



Licence Sciences et Techniques (LST)

Technique d'Analyse et Contrôle de Qualité

« TACQ »

PROJET DE FIN D'ETUDES

Étude de la pâte issue du raffinage de l'huile d'olive et l'huile de soja

Présenté par :

❖ **EL ABOUI Oumaima**

Encadré par :

- ❖ **Pr. ZARGUILI Ikbal (FST)**
- ❖ **Mme. EL FARROUDI Fatima (SIOF)**

Soutenu, Le 07/07/2021 devant le jury composé de :

- **Pr. ZARGUILI Ikbal**
- **Pr. HAZM Jamal Eddine**
- **Pr. OULMEKKI Abdellah**

-Stage effectué à SIOF

-Année Universitaire 2020 / 2021

FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES FES

☒B.P. 2202 – Route d'Imouzzer – FES

■ Ligne Directe : 212 (0)535 61 16 86 – Standard : 212 (0)535 60 82 14

Site web : <http://www.fst-usmba.ac.ma>

Dédicace

Je dédie ce modeste travail à :

MES TRES CHERS PARENTS,

Les êtres les plus chers du monde, pour qui j'exprime mes respects et mon amour éternel.

Ce modeste travail soit l'exaucement de vos vœux tant formulés, le fruit de vos innombrables sacrifices.

MES CHERS ET ADORABLES FRERES ET SCEURS,

En témoignage de mon affection fraternelle, de ma profonde tendresse et reconnaissance, je vous souhaite une vie pleine de bonheur et de succès et que dieu, le tout puissant, vous protégé et vous garde.

A MES RESPECTUEUX PROFESSEURS,

Source inépuisable de soutien et d'aide, je les remercie vivement de leur aide précieuse et leurs conseils avisés.

A tous les personnes qui ont participé à ce que ce rapport puisse voir le jour.

Remerciements

A l'issue de ce travail, je tiens à remercier en premier lieu notre **DIEU**, pour m'avoir accordé la force et les connaissances nécessaires pour l'accomplir.

Je tiens à remercier spécialement **Pr. ZARGUILI Ikbal** mon encadrant de stage à la FST : Pour la gentillesse et la spontanéité avec lesquelles vous avez bien voulu diriger ce travail.

J'ai eu le grand plaisir de travailler sous votre direction, et trouvé auprès de vous le conseiller et le guide que j'ai reçu en toute circonstance avec sympathie, sourire et bienveillance.

Je remercie vivement **Pr. HAZM Jamal Eddine** et **Pr. OULMEKKI Abdellah** d'avoir accepté le jugement de ce travail, vos commentaires vont permettre de l'enrichir et lui apporter plus de valeur.

Je tiens à remercier **Mme. EL FARROUDI Fatima**, mon responsable de stage à la SIOF.

Je conserve du remerciement spécial à **Mr. ERRAFIK** : directeur général de la SIOF de m'avoir accueilli comme stagiaire au sein de son département.

Je remercie **Mme. Fatima**, **Mlle. Safae** et **Mr. Mohammed** qui m'ont prodigué au cours de ces deux mois.

Enfin, je remercie tous ceux qui ont participé de près ou de loin à réussir ce modeste travail.

Liste des abréviations

AGL : acides gras libres

%AC : Indice d'acide

H₂SO₄ : acide sulfurique

KOH : Hydroxyde de potassium

HB : Huile brute

Sommaire

INTRODUCTION GENERALE	1
Chapitre I : présentation de la société.....	2
1.Aperçu sur la société	2
2.HISTORIQUE	2
3.Organigramme de la SIOF	3
4.Les huiles fabriquées par La SIOF	3
5.Mission de la SIOF	3
6.Vision de la SIOF	4
CHAPITRE II : PROCEDE DE RAFFINAGE DE L’HUILE BRUTE.....	5
I. Introduction	5
II. Procédé de raffinage	5
1. Réception	5
2. Démucilagination (dégommage)	6
3. Neutralisation (désacidification)	6
4. Lavage	7
5. Séchage	7
6. Décoloration	7
7. Désodorisation	9
8. Fortification.....	8
9. Les produits éliminés par le raffinage	8
III. Emballage et conditionnement	9
1. Emballage.....	9
2. Conditionnement	9
CHAPITRE III : ETUDE DE LA PATE ISSUE DU RAFFINAGE	11
I. Introduction	11
II. Etude bibliographique	11
1. Les huiles.....	11
2. Les huiles traitées dans ce rapport.....	12
3. Traitement de la pâte à l’échelle industrielle	12
4. Caractérisation de la pâte de neutralisation	13
5. La réaction de l’acide sulfurique sur la pâte	14
6. L’indice d’acide.....	15
III. Matériels et méthodes	15

1. La matière première.....	15
2. Méthode de la cassation de la pâte	15
3. Méthode de détermination d'indice d'acide de la pâte	16
IV. Résultats et discussion	18
1. Analyse de l'indice d'acide de la pâte	18
2. La comparaison entre la pâte d'huile d'olive et la pâte d'huile de soja	19
3. Exploitation des résultats au niveau industrielle.....	20
CONCLUSION.....	22

Liste de figures

<i>Figure 1 : L'organigramme de la SIOF.....</i>	<i>3</i>
<i>Figure 2 : Procédé de raffinage d'huile brute</i>	<i>5</i>
<i>Figure 3: atelier de l'unité de la cassation de la pate</i>	<i>12</i>
<i>Figure 4: la pâte de neutralisation d'huile d'olive.....</i>	<i>14</i>
<i>Figure 5: la pâte de neutralisation d'huile de soja</i>	<i>14</i>
<i>Figure 6 : cassation de la pâte d'huile de soja</i>	<i>15</i>
<i>Figure 7 : cassation de la pâte d'huile d'olive</i>	<i>15</i>
<i>Figure 8 : centrifugation des tubes remplies par la solution</i>	<i>16</i>
<i>Figure 9 : solution après centrifugation</i>	<i>16</i>
<i>Figure 10 : neutralisation de l'alcool à bruler par KOH (0.1N)</i>	<i>17</i>
<i>Figure 11 : la zone de virage du dosage</i>	<i>17</i>

Liste de tableaux

<i>Tableau 1 : Les composants éliminés dans chaque étape de raffinage</i>	<i>9</i>
<i>Tableau 2: Indice d'acidité.....</i>	<i>13</i>
<i>Tableau 3: Indice d'acide d'huile de soja</i>	<i>18</i>
<i>Tableau 4: Indice d'acidité d'huile d'olive.....</i>	<i>19</i>

INTRODUCTION GENERALE

Le secteur agroalimentaire est celui qui transforme les produits vivants en produit prêts à la consommation. Pour cette raison ce domaine doit subir un contrôle de qualité pour le garantir, en effectuant un ensemble d'analyses chimiques, et c'est le cas pour la production oléicole afin d'obtenir l'huile de table raffinée destinée à la consommation humaine avec respect des normes mise en vigueur.

Les huiles jouent un rôle très important dans l'alimentation, les matières grasses contenus dans ces derniers sont nécessaires pour maintenir l'organisme en bonne santé, fournir de l'énergie et apporter des nutriments essentiels.

Les sociétés oléicoles visent à appliquer la loi 'rien ne se crée, rien ne se perd, tout se transforme', et c'est le cas dans la valorisation du coproduit issue du raffinage «la pâte de neutralisation» afin de produire l'huile acide utilisée par les savonneries.

Mon PFE s'intéresse à l'industrie des huiles au sein de la SIOF. J'ai été amené à travailler sur le procédé de traitement de la pâte de neutralisation par l'acide sulfurique concentré.

Notre travail repose sur l'étude à l'échelle du laboratoire de la quantité d'acide sulfurique nécessaire pour le cassage du sous-produit du traitement de raffinage «la pâte » d'huile d'olive et de soja.

En dehors de l'introduction et la conclusion, ce manuscrit est divisé en 3 chapitres :

- Présentation de la SIOF.
- Procède de raffinage de l'huile brute.
- Etude de la pâte issue du raffinage.

CHAPITRE I : PRESENTATION DE LA SOCIETE

1. Aperçu sur la société :

La SIOF « société industrielle oléicole de Fès » est une entreprise innovante dans le secteur agroalimentaire à l'échelle nationale, elle s'intéresse exactement dans le domaine d'extraction, raffinage et conditionnement des huiles alimentaires.

La société dispose de 3 sites industriels :

- ✔ Le premier est situé à la zone industrielle DOKKARAT, assure le raffinage et le conditionnement des huiles alimentaires.
- ✔ Le 2^{ème} est situé à la zone industrielle SIDI BRAHIM assurant la trituration des olives, la production des conserves et l'extraction d'huile de grignon
- ✔ Le 3^{ème} site dans les régions d'AIN TAOUJDAT dont la seule préoccupation et l'extraction d'huile de grignon.

2. HISTORIQUE :

- ❖ **1961 :** Création de la société industrielle oléicole de Fès (SIOF par la famille Lahbabi avec la trituration d'olives, l'extraction d'huile de grignon et la conserve d'olive.
- ❖ **1966 :** La SIOF a eu l'autorisation de créer une usine de raffinage des huiles alimentaires.
- ❖ **1972 :** Acquisition des équipements nécessaires pour la fabrication d'emballage et conditionnement 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.

- ❖ **2003** : La SIOF a modernise toutes ses lignes de conditionnement suite a 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.

3. Organigramme de la SIOF :

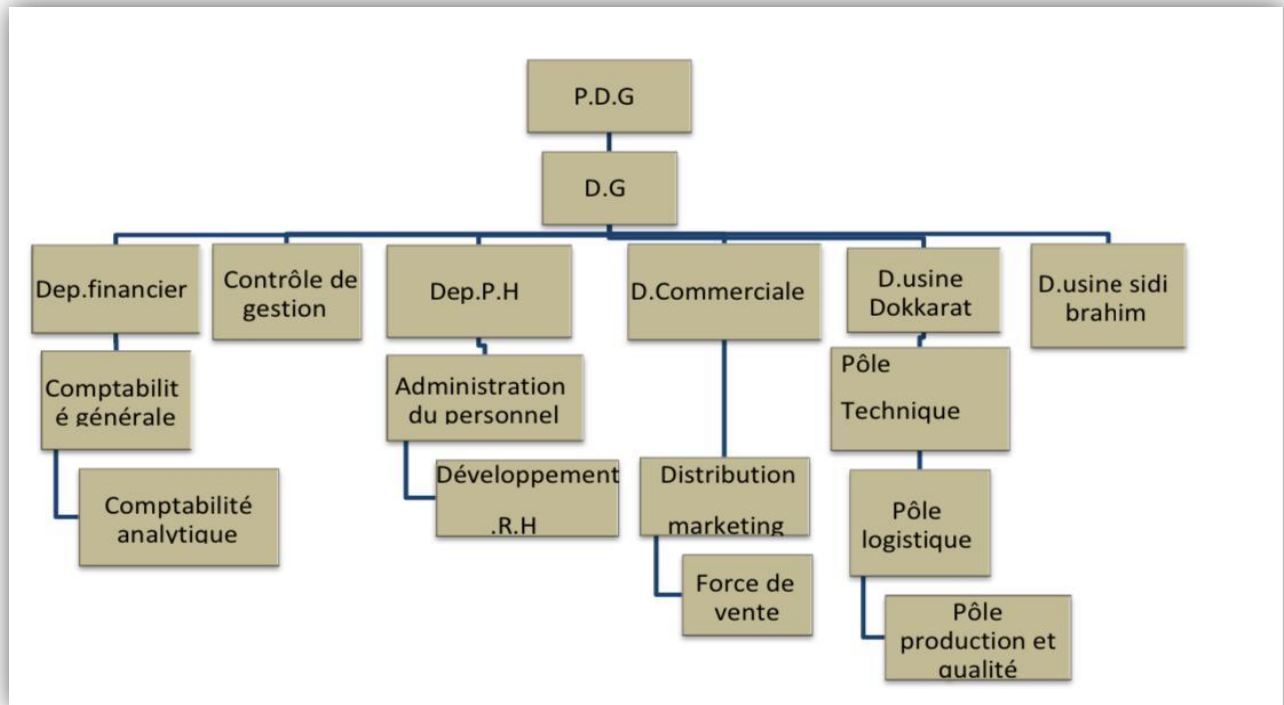


Figure 1 : L'organigramme de la SIOF

4. Les huiles fabriquées par La SIOF :

- ❖ **MOULAY DRISS** : Huile d'olive vierge.
- ❖ **ANDALOUSSIA** : Huile de grignon raffiné.
- ❖ **FRIOR** : Huile de friture, 100% tournesol.
- ❖ **SIOF** : Huile de table raffinée à base de soja.

5. Mission de la SIOF :

La SIOF s'engage à fournir à ses clients nationaux et internationaux des produits de qualités tout en respectant la qualité du service. A la recherche continue d'opportunités dans le secteur oléagineux, la SIOF place l'innovation et le développement au cœur de son activité.

6. Vision de la SIOF :

La SIOF est déterminée à être la référence dans le secteur des huiles et des olives au Maroc et à l'étranger. Pour cela la SIOF a établi une stratégie qui se décline en quatre points :

- ✓ Assurer un service de qualité à l'ensemble de ses clients
- ✓ Offrir un milieu de travail sain, équitable et épanouissant à tous ses employés
- ✓ Respecter les normes de production internationales
- ✓ Accroître sa présence à l'internationale en étant présent dans les différents salons et en développant une gamme adaptée.

CHAPITRE II : PROCÉDE DE RAFFINAGE DE L'HUILE BRUTE

I. Introduction:

Le raffinage est un procédé industriel qui a pour objectif de maintenir ou d'améliorer les caractères organoleptiques (odeur, gout, limpidité, couleur), nutritionnelle et la stabilité des corps gras, pour ce faire il met en œuvre plusieurs étapes pour éliminer des composés indésirables (phospholipides, cires, acides gras libres, pigments, et saveurs étrangères) et les contaminants présents dans la matière première.

Il existe deux types de raffinage physique et chimique, Le schéma suivant présente les étapes de la production de l'huile raffinée (figure 2).

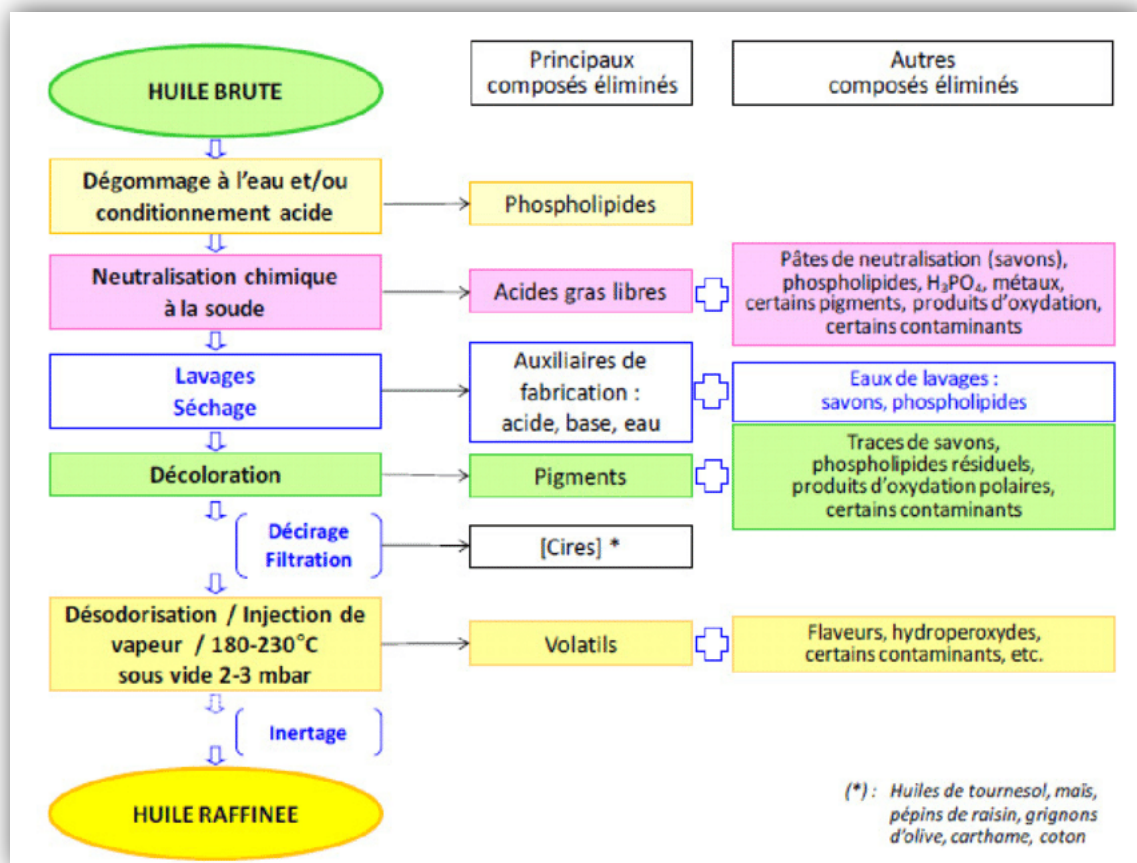


Figure 2 : Procédé de raffinage d'huile brute

II. Procédé de raffinage :

1. Réception

A l'arrivée des citernes à l'usine, l'huile brute est déchargée dans des silos, le responsable de laboratoire effectue alors des tests pour contrôler la qualité de l'huile.

2. Démucilagination (dégommage)

C'est une étape qui permet de se débarrasser des mucilages qui sont des phospholipides.

Au sein de la société SIOF le dégomme se fait comme suit : l'huile brute venant du bac de stockage est chauffée au moyen d'un échangeur thermique à plaques contrecourant, l'huile par la suite est filtré pour éliminer les substances grossières.

L'huile est après chauffée à 85-90°C dans un échangeur avec de la vapeur d'eau venant de la chaudière. Cette opération a pour but d'éliminer la viscosité de l'huile qui va être pompée vers le bac de contact, ensuite on ajoute l'acide phosphorique (H₃PO₄) 75% dilué par une pompe pouceuse.

Le mélange (huile + acide phosphorique) passe par un mélangeur pour une bonne dispersion de l'acide dans l'huile, puis conduit vers le bac de contact pour un temps de séjour 15-20 min pour éliminer les mucilages (phospholipides).

3. Neutralisation (désacidification):

Les grains ont tendance à s'acidifier au cours de leur conservation, cette acidité contribue à augmenter l'instabilité des huiles, il convient donc de procéder à une neutralisation par la soude aqueuse à chaud.

Le mélange (huile + soude) passe dans un 2ème mélangeur à grande vitesse pour éliminer tout risque de saponification parasite. Le mélange est divisé en 2 phases :

- **Phase lourde** : pate de neutralisation (sujet de ce PFE)
- **Phase légère** : huile neutre

Les réactions qui ont lieu lors de cette étape :

- **Réaction de saponification :**



- **Neutralisation d'excès d'acide phosphorique :**



Cette neutralisation nécessite un léger excès de soude pour s'assurer de la transformation de tous les acides gras libres en savons.

À la sortie de l'étape de neutralisation l'huile doit avoir les caractéristiques suivantes :

- **Acidité** : 0,20 – 0,04 %
- **Traces de savon** : entre 1000 et 1200 ppm
- **Acidité de la pâte** : $\geq 60\%$

4. Lavage :

Cette étape a pour objectif d'éliminer le savon et la soude en excès présents à la sortie de la turbine de neutralisation ainsi que des traces de métaux de phospholipides et autres impuretés.

Le lavage au sein de la SIOF s'effectue à l'aide de l'eau chaude 90°C et acidifié avec l'acide citrique, passe dans un mélangeur rapide et le mélange est séparée par centrifugation, l'huile lavée doit contenir moins de 50ppm de savon et une acidité $\leq 0,04$ %.

Les eaux de lavage contiennent encore De l'huile qu'on récupéré par décantation.

5. Séchage :

C'est une étape qui consiste à éliminer l'humidité qui se trouve dans l'huile lavée ainsi pour éviter les pertes de cette dernière par hydrolyse.

Cette technique est basée sur le phénomène d'évaporation de l'eau à une Température inférieure à sa Température normale d'évaporation, en appliquant des pressions élevées.

A la sortie du sécheur on doit avoir :

- **Acidité** : $\leq 0,06$ à $0,08$ %
- **Humidité** : $\leq 0,1$ %
- **Trace du savon** : $\leq 0,5$ ppm
- **Taux de phosphore** : ≤ 5 ppm

6. Décoloration :

A la sortie de neutralisation l'huile reste encore trop foncée pour être commercialisée, ainsi que les pigments responsables de la coloration doivent être élimines, l'huile est traitée avec des terres décolorantes.

Au niveau de la société SIOF, la décoloration se fait comme suit :

A la sortie du sécheur, l'huile est séparée en deux conduites :

- 80% de l'huile séchée passe directement vers un échangeur à spirale pour atteindre une température de 100°C puis vers le décolorateur.
- 20% de l'huile sortante de séchage passe vers un mélangeur de la terre. Pour avoir un bon mélange, il faut un temps de contact de 20 min, puis le mélange rejoint les 80% de l'huile dans le décolorateur.

L'huile est toujours traitée sous vide, de façon à empêcher l'oxydation favorisée par l'air.

L'opération se fait à la température $T=110^{\circ}\text{C}$ et à la pression 1,5 bar pendant 15min dans un décolorateur muni d'un agitateur qui assure un bon contact entre l'huile et la terre et qui empêche les dépôts au fond du décolorateur.

- **Acidité** : $\leq 0,1 \%$
- **Taux de savons** : $\leq 50\text{ppm}$

7. Désodorisation:

C'est une étape qui permet d'éliminer les composés volatiles possédant des fonctions cétones et aldéhydes, ainsi les acides gras libres encore présents, cette étape se fait sous vide à haute température ($220\text{-}230^{\circ}\text{C}$).

Ce stade permet d'éliminer les substances odorantes de l'huile décolorée.

8. Fortification:

C'est la dernière étape de raffinage qui consiste à un enrichissement par les vitamines A et D3, ces vitamines étaient présents dans l'huile brute mais sont dénaturées par la haute température du raffinage.

L'ajout de ces vitamines se fait pour augmenter la teneur en principe nutritif des aliments au-dessus de la valeur considérée.

Enfin l'huile raffinée est pesé puis stockée dans des citernes sous une atmosphère pour éviter l'oxydation.

9. Les produits éliminés par le raffinage:

Le tableau suivant résume les produits éliminés par le raffinage, Ce sont les produits naturellement présents dans les huiles végétales :

Tableau 1 : Les composants éliminés dans chaque étape de raffinage

<i>Opérations</i>	<i>Composants éliminés</i>
Démucilagination	Phospholipides, glycolipides et composés protidiques.
Neutralisation chimique	Acides gras libres. Phospholipides résiduels. Composés de dégradation d'origine oxydative. Composés métalliques. Insecticides. Pesticides.
Lavage	Savons, trace de soude. Phospholipides résiduels.
Séchage	Eau.
Décoloration	Pigments. Savons.
désodorisation	Acides gras libres. Substances volatiles responsables de l'odeur et du gout. Peroxydes et produit de dégradation. Pesticides organochlorés, tocophérols.

III. Emballage et conditionnement :

1. Emballage :

Protection du produit en vue de transport, stockage et parfois la vente, c'est une barrière physique contre les différents facteurs d'altération.

2. Conditionnement :

C'est le premier contenant d'un produit servant pour sa vente au détail. À la différence de l'emballage qui est le contenant qui assure la sécurité du produit dans sa manutention.

La société SIOF constitué de 2 lignes de production :

- *Une ligne ½ L / 1L*
- *Une ligne 2L / 5L*
- **Description des étapes de conditionnement :**
 - ✓ **Soufflage :** on chauffe les préformes dans un four à lampe infrarouge pour que la matière devienne molle. le soufflage s'effectue à 40 bars.

Une fois les bouteilles soufflées sont obtenus, elles sont acheminées par le convoyeur à air comprimé vers la remplisseuse.
 - ✓ **Remplissage et capsulage :** les bouteilles sont remplies par l'huile et sont immédiatement bouchonnées pour éviter toute contamination.

- ✓ **Etiquetage et datage :** l'étiqueteuse colle automatiquement les étiquettes de la société, un dateur électronique marque la date de production et d'expiration de l'huile
- ✓ **Mise en carton :** dans une encaisseuse, les bouteilles sont emballées dans des cartons qui sont remis par la formeuse et qui leur donne une forme parallélépipédique. Les cartons sont par la suite fermés et datés puis encaissés manuellement et enfin stockés.

CHAPITRE III : ETUDE DE LA PATE ISSUE DU RAFFINAGE

I. Introduction :

L'objectif du présent travail consiste à valoriser la pâte ou appelé aussi « soap-stocks » provenant de l'unité de raffinage exactement de la neutralisation des huiles à la soude, ce travail est réalisé à l'échelle de laboratoire pour déterminer la quantité d'acide sulfurique nécessaire pour traiter cette pâte, ainsi que l'indice d'acidité, paramètre permettant de contrôler sa qualité.

Le traitement du soap stocks par l'acide sulfurique concentré 98% aboutit à la formation d'huile acide et aussi des eaux acidifiées.

Ce chapitre est divisé en 2 parties, une partie bibliographique dont on va discuter les termes essentiels qui ont fait le sujet qu'on aborde, et une autre pratique dont on va analyser expérimentalement les résultats obtenus.

II. Etude bibliographique :

1. Les huiles :

L'huile est la matière grasse la plus utilisées par l'Homme, souvent liquide à température ambiante et insoluble dans L'eau, ces derniers sont extraits à partir des plantes oléagineuses et on les consomme sous forme d'huile vierge ou raffinée.

L'huile est constituée de triglycérides c'est-à-dire des esters de glycérine et d'acide gras.

LES ACIDES GRAS : est une chaîne de carbones, d'hydrogènes et d'oxygènes. Le nombre de carbone sur la chaîne peut varier de 4 à 24. Nous retrouvons des ACIDES GRAS SATURES (AGS) – MONO-INSATURES (AGMI) – POLYINSATURES (AGPI).

Il existe deux types d'acides gras :

Les acides gras saturés :

Il est conseillé de limiter au minimum l'utilisation des huiles contenant des acides gras saturés, les acides gras saturés agissent directement sur l'augmentation du taux de cholestérol.

Les acides gras polyinsaturés :

Les gras polyinsaturés sont un type de gras sain qui comprend des acides gras oméga-3 et oméga-6, qui sont essentiels au fonctionnement du cerveau. On les obtient à partir de la nourriture, car le corps ne peut pas les fabriquer.

2. Les huiles traitées dans ce rapport :

a) Huile de soja :

L'huile de soja est une huile végétale extraite du soja par trituration riche en acides gras polyinsaturés signifie, C'une source appréciable de protéines, de lipides et de minéraux dans le cadre d'une alimentation variée et équilibrée. Cette dernière contribue à réduire le taux de triglycérides dans le corps ce qui joue un rôle très essentiels dans la réduction des risques de contracter des maladies cardio-vasculaire.

b) Huile d'olive :

L'huile d'olive est une variété d'huile alimentaire à base de matière grasse végétale extraite des olives lors de la trituration dans un moulin à huile. L'huile d'olive est excellente pour la santé, en raison de sa richesse en oméga-9, des acides gras mono-insaturés.

3. Traitement de la pâte à l'échelle industrielle :

L'atelier de traitement de la pâte contient :

- Quatre citernes de numérotation 6 à 9 (capacité : 10 tonnes), ces cuves servent pour le stockage de la pâte venant du raffinage, et elles sont équipées pour l'agitateur, le chauffage de cette dernière à 90°C
- Pompe d'acide sulfurique
- Cuve 4 : traitement de la pâte par l'acide sulfurique
- Cuve 1,2 et 3 : stockage de l'huile acide



Figure 3: atelier de l'unité de la cassation de la pate

a) Matériels et méthode de traitement :

- La pâte de neutralisation est envoyée de l'unité de raffinage vers les cuves de stockage par des pompes, diluée avec l'eau pour faciliter son transport.
- Dans ces cuves on chauffe la pâte avec une agitation continue qui se fait par un mélangeur statique.
- Le mélange est ensuite acheminé vers la cuve, en passant par la réaction avec l'acide sulfurique concentré 98%.
- L'attaque par l'acide aboutit à la formation de deux phases principales : L'huile acide et les eaux acidifiées.
- Les eaux acidifiées sont purgées vers les égouts alors que l'huile d'acide est acheminée vers les grandes citernes pour le stockage.

b) Résultats d'acidité de la pâte de la société :

Le tableau suivant présente l'indice d'acidité d'huile de soja en fonction de la masse d'échantillon effectué par les techniciennes de laboratoires.

Tableau 2: Indice d'acidité

Echantillon	Prise d'essai (g)	Indice d'acidité (%)
1	0,44	64,09
2	0,43	65,58
3	0,40	64,72
4	0,40	64,50
5	0,59	64,52
6	0,50	68,08
7	0,50	69,73
8	0,50	60,00
9	0,50	67,56
10	0,42	67,40

L'indice d'acidité huile de soja doit être compris entre 60% et 70% ce qui conforme avec les résultats précédents, la pâte de soja alors est de bonne qualité.

4. Caractérisation de la pâte de neutralisation :

La pâte de neutralisation est composée d'un mélange de savons sodiques, d'huile neutre entraînée, d'eau et d'impuretés tel que les mucilages, les phospholipides, et des composants

organiques divers. Elle se présente comme une pâte à peu près fluide à température ambiante, sa couleur varie entre un brun foncé et un jaune verdâtre selon l'huile dont elle provient.



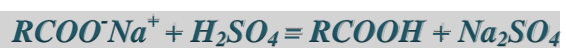
Figure 4: la pâte de neutralisation d'huile d'olive



Figure 5: la pâte de neutralisation d'huile de soja

5. La réaction de l'acide sulfurique sur la pâte :

Le rôle d'acide sulfurique est de transformer les savons sodiques en acides gras et carbonise une partie d'impuretés. Selon la réaction suivante :



6. L'indice d'acide :

La masse d'hydroxyde de potassium (KOH), exprimée en milligrammes, nécessaire pour neutraliser l'acidité libre contenue dans un gramme de corps gras.

L'indice d'acide et la teneur en acides gras libres sont des paramètres importants utilisés pour la caractérisation et l'évaluation de la qualité des graisses et des huiles alimentaires. . Plus l'indice d'acide et la teneur en acides gras libres sont élevés, plus la qualité de l'huile est faible.

III. Matériels et méthodes :

1. La matière première :

La matière première de ce travail est le coproduit généré au cours du raffinage chimique des huiles brutes, spécifiquement issue de la neutralisation des huiles à la soude, « la pâte ».

2. Méthode de la cassation de la pâte :

Dans un bécher on met une quantité de la pâte issue du raffinage, on ajoute 40ml d'H₂O pour la solubiliser, sous la haute on agite, on chauffe et on verse progressivement l'acide sulfurique jusqu'à la cassation de la pâte : l'apparition de deux phases (figure6et7)

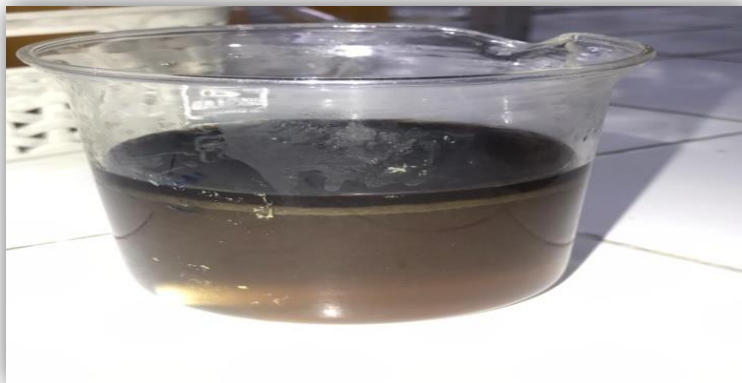


Figure 6 : cassation de la pâte d'huile de soja

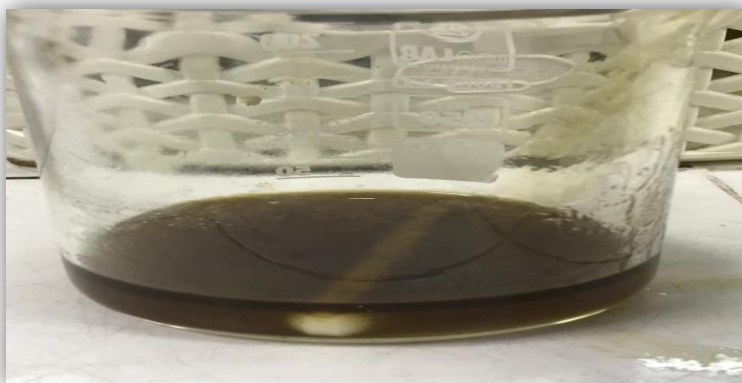


Figure 7 : cassation de la pâte d'huile d'olive

On remplit les deux tubes par la solution déjà préparée, on les centrifuge (figure8), pour une bonne séparation des deux phases (figure9).



Figure 8 : centrifugation des tubes remplies par la solution

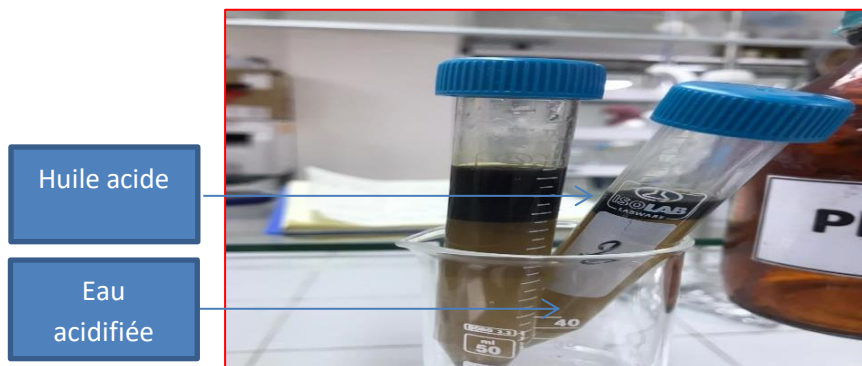


Figure 9 : solution après centrifugation

3. Méthode de détermination d'indice d'acide de la pâte :

Dans un ballon de 250ml, on met à peu près 100ml d'alcool à brûler, on ajoute 2à3 gouttes de phénophtaléine, on neutralise cette solution par KOH (0,1N) jusqu'à l'apparition d'une coloration rose (figure 10), on pose ce ballon sur une balance et on le tare, Par un compte-goutte, on prend une quantité de l'huile déjà préparé dans les tubes de centrifuges et on la met dans le ballon déjà neutralisé on prend la masse d'échantillon, par la suite on titre par KOH (1N) jusqu'à l'apparition d'une coloration jaune (figure 11).



Figure 10 : neutralisation de l'alcool à bruler par KOH (0.1N)

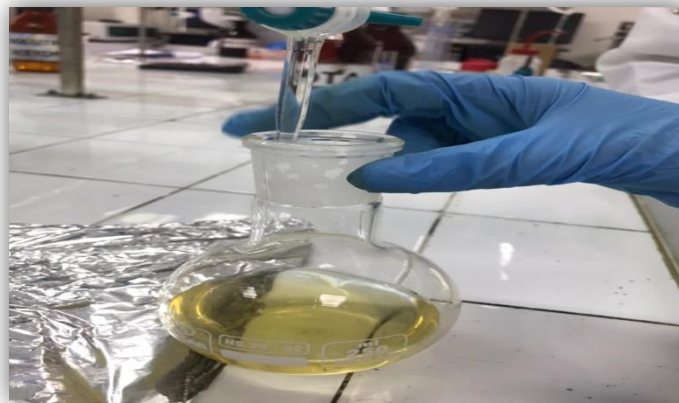


Figure 11 : la zone de virage du dosage

- *Expression des résultats :*

$$\% \text{acidité} = (V \times N \times M_{\text{acide oléicole}} / ME) \times 100$$

$$\% \text{acidité} = (V \times 0,1 \times 282 / ME \times 1000) \times 100$$

$$\% \text{acidité} = V \times 28,2 / ME$$

avec :

% acidité : pourcentage d'acidité

N : Normalité de KOH (ml)

V : Volume de KOH versé (0,1N)

ME : masse d'échantillon (g)

M : masse molaire d'acide oléique (g/mol) (M=282 g/mol)

IV. Résultats et discussion :

1. Analyse de l'indice d'acide de la pâte :

a) Huile de soja :

Nous avons réalisé des essais au laboratoire pour déterminer le volume d' H_2SO_4 nécessaire pour la cassation de la pâte. Le tableau 3 présente les résultats d'indice d'acide de différents échantillons en fonction du volume de H_2SO_4 ajouté rapporté à 1g de la pâte, ainsi que le volume de KOH versé et la masse d'échantillon.

Tableau 3: Indice d'acide d'huile de soja

Echantillon	V(H_2SO_4) (ml) / 1g de la pâte	Masse d'échantillon (g)	V(KOH) (ml)	%AC
1	0,95	0,68	1,6	66,35%
2	0,95	0,55	1,5	76,9%
3	0,97	0,77	1,9	69,5%
4	1,01	0,52	1,3	70,5%
5	1,03	0,85	2,3	76,30 %

L'indice d'acide d'huile de soja doit être compris entre 60% et 70% pour que la pâte soit conforme aux normes de codex alimentaires.

Pour l'échantillon 1, on a utilisé 0,95ml(H_2SO_4)/1g de la pâte ce qui a donné 66,35% en %AC, la même quantité d' H_2SO_4 /1g de la pâte a donné 76,9%AC (échantillon 2), cette différence d'acidité est expliquée par la différence dans la composition du soap stocks puisqu'elle est changée chaque 30 min, alors les 2 pâtes ne subissent pas la neutralisation en même temps d'où la différence de la teneur en AGL et par la suite un écart d'acidité .

On remarque que pour les échantillons 3,4 et 5 une augmentation du V(H_2SO_4) (ml)/1g de la pâte induit une augmentation de %AC.

Les échantillons 1,3 et 4 présentent des indices d'acides compris entre 60% et 70% ceci explique que le volume choisi pour la cassation de la pâte est adéquat à sa composition. Alors que les échantillons 2 et 5 dépassent la limite d'indice d'acide or la cassation de la pâte n'était pas de bonne qualité du fait que le volume H_2SO_4 utilisé pour l'attaque est en excès.

b) Huile d'olive :

Le tableau suivant présente les résultats d'indice d'acide d'1g de la pâte d'huile d'olive en fonction de volume d' H_2SO_4 , le volume de KOH versé lors du dosage ainsi que la masse de l'échantillon.

Tableau 4: Indice d'acidité d'huile d'olive

Echantillon	Volume H_2SO_4 (ml) / 1g de la pâte	Masse d'échantillon (g)	Volume KOH (ml)	%AC
1	0,18	1,29	2,4	52,46%
2	0,13	1,13	2,1	52,40%
3	0,11	2,22	4,1	52,08%
4	0,10	1,20	2,2	51,70%
5	0,09	2,11	3,8	50,78%
6	0,09	1,12	2	50,36%

Pour que la pâte soit conforme aux normes de codex alimentaires, l'indice d'acide d'olive doit être compris entre 50% et 70%.

L'attaque de la pâte d'huile d'olive se fait directement par l'acide sulfurique, on n'utilise pas de l'eau contrairement à la pâte de huile de soja car elle est déjà soluble.

A partir des résultats du tableau 4 on remarque que lorsque $V(H_2SO_4)/1g$ de la pâte diminue, l'indice d'acide diminue aussi, ce qui confirme que les deux paramètres sont proportionnelles, pour les 6 échantillons étudiés, l'indice d'acide est conforme à la norme, la cassation de la pâte était parfaite, et par la suite le volume d'acide sulfurique était convenable.

Les échantillons 5 et 6 ont un même volume d' $H_2SO_4/1g$ de la pâte (0,09ml/1g) c'est pourquoi l'indice d'acide est proche dans les deux cas aux alentours de 50%.

Nous avons remarqué que la pâte d'huile d'olive ne consomme qu'un petit volume d'acide sulfurique, l'apparition des deux phases alors est rapide.

2. La comparaison entre la pâte d'huile d'olive et la pâte d'huile de soja :

D'abord, les résultats obtenus pour les deux pâtes montrent que la composition de la pâte joue un rôle très important pour déterminer l'indice d'acide.

La norme de %AC diffère d'une pâte à une autre, ce paramètre doit être compris entre 60% et 70% pour la pâte d'huile de soja et entre 50% et 70% pour la pâte d'huile d'olive.

La texture de la pâte d'huile d'olive est très soluble dans l'acide sans l'ajout de l'eau, alors que pour la pâte de l'huile de soja nécessite une solubilisation dans l'eau lors de l'attaque par l'acide.

Enfin, concernant la vitesse de la cassation de la pâte, celle d'huile d'olive consomme un petit volume d' H_2SO_4 d'environ 5 ml ce qui rend la cassation plus rapide, alors que celle de l'huile de soja nécessite un volume d'acide plus élevée d'environ 30 ml ce qui implique une vitesse de cassation plus lente.

3. Exploitation des résultats au niveau industrielle :

A l'échelle industrielle la pompe qui détermine la quantité d'acide sulfurique est non fonctionnelle donc le $V(H_2SO_4)$ utilisé pour le passage d'1 tonne de la pâte est inconnue, ce traitement de la cassation constitue un problème délicat pour la société : consommation excessive de l'acide, pour cette raison on va exploiter les résultats obtenues à l'échelle de laboratoire pour estimer la quantité d'acide sulfurique nécessaire pour traiter 1 tonne de coproduit pour les deux types des huiles.

a) Huile de soja

▪ Le volume moyen d'acide sulfurique d'huile de soja par 1 g de la pâte pour les 5 échantillons est :

$$V_m = (0,95+0,95+0,97+1,01+1,03) / 5 = 0,982\text{ml}$$

▪ Donc le volume d'acide sulfurique pour 1 tonne est :

$$V = 10^6 \times 0,982 / 1$$

$$V = 982 \text{ L}$$

✎ En utilisant les résultats obtenus à l'échelle de laboratoire, la quantité d'acide sulfurique nécessaire pour le passage d'une tonne de la pâte d'huile de soja est d'environ **982L**

b) Huile d'olive

▪ Le volume moyen d'acide sulfurique d'huile d'olive par 1 g de la pâte pour les 6 échantillons est :

$$V_m = (0,18+0,13+0,11+0,10+0,09+0,09) / 6 = 0,12 \text{ ml}$$

▪ Donc le volume d'acide sulfurique pour 1 tonne est :

$$V = 10^6 \times 0,12 / 1$$

$$V = 116 \text{ L}$$

✎ En exploitant les résultats à l'échelle de laboratoire on conclut que la quantité d'acide sulfurique convenable pour le passage d'une tonne de la pâte d'huile d'olive est d'environ **116 L**

Recommandation :

La composition de la pâte change d'un échantillon à un autre de sorte que la teneur en AGL change aussi, pour cette raison on aura une différence de volume d'acide sulfurique nécessaire pour l'attaque de la pâte, nous proposons qu'une étude soit nécessaire pour trouver une corrélation entre la composition de la pâte et le volume nécessaire de l'acide pour optimiser l'opération de la cassation.

CONCLUSION

Mon stage au sein de la société SIOF m'a fourni une méthodologie de travail, un esprit analytique et aussi critique des problèmes associé à ce domaine.

Le but de ce sujet est de trouver un volume optimal d'acide sulfurique pour la cassation de la pâte à l'échelle de laboratoire.

➤ Si on utilise un volume de H_2SO_4 moins à la normale on n'aura pas la cassation de la pâte.

➤ Si on dépasse le volume d'acide sulfurique convenable on aura une très mauvaise cassation et par la suite un %AC très élevés

En fin de compte, on ne peut pas donner un volume exacte vu la variation régulière de la pâte impliquant une différence dans la composition, ce qui influence son indice d'acide, le plus judicieux est de faire l'analyse des échantillons avant chaque attaque.

Webographie

Huiles acides / Acides gras / Divers - Daudruy

Acidité de l'huile d'olive - FRANCE OLIVE - AFIDOL

Huile de soja | Bienfaits, Danger, Posologie, Effets Secondaires (mr-plantes.com)

Esters gras - INTERCHIMIE