



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



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

Projet de fin d'études

***Contrôle de qualité et suivi d'analyses effectuées sur l'huile  
de soja au sein de la société SIOF (Fès)***

Présenté par :

- M<sup>lle</sup> Oumaima El Hamchi

Encadrée par :

- P<sup>r</sup> Tlèmçani Rachida (FSTF)
- M<sup>me</sup> El Farroudi Fatima (SIOF)

Soutenu le 11 juin 2019 Devant le jury composé de :

- P<sup>r</sup> Tlèmçani Rachida
- P<sup>r</sup> Ouhamidou Bouchra

Année universitaire :

2018 /2019

## Remerciements

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

Je remercie **Mr. Khalil Lahbabi** Président Directeur Générale pour m'avoir donné l'opportunité d'effectuer mon Stage dans une prestigieuse unité industrielle.

Mes remerciements vont aussi à mon encadrante de stage **Mme El Farroudi Fatima**, pour avoir accepté de m'encadrer et de me diriger, et pour m'avoir permis de bénéficier de ses conseils éclairés tout au long du développement de mon travail.

Mes chaleureux remerciement vont à tout le personnel du laboratoire d'analyse de la SIOF, les techniciens et les ouvriers qui n'ont épargné aucun effort pour nous porter l'aide et aussi pour leurs conseils.

Je tiens aussi à remercier **P<sup>r</sup> Tlèmçani Rachida** pour tous les efforts fournis pour la conception de ce travail et surtout pour le soutien et les informations qu'elle m'a apporté.

Je ne peux laisser passer cette occasion sans rendre hommage à tout le corps professoral et administratif de la Faculté des Sciences et Techniques de Fès.

Je tiens aussi à remercier tous ceux qui m'ont ont aidée d'une façon ou d'une autre à réaliser ce travail.

## Liste d'abréviations

- Masse molaire d'acide oléique (g/mol) : **282**
- Masse molaire d'oléate de sodium (g/mol) : **3040**
- **$CP_L$**  : contrepression de lavage.
- **$CP_N$**  : contrepression de neutralisation.
- **$ED$**  : huile entrant à la désodorisation.
- **$HB$**  : huile brute.
- **$HS$**  : huile séchée.
- **$IP$**  : Indice de peroxyde
- **$KOH$**  : hydroxyde de potassium
- **$M1$**  : Masse de cristalliseur remplie après étuvage
- **$M$**  : Masse du cristalliseur vide.
- **$n$**  : le nombre d'ajout de 5 ml d'huile brute.
- **$N$**  : Normalité de thiosulfate de sodium.
- **$N$**  : Normalité de KOH (0,1N)/HCl (0,01N).
- **$PE$**  : Prise d'essai (g).
- **$ppm$**  : Partie par million.
- **$S1$**  : huile de séparateur 1.
- **$SD$**  : huile sortant de la désodorisation
- **$V0$**  : Volume de thiosulfate de sodium pour l'essai à blanc.
- **$V1$**  : Volume de thiosulfate de sodium pour l'échantillon.
- **$V$**  : Volume de KOH versé (L) / HCl versé (L).

# Sommaire

INTRODUCTION .....	5
<b>CHAPITRE I : REPRESENTATION DE LA SIOF .....</b>	<b>1</b>
1. HISTORIQUE .....	1
2. HUILES ELABOREES PAR SIOF .....	2
3. ORGANIGRAMME DE LA SIOF .....	4
<b>CHAPITRE II : PROCESSUS DE RAFFINAGE.....</b>	<b>5</b>
<b>I. DESCRIPTION DE PROCEDES DE RAFFINAGE D’HUILE DE SOJA .....</b>	<b>5</b>
1. Démucilagination.....	6
2. Neutralisation .....	6
3. Lavage.....	7
4. Séchage .....	7
5. Décoloration.....	7
6. Filtration.....	7
7. Désodorisation .....	7
8. Fortification.....	8
<b>II. CONDITIONNEMENT.....</b>	<b>8</b>
<b>CHAPITRE III: SUIVIE DES ANALYSES EFFECTUEES POUR L’HUILE DE SOJA.....</b>	<b>9</b>
<b>I. MATERIELS ET METHODE.....</b>	<b>9</b>
1. Dosage d’acidité d’huile.....	9
2. Dosage de taux de savon .....	10
3. L’acidité de la pâte de neutralisation.....	10
4. Dosage du phosphore .....	11
5. Humidité et matière volatiles dans l’huile.....	11
6. Les impuretés.....	12
7. Transmission.....	13
8. Excès de soude .....	13
9. L’indice de peroxyde.....	13
<b>II. RESULTATS ET DISCUSSIONS.....</b>	<b>14</b>
CONCLUSION.....	21

## Introduction

Le secteur des industries agroalimentaire présente l'un des moteurs de l'économie marocaine, il constitue un facteur de valorisation et de régulation de la production agricole. Il détient une place importante dans le secteur industriel à sa participation à l'amélioration de la balance commerciale et à la création d'emplois.

La production mondiale des huiles végétales a atteint plus de 100 millions de tonnes dont près de 80% sont utilisées pour l'alimentation humaine comme les huiles de cuisine, les margarines et les produits dérivés. Ces huiles sont majoritairement extraites de 4 plantes : soja, tournesol, colza, palme, le reste provenant de coton, des noix et des olives.

L'huile de soja est l'une des matières grasses la plus consommée au monde, elle a une saveur douce et une odeur légère et agréable, sa couleur est entre le jaune pâle et le jaune orangé. Le laboratoire joue un rôle important dans l'évaluation de la qualité de l'huile, cette dernière est assurée en analysant des échantillons chaque jour, à chaque stade de raffinage.

Mon stage vise à suivre le processus de raffinage des huiles en effectuant des analyses soit sur demande en cas d'anomalie, ou bien dans un intervalle de temps régulier afin de suivre la qualité du processus et des huiles raffinées.

Mon travail sera divisé en trois parties :

- la première partie concerne la présentation de l'entreprise ainsi qu'un aperçu sur son historique.
- La deuxième partie consistera à décrire le processus de production au sein de la société SIOF.
- La dernière partie portera sur la description des tâches et des fonctions exécutées quotidiennement au sein du laboratoire d'analyse avec une procédure bien détaillée.

## CHAPITRE I : REPRESENTATION DE LA SIOF

### 1. Historique

[2]La Société Industrielle Oléicole de Fès (*SIOF*) est une société anonyme à vocation agro-alimentaire, plus précisément dans le domaine de l'extraction, raffinage, et le conditionnement des huiles alimentaires et conserve des olives.

- ✓ Créée en **1961** par la famille **Lahbabi** sous forme d'une Société à Responsabilités 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.
- ✓ **1966** : La SIOF a eu l'autorisation de créer une usine de raffinage des huiles alimentaires.
- ✓ **1982** : Modernisation de l'unité de raffinage.
- ✓ **1986** : Développement de la SIOF: SIOF s'étend sur la totalité du royaume chérifien
  - a. L'ouverture de plusieurs dépôts au Maroc : Marrakech, Oujda, Casablanca, Oued-Zem et Meknès.
  - b. Lancement de la première campagne publicitaire.
- ✓ **1995** : La construction de la première usine d'extraction d'huile de grignon.
- ✓ **1996** : Après la libéralisation au Maroc, la SIOF a modernisé l'unité de conserve d'olive et augmenté la capacité d'extraction d'huile de grignon.
- ✓ **1972** : Acquisition des équipements nécessaires pour la fabrication d'emballage et Conditionnement
- ✓ **2003** : La SIOF a modernisé toutes ses lignes de conditionnement suite à l'interdiction Du PVC.
- ✓ **2007** : Création de la filiale Domaine El Hamd: une plantation de 220 hectares D'Olivier et une unité d'extraction d'huile.

La **SIOF** dispose de trois 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 d'huile de grignons.
- Le 2<sup>ème</sup> est situé à la zone industrielle **DOKKARAT**, assurant le raffinage et le conditionnement des huiles alimentaires.

- 3ème site est une ferme localisée dans les régions **d'Ain Taoujtate** assurant l'extraction de l'huile de grignon.

## 2- LES HUILES ELABOREES PAR SIOF

	Nom d'huile	Lancé sur le marché national en
	<b>SIOF</b> Huile de table raffinée à base de SOJA	1966
	<b>FRIOR</b> Huile de tournesol raffinée	1992
	<b>MOULAY IDRIS</b> Huile d'olive vierge courante	1993
	<b>ANDALOUSIA</b> Huile de grignon et d'olive raffiné	1996

**Figure 1** : Différentes huiles élaborées par SIOF

Une large gamme des huiles raffinées, conditionnées et commercialisées par la société SIOF :

➤ **L'huile de Soja (SIOF) :**

L'huile de soja est une huile 100 % végétale, riche en acides gras essentiels et pauvre en cholestérol. C'est une huile de table excellente par sa teneur en acide linoléique qui la rend fragile à la chaleur. C'est une bonne source de vitamines, elle est naturellement protégée à l'oxydation par la vitamine E qu'elle contient.

**Tableau 1:** Composition de l'huile de soja en acide gras.

Acide gras	Symbole	Acide gras (%)
Acide palmitique	C <sub>16</sub> : 0	7 à 12
Acide stéarique	C <sub>18</sub> : 0	2 à 5,5
Acide oléique	C <sub>18</sub> : 1	20 à 50
Acide linoléique	C <sub>18</sub> : 2	35 à 60
Acide arachidique	C <sub>20</sub> : 1	1
Acide gadoléique	C <sub>20</sub> : 1	1
Acide béhénique	C <sub>22</sub> : 0	0,5

➤ **L'huile de Tournesol (*SIOF TOURNESOL*) :**

Elle est constituée à 98 % de triesters d'acides gras, le reste étant représenté par des stérols et des tocophérols (dont la vitamine E). La composition en acides gras de l'huile de tournesol classique (riche en acide linoléique de type oméga 6) en fait une huile qui supporte la cuisson. Elle possède de bonnes qualités nutritionnelles à condition de veiller à bien équilibrer l'ensemble des acides gras de l'alimentation en général. Depuis quelques années, se développe également un type de tournesol qui contient de 60 à 80 % d'acide oléique.

➤ **L'huile d'Olive (*MOULAY IDRIS*) :**

L'huile d'olive contient un grand nombre des composés structurellement hétérogènes dont les principaux sont les triacylglycérols et en moindre quantité les acides gras libres, les mono et diacylglycerols. Outre sa richesse en lipides, l'huile d'olive contient près de 250 composés mineurs qui lui confèrent ses qualités organoleptiques et nutritionnelles, il s'agit des alcools, des stérols, des phénols. Par ailleurs, les composés mineurs ont des effets notables sur la stabilité de l'huile au cours de son stockage. Elle est très riche en vitamines (A, B, K et E) et en sels minéraux.

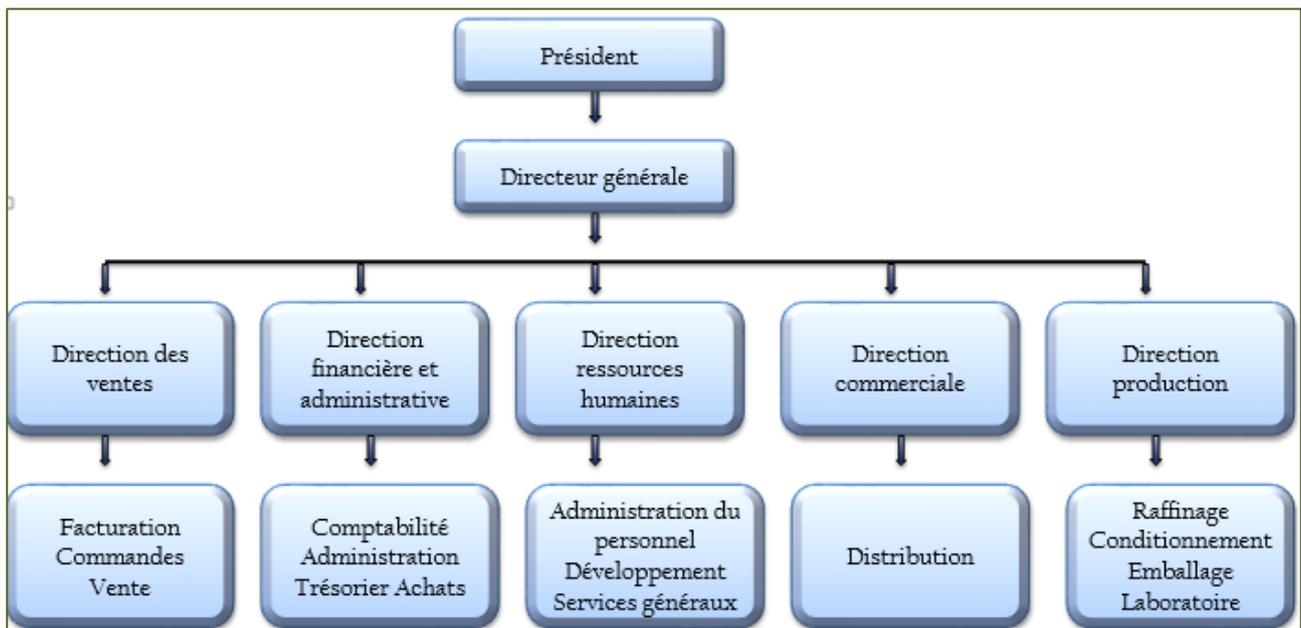
➤ **L'huile de grignon (*ANDALOUSIA*) :**

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

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

### 3 - Organigramme de la SIOF

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



**Figure 2** : Organigramme de la SIOF

## Chapitre II : Processus de raffinage

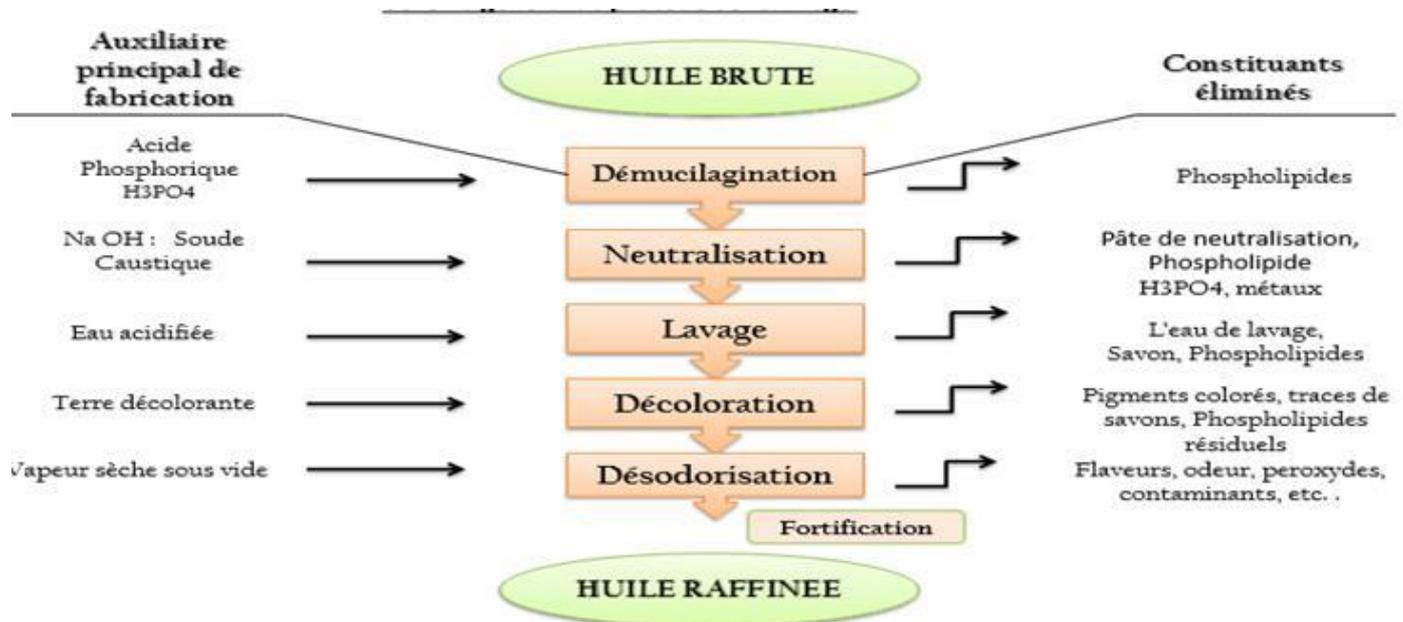
### I. Description de procédés de raffinage d'huile de Soja

[1] Le raffinage est une série de traitements de purification effectués le plus souvent en continu et ayant pour but de débarrasser les huiles brutes des impuretés diverses qu'elles contiennent. En effet, elles contiennent de nombreux composés : certains sont très utiles (vitamines) d'autres sont nuisibles à leur qualité ou à la santé (phospholipides, gommes, acides gras libres, pigments, agents odorants...).

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

Le raffinage reste cependant une technologie dépendant bien sûr du savoir-faire et de bonnes pratiques de conduite mais aussi, d'une connaissance suffisante des propriétés physico-chimiques spécifiques et de la stabilité des corps gras glycériques. Cette double maîtrise est indispensable pour adapter à chaque corps gras brut les paramètres opératoires qui permettront d'éliminer efficacement les composés indésirables, sans dégrader ou perdre les constituants utiles, tels que les acides gras polyinsaturés, les stérols ou la vitamine E.

Le raffinage est une technologie relativement récente qui devient de plus en plus importante dans l'industrie agroalimentaire.



**Figure 3 :** Les différentes étapes de raffinage

## 1. Démucilagination

C'est une opération nécessaire et qui permet l'élimination des mucilages 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 : ils peuvent représenter 0,5-1% de l'huile de soja. Elle se fait par action de l'acide phosphorique. Cette opération est nécessaire pour éviter des problèmes lors du raffinage à savoir :

- ❖ l'oxydation de l'huile (les phospholipides sont souvent liés à des métaux lourds catalyseurs d'oxydation) et dégagement d'une odeur indésirable.
- ❖ la 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.

## 2. Neutralisation

Il convient également d'éliminer de l'huile les acides gras libres qui lui donnent un mauvais goût et nuisent à sa conservation. En plus de son effet neutralisant, la soude permet de débarrasser l'huile de la quasi-totalité des phospholipides restants, et d'éliminer les traces métalliques (fer et cuivre) qui sont des catalyseurs d'oxydation, donc des accélérateurs du rancissement. Aussi, la soude a un effet décolorant parce qu'elle détruit un grand nombre de pigments et de composés colorés

d'origine oxydative. La neutralisation par la soude élimine les acides gras libres en formant des savons insolubles dans l'huile. Ceux-ci sont séparés par centrifugation.

### **3. 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.

### **4. Séchage**

On vise d'après cette opération à 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. 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 inférieur à 50 ppm.
- ❖ Un pourcentage en mucilage ne dépassant pas 10 ppm.

### **5. Décoloration**

L'huile brute déémucilaginée est ensuite blanchie à l'aide de terres décolorantes : les pigments naturels de l'huile brute sont absorbés dans le lit de terres décolorantes. Après ce traitement, les terres décolorantes renfermant des huiles résiduelles sont récupérées et l'huile extraite.

Les terres décolorantes issues de l'extraction peuvent être mises en décharge sans effets nuisibles pour l'environnement. Les terres décolorantes représentent 3 - 5 % en masse de l'huile brute utilisée.

### **6. Filtration**

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

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 terre ou de matière en suspension. L'huile est ensuite stockée dans un réservoir.

### **7. Désodorisation**

La désodorisation est l'étape finale dans le traitement des huiles végétales, l'opération est faite de manières semi-continues ou continues, les désodoriseurs modernes opèrent des températures et un vide au-dessus de 260 °C et un vide absolu inférieur à 3 mm Hg.

## **8. Fortification**

Dans cette étape, il y a l'ajout des vitamines.

### **II. Conditionnement**

Dans cette étape, l'huile raffinée se remplit dans les bidons (*5l / 2l*) et les bouteilles (*1 l / 1/2l*). Avant le remplissage, il y a le soufflage des bidons.

Les préformes subissent une forte pression et température. Après les bouteilles reviennent à l'appareil qui fait le bouchage, puis l'étiquetage et le datage. Après ces étapes les bouteilles seront remplies dans des cartons. toutes ces opérations se font automatiquement.

## Chapitre III: Suivi des analyses effectuées pour l'huile de Soja

### I. Matériels et méthode

### II. Tableau 2 : Les analyses effectuées à chaque étape de raffinage

Opération	Echantillon	Analyses
Entrée d'huile	Huile brute	Acidité libre
Démucilagination	Huile mélange	Acidité libre
Neutralisation	Huile neutralisée	-Acidité libre -Taux de savon
	Pâte de neutralisation	Analyse de la pate
	Mélange d'huile + soude	Excès de soude
Lavage et sécheur	Huile séchée	-Acidité libre -Taux de savon -Dosage de phosphore
Décoloration	Entrée huile décolorateur	Acidité libre
Filtration	Huile filtrée	-Acidité libre -Transmission
Désodorisation	Huile entrée désodorisation	-Acidité libre -Taux de savon
	Huile sortie désodoriseur	-Acidité libre -dosage de phosphore -Taux de savon -Transmission

### 1. Dosage d'acidité d'huile

#### ➤ Définition

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

- On met dans un ballon 100 ml d'alcool distillé (éthanol).
- On ajoute 3 gouttes de phénophtaléine.
- On neutralise l'alcool par KOH (0,1 N) => **Coloration rose.**

- On ajoute une quantité d'huile à analyser :
  - ✚ 10 g d'huile neutralisée, séchée, décolorée, filtrée et désodorisée.
- On agite un peu et on obtient **une coloration jaune**.
- On titre avec KOH (0,1 N) jusqu'au virage.

➤ **Expression du résultat**

$$\% \text{ Acidité} = (N \times V \times 282 \times 100) / PE \times 1000$$

## 2. Dosage de taux de savon

➤ **Définition**

L'alcalinité est exprimée conventionnellement en oléates de sodium en partie par million (ppm). le savon d'acides gras est le résultat d'un traitement d'acides gras par un hydroxyde métallique (la potasse ou la soude).

➤ **Mode opératoire**

- On prend un ballon (lavé avec l'acétone à 3%) dont on met 40 ml de l'acétone à 3%.
- 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 de jaune en vert foncé et dans ce cas on titre avec HCl (0,01 N) jusqu'à obtention d'une coloration jaune.

➤ **Expression de résultat**

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

## 3. L'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 la quantité de matière grasse éliminée et l'acidité de la pâte.

➤ **Mode opératoire**

- On introduit une quantité de pâte dans un bêcher, on met de l'eau (on ajoute un baromagnétique) puis on chauffe au même temps, on ajoute l'acide acétique jusqu'au virage de coloration vers le marron
- On laisse la pâte se refroidir puis on la met, dans des tubes pour l'introduire dans une centrifugeuse

- Dans une fiole, on ajoute l'alcool et quelques gouttes de phénolphaléine
- On neutralise le mélange par KOH (0,01N) puis on ajoute le surnagent PE = 0,2 / 0,5 g
- On dose par KOH (1N) jusqu'à l'apparition d'une coloration rose

➤ **Expression de résultats**

$$\% \text{ Acidité} = (V \times 2,82) / PE$$

#### 4. Dosage du phosphore

➤ **Définition**

Cette analyse permet de déterminer la quantité de phosphore dans l'huile de Soja se forme des phospholipides.

➤ **Mode opératoire**

- Dans des tubes, on pèse 0,2 de chaque échantillon d'huile brute, séchée et sortie de désodoriseur
- On ajoute une quantité de MgO (a le rôle de calcination de phosphore)
- On met les échantillons dans le four, on laisse les échantillons se refroidir puis on ajoute 2 ml de HCl
- On met les tubes dans le rotavapore (pour éliminer les solvants volatils) puis, on ajoute les solutions 2, 3,4
  - ✚ Sol 2 hydroxyde de sodium NaOH ➡ 0,5 ml
  - ✚ Sol 3 Réductrice ➡ 5 ml
  - ✚ Sol 4 Molybdique ➡ 2,5 ml

➤ **Expression de calcul**

**Pour HS et SD :**

$$0,2 \times 41,66 / PE = 0,2$$

**Pour B :**

$$0,2 \times 108,69 / PE = 0,2$$

#### 5. Humidité et matière volatiles dans l'huile

➤ **Définition**

C'est une méthode de détermination par séchage en utilisant une étuve, de la teneur en eau et en matières volatiles des corps gras d'origine animale et végétale.

Le principe de cette méthode c'est le chauffage d'une prise d'essai à  $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  jusqu'à l'élimination complète de l'eau et des matières volatiles, et détermination de la perte de masse

➤ **Mode opératoire**

- On pèse 10 g d'échantillon dans un cristalliseur séché et taré
- On maintient le cristalliseur contenant le PE durant 1h dans l'étuve réglée à  $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$
- On laisse refroidir jusqu'à la température ambiante, puis on pèse l'échantillon pour savoir est ce qu'il y a une perte ou non

➤ **Expression de résultat**

$$\text{PE} - (\text{M1} - \text{M}) \times 100 / \text{PE}$$

## 6. Les impuretés

➤ **Definitions**

C'est une méthode qui permet la détermination de quantité de poussières et autres matières étrangères insolubles dans le n-hexane ou l'éther de pétrole des corps gras d'origine animale et végétale. Elle est exprimée en pourcentage en masse.

➤ **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.
- 20g 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 avoisinante de  $20^{\circ}\text{C}$  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 de solvant
- On le laisse refroidir dans le dessiccateur puis on le pèse

➤ **Expression des résultats**

$$m1 - m / m0 \times 100$$

## 7. Transmission

### ➤ Définition

C'est une méthode de détermination spectrophotométrique de la couleur des corps gras d'origine animale et végétale. La mesure de la transmission à 420 nm.

### ➤ Mode opératoire

- On règle le dispositif de sélection des longueurs d'onde du spectrophotomètre à 420 nm
- On vérifie l'échelle de transmission en mesurant la transmission en cuves avec la fente par rapport au solvant de référence l'eau distillée
- Après la mise à zéro du spectrophotomètre par de l'eau distillée, on procède une lecture de la transmission à 420 nm pour l'échantillon
- Expression des résultats en pourcentage

## 8. Excès de soude

### ➤ Définition

Le but de cette manipulation est d'évaluer l'efficacité de l'opération de neutralisation, car cet excès doit être contrôlé pour qu'il n'y ait pas de perte dans l'huile neutralisée.

### ➤ Mode opératoire

Dans un bêcher on met 100 ml de l'huile de mixeur avant le premier séparateur (huile+ A. Phosphorique + soude) et on le met sur la plaque chauffante en agitant par la barre magnétique, après on ajoute 2 ml de la solution alcoolique de thyomphtaleine.

### ➤ Expression des résultats

- Si le résultat est incolore, il n'y a pas d'excès de soude. **Excès de soude = 0%**
- Si le mélange se colore en bleu en présence de soude libre, dans ce cas on effectue des ajouts de 5 ml d'huile brute de même origine jusqu'à la décoloration.

Le pourcentage de l'excès de soude exprimé est le volume d'huile brute ajoutée.

**Excès de soude =  $n \times 5\%$**

## 9. L'indice de peroxyde

### ➤ Définition

L'indice de peroxyde défini comme la quantité de peroxyde présent dans l'échantillon, exprimée oxygène actif, oxydant l'iodure de potassium, divisée par la prise d'essai, exprime en milliéquivalent par kg

➤ **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**

$$\text{Indice de peroxyde} = (V1 - V0) \times N \times 1000 / PE$$

### III. Résultats et discussion

Au laboratoire, plusieurs analyses physico-chimiques (Indice de peroxyde, Dosage de savon, Acidité, Humidité, Impureté ...) sont mesurées quotidiennement à chaque étape de raffinage, dans le but d'avoir une huile de haute qualité avec des caractéristiques précises.

Au cours de mon stage, j'ai fait le suivie de taux de savon, d'acidité, d'acidité de pâte de neutralisation et la teneur en phosphore, étant donné que ces derniers connaissent une grande variation et donc doivent être contrôlés plusieurs fois par jour.

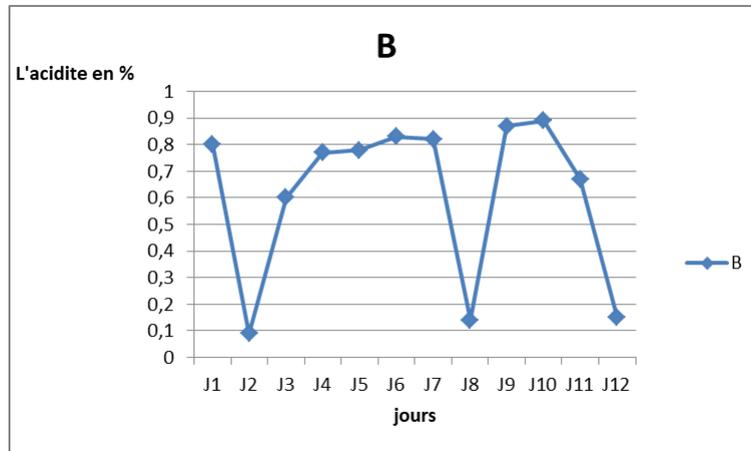
**Les différents paramètres de production :**

- ✓ Débit d'huile : [7997 – 70557] kg/h
- ✓ Débit de soude : [190 – 96] L/h
- ✓ Débit d'acide : [19,3 – 6,5] L/h
- ✓  $CP_N$  : 2 bar
- ✓  $CP_L$  : [1,2 – 2] bar

# 1. Acidité

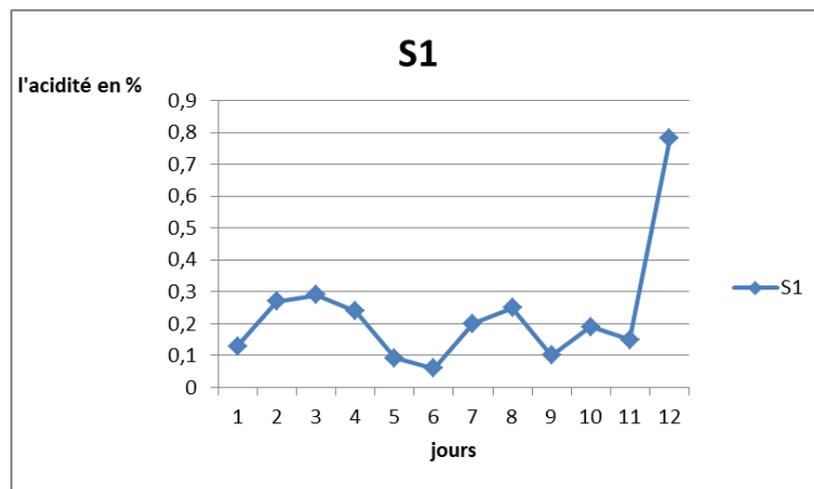
## ❖ Résultats

Normes : <1%



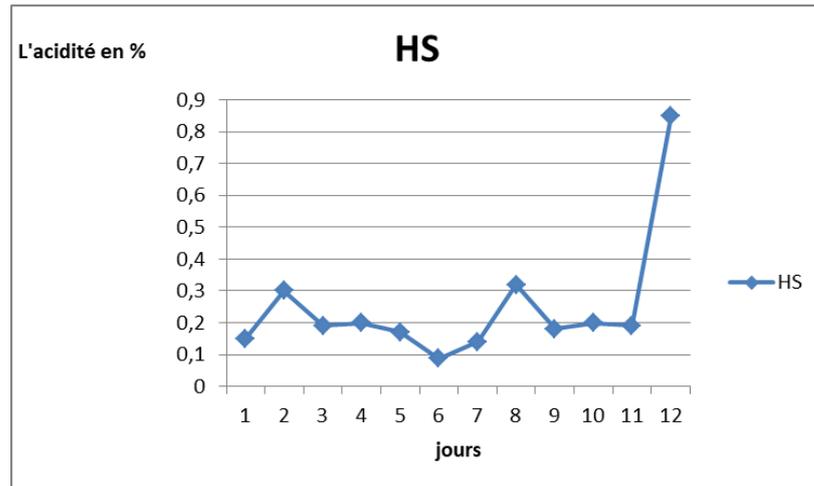
**Figure 4:** Variation d'acidité d'huile brute pendant 12 jours

Normes : 0.1% - 0.2%



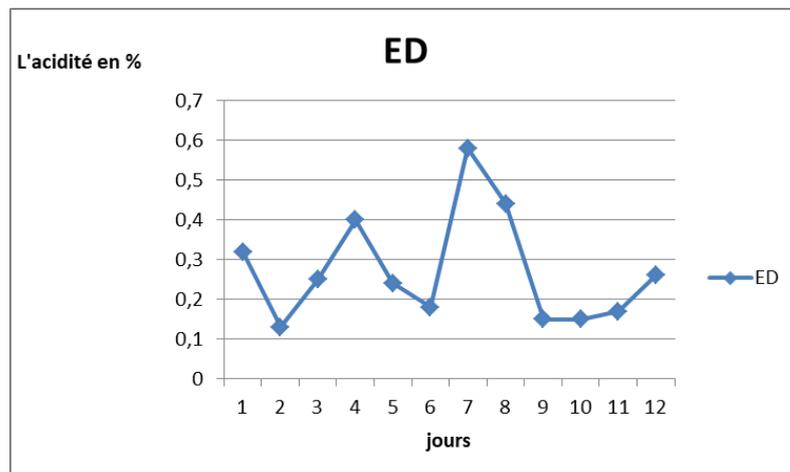
**Figure 5 :** Variation d'acidité pour l'huile de séparateur (S1) pendant 12 jours

Norme : 0,1% – 0,2%



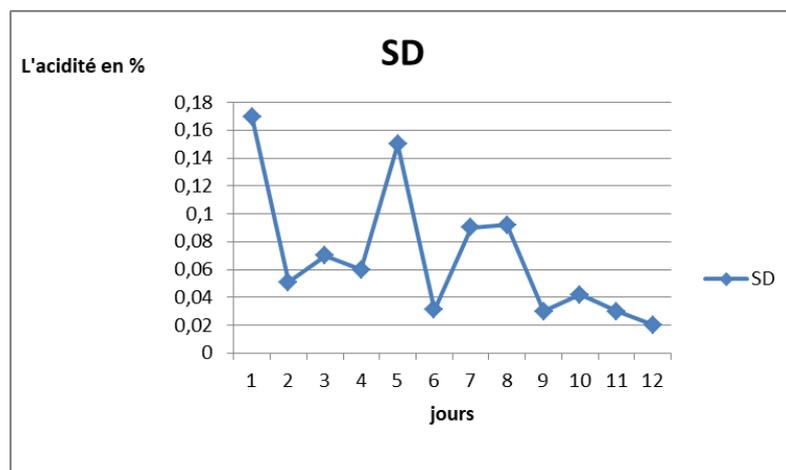
**Figure 6 :** Variation d'acidité pour l'huile séchée (HS) pendant 12 jours

Norme : 0,1% – 0,2 %



**Figure 7 :** Variation d'acidité pour l'huile entrant à la désodorisation (ED) pendant 12 jours

Norme : <0,08%



**Figure 8 :** Variation d'acidité d'huile sortant de la désodorisation (SD) pendant 12Jours

## ❖ Discussion

Si l'acidité dépasse les normes, on conseille d'alerter les responsables de raffinage pour modifier les paramètres de production comme le débit d'acide.

### a) Pour B :

Les résultats obtenus à partir de cette analyse effectuée sur l'huile brute de soja, sont conformes aux normes d'entreprise, ce qui nous laisse à montrer que le déroulement des opérations d'extraction et de stockage de l'huile brute de soja est bon.

### b) Pour S1 :

On remarque qu'on a des valeurs qui dépassent la norme ( $0,1-0,2\%$ ) donc il faut ajouter la soude caustique pour neutraliser l'huile. Pour les résultats inférieures à la norme ( $J5, J6$ ) on diminue la quantité de la soude

### c) Pour HS :

Il y a des valeurs qui dépassent la norme ( $J2, J8, J12$ ) montre une augmentation d'acide citrique, donc il faut comme une mesure correctives de diminuer le débit de l'acide citrique. Pour les résultats inférieures à la norme ( $J6=0,087\%$ ) il faut augmenter le débit d'acide.

### d) Pour ED

Pour les valeurs qui dépassent les normes, il faut optimiser la quantité de terre ajoutée à la décoloration.

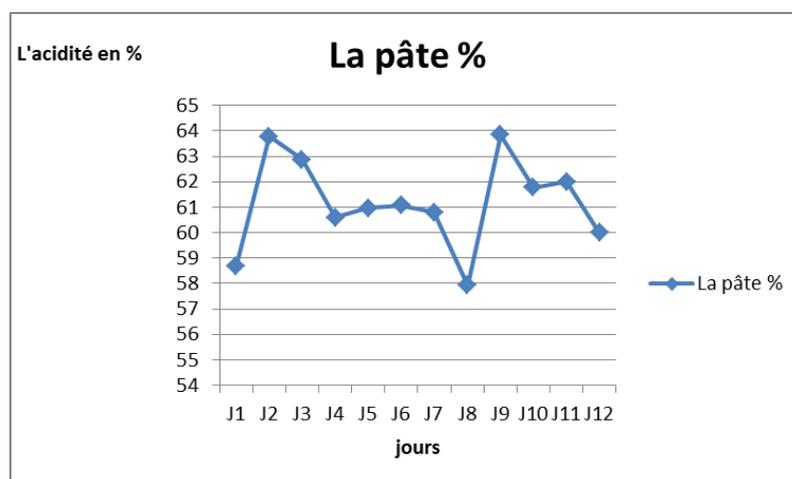
### e) Pour SD

Les normes conseillées pour la sortie de désodoriseur sont  $<0,08\%$ . Pourtant les valeurs montrent qu'on les dépasse, donc il faut diminuer le débit d'huile à l'entrée de désodoriseur.

## 2. Pâte de neutralisation

### ❖ Résultats

Norme:  $>60\%$



**Figure 9 :** Le pourcentage d'acidité de la pâte de neutralisation

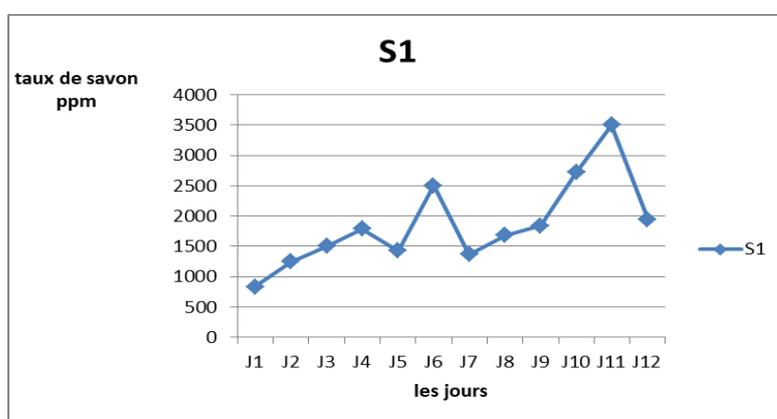
## ❖ Discussions

La diminution de l'acidité de la pâte montre une mauvaise séparation, donc l'entraînement d'huile dans la pâte provoque une perte non négligeable d'huile. Comme mesure corrective, on conseille d'alerter les responsables de raffinage pour vérifier les paramètres de séparation.

### 3. Dosage de taux de savon

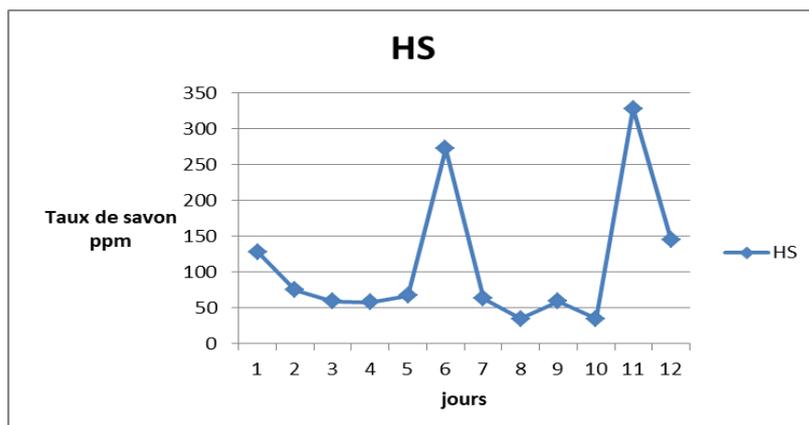
#### ❖ Résultats

Norme : 600 – 1200 ppm



**Figure 10** : Variation de taux de savon d'huile de séparateur 1 (S1) pendant 12 jours

Norme : <50 ppm



**Figure 11** : Variation de taux de savon d'huile séchée (HS) pendant 12 jours

## ❖ Discussions

### a) Pour S1 :

On remarque qu'il y a des valeurs qui dépassent la norme, ce problème est dû aux plusieurs causes le : **démarrage**, le **retour**(le recyclage d'huile de différentes sources). Donc il faut baisser la contrepression du séparateur, et augmenter le débit d'acide.

### b) Pour HS :

Les valeurs dépassent énormément les normes <50ppm, donc il faut régler les paramètres de lavage (*température, pression*).

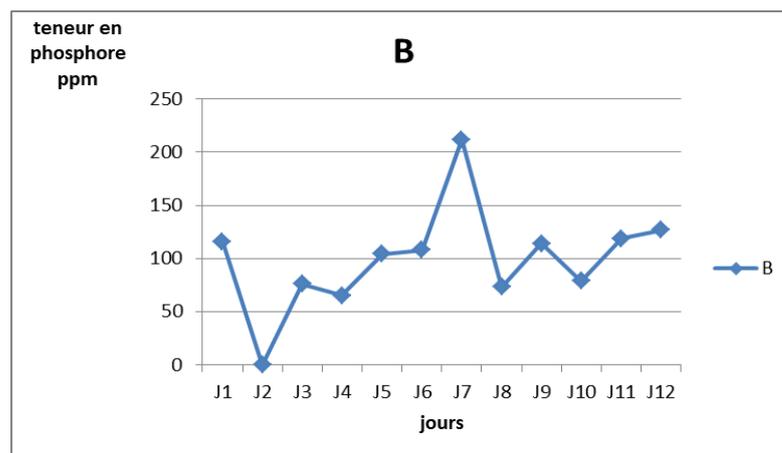
### c) Pour ED / SD

Toutes les valeurs acceptent les normes *0ppm* ce qui montre que la procédure de lavage et décoloration sont bien exécutées.

## 4. La teneur en phosphore

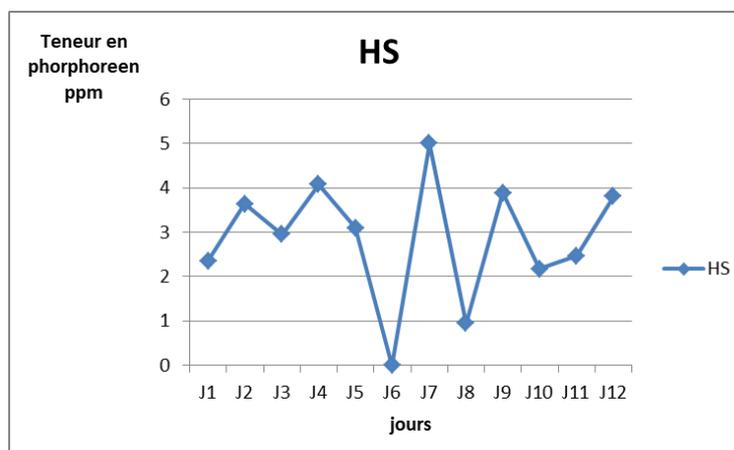
### ❖ Résultats

Norme : <500 ppm



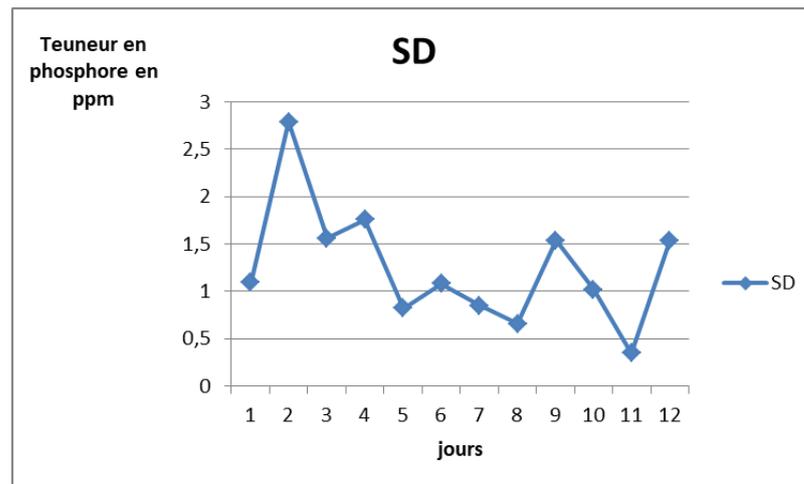
**Figure 12** : Variation de la teneur en phosphore pendant 12 jours

Norme : <5ppm



**Figure 13** : Variation de la teneur en phosphore pour l'huile séchée (HS) pendant 12 jours

Norme : <2ppm



**Figure 14** : variation de la teneur en phosphore pour sortie de désodoriseur (*SD*) pendant 12 jours

### ❖ Discussions

On remarque qu'il y a des valeurs qui dépassent les normes, dans ce cas on a un problème dans la quantité d'acide phosphorique ajoutée, soit elle n'est pas suffisante pour éliminer tous les phospholipides présents dans l'huile ou bien l'acide phosphorique est ajouté en excès, il faut alerter donc les responsables du raffinage pour augmenter sa quantité ou bien la diminuer.

## Conclusion

Le stage est un parcours très sollicité avant d'entamer la vie professionnelle proprement dite du fait qu'il donne une vue d'avance de la manière dont se déroule le travail afin d'éviter toute crainte ou ambiguïté concernant la pratique de la profession pour les futurs professionnels.

Ce projet de fin d'études a été pour moi d'un grand bénéfice car il m'a donné une idée générale sur le déroulement des analyses d'huile, précisément l'huile de Soja à chaque étape de raffinage. Au cours de suivi des analyses effectuées pour l'huile de Soja on peut conclure que :

- La plupart des résultats trouvés n'acceptent pas toujours les normes de la société ce qui signifie qu'il existe un problème au niveau de raffinage
  
- Comme solution, les techniciens de laboratoire doivent chercher la source de problème et le résoudre en proposant des mesures correctives

## Références Bibliographiques

- [1] OUKILI KAOUTAR /SOUMYA SEKHSOKH .Y . 2011 : Asservissement/Régulation du débit de la soude nécessaire à la neutralisation d'huile des grignons ou de Soja, thèse, école supérieure de technologie Fès .43p
- [2] ZAIM LOUBNA. Y.2016 Étude de la stabilité d'une huile végétale désodorisée (Huile de soja) au sein de la SIOF, thèse, Faculté des sciences et techniques de Fès .27p
- Halouane Sabiha .Y.2016 : Production de l'huile de Soja et ces analyses physico-chimiques, Mémoire de Master, Université A. MIRA – Béjaïa. 72p
- [http://bibliomer.ifremer.fr/documents/fiches/Huiles\\_raffinees](http://bibliomer.ifremer.fr/documents/fiches/Huiles_raffinees)
- <http://greenstone.lecames.org/.pdf>
- <http://www.memoireonline.com>

## Annexes

**Annexe 1 :** Le pourcentage d'acidité au cours du processus de raffinage

	<b>B</b>	<b>S1</b>	<b>HS</b>	<b>ED</b>	<b>SD</b>
<b>J1</b>	<b>2,80</b>	<b>0,13</b>	<b>0,15</b>	<b>0,32</b>	<b>0,17</b>
<b>J2</b>	<b>1,09</b>	<b>0,27</b>	<b>0,30</b>	<b>0,13</b>	<b>0,051</b>
<b>J3</b>	<b>1,6</b>	<b>0,29</b>	<b>0,19</b>	<b>0,25</b>	<b>0,07</b>
<b>J4</b>	<b>0,77</b>	<b>0,24</b>	<b>0,20</b>	<b>0,40</b>	<b>0,06</b>
<b>J5</b>	<b>0,78</b>	<b>0,092</b>	<b>0,17</b>	<b>0,24</b>	<b>0,15</b>
<b>J6</b>	<b>0,83</b>	<b>0,06</b>	<b>0,087</b>	<b>0,18</b>	<b>0,031</b>
<b>J7</b>	<b>1,82</b>	<b>0,2</b>	<b>0,14</b>	<b>0,58</b>	<b>0,09</b>
<b>J8</b>	<b>1,14</b>	<b>0,25</b>	<b>0,32</b>	<b>0,44</b>	<b>0,092</b>
<b>J9</b>	<b>0,87</b>	<b>0,1</b>	<b>0,18</b>	<b>0,15</b>	<b>0,03</b>
<b>J10</b>	<b>0,89</b>	<b>0,19</b>	<b>0,2</b>	<b>0,15</b>	<b>0,042</b>
<b>J11</b>	<b>0,67</b>	<b>0,15</b>	<b>0,19</b>	<b>0,17</b>	<b>0,03</b>
<b>J12</b>	<b>1,15</b>	<b>0,78</b>	<b>0,85</b>	<b>0,26</b>	<b>0,02</b>
<b>Les normes</b>	<b>&lt;1%</b>	<b>0,1-0,2%</b>	<b>0,1-0,2%</b>	<b>0,1-0,2%</b>	<b>&lt;0,08%</b>

**Annexe2 :** Pourcentage d'acidité de la pâte de neutralisation

	<b>J1</b>	<b>J2</b>	<b>J3</b>	<b>J4</b>	<b>J5</b>	<b>J6</b>	<b>J7</b>	<b>J8</b>	<b>J9</b>	<b>J10</b>	<b>J11</b>	<b>J12</b>
<b>La pâte</b>	<b>58.68</b>	<b>63.78</b>	<b>62.86</b>	<b>60.60</b>	<b>60.97</b>	<b>61.06</b>	<b>60.80</b>	<b>57,92</b>	<b>63.83</b>	<b>61,78</b>	<b>62</b>	<b>60</b>
<b>%</b>												

**Annexe3:** Le taux de savon en ppm pendant 12 jours

	<i>S1</i>	<i>HS</i>	<i>ED</i>	<i>SD</i>
<b>J1</b>	836	128	0	0
<b>J2</b>	1247	75	0	0
<b>J3</b>	1500	59	0	0
<b>J4</b>	1789	58	0	0
<b>J5</b>	1425	67	0	0
<b>J6</b>	2500	272	0	0
<b>J7</b>	1366	63	0	0
<b>J8</b>	1682	35	0	0
<b>J9</b>	1841	59	0	0
<b>J10</b>	2724	35	0	0
<b>J11</b>	3500	328	0	0
<b>J12</b>	1945	145	0	0
<b>Les normes</b>	<i>600-1200 ppm</i>	<i>&lt;50 ppm</i>	<i>0ppm</i>	<i>0ppm</i>

**Annexe 4:** Le phosphore en ppm d'huile brute, huile séchée et sortie de désodoriseur pendant 12 jours

	<i>B</i>	<i>HS</i>	<i>SD</i>
<b>J1</b>	116	2.35	1,09
<b>J2</b>	128.79	3,64	2,79
<b>J3</b>	76	2,95	1,56
<b>J4</b>	65	4,08	1,76
<b>J5</b>	104	3,10	0,82
<b>J6</b>	108	0.47	1,08
<b>J7</b>	212	5	0,85
<b>J8</b>	73	0.95	0,66
<b>J9</b>	114	3,89	1,54
<b>J10</b>	79	2,17	1,02
<b>J11</b>	119	2.47	0,35
<b>J12</b>	127	3.81	1,54
<b>Les normes</b>	<500ppm	<5ppm	<2ppm