'huile maintenue sous vide (1,75 bar) à haute température (~ 250°C).

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.

#### **h) Fortification :**

La fortification est la dernière étape, consiste à enrichir les huiles par l'ajout des deux vitamines **A** (3000 UI/100g d'huile) et **D<sub>3</sub>** (300 UI/100gd'huile). Ces derniers sont des vitamines liposolubles qui ne sont pas synthétisées en quantité suffisante par l'organisme.

=> L'huile finie enrichie avec les vitamines A et D<sub>3</sub>, est pesée puis stockées sous atmosphère azoté pour éviter l'oxydation.

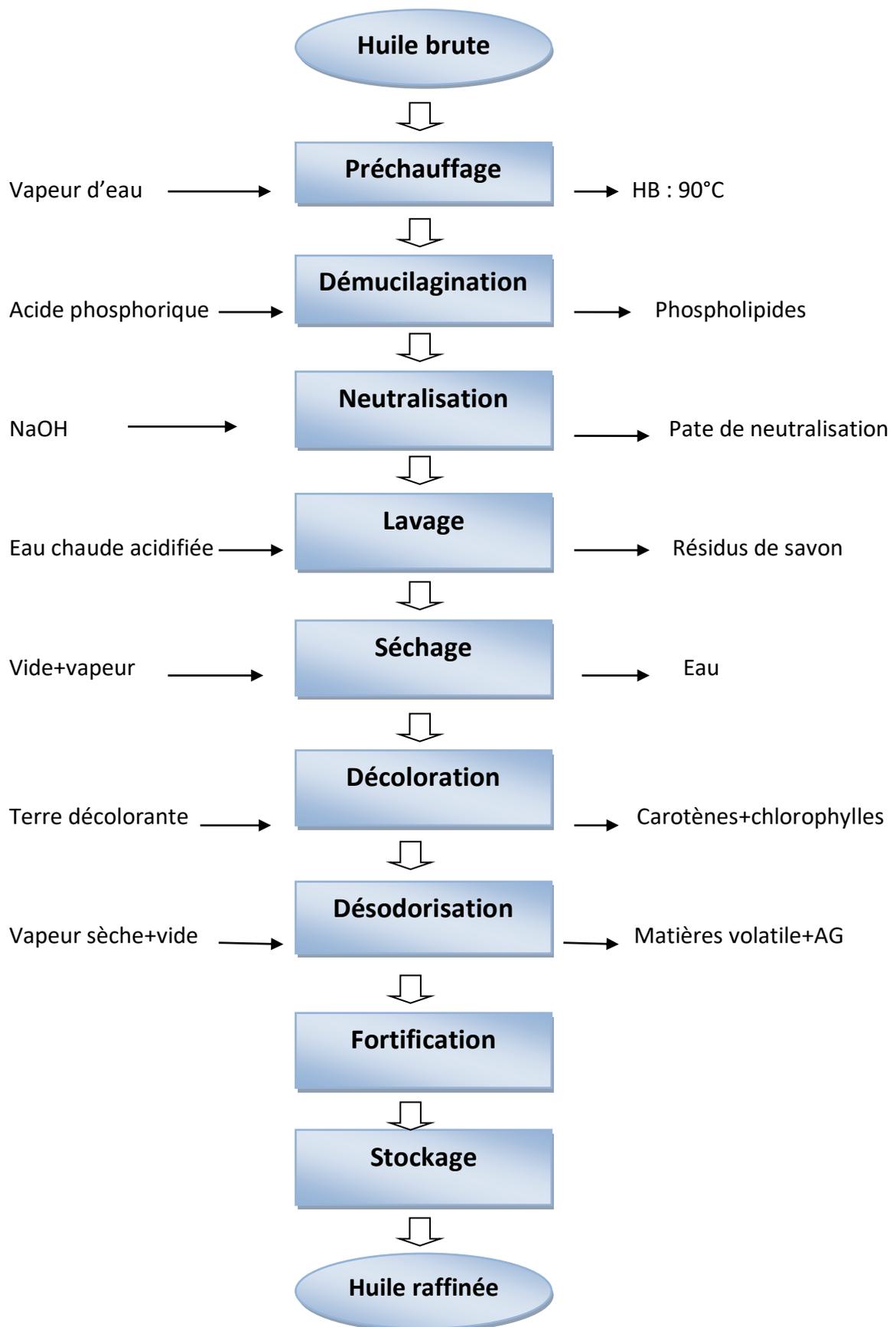
### **3) Conditionnement :**

C'est la dernière étape de processus de production. C'est la mise sous emballage des huiles raffinées.

L'unité de conditionnement de la société SIOF comprend deux lignes de conditionnement, dont le premier produit des bouteilles de 1 L et le second produit celles de 2L et 5L.

Les opérations qui facilitent le conditionnement et la distribution des huiles raffinée sont :

- **Soufflage** : Cette étape commence par le chauffage des préformes dans un four à lampe infrarouge pour les rendre ductile. Une tige d'élongation allonge les préformes. Ensuite, un soufflage à haute pression (40 bars) donnant la forme désiré de la bouteille.
- **Remplissage et bouchage** : Les bouteilles sont remplies à la chaine par la remplisseuse et bouchonnées immédiatement, pour éviter la contamination.
- **Étiquetage** des bouteilles par étiqueteuse qui colle automatiquement les étiquettes spécifiques, puis un dateur électronique marque la date de production et d'expiration de l'huile.
- **Mise en carton** : Les bouteilles sont rangées, puis placées dans des cartons qui sont fournis avant par la formeuse qui leur donne une forme souhaité. Les cartons sont fermés, daté puis stockés.



**Figure1 : Schéma récapitulatif des procédés de raffinage de l'huile de soja**

**Partie expérimentale :**

# **III. Contrôle et suivi des analyses effectuées au sein de la SIOF**

## 1) Analyses effectuées au laboratoire :

### Les analyses effectuées sur chaque étape de raffinage :

Parmi les techniques de contrôle de qualité des huiles produites : Les techniques d'analyses chimiques.

**Tableau 2 : Les analyses effectuées au laboratoire pour chaque étape de raffinage pour l'huile de soja :**

Opération	Prélèvement	Analyses	Normes de l'huile de soja
<b>Entrée de l'huile</b>	Huile brute	Acidité libre	<1%
		Taux de phosphore	—
<b>Démucilagination</b>	Huile démucilaginée	Acidité libre	>HB
<b>Neutralisation</b>	Huile neutralisée	Acidité libre	0.1-0.3%
		Taux de savon	600-1200ppm
	Pate de Neutralisation	Acidité de la pate	>60%
	Mélange : huile+soude	Excès de soude	0%
<b>Lavage et séchage</b>	Huile séchée	Acidité libre	0.1-0.3%
		Taux de savon	<50ppm
		Dosage de Phosphore	<5 ppm
	Huile lavée	Taux de savon	<50 ppm
<b>Décoloration</b>	Huile décolorée et filtrée	Acidité libre	0.1-0.3%
		Transmission (couleur) à 420 nm	30%
<b>Désodorisation</b>	Huile entrée de Désodoriseur	Acidité libre	<0.1-0.3%
		Taux de savon	0ppm
	Huile sortie de Désodoriseur	Acidité libre	<0,08-0.3%
		Taux de savon	0ppm
		Transmission à 420 nm	>50%
	Dosage de Phosphore	<2 ppm	
<b>Fortification</b>	Huile finie	Taux de vitamine	30UI/Kg

### a) Dosage du taux de savon :

C'est la détermination de **la quantité de savon** contenu dans les huiles raffinées. C'est la teneur en oléate de sodium dans l'huile exprimée en partie par million (ppm), pour savoir si on a une perte d'huile ou non. Il est effectué sur l'huile neutralisée, séchée et désodorisée.

#### Mode opératoire :

- On prend **un ballon** (rincé avec l'acétone à 3%). On met 40 mL de la solution acétonique à 3%. (970 mL d'acétone + 20 mL d'eau distillée + 10 mL de bleu de bromophénol).
- On neutralise avec quelques gouttes de HCl (burette) (0.01N) → **Coloration jaune**
- On ajoute 10 g d'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 du jaune en **vert foncé** ou **bleu** et dans ce cas on titre avec HCl (**burette**) (0,01 N) jusqu'à obtention d'une coloration jaune.

#### Expression des résultats :

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

- ✓ **3040** : Masse molaire d'oléate de sodium (g/mol)
- ✓ **V** : Volume de HCl versé (mL)
- ✓ **PE** : Prise d'essai (g)

### b) Dosage de l'acidité :

L'acidité peut être définie comme étant le pourcentage d'acide gras exprimé conventionnellement en acide oléique présent dans 100 g de matière grasse.

#### Mode opératoire :

- ❖ Dans **un ballon de 250 mL**, On met à peu près 100 mL d'alcool.
- ❖ On ajoute quelques gouttes de phénolphaléine.
- ❖ Ensuite, on neutralise cette solution par une solution de KOH 0.1N jusqu'à l'apparition d'une **coloration rose**.
- ❖ On ajoute une quantité d'huile à analyser :
  - 5g d'huile brute.
  - 10 g d'huile neutralisé, séchée, décolorée, filtrée et désodorisée.
- ❖ On agite un peu et on obtient une coloration **jaune**
- ❖ On titre avec KOH (**burette**) (0,1 N) jusqu'au virage.

#### Expression des résultats :

$$\%Ac = [(V * 28,2) / PE]$$

- ✓ **28,2** : Masse molaire d'acide oléique (g/mol)
- ✓ **V** : volume de KOH versé (mL)
- ✓ **PE** : prise d'essai (g)

### \*Dosage de l'acidité de la pate de neutralisation :

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

**Matériels** : Balance, béchers, chauffe ballon, baron magnétique, burette, tubes gradués, pipettes, ballons, centrifugeuse.

#### Mode opératoire :

- On met environ 10 g de la pate dans un bécher, on ajoute un peu de l'eau et de l'acide sulfurique.
- On chauffe le mélange, et au fur et au mesure, on ajoute de l'acide sulfurique jusqu'au virage de la coloration vers le marron. On laisse le mélange refroidit, et on verse le mélange dans 2 tubes gradués (même poids), et on les met dans la centrifugeuse où se séparent les deux phases : phase aqueuse et phase organique
- On prend juste la phase organique avec une pipette, et on mesure son pourcentage d'acidité.
- Dans **un ballon de 250 mL**, On met à peu près 100 mL d'alcool+quelques gouttes de phénolphtaléine.
- Ensuite, on neutralise cette solution par une solution de **KOH 0.1N** jusqu'à l'apparition d'une **coloration rose**.
- On ajoute une quantité de la phase organique à analyser.
- On titre avec KOH (**burette**) (**1 N**) jusqu'au virage.

#### Expression des résultats :

$$AC\% = (V * 28.2) / PE$$

- ✓ **28,2** : Masse molaire d'acide oléique (g/mol)
- ✓ **V** : volume de KOH versé (mL)
- ✓ **PE** : prise d'essai (g)

### C) Dosage de phosphore :

Cette méthode permet la détermination de la quantité de phosphore dans les huiles qu'on rencontre souvent sous forme de phospholipides.

#### Mode opératoire :

On prend 4 tubes, puis on met successivement :

- Le 1<sup>er</sup> tube : le blanc (pas d'huile)
- Le 2<sup>eme</sup> tube : huile brute
- Le 3<sup>eme</sup> tube : huile séchée
- Le 4<sup>eme</sup> tube : huile de sortie de désodoriseur

0, 2 g d'échantillon de l'huile
------------------------------------

Ensuite, on ajoute une pincée d'oxyde de magnésium **MgO** dans les 4 tubes. Puis on met les tubes dans le four :

4h  $\Rightarrow$  500 ou 550°C

Après avoir sorti le creuset du four, on laisse refroidir et on ajoute **2 ml** de **HCL** pour la dissociation de phosphore et on le met dans la rotavapeur. Ensuite on ajoute **0,6 ml** d'hydroxyde de sodium **NaOH** (5mol/l). On lui ajoute **5ml** d'une **solution réductrice** puis on ajoute 2,5 ml de nitro-vanado- molybdique et on laisse les tubes dans l'obscurité pendant 20 min et on complète jusqu'au trait de tube avec l'acétate de sodium, puis on mesure son absorbance a une longueur d'onde de 720 nm. La teneur en phosphore est exprimée en ppm.

#### d) Détermination de l'indice de peroxyde :

C'est le nombre de milliéquivalents d'oxygène par kilogramme de produit. Par un traitement du corps gras en solution dans de l'acide acétique et du chloroforme par une solution d'iodure de potassium, ensuite un titrage de l'iode libéré par une solution titrée de thiosulfate de sodium.

##### Mode opératoire :

On prend **deux ballons** (bien lavés) dont on met dans chaque ballon : **10 mL** de chloroforme, **15 mL** d'acide acétique et **1 mL** de la solution **KI saturée**. On prend l'un des ballons dont on ajoute 1 à 2 g d'huile à analyser et l'autre pour faire le blanc et on les laisse pendant **5 min à l'obscurité**, après on ajoute dans chaque ballon 75 ml d'eau distillée et quelques gouttes d'amidon, et on titre en agitant avec le thiosulfate de sodium.

##### Expression des résultats :

$$IP = (V_1 - V_0) * N * 1000 / PE$$

- ✓ **V<sub>0</sub>** : Volume de thiosulfate de sodium pour l'essai à blanc.
- ✓ **V<sub>1</sub>** : Volume de thiosulfate de sodium pour l'échantillon.
- ✓ **N** : Normalité de thiosulfate de sodium.
- ✓ **PE** : Masse de la prise d'essai en g.

**L'indice de peroxyde doit être inférieur à 5 meq d'O<sub>2</sub> / Kg**

#### e) Humidité :

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

**Mode opératoire :**

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

**Expression des résultats :**

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

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

**f) Dosage des impuretés :**

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

**Expression des résultats :**

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

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

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

### g) Excès de la soude :

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 thymol phtaléine comme indicateur coloré (0,4 de thymol phtaléine 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.

#### Expression des résultats :

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

$$\text{Excès de soude} = n * 5\%$$

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

### h) Transmission :

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. On mesure la transmittance à une longueur d'onde de **420 nm** en prenant l'eau comme référence.

#### Mode opératoire :

- Pour faire l'étalonnage on remplit deux cuves l'un par l'eau distillée et l'autre par l'huile. (bien rince avec 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).**

## **2) Le suivi des analyses physico-chimiques de l'huile de soja :**

Le suivi des analyses au cours du processus de raffinage nous permet la modification des conditions de raffinage (quantité d'acide phosphorique et de soude ajoutée, contre pression, temps de séparation, débit, température...) dans la but d'avoir une huile de haute qualité avec des caractéristiques bien précises .

Pour contrôler la qualité de l'huile de soja, on suit les analyses physico-chimiques pour veiller à la stabilité de l'huile. Notre travail s'est porté sur 3 types d'analyses physico-chimiques, car leurs variations reflet sur la stabilité de l'huile.

Parmi les analyses physico chimiques que nous allons suivre sont : l'acidité, le taux de savon et le phosphore. Ils sont réalisées dans différentes étapes de raffinage : démulagination, neutralisation, décoloration, désodorisation quelques étapes intermédiaires et ainsi pour les châteaux de stockage deux fois par jours. En cas d'anomalie, l'équipe responsable de raffinage doit être avertie pour fixer et effectuer les modifications nécessaires le plus vite possibles.

Au cours de mon stage, j'ai suivi le développement de ces analyses et plus précisément l'acidité, taux de savon et le phosphore, car ces derniers connaissent une grande variation et doivent être contrôlés plus de deux fois par jour.

On a effectué ces analyses sur l'huile de soja 15 jours successifs, en considérant les paramètres de raffinage (température, débit, temps de séparation...), entre 8h45 et 18h00, on a fait la moyenne de toute la journée puis on a enregistré les résultats dans des tableaux.

### **Les paramètres de raffinage durant ces 15 jours :**

\*Temps de séparation : 10-15 min

\*Débit de l'huile : 5000-7938 Kg/h

\*Débit d'acide : 11,3-28 L/h

\*débit de soude : 74-190 L/h

\*CPN : 1, 2-2, 4 bar

\*CPL : 1, 2-2, 8 bar

**CPN** : Contre pression au cours de neutralisation

**CPL** : Contre pression au cours de lavage

\*CPV : 2, 1-3, 91 mbar

\*Température **HB** : 60-90°C

**CPV** : Contre pression de vide

\*Temperature **HD**: 215-242°C

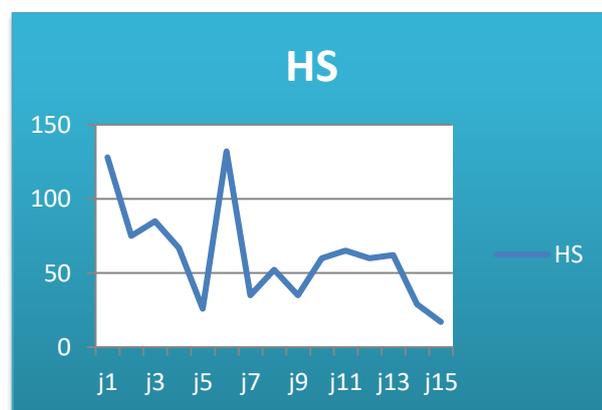
### **a) Dosage de taux de savon de l'huile de soja :**

**Tableau 3 : Le taux de savon en ppm à la neutralisation et à l'entrée et à la sortie de la désodorisation :**

Jours d'analyses	Huile de séparateur 1 : S1	Huile séchée : HS	Huile entrant à la désodorisation : ED	Huile sortant a la désodorisation : SD
J1	835ppm	128ppm	0ppm	0ppm
J2	1247ppm	75ppm	0ppm	0ppm
J3	1882ppm	85ppm	0ppm	0ppm
J4	1425ppm	67ppm	0ppm	0ppm
J5	2000ppm	26ppm	0ppm	0ppm
J6	1520ppm	132ppm	0ppm	0ppm
J7	1660ppm	35ppm	0ppm	0ppm
J8	1891ppm	52ppm	0ppm	0ppm
J9	2724ppm	35ppm	0ppm	0ppm
J10	1500ppm	60ppm	0ppm	0ppm
J11	1090ppm	65ppm	0ppm	0ppm
J12	1625ppm	60ppm	0ppm	0ppm
J13	1249ppm	62ppm	0ppm	0ppm
J14	1295ppm	29ppm	0ppm	0ppm
J15	2140ppm	17ppm	0ppm	0ppm
<b>Normes</b>	<b>600- 1200ppm</b>	<b>&lt; 50ppm</b>	<b>0ppm</b>	<b>0ppm</b>



**Figure2** : Représentation graphique des résultats de savon de S1



**Figure3** : Représentation graphique des résultats de savon de HS

On remarque qu'il y a des valeurs qui dépassent les normes, cela peut être expliqué par plusieurs causes : au cours de **démarrage** de raffinage le taux de savons est élevé car l'huile de soja n'a pas encore passé tous les étapes de raffinage. Ou bien au cas de **retour** : la collecte de l'huile de différente source. On trouve aussi le taux de savon élève dans **les fonds de bacs** car les citernes n'ont pas un système d'agitation.

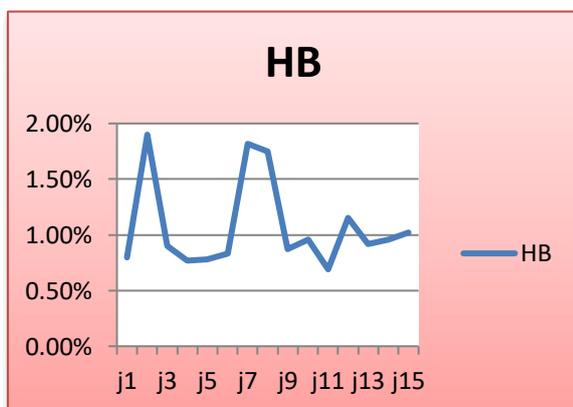
Pour les valeurs qui dépassent les normes à l'étape de neutralisation, dans ce cas on va jouer sur les paramètres pour baisser la valeur de la teneur en savon en augmentant la quantité d'acide citrique. Cette mesure est effectuée à cette étape afin de déterminer la quantité d'acide qu'on devrait ajouter à l'étape de lavage.

Pour l'étape de séchage les résultats sont hors normes, les savons toujours présents vont être éliminés à l'étape de décoloration par adsorption sur la terre décolorante. Pour **l'étape de désodorisation**, c'est bien évident le taux de savon est de **0 ppm**. Ce qui montre que les procédures de lavage et décoloration sont bien exécutées.

### b) Dosage de l'acidité de l'huile de soja :

**Tableau 4 : Le pourcentage d'acidité au cours du processus de raffinage :**

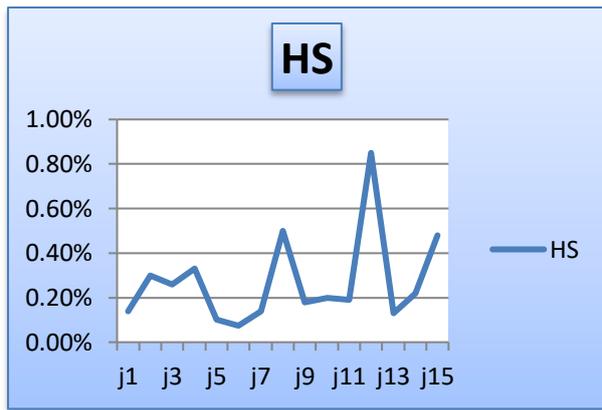
Jours d'analyses	Huile brute : HB	Huile de séparateur 1 : S1	Huile séchée : HS	Huile entrant a la désodorisation : ED	Huile sortant a la désodorisation : SD
J1	0,80%	0,13%	0,14%	0,32%	0,17%
J2	1,09%	0,27%	0,30%	0,13%	0,051%
J3	0,90%	0,24%	0,26%	0,49%	0,15%
J4	0,77%	0,24%	0,33%	0,26%	0,099%
J5	0,78%	0,084%	0,10%	0,24%	0,15%
J6	0,83%	0,043%	0,074%	0,18%	0,031%
J7	1,82%	0,20%	0,14%	0,58%	0,091%
J8	1,75%	0,46%	0,50%	0,37%	0,077%
J9	0,87%	0,11%	0,18%	0,15%	0,030%
J10	0,96%	0,19%	0,20%	0,15%	0,042%
J11	0,69%	0,15%	0,19%	0,17%	0,030%
J12	1,15%	0,78%	0,85%	0,26%	0,020%
J13	0,92%	0,087%	0,13%	0,30%	0,14%
J14	0,96%	0,21%	0,22%	0,23%	0,10%
J15	1,02%	0,43%	0,48%	0,21%	0,042%
<b>Normes</b>	<b>Max : 2%</b>	<b>0,1-0,3%</b>	<b>0,1-0,3%</b>	<b>&lt;0,1-0,3%</b>	<b>&lt;0,08-0,3%</b>



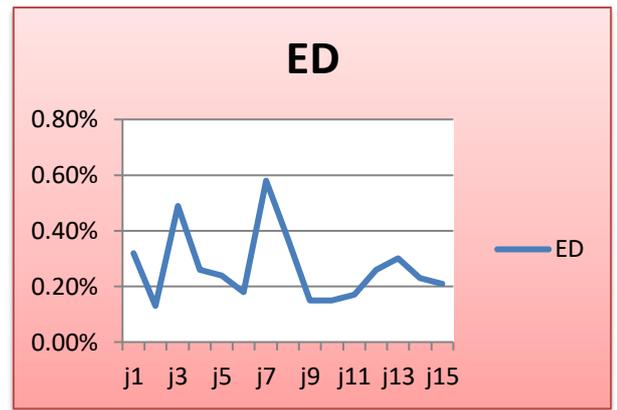
**Figure 4 : Représentation graphique des résultats d'acidité de HB**



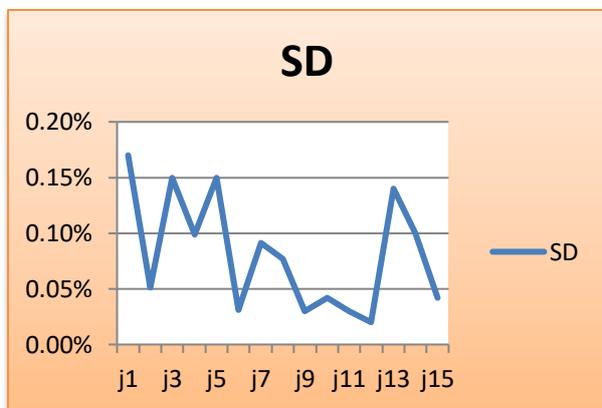
**Figure 5 : Représentation graphique des résultats d'acidité de S1**



**Figure 6 : Représentation graphiques des résultats d'acidité de HS**



**Figure 7 : Représentation graphique des résultats d'acidité d'ED**



**Figure 8 : Représentation graphique des résultats d'acidité de SD**

Après l'analyse des résultats au dessus, on voit bien que l'acidité de différents échantillons de l'huile de soja : **HB, S1, SH, ED, SD** sont plus ou moins dans les normes.

**Pour S1** : Si la valeur est supérieure à 0,3 % on ajoute la soude pour neutraliser l'huile, et si c'est le contraire (inférieure à 0,1%) on diminue la quantité de soude.

**Pour HS** : Elle dépend de la quantité d'acide citrique ajoutée, si cette dernière augmente l'acidité diminue et vice versa (l'acidité à l'étape de séchage dépend majoritairement de la quantité d'acide citrique ajoutée à l'étape de lavage).

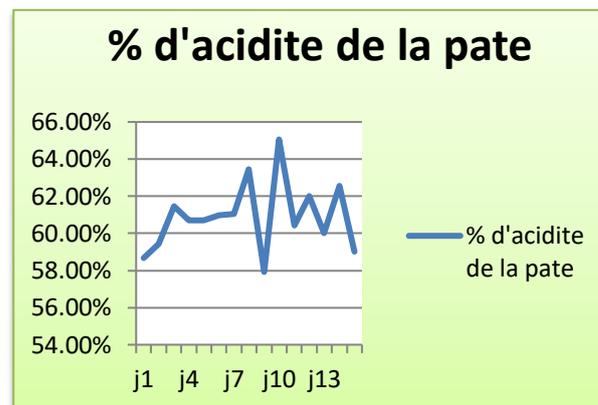
**Pour ED** : Si l'acidité est supérieure à la norme, on fait l'optimisation de la quantité de la terre ajoutée à la décoloration.

**Pour SD** : Si l'acidité est supérieure a 0,3%, on doit diminuer le débit d'huile à l'entrée de désodoriseur ou bien on fait recycler l'huile de soja à un certains moment.

### c) Pâte de neutralisation de l'huile de soja :

**Tableau 5 : Le pourcentage d'acidité de la pâte de neutralisation de l'huile de soja**

Jours d'analyses	% d'acidité de la pâte
J1	58,68%
J2	59,43%
J3	61,47%
J4	60,70%
J5	60,70%
J6	60,97%
J7	61,06%
J8	63,46%
J9	57,92%
J10	65,06%
J11	60,42%
J12	62%
J13	60%
J14	62,55%
J15	59%
<b>Normes</b>	<b>&gt;60%</b>



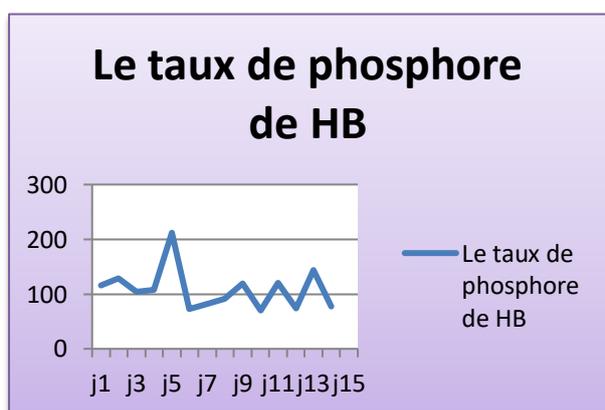
**Figure 9 : Représentation graphique des résultats de l'acidité de la pâte de neutralisation**

On observe que le pourcentage de la pâte est plus ou moins dans la norme. La pâte doit avoir une acidité supérieure à 60%, car cette augmentation signifie qu'il y a une bonne séparation de l'huile de la pâte. Une acidité inférieure signifie qu'il y a une perte non négligeable de l'huile, c'est-à-dire un entraînement de l'huile dans la pâte si ce n'est pas le cas les responsables doivent être informés afin d'effectuer toutes les modifications nécessaires au cours de la neutralisation.

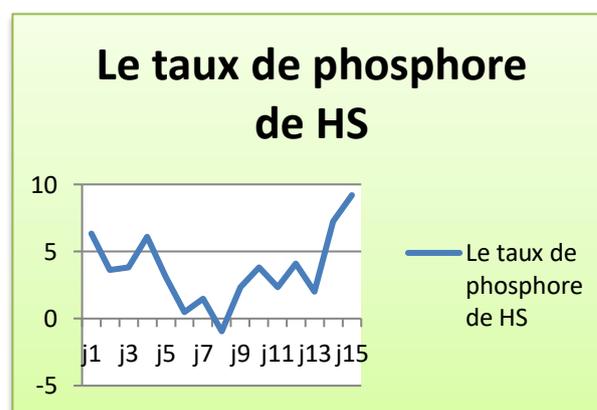
d) Dosage de phosphore de l'huile de soja :

**Tableau 6 : Le taux de phosphore dans l'huile de soja raffinée au séchage et à la sortie de désodorisation**

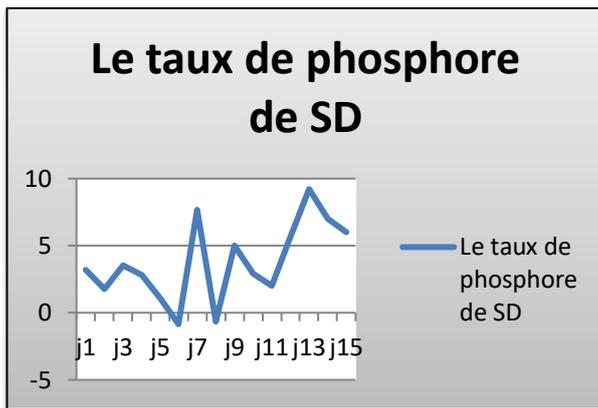
Jours d'analyse	HB	HS	SD
J1	116 ppm	6,35 ppm	3,22 ppm
J2	128,79 ppm	3,64 ppm	1,79 ppm
J3	65 ppm	3,81 ppm	3,54 pm
J4	104 ppm	6,08 ppm	2,82 ppm
J5	108 ppm	3,10 pm	1,08 ppm
J6	212 ppm	0,47 ppm	-0,85 ppm
J7	73 ppm	1,5 ppm	7,66 ppm
J8	82 ppm	-0,95 ppm	-0,66 ppm
J9	91 ppm	2,33 ppm	5,01 ppm
J10	119 ppm	3,8 ppm	2,9 ppm
J11	70 ppm	2,35 ppm	2,01 ppm
J12	120 ppm	4,1 ppm	5,66 ppm
J13	74 ppm	2,01 ppm	9,22 ppm
J14	144 ppm	7,22 ppm	7,01 ppm
J15	77 ppm	9,22 ppm	5,99 ppm
<b>Normes</b>	<b>&lt;200 ppm</b>	<b>&lt; 5 ppm</b>	<b>&lt; 2 ppm</b>



**Figure 10 : Représentation graphique des résultats de phosphore de HB**



**Figure 11 : Représentation graphique des résultats phosphore de HS**



**Figure 12 : Représentation graphique des résultats de phosphore de SD**

On remarque qu'il y a des valeurs qui dépassent les normes, dans le cas où on a une valeur positive c'est-à-dire qu'il y a un manque d'acide phosphorique, ou bien la quantité n'était pas suffisante pour éliminer tous les phospholipides présents dans l'huile, et dans le cas où on a une valeur négative, l'acide phosphorique est ajouté en excès, il faut alerter donc les responsables du raffinage pour augmenter sa quantité ou bien la diminuer.

Donc, on peut dire qu'il existe une relation très forte entre les processus de raffinage et les analyses effectuées au laboratoire.

## Conclusion :

Le but de cette étude, est de mesurer la qualité de raffinage de l'huile de soja à travers des analyses effectuées au laboratoire tout au long du procédé de raffinage.

Les résultats de ces analyses nous ont permis de confirmer la qualité du raffinage de l'huile et nous ont permis d'apporter les modifications nécessaires qui doivent être effectuées au cours du processus de raffinage.

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

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

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

## Références webographiques :

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

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