



Licence Sciences et Techniques (LST)
Technique d'Analyse et Contrôle de Qualité
« TACQ »

Suivi d'analyses effectuées au cours du raffinage .

Présenté par :

➤ Mr Beraich Zakaria

Encadré par :

- Pr. Abdeslam MELIANI (FST Fés)
- Mme El Fatima FARROUDI(SIOF)

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

- Pr. MELIANI Abdeslam
- Pr. TOUZANI Hanane
- Pr. ALILOU EL Houcine

Stage effectué à la société industrielle oléicole Fés

Année Universitaire 2020 / 2021



Au nom de dieu miséricordieux clément :

Lis au nom de ton seigneur qui a tout crée(1) qui a crée l'homme d'une adhérence(2) lis car la bonté de ton seigneur est infinie(3) celui qui a fait de la plume un moyen de savoir(4) et qui a enseigné à l'homme ce qu'il ignorait(5)et pourtant c'est cet homme-là qui devient rebelle,(6) dès qu'il se sent en mesure de se suffire à lui-même, (7) comme si tout n'était pas destiné à faire retour à ton seigneur(8) que dire alors de celui qui s'emploie à empêcher(9) un fidèle d'accomplir sa prière salât?(10) penses-tu qu'en agissant ainsi il suit la bonne voie(11) ou qu'il ordonne a la pratique de la piété?(12) et que dire si, de plus, il crie à l'imposture et tourne le dos à la foi?(13) ne sait-il pas que le dieu le voit?(14) gare à lui ! s'il ne met pas fin à ses agissement, nous le traînerons à l'enfer par le toupet,(15) ce toupet de menteur et de pêcheur(16) et qu'il appelle les siens alors à son secours(17) nous ferons appel, à notre tour aux gardiens de l'enfer(18) prends donc garde ! N'écoute pas cet impie ! mais prosterne-toi devant ton seigneur et rapproche toi (19).

Dieu tout puissant a dit la vérité.

Sourate l'adhérence (Al-Alaq) 96.



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 mon encadrant **Pr. Abdeslam MELIANI**, qui a suivi ce travail avec un grand intérêt, c'est grâce à ses remarques et ses conseils que ce travail est mené bien à termes.

Je tiens à remercier **Mr ERRAFIK Younes**, Directeur adjoint de la société industrielle oléicole de Fès pour m'avoir donné l'opportunité de réaliser ce stage.

Un grand remerciement pour Mme. El FARROUDI Fatima responsable de laboratoire pour son accueil et ses suggestions.

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 remercie également **Pr. TOUZANI Hanane** et **Pr. ALILOU EL Houcine** qui ont accepté de juger mon projet de fin d'étude.



Liste des

- ❖ **SIOF : société industrielle oléicole de Fés**
- ❖ **PET : polyéthylène téréphtalique**
- ❖ **PVC : polychlorure de vinyle**
- ❖ **PE : prise d'essai**
- ❖ **AC : acidité**
- ❖ **%Hum : pourcentage d'humidité**
- ❖ **% : pourcentage**
- ❖ **CPL : contre pression au cours du lavage**
- ❖ **CPN : contre pression au cours du neutralisation**
- ❖ **Déso : désodorisation**
- ❖ **L/h : litre par heure**
- ❖ **Kg/h : kilogramme par heure**
- ❖ **HB : huile brute**
- ❖ **HS : huile séchée**
- ❖ **S1 : huile de séparateur.**
- ❖ **ED ; huile à l'entrée de désodorisation**
- ❖ **SD : huile à la sortie de désodorisation**

Liste des figures

- **Figure 1: Organigramme de l'entreprise.....4**
- **Figure 2 : installation de démulagination à l'eau.....7**
- **Figure 3 : installation de démulagination à l'acide.....8**
- **Figure 4 : représentation graphique des résultats de savon S117**
- **Figure 5 : représentation graphique des résultats de savon HS.....18**
- **Figure 6: représentation graphique des résultats d'acidité dans l'huile brute.....19**
- **Figure 7 : représentation graphique des résultats d'acidité dans l'huile
De séparateur.....20**
- **Figure 8: représentation graphique des résultats d'acidité de l'huile de séchage.....20**
- **Figure 9: représentation graphique des résultats de l'huile entrant
à la désodorisation.....20**
- **Figure 10: représentation graphique des résultats d'huile à la sortie de
désodorisation.....21**
- **Figure 11: représentation graphique des résultats de l'acidité de la pâte.....22**
- **Figure 12 : Représentation graphique des résultats de phosphore de HB.....23**
- **Figure 13 : Représentation graphique des résultats de phosphore de HS.....24**
- **Figure 14: Représentation graphique des résultats de phosphore de SD.....24**

Liste des tableaux

- **Tableau 1 : composés à éliminer pendant le raffinage.....6**
- **Tableau 2: matériel et produit utilisés dans les analyses.....16**
- **Tableau 3: Le taux de savon en ppm à la neutralisation et à l'entrée et à la sortie de la désodorisation17**
- **Tableau 4: Le pourcentage d'acidité au cours du processus de raffinage.....19**
- **Tableau 5: Le pourcentage d'acidité de la pâte de neutralisation de l'huile de soja :.....22**
- **Tableau 6: Le taux de phosphore dans l'huile de soja raffinée au séchage et à la sortie de désodorisation.....23**



Sommaire

Introduction générale.....	1
Chapitre 1 : Présentation de la société.....	2
1.1 présentation de l'entreprise.....	3
a) tâche.....	3
b) but.....	3
1.2 Historique.....	3
1.3 Produits de l'entreprise.....	4
1.4 Organigramme de l'entreprise.....	4
Chapitre 2 : le processus de raffinage des huiles.....	5
2.1 Raffinage d'huile brute.....	6
A .définition.....	6
2.1.1 Le raffinage d'huile.....	6
○ raffinage physique	6
○ raffinage chimique.....	6
2.1.2 Les constituants éliminés lors du raffinage.....	6
2.2 Description des étapes de raffinage.....	7
❖ démulcination.....	7
○ démulcination à l'acide.....	7
○ démulcination à l'eau.....	7
❖ neutralisation.....	8
○ les réactions qui ont lieu dans cette étape.....	8
❖ Lavage.....	8
❖ Séchage.....	8
❖ Décoloration.....	9
❖ Filtration.....	9
❖ Désodorisation.....	9
❖ Fortification.....	9
Chapitre 3 : le contrôle de qualité au sein de laboratoire.....	10
1.1 Introduction.....	11
1.2 mode opératoire et objectifs.....	11
A) dosage du taux de savon.....	11
a) objectif.....	11
b) mode opératoire	11
c) expression des résultats.....	11

B) Dosage d'acidité.....	11
a) Objectif.....	11
b) Mode opératoire.....	12
c) Expression des résultats.....	12
C) Contrôle de l'acidité de la pate de neutralisation.....	12
a) Objectif.....	12
b) Mode opératoire	12
c) Expression des résultats.....	12
D) Contrôle de phosphore	13
a) Objectif.....	13
b) Mode opératoire.....	13
c) Expression des résultats	13
E) Humidité	13
a) Objectif.....	13
b) Mode opératoire	13
c) Expression des résultats.....	14
F) Dosage des impuretés.....	14
a) Objectif.....	14
b) Mode opératoire	14
c) Expression des résultats.....	14
I) Transmission.....	14
a) Objectif.....	14
b) Mode opératoire.....	14
Chapitre 4 : les analyses effectuées sur l'huile de soja	15
1.1 les analyses physico-chimique effectuées au sein de laboratoire.....	16
1.1.2 Matériels et produits de travail.....	16
I. l'analyse du savon.....	17
1) objectif.....	17
2) commentaire.....	18
II. analyse de l'acidité.....	18
1) objectif.....	18
2) commentaire.....	21
III. L'analyse de l'acidité de la pate de neutralisation.....	22
1. Commentaire.....	22
IV. L'analyse du phosphore.....	23
1) Objectif.....	23
2) Commentaire.....	24
Conclusion générale	25
Référence bibliographique	26

Introduction générale

L'industrie des acides gras occupe une place indispensable dans nos jours, et d'un autre point de vue les huiles et les graisses ont constituées constamment une partie importante de l'alimentation humaine, car elles constituent une des ressources énergétique. En particulier les huiles végétales sont très avantageuses, Elles sont dites "essentielles" car notre organisme ne peut pas les synthétiser.

Malgré cela les consommateurs dans nos jours, essayent de réduire leurs consommations de matières grasses. Face à cette crise, les industriels réalisent une déduction d'originalité en offrant des produits de plus en plus dirigés d'une part sur la praticité d'utilisation, et d'autre part, sur le côté naturel et authentique.

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

Touts ces produits proviennent d'une huile brute et qui nécessite le passage obligatoire par le traitement de raffinage. Ce traitement doit assurer au consommateur un produit d'aspect engageant, neutre de goût, résistant à l'oxydation, convenable à l'emploi souhaité et vidé de ses substances toxiques ou nocives. Il doit respecter au mieux un certain nombre de composés qu'il est souhaitable de conserver dans le produit final.

Toutes huiles issues d'un raffinage nécessitent plusieurs analyses, notamment les analyses physico-chimiques afin de s'assurer de sa non toxicité et de sa haute qualité.

Ce rapport de stage s'est porté sur 4 chapitres :

- ▶ Chapitre1 : Présentation de la société
- ▶ Chapitre 2: le processus de raffinage des huiles
- ▶ Chapitre 3 : le suivi du contrôle de qualité au sein de laboratoire
- ▶ Chapitre 4 : les analyses physico- effectuées sur l'huile de soja

CHAPITRE1 :

Présentation de la société

1.1 PRÉSENTATION DE L'ENTREPRISE :

- La Société Industrielle Oléicole de Fès (SIOF) est une société anonyme à vocation agro-alimentaire, spécialisée dans le domaine de l'extraction, raffinage, et le conditionnement des huiles alimentaires et conserve des olives, avec un capital qui atteint 42000000 DHS, dont les actions sont réparties entre la famille LAHBABI (9 associés).
- La SIOF s'est installée progressivement sur trois sites:
 - ❖ Le premier au quartier industriel DOKARRAT à Fès dont les activités sont : le raffinage et conditionnement des huiles alimentaires.
 - ❖ Le deuxième au quartier industriel SIDIBRAHIM à Fès, qui a intégrer l'extraction des huiles de grignon et la conserve et conditionnement d'olives de table.
 - ❖ le troisième à Ain TAOUJDAT, spécialisé en extraction des Huiles de grignon et qui intègre l'amont agricole.

a) tâche :

La SIOF commercialise ses produits au Maroc à travers un grand réseau de distribution ainsi qu'à l'international avec des partenaires de grande envergure.

b) But :

L'entreprise SIOF est décidée à être une référence dans le secteur des huiles et d'olive au Maroc et à l'étranger. Pour ce but l'entreprise a avéré une stratégie qui se décline en quatre points :

- Assurer un service de qualité à l'ensemble des clients.
- Offrir un milieu de travail confortable et sain à tous ses employés.
- Respecter les normes internationales de production.
- Accroître sa présence à l'internationale en étant présent dans les différents salons et en améliorant une gamme adapté.

1.2 historique :

La société est créée en **1961** sous forme d'une Société à Responsabilités Limitées (S.A.R.L) par la famille Lahbabi avec la trituration d'olive l'extraction d'huile de grignon et la conservation d'olive [3].

- **1966** SIOF a eu l'autorisation de créer une usine de raffinage.
- **1972** la fabrication des emballages en plastique et conditionnement.
- **1978** lancements de la première campagne publicitaire, distribution des produits sur tout le royaume du Maroc.
- **1982** modernisations de l'unité de raffinage avec une capacité de 30000 tonnes par an.
- **1986** l'ouverture de plusieurs dépôts au Maroc : Marrakech, Casablanca, oued zen et Meknès.
- **2003** la SIOF a modernisée routes sa ligne de conditionnement suite a l'interdiction de PVC. Et utilise le PET.
- **2007** la création filiale domaine EL HAMD : une plantation de 220 hectares d'olivier et une unité d'extraction d'huile.

1.3 PRODUITS :

La SIOF assure le raffinage des produits suivants :

- ▶ **SIOF** : l'huile de table raffinée a 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)

1.4 ORGANIGRAMME DE L'ENTREPRISE :

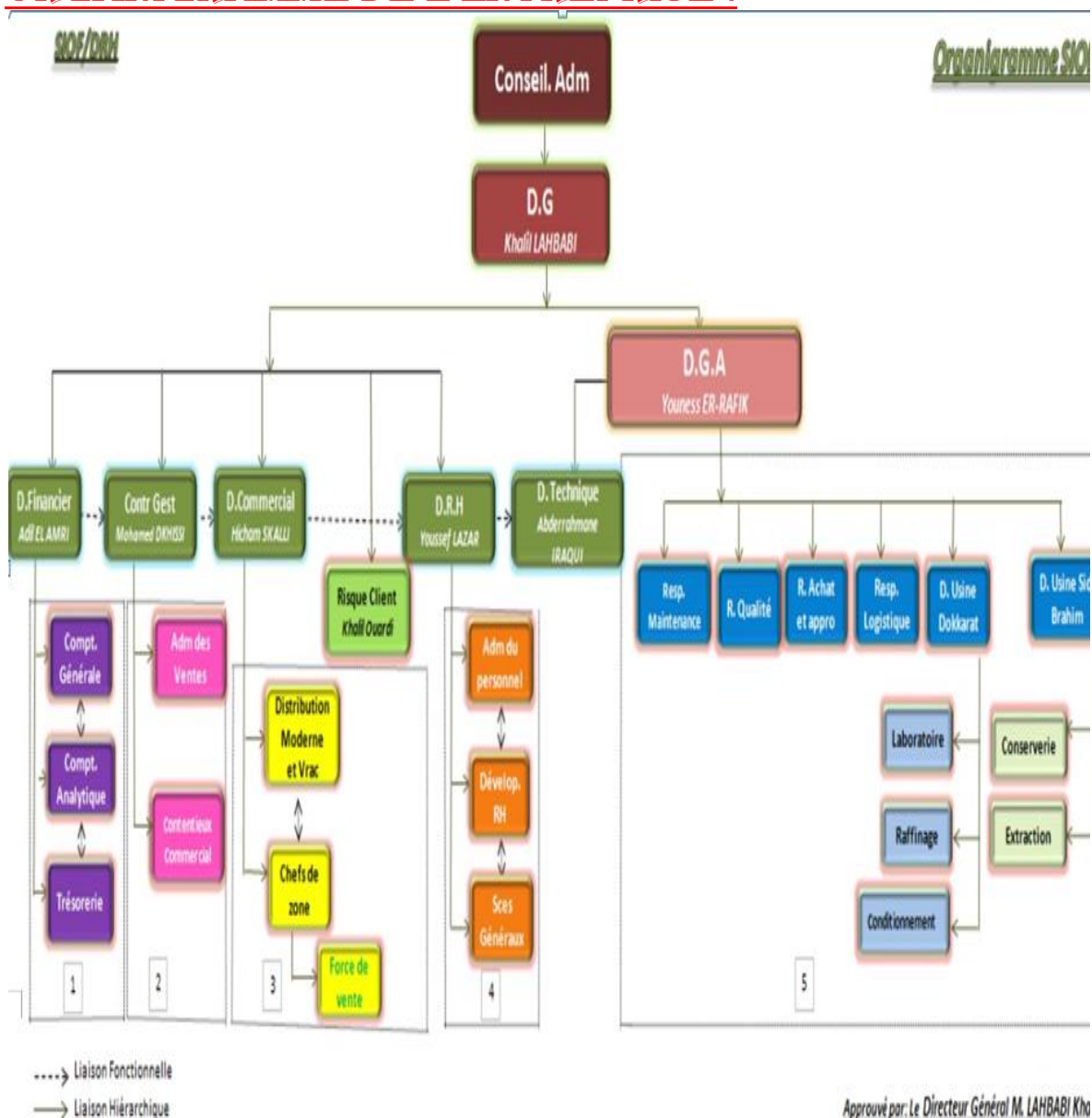


Figure 1: Organigramme de l'entreprise

CHAPITRE 2 :

Le processus de raffinage des huiles

2.1 Le raffinage d'huile brute :

Les huiles brutes obtenues possèdent certains nombre d'impureté indésirables, responsable du gout et de l'odeur désagréable et de leur mauvaise conservation.

Donc le but de raffinage c'est d'améliorer les caractères organoleptiques, nutritionnels et la stabilité des corps gras, et éliminer les corps indésirable.

A. Définition :

Le raffinage est une technologie relativement récente qui devient de plus en plus importante dans l'industrie agroalimentaire. L'huile brute sera traitée et raffinée en passant par plusieurs opérations.

2.1.1 Le raffinage d'huile:

Il existe deux types de raffinage : raffinage physique et raffinage chimique

- ◆ **Raffinage physique** : appelé aussi « la distillation neutralisante » ce type de raffinage a pour but d'éliminer les composés indésirables (désacidification) par distillation sous vide poussé avec injection de vapeur sèche.
- ◆ **Raffinage chimique** : ce type de raffinage nous permet d'éliminer les acides gras libres par une étape de neutralisation à la soude.

2.1.2 Les constituants éliminés lors de raffinage :

Operations	Composés éliminés
stockage	▪ Les mucilages, phosphatides glycolipides
Démucilagination	▪ Les mucilages
Neutralisation	▪ Les acides gras libres, les phosphatides résiduelle, les composés de dégradation d'origine oxydative
Lavage	▪ Le savon, trace de soude (NaOH)
Séchage	▪ Eau
Décoloration	▪ Les pigments (chlorophylles, carotènes) et les traces du savon.
filtration	▪ Les terres alimentaires usées.
désodorisation	▪ Acides libres, substances volatiles responsable de l'odeur et le gout, peroxydes, pigments et produits de dégradation

Tableau1 : composés à éliminer pendant le raffinage

2.2 Description des étapes de raffinage :

- ❖ **Démucilagination (dégommage)** :c'est une technique qui consiste à nettoyer l'huile brute des mucilages qui se partagent entre l'huile et l'eau sans se dissoudre, chimiquement ces mucilages sont des phospholipides,

Le principe de base de ce processus est comme suit :

- ✓ L'élimination des phospholipides hydratables par un traitement d'eau.
- ✓ L'élimination des phospholipides non hydratables par un traitement avec des acides.

- ▶ **Dégommage à l'eau** : c'est un traitement à l'eau chaude qui insolubilise les phospholipides ainsi que diverse matière colloïdale, l'huile brute est chauffée à 80°C dans un échangeur à plaque.

Elle reçoit un appoint de 2-3%, avant de passer dans un mélangeur rapide puis dans un contacteur à axe verticale dans lequel le mélange huile-eau est brassé pendant une demi-heure avant centrifugation sur séparateur continu classique.

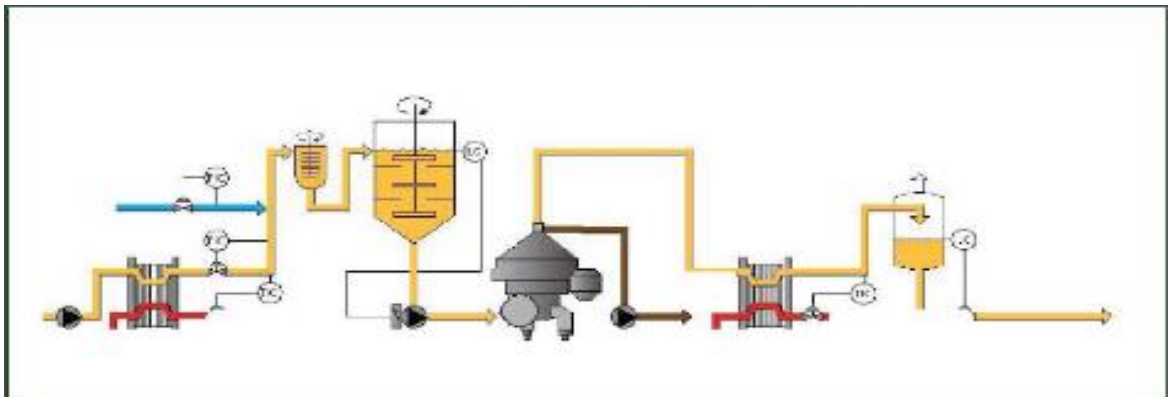


Figure 2 : installation de dégomme à l'eau

- ▶ **Dégommage à l'acide** :

Le taux de phospholipide dans l'huile brute dégomme à l'eau, passe de 800ppm à 150-200ppm ces derniers représente les phospholipides non hydratables dont l'élimination est nécessaire pour le raffinage physique, et peut être réalisée grâce à un dégomme à l'acide, tel que l'acide phosphorique et l'acide citrique, mais de façon générale, l'acide phosphorique est largement utilisé, car il forme une liaison forte entre les groupements phosphates et le calcium, fer et magnésium.

Ça se fait par l'ajout 1 à 3 % d'acide phosphorique commerciale à 75 % (v/v) à de l'huile brute, Chauffé jusqu'à 60°C. Après un brassage de 20min le mélange est réchauffé à 90°C et reçoit un ajout de 2 à 3 % d'eau avant d'être brassé à nouveau pendant 20minutes pour permettre l'hydratation des phospholipides. Le mélange est ensuite refroidi jusqu'à 50°C pour

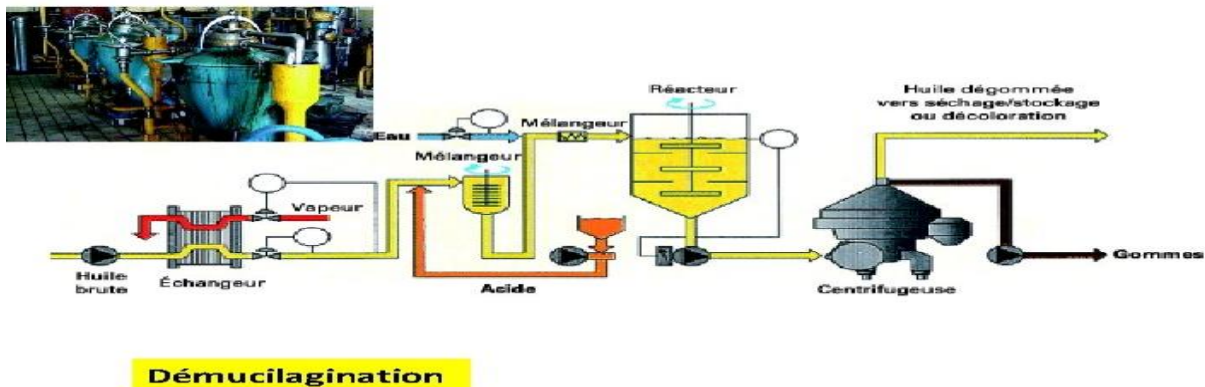


Figure 3 : installation de démucilagination à l'acide

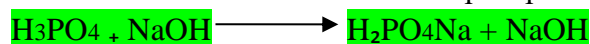
❖ Neutralisation:

Les acides gras libres sont les impuretés les plus représentées dans les huiles à raffiner, l'élimination de ces acides gras libres est l'opération la plus importante du raffinage. La neutralisation par la soude (NaOH) élimine les acides gras sous forme de savons appelés communément « **pâte de neutralisation** »

Qui comprennent outre les savons de sodium et la soude, de l'eau, du sel, des phosphates de sodium, des mucilages, de l'huile neutre entraînée, des colorants, des produits d'oxydation et des contaminants divers.

Les réactions qui ont lieu lors de cette étape sont :

- ▶ La neutralisation de l'excès d'acide phosphorique présent dans l'huile :



- ▶ La neutralisation des acides gras libres en formant **les savons sodiques:**



N.B: Comme ce sont des acides faibles, ils requièrent un excès de la soude pour s'assurer que la réaction soit déplacée dans le sens de la formation du savon et que l'acidité résiduelle de l'huile soit petite. Cet excès est d'habitude entre 0,01 et 0,05 % pour les huiles de soja dégommées avec l'acide contenant une quantité de phosphore résiduelle inférieure à 2 ppm.

❖ Lavage :

Le lavage de l'huile neutralisée est réalisé à l'aide d'eau chaude à 90°C acidifié avec l'acide citrique, pour but d'éliminer les substances alcalines (savons, et soude en excès), après le mélange passe dans mixeur, puis subit une centrifugation pour séparer l'eau savonneuse de l'huile lavée dans un séparateur.

Remarque :

- ▶ l'acide citrique facilite le lavage par action sur les savons et par augmentation de leur densité.

❖ Séchage :

C'est une étape qui consiste à éliminer l'humidité présente dans l'huile lavée, car l'humidité peut provoquer un colmatage (bouchage) rapide des filtres.

L'huile neutralisée sortant du lavage, à une température de 90°C après pulvérisée dans une tour verticale maintenue sous une pression inférieure ou égale à 76mmhg.

❖ Décoloration :

L'objectif de cette opération est de rendre claire la couleur de l'huile par la terre alimentaire, cette étape vise à éliminer les pigments de l'huile (chlorophylle et carotènes), nuisible à sa couleur et à sa conservation, que la neutralisation n'a que partiellement éliminée, l'opération se fait dans un réacteur où l'huile est agitée, on ajoute la terre décolorante à une température de 114°C pendant 20 minutes. Une fois décolorée elle passe à une première filtration ensuite repasse à un deuxième réacteur pour être décolorée encore une fois. Puis passe dans une deuxième filtration pour éliminer des traces.

L'enlèvement total de la terre décolorante de l'huile par filtration est très important car les résidus d'argile agissent comme un pro-oxydant puissant et salit le matériel à l'aval.

❖ Filtration :

Cette étape permet d'obtenir une huile limpide après élimination de la terre décolorante. Dans l'industrie du raffinage des huiles végétales, les filtres fréquemment utilisés après décoloration mettent en œuvre des surfaces filtrantes constituées le plus souvent de toiles métalliques, le cas du filtre Niagara lorsqu'il s'agit d'installation continue.

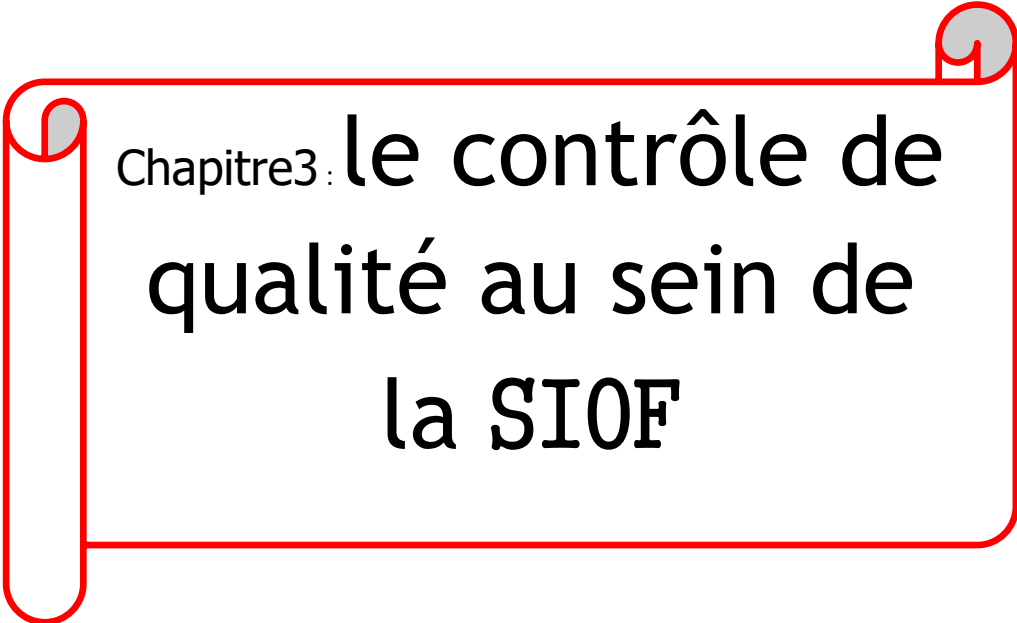
❖ Désodorisation :

L'opération de désodorisation a pour but d'éliminer les substances volatiles comme les aldéhydes et les cétones, qui donnent une odeur et une saveur désagréables à l'huile décolorée, ainsi que les acides gras libres encore présents dont certains sont très sensibles à l'oxydation.

À ce stade, l'huile est injectée par la vapeur sèche à une température de 250°C et en passant dans une batteuse sous vide une pression inférieure ou égale à 5 mbar équipée d'un système d'échange de chaleur et de projection de vapeur, l'huile désodorisée est ensuite refroidie à 36°C en passant dans différents échangeurs de température. La désodorisation constitue la dernière phase du raffinage et l'huile raffinée est stockée dans des cuves sous azote avant d'être envoyée à l'atelier de conditionnement.

❖ La fortification :

La fortification des aliments est définie comme un traitement ayant pour but essentiel d'élever la teneur en principes nutritifs de ces aliments au-dessus de la valeur considérée comme normale, aussi les aliments qu'il aurait pu perdre durant le processus de fabrication et de conservation. La fortification des aliments avec les vitamines A et E est une stratégie très efficace pour lutter contre les troubles dus aux carences en ces deux vitamines.



Chapitre3: **le contrôle de
qualité au sein de
la SIOF**

1.1 Introduction :

Pour assurer la qualité des huiles produites, il est nécessaire de tester la qualité du produit fini en faisant intervenir plusieurs techniques et méthodes de la chimie analytiques instrumentale et non instrumentale.

Donc pour garantir cette qualité il faut que les résultats déterminés par le laboratoire soient juste et fiable.

1.2 Mode opératoire et objectif des analyses effectuées :

A. Dosage du taux de savon :

a) Objectif :

C'est la détermination de **la quantité de savon** sous forme des oléate de sodium contenu dans les huiles raffinées exprimée en partie par million (ppm), par l'addition d'acétone, a pour but de savoir si on a une perte d'huile. Le dosage est effectué sur l'huile neutralisée, séchée et désodorisée.

b) Mode opératoire :

- On prend **un ballon** (rincé avec l'acétone à 3%). On met 40 ml de la solution acétonique à 3%. (970mL d'acétone+20ml d'eau distillée+10mL de bleu de bromophenol.
- On neutralise avec quelques gouttes de HCl (burette) (0.01N) →

Coloration jaune

- On ajoute la quantité d'huile nécessaire pour le dosage :
 - ▶ 5g pour l'huile neutralisée.
 - ▶ 15g pour l'huile séchée, désodorisée.

→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.

c) Expression des résultats :

$$\text{Taux de savon (ppm)} = \frac{V \times 3040}{PE}$$

V : volume de HCl
versé (ml).

PE : prise d'essai
(g)

B. Dosage d'acidité :

a) Objectif :

L'acidité de l'huile est la quantité d'acides gras libres exprimée en pourcentage d'acide oléique présenté dans 100g de matière grasse, le contrôle se fait par une réaction acido-basique avec un titrage par KOH.

b) Mode opératoire :

- Dans un **ballon de 250 ml**, On met à peu près 100 ml d'alcool qui a un caractère acide.
- 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 la quantité d'huile à analyser :
 - 5g d'huile brute.
 - 15g d'huile neutralisée, séchée, décolorée, filtrée, désodorisée.
- On agite un peu et on obtient une coloration jaune.
- On titre avec KOH (0,1N) jusqu'au virage ce qui signifie que tous les acides gras sont neutralisés.

c) Expression des résultats :

$$\%AC = \frac{V \times 282}{PE}$$

V : volume de KOH versé (ml)

282 : masse molaire de l'acide oléique

PE : prise d'essai (g)

C. Contrôle de l'acidité de la pate de neutralisation :

a) Objectif :

Ce contrôle nous permet de savoir si on a une perte d'huile dans la pate de neutralisation, ainsi de déterminer l'acidité de cette dernière et la quantité de la matière grasse éliminée.

b) 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 100ml d'alcool avec 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 de la phase organique à analyser.
- On titre avec KOH (1N) jusqu'au virage.

c) expression des résultats :

$$\%AC = \frac{V \times 282}{PE}$$

V : volume de KOH versé (ml)

282 : masse molaire de l'acide oléique

PE : prise d'essai (g)

D. Contrôle de phosphore :

a) Objectif :

Ce contrôle nous permet de déterminer la quantité de phosphore dans les huiles qui est généralement sous forme des phospholipides.

b) Mode opératoire :

On prend 4 tubes et on met successivement 0,2g d'huile dans:

- Tube 1 : le blanc (pas d'huile)
- Tube 2 : huile brute
- Tube 3 : huile séchée
- Tube 4 : huile de sortie de désodoriseur

Puis on ajoute dans les 4 tubes une pincée d'oxyde de magnésium **MgO** puis on met ces tubes dans le four à une température de 500 à 550°C pendant 4heures. 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 rota-vapeur. 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 à une longueur d'onde de 720 nm. La teneur en phosphore est exprimée en ppm.

C) expression des résultats :

$$\text{Taux de phosphore (ppm)} = \frac{\text{Abs} \times \text{coefficient}}{\text{PE}}$$

Coefficient pour HB=108,69

Coefficient pour HS/SD = 41,66

E. l'humidité :

a) objectif :

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.

b) Mode opératoire :

- On tare un petit cristalliseur **M**, 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 et on le pèse **M'**.
- 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.

c) Expression des résultats :

$$\% \text{ hum} = \left(PE - \frac{(M' - M)}{PE} \right) \times 100$$

M' : masse de cristalliseur+échantillon à analyser (g)

M : masse de cristalliseur vide (g).

PE : prise d'essai (g).

F. Dosage d'impureté :

a) objectif :

Les impuretés sont la teneur des matières minérales insoluble tel que : poussière, les hydrates de carbone les matières azotées et d'autres corps étrangers non soluble dans l'hexane dans des conditions spécifiées, exprimées en pourcentage massique.

b) 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.

c) expression des résultats :

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

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

M:massedepapierfiltreContenantlesimpurés (g).

T : masse de papier filtre

I. Transmission:

a) objectif :

C'est un test effectué sur **les huiles désodorisé** et qui définit le pourcentage de la coloration par rapport à l'eau distillée. On mesure la transmittance à une longueur d'onde 420 nm en prenant l'eau comme référence.

b) Mode opératoire:

- Pour faire l'étalonnage on remplit 2 cuves en quartz, une par l'eau et l'autre par l'huile.
- On essuie bien la cuve et on la dépose dans un spectrophotomètre (visible).
- La valeur transmittance est lue directement.

La coloration d'huile doit être dans les environs de 80%.

Chapitre 4 : **les analyses effectuées au sein de laboratoire**

1.1 Les analyses physico-chimiques effectuées sur l'huile de soja au sein de laboratoire :

Comme dans la partie de raffinage, chaque étape nécessite un suivi de contrôle dont le but est de modifier les conditions de raffinage afin d'obtenir une huile de bonne qualité avec des caractères bien déterminés.

Pour avoir une huile de soja de qualité, il faut effectuées certaines analyses physico-chimiques pour que l'huile de soja garde sa stabilité, mon travail a été réalisé sur 4 types d'analyses physico-chimique vue leurs importances dans la stabilité d'huile.

Parmi les analyses que nous allons suivre sont : **l'acidité, le taux de savon et le phosphore et l'acidité de la pâte de neutralisation**. Ils sont réalisés dans les différentes étapes de raffinage : démulagination, neutralisation, décoloration, désodorisation.

Les valeurs ci-dessus sont les résultats des analyses que j'ai effectué pendant la période de mon stage daté de 01/05/2021 jusqu'à 13/06/2021, sachant que j'avais la permission de se présenter dans l'entreprise 2 jours par semaine.

Les paramètres de raffinage enregistré :

- ❖ Débit d'huile : 5500-7266 Kg/h
- ❖ Débit d'acide phosphorique : 26,6-34 l/h
- ❖ Débit de la soude : 110-164l/h
- ❖ Température déso : 115-134°C
- ❖ Température HB: 75-94°C
- ❖ CPL: 1, 2-2, 4 bar
- ❖ CPN: 0, 8-2 bar

1.1.2 Matériels et produits de travail :

Tableau 2 : matériel et produit utilisés dans les analyses.

Matériels	Produits / rôle
Ballon	Solution acétonique, Alcool.
Burettes	HCl (0,01N), KOH (0,1N),
Tubes a essaie	Les échantillons des huiles
Béchers	HCl (2ml), NaOH (0,6ml), solution réductrice (5ml), nitro-vanado-molybdique (2,5ml), acétate de sodium
Balance	Pesage des échantillons
Pipettes	Les prises d'essaies

I. L'analyse du savon :

1. Objectif :

On détermine la quantité du savon présent dans l'huile de séparateur S1, l'huile séchée HS, l'huile entrant à la désodorisation ED et l'huile sortante de désodorisation SD. Afin de comparer les résultats trouvés à ceux des normes.

$$\text{Taux de savon (ppm)} = \frac{V \times 3040}{PE}$$

V : volume de HCl versé (ml).

$$\text{Taux de savon (ppm)} = \frac{3,026 \times 3040}{8,58} = 1072 \text{ ppm}$$

PE : prise d'essai (g)

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

N° d'expérience	Huile de séparateur 1 : S1	Huile séchée : HS	Huile entrant à la désodorisation : ED	Huile sortante de la désodorisation : SD
1	1053	23	0	0
2	727	7	0	0
3	2844	17	0	0
4	1321	0	0	11
5	1491	46	0	16
6	1430	28	0	0
7	490	36	0	71
8	1718	38	0	0
9	2008	48	0	0
10	931	40	0	0
11	1606	29	0	0
12	2000	0,07	0	0
13	1072	49,59	0	0
NORMES	600-1200ppm	<50ppm	0ppm	0ppm

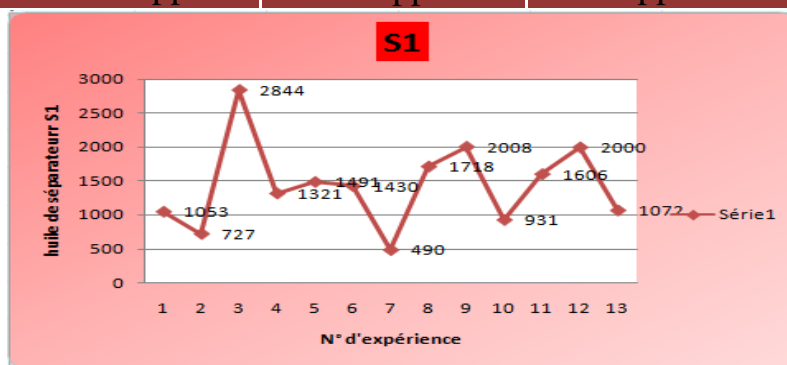


Figure 4: représentation graphique des résultats de savon S1

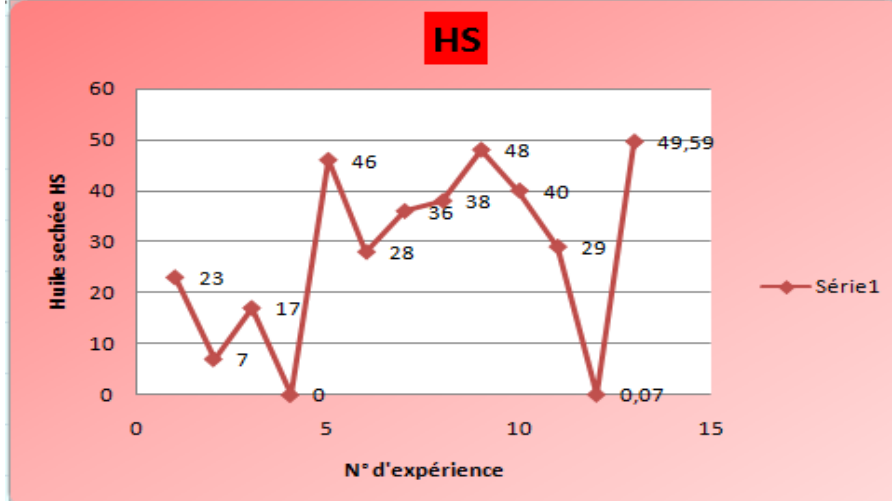


Figure 5 : représentation graphique des résultats de savon HS

2. Commentaire :

Dans les résultats obtenus, on peut observer qu'il y a des valeurs qui dépassent les normes, cela du a plusieurs causes : l'huile soja durant le démarrage de raffinage le taux de savon est élevé car l'huile est toujours brute n'a pas encore passée toutes les étapes de raffinage. Même dans le cas de retour : l'huile est collectée de différente sources, aussi dans les fonds des bacs le taux de savon est élevé car les citernes ne possèdent pas un système d'agitation.

Pour résoudre le problème des valeurs qui dépassent les normes, à **l'étape de neutralisation** il faut modifier certains paramètres afin que le taux de savon soit faible, et pour que cela soit réaliser il faut augmenter **la quantité d'acide citrique**.

Pour **l'étape de séchage** on voit que toutes les valeurs sont dans les normes ce qu'est bien.

Pour **l'étape de désodorisation** le taux ne doit pas dépasser 0ppm pour dire que les étapes de lavage et décoloration sont bien exécutées, dans le cas contraire il faut faire un traitement par l'acide citrique.

II. L'analyse de l'acidité:

1. Objectif :

On cherche dans cette analyse à déterminer le pourcentage d'acide gras libre dans : **l'huile brute HB, huile de séparateur S1, huile séchée HS, huile entrant à la désodorisation ED et huile sortante de désodorisation SD**, par une réaction acido-basique.

$$\%AC = \frac{V \times 28,2}{PE}$$

V : volume de KOH versé (ml)

282 : masse molaire d'acide oléique.

$$\%AC = \frac{0,16 \times 28,2}{3,79} = 1,19\% \approx 1,2\%$$

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

N° d'expérience	Huile brute HB	Huile de séparateur S1	Huile séchée HS	ED	SD
<u>1</u>	0,64%	0,04%	0,056%	0,12%	0,07%
<u>2</u>	0.65%	0.05%	0.075%	0.14%	0.054%
<u>3</u>	0.70%	0.15%	0.16%	0.15%	0.05%
<u>4</u>	0.94%	0.054	0.084%	0.18%	0.062%
<u>5</u>	1.09%	0.29%	0.37%	0.22%	0.072%
<u>6</u>	0.97%	0.27%	0.28%	–	–
<u>7</u>	0.86%	0.10%	0.14%	0.13%	0.072
<u>8</u>	0.90%	0.20%	0.26%	0.18%	0.063%
<u>9</u>	1.04%	0.15%	0.16%	0.15%	0.055%
<u>10</u>	0.70%	0.11%	0.17%	0.15%	0.051%
<u>11</u>	0.70%	0.03%	0.14%	0.16%	0.06%
<u>12</u>	0.70%	0.03%	0.07%	0.14%	0.13%
<u>13</u>	1.2%	0.03%	0.0063%	0.25%	0.08%
<u>Normes</u>	<u>2%</u>	<u>0.1-0.3%</u>	<u>0.1-0.3%</u>	<u><0.1-0.3%</u>	<u><0,08-0,3%</u>

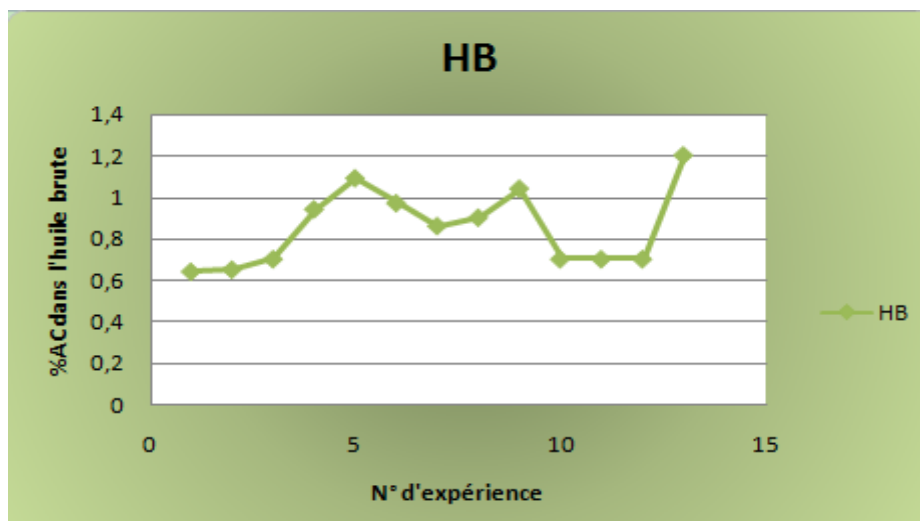


Figure 6: représentation graphique des résultats d'acidité dans l'huile brute

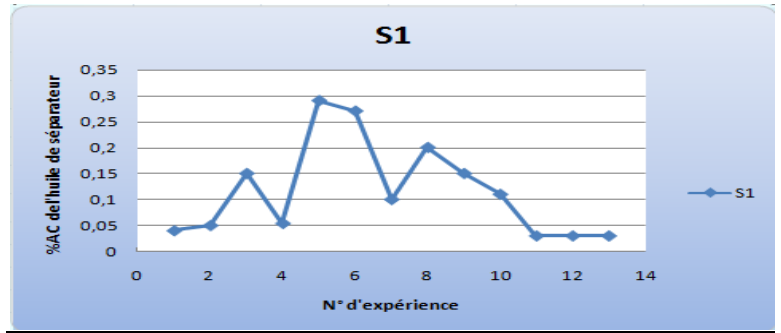


Figure 7 : représentation graphique des résultats
d'acidité dans l'huile de séparateur

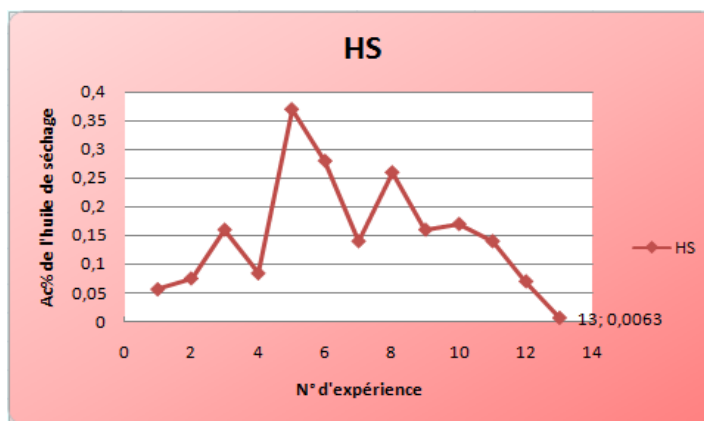


Figure 8: représentation graphique des résultats
D'acidité de l'huile de séchage

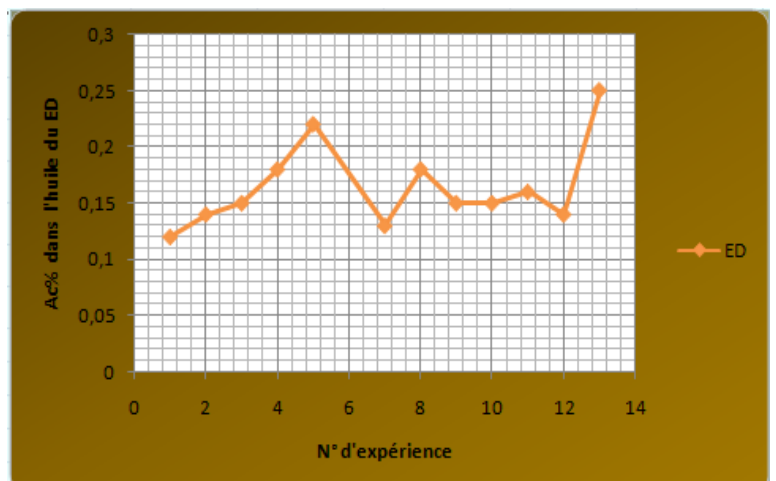


Figure 9: représentation graphique
Des résultats de l'huile entrant à la désodorisation.

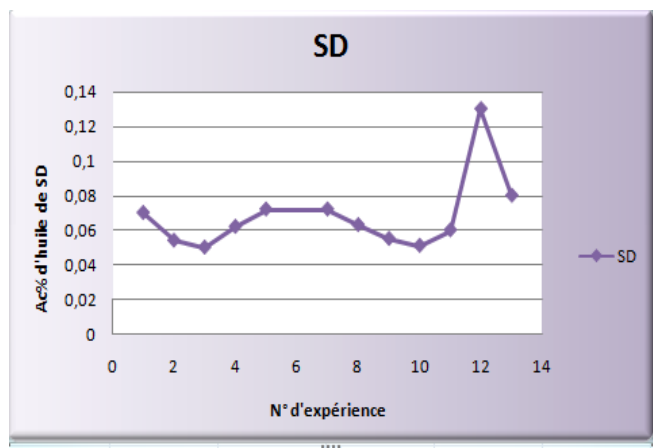


Figure 10: représentation graphique

Des résultats d'huile à la sortie de désodorisation.

2. Commentaire :

D'après les résultats obtenus de l'analyse de ces différents échantillons d'huile de soja, on voit bien que leur acidité est plus au moins dans les normes.

- **Pour S1** : si la valeur de l'acidité n'est pas dans les normes on réagit sur la soude caustique, le %AC est supérieur à 0,3% on augmente la quantité de la soude ajoutée et si elle est inférieure à 0,1% on diminue la quantité de la soude ajoutée.
- **Pour HS** : L'acidité de cet huile dépend généralement de la quantité d'acide citrique ajoutée pendant le lavage, si cette quantité augmente l'acidité diminue est vice versa.
- **Pour ED** : dans cette partie si l'acidité d'huile dépasse les normes, on fait une optimisation de la quantité ajoutée de la terre décolorante.
- **Pour SD** : Si l'acidité est supérieure à 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.

III. L'analyse de l'acidité de la pâte de neutralisation :

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

<u>N° d'expérience</u>	<u>% d'acidité de la pâte :</u>
1	60%
2	69,38%
3	65,8%
4	68,80%
5	65,58
6	67,29%
7	66,35%
8	66,35%
9	66,51%
10	66,35%
11	65 ,94%
12	66,35%
13	65,94%
<u>Normes</u>	>60%

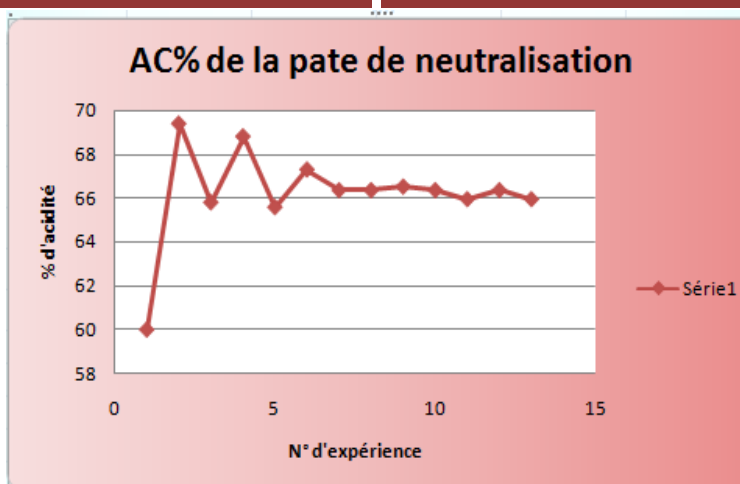


Figure 11: représentation graphique des résultats de l'acidité de la pâte.

1. Commentaire :

D'après les résultats trouvés, on remarque que le pourcentage d'acidité de la pâte de neutralisation est plus au moins dans les normes puisque l'acidité dépasse 60% cela veut dire qu'il y a une bonne séparation de l'huile de la pâte.

Dans le cas contraire ou l'acidité est inférieure à 60% il faut informer les responsables dans l'atelier du raffinage pour faire certaines modifications car il y a une perte non négligeable d'huile.

IV. L'analyse du phosphore:

1. Objectif :

L'analyse du phosphore dans l'huile de soja consiste à déterminer la quantité du phosphore sous forme des phospholipides dans chaque huile des huiles suivantes : **huile brute HB**, **huile séchée HS** et **l'huile à la sortie de désodorisation SD**.

- Coefficient pour HB=108,69
- Coefficient pour HS/SD = 41,66

$$\text{Taux de phosphore (ppm)} = \frac{\text{Abs} \times \text{coefficient}}{\text{PE}}$$

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

N° d'expérience	HB	HS	SD
1	129	2,06	0,39
2	103	2,41	0,4
3	113	2,1	1,12
4	120	2,1	0,98
5	132	0,95	0,35
6	106	0,21	–
7	107	-0,83	-1,08
8	123	3,17	0,69
9	–	2,12	2,12
10	91	6	1,75
11	195	-2,56	-4
12	–	-5,20	-2,55
13	121	3,20	0,80
Normes	<200 ppm	< 5 ppm	< 2 ppm

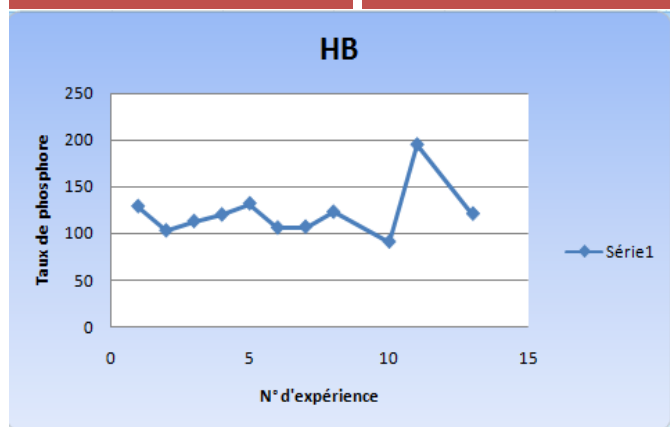


Figure 12 : Représentation graphique des résultats de phosphore de HB

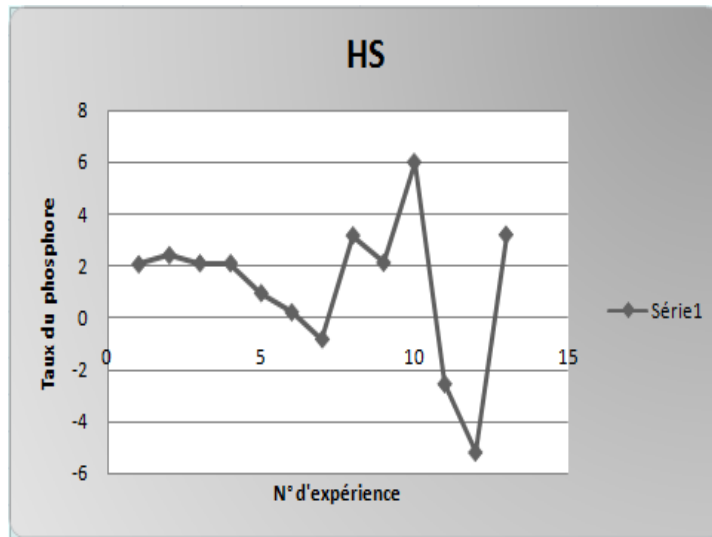


Figure 13 : Représentation graphique des Résultats de phosphore de HS

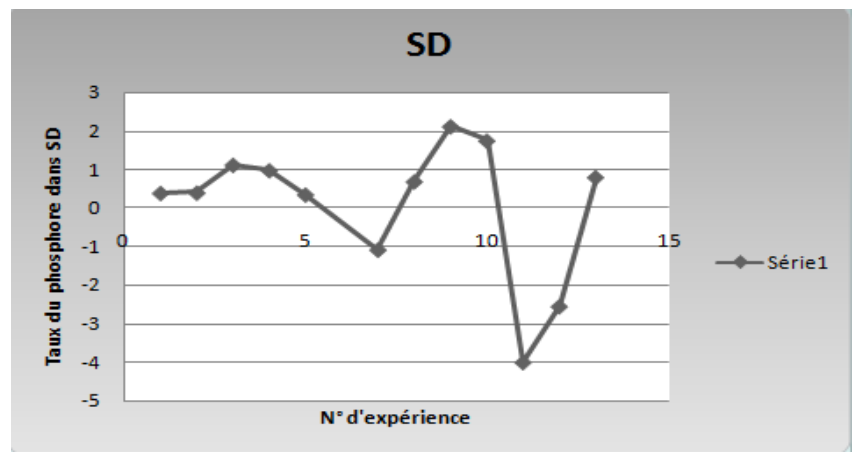


Figure 14: Représentation graphique des résultats de phosphore de SD

2. Commentaire :

A partir des résultats trouvés on peut observer qu'il y a des valeurs positives et d'autres négatives ce qui peut avoir une relation avec la quantité d'acide phosphorique ajoutée.

- ▶ Résultats négatives implique que l'acide phosphorique ajoutée est en excès.
- ▶ Résultats positives dépassent les normes cela implique que la quantité ajoutée d'acide n'est pas suffisante et qu'il y a toujours quelques traces des phospholipides.

Donc dans tout les cas il faut alerter les responsables dans l'atelier de raffinage afin d'augmenter ou diminuer la quantité d'acide phosphorique.

Conclusion générale :

La société industrielle oléicole Fés (SIOF) opte un processus de qualité qui lui permet de produire des huiles de qualité et répondant aux exigences de ses clients et assure leurs satisfactions, ce qui lui fournit une bonne place sur le marché du travail.

Dans cette étude, nous avons travaillé sur quelques analyses physico-chimiques effectuées sur l'huile de soja au cours du raffinage suite à leur importance à apporter des modifications nécessaires qu'on doit prendre en considération lors du raffinage.

D'après les résultats obtenus pour les quatre analyses physico-chimiques on constate très bien que la majorité des valeurs respectent les normes c'est ce qui nous ont permis de confirmer la qualité du raffinage Afin d'obtenir une huile saine de haute qualité et qui n'est pas nocive pour la santé du consommateur.

Mon stage était une précieuse opportunité d'une part pour enrichir mes connaissances scientifiques et d'autre part améliorer mon savoir faire.

Référence bibliographique

<https://fr.wikipedia.org/wiki/SIOF>

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

<https://www.google.com/imgres>

<https://www.silverson.fr/fr/mediatheque/rapport-dapplication/raffinage-deshuile-comestible>

<https://youtu.be/QdfiiZYaMKk>